

TD

796

D41

1997

3614147H

ALEX CENDRE INC.

INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE - INRS-EAU

**DÉCONTAMINATION DES CENDRES VOLANTES
D'INCINÉRATEURS DE DÉCHETS MUNICIPAUX**



RAPPORT FINAL

RAPPORT PRÉSENTÉ À

**ENVIRONNEMENT CANADA (RÉGION DU QUÉBEC)
SECTION DU DÉVELOPPEMENT TECHNOLOGIQUE
DIRECTION DE LA PROTECTION**

FÉVRIER 1997

Ce document est publié avec l'autorisation du ministère de l'Environnement.
Ministère des Travaux publics et Services gouvernementaux du Canada 1997
N. de catalogue : EN40-543/1997F
ISBN : 0-662-82326-8



Ce document est publié avec l'autorisation du ministère de l'Environnement.

Ministère des Travaux publics et Services gouvernementaux du Canada 1997

N° de catalogue : En40-542/1997F

ISBN : 0-662-82266-8

PERSPECTIVE DE GESTION

Ce rapport d'étude est publié dans le cadre du « Programme de Développement et de Démonstration Technologiques » d'Environnement Canada qui vise à appuyer les initiatives du secteur privé dans le développement et la démonstration de nouvelles technologies environnementales. Ce programme est associé au Bureau fédéral de développement régional du Québec (BFDR-Q) et fait partie intégrante du Plan d'action Saint-Laurent Vision 2000 d'Environnement Canada.

MANAGEMENT PERSPECTIVE

This study report is published as part of the « Technology Development and Demonstration Program » of Environment Canada, which promotes private sector initiatives in the development and demonstration of innovative environmental technologies. This program is also associated with the Federal Office of Regional Development -Quebec region (FORD-Q) and is a part of the St.Lawrence Vision 2000 action plan from Environment Canada.

AVIS DE RÉVISION

Le présent rapport a été examiné par la Direction de la Protection, Environnement Canada, qui en a autorisé la publication. Cette autorisation ne signifie pas nécessairement que le contenu du rapport reflète les opinions et les politiques du Ministère. Les mentions de marque de commerce et de produits commerciaux qui apparaissent dans ce rapport ne signifient aucunement que leur utilisation est recommandée.

COMMENTAIRES DES LECTEURS

Veillez adresser vos commentaires sur le contenu du présent rapport à la Direction de la protection, Section du développement technologique, Environnement Canada, 105 rue McGill, 4^e étage, Montréal (Québec) H2Y 2E7.

RÉSUMÉ

L'incinération des déchets municipaux génère deux types de cendres: les cendres de grilles, qui sont généralement inertes et ne constituent pas un danger pour l'environnement, et les cendres volantes. Les cendres volantes, qui proviennent de l'épuration des gaz résultant de la combustion des déchets, sont la plupart du temps considérées comme un déchet dangereux. Ce caractère dangereux vient de leur forte teneur en plomb, en cadmium et en mercure, selon les incinérateurs où elles sont produites. Ces métaux sont en effet lixiviables lors de l'application des tests de lixiviation des différentes législations, ce qui leur donne la caractéristique technique d'être un déchet dangereux. À noter que les cendres volantes sont composées des cendres de chaudières et des cendres des précipitateurs électrostatiques, mais aussi des chaux usées.

La combustion des déchets urbains dans les incinérateurs produit des quantités importantes de cendres qui représentent 20 à 35 % du poids des déchets. En général, de 10 à 20% sont des cendres volantes, le reste étant constitué de cendres de grilles. En Amérique du Nord, on compte plus de 325 incinérateurs de déchets municipaux. La combustion de ces déchets génère plus de 1.5 millions de tonnes de cendres volantes annuellement. Les modes de gestion les plus courants des cendres volantes en Amérique du Nord sont la stabilisation chimique, la vitrification et l'enfouissement sécuritaire.

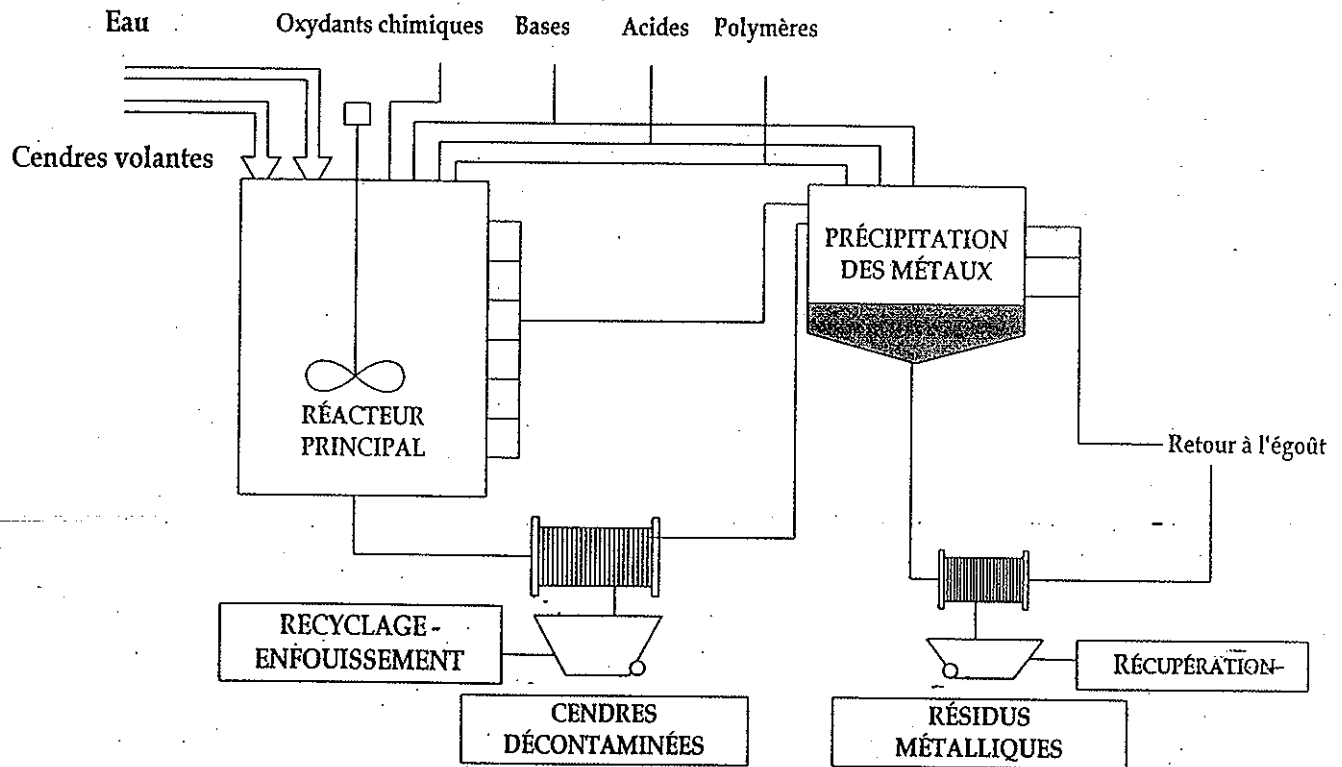
Le présent rapport fait suite à la démonstration à l'échelle pilote du procédé de décontamination des cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux. Il s'agit donc d'un rapport final qui comprend tous les résultats amassés, soit du 1er avril au 31 décembre 1996. Le projet sur les cendres est la suite logique d'un projet de recherche qui a été développé à l'Institut national de la recherche scientifique (INRS-Eau) depuis 1991. De mars 1993 à mars 1995, le procédé avait été développé au laboratoire, lors d'un projet financé entre autre par le Fonds de recherche et de développement de technologies environnementales du ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (MEF). Les partenaires du présent projet sont : Environnement Canada, Alex Cendre inc., INRS-Eau, la Communauté urbaine de Québec (CUQ) et le MEF.

L'objectif principal de ce projet de démonstration était d'établir un procédé environnemental et économique pour la décontamination des cendres volantes. Plus précisément, les objectifs de traitement étaient de rendre les cendres volantes non toxiques et conformes aux réglementations gouvernementales. De plus, ce traitement devait permettre le recyclage des cendres volantes traitées et la récupération des métaux extraits.

DESCRIPTION DE LA TECHNOLOGIE

La description de la technologie de décontamination des cendres volantes est présentée schématiquement à la figure 1. Le procédé proposé consiste en la solubilisation chimique des métaux contenus dans les cendres volantes. Dans un premier temps, les cendres volantes sont acheminées vers un réacteur afin d'y subir le traitement de décontamination. Cette décontamination fait intervenir des lavages en milieu basique et en milieu acide et utilise le caractère oxydant de certains produits chimiques. Suite à ce traitement, les cendres volantes sont dirigées vers une unité de filtration; les cendres volantes ainsi filtrées sont décontaminées et peuvent être réutilisées. Les liquides de ces lavages sont conduits vers une unité de précipitation des métaux. Cette précipitation s'effectue en utilisant le principe des produits de solubilité (K_{ps}). Le précipité de métaux obtenu est filtré et peut être récupéré par l'industrie métallurgique.

Figure 1: Schéma global du procédé de décontamination des cendres volantes



DESCRIPTION DES ESSAIS ET RÉSULTATS OBTENUS

Le présent rapport se veut une synthèse de tous les résultats obtenus lors de la démonstration. Ce rapport présente donc les résultats du procédé dans son ensemble: les résultats face au test de lixiviation TCLP avant et après traitement, ceux concernant la filtration des cendres volantes traitées, la précipitation des métaux via la production d'un résidu métallique et finalement, la qualité de l'effluent final.

Au cours de la démonstration technologique, près de 13 tonnes de cendres volantes ont été traitées. À partir de ces cendres volantes, plus de 30 essais de décontamination ont été réalisés. Ces essais ont été effectués dans une usine pilote, propriété de l'INRS-Eau. Cette usine est équipée d'un réacteur d'un volume utile de 4000 litres et d'un filtre-pressé pour la déshydratation des cendres traitées. Elle comporte aussi deux décanteurs pour la précipitation des métaux ainsi qu'un filtre-pressé pour la filtration des résidus métalliques. De nombreux autres équipements comme des pompes, des contrôleurs de pH, des agitateurs et différents réservoirs de stockage font aussi partie de cette usine qui est contenue dans une unité mobile de 12 pieds par 60 pieds. Deux abris de 10 pieds par 15 pieds ont aussi été installés temporairement pour la durée des essais.

Les cendres volantes sont constituées des cendres de chaudières, des cendres d'électrofiltres et des chaux usées. Ces catégories représentent différents types de cendres volantes prélevées à des endroits distincts à l'incinérateur. Lorsqu'il est question d'un mélange, il s'agit d'une combinaison en proportions déterminées de cendres volantes.

Tests de lixiviation TCLP sur les cendres volantes non traitées

Les cendres de chaudières non traitées dépassaient la norme pour le cadmium dans la presque totalité des cas, ces dépassements ayant des valeurs variant entre 0.70 et 10.1 mg/L par rapport à la norme de 0.5 mg/L. Quant au plomb, celui-ci surpassait la norme beaucoup plus rarement. Pour les cendres d'électrofiltres, les dépassements de normes sont observés pour le plomb et le cadmium. Pour le plomb, des valeurs supérieures à la norme (5.0 mg/L) variant entre 5.16 et 32.3 mg/L sont observées dans la majorité des cas. Pour le cadmium, les dépassements sont encore plus élevés, variant entre 11.0 et 30.4 mg/L par rapport à la norme qui sera de 0.5 mg/L au Québec. Pour les chaux usées, moins de dépassements ont été observés pour le plomb et le cadmium. Toutefois, le mercure a dans la plupart des cas surpassé la norme au Québec (0.10 mg/L) avec des valeurs variant de 0.26 à 0.45 mg/L. Aucun dépassement de normes n'a été constaté pour les éléments suivants: l'arsenic, le sélénium, l'argent, le bore, le baryum et le fluor. Dans le cas des mélanges #1, #2 et #3, seul le cadmium était problématique avec des dépassements variant de 2.28 mg/L à 13.0 mg/L.

Afin de vérifier le potentiel toxique suite aux précipitations atmosphériques ou à un enfouissement des cendres volantes, un test simple est effectué, à titre indicatif seulement. Ce test, le test neutre à l'eau, consiste en un test de lixiviation à l'eau du robinet (50g de solide dans un litre d'eau). Celui-ci simule en fait un écoulement d'eau neutre sur un déchet solide. Même s'il n'est pas réglementaire, il est d'intérêt scientifique de démontrer ce qui advient des contaminants lors du contact avec l'eau. Cette simulation permet de vérifier si certains métaux peuvent être lixiviés vers le milieu récepteur. Ce test a permis d'abord de constater que le pH de l'extrait à l'eau est alcalin et varie entre 10.31 et 12.09. À ces valeurs de pH, le plomb peut être en partie solubilisé (jusqu'à 30 mg Pb/L) et c'est en effet ce qui est observé pour les cendres de chaudières et pour le mélange #1. Les autres métaux, quant à eux, restent sous forme solide et ne sont donc pas, ou très peu, retrouvés

dans l'extrait. Un test instantané à l'eau a aussi démontré une solubilisation de plomb allant jusqu'à 200 mg/L en présence du mélange #1 à 20% de solides totaux (ST).

Tests de lixiviation TCLP sur les cendres volantes après traitement

Lors de chaque essai, des tests de lixiviation TCLP ont été effectués sur les cendres volantes traitées. Bien que les résultats ne soient pas présentés, les normes étaient respectées pour l'argent, le baryum, le bore et le fluor lors des vérifications effectuées. Deux principales séries d'essais ont été réalisées durant la phase de démonstration du procédé. La première série d'essais a été effectuée à partir d'un mélange de cendres volantes tandis que la deuxième l'a été à partir des chaux usées seules.

D'après les résultats, nous pouvons constater que le traitement opéré sur le mélange #1 a permis de respecter les normes du TCLP pour les différents métaux analysés. En effet, les concentrations du plomb varient de 0.00 à 0.02 mg/L tandis que celles du cadmium se situent entre 0.01 et 0.08 mg/L, les normes étant de 5 mg/L pour le plomb et 0.5 mg/L pour le cadmium. Par la suite, un dépassement des normes a été observé pour le cadmium et le plomb et une optimisation a dû être faite. En fait, les précipitateurs électrostatiques ont été rénovés et remis en opération au mois de juin; ce fait a causé une augmentation importante de la teneur en plomb et cadmium. C'est ainsi que des réajustements au procédé ont été apportés, nous menant donc à l'obtention d'un nouveau mélange, soit le mélange #3. Les résultats obtenus lors des tests de lixiviation TCLP pour le mélange #3 démontrent le respect des normes avec des concentrations de 2.34 et 3.23 mg/L pour le plomb et de 0.27 et 0.41 mg/L pour le cadmium.

Les résultats auxquels nous sommes parvenus lors des tests de lixiviation TCLP pour les chaux usées seules sont aussi positifs. D'après ces résultats, le traitement proposé permet d'atteindre les normes exigées pour les principaux métaux problématiques soit le plomb, le cadmium et le mercure.

De fait, les concentrations obtenues pour le plomb varient de 0.37 à 3.15 mg/L, celles du cadmium de 0.02 à 0.12 mg/L et celles du mercure se trouvent sous 0.06 mg/L.

Tests de lixiviation neutre à l'eau sur les cendres volantes traitées

D'abord, le pH des cendres volantes après traitement est grandement abaissé, passant d'environ 12.5 à la neutralité. Le plomb soluble à l'eau subit quant à lui une grande baisse, diminuant de l'ordre de la dizaine de mg/L à pratiquement aucune lixiviation. Ce fait démontre donc comment le traitement permet l'enlèvement du plomb disponible à la lixiviation à l'eau. Pour le test à l'eau sur 24 heures, la disponibilité pour le mélange #1 passe d'environ 25 mg Pb/L à 0.03 mg Pb/L après traitement, soit une réduction de la disponibilité de 99.9%. Le test à l'eau est comparé à un test instantané à l'eau (1 heure environ). La réduction du plomb instantanément disponible à l'eau est de 99.98%.

Pourcentage d'enlèvement des métaux par le traitement

De très fortes teneurs en plomb et cadmium ont été atteintes; des concentrations de plus de 800 mg Cd/kg et de près de 10 000 mg Pb/kg ont été observées dans certains échantillons de cendres d'électrofiltres. La teneur en plomb et cadmium des chaux usées est beaucoup plus faible que celle

des cendres d'électrofiltres et s'approche de celle des cendres de chaudières. Les cendres d'électrofiltres contiennent quant à elles une forte proportion de zinc.

Les pourcentages d'enlèvement indiquent jusqu'à quel niveau le procédé développé enlève et ne stabilise pas les métaux dans la matrice. Les procédés mis à l'épreuve sur le mélange #1 permettent un enlèvement moyen de 89.6% du cadmium (avec des valeurs variant entre 77.5 et 94.1%). Il en est ainsi pour le zinc avec un enlèvement moyen de l'ordre de 72.5%. Quant au plomb, un enlèvement moyen de 26.7% est observé.

Pour ce qui est du mélange #2, des efficacités moyennes d'enlèvement élevées sont observées pour le cadmium (95.4%), le zinc (85.6%) et, à un moindre niveau, pour le plomb (31.2%). Les taux d'enlèvement présentés pour le mélange #3 sont de 28.8% pour le plomb et de 94.6% pour le cadmium. Le traitement complet sur les chaux usées a permis d'enlever 59.1% de plomb, 84.2 % de cadmium et 62.2% de zinc.

Filtration des cendres volantes après traitement

L'observation des résultats permet de constater qu'il est possible, dans les conditions d'opération des essais, d'obtenir des gâteaux ayant une siccité globale moyenne de 44.3% de solides totaux (ST), avec une gamme variant de 34.1% à 55.0% ST. Les filtrats sont d'une limpidité étonnante avec une moyenne de matières en suspension (MES) de l'ordre de 17.2 mg/L. Cette limpidité de filtrat est aussi visible dans les résultats du taux de capture des particules approchant les 100%. Les taux de filtration du filtre-pressé sont relativement peu variables et élevés (16.80 kg/(m².h) à 21.2 kg/(m².h)) selon le type de cendres volantes. L'ensemble de ces données démontre donc l'efficacité du système de filtration.

Précipitation des métaux solubilisés lors du traitement des cendres volantes

La production moyenne de résidu métallique est de l'ordre d'environ 14.1% lors du traitement du mélange #1. C'est donc dire que chaque tonne de cendres volantes traitée produit approximativement 141 kg de résidu métallique. Pour les chaux usées, deux types d'essais ont été effectués. Le premier consistait en une combinaison de phases et a produit 8.8% de résidu métallique tandis que le second, qui consistait en une seule phase, a produit 0.56% de résidu métallique. Du point de vue qualitatif, 26 analyses ont été effectuées au cours du projet sur chacune des fractions et sur différents mélanges de cendres volantes. Les principaux éléments retrouvés dans ce résidu métallique sont l'aluminium, le calcium, le fer, le soufre et le zinc. Ce dernier élément représente en fait une source de zinc tout à fait susceptible à la récupération.

Il est intéressant de noter que des résidus métalliques atteignant plus de 10% en zinc ont été obtenus à trois reprises. La teneur en plomb des résidus métalliques est assez peu variable (2 401 à 5 115 mg/kg). La plus forte teneur en cadmium rencontrée est de 1 951 mg/kg et il s'agit des résidus métalliques produits à partir des chaux usées. Le calcium est l'élément majeur du précipité et représente de 12.2% à près de 25.3%. L'anion sulfate est grandement représenté car la teneur en soufre varie de 3.1% à 14.3%.

Effluent final du procédé de traitement des cendres volantes

La précipitation des métaux de l'effluent a permis de démontrer que la précipitation à pH 9.0, au lieu de pH 8.0, permet de diminuer la concentration de cadmium de 0.99 mg/L à 0.32 mg/L (norme à la CUQ de 2.0 mg Cd/L). Les effluents sont très limpides et ne dépassent aucune norme.

Bilan de masse sur les principaux métaux pour l'ensemble des essais effectués

Le bilan montre beaucoup d'informations fort intéressantes. Dans un premier temps, un total de 12 289 kg (12.3 tonnes) de cendres volantes ont été traités au pilote. Les cendres volantes traitées représentent 8347 kg secs, soit 68% de la masse sèche initiale. De cela, 1 377 kg secs de résidus métalliques ont été produits ainsi que 465 250 litres, ou 465.3 m³ d'effluent. Afin de vérifier l'adéquation du bilan, la somme des métaux retrouvés dans les cendres volantes traitées, du résidu métallique et de l'effluent doit égaler la quantité de métaux dans les cendres volantes avant traitement. Les résultats obtenus permettent de constater que le bilan boucle très bien pour le plomb (1.08), cadmium (0.93), zinc (1.02), cuivre (1.07) et nickel (1.02). Une telle précision est surprenante pour ce type de bilan de masse étant donné la quantité d'opérations effectuées. Pour les autres éléments, les bilans oscillent entre 1.27 (calcium) et 1.18 (chrome) à 0.84 (aluminium).

AVANTAGES ENVIRONNEMENTAUX

Les cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux sont des matières dangereuses qui se doivent actuellement de subir un traitement de stabilisation préalablement à leur enfouissement. Le traitement de stabilisation consiste à isoler les cendres volantes dans une matrice cimentaire avant l'enfouissement dans un site à très haute sécurité. Avec le temps, cette matrice s'effrite et les métaux contenus dans celle-ci redeviennent lixiviables et constituent un danger pour l'environnement.

Le procédé de décontamination développé par Alex Cendre inc. et l'INRS-Eau (procédé Alex Cendre), vise à offrir aux gestionnaires d'incinérateurs de déchets municipaux à travers le monde une solution finale et durable pour les cendres volantes. Le procédé Alex Cendre décontamine les cendres volantes en extrayant la fraction toxique (plomb, cadmium et mercure), ce qui a pour effet de rendre les cendres décontaminées totalement inoffensives et propices à une réutilisation. La réutilisation des cendres décontaminées a un très fort potentiel, entre autres dans l'industrie du ciment, évitant ainsi l'enfouissement sanitaire. La concentration élevée de certains métaux contenus dans la fraction toxique (résidu métallique) peut justifier sa récupération dans l'industrie métallurgique.

Les effluents liquides produits lors de l'opération du procédé Alex Cendre sont tous conformes aux rejets à l'égout et ne constituent aucune menace pour l'environnement. Les émissions atmosphériques, même si elles sont mineures, pourront quant à elles être traitées par le système d'épuration des gaz existant à l'incinérateur.

Le procédé Alex Cendre a donc comme principal avantage environnemental de rendre une matière dangereuse (les cendres volantes) en matière récupérable. De plus, avec un recyclage des solides, des effluents liquides respectant les normes et un traitement de l'air approprié, l'opération de ce procédé ne constitue pas un risque pour la qualité du sol, de l'eau et de l'air.

ÉVALUATION DES COÛTS DE TRAITEMENT

Dans le but d'effectuer l'évaluation des coûts de traitement, les paramètres représentatifs des incinérateurs les plus courants en Europe et en Amérique du Nord ont été utilisés. Les coûts de traitement incluent l'achat et l'installation des équipements, les produits chimiques, la main-

d'oeuvre, l'électricité et l'entretien des équipements, la gestion des cendres décontaminées ainsi que la gestion des résidus métalliques. Il est à noter que les coûts de traitement tiennent compte du fait que la décontamination des cendres volantes est opérée à même les installations de l'incinérateur, limitant ainsi les coûts de manipulation des cendres. Dans ce sens, l'espace requis pour l'installation des équipements représente une superficie de 100 à 150 mètres carrés.

Les équipements nécessaires à l'exploitation commerciale sont existants sur le marché. Ainsi, aucune fabrication majeure d'équipements ne sera exigée et seules quelques modifications mineures devront être apportées. L'opération du procédé de décontamination requiert certains produits chimiques. Ces produits sont disponibles en grande quantité dans le milieu industriel et ne sont pas sujets à de hautes fluctuations de prix. La main-d'oeuvre a été évaluée à deux personnes par quart de travail pour l'opération en phase commerciale. Une fois le système rodé, cette opération nécessitera les services d'un technicien en environnement et d'un opérateur. Les besoins énergétiques de ce procédé se limitent à l'électricité utilisée pour le fonctionnement des agitateurs, des compresseurs et des pompes. Un pourcentage du coût des équipements a été pris en considération pour leur entretien.

La gestion des cendres décontaminées suppose actuellement un enfouissement sanitaire standard. Toutefois, des filières de recyclage des cendres sont possibles. De fait, des débouchés dans l'industrie du ciment semblent représenter un très bon potentiel. Advenant le cas où une filière de recyclage était utilisée, une forte diminution des coûts de traitement serait notée.

Les résidus métalliques contiennent quant à eux des concentrations en métaux dépassant les normes de lixiviation prescrits par le Ministère de l'Environnement et de la Faune. Dans ces circonstances, la gestion de ces résidus est effectuée par un système de stabilisation et d'enfouissement tel que préconisé par Stablex Ltée. Cependant, ces résidus métalliques, vu leur contenu en métaux, peuvent constituer un attrait pour l'industrie métallurgique. Malgré le fait que la quantité de résidus métalliques produite soit faible, une filière de recyclage affecterait avantageusement les coûts de traitement.

En tenant compte de ces hypothèses de traitement, le coût d'exploitation du procédé de décontamination Alex Cendre est inférieur à 150\$/tonnes de cendres. L'optimisation du procédé et les filières de recyclage des cendres décontaminées et des résidus métalliques pourront permettre une diminution substantielle de ces coûts de traitement.

CONCLUSION

La gestion des cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux est une problématique à l'échelle internationale. Le contenu de ces cendres volantes en métaux lourds tels le plomb, le cadmium et le mercure fait de celles-ci une matière dangereuse.

La compagnie Alex Cendre inc. et l'Institut National de la Recherche Scientifique (INRS-Eau) ont développé une technologie permettant la solubilisation chimique des métaux contenus dans les cendres volantes afin de rendre ces dernières réutilisables. Dans le cadre de ce projet de démonstration technologique, l'aménagement d'une usine pilote d'une capacité de 300 kg/jour a permis le traitement de 13 tonnes de cendres volantes.

Deux principales séries d'essais de décontamination ont été réalisées durant la phase de démonstration du procédé. La première série d'essais a été effectuée à partir d'un mélange de cendres volantes tandis que la deuxième l'a été à partir de chaux usées seules.

Le traitement opéré sur un mélange de cendres a permis de respecter les normes environnementales, en utilisant le TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure), pour les métaux analysés soit le plomb, le cadmium et le mercure. Les résultats obtenus lors des tests de lixiviation TCLP pour les chaux usées traitées seules sont aussi positifs puisqu'ils démontrent que le traitement proposé permet d'atteindre les normes exigées pour les principaux métaux problématiques. Les pourcentages d'enlèvement des métaux indiquent quant à eux jusqu'à quel niveau le procédé développé enlève les métaux plutôt que de les stabiliser dans la matrice.

Le procédé de décontamination des cendres volantes d'incinérateurs par solubilisation chimique permet d'atteindre les normes fixées pour la lixiviation des métaux et est avantageux tant sur le plan environnemental que sur le plan économique. De fait, le traitement des cendres par ce procédé produit peu d'émissions atmosphériques et aucun effluent liquide toxique. Ce procédé permet aussi la réutilisation des cendres décontaminées et le recyclage des résidus métalliques. Sur le plan économique, le procédé Alex Cendre a un coût de traitement inférieur à 150\$/tonne de cendres volantes, ce qui signifie une importante diminution de coût par rapport aux modes de gestion actuels. De plus, les optimisations envisagées sur le procédé permettront de réduire considérablement les coûts de traitement.

À la lumière des résultats obtenus lors de cette phase de démonstration, il apparaît maintenant opportun d'enclencher l'application industrielle du procédé Alex Cendre.

SUMMARY

The incineration of municipal waste produces two types of ash: bottom ash, which is generally inert and doesn't constitute a danger to the environment, and fly ash. Fly ash, which comes from the purification of gas produced from combustion of waste, is usually considered as a hazardous waste. This dangerous characteristic comes from its high lead, cadmium and mercury content. These metals are leachable during the application of leaching tests of different legislation, which gives fly ash the technical characteristic of being a hazardous waste. It should be noted that fly ash is composed of boiler ash, electrostatic precipitator ash and also used lime.

The combustion of urban waste from incinerators produces important quantities of ash which represent 20 to 35% of the initial mass of the waste. In general, 10 to 20% is fly ash and the rest is essentially bottom ash. In North America alone, there are over 325 municipal waste incinerators. The combustion of waste generates over 1.5 millions tons of fly ash annually. The most common methods of waste management for fly ash is chemical stabilization, vitrification and sanitary landfilling.

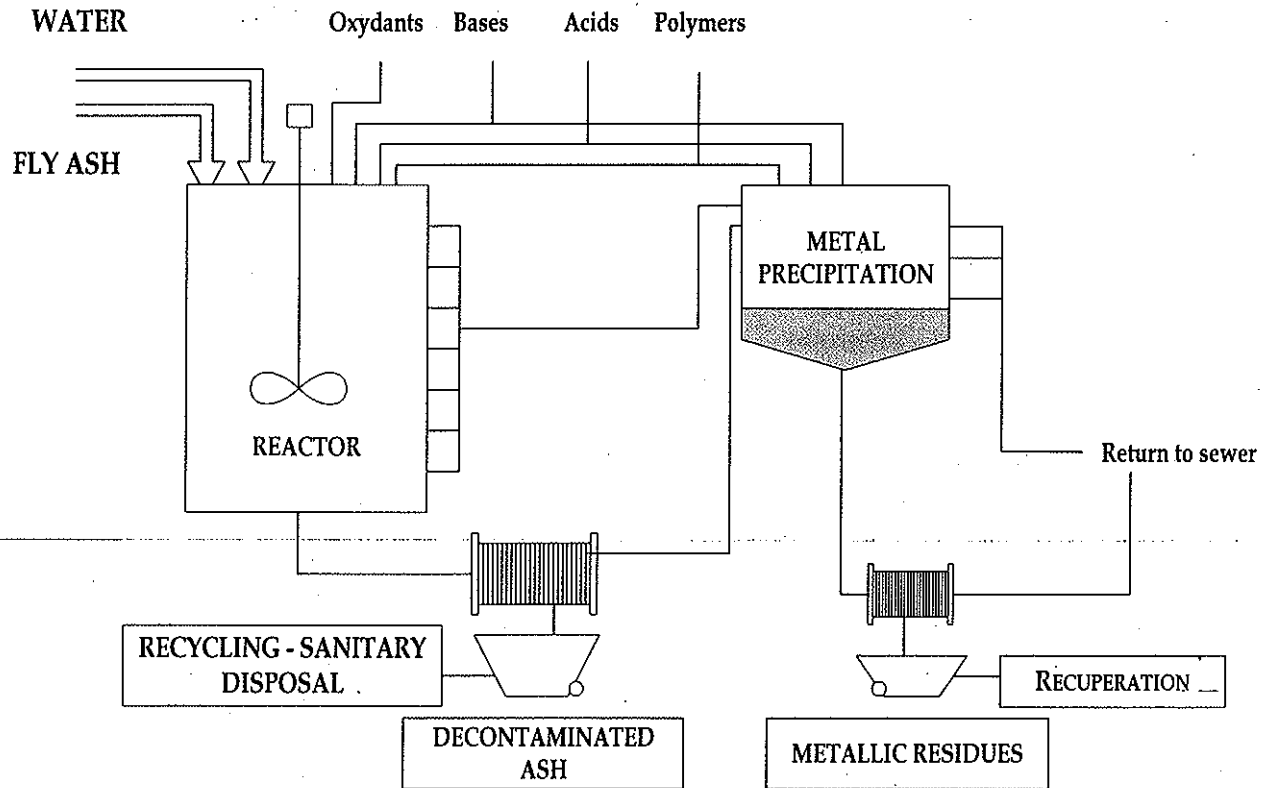
The present report is a follow up to the demonstration at the pilot scale of the decontamination process of fly ash from municipal waste incinerators. Thus, this is the final report which includes the results acquired from April 1st to the 31st of December 1996. This project was the next logical step to the research project which was developed at the National Institute of Scientific Research (INRS-Eau) in 1991. From March 1993 to March 1995, the process was developed in a laboratory during a project financed by Research and Development Funds of Environmental Technologies from the Quebec Ministry of the Environment. Partnership for the present project is between: Environment Canada, Alex Cendre inc., INRS-Eau, the Quebec Urban Community and the Quebec Ministry of the Environment.

The main objective of this demonstration project was to establish an environmental and economical process to decontaminate fly ash. More precisely, the objectives of the treatment were to render the fly ash non toxic and in conformity to the governmental regulations. Also, this treatment must permit the recycling of treated fly ash and the recuperation of extracted metals.

DESCRIPTION OF THE TECHNOLOGY

The description of the fly ash decontamination technology is presented schematically in figure 1. The proposed process consists of the chemical solubilization of metals contained in fly ash. First, fly ash is transported into a reactor and is subjected to the decontamination treatment. This decontamination consists of alkaline baths and acidic baths and uses the oxidant characteristic of certain chemical products. Following this treatment, fly ash is sent to a filtration unit; the filtered fly ash is decontaminated and may be reused. The liquids from the baths are directed towards a metal precipitation unit. This precipitation is carried out by using the principal of the solubility product (K_{ps}). The metal precipitate obtained is filtered and is collected by the metallurgical industry.

Figure 1: Global sketch of the fly ash decontamination process



TESTS DESCRIPTION AND RESULTS OBTAINED

The present report is a synthesis of all the results obtained during the demonstration. This report presents a global view of the results obtained from this process: the results from the TCLP leaching test before and after treatment, those concerning the filtration of the treated fly ash, metal precipitation via the metallic residue production and finally the quality of the final effluent.

During the technological demonstration, about thirteen tons of fly ash were treated. Over thirty decontamination tests were realized from this fly ash. These tests were carried out in a pilot plant owned by INRS-Eau. This plant was equipped with a reactor of 4 000 liters, a press-filter to dehydrate the treated ash. It also contained two sedimentation tanks for metal precipitation and a press-filter for the filtration of metallic residue. A number of other equipment like pumps, pH controllers, mixers and different stockage basins were part of this plant which is contained in a 12 by 60 feet mobile unit. Two sheds of 10 by 15 feet were also installed temporarily during the demonstration period.

Fly ash is constituted of boiler ash, electrostatic precipitator residue and used lime. These categories represent different types of fly ash sampled from distinct areas of the incinerator. When it is a question of mixtures, it refers to a combination of determined proportions of fly ash.

TCLP leaching tests on non-treated fly ash

In practically every case, non-treated boiler ash surpassed the norm for cadmium. It contained from 0.70 to 10.1 mg/L of cadmium as compared to the norm of 0.5 mg/L.

As for the lead, non-treated boiler ash rarely surpassed the norm. For the electrostatic precipitator residue, it surpassed the acceptable levels for both lead and cadmium. For lead, the levels which were superior to the norm (5.0 mg/L) mainly varied from 5.16 mg/L to 32.3 mg/L. For cadmium, the levels surpassed were even greater varying from 11.0 to 30.4 mg/L in comparison to the norm of 0.5 mg/L in Quebec. Used lime surpassed the norms for lead and cadmium on less occasions. However, in most cases its mercury content surpassed the norm of Quebec (0.10mg/L) with values varying from 0.26 to 0.45 mg/L. All samples were found to be within the norm for the following elements: arsenic, selenium, silver, boron, barium and fluorine. For mixtures #1, #2 and #3, only the cadmium was problematic with surpassing varying from 2.28 mg/L to 13.0 mg/L.

In order to verify the toxic potential following atmospheric precipitations or sanitary landfilling of fly ash, a simple test was performed only as an indication. This test, the neutral test with water, consisted of a leaching test with tap water (50 g of solid in 1 liter of water). This simulates a neutral water flow on solid

waste. Even if it isn't regulated, it is of scientific interest to demonstrate that which happens with contaminants when in contact with water. This simulation allows a verification of certain metals that may leach towards the receptive area. This test permitted to observe that the pH of the water extract was alkaline and varied from 10.31 to 12.09. With these pH values, lead may partially solubilize (up to 30 mg Pb/L) and this is what is observed for boiler ash and mixture #1. As for the other metals, they remain solid and therefore are not solubilized, or very small amount is, and it may be found in the extract. An instantaneous test with water showed a solubilization of lead up to 200 mg/L for mixture #1 at 20% total solids.

TCLP leaching tests on fly ash after treatment

During each test, the TCLP leaching tests were done on treated fly ash. Even if the results are not presented, the levels for silver, barium, boron and fluorine were all within the norms. During the demonstration phase of the process, two principal series of tests were realized. The first series of tests were done from a mixture of fly ash while the second was done from used lime only.

From the results obtained, we observed that the treatment performed on mixture #1 respected the TCLP norms for the different metals analyzed. In fact, the lead concentration varied from 0.00 to 0.02 mg/L where as for cadmium they ranged from 0.01 to 0.08 mg/L; the norms are 5 mg/L for lead and 0.5 mg/L for cadmium. However, the following test showed the norms being surpassed for lead and cadmium and an optimization had to be made. In fact, the electrostatic precipitators were renovated and put into operation in the month of June; this fact caused a significant increase in the levels of lead and cadmium. As a result, a readjustment was made to the process and thus brings us to a new mixture, that is mixture #3. The results obtained during the TCLP leaching tests showed the norms being respected with concentrations of 2.34 to 3.23 mg/L for lead and 0.27 to 0.41 mg/L for cadmium.

The results which we obtained for the TCLP leaching tests for used lime only were also very positive. From these results, the proposed treatment allows the norms to be respected for lead, cadmium and mercury. In fact, the concentration obtained for lead varies from 0.37 to 3.15 mg/L, for cadmium varies from 0.02 to 0.12 mg/L and for mercury is under 0.06 mg/L.

Neutral leaching tests with water on treated fly ash

First of all, the pH of fly ash after treatment is greatly reduced from 12.5 to neutrality. Soluble lead in water is thus submitted to a great reduction in the order of about 10 mg/L to practically no leaching. This fact demonstrates how available lead is removed by this treatment by leaching in water. For the water test over a 24-hour period, the availability of mixture #1 goes from 25 mg Pb/L

to 0.03 mg Pb/L after treatment, that is a reduction in availability of 99.9%. The water test is compared to an instantaneous water test (about 1 hour). The reduction of lead instantaneously available in water is 99.8%.

Percentage of metal removal by the treatment

Very high levels of lead and cadmium were reached; these concentrations of over 800 mg Cd/L and about 10 000 mg Pb/L were observed in certain samples of electrostatic precipitator residue. The amount of lead and cadmium in used lime is a whole lot smaller than that of electrostatic precipitator residue and it approaches the levels of boiler ash. Electrostatic precipitator residue contains a very high level of zinc.

The percentage removed indicates at what level the developed process removes and does not stabilize the metals in the matrix. The processes that were put to the test with mixture #1 removed on average about 89.6% of its cadmium (with values varying from 77.5 to 94.1%). For zinc, the average removal is in the order of 72.5%. As for lead, the average observed is 26.7%. For mixture #2, once again a high efficiency removal average is observed for cadmium (95.4%), zinc (85.6%) and less efficient for lead (31.2%). The removal rates presented for mixture #3 are 28.8% for lead and 94.6% for cadmium. The complete treatment on used lime permitted to remove 59.1% of lead, 84.2% of cadmium and 62.2% of zinc.

Fly ash filtration after treatment

The observations of the results show that it is possible with the test's operational conditions to obtain a *cake* having total solids average of 44.3% with a range varying from 34.1% to 55.0% total solids. The filtrate is rather limpid with an average suspended solid count of 17.2 mg/L. This limpidity is also visible in the rate of particles captured approaching 100%. The filtration rate of the press-filter is relatively high (16.8 kg/(m².h) to 21.2 kg/(m².h) and stable according to the type of fly ash used. As a result, the data demonstrate the efficiency of the filtration system.

The precipitation of solubilized metals during the fly ash treatment

The average production of metallic residue is in the order of about 14.1% for the treatment of mixture #1. In other words, every ton of fly ash treated produces approximately 141 kg of metallic residue. For used lime, two types of tests were carried out. The first test consisted of a combination of phases and produced 8.8% of metallic residue whereas the second test consisted of one phase and produce 0.56% of metallic residue. From a qualitative point of view, twenty-six analysis were done during the project on each fraction and on different mixtures of fly ash. The principal elements found in the metallic residue were aluminum, calcium, iron, sulfur and zinc. This last element represents in fact a source of zinc capable of being recuperated. It is interesting to note that over 10% of zinc in

metallic residue was attained on three different occasions. The lead level in metallic residue varies from 2 401 to 5 115 mg/kg. The highest level attained for cadmium was 1 951 mg/kg from the used lime metallic residue. Calcium is the major element precipitated and represents 12.2% to 25.3%. The sulfate anion is quite present because it varies from 3.1% to 14.3%.

The final effluent of the fly ash treatment process

The precipitation of metals from the effluent demonstrated that a precipitation at pH 9.0 instead of pH 8.0 permitted to reduce the concentration of cadmium from 0.99 mg/L to 0.32 mg/L (norm at the Quebec Urban Community is 2.0 mg Cd/L). The effluents are very limpid and don't surpass any norms.

Mass assessment on the principal metals for all tests carried out

The assessment reveals interesting information. First of all, a total of 12 289 kg (12.3 tons) of fly ash were treated at the pilot plant. This treated fly ash represents 8 347 kg dry, that is 68% of its original dry mass. From this 1 377 kg of dry metallic residue was produced with 465 250 liters or 465.3 m³ of effluent. In order to verify the appropriateness of the assessment, the sum of the metallic residue of effluent must equal the quantities of metal in this fly ash before treatment. The results obtained showed that the assessment was quite acceptable for lead (1.08), cadmium (0.93), zinc (1.02), copper (1.07) and nickel (1.02). This kind of precision is quite surprising for this type of mass assessment, taking into consideration the quantity of operations carried out. For the other elements, the assessments vary from 1.27 (calcium) and 1.18 (chrome) to 0.84 (aluminum).

ENVIRONMENTAL ADVANTAGES

Incinerator fly ash from municipal waste is considered a hazardous waste that must actually be submitted to a stabilization treatment prior to being landfill. The stabilization treatment consists of isolating this fly ash in a cement matrix before burial in a very high security site. In time this matrix erodes, allowing the metal content to become leachable and this constitutes a danger for the environment.

The decontamination process developed by Alex Cendre inc. and INRS-Eau (Alex Cendre process) aims to offer managers of municipal waste incinerators around the world a final and durable solution for fly ash. The Alex Cendre process decontaminates the fly ash by extracting the toxic fraction (lead, cadmium and mercury) and therefore rendering the decontaminated ash totally inoffensive and favorable to being reused. The reuse of decontaminated ash has a very high potential with the cement industry, thus avoiding sanitary landfilling. The high concentration of certain metals contained in the toxic fraction (metallic residue) may justify its recuperation in the metallurgical industry.

The liquid effluents produced during the operation of the Alex Cendre process are all in conformity to regulations with sewage discharge and represent no danger to the environment. Even if the atmospheric emissions are minor, they may be treated by the gas purification system present at the incinerator.

The principal environmental advantage to the Alex Cendre process is its capacity to make hazardous material into recoverable material. Also, with the recycling of solids, the liquid effluents respecting the norms and an appropriate air treatment, the operation of this process does not constitute a risk for the air, water and soil quality.

COSTS EVALUATION FOR THE TREATMENT

With the goal of evaluating the treatment costs, the parameters representing the most common incinerators in Europe and North America were used. The treatment costs include the burying and installation of equipment, the chemical products, the man-power, electricity and maintenance of equipment, the management of decontaminated ash and metallic residue. It should be noted that the treatment costs take into consideration the fact that fly ash decontamination is operated and installed at the incinerator, therefore limiting the costs of ash manipulation. So the space needed to install the equipment represents an area of 100 to 150 square meters.

The necessary equipment to commercially exploit the process exists on the market. As a result, no major equipment fabrication is needed and only some minor modification must be made. The operation of the decontamination process requires certain chemical products. These products are available in large quantities in the industrial environment and aren't subject to important price fluctuations. The man-power required for the commercial phase is two people per shift. Once the system is in place and running, the operation will require an environmental technician and an operator. The energetic needs to this process are limited to electricity to function the mixers, pumps and compressors. Maintenance was taken into consideration as a percentage of equipment costs.

Presently, decontaminated ash is managed by being sent to a standard sanitary landfill site. Nonetheless, the procedures to recycle ash are possible. In fact, the re-emergence of the cement industry seems to be a very good potential. So if a recycling process was used, this would significantly reduce treatment costs.

As for the metallic residue, it contains high metal concentration which surpasses the leaching norms of the Quebec Ministry of the Environment. Under these circumstances, the management of these residues is done by a stabilization system and by landfilling, as recommended by Stalex Ltd. Nevertheless, this metallic residue, with its metals content may become an interesting source for the metallurgical industry. Even though small quantities of metallic residues are

produced, a recycling process would also have a positive effect on reducing treatment costs.

When considering these treatment hypotheses, the exploitation cost for the Alex Cendre decontamination process is inferior to 150\$/tons of ash. Optimization of this process and recycling processes of decontaminated ash and its metallic residue may allow a substantial reduction in treatment costs.

CONCLUSION

The management of incinerator fly ash from municipal waste is an international problem. The heavy content of fly ash in lead, cadmium and mercury makes it a hazardous waste.

The company Alex Cendre inc. and the National Institute of Scientific Research (INRS-Eau) have developed a technology that permits the chemical solubilization of metals contained in fly ash and render it reusable. In the scope of this technological demonstration project, the use of a pilot plant with a capacity of 300 kg/day had permitted thirteen tons of fly ash to be treated.

Two principal series of decontamination tests were realized during the demonstration phase of the process. The first series of tests were done from a mixture of fly ash while the second was done only from used lime.

Operating the treatment on an ash mixture permitted the environmental norms to be respected by using the TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure), for the metal analysis of lead, cadmium and mercury. The results obtained during the TCLP leaching tests for used lime only also proved to be positive because it attained the norms for the main problematic metals. The removal percentages for these metals indicate how far the developed process removes metals instead of stabilizing them in the matrix.

The decontamination process of incinerator fly ash by chemical solubilization allows the fixed norms for metal leaching to be attained and it is worthwhile both economically and environmentally. In fact, this ash treatment produces little in terms of atmospheric emissions and no toxic liquid effluent. This process also permits the reuse of decontaminated ash and the recycling of metallic residue. On the economic front, the Alex Cendre process has a treatment cost of less than 150\$/ton of fly ash, which signifies an important cost reduction as compared to other present management methods. Also, the optimizations foreseen for the process will permit to considerably reduce treatment costs.

In light of the results obtained during this demonstration phase, it now appears to be the right moment for an industrial application of the Alex Cendre process.

TABLE DES MATIÈRES

PERSPECTIVE DE GESTION / MANAGEMENT PERSPECTIVE.....	III
AVIS DE RÉVISION / COMMENTAIRES DES LECTEURS.....	IV
RÉSUMÉ.....	V
SUMMARY.....	XIII
TABLE DES MATIÈRES.....	XXI
LISTE DES TABLEAUX.....	XXII
LISTE DES FIGURES.....	XXIII

1 INTRODUCTION ET OBJECTIFS DU PROJET.....	1
1.1 Revue de la documentation scientifique.....	2
1.1.1 Problématique.....	2
1.2 Types de cendres volantes, caractéristiques physique et chimique.....	4
1.3 Spéciation des métaux dans les cendres volantes et rapport avec la mobilité des métaux ...	8
1.4 Contamination organique.....	10
1.5 Études de lixiviation sur le terrain.....	10
1.6 Alternatives de gestion des cendres volantes.....	12
2 DESCRIPTION DE LA TECHNOLOGIE.....	17
3 DESCRIPTION DES ESSAIS ET RÉSULTATS OBTENUS.....	19
3.1 Échantillonnage des RCPA.....	19
3.2 Description du pilote et des essais.....	20
3.2.1 Description sommaire de l'unité pilote.....	20
3.2.2 Description des essais effectués.....	22
3.3 Matériel et méthodes.....	23
3.3.1 Caractérisation des échantillons.....	23
3.3.2 Tests de lixiviation.....	23
3.3.3 Description des méthodes analytiques.....	24
3.3.3.1 pH et POR.....	24
3.3.3.2 Digestion des échantillons.....	25
3.4 Synthèse des résultats.....	26
3.4.1 RCPA (Résidus du Contrôle de Pollution de l'Air) avant traitement.....	26
3.4.1.1 Tests de lixiviation TCLP sur les RCPA avant traitement.....	27
3.4.1.2 Tests de lixiviation neutre à l'eau sur les RCPA avant traitement.....	30
3.4.2 RCPA après traitement.....	32
3.4.2.1 Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les RCPA traités.....	32
3.4.2.2 Tests de lixiviation neutre à l'eau sur les RCPA après traitement.....	32
3.4.2.3 Enlèvement des métaux sur les RCPA après traitement.....	35
3.4.3 Filtration des RCPA après traitement.....	43
3.4.4 Précipitation des métaux solubilisés lors du traitement des RCPA.....	45
3.4.5 Effluent final du procédé de traitement des RCPA.....	45

3.4.6	Bilan de masse sur les principaux métaux pour l'ensemble des essais effectués au pilote	49
3.4.7	Évaluation de la présence des dioxines et furanes	51
3.4.8	Bilan environnemental	53
3.5	Relation entre le pH et les métaux lixiviés lors du TCLP	53
4	CONTRÔLE À L'INTERNE; DIGESTION DES ÉCHANTILLONS CERTIFIÉS	55
4.1	Résultats obtenus pour la digestion d'échantillon dans des laboratoires extérieurs	60
4.2	Le cas du TCLP	65
5	AVANTAGES ENVIRONNEMENTAUX	69
6	ÉVALUATION DES COÛTS DE TRAITEMENT	71
7	CONCLUSION	73
8	BIBLIOGRAPHIE	75

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1	Teneur en métaux (mg/kg sec) d'un échantillon moyen des cendres de la CUQ et gamme des teneurs retrouvées aux États-Unis	7
Tableau 1.2	Métaux retrouvés dans le lixiviat de cendres volantes placées dans un site d'enfouissement "monofill" (Theis et Gardner, 1990)	11
Tableau 3.1:	Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les divers RCPA avant traitement	28
Tableau 3.2:	Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les divers mélanges RCPA avant traitement	29
Tableau 3.3:	Test neutre sur différents RCPA (avant traitement et après traitement).	31
Tableau 3.4:	Résultats des test de lixiviation TCLP obtenus pour les RCPA traités	33
Tableau 3.5:	Plomb soluble vs test à l'eau instantané sur le mélange #1 de RCPA traités	34
Tableau 3.6:	Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour les mélanges #1, #2 et #3	40
Tableau 3.7:	Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour les fractions A, B et C	41
Tableau 3.8:	Capacité de filtration sur filtre-presse en fonction du type de RCPA filtré	44
Tableau 3.9:	Paramètres concernant la précipitation des métaux et la quantification de leur production	46
Tableau 3.10:	Résidus métalliques des mélanges #1, #2 et #3 ainsi que des fractions A, B et C	47
Tableau 3.11:	Caractéristiques chimiques de l'effluent du procédé	48
Tableau 3.12:	Teneur en dioxines et furanes dans les RCPA traités et non traités	52
Tableau 4.1	Résultats d'analyse pour les échantillons certifiés pour la période couverte par le rapport final sur les cendres	56
Tableau 4.2	Proportion de métaux non-digérés par la méthode du Menviq lors de la digestion en parallèle d'échantillon de cendres	57
Tableau 4.3:	Résultats d'analyse pour les échantillons analysés en parallèle par la CUQ et l'INRS-Eau pour le contrôle de la qualité	61
Tableau 4.4:	Résultats d'analyse pour les échantillons analysés en parrallèle par la CUQ et	

	l'INRS-Eau pour le contrôle de la qualité (Hg, As, Se et sulfures)	62
Tableau 4.5:	Résultats obtenus lors de la comparaison des TCLP digérés et non-digérés.....	66
Tableau 4.6:	Comparaison entre les valeurs obtenues lors de l'analyse du lixiviat du TCLP pour le Pb suite au test et plusieurs semaines suivant le te.....	67

LISTE DES FIGURES

Figure 1:	Schéma de l'incinérateur de déchets municipaux de la Communauté urbaine de Québec	viii
Figure 1.1:	Schéma de l'incinérateur de déchets municipaux de la Communauté urbaine de Québec	6
Figure 2.1:	Schéma global du procédé de décontamination des RCPA de l'incinérateur	18
Figure 3.1:	Schéma général d'écoulement au pilote	21
Figure 3.2:	Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (1ere partie).....	36
Figure 3.2:	Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (2ième partie).....	37
Figure 3.2:	Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (3ième partie).....	38
Figure 3.3:	Bilan de masse sur les métaux principaux pour l'ensemble des essais effectués au-pilote	50
Figure 3.4:	Régression illustrant la relation entre le Pb lixivié suite au TCLP ou lavage à l'eau en fonction du pH du lixiviat	54

1 INTRODUCTION ET OBJECTIFS DU PROJET

L'incinération des déchets municipaux génère des cendres de grille qui sont généralement inertes et qui du fait ne constituent pas un danger pour l'environnement. Par contre les cendres volantes, qui proviennent de l'épuration des gaz résultant de la combustion des déchets, sont dans la plupart des formes considérées comme un déchet dangereux. Ce caractère dangereux vient de leur forte teneur en plomb, cadmium et mercure selon les incinérateurs. Ces métaux sont en effet lixiviables lors de l'application des tests de lixiviation des législations, ce qui leur donne la caractéristique technique d'être un déchet dangereux. Cela est vrai au Québec, en Colombie-Britannique, en Allemagne et dans plusieurs états américains selon les informations recueillies.

L'objectif de ce projet était de démontrer le développement d'un procédé économique pour décontaminer les cendres volantes d'incinérateur de déchets municipaux afin qu'elles ne soient plus (après traitement) classifiées comme un déchet dangereux et qu'elles puissent être enfouies dans un site d'enfouissement sanitaire ou récupérées sans constituer un danger pour l'environnement. Le test de lixiviation utilisé est le TCLP (Toxicity characteristic leaching procedure) des États-Unis, car c'est ce test qui sera requis dès 1997 au Québec.

Le présent rapport fait suite à la démonstration à l'échelle pilote du procédé de décontamination des cendres volantes d'incinérateur de déchets municipaux. Il s'agit donc d'un rapport final qui comprend tous les résultats amassés, soit du 1^{er} avril au 31 décembre 1996. Le projet sur les cendres est la suite logique d'un projet de recherche qui a été développé à l'INRS-Eau depuis 1991. De mars 1993 à mars 1995, le procédé avait été développé au laboratoire lors d'un projet financé par le Fonds de recherche et de développement de technologies environnementales du ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (MEFQ). Les partenaires du présent projet sont : Environnement Canada, Alex Cendre inc., INRS-Eau, la Communauté urbaine de Québec et le ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec. Ce rapport présente donc les résultats du procédé dans son ensemble; les résultats face au test de lixiviation TCLP avant et après traitement, ceux concernant la filtration des cendres traitées, la précipitation des métaux via la production d'un résidu métallique et finalement la qualité de l'effluent final.

1.1 Revue de la documentation scientifique

1.1.1 Problématique

La combustion des déchets urbains dans les incinérateurs produit des quantités importantes de cendres qui représentent 20 à 35 % du poids des déchets (Bawkon, 1991). La combustion des matières réduit le volume des déchets de 90 % (Karstensen and Lund, 1989). Ces résidus de combustion sont composés de cendres de grilles (mâchefer) et de cendres volantes. Les particules les plus fines se retrouvent avec la chaux qui sert à neutraliser le gaz acide en fin de parcours, cette phase s'appelle chaux usée.

L'enfouissement des cendres de grille ne pose pas vraiment de problème puisque les métaux lourds se retrouvent à même la matrice de la cendre et se solubilisent difficilement (Hjelmar, 1996; Kosson et al, 1996). Ce type de cendres est peu caractérisé face au test de lixiviation à pH 4.5 requis par le ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec (MEF).

Les cendres volantes, par contre, se classent parmi les déchets dangereux. Ces cendres sont produites lors de l'épuration des gaz de combustion par les électrofiltres et des précipitateurs à la chaux. Ces cendres volantes rejettent des quantités importantes de métaux (Pb, Zn, Cd, Hg) lors des tests de lixiviation; souvent la combustion altère la matrice chimique, transformant ainsi le métal sous une forme plus mobile (Hjelmar, 1996; Buchholz et Landsberger, 1993). Malgré les problèmes pouvant être causés par ce rejet de métaux lors de leur disposition, elles sont enfouies maintenant, dans des sites réguliers d'enfouissement sanitaire faute de mode raisonnablement économique de gestion. Cette pratique menace les eaux souterraines et la qualité des cours d'eau. Au Québec, l'incinérateur de la Communauté urbaine de Québec (CUQ) et celui des déchets biomédicaux de Gatineau font face à ce problème. Tous les incinérateurs feront face à ce genre de problème. Alors que la plupart des auteurs pensent à la réutilisation des cendres de grilles comme agrégats pour la construction de routes (Hjelmar, 1996; Kosson et al, 1996), la réutilisation des cendres volantes est beaucoup plus risquée du point de vue environnemental (Kosson et al, 1996).

Le problème est donc de taille. La quantité de cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux est impressionnante. En effet, en Amérique du Nord, il existe 325 incinérateurs de déchets municipaux qui produisent plus de 1.5 millions de tonnes de cendres volantes annuellement.

Lors de la combustion des déchets, une quantité appréciable de métaux se trouve volatilisée et ceux-ci précipitent en s'adsorbant sur les particules de cendres volantes et sur la chaux usée. La grosseur des particules des cendres volantes est beaucoup plus faible que celle des cendres de grille. En fait, les cendres de grilles rejettent moins souvent des métaux lors des tests de lixiviation, soit 38 % des cendres de 10 incinérateurs (Dennison, 1988) et il semble généralement admis que la plupart des cendres de grilles peuvent être enfouies dans un site d'enfouissement ordinaire (ILSR, 1987; Bridle et al., 1987; CCME, 1991a).

Comme mentionné auparavant, les divers types de cendres volantes des incinérateurs municipaux (Municipal Solid Waste = MSW) et de déchets dangereux (Hazardous Waste Incinerator = HWI) excèdent les normes sur la lixiviation des métaux. Par exemple, aux États-Unis, 9 échantillons de cendres volantes testées sur 11 ne passaient pas le test d'extraction (ILSR, 1987). Selon les résultats d'une autre étude effectuée en 1986, 82 % des cendres volantes testées par l'EPA ne passaient pas le test d'extraction (EP, acide acétique pH 5) (ILSR, 1987). Dennison (1988) rapporte que 100 % des 19 cendres volantes testées par le test américain EP ont produit des lixiviats au-delà des normes sur les déchets dangereux.

En Allemagne, les cendres volantes sont considérées comme déchets dangereux alors que dans l'état de Washington (U.S.A.) où 4 cendres volantes sur 5 sont considérées comme déchets extrêmement dangereux (ILSR, 1987). Dans le passé, aux États-Unis, les cendres d'incinérateurs étaient exclues de la loi sur les déchets dangereux; cela a causé une controverse étant donné la mobilité des métaux dans celles-ci (Theis et Gardner, 1990; Dennison, 1988; Woivode, 1989; Bagchi et Sopcich, 1989). En mai 1994, la Cour Suprême des États-Unis a statué que les cendres d'incinérateur devaient aussi subir le test TCLP et ne pouvaient donc plus être soustraites de l'application du règlement sur les déchets dangereux. Les principaux métaux impliqués sont le plomb, le mercure, le cadmium, l'arsenic et le zinc (ILSR, 1987; Bridle et al., 1987; Theis et Gardner, 1990). En fait, il s'agit d'une question technico-économique car en 1985, il en coûtait en moyenne 12.79 \$ US/tonne pour en disposer en décharge ordinaire (déchets domestiques) alors que le coût moyen (sans transport) pour l'enfouissement comme déchet dangereux était de 200 \$ US/tonne (ILSR, 1987). En fait la controverse sur la gestion des cendres volantes continue car beaucoup détourne la loi en faisant le TCLP sur un mélange de cendres de grille et de cendre volante. Comme les premières sont non toxiques et représentent 90 % de la masse, il s'en suit une dilution des contaminants des cendres

volantes dans les cendres de grille, ce qui permet souvent de respecter les normes du TCLP. Une épreuve de force a cours sur ce point entre l'EPA et l'industrie de l'incinération. Un rapport du Groupe international de travail sur les cendres (International Ash Working Group), basé sur plusieurs années d'étude recommande que les cendres volantes soient séparées des cendres de grille et traitées (Chesner, 1995). De plus, Chesner (1995) mentionne que la gestion innovatrice et la réutilisation pourrait ne plus être possible étant donné le contexte légale et réglementaire aux États-Unis en 1995. Il ajoute que les États-Unis sont à la croisée des chemins au niveau de la gestion des cendres. Ceci est vrai dans le contexte où la réutilisation des cendres de grille commence à intéresser les américains, et la présence des cendres volantes devient alors une nuisance. Ce problème suscite toujours l'intérêt et la controverse n'est pas terminée (Johannessen, 1996).

Finalement, le Conseil Canadien des Ministres de l'Environnement (CCME, 1991a) et Bridle et al. (1987) ont recommandé que les cendres volantes soient séparées des cendres de grilles et que les premières soient traitées (stabilisation ou autre procédé) avant d'être disposées de façon sécuritaire.

1.2 Types de cendres volantes, caractéristiques physique et chimique

Il y a principalement quatre types de cendres volantes. Il y a d'abord les cendres volantes, au niveau de la chaudière, qui sert à produire la vapeur. Elles sont nommées cendres de chaudières dans ce document. Puis, il y a les cendres volantes récupérées par les électrofiltres qui peuvent avoir une grosseur d'environ 20 à 230 μm avec une aire spécifique de 2.8 à 36.93 m^2/g , un poids spécifique de 2.1 à 4.0, une densité globale ("bulk density") de 0.78 à 1.04 g/cm^3 et un pourcentage de solides volatils (imbrûlés) de 2 à 4 %. Elles seront nommées cendres d'électrofiltres. En ce moment, la majorité des cendres volantes produites aux États-Unis sont de ce type. Ce genre de cendres volantes est enrichi en soufre et présente des concentrations particulièrement fortes en plomb, zinc, arsenic et cadmium (Theis et Gardner, 1990). Les cendres volantes de la CUQ libèrent jusqu'à 20 000 mg de Cl^- par litre lors de la mise en eau (Wendling, 1994). Les chlorures jouent un rôle important dans la disponibilité du plomb lors du contact avec l'eau. Les éléments majeurs sont le calcium, le sodium et le potassium qui se présentent probablement sous forme de CaSO_4 , NaCl , KCl (Theis et Gardner, 1990; Ontiveros et al., 1989). Ces cendres ont un pH variant d'environ 6.24 à

10.26, selon la nature des déchets et le mode d'opération de l'incinérateur (Sawell et Constable, 1988). Un autre type de cendres volantes est produit lorsque celles-ci sont récupérées par un système fonctionnant à l'eau ("Wet scrubber"). Ce type de cendres est plus rare mais sa gestion cause aussi des problèmes car la boue de cendres produite passe rarement le test de lixiviation (Bagchi et Sopcich, 1989).

Le quatrième type de cendre a été produit dans la dernière décennie à cause de normes plus sévères sur les émissions aériennes de mercure, d'acide chlorhydrique, de plomb et de cadmium. Après les électrofiltres, les gaz de combustion sont refroidis de 270°C à 110-140°C par un jet d'eau puis ils pénètrent au fond de l'épurateur sec dans un cyclone qui élimine les cendres volantes aux dimensions plus importantes. Les gaz sont ensuite traités à la chaux hydratée (en anglais "dry scrubber" en poudre qui est injectée avec de l'air comprimé par une buse unique dirigée vers le bas dans le passage du gaz. Les gaz de combustion, refroidis et conditionnés arrivent au sac filtrant ("bag house") qui est le dernier dispositif de dépollution (Environnement Canada, 1986). La faible température dans la dernière partie du système permet de récupérer l'acide chlorhydrique, le mercure ainsi que le plomb, le cadmium et le zinc qui autrement iraient dans l'air. Une chaux usée est ainsi obtenue et elle représente pour la CUQ, 32.9 % du poids des cendres volantes. La tendance aux États-Unis est à l'augmentation marquée des traitements à la chaux (dry scrubber) qui sont présents dans 50.9% des incinérateurs en 1992 contre 6.0% en 1982. Les précipitateurs électrostatiques sont pour leur part en perte de vitesse car ils ont passé de 59.0% à 40,4% sur la même période (Berenyi, 1996). Comme les chaux usées ne sont pas vraiment des cendres proprement dites, une nouvelle terminologie a été développée. Il s'agit du terme **RCPA** ou résidu du contrôle de la pollution de l'air (APC ou "air pollution control" en anglais). Ce terme sera donc utilisé le plus possible car il est moins ambigu et englobe les cendres de chaudière, les cendres d'électrofiltre et la chaux usée. La figure 1.1 présente un schéma général de l'incinérateur de la Communauté Urbaine de Québec et permet de visualiser le lieu de production des divers RCPA soient les cendres de chaudière, les cendres d'électrofiltre et les chaux usées.

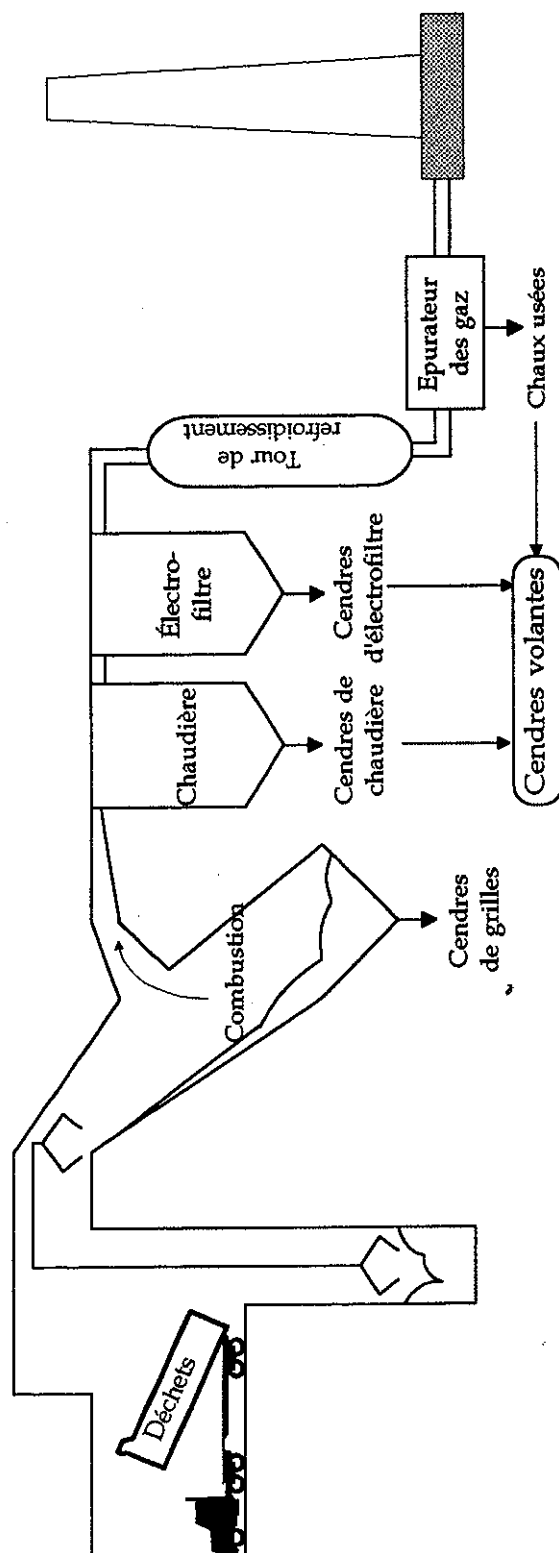


Figure 1.1: Schéma de l'incinérateur de déchets municipaux de la Communauté Urbaine de Québec.

Le mélange de chaux usée et de cendres volantes rejettent très facilement le plomb. En ajoutant au mélange de l'eau du robinet de la ville de Sainte-Foy (pH 7), le lixiviat obtenu (pH 12) contient jusqu'à 45 mg Pb/L (10 % ST), ce qui est très élevé comparé au 5 mg Pb/L (pH 4.5) permis d'après les règlements sur les déchets dangereux (Environnement Québec, 1989). Ceci est dû à la formation de complexes. Des essais faits selon le test de lixiviation du MENVIQ ont donné 40 mg Pb/L (pH 4.5) et 210 mg Zn/L (la norme pour le Zn est de 10 mg Zn/L d'après les règlements sur les déchets dangereux, Environnement Québec, 1989) (Bureau Région de Québec, MENVIQ données obtenues auprès de Jean-Pierre Létourneau). Les teneurs en métaux totaux sont aussi très élevées. Le Tableau 1.1 présente les teneurs en métaux de ces cendres. Il est possible de remarquer que les cendres volantes de la CUQ ont une teneur en métaux comparable à celle mesurée aux États-Unis. Malgré le problème de lessivage des métaux, ce type d'équipement sera de plus en plus répandu vu sa très grande efficacité à retenir les éléments toxiques volatils (Environnement Canada, 1986).

Des analyses par activation neutronique (Buchholz et Landsberger, 1993), ont permis la mesure du nombre total d'éléments, indifféremment de sa forme physique et chimique. Ces analyses ont été faites sur les cendres préalablement séparées en fraction de tailles différentes. Il a été prouvé que plus de 75 % en poids de cendres volantes (sans chaux) est retrouvé dans les trois plus petites fractions (20 μm , 20-38 μm , 38-63 μm).

Tableau 1.1 Teneur en métaux (mg/kg sec) d'un échantillon moyen des cendres de la CUQ et gamme des teneurs retrouvées aux États-Unis.

Métaux (mg/kg sec)	Cendres volantes en général (Theis et Gardner, 1990)	Cendres CUQ
Cu	69 - 2 000	742
Zn	800 - 15 200	7 900
Mn	171 - 8 500	2 000
Ni	38.6 - 960	182
Cd	1 - 1 120	56
Pb	200 - 26 600	2 500
Cr	15 - 895	650
Hg	0.09 - 35	29*
As	9.4 - 750	10*

* Selon Environnement Canada (1986) dans la chaux usée seulement.

1.3 Spéciation des métaux dans les cendres volantes et rapport avec la mobilité des métaux

La problématique démontre que les cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux et de déchets dangereux excèdent les limites pour les tests de lixiviation (Francis et White, 1987; Bridle et al., 1987; ILSR, 1987; Theis et Gardner, 1990). Ce constat peut s'expliquer en partie par la teneur en métaux des cendres volantes, mais ce n'est pas le seul facteur. La forme sous laquelle se trouve les métaux (spéciation) et le type de ligands inorganique et organique présents sont tous aussi importants (Bridle et al., 1987). Des analyses thermodynamiques ont permis de déterminer la spéciation des métaux (Wu et Biswas, 1993).

Contrairement à la croyance populaire, les métaux dans les cendres volantes ne sont pas tous sous forme d'oxydes; les formes liées au soufre représentent, en fait, une partie non négligeable selon certains auteurs (Theis et Gardner, 1990). Un mécanisme fréquent de concentration des métaux dans les cendres volantes est la volatilisation des métaux et métalloïdes des déchets et leur condensation sur des particules contenues dans le gaz en refroidissement. Cahill et Newland (1982) ont établi une relation entre la concentration lixiviée d'un métal et le point d'ébullition de ce métal (sous forme élémentaire). Ils prétendent aussi que peu de métaux sont présents sous formes de complexes organométalliques. Ainsi, les éléments ayant un point d'ébullition bas se volatilisent davantage et se condensent sur les particules; ce qui leur donne une plus grande mobilité. Le cadmium est extrait à 80 % dans leur étude, ce qui laisse supposer que le cadmium est sous formes de CdO et CdS (point d'ébullition $< 1\ 500^{\circ}\text{C}$). Par le même genre de raisonnement, ils concluent que le plomb est surtout sous la forme PbO et que le chrome est sous les formes CrO et Cr₂O₃. Les nuances sont cependant nombreuses et des règles générales ne peuvent pas vraiment être établies.

Toutes les cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux sont le résultat de combustion à haute température qui se situe entre 850 et 1 000°C. De ce fait, plusieurs composés acides volatils (CO_2 , H_2S , HCl) sont chassés dans les gaz et les cendres devraient logiquement être basiques lors d'une réaction avec l'eau (Theis and Gardner, 1990). Ce n'est pas toujours le cas et les valeurs de pH des cendres volantes récupérées par électrofiltres se situent entre 6.24 et 10.26 (Theis et Gardner, 1990; Sawell et Constable, 1988). En fait, la formation d'acide sulfureux ou sulfurique peut produire une cendre volante acide et la présence d'hydroxyde de fer et d'aluminium peut aussi s'hydrolyser lors du contact avec l'eau et favoriser un pH acide (Theis et Gardner, 1990, Vehlow et Vogg, 1987). Les cendres de grilles sont, pour leur part, basiques (valeurs de pH de 11.08 à 12.02) (Theis et Gardner, 1990). Les cations ou métaux des cendres volantes ont tendance à voir leur solubilité augmenter avec une diminution de pH lors du contact avec l'eau. Dans le cas de la chaux usée, le plomb est une exception de taille, car elle libère de 45 (10 % ST) à 100 mg Pb/L (20 % ST) à pH 12 (contact avec de l'eau à pH 7) (Tincelin, 1993).

Deux éléments se comportent de façon complètement différente, car ils se présentent sous forme d'anions, ce sont l'arsenic et le sélénium. Le sélénium d'un incinérateur suédois fonctionnant à 800°C se trouvait surtout sous forme de Se (IV). En milieu basique, le sélénium était présent sous forme soluble (SeO_3^{2-}) alors que, lorsqu'il y avait peu d'oxygène lors de la combustion, la forme métallique était présente (Ericzon et al., 1989). Il est très probable de constater une lixiviation du sélénium lors d'un lessivage en milieu neutre ou basique. L'arsenic a aussi plus tendance à être lixivié à des pH entre 7 et 12 plutôt qu'à des pH acides (Theis et Gardner, 1990). Ces deux métaux (sélénium et arsenic) sont donc, très faciles à lessiver dans des conditions naturelles non perturbées. Le chrome et le molybdène ont aussi parfois tendance à être lessivés dans des conditions basiques (Theis et Gardner, 1990).

Le bore est un élément qui est aussi bien lessivé en milieu acide qu'en milieu basique (Theis et Gardner, 1990; Sawell et Constable, 1988). De façon générale, la grande mobilité des métaux dans les cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux est attribuée à la présence de fortes concentrations d'ions chlorures qui favorisent la formation de chlorocomplexes métalliques solubles (Theis et Gardner, 1990; Cameron, 1988).

1.4 Contamination organique

Peu d'études ont été menées pour caractériser de façon complète, les composés organiques toxiques dans les cendres d'incinérateurs. Ceci est dû à la difficulté d'analyser plusieurs composés organiques ainsi que les coûts associés à ces analyses. Les études sur le lessivage des composés organiques ont démontré des teneurs allant de 10 à 240 ng/L d'eau pour les HAP, chlorobenzène et chlorophénol. Les composés les plus solubles sont ceux comportant le moins de cycles (Theis et Gardner, 1990; Sawell et Constable, 1988; Harrison et al., 1985). L'extraction des dioxines, furannes, phénols, HAP, etc., à l'aide d'eau dans un Soxhlet a permis de libérer des quantités de l'ordre du ng/L au mg/L (Karasek et al., 1987). Les contaminations en produits organiques ont cependant, surtout été testées via des tests de mutagénicité. Les cendres les plus mutagéniques se révèlent toujours être celles qui ont une plus grande proportion de carbone total (imbrûlés). Il est donc très important pour le contrôle des dioxines, furannes, HAP et autres produits organiques que la température de combustion soit maintenue à un minimum de 1 000°C ou plus (Theis et Gardner, 1990; Bawkon, 1991). Le mode opérationnel de l'incinérateur est donc, la variable principale qui permet d'éviter d'avoir des problèmes de produits organiques toxiques dans les cendres (Theis et Gardner, 1990; Bawkon, 1991) et la plupart des incinérateurs canadiens opèrent à des températures assez élevées pour éviter ces problèmes (CCME, 1991).

1.5 Études de lixiviation sur le terrain

Trois études majeures ont permis de démontrer que les métaux des cendres volantes placées dans un "monofill" peuvent être lessivés à de fortes concentrations (Theis et Gardner, 1990). Le Tableau 1.2 donne un aperçu global des résultats de ces études.

Tableau 1.2 Métaux retrouvés dans le lixiviat de cendres volantes placées dans un site d'enfouissement "monofill" (Theis et Gardner, 1990).

Gamme de concentration (mg/L)			
Éléments	Hjelmar (1987)	U.S. E.P.A. (1987)	Goldman (1988)
As	0.5 - 25	5 - 218	4 - 25
Cd	0.1 - 5	<0.1 - 44	0.1 - 44
Cr	1 - 80	6 - 1 530	1 - 91.4
Pb	1 - 190	12 - 2 920	5 - 2 920
Hg	0.05 - 1	1 - 8	0.005 - 8
Se	---	2.5 - 37	5 - 8

Eighmy et al. (1989) ont effectué une étude avec lysimètre et ont trouvé de fortes concentrations de plomb, très peu de produits organiques ainsi que des chlorures, des sulfates, du potassium, du sodium, du calcium et du strontium (pour un pH entre 10 et 12) (Theis et Gardner, 1990). D'après le Tableau 1.2 et les résultats de l'étude précédente, il devient évident que les cendres volantes relâchent actuellement des quantités importantes de métaux dans leur lixiviat et à des concentrations qui sont beaucoup plus fortes que celles permises par les règlements sur les déchets dangereux du ministère de l'Environnement du Québec (Pb 5 mg/L, Cd 2 mg/L, As 5.0 mg/L, Hg 0.2 mg/L, Cr 5 mg/L et Se 1 mg/L) (Environnement Québec, 1989).

Des études en laboratoire simulant les conditions réelles ont également été effectuées (Wadge, 1987), permettant ainsi d'étudier la spéciation et la solubilisation des métaux dans les cendres volantes. À l'aide des résultats obtenus, il est possible d'estimer la mobilité environnementale et la biodisponibilité des éléments traces. Il a été prouvé que la lixiviation des éléments traces dans les sites d'enfouissement était relativement rapide (5 années de précipitation). Selon cette même étude, il a été prouvé que le sélénium démontrait la plus grande solubilité même s'il est présent à des concentrations relativement basses (926 $\mu\text{g/kg}$) suivi du le plomb (639 $\mu\text{g/kg}$) et du cadmium (478 $\mu\text{g/kg}$).

1.6 Alternatives de gestion des cendres volantes

Les cendres provenant de centrales thermiques au charbon ne lixivient pas de quantités importantes de métaux (Theis et Gardner, 1990; Bridle et al., 1987). Elles ont été utilisées avec les cendres de grilles à de nombreuses fins telles que : matériel de remplissage, matériel de stabilisation de routes, ajout à du ciment, amendement en micronutriments pour les sols, adsorbants de substances toxiques, fabrication de briques. Cependant, ces usages ne sont pas possibles dans le cas des cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux car elles libèrent des concentrations importantes de métaux lors des tests de lixiviation.

En 1996, le coût de disposition de la chaux usée chez Stablex Canada, par stabilisation-enfouissement est de 200\$/tonne. Étant donné les coûts aussi élevés, la CUQ envoie seulement la chaux usée chez Stablex Canada (~3000 tonnes/année). À ce prix, la stabilisation des 9 000 tonnes de cendres volantes de la CUQ coûterait environ 1 584 000 \$ par année. Le Centre canadien de traitement des eaux usées de Burlington (Environnement Canada) a tenté de mettre au point avec la coopération de la compagnie Montenay un nouveau procédé de stabilisation des cendres volantes à l'incinérateur du "Greater Vancouver Regional District (GVRD). Ce procédé a en fait échoué car les blocs de ciment formés se désagrégeaient après 2 ans. À ce sujet, le CCME (1991a) soutient qu'il faudrait soumettre les cendres volantes à un prétraitement afin de réduire leur teneur en chaux, car cette chaux excédentaire nuit à la durabilité du bloc solidifié. Ce procédé a aussi le désavantage à notre avis de ne rien récupérer de la valeur métallique des cendres. Devant ces coûts de gestion élevés, plusieurs chercheurs ont tenté d'extraire les éléments de valeur contenus dans les cendres de diverses sources (Theis et Gardner, 1990).

Oliver et Carey (1976a; 1976b) ont essayé de rentabiliser l'extraction du phosphate et des métaux dans les cendres (totales) d'incinération de boues d'épuration par un procédé avec H_2SO_4 (60 %) puis récupération des métaux par électroplaquage. La principale valeur qu'ils en retiraient était la valeur en phosphate qui est très importante dans ces cendres, mais qui est beaucoup plus faible (5 à 20 fois moins) dans les cendres de déchets municipaux (Theis et Gardner, 1990). Ce procédé ne pourrait donc pas être rentable pour les cendres qui sont l'intérêt de ce rapport. Smith et Condra (1983) ont plus récemment proposé une récupération avec un volet économique du fer et de l'aluminium (production d'aide flocculant) contenus dans les cendres volantes de combustion du charbon à l'aide

de NaOH (15 %, 90°C) suivi de HCl (15 %, 90°C). Ces cendres ont cependant beaucoup plus de fer et d'aluminium que les cendres qui nous concernent (Theis et Gardner, 1990). De plus, des métaux toxiques sont présents dans les produits obtenus (aide flocculant) et ils contamineront irrémédiablement les boues d'épuration qui seront produites à l'aide de ceux-ci. Ceci équivaut à déplacer le problème et il ne peut s'inscrire dans une philosophie de développement durable.

Un autre ouvrage recensé qui semblait avoir un potentiel de réussite limité est le traitement des cendres volantes dans une solution HCl pH 3 avec NaCl 1M à 5 % ST (Legiec et al., 1989a; 1989b). Or, les essais effectués indiquent qu'il en coûterait environ 85 \$/tonne en HCl seulement pour acidifier le mélange des cendres volantes de la CUQ. Puisque le coût total du procédé est environ 4 fois celui des produits chimiques (selon l'expérience de l'INRS-Eau dans l'étude technico-économique sur le procédé de décontamination des boues d'épuration), cela donne un coût de 340 \$/tonne. À cela il faut ajouter le coût du NaCl et de la chaux en fin de traitement. Comme il est très peu probable que la valeur commerciale des métaux recyclés couvrent une partie importante (dans les boues, les dépenses annulent les revenus, mais cela empêche de générer un déchet dangereux coûteux) de ce coût, il ne semble pas que ce procédé sera plus économique que la stabilisation.

De plus, ces chercheurs envisageaient de récupérer les métaux par électroplacage, et ils ont des difficultés car ils doivent plaquer sélectivement le plomb, le zinc, le cadmium, le nickel et le cuivre en présence d'une quantité importante de fer qui peut causer de graves problèmes. Aucune solution n'a été apportée à ce problème jusqu'à présent dans la littérature sur le sujet. Lors d'une conversation téléphonique avec un des membres de cette équipe de recherche, monsieur David Kosson (8 juin 1994), il est ressorti que les recherches sur ce procédé avaient cessé car le coût du procédé est trop important. Un procédé a été en développement en Allemagne et il comptait sur l'utilisation de l'eau acide provenant de l'épurateur pour extraire les métaux des cendres volantes (Vehlow et Vogg, 1987). Ce procédé comporte deux problèmes, premièrement les "wet scrubber" ne sont utilisés que dans 6.4% des installations aux États-Unis (Berenyi, 1996), ce qui limite beaucoup le potentiel d'utilisation de ce procédé. Deuxièmement, les auteurs ne démontrent pas que les métaux sont vraiment extraits car ils retournent les cendres volantes traitées dans le four où elles se combinent aux cendres de grille profitant ainsi de l'effet de dilution dans les cendres de grille qui permet de contourner le problème. Dans le contexte québécois il serait étonnant que cette approche soit acceptée.

Une filière technologique qui connaît beaucoup de développement est la vitrification. La compagnie ABB développe le procédé InRec (Simon et Andersson, 1995) alors que divers autres procédés sont à l'étude (Hollander et al., 1995, 1994; Camacho, 1994). La méthode a le désavantage d'augmenter le volume des cendres et traite généralement les cendres combinées. De plus de sérieux problèmes existent au niveau de l'épuration des gaz de la vitrification. La vitrification est utilisée à Bordeaux en France, mais aucun coût n'est connu (Camacho, 1994). Une étude américaine pour la vitrification des cendres combinées arrive à un coût de 98 \$US t⁻¹ à 175 \$US t⁻¹ pour des capacités de 350 et 50 t par jour de cendre combinée (Hollander 1995), ce qui est très dispendieux puisque le traitement ne se limite pas seulement aux cendres volantes (10 à 20% de la masse) mais à l'ensemble des cendres de grille et des cendres volantes (100%) et représente de 5 à 10 fois plus de tonnes traitées.

Le traitement le plus répandu aux États-Unis est celui de la compagnie Wheelabrator Environmental Systems Inc. avec son procédé WES-PHix^R qui est installé dans 22 incinérateurs (Lyons 1994). Ce procédé vise à former un bloc de ciment avec les cendres combinées car il ne semble pas assez efficace pour traiter les APC seul (Kosson et al., 1993). De plus, la compagnie prend soin de noter que les résidus des gas scrubber (chaux usées) ne sont pas inclus lors de la démonstration de l'efficacité de leur procédé sur les APC (Lyons, 1994). Le faible coût unitaire de ce procédé assure sa commercialisation mais en comptant qu'il doit traiter les cendres de grille avec les cendres volantes son coût total pour l'incinérateur est plus élevé que les projections faites pour le procédé ici développé lorsque les deux procédés sont considérés sur les mêmes bases (Painchaud et al., 1994).

L'extraction des métaux en milieu aqueux peut être envisagée d'un autre point de vue; des méthodes ont été développées par une équipe de chercheurs de l'INRS-Eau pour effectuer l'enlèvement des métaux lourds des boues d'épuration (Couillard et al., 1988a, 1988b, 1988c, 1988d), des sols contaminés (Couillard et al., 1989), des résidus miniers (Barette et Couillard, 1991) et enfin des sédiments (Couillard et al., 1992). La méthode en question prône l'utilisation de la bactérie *Thiobacillus ferrooxidans*, dont l'action optimisée en réacteur permet de solubiliser environ 90 % du cuivre, du zinc et du manganèse contenus dans les boues d'épuration (Couillard et Mercier, 1990, 1991a, 1991b). Le présent procédé développé spécifiquement pour les cendres volantes est cependant un procédé chimique.

En résumé, le seul compétiteur qui semble vraiment sérieux sur la base des coûts est le procédé WESPHix^R et le développement actuel du procédé permet d'entrevoir un bon degré de compétitivité de la part du procédé ici présenté. Ce document présente donc la démonstration à l'échelle pilote d'un procédé chimique de décontamination des RCPA de l'incinération des déchets urbains. La phase laboratoire de développement du procédé avait eu lieu dans un projet précédent (Couillard et al., 1995)

2 DESCRIPTION DE LA TECHNOLOGIE

La figure 2.1 présente un schéma global décrivant brièvement la technologie employée pour enlever les métaux disponibles des RCPA. Les RCPA sont envoyés dans un réacteur dans une proportion prédéterminée de solides totaux. Ils subissent ensuite une série de lavages basiques. Après chaque lavage, le mélange est laissé à décanter et le surnageant contenant les métaux est séparé de la phase plus concentrée en solides. Ce liquide est alors envoyé à la section de précipitation des métaux. Après les lavages basiques, les RCPA sont envoyés dans un second réacteur où ils subissent une série de lavages acides. Cette deuxième étape comporte une séquence précise d'ajouts de produits acide et d'autres produits chimiques avec des temps de réaction déterminés. Le mélange est laissé à décanter après chaque lavage acide. Puis le surnageant contenant les métaux solubles est séparé et envoyé à la phase de précipitation des métaux. La précipitation des métaux dans les liquides basiques et acides peut se faire simultanément dans un même système. Le résidu métallique est filtré sur un filtre-presse et envoyé pour la stabilisation comme déchet dangereux ou pour la récupération des métaux s'ils sont en teneur suffisante. Les RCPA traités sont pour leur part filtrés sur un filtre-presse après conditionnement et il peuvent aller à l'enfouissement sanitaire après rehaussement du pH par un ajout de base. Leur réutilisation (ciment, brique, ou combiné aux cendre de grille afin de faire des agrégats pour les routes ou de l'asphalte ou du ciment) serait avantageuse, mais elle reste à démontrer. L'effluent provenant de la précipitation des métaux et les filtrats provenant de la filtration des RCPA traités sont conformes aux normes et sont envoyés à l'égout.

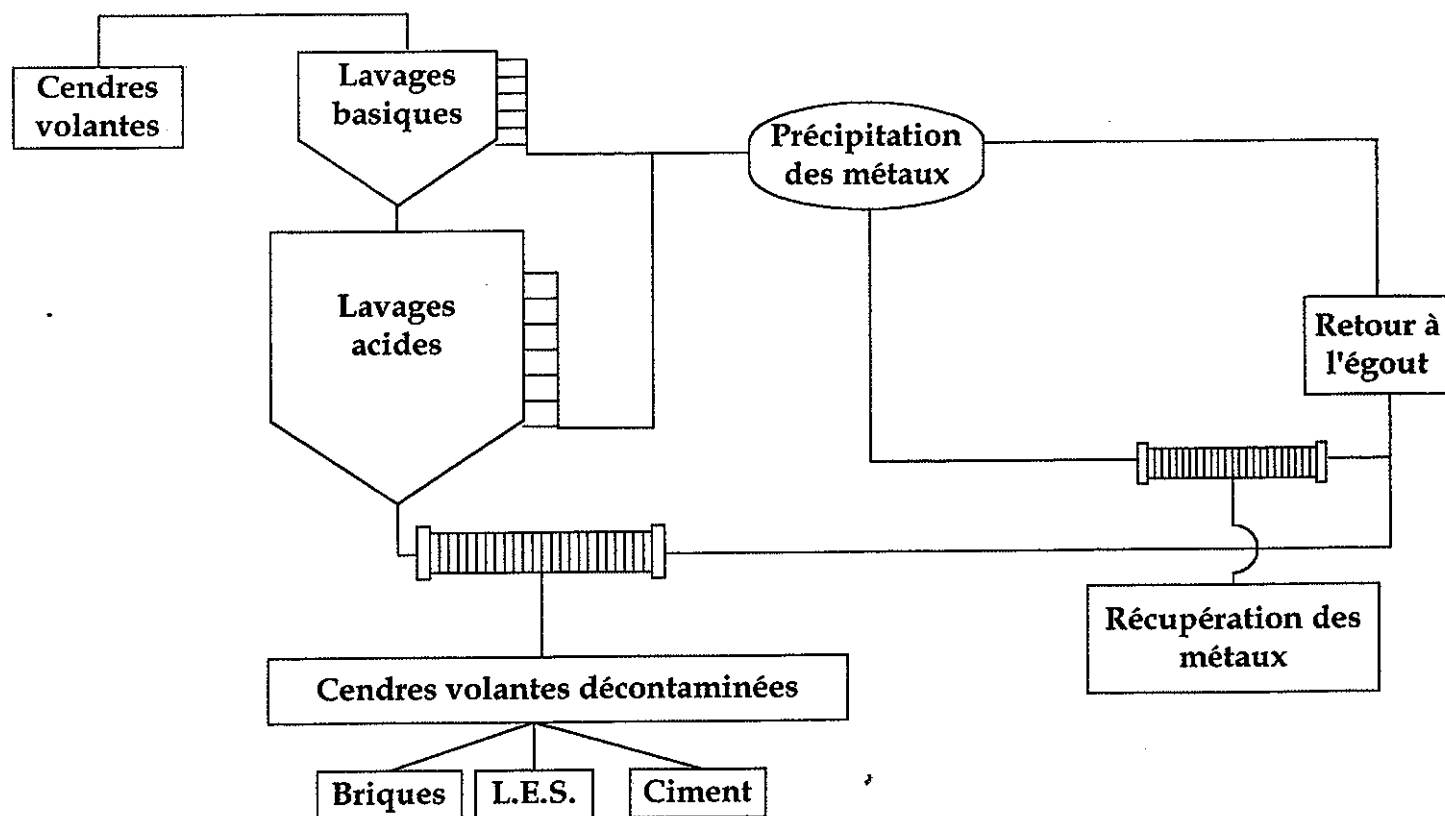


Figure 2.1: Schéma global du procédé de décontamination des RCPA de l'incinérateur.

3 DESCRIPTION DES ESSAIS ET RÉSULTATS OBTENUS

3.1 ÉCHANTILLONNAGE DES RCPA

Les cendres utilisées pour les essais proviennent de l'incinérateur de la Communauté urbaine de Québec (Limoilou, Québec). Lors de la combustion des déchets, le flux gazeux, entraînant de fines particules, passe dans la chaudière où le transfert de chaleur se fait au contact de tubes remplis d'eau (voir figure 1.1). Une vapeur est générée. Une partie des particules se dépose dans cette chambre et constitue les cendres de chaudière. Une seconde partie des cendres est récupérée au niveau des précipitateurs électrostatiques, formant les cendres d'électrofiltres. Les particules les plus fines se retrouvent avec la chaux qui sert à neutraliser le gaz acide en fin de parcours. Ces dernières constituent la chaux usée. Les cendres de chaudières et d'électrofiltres composent les cendres volantes. Et l'ensemble des trois produits est appelé RCPA.

Pour l'instant les cendres volantes et les cendres de grille sont mélangées et disposées à Saint-Tite-des-Caps, dans un site d'enfouissement sanitaire. La CUQ envoie sa chaux usée pour stabilisation et enfouissement sécuritaire chez Stablex Canada. Pour ce rapport, les études ont été faites sur un mélange de cendres de chaudières, de cendres d'électrofiltres et de chaux usée dans des proportions diverses. Des essais ont aussi été faits sur chaque type de RCPA pris séparément. Les cendres sont échantillonnées en moyenne une fois semaine par la compagnie Alex Cendre inc. avec la collaboration de la CUQ. Elles sont transportées par camion de l'incinérateur à l'usine pilote dans des barils de 210 L en métal. Chaque type de cendres et la chaux usée arrivent au pilote dans les barils séparés de 210 L et l'homogénéisation du mélange (chaux usées, cendres de chaudières et d'électrofiltres) est faite en laboratoire ou au pilote dans le réacteur. Pour l'échantillonnage des cendres à l'incinérateur, les cendres de chaudières sont prises au-dessous à la sortie d'une chute juste à côté des fours et peuvent contenir des cendres d'électrofiltres si le convoyeur de celles-ci n'est pas arrêté. Elles sont transférées directement dans des barils de 210 L en métal. Les électrofiltres se terminent aussi en forme de pyramide inversée et les cendres tombent sur un convoyeur fermé à la pointe de cette pyramide inversée. Lorsque la trappe du convoyeur est ouverte, les cendres d'électrofiltres tombent directement dans des contenants de 50L. Ces contenants sont transférés par pelletage dans les barils de 210 L en métal. Le prélèvement de la chaux usée se fait par une valve sur le silo de stockage qui sert à charger les camions de chaux usée. Le boyau d'un aspirateur industriel installé sur un baril de 210 L est inséré par cette valve et permet d'emplir ainsi le baril (les

barils sont remplis au 2/3 environ en raison du poids de la chaux usée).

3.2 DESCRIPTION DU PILOTE ET DES ESSAIS

3.2.1 Description sommaire de l'unité pilote

L'usine pilote de décontamination des RCPA est celle qui était auparavant utilisée pour un projet concernant le traitement de sols et sédiments contaminés. L'usine n'a pas fait l'objet d'une construction pour le projet en particulier mais a plutôt été adaptée. Cette usine est contenue dans une roulotte de 12 pieds par 60 pieds spécialement renforcée pour soutenir les charges importantes dues aux liquides et aux équipements. Cette roulotte, sans roues, est mobile et peut être déplacée sur fardier. La roulotte est aménagée de façon à permettre le chargement et le déchargement de charges lourdes de manière sécuritaire et efficace (débarcadère). La roulotte est reliée au réseaux d'aqueduc et électrique, de même qu'au champ d'épuration situé à quelques pieds de son emplacement actuel. Une entrée électrique de 600 volts est requise pour le fonctionnement des équipements. Pour le chauffage et les autres équipements fonctionnant à un moindre voltage, un transformateur a été installé. Aussi, plusieurs équipements sont actionnés à l'aide d'air comprimé, d'où la nécessité d'autonomie à l'aide de deux compresseurs d'air à vis.

La figure 3.1 représente l'intérieur de l'usine pilote et la nomenclature des différents bassins utilisés. Cette figure permet de visualiser l'ensemble des équipements requis pour l'opération du procédé. Les RCPA, acheminés par camion dans des barils, sont pesés puis incorporés au bassin B2 qui constitue le réacteur. Ce réacteur de 4000 litres est agité à l'aide d'un puissant moteur électrique relié à une hélice montée sur un arbre de transmission permettant une mise en suspension efficace des solides. Sur ce même réacteur, une fois l'ajout des produits chimiques provenant du bassin B1-1 effectué, une série de robinets permet de recueillir les surnageants suite à la décantation des cendres dans le réacteur. Afin de favoriser cette décantation, certains produits chimiques sont puisés de bassin B0. Ces surnageants sont soit pompés vers des bassins de stockage (B4 et B13) ou acheminés vers les phases subséquentes du traitement via des pompes. Les surnageants produits, contenant les métaux en solution, font ensuite l'objet d'un traitement visant la récupération des métaux. Dans un premier lieu, les surnageants sont envoyés dans le bassin B6, puis vers une série de décanteurs constitués des bassins B7-B8-B9-B10. Pour ce faire,

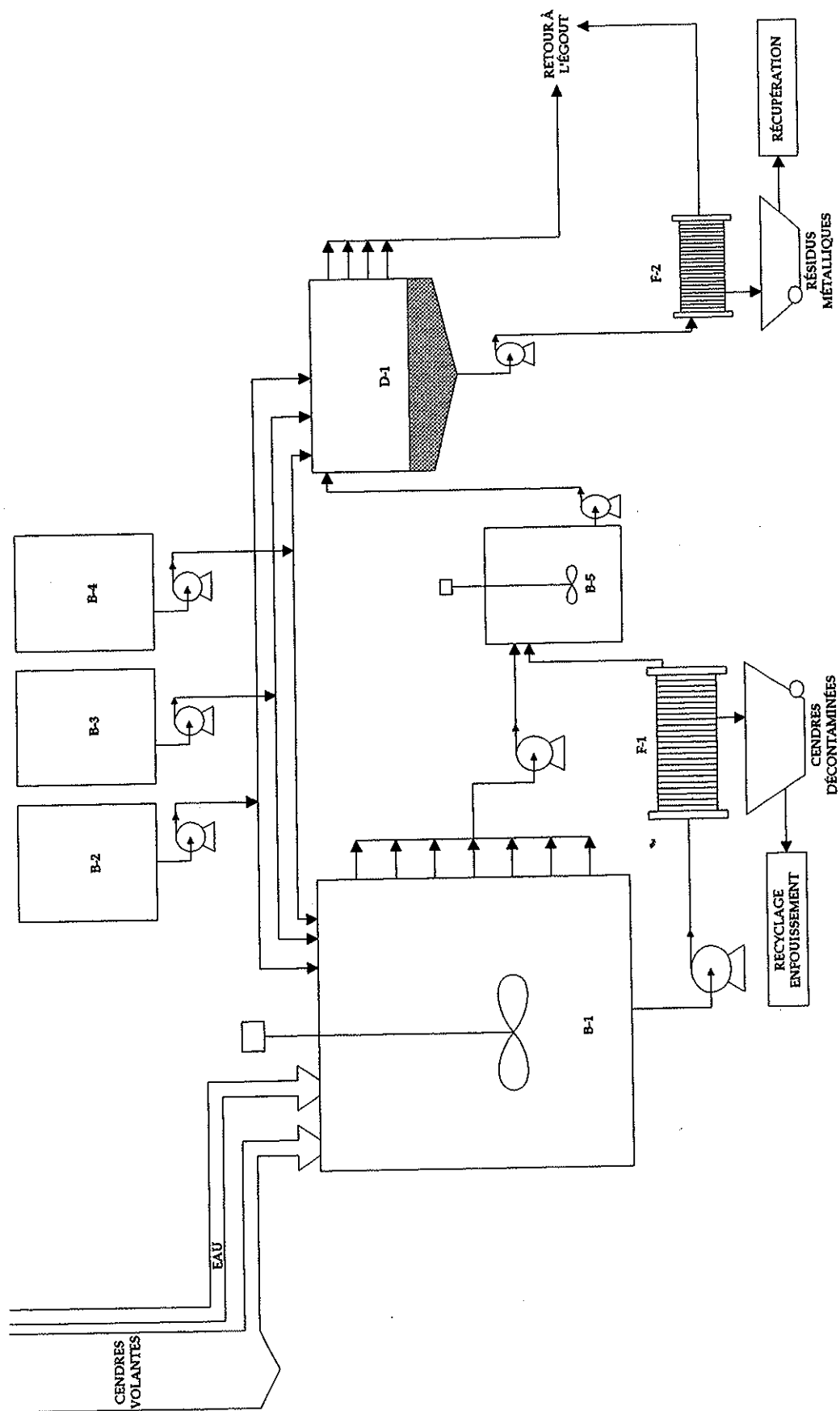


Figure 3.1: Schéma général d'écoulement au pilote.

des produits chimiques provenant des bassins B5 et B7-1 sont ajoutés. Quant aux RCPA traités, il sont pompés vers une unité de filtration de type filtre-presse pour leur déshydratation. Les filtrats produits sont acheminés vers le bassin B6. Un équipement semblable, mais aux dimensions réduites, est utilisé pour la déshydratation des résidus métalliques. Les surnageants des décanteurs et les filtrats de résidus métalliques sont acheminés vers le bassin B11 avant leur pompage vers la fosse septique. Couplés à l'usine, deux garages temporaires de 10 pieds par 15 pieds ont été installés dans le cadre du projet actuel. Ces garages servaient principalement à abriter des bassins de stockage de liquides divers, d'entrepôt pour les produits chimiques et les équipements connexes.

3.2.2 Description des essais effectués

a) au laboratoire

Au début du projet, 9 essais ont été faits au laboratoire dans le but d'optimiser le procédé. Les travaux de laboratoire ont par la suite été pratiquement limités à effectuer toutes les analyses (TCLP, digestions totales, échantillons solubilisés, etc.) pour caractériser les essais du pilote et pour vérifier certaines interrogations en laboratoire à l'aide de courtes expériences.

b) au pilote

Les travaux effectués au pilote ont été séparés en trois phases. D'abord, des travaux de modification visant à l'adaptation du pilote au procédé du traitement des cendres ont été réalisés. Ces travaux, consistant majoritairement en de la plomberie et des modifications au niveau des bassins, ont occupé environ un mois de travail. Par la suite, les essais ont débuté et se sont échelonnés sur 7 mois complets. Pour ce faire, un échantillonnage d'une dizaine de barils par semaine de RCPA était réalisé. Une fois les barils pesés, ils étaient soulevés puis vidés dans le réacteur à des dosages déterminés. De façon globale et résumée, la phase basique nécessitait environ 6 à 8 heures de travail (1 journée). Les surnageants produits par cette phase étaient ensuite stockés. Une fois cette phase terminée, la phase acide était entamée. Durant cette phase, il était possible de réaliser deux essais distincts et ceux-ci nécessitaient en moyenne un peu moins de deux journées chacun. Au fur et à mesure des lavages acides, les surnageants produits étaient précipités puis décantés avant filtration. Une fois déshydratés, les RCPA traités étaient retournés à l'incinérateur et les résidus métalliques stockés en barils pour fins de gestion et de manipulation. Finalement, une période de deux semaines a été nécessaire afin de démanteler l'ensemble des modifications effectuées en début de projet. La

totalité du projet a permis de faire 30 essais (comprenant les phases basiques et acides) et 2 essais ne comprenant qu'une phase basique. Chaque essai est effectué selon un protocole expérimental rédigé à l'avance.

3.3 MATÉRIEL ET MÉTHODES

3.3.1 Caractérisation des échantillons

La digestion des cendres de chaudières, chaux, électrofiltres, chaux+électrofiltres ou cendres mélangées, de même que les cendres ayant subi la série de lavages basiques (LB) et les cendres traitées à la fin des lavages acides ont été faites pour chaque essai entrepris. Les eaux de rejet ou effluents subissent également une digestion (Annexe 1) afin de pouvoir effectuer le suivi des métaux. Le précipité métallique généré suite au traitement des cendres au pilote est aussi suivi pour son contenu en métaux. Le type de digestion employé est une digestion totale (APHA, 1995). Dans le cas des effluents produits lors du traitement au pilote (filtrat de la filtration des cendres traitées B-6, surnageant et filtrat de la précipitation des métaux B10 et B10-2 et sortie de l'effluent à la fin du procédé) les MES, les sulfures et à l'occasion les sulfates, chlorures, nitrates et phosphates sont dosés en plus de la digestion de ceux-ci (voir annexe 1 pour la méthode de digestion). Les métaux sont également dosés sur les lixiviats des tests de TCLP. Tous les échantillons à digérer sont conservés dans des verres de polypropylène de 220 mL. Les digestions et analyses sont faites par les laboratoires de l'INRS-Eau de façon régulière. Les échantillons solubles générés par le procédé sont acidifiés avec HCl 5% et conservés dans des flacons de prélèvement de plastique jusqu'à l'analyse des métaux.

3.3.2 Tests de lixiviation

Tous les traitements de solubilisation des métaux dans les cendres ont été faits dans le but de trouver un procédé permettant de rendre les cendres conformes aux normes du ministère de l'Environnement et de la Faune (MEF) pour la nouvelle réglementation sur les déchets dangereux. Le test de lixiviation sur les déchets dangereux qui sera exigé par le MEF (conversation téléphonique avec Serge St-Laurent du MEF en avril 1996 et reconfirmé le 3 juillet 1996) est le TCLP (*Toxicity characteristic leaching procedure*). Au Québec, les normes permises sur le lixiviat pour les métaux sont de 5 mg Ag/L, 100 mg Ba/L, 500 mg B/L, 150 mg F/L, 100 mg nitrite/L, 1000 mg nitrite et nitrate/L, 2 mg U/L, 5 mg Pb/L, 0.5 mg Cd/L, 5 mg Cr/L, 5 mg As/L, 0.1 mg Hg/L et 1 mg Se/L.

Il n'y aura plus de normes pour Zn et Cu. Il est à noter qu'aux États-Unis, la norme pour le Cd sur le lixiviat, lors de l'application du TCLP, est 1.0 mg Cd/L.

La description détaillée complète du test de lixiviation est présentée à l'Annexe 2 et provient de McCoy and Associates (1992). Les échantillons à tester sont filtrés puis leur pH est déterminé selon le test du pH du TCLP (pré-test au HCl). Si le pH des échantillons à tester est supérieur à 5, c'est le liquide d'extraction à pH 2.88(± 0.05) qui sera utilisé et si le pH de l'échantillon est inférieur à 5, c'est le liquide d'extraction à pH 4.93 (± 0.05) qui doit être utilisé. Le liquide d'extraction à pH 4.93 est composé d'acide acétique glacial et de NaOH 1N (5.7 mL d'acide acétique glacial et de 64.3 mL de NaOH 1N complété à 1 L avec de l'eau millipore). Le liquide d'extraction à pH 2.88 est composé d'acide acétique glacial (5.7 mL d'acide acétique glacial complété à 1L avec de l'eau millipore). Les échantillons à tester sont placés dans des bouteilles étanches de HDPE de 1L contenant le liquide d'extraction, dans un rapport de 50g d'échantillon humide filtré pour 1L de liquide d'extraction. Les bouteilles subissent une rotation complète (de type tête en haut - tête en bas) à un rythme de 30 ± 2 rotations à la minute pendant un 18 heures ± 2 heures. Le lixiviat est alors filtré, puis acidifié avec HNO₃ à pH<2. Le TCLP est effectué sur les RCPA avant traitement (séparées et mélangées), les RCPA ayant subi les lavages basiques (LB) et les RCPA traitées.

3.3.3 Description des méthodes analytiques

3.3.3.1 pH et POR

Les lectures de pH et de POR en laboratoire ont été effectuées à l'aide du pH-mètre Fisher Accumet 805 MP. L'électrode Canlab à référence interne Ag/AgCl, double jonction de verre a été utilisée pour les lectures de pH tandis que pour les lectures de POR, il s'agissait d'une électrode Cole Parmer à plaque de Pt. Un étalonnage a été effectué avant chaque lecture de pH. En pH basique, l'étalonnage a été effectué entre les valeurs pH 7 et pH 10 tandis qu'en pH acide, l'étalonnage est effectué entre pH 2 et pH 4. La grande stabilité de l'électrode de POR permet un étalonnage moins fréquent, soit environ tous les mois, effectué avec des solutions de Quinhydrone à pH 4 (268 mV à 20°C) et pH 7 (92 mV à 20°C).

3.3.3.2 Digestion des échantillons

La méthode de digestion totale utilisée est celle de Standard Method (APHA, 1995). Un prélèvement de 0.5g d'échantillon réagit 2 heures avec 25 mL d'acide nitrique concentré (HNO_3) sous reflux, à 100°C . Après évaporation jusqu'à 5 mL à 200°C , 54 mL d'acide perchlorique (HClO_4) et 10 mL d'acide fluorhydrique (HF) sont ajoutés. Le tout est chauffé à 350°C pendant 2 heures. La solution est évaporée à sec à 200°C pour achever la réaction. Dissoudre le précipité dans 5 mL d' HNO_3 . Le solide obtenu est remis en solution avec de l'acide chlorhydrique (HCl) à 5% filtré et complété à un volume de 50 mL. La validité de la méthode de digestion est vérifiée par la digestion en parallèle d'échantillons certifiés de Ash no 3 et de Pacs. La méthode de digestion des eaux usées (voir Annexe 1) est utilisée pour la digestion des effluents. 50 mL d'échantillon sont digérés avec 5 mL d' HNO_3 et 1 mL d' H_2O_2 .

Le tout est évaporé jusqu'à 5mL puis repris avec 7 mL d' HNO_3 . Après avoir chauffé à reflux pendant 1 heure, 5 mL d' HCl et 2 mL d' HNO_3 sont ajoutés. Le tout est chauffé jusqu'à l'arrêt des vapeurs nitreuses, recueilli dans de l'eau et complété jusqu'au volume désiré. Les échantillons devant être dosés pour le Hg sont digérés selon la méthode du Menviq pour le dosage du Hg par formation de vapeur (voir Annexe 3). Il s'agit d'ajouter à l'échantillon (0.5 g), 7.5 mL d' HCl , 2.5 mL d' HNO_3 , 10 mL KMnO_4 et 5 mL $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$. On chauffe à 80°C pendant 3 heures, on ajoute 10 mL d'une solution combinée de chlorure de sodium et de chlorure d'hydroxylamine 12%. Le tout est agité et le volume est complété à 75 mL d'eau.

Pour être en mesure d'analyser les échantillons solubles pour le Se au four au graphite, ces derniers ont dû subir une digestion totale afin d'éliminer tous les problèmes d'interférences causés par la matrice trop chargée des échantillons solubles.

A. Appareils d'analyse

Les métaux (As, Cr, Cu, Fe, Ni, S, Zn, Ca, Al et Mg) ont été analysés avec un spectromètre à émission de plasma (*Inductively Coupled Plasma -ICP*), modèle *Atom Scan 25* de *Thermo Jarrel Ash Corporation* avec échantillonneur automatique. Pour le cas du Pb et du Cd, les échantillons sont analysés à l'aide du spectromètre d'absorption atomique à la flamme SpectraAA.20, de marque Varian. Il est à noter que pour toutes les digestions et échantillons solubles, la matrice est HCl 5%, alors que dans le cas des lixiviats de TCLP, la matrice est HNO_3 5% tel que requis par le protocole

du TCLP. Le Se est dosé sur le four au graphite Perkin Elmer Simaa 6000 avec correcteur Zeeman. Le Hg est pour sa part dosé par générateur d'hydruure au spectromètre d'absorption atomique à la flamme (vapeurs froides).

B. Solides totaux, volatils et matières en suspension

Les solides totaux, volatils et les matières en suspension sont déterminés selon les méthodes décrites dans APHA (APHA, 1989). C'est-à-dire les méthodes 2504B et 2540E pour les solides totaux et volatils et la méthode 2504D pour les solides en suspension.

C. Détermination des sulfates, chlorures, nitrates et phosphates

Les sulfates, chlorures, nitrates et phosphates sont dosés sur les échantillons solubles (effluent B11) non-acidifiés par chromatographie ionique sur un appareil Dionex. Les résultats obtenus sont en mg/L.

D. Détermination des sulfures

Les sulfures ont été déterminés selon la méthode colorimétrique du bleu de méthylène (voir Annexe 4).

3.4 Synthèse des résultats

3.4.1 RCPA (Résidus du Contrôle de Pollution de l'Air) avant traitement

Pour les besoins de la présentation et de la discussion des résultats, les RCPA sont divisés en trois catégories nommées A (cendres de chaudières), B (cendres d'électrofiltres) et C (chaux usées). Ces catégories représentent différents types de RCPA prélevés à des endroits différents à l'incinérateur. Lorsqu'il est question d'un mélange, il s'agit d'une combinaison en proportions déterminées de chacun des RCPA en pourcentage (A%, B% et C%). Ainsi, les résultats des différentes combinaisons testées à l'échelle pilote sont présentés dans les prochaines sections.

3.4.1.1 Tests de lixiviation TCLP sur les RCPA avant traitement

Suite aux tests de lixiviation, des analyses ont été effectuées sur les différents RCPA pris soit de façon séparée ou en mélanges divers. Les résultats sont présentés aux tableaux 3.1 et 3.2. L'observation des résultats permet de constater que les principaux métaux dépassant les normes du TCLP sont le Pb, le Cd et le Hg. Etant donné la prédominance de ces trois éléments, la majorité de l'interprétation et de la discussion sera effectuée en fonction de ces trois éléments.

De façon plus détaillée, le RCPA A dépassait la norme pour le Cd dans 10 cas sur 11 avec des valeurs variant entre 0.70 et 10.1 mg/L par rapport à la norme de 0.5 mg/L. Quant au Pb, celui-ci surpassait la norme une seule fois sur 11. La gamme de pH de l'extrait du TCLP est de 4.28 à 7.15 (sauf une exception à 11.38). Aussi, une analyse de certains métaux (Ag, Ba, B et F) a été effectuée de façon ponctuelle. Les résultats obtenus pour le RCPA A sont Ag à <0.013 mg/L (norme à 5 mg/L), Ba à 0.17 mg/L (norme à 150 mg/L), B à 2.13 mg/L (norme à 500 mg/L) et F 1.95 mg/L (norme à 100 mg/L).

Pour le RCPA B, les dépassements de normes sont observés pour le Pb et le Cd. Dans 8 cas sur 11 pour le Pb, des valeurs supérieures à la norme (5.0 mg/L) variant entre 5.16 et 32.3 mg/L sont observées. Pour le Cd, les dépassements sont encore plus élevés variant entre 11.0 et 30.4 mg/L par rapport à la norme qui est de 0.5 mg/L. Pour le RCPA B, le pH de l'extrait du TCLP se tient dans une gamme assez serrée, soit de 4.96 à 6.58 (sauf une exception à 9.26). Aussi, une analyse de certains métaux (Ag, Ba, B et F) a été effectuée de façon ponctuelle. Les résultats obtenus pour le RCPA B sont Ag à <0.013 mg/L (norme à 5 mg/L), Ba à 0.40 mg/L (norme à 150 mg/L), B à 3.33 mg/L (norme à 500 mg/L) et F à 4.90 mg/L (norme à 100 mg/L).

Pour le RCPA C, peu de dépassements ont été observés pour le Pb et le Cd. Le Pb avec 2 dépassements sur 15 analyses (variant entre 6.86 et 7.79 mg/L) et le Cd avec 3 dépassements sur 15 analyses (variant entre 0.59 et 0.98 mg/L). Toutefois, le Hg a été analysé à 9 reprises et la norme (0.10 mg/L) a été surpassée sur une plage variant de 0.26 à 0.45 mg/L dans 6 cas sur 9. Il est à noter que pour le RCPA C, le pH de l'extrait est excessivement variable, oscillant entre 5.93 et 12.05. Aussi, une analyse de certains métaux (Ag, Ba, B et F) a été effectuée de façon ponctuelle. Les résultats obtenus pour le RCPA C sont Ag à <0.013 mg/L (norme à 5 mg/L), Ba à 0.37 mg/L (norme à 150 mg/L), B à 0.13 mg/L (norme à 500 mg/L) et F à 4.92 mg/L (norme à 100 mg/L).

Tableau 3.1: Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les divers RCPA avant traitement.

TCLP sur fraction A avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	6.07	0.46	0.77	0.01	0.14	0.16	0.34	56.0	<1.d.	0.02	0.01
2	11.38	0.09	0.00	0.03	0.00	0.00	0.01	0.0	-	0.09	-
3	6.30	4.01	10.1	0.06	0.21	2.34	0.47	373	<1.d.	1.11	0.02
4	6.24	3.20	10.1	0.02	0.24	0.20	0.19	343	<1.d.	0.08	0.02
5	7.15	0.18	1.84	0.04	0.26	3.01	0.20	34.9	<1.d.	0.16	0.05
6	5.98	0.22	0.70	0.00	0.03	0.00	0.26	90.4	-	-	-
7	5.55	0.66	2.18	0.00	0.02	0.75	0.33	169	-	-	-
8	6.03	0.34	1.20	0.00	0.02	0.00	0.20	62.9	-	-	-
9	4.82	6.03	2.45	0.09	0.27	11.6	0.35	174	-	-	-
10	4.99	2.18	1.62	0.06	0.32	3.13	0.43	147	-	-	-
11	4.47	2.98	2.27	0.11	0.48	2.07	0.41	171	-	-	-
12	6.18	0.19	1.53	0.00	0.06	0.02	0.30	94.6	-	-	-
Norme		5.00	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00
Dépassement		1 sur 12	11 sur 12						0 sur 4	0 sur 5	
Globalement, 11 sur 12 dépassent pour au moins un métal											
TCLP sur fraction B avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	5.87	15.7	15.3	0.03	5.45	0.12	0.31	468	<1.d.	0.08	0.01
2	9.26	0.08	0.37	0.15	0.00	0.45	0.05	0.00	-	0.14	-
3	6.58	5.18	30.4	0.00	1.01	0.12	0.30	881	<1.d.	2.00	<1.d.
4	5.78	32.3	26.9	0.00	5.59	0.94	0.45	1107	<1.d.	2.54	<1.d.
5	6.62	2.96	12.8	0.00	0.41	0.00	0.27	535	<1.d.	0.03	0.01
6	5.78	8.13	13.7	0.01	0.46	1.83	0.24	516	-	-	-
7	6.45	3.39	21.2	0.00	0.45	0.00	0.22	464	-	-	-
8	5.01	15.2	21.7	0.78	1.36	22.0	0.68	-	-	-	-
9	4.96	19.0	21.1	0.87	1.85	21.8	0.77	-	-	-	-
10	5.81	8.34	11.0	0.07	0.02	1.33	0.45	435	-	-	-
11	5.76	7.36	11.6	0.09	0.03	1.35	0.50	404	-	-	-
Norme		5.00	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00
Dépassement		8 sur 11	10 sur 11						0 sur 4	0 sur 5	0 sur 4
Globalement, 10 sur 11 dépassent pour au moins un métal											
TCLP sur fraction C avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	10.61	6.86	0.00	0.02	0.02	0.00	0.00	3.22	0.14	0.42	<1.d.
2	12.05	7.79	0.00	0.00	0.00	0.00	0.17	3.43	-	0.19	-
3	6.55	0.62	0.59	0.00	0.24	0.03	0.07	15.0	0.29	0.11	0.03
4	9.04	0.05	0.16	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.33	0.23	0.02
5	6.88	0.16	0.43	0.00	0.05	0.22	0.04	2.81	0.45	<1.d.	0.02
6	5.96	0.4	0.98	0.00	0.30	2.17	0.02	34.1	0.26	0.03	0.03
7	6.22	0.15	0.68	0.00	0.17	0.33	0.00	18.1	0.27	0.02	0.06

Tableau 3.2: Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les divers mélanges RCPA avant traitement.

TCLP sur mélange 1 avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	7.06	0.45	8.08	0.00	0.05	0.00	0.04	68.4	-	0.00	-
2	11.55	0.00	0.03	0.00	0.02	0.00	0.00	2.36	-	-	-
3	11.33	2.93	0.00	0.00	0.00	1.20	0.01	1.59	-	-	-
4	6.43	0.58	13.0	0.02	0.14	0.13	0.31	447	-	-	-
5	6.45	0.54	12.3	0.01	0.33	0.00	0.00	414	-	1.16	-
6	6.33	0.22	6.25	0.01	0.09	2.44	0.17	277	-	-	-
Norme		5.00	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00
Dépassement		0 sur 6	4 sur 6							0 sur 1	
TCLP sur mélange 2 avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	7.24	0.13	3.3	0.03	0.09	0.00	0.06	43	0.01	-	-
Norme		5.00	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00
Dépassement		0 sur 1	1 sur 1						0 sur 1		
TCLP sur mélange 3 avant traitement											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	7.37	0.17	2.28	-	-	-	-	-	-	-	-
Norme		5.00	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00
Dépassement		0 sur 1	1 sur 1								

Trois mélanges ont aussi fait l'objet d'essais au pilote et ces mélanges sont identifiés 1, 2 ou 3. Les résultats obtenus lors des TCLP sont présentés au tableau 3.2. Le mélange 1 a dépassé la norme en Cd seulement (variant entre 6.08 et 13.0 mg/L) à raison de 4 fois sur 6. Il est à noter que les deux fois que les normes sont respectées, les pH de l'extrait étaient de 11.55 et 11.33. La même observation s'applique pour le mélange 2 à la seule analyse effectuée. Finalement, le mélange 3 a dépassé la norme pour le Cd à 2.28 mg/L lors du seul test effectué. Pour le mélange 2, une analyse de certains métaux (Ag, Ba, B et F) a été effectuée de façon ponctuelle. Les résultats obtenus pour le RCPA B sont Ag à 0.013 mg/L (norme à 5 mg/L), Ba à 1.70 mg/L (norme à 150 mg/L), B à 2.10 mg/L (norme à 500 mg/L) et F à 5.75 mg/L (norme à 100 mg/L).

De façon globale, il est possible d'affirmer que les principaux problèmes de respect du test de lixiviation TCLP sont observés pour le Cd, le Pb et le Hg, et ce à des valeurs excédant grandement les normes prescrites.

3.4.1.2 Tests de lixiviation neutre à l'eau sur les RCPA avant traitement

Afin de vérifier le potentiel toxique suite aux précipitations atmosphériques ou à un enfouissement des RCPA, un test simple est effectué, à titre indicatif seulement. Ce test, le test neutre à l'eau, consiste en un test de lixiviation à l'eau du robinet (50g de solide dans un litre d'eau). Celui-ci simule en fait un écoulement d'eau neutre sur un déchet solide. Même s'il n'est pas réglementaire, il est d'intérêt scientifique de démontrer ce qui advient des contaminants lors du contact avec l'eau. Cette simulation permet de vérifier si certains métaux peuvent être lixiviés vers le milieu récepteur. Une série de test neutre à l'eau a été effectuée sur les RCPA avant traitement, après lavages basiques (LB) et lavages acides (LA) et les résultats obtenus sont présentés au tableau 3.3. Cette démarche repose sur le fait que plusieurs communications scientifiques font état de l'inefficacité du TCLP pour évaluer la performance d'un procédé de traitement de résidus (Van der Sloot, et al. (1994a Van der Sloot et al. (1994b)).

Ce tableau présente les résultats pour l'ensemble des fractions (A-B-C) et des différents mélanges (1-2-3) pour les RCPA avant traitement, après les lavages basiques et après les lavages acides. Pour les besoins de la discussion, seuls les résultats concernant les RCPA avant traitement seront abordés et ce même tableau sera réutilisé plus loin au cours de l'interprétation des résultats. Ce tableau permet d'abord de constater que le pH de l'extrait est alcalin et varie entre 10.31 et 12.09. A ces valeurs de pH, le Pb peut être en partie solubilisé et c'est en effet ce qui est observé pour le RCPA A et pour deux mélanges 1. Les autres métaux eux restent sous forme solide et ne sont donc pas, ou très peu, retrouvés dans l'extrait (voir tableau 3.3).

Tableau 3. 3: Test neutre à l'eau sur différents RCPA au cours du procédé (avant traitement et après traitement)

Essai	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
Fraction C avant traitement	11.44	4.43	0.00	0.05	0.07	1.72	0.01	1.50	-	0.15	-
Fraction A avant traitement	11.28	7.06	0.00	0.03	0.07	0.20	0.03	1.63	-	-	-
Fraction B avant traitement	10.31	0.90	0.00	0.06	0.03	0.15	0.06	0.49	-	0.14	-
Fraction C avant traitement	11.88	4.44	0.00	0.00	0.00	0.26	0.00	0.99	-	-	-
Fraction B avant traitement	11.30	0.49	0.00	0.34	0.42	9.09	0.00	0.69	-	-	-
Fraction A avant traitement	12.09	14.2	0.00	0.10	0.08	0.19	0.00	1.12	-	-	-
Mélange #1 avant traitement	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Mélange #1 après traitement	6.11	0.02	0.04	0.00	0.00	0.00	0.11	0.36	-	-	-
Mélange #1 avant traitement	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Mélange #1 après traitement	7.46	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.02	45.3	-	-	-
Mélange #1 avant traitement	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
Mélange #1 après traitement	7.39	0.04	0.00	0.00	0.00	0.20	0.01	0.11	-	-	-
Norme TCLP*		5.00	0.50	0.50					0.10	5.00	1.00

*le test TCLP n'est pas effectué sous les mêmes conditions

X= aucune analyse

3.4.2 RCPA après traitement

3.4.2.1 Résultats des tests de lixiviation TCLP sur les RCPA traités

Deux principales séries d'essais ont été réalisées durant la phase de démonstration du procédé. La première série d'essais a été effectuée à partir d'un mélange de cendres volantes tandis que la deuxième série d'essais a été exécutée à partir des chaux usées seules.

D'après les résultats présentés au tableau 3.4a, nous pouvons constater que le traitement opéré sur le mélange #1 nous a permis de respecter les normes du TCLP pour les différents métaux analysés. En effet, les concentrations du Pb varient de 0.00 à 0.02 mg/L tandis que celles du Cd se situent entre 0.01 et 0.08 mg/L, les normes étant de 5 mg/L pour le Pb et 0.5 mg/L pour le Cd. Par la suite, un dépassement des normes a été observé pour le Cd et le Pb et une optimisation a dû être faite. En fait, les précipitateurs électrostatiques ont été rénovés et remis en opération au mois de juin. Ce fait a causé une augmentation importante de la teneur en Pb et Cd (voir section 3.4.2.3). C'est ainsi que des réajustements au procédé ont été faits nous menant à l'obtention d'un nouveau mélange, soit le mélange #3. Les résultats obtenus lors des tests de lixiviation TCLP pour le mélange #3 apparaissent au tableau 3.4b et démontrent le respect des normes avec des concentrations de 2.34 et 3.23 mg/L pour le Pb et de 0.27 et 0.41 mg/L pour le Cd.

Les résultats auxquels nous sommes parvenus lors des tests de lixiviation TCLP pour les chaux usées seules sont quant à eux présentés au tableau 3.4c. D'après ces résultats, le traitement proposé permet d'atteindre les normes exigées pour les principaux métaux problématiques soient le Pb, le Cd et le Hg. De fait, les concentrations obtenues pour le Pb varient de 0.37 à 3.15 mg/L, celles du Cd de 0.02 à 0.12 mg/L et celles du Hg se trouvent sous 0.06 mg/L.

3.4.2.2 Tests de lixiviation neutre à l'eau sur les RCPA après traitement

Les tableaux 3.3 et 3.5 présentent la comparaison, pour le Pb, de quelques test neutres à l'eau pour des RCPA avant traitement vs des RCPA après traitement. Deux observations sont faites. D'abord, le pH des RCPA après traitement est grandement abaissé passant d'environ 12.5 à la neutralité. Le Pb soluble à l'eau subit quant à lui une grande baisse diminuant de l'ordre de la dizaine de mg/L à pratiquement aucune lixiviation. Ce fait démontre donc comment le traitement permet l'enlèvement

Tableau 3.4: Résultats des tests de lixiviation TCLP obtenus pour les RCPA traités.

a) Mélange #1 (début du projet)											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	8.61	0.02	0.08	0.02	0.00	0.00	0.03	0.18	-	-	-
2	8.59	0.02	0.02	0.02	0.00	0.00	0.02	0.27	-	-	-
3	9.71	0.00	0.01	0.09	0.00	0.64	0.00	0.03	-	0.20	-
b) Mélange #3 (après rénovation des électrofiltres)											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	5.27	2.34	0.27	0.00	0.63	0.00	0.06	4.32	0.00	-	-
2	5.33	3.23	0.41	-	-	-	-	-	0.00	-	-
c) Chaux usées seules											
Analyse	pH de l'extrait	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Ni (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Se (mg/L)
1	4.87	3.15	0.02	0.00	0.08	0.55	0.00	1.61	<l.d.	0.04	<l.d.
2	5.38	0.37	0.12	-	-	-	-	-	0.06	-	-
3	4.85	2.50	0.09	0.00	1.05	0.15	0.09	4.65	0.01	-	-
Normes		5.0	0.50	5.00					0.10	5.00	1.00

Tableau 3.5: Plomb soluble vs test à l'eau
instantané sur le mélange #1 de RCPA traités.

Analyse	Avant traitement		Après traitement	
	pH	Pb (mg/L)	pH	Pb (mg/L)
1	12.54	174	6.11	0.02
2	13.06	106	7.46	0.02
3	13.06	106	7.39	0.04

du Pb disponible à la lixiviation à l'eau. Pour le test à l'eau sur 24 heures, la disponibilité pour le mélange #1 passe d'environ 25 mg Pb/L à 0.03 mg Pb/L après traitement, soit une réduction de la disponibilité de 99.9%.

Sur le tableau 3.5, le test à l'eau comparé est un test instantané (1 heure environ). Ce tableau permet de dire que la réduction du Pb instantanément disponible à l'eau est de 99.98%. Même si la norme du TCLP n'est pas toujours rencontrée pour ce mélange, la nocivité des RCPA traités est grandement diminuée.

3.4.2.3 Enlèvement des métaux sur les RCPA après traitement

L'enlèvement des métaux consiste en un calcul comparant la concentration en métaux du RCPA avant traitement vs après traitement. Dans un premier lieu, la figure 3.2 présente les teneurs totales des différents métaux dans les trois types de résidus avant traitement. Il est possible de constater sur cette figure de très fortes teneurs en Pb et Cd qui ont atteint plus de 800 mg Cd/kg et près de 10 000 mg Pb dans certains échantillons de RCPA B. La teneur en Pb et Cd de la fraction C est beaucoup plus faible que celle du RCPA B et s'approche de celle du RCPA A (figure 5.1). La fraction B contient quant à elle une forte proportion de Zn. Pour l'ensemble des métaux, une certaine variation est de plus observable. Pour le mélange #1 de RCPA, les valeurs obtenues dans le présent projet ont été comparées à celles observées durant un autre projet qui a eu lieu sur deux années (1993 à 1994). Un total de 45 analyses des mélange #1 de RCPA avant traitement a été compilé et comparé aux 7 analyses fournies par projet de démonstration actuel. De façon globale, les concentrations en métaux sont restées semblables pour le Cr, Cu, Fe, Hg, Ni et Zn avec des variations inférieures à 20%, sauf pour deux métaux, le Pb et le Cd. Pour le Pb, les valeurs obtenues lors du premier projet vs le projet actuel sont 2787 mg/Kg vs 3827 mg/Kg, ce qui représente une augmentation de plus de 37% (1040 mg/Kg de plus). Pour le Cd, cette augmentation est encore plus marquée et de l'ordre de 58%. Les concentrations ont en effet passé de 190 mg/Kg à 301 mg/Kg (augmentation de 111 mg/Kg). Ce type de comparaison est valable seulement pour le mélange #1 car aucune analyse séparée n'avait été effectuée lors du précédent projet.

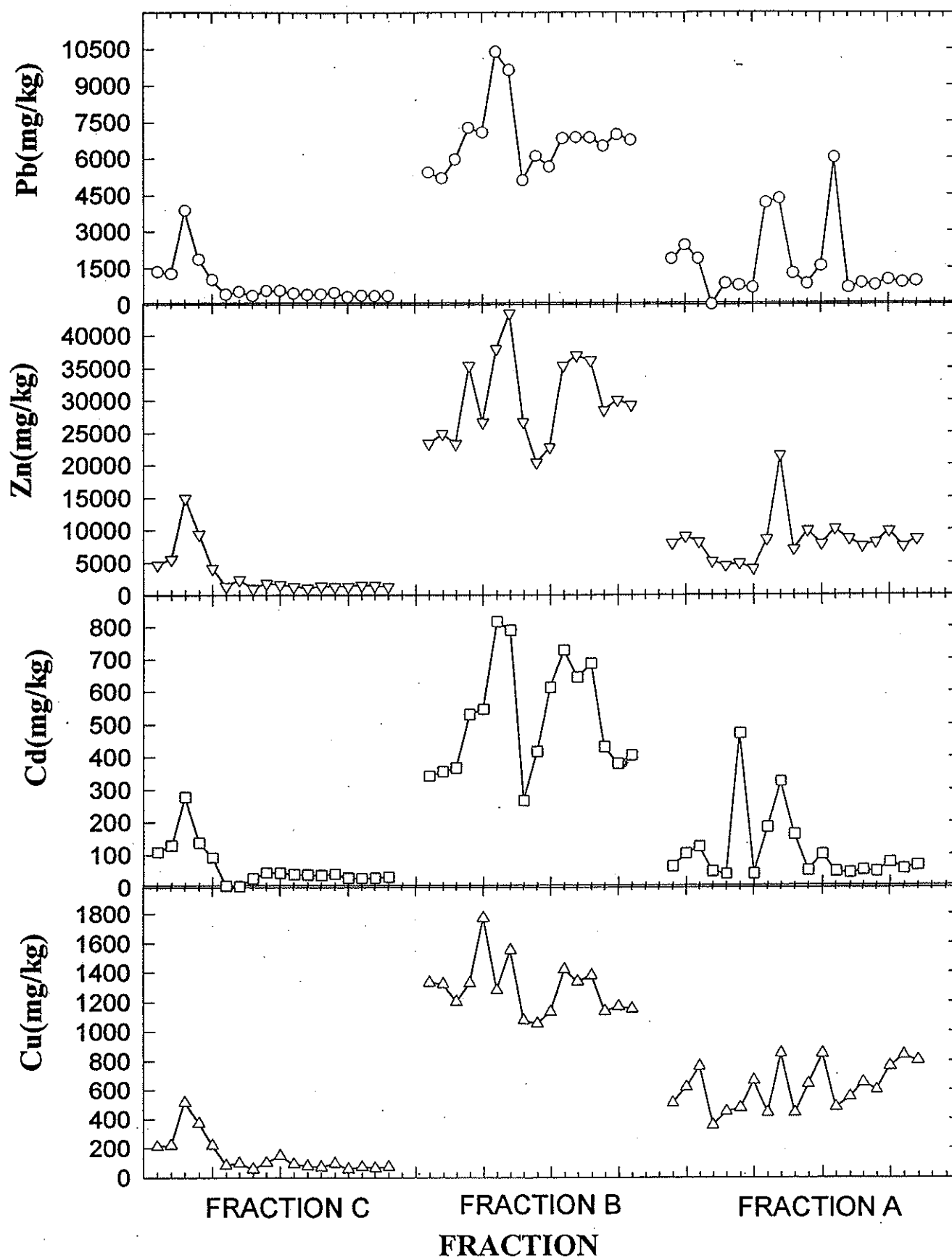


Figure 3.2 : Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (1ère partie).

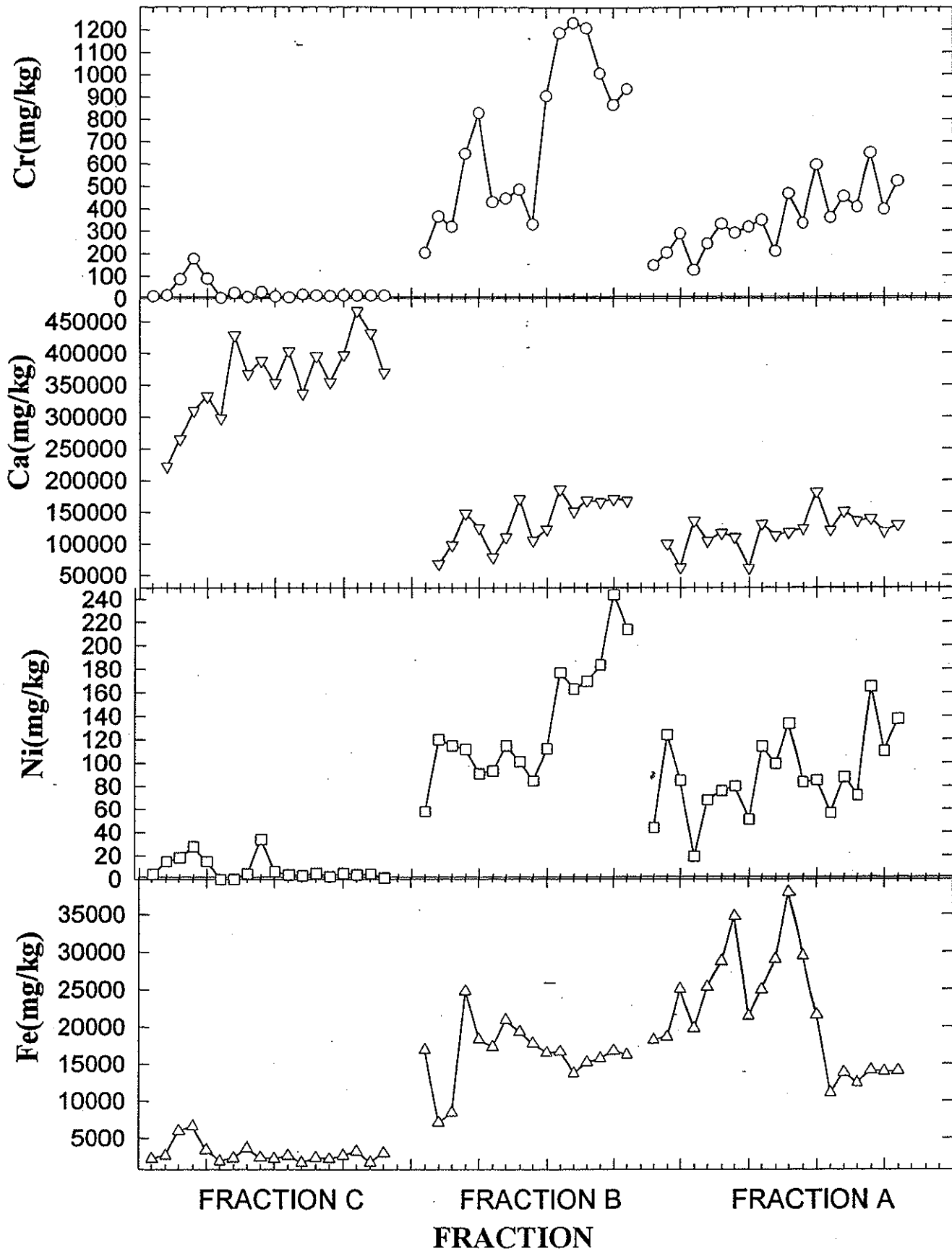


Figure 3.2 : Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (2ième partie).

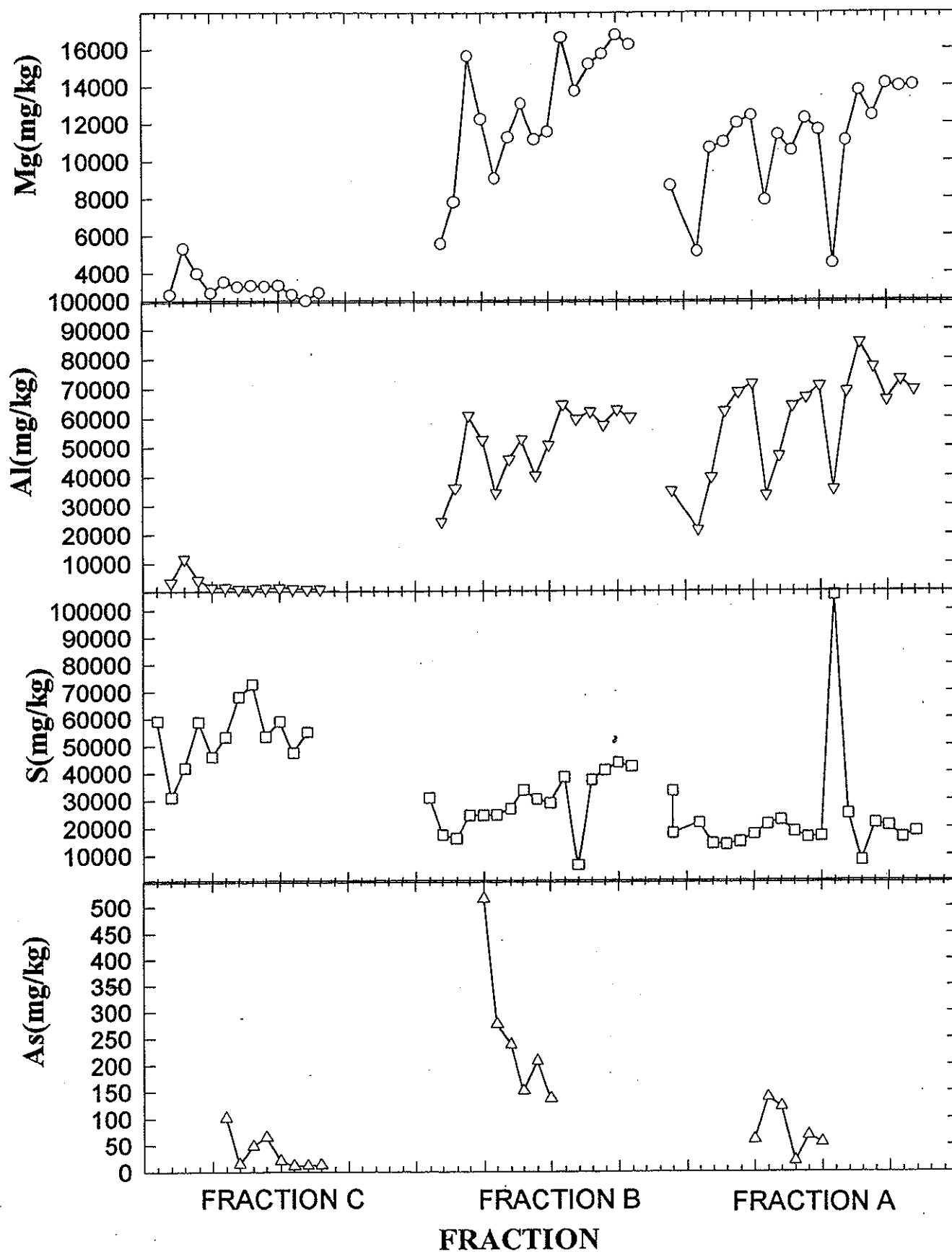


Figure 3.2 : Variation lors des différents essais de la teneur en métaux dans les cendres avant traitement (3ième partie).

Les enlèvements des métaux ont été compilés pour l'ensemble des essais au pilote. Les résultats sont présentés aux tableaux 3.6 et 3.7 par mélange (1-2-3) et par type de RCPA (A-B-C). Ces résultats, bien que non-exigés et non-nécessaires dans la décision du succès de la décontamination (c'est le test de lixiviation qui en fait foi), indiquent jusqu'à quel niveau le procédé développé enlève et ne stabilise pas les métaux dans la matrice. L'attention doit être portée sur les principaux métaux problématiques et/ou d'intérêt particulier qui sont le Pb, le Cd, le Zn et dans une moindre mesure, le Hg. Les résultats moyens des enlèvements doivent aussi être pris avec un certain recul car ils représentent bel et bien une moyenne des plusieurs essais opérant sous diverses conditions. A titre d'exemple, l'enlèvement moyen du Pb pour le mélange #1 (voir tableau 3.6a) est de l'ordre de 26.7% avec certains essais ne retirant pratiquement pas de Pb et d'autres ayant une efficacité de près de 40% d'enlèvement. L'enlèvement du Pb est calculé à l'aide des métaux solubilisés et non à partir des digestions, ceci à cause de l'effet "particules" qui cause de grandes variations lors des digestions.

Mélange #1

Les procédés mis à l'épreuve sur ce genre de mélange permettent un enlèvement moyen de 89.6% du Cd (avec des valeurs variant entre 77.5 et 94.1%) (voir tableau 3.6a). Il en est ainsi pour le Zn avec un enlèvement moyen de l'ordre de 72.5%. Quant au Pb, un enlèvement moyen de 26.7 est observé. Pour le Pb, un taux d'enlèvement plus élevé est nécessaire afin de pouvoir rencontrer les normes du TCLP. Cette observation semble probable puisque l'enlèvement moyen du Cd (89.6%) a permis un taux de passage du TCLP de 100%.

Mélange #2

Encore une fois, des efficacités moyennes d'enlèvement élevées sont observées (tableau 3.6 b) pour le Cd (95.4%), le Zn (85.6%) et, à un moindre niveau, pour le Pb (31.2%).

Tableau 3.6 a : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour le mélange #1

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	37.1	92.4	-	50.6	-35.9	58.5	-15.4	33.6	-160.4	80.1	-12.1	20.7	38.8
2	36.3	91.0	-	54.3	-11.1	24.9	-9.1	28.0	-174.5	72.5	-	-16.3	22.9
3	22.3	94.1	-	42.6	18.7	51.8	12.2	22.8	-102.9	69.7	-	99.2	100.0
4	21.6	91.3	-	40.0	45.1	67.5	24.9	29.3	-105.2	72.2	-	98.6	100.0
5	36.8	88.4	-	56.4	-	51.5	41.2	36.8	-52.8	72.7	-	-	-
6	33.0	90.3	-	36.2	-	58.6	-18.8	13.6	-141.1	66.5	-	-	-
7	32.8	89.5	-1.3	12.8	6.4	36.7	-44.1	26.7	-83.9	79.4	-	-	-
8	32.1	90.0	23.5	31.8	21.0	43.5	4.3	45.3	-94.7	70.3	-	-	-
9	20.6	89.1	-5.1	37.4	-23.4	14.3	9.5	-6.2	-82.4	65.0	-	-32.3	-
10	18.6	90.5	43.6	-2.5	-44.7	69.5	-4.8	2.8	-183.4	68.3	-	-14.7	-
11	3.8	92.2	53.2	32.7	-20.0	69.7	7.0	10.3	-135.7	70.1	-	-41.1	-
12	6.3	92.6	29.4	49.4	-39.0	56.5	-13.1	18.9	-104.5	70.5	-	-	-
13	37.8	77.5	47.4	36.5	-39.4	55.4	4.3	40.0	-92.3	61.8	-	-	-
14	35.0	85.4	47.9	29.9	24.8	61.9	46.2	45.2	-164.6	70.6	-	-	-
Moyenne	26.7	89.6	29.8	36.3	-8.1	51.5	3.2	24.8	-119.9	70.7	-12.1	16.3	65.4
Minimum	3.8	77.5	-5.1	-2.5	-44.7	14.3	-44.1	-6.2	-183.4	61.8	-12.1	-41.1	22.9
Maximum	37.8	94.1	53.2	56.4	45.1	69.7	46.2	45.3	-52.8	80.1	-12.1	99.2	100.0

Tableau 3.6 b : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour le mélange #2

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	23.5	92.9	68.8	75.5	52.6	67.8	63.2	65.5	10.4	81.5	-	-	-
2	24.8	96.7	84.0	70.3	76.6	80.9	82.3	82.9	10.1	91.0	-	-	-
3	39.3	92.1	70.4	82.1	72.1	72.5	71.9	76.2	30.6	84.0	-	-	-
4	37.2	99.9	79.5	76.9	71.1	81.8	78.5	80.6	6.7	85.8	-	-	-
Moyenne	31.2	95.4	75.7	76.2	68.1	75.7	74.0	76.3	14.4	85.6	-	-	-
Minimum	23.5	92.1	68.8	70.3	52.6	67.8	63.2	65.5	6.7	81.5	-	-	-
Maximum	39.3	99.9	84.0	82.1	76.6	81.8	82.3	82.9	30.6	91.0	-	-	-

Tableau 3.6 c : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour le mélange #3.

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	30.0	93.3	82.0	80.6	71.5	75.9	74.4	74.5	-0.4	87.5	-	-	-
2	27.6	95.9	79.5	85.1	72.6	76.4	65.5	72.5	27.7	90.7	-	-	-
Moyenne	28.8	94.6	80.7	82.9	72.0	76.2	69.9	73.5	13.7	89.1	-	-	-
Minimum	27.6	93.3	79.5	80.6	71.5	75.9	65.5	72.5	-0.4	87.5	-	-	-
Maximum	30.0	95.9	82.0	85.1	72.6	76.4	74.4	74.5	27.7	90.7	-	-	-

Tableau 3.7 a : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour la fraction A.

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	69.7	76.0	39.8	48.6	18.2	40.5	1.1	50.2	-60.5	48.8	-	-13.3	-
2	63.2	76.1	99.3	45.8	-5.0	45.5	15.9	52.2	-91.5	43.7	-	-90.4	-
3	21.4	91.3	53.3	81.2	73.4	63.6	30.5	69.4	82.4	83.5	-	-	-
4	22.2	80.9	48.5	79.5	61.2	-9.3	23.0	63.3	79.8	80.8	-	-	-
Moyenne	44.1	81.1	60.2	63.8	36.9	35.1	17.6	58.8	2.6	64.2	-	-51.8	-
Minimum	21.4	76.0	39.8	45.8	-5.0	-9.3	1.1	50.2	-91.5	43.7	-	-90.4	-
Maximum	69.7	91.3	99.3	81.2	73.4	63.6	30.5	69.4	82.4	83.5	-	-13.3	-

Tableau 3.7 b : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour la fraction B.

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	6.8	92.8	-14.5	12.7	-22.4	35.5	-101.0	-7.5	-10.3	38.9	-	0.0	-
2	4.7	92.2	12.1	-2.6	-47.2	56.7	-31.3	5.4	-90.4	37.8	-	-16.5	-
Moyenne	5.8	92.5	-1.2	5.0	-34.8	46.1	-66.1	-1.1	-50.4	38.3	-	-8.3	-
Minimum	4.7	92.2	-14.5	-2.6	-47.2	35.5	-101.0	-7.5	-90.4	37.8	-	-16.5	-
Maximum	6.8	92.8	12.1	12.7	-22.4	56.7	-31.3	5.4	-10.3	38.9	-	0.0	-

Tableau 3.7 c : Résultats d'enlèvement des métaux dans les RCPA pour la fraction C.

	Pb (%)	Cd (%)	Al (mg/kg)	Ca (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	S (%)	Zn (%)	Hg (%)	As (%)	Se (%)
1	63.0	94.8	29.2	60.3	-45.8	68.7	67.2	89.2	-24.1	72.8	43.0	-	-
2	48.1	62.9	-	66.7	-	-	35.7	-	-	24.6	54.3	-	-
3	66.3	94.9	79.6	63.6	38.6	73.5	60.5	0.0	-66.9	89.1	-	-	-
Moyenne	59.1	84.2	54.4	63.5	-3.6	71.1	54.5	44.6	-45.5	62.2	48.6	-	-
Minimum	48.1	62.9	29.2	60.3	-45.8	68.7	35.7	0.0	-66.9	24.6	43.0	-	-
Maximum	66.3	94.9	79.6	66.7	38.6	73.5	67.2	89.2	-24.1	89.1	54.3	-	-
4	29.2	3.7	-0.9	68.1	-36.3	14.7	22.5	1.7	12.8	-6.5	15.7	-1.8	-
5	21.3	7.7	1.3	34.2	46.4	12.6	9.0	8.3	-2.5	-2.0	6.4	13.4	-
Moyenne	25.3	5.7	0.2	51.1	5.1	13.6	15.7	5.0	5.1	-4.3	11.1	5.8	-
Minimum	21.3	3.7	-0.9	34.2	-36.3	12.6	9.0	1.7	-2.5	-6.5	6.4	-1.8	-
Maximum	29.2	7.7	1.3	68.1	46.4	14.7	22.5	8.3	12.8	-2.0	15.7	13.4	-

Mélange #3

Pour ce type de mélange, les tests de lixiviation ont permis de respecter l'ensemble des normes vérifiées pour le Pb et le Cd. Les taux d'enlèvement présentés, au tableau 3.6 c, pour ces deux métaux sont de 28.8% (Pb) et 94.6% (Cd). Pourtant, les taux d'enlèvement sont similaires à ceux obtenus lors des essais sur le mélange #2. Il est logique de supposer que le taux d'enlèvement des métaux n'est pas nécessairement un gage d'efficacité de procédé au niveau du TCLP, même si, en toute logique, le fait de réduire considérablement la teneur en métaux retrouvée dans le mélange réduit automatiquement les probabilités de dépassement des normes du TCLP. Il semblerait donc que le test de lixiviation du TCLP s'attaque particulièrement agressivement au matériau testé car il solubiliserait certains métaux que le procédé n'arrive même pas à solubiliser. Le TCLP semble donc vouloir aller chercher plus de métaux que peuvent le faire les acides minéraux utilisés.

Fraction A

Le traitement de cette fraction s'est fait de façon efficace au niveau du TCLP avec un excellent taux de succès. Les enlèvements ont toutefois variés grandement comme en font foi les résultats présentés au tableau 3.7 a. Des variations entre 21.4% et 69.7% d'enlèvement sont en effet observées pour le Pb. Quant au Cd, une moyenne de 81.1% a été obtenue. Cette fraction semble donc relativement facile à traiter. L'enlèvement du Zn atteint 64.2% en moyenne.

Fraction B

Le traitement séparé de cette fraction n'a pas permis de respecter les normes du TCLP, et ce uniquement pour le Pb. Un taux d'enlèvement moyen faible de l'ordre de 5.8% a été obtenu. Autre point à noter, les dépassements de normes pour le TCLP ne sont pas que de légers dépassements mais bien des valeurs élevées (15.6 et 22.3 mg/L vs norme à 5.0 mg/L). Ceci indique donc que cette fraction est hautement toxique en Pb et qu'un niveau plus élevé de décontamination est probablement requis afin de pouvoir respecter les normes du TCLP. Malgré cela, l'enlèvement du Cd est élevé avec 92.5% en moyenne alors que celui du Zn est faible avec 38.3%.

Fraction C

Pour cette fraction, les tests de lixiviation effectués après traitement montrent l'efficacité des traitements. Malgré des écarts impressionnants au niveau des capacités d'enlèvement du Pb (voir tableau 3.7 c), même de faibles efficacités de l'ordre de 21.3% ont permis le respect des normes, ce qui confirme le fait que l'enlèvement n'est pas nécessairement un gage d'efficacité de décontamination. D'autres facteurs sont probablement prédominants, dont notamment la concentration de départ en Pb et Cd.

3.4.3 Filtration des RCPA après traitement

La déshydratation des RCPA était effectuée à l'échelle pilote sur une unité de filtre-presse d'une capacité maximale de 6 pieds³. Une fois l'ensemble du traitement complété, le mélange RCPA-eau était donc filtré. Le tableau 3.8 montre les résultats obtenus pour 10 filtrations effectuées sous des conditions normales d'opération.

L'observation des résultats permet de constater qu'il est possible, dans les conditions d'opération des essais, d'obtenir des gâteaux ayant une siccité globale moyenne de 44.3% de ST, avec une gamme variant entre 34.1% à 55.0% de ST. Les filtrats sont d'une limpidité étonnante avec une moyenne de MES de l'ordre de 17.2 mg/L. Cette limpidité de filtrat est aussi reflétée dans les résultats du taux de capture des particules approchant les 100%. Les taux de filtration du filtre-presse sont relativement peu variable selon le type de RCPA. Seule la fraction C est légèrement inférieure avec 16.80 Kg/(m²h). La capacité de filtration pour les autres RCPA est de l'ordre de 21.2 Kg/(m²h). Cette valeur est très élevée si l'on considère que le taux de filtration moyen pour une boue d'épuration varie entre 1.5 et 10 Kg/(m²h) (Couillard *et al.*, 1993). L'ensemble de ces données démontre donc l'efficacité du système de filtration et ce, même lorsqu'il est opéré dans des conditions n'ayant pas fait l'objet d'une attention particulière dans le but d'optimiser cette étape de traitement.

Tableau 3.8: Capacité de filtration sur filtre-presse en fonction du type de RCPA filtré

Filtration	Type de RCPA	ST entrée (%)	ST gâteau (%)	MES filtrat (mg/L)	Taux de capture (%)	Taux de filtration Kg/(m2 * h)
1	A	7.1	44.0	14.3	99.98	23.9
2	A	7.1	45.0	0.9	100.00	23.9
3	A	3.0	38.0	11.2	99.96	10.1
<i>Moyenne</i>		5.7	42.3	8.8	99.98	19.3
4	B	7.1	55.0	32.0	99.95	23.9
5	C	5.0	41.9	5.4	99.99	16.8
6	mél. 1	6.0	34.1	-	XXX	20.2
7	mél. 1	6.0	50.0	1.8	100.00	20.2
8	mél. 1	5.8	44.2	4.3	99.99	19.0
<i>Moyenne</i>		5.9	42.8	3.1	99.99	19.8
9	mél. 2	7.7	42.0	21.3	99.97	28.9
10	mél. 2	4.5	49.0	64.0	99.86	15.1
<i>Moyenne</i>		6.1	45.5	42.7	99.92	22.0

3.4.4 Précipitation des métaux solubilisés lors du traitement des RCPA

La précipitation des métaux solubilisés lors du procédé est abordée en deux facettes, l'une quantitative et l'autre qualitative. Du côté quantitatif, le tableau 3.9 présente certains paramètres concernant les conditions d'opération de la précipitation des métaux ainsi que les productions de résidus métalliques en fonction du type de RCPA filtré. En moyenne, et en excluant le RCPA C, la production moyenne de résidu métallique est de l'ordre d'environ 14.5%. C'est donc dire que chaque tonne de RCPA traitée produit approximativement 145 Kg de résidu métallique. Pour le RCPA C, deux type d'essais ont été effectués. Le premier consistait en une phase basique jumelée à une phase acide (essais 4 et 5) et le second, une phase basique seulement (essais 6 et 7). Les productions moyennes de résidus métalliques pour ces essais ont été grandement variables, soient près de 8.8% et 0.56% respectivement.

Du point de vue qualitatif, le tableau 3.10 présente les résultats complets des 26 analyses effectuées au cours du projet sur chacune des fractions et différents mélanges de RCPA. La moyenne de chacun est également présentée au bas du tableau respectif. Les principaux éléments retrouvés dans ce résidu métallique sont Al, Ca, Fe, S et Zn. Ce dernier élément représente en fait une source de Zn tout à fait susceptible à la récupération. En effet, des concentrations de l'ordre de 6% sont atteintes pour le mélange #1, la fraction A et la fraction B. Dans les autres mélanges et fractions, les concentrations sont de 3.15 pour le mélange #2, 4.1% pour le mélange #3 et de 1.4% pour la fraction C. Il est intéressant de noter, pour le mélange #1 qui a une moyenne en Zn de 6.7%, que des résidus métalliques atteignant plus de 10% en Zn ont été obtenues à trois reprises. La teneur en Pb des résidus métalliques est assez peu variable (2401 à 5115 mg/Kg). La plus forte teneur en Cd rencontrée est de 1951 mg/Kg et il s'agit de la fraction C. Le Ca est l'élément majeur du précipité et représente de 12.2% (mélange #2) à près de 25.3% (fraction C). L'anion sulfate est grandement représenté car la teneur en S varie de 3.1% à 14.3%.

3.4.5 Effluent final du procédé de traitement des RCPA

Le tableau 3.11 présente l'ensemble des analyses effectuées sur les effluents liquides émanants de l'usine pilote. Les échantillons 1 à 16 sont résultants d'un pH de précipitation des métaux de 8.00. Par la suite, pour les échantillons 17 à 50, le pH de précipitation a été ajusté à 9.00. Ce réajustement a été effectué afin de permettre une réduction du Cd soluble à l'effluent, une limite de 0.5 mg/L avait été considéré comme un maximum souhaitable pour ne pas contaminer le champ d'épuration.

Tableau 3.9: Paramètres concernant la précipitation des métaux et la quantification de leur production.

Essais	Produit en traitement	pH visé	Provenance des liquides	Production de résidu	Production moyenne
1	A	9.0	LB et LA	12.2%	15.3%
2	A	9.0	LB et LA	18.4%	
3	B	9.0	LB et LA	15.0%	15.0%
4	C	8.0	LB et LA	9.9%	8.8%
5	C	9.0	LB et LA	7.60%	
6	C	9.0	LB	0.52%	0.56%
7	C	9.0	LB	0.60%	
8 (moyenne de 12 essais)	M1	8.0	LB et LA	14.6%	14.2%
9	M1	8.0	LB et LA	n.d.	
10	M1	8.0	LB et LA	13.4%	
11	M1	9.0	LB et LA	14.6%	
12	M2	9.0	LB et LA	18.7%	16.4%
13	M2	9.0	LB et LA	14.0%	
14	M3	9.0	LB et LA	14.1%	14.1%

n.d.= non disponible

LB= Lavage basique

LA= Lavage acide

Tableau 3.10 a: Résidu métallique mélange #1

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
1	1503	5687	21805	71947	35	4551	12916	9530	103	39723	120232
2	1446	443	62589	142852	150	1836	48746	12494	74	104996	24654
3	3699	618	35499	139549	146	1134	80098	13581	87	86749	46331
4	2856	973	40673	92907	50	1451	82895	16035	112	46812	43621
5	6968	1962	31641	78824	407	3567	167852	22186	147	36920	110247
6	6481	1470	31494	135459	47	2017	127368	17320	145	78300	112352
7	5619	833	29307	116171	68	1133	33270	5634	4	87357	35149
8	5502	1294	25115	91578	31	1010	52693	8716	45	68761	28103
9	2490	615	42550	153470	24	1629	4711	11095	105	72941	67471
10	10645	779	60670	161215	40	2470	5778	15582	147	73367	92359
11	2700	1417	34190	186200	59	1663	45290	18700	113	89610	81822
14	5257	957	26860	225100	73	1056	111100	13250	122	111600	62272
15	5055	843	50510	241600	100	1783	15490	30760	105	133700	52740
Moyenne	4632	1376	37900	141298	94	1946	60631	14991	101	79295	67489
Écart-type	2475	1308	12529	51022	98	1006	48841	6228	40	27026	31794

Tableau 3.10 b: Résidu métallique mélange #2

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
22	1662	433	18040	76030	101	239	31370	5774	48	44330	18690
23	2545	756	16260	111100	50	113	47190	5951	59	65920	37966
26	5626	1018	50460	180200	44	1176	19330	16600	116	100600	37289
Moyenne	3278	736	28253	122443	65	509	32630	9442	74	70283	31315
Écart-type	1699	239	15719	43277	26	474	11409	5062	30	23178	8931

Tableau 3.10 c: Résidu métallique mélange #3

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
25	3638	1095	47740	195800	58	970	43290	25750	155	96260	41687

Tableau 3.10 d: Résidu métallique fraction A

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
19	4332	887	103200	168800	125	2315	34410	17710	223	92360	67077
24	4518	813	76806	156455	14	1519	45426	14741	171	88595	53348
Moyenne	4425	850	90003	162628	69	1917	39918	16226	197	90478	60213
Écart-type	93	37	13197	6173	55	398	5508	1485	26	1883	6865

Tableau 3.10 e: Résidu métallique fraction B

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
17	1785	2032	34030	154500	39.2	3585	6896	30720	155	105100	33472
18	3017	1869	27720	219400	24.1	3359	4397	20880	117	148700	84700
Moyenne	2401	1951	30875	186950	32	3472	5647	25800	136	126900	59086
Écart-type	616	82	3155	32450	8	113	1250	4920	19	21800	25614

Tableau 3.10 f: Résidu métallique fraction C

Essai	Pb (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Al (mg/kg)	Ca (mg/kg)	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Mg (mg/kg)	Ni (mg/kg)	S (mg/kg)	Zn (mg/kg)
12	1236	211	6692	281701	22.2	130	53834	7026	39.6	144376	13570
13	4610	201	7697	298815	48.4	193	64302	4884	38.6	162960	12791
20	6764	27.0	4369	317000	32.7	189	1824	945	7.34	194971	6638
21	7848	252.0	14420	237100	50.7	536	6727	4335	48.70	128800	24410
Moyenne	5115	173	8295	283654	38	262	31672	4298	34	157777	14352
Écart-type	2524	86	3737	29635	12	160	27699	2181	16	24645	6398

Tableau 3.11 : Caractéristiques chimiques de l'effluent du procédé.

Echantillon	MES (mg/L)	Pb (mg/L)	Cd (mg/L)	Al (mg/L)	Ca (mg/L)	Cr (mg/L)	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	Mg (mg/L)	Ni (mg/L)	S (mg/L)	Zn (mg/L)	Hg (mg/L)	As (mg/L)	Cl (mg/L)	NO ₃ (mg/L)	PO ₄ (mg/L)	SO ₄ (mg/L)
1	-	0.08	0.92	0.27	1219	0.04	0.13	0.54	0.63	0.02	789	5.67						
2	32	0.00	0.07	3.05	1586	0.02	0.17	0	30.9	0.00	811	0.30	0.03	0.13				
3	trace	0.00	0.80	0.22	532	0.01	0.14	0.41	13.6	0.03	217	14.7	0.03	0.08				
4	20	0.22	0.80	0.45	1165	0.01	0.07	0.62	88.6	0.04	552	8.1	0.04	0.1				
5	40	0.04	0.38	0.45	1484	0.01	0.07	7.47	70.8	0.02	569	0.96	0.02	0.08				
6	39.8	0.00	0.16	0.43	1131	0.05	0.72	1.66	-	0.05	544	5.31	0.01	0.1				
7	-	0.01	0.80	0.22	1456	0.03	0.12	17.9	59.5	0.09	583	3.74	0.09	0.08				
8	18.9	0.02	0.15	0.00	855	0.00	0.00	1.55	21.3	0.04	441	0.00	0.04	0.18	562	10.3	9.12	1738
9	24.0	0.14	0.22	1.88	640	0.00	0.11	1.24	18.1	0.03	535	3.19	0.03	0.18	4139	6.8	0.00	1390
10	trace	0.00	0.28	0.17	1465	0.01	0.33	0.00	67.2	0.14	422	21.4	0.14	0.00				
11	150	0.00	2.70	0.00	739	0.05	0.04	0.00	81.0	0.15	564	3.09	0.15	0.00				
12	10.0	0.00	1.28	0.00	607	0.00	0.03	0.00	19.4	0.00	575	6.27	0.00	0.00				
13	24.0	0.00	2.09	3.87	1643	0.00	0.09	2.03	113	0.00	833	7.36	0.00	0.00	1715	0.00	0.00	1425
14	trace	0.00	0.05	0.10	1057	0.00	0.05	1.52	52.0	0.08	408	0.00	0.08	0.05				
15	12.3	0.00	0.52	0.00	1748	0.00	0.00	0.00	39.9	0.12	749	0.00	0.12	0.00	1732	0.00	0.00	1800
16	trace	0.08	0.58	5.12	1452	0.10	0.21	2.77	70.2	0.08	564	0.00	0.08	0.00				
17	20.1	0.00	1.03	0.08	1139	0.08	0.00	0.00	78.4	0.08	750	0.00	0.08	0.00				
18	10.0	0.10	0.71	0.00	5019	0.01	0.00	0.00	82.1	0.08	488	0.00	0.08	0.00				
19	30.5	0.52	0.70	0.05	3408	0.05	0.17	3.16	79.8	0.00	565	0.70	0.00	0.00	5759	9.51	0.00	954
20	3.3	0.04	0.48	0.03	4764	0.03	0.08	0.52	142	0.10	423	1.03	0.10	0.00	17916	60.2	0.00	970
21	12.9	0.12	0.18	0.95	9792	0.09	0.01	4.38	48.1	0.14	416	0.41	0.14	0.00				
22	36.0	0.12	0.94	17.66	1862	0.00	0.81	22.7	81.0	0.21	640	2.83	0.21	0.00	2622	10.4	0.00	1378
23	15.3	0.24	0.35	6.76	1659	0.04	0.33	5.39	67.0	0.15	437	3.22	0.15	0.08	4921	13.9	1.30	1379
Moyenne (1 à 23)	29.4	0.08	0.80	1.82	2019	0.03	0.15	3.21	60.0	0.07	562	3.84	0.012	0.00	4487	0.00	0.00	1173
24	56.4	0.00	0.09	1.05	7351	0.05	0.09	0.56	15.2	0.05	296	0.50	0.05	0.00				
25	18.4	0.88	0.04	0.00	-	0.09	0.01	0.09	0.13	0.00	348	0.25	0.13	0.00	15313	0.00	0.00	862
26	12	0.25	0.57	0.11	7229	0.04	0.03	0.08	45.3	0.05	381	0.24	0.05	0.06	2078	5.63	0.00	2012
27	1.0	0.08	0.25	0.00	2336	0.08	0.11	1.34	32.0	0.06	480	1.77	0.01	0.00				
28	7.8	0.18	0.63	0.74	1285	0.05	0.08	0.67	36.4	0.06	634	7.97	0.06	0.00				
29	8.90	0.00	0.47	0.41	1398	0.05	0.03	0.28	63.9	0.02	742	0.77	0.02	0.00				
30	5.10	0.02	0.43	0.63	1521	0.05	0.04	0.93	60.9	0.07	784	0.88	0.07	0.00				
31	84.3	0.98	0.45	3.21	1036	0.05	0.40	0.00	74.7	0.01	427	9.91	0.01	0.00	4321	6.39	0.00	1884
32	68.7	0.10	0.14	0.21	1307	0.06	0.20	0.35	18.9	0.05	615	5.27	0.05	0.00	7484	5.39	0.00	2254
33	23.2	0.00	0.34	1.11	1210	0.00	0.12	0.00	45.6	0.02	452	0.67	0.02	0.00	1256		0.00	1881
34	212	0.22	0.40	0.00	14670	0.05	0.02	0.00	3.62	0.00	392	0.51	0.00	0.00				
35	331	0.54	0.20	0.00	14870	0.00	0.01	0.00	1.61	0.00	452	0.67	0.00	0.00				
36	439	1.52	0.06	0.00	16200	0.00	0.01	0.00	0.45	0.04	397	0.62	0.04	0.00				
37	372	1.80	0.04	0.62	14720	0.02	0.08	0.00	0.58	0.02	407	0.88	0.02	0.00				
38	163	0.12	0.50	4.22	12850	0.01	0.14	1.49	4.50	0.02	462	1.32	0.02	0.00				
39	75.0	0.00	0.28	0.45	4216	0.00	0.07	0.00	14.5	0.07	351	2.97	0.07	0.00	7620	10.8	0.00	924
40	415	0.00	0.28	9.35	970	0.02	0.19	2.04	36.7	0.06	681	11.2	0.06	0.00	374	4.38	0.00	1959
41	102	0.40	0.28	1.57	936	0.00	0.10	0.62	40.3	0.06	652	3.75	0.06	0.00	858	4.42	0.00	2133
42	17.1	0.00	0.34	0.00	1130	0.00	0.01	0.00	54.7	0.08	767	1.77	0.08	0.00				
43	386	1.40	0.08	0.00	13510	0.03	0.10	0.73	1.01	0.05	359	0.99	0.05	0.00				
44	97.0	1.80	0.39	0.64	12880	0.01	0.10	0.15	13.5	0.06	425	2.80	0.06	0.00				
45	97.0	0.60	1.14	0.00	5192	0.00	0.12	10.7	92.6	0.02	478	8.61	0.02	0.00				
46	75.0	0.00	0.89	0.00	2542	0.00	0.00	2.12	84.0	0.01	509	0.21	0.01	0.00				
47	64.4	0.00	0.69	0.00	2397	0.00	0.04	2.48	87.0	0.05	516	0.59	0.05	0.00				
48	54.8	0.00	0.80	0.00	3354	0.00	0.04	5.11	117	0.07	689	2.43	0.07	0.00				
49	5.20	0.00	0.17	0.00	1797	0.00	0.19	0.52	90.9	0.03	694	0.88	0.03	0.00				
50	4.30	0.00	0.16	0.00	1217	0.00	0.03	0.00	71.0	0.03	601	1.52	0.03	0.00				
51	91.3	0.08	0.78	4.79	1082	0.13	0.31	2.85	89.0	0.22	679	23.7	0.22	0.00				
52	11.0	0.00	0.98	2.80	1009	0.10	0.37	1.46	91.1	0.05	598	31.8	0.05	0.00				
53	23.8	0.00	0.04	2.33	1145	0.15	0.16	1.52	100	0.06	545	0.95	0.06	0.00				
54	3.70	0.00	0.07	0.00	1910	0.00	0.12	1.27	37.3	0.04	722	0.27	0.04	0.00				
55	31.9	0.00	0.11	2.38	1782	0.11	0.18	0.70	33.4	0.07	694	2.88	0.07	0.00				
56	71.0	0.04	0.10	0.00	1449	0.15	0.13	1.45	87.4	0.08	583	3.02	0.08	0.00				
57	13.4	0.00	0.12	0.00	1832	0.13	0.09	0.91	34.8	0.06	597	0.15	0.06	0.00	4888	4.11	0.00	1671
Moyenne (17 à 57)	100.6	0.32	0.35	1.08	4784	0.04	0.11	1.19	46.5	0.05	546	4.09	0.00	0.02	4888	4.11	0.00	1671
Normes CUG	600	2.00	2.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	46.5	5.00	5.00	10.0	0.05	1.00	5.00	5.00	5.00	5.00

En effet, on peut remarquer des dépassements réguliers et élevés pour les échantillons 1 à 16 (avec une moyenne de 0.99 mg/L en Cd), diminuant en fréquence et en valeur par la suite (moyenne de 0.32 mg/L en Cd à pH 9.00). Il est important de garder à l'esprit que la valeur de 0.5 mg/L de Cd à l'effluent est assez sévère puisque nos rejets étaient dirigés vers une fosse septique et non vers une usine d'épuration. L'objectif était d'éviter la contamination du champs d'épuration avec les rejets provoqués par l'opération de l'usine pilote. Dans le cas d'un rejet à l'égout traité par l'usine d'épuration de la CUQ, une teneur en Cd soluble de 2.0 mg/L est acceptée lors des rejets. Autre point à soulever, l'ensemble des charges solubles métalliques et des charges en matières en suspension (MES) sont relativement faibles (voir moyennes au tableau 3.11) et respecteraient les normes de rejet à l'égout (pour la CUQ). Bien que le Zn respecte la norme de la CUQ, cette norme est cependant questionnable puisque la norme pour l'eau potable est de 5 mg/L. Les valeurs de Hg et As dans l'effluent sont aussi très basses (tableau 3.11). D'autres composés tels les nitrates, les phosphates, les sulfates et les sulfures ont aussi fait l'objet, de façon moins étroite, d'un suivi au cours du projet. Les moyennes pour ces éléments sont également présentées au tableau 3.11. Aucun dépassement de norme n'est constatée pour ces anions. Il est à remarquer qu'il n'y a pas de norme (à la CUQ) de rejet à l'égout pour Cl^- , NO_3^- , PO_4^{3-} et SO_4^{2-} .

3.4.6 Bilan de masse sur les principaux métaux pour l'ensemble des essais effectués au pilote

La figure 3.3 présente un bilan de masse pour les principaux métaux pour l'ensembles des essais effectués. Le bilan montre beaucoup d'informations forts intéressantes. Dans un premier lieu, un total de 12289 Kg (12.3 tonnes) de RCPA ont été traités au pilote. Les RCPA traités représentent 8347 Kg secs soit 68% de la masse sèche initiale. De cela, 1377 Kg secs de résidus métalliques ont été produits ainsi que 465 250 litres, ou 465.3 m³ d'effluent. Afin de vérifier l'adéquation du bilan, la somme des métaux retrouvés dans les RCPA traités, du résidu métallique et de l'effluent doit égaler la quantité de métaux dans les RCPA avant traitement. Le tableau permet de constater que le bilan boucle très bien pour le Pb (1.08), Cd (0.93), Zn (1.02), Cu (1.07) et le Ni (1.02). Une telle précision est surprenante pour ce type de bilan de masse étant donné la quantité d'opérations. Pour les autres éléments, les bilans oscillent entre 1.27 (Ca) et 1.18 (Cr) à 0.84 (Al), ces résultats sont tout de même acceptables pour ce type de calcul de bilan massique.

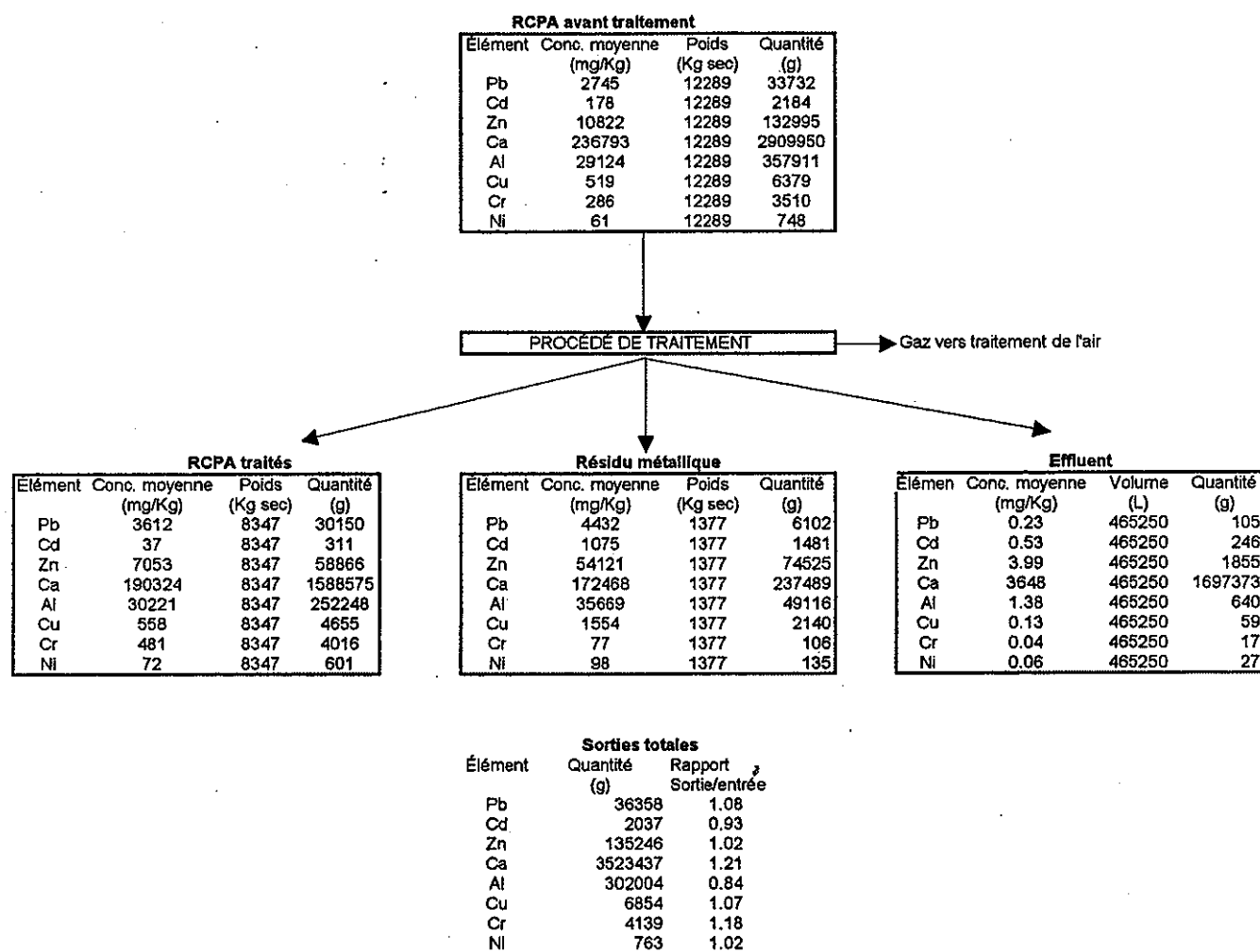


Figure 3.3: Bilan de masse sur les métaux principaux pour l'ensemble des essais effectués au pilote.

3.4.7 Évaluation de la présence des dioxines et furanes

Le projet prévoyait l'évaluation de la présence des dioxines et furanes en teneur totale ainsi qu'en équivalents toxiques. Ces analyses ont été faites par le MEF sous la supervision de M. Serge Moore. Le tableau 3.12 présente les résultats globaux et l'annexe 6 l'analyse détaillée. La norme actuellement en vigueur au Québec est aussi inscrite sur ce tableau. Il faut d'abord expliquer que sur ce tableau il s'agit de teneurs en équivalent toxique internationaux. En fait, les dioxines et furanes représentent 2 familles de composés organiques comprenant de nombreux isomères qui ont 4, 5, 6, 7 ou 8 atomes de chlore par molécule. Or la molécule la plus toxique est le 2,3,7,8-tétrachlorodibenzo-p-dioxin dont l'abréviation est 2,3,7,8-TCDD, son facteur de toxicité est 1 et elle sert de référence. La seconde dioxine en terme de toxicité est la 1,2,3,7,8-pentachlorodibenzo-p-dioxin (1,2,3,7,8-P₅CDD) et a un facteur de 0.5 comme le plus toxique des furanes qui est le 2,3,4,7,8-pentachlorodibenzofurane (2,3,4,7,8-P₅CDFF). Trois dioxines à 6 chlores ont un facteur de 0.1 alors que la dioxine à sept chlores a un facteur de 0.01 et celle à 8 chlores a un facteur de 0.001. Il y a 7 dioxines et 10 furanes qui ont un facteur d'équivalence toxique. Il y a d'autres molécules de dioxines et furanes qui n'ont pas de facteur d'équivalence et elles ne comptent pas. Le facteur est multiplié par la concentration et les dix-sept valeurs sont additionnées pour donner une concentration en équivalent toxique à la 2,3,7,8-TCDD, c'est cette valeur qui est présentée sur le tableau 4.64 pour plus de simplicité.

À la lecture de ce tableau, on note qu'il n'y a aucun dépassement de la norme québécoise. De plus, une autre étude (Couillard *et al.*, 1995) avait fait faire 5 analyses de dioxines et furanes et un seul dépassement avait été observé. Ceci indique donc que pour 8 analyses réalisées jusqu'à présent, seulement une sur 8 est supérieure à la norme du Québec. Malgré les résultats du tableau 3.12 qui indiquent des concentrations très élevées en dioxines et furanes autant pour les échantillons avant ou après traitement, ces résidus ne seraient pas des matières dangereuses en vertu du futur Règlement sur les matières dangereuses. Toutefois, un suivi régulier de ce paramètre devrait être fait sur les cendres traitées dans le cadre d'un traitement à des fins commerciales.

Tableau 3.12: Teneur en dioxines et furanes dans les RCPA traitées et non traitées.

Echantillons	Furanes totaux (pg/g)	Dioxines totales (pg/g)	Equivalents toxiques en furanes (pg/g)	Equivalents toxique en dioxines (pg/g)	Equivalents toxiques totaux (pg/g)
Avant traitement	95400	113900	3250	1155	4405
Avant traitement	195100	143000	6655	2256	8911
Traité	146100	153000	4595	1621	6216

*Norme proposée**10 000*

3.4.8 Bilan environnemental

Tel que prévu et démontré par le bilan de masse, l'ensemble des intrants et des extrants semble être bien déterminé. La seule composante du bilan qui n'a pas fait objet de quantification est l'air. Durant l'opération à grande échelle, les gaz produits par le procédé seront retournés au système d'épuration des gaz déjà en fonction à l'incinérateur. Aussi, toutes les manipulations seront confinées à l'intérieur de la bâtisse, limitant toute émanation vers l'atmosphère. Ainsi, avec un traitement des solides, un rejet d'effluent respectant les normes et un traitement de l'air conforme, la technologie développée s'avère comme étant un atout environnemental important en diminuant grandement le potentiel toxique des RCPA.

3.5 Relation entre le pH et les métaux lixiviés lors du TCLP

La figure 3.4 illustre la relation qui a pu être établie entre le Pb lixivié lors des TCLP et le pH. Il s'agit d'une relation du 3^e ordre avec un R^2 de 0.25. Cette courbe illustre bien le caractère amphotère du Pb, avec des pics de solubilité à $\text{pH} < 5$ et $\text{pH} > 11$. Entre $\text{pH} 5.20$ et 10.80 , la solubilité du Pb est quasiment nulle. Le plus grand nombre de points est regroupés principalement entre $\text{pH} 4.8$ et 5.10 , ce qui empêche de discerner un effet du pH, étant donné que la zone est trop étroite. Un agrandissement de cette partie de la figure 3.4 (entre $4 < \text{pH} < 6$) a permis de vérifier qu'à des pH supérieurs à 5.20 , la solubilité du Pb ne dépassait pas 10 mg/L ce qui indiquerait le début de la zone d'insolubilité pour le Pb.

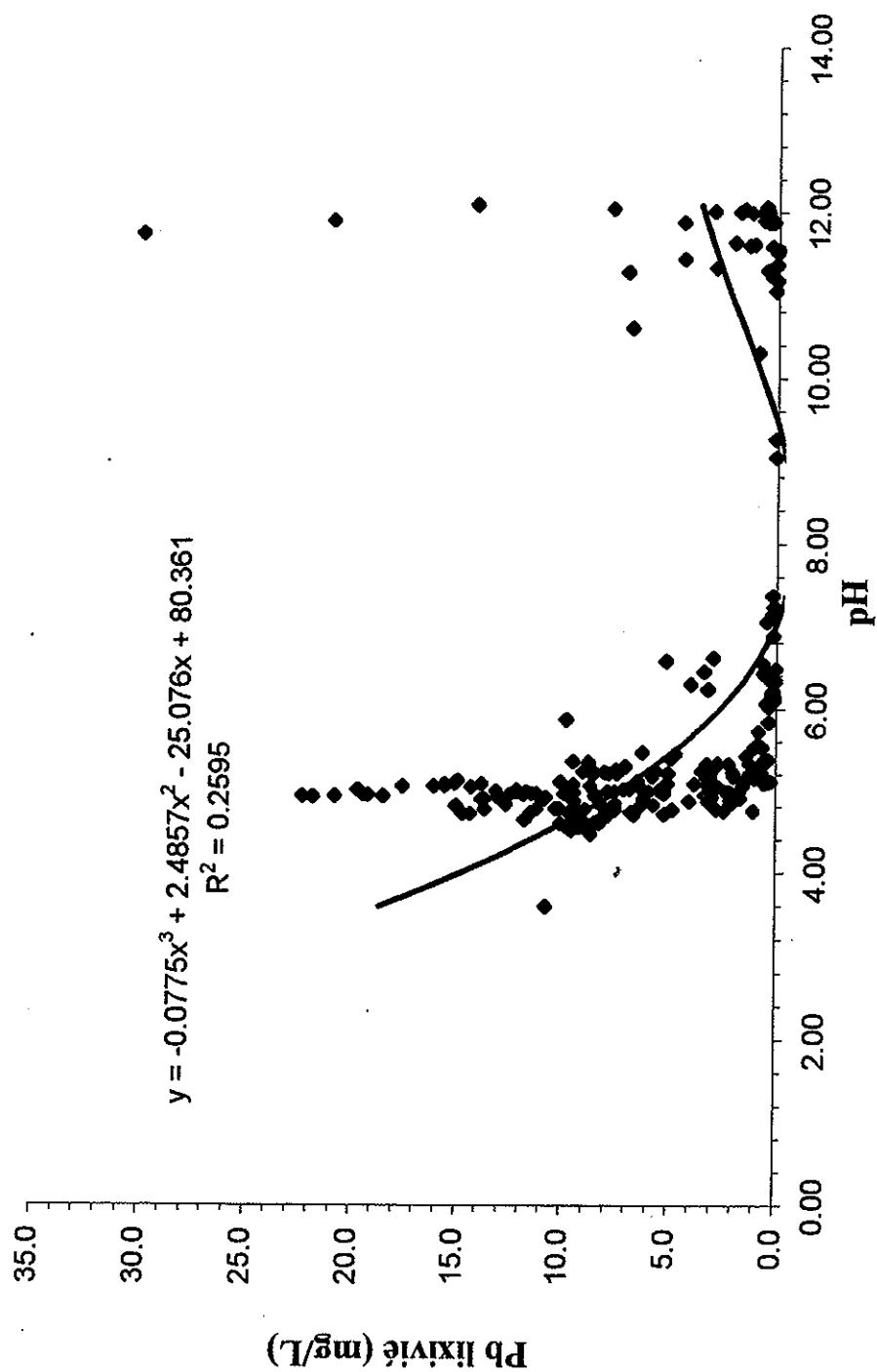


Figure 3.4: Régression illustrant la relation entre le Pb lixivié suite au TCLP ou lavage à l'eau en fonction du pH du lixiviat.

4 CONTRÔLE À L'INTERNE; DIGESTION DES ÉCHANTILLONS CERTIFIÉS

À chaque fois qu'une série de digestion est effectuée, des échantillons certifiés sont digérés en parallèle. Le tableau 4.1 présente les résultats obtenus pour la digestion de tous les échantillons certifiés de PACS-1 et de ASH#3 analysés depuis le début du projet sur les cendres. Dans le cas de la digestion des échantillons certifiés, du 1^{er} avril au 5 juin 1996, la méthode de digestion utilisée est celle prévue pour la détermination des métaux dans les sols par le MEF. Par la suite des digestions totales ont été faites. La raison pour le changement de méthode de digestion est la suivante: il était prévu au début du projet cendre, que la méthode de digestion partielle serait utilisée pour la digestion des cendres. Cette méthode, utilisée pour la digestion des sols contaminés, présente l'avantage d'être beaucoup plus rapide et simple. Toutefois la comparaison des deux méthodes de digestion a permis de constater que la méthode de digestion partielle ne permettait pas toujours de récupérer la même quantité de métaux que la digestion totale.

Des échantillons de cendres ont été digérés par la méthode du MEF et le résidu laissé par cette digestion a subi une digestion totale. Le tableau 4.2 présente la proportion de métaux laissée dans le résidu des échantillons ayant subi une digestion du MEF. Il est possible de constater que la digestion du MEF donne des résultats variables quant à la récupération des métaux. Le cas du Cr est frappant et il semble que la digestion du MEF ne permette de récupérer que près de 30% du métal. Pour le Ni et le Zn, les pourcentages de métaux non récupérés par la méthode du MEF varient de 2 à 29% (Ni) et de 2 à 26% (Zn). Alors que dans le cas du Cd, Cu et Pb les pourcentages de métaux non-récupérés sont en général inférieurs à 10% (voir tableau 4.2). Suite à ces résultats, il a donc été décidé, avec l'accord de M. Jean Lapointe, que la méthode de digestion totale serait utilisée pour le suivi de tous les échantillons de cendre (avant traitement, lavées et traitées). Tous les résultats de digestion des échantillons de cendre présentés dans ce rapport ont donc subi une digestion totale.

Dans le cas de la digestion des échantillons certifiés de PACS-1 (voir tableau 4.1), il est possible de constater que pour la plupart des métaux, les résultats de digestion obtenus sont inférieurs aux valeurs théoriques. En fait, si l'on fait la moyenne des échantillons ayant subi une digestion partielle et celle ayant subi une digestion totale, l'on obtient respectivement pour, Cd: 2.29 vs 2.34 (la valeur

Tableau 4.1 : Résultats d'analyse pour les échantillons certifiés digérés en parallèle avec les cendres.

Echantillons certifiés	Essai	Métaux (mg/kg)									
		Cd	Cr	Cu	Mg	Ni	Pb	Zn	Hg	As	Se
PACS-1	1996/04/01*	2.47	56.5	356	-	35.9	324	802	-	-	-
	1996/04/09*	1.88	57.4	378	-	34.3	343	818	-	-	-
	1996/04/16*	1.57	60.0	401	-	37.9	338	864	-	-	-
	1996/04/22*	2.22	54.8	368	-	33.6	346	771	-	-	-
	1996/05/06*	0.91	59.7	400	-	35.1	322	878	-	-	-
	1996/05/20*	2.04	54.5	343	-	32.1	453	793	-	-	-
	1996/05/27*	2.04	53.7	343	-	29.0	353	743	-	-	-
	1996/06/03*	2.29	55.4	369	-	33.7	322	773	-	163	-
	1996/06/05*	1.96	58.1	398	-	21.9	347	814	-	175	-
	1996/06/10	2.63	99.7	424	-	36.5	361	934	-	148	-
	1996/06/17	1.99	113	452	-	44.0	375	824	3.61	73.3	1.86
	1996/07/02	8.12	104	334	-	46.8	356	930	-	-	-
	1996/07/02*	5.27	57.2	389	-	38.0	337	786	-	162	-
	1996/07/15	1.93	105	392	-	52.4	327	921	-	166	-
	1996/07/15*	2.53	65.3	423	-	40.1	371	831	4.75	104	-
	1996/07/29	3.09	71.5	486	-	37.6	375	814	4.41	82.0	-
	1996/08/05	2.05	84.7	454	-	50.4	358	890	-	81.7	2.66
ASH#3	Moyenne	2.65	71.2	395	-	37.6	353	834	4.26	128	2.26
	écart-type	1.67	21.1	42.7	-	7.58	31.1	58.6	0.59	42.2	0.57
	C.V. (%)	63.1	29.7	10.8	-	20.2	8.81	7.02	13.7	32.9	25.0
	médiane	2.05	59.7	392*	-	36.5	347	818	4.41	148	2.26
	Valeur théorique	2.38±0.2	113±8	452±16	-	44.1±2.0	404±20	824±22	4.57±0.16	211±11	1.09±0.11
	1996/08/19	516	139	476	12060	60.9	5445	41310	-	-	-
	1996/08/26	494	122	323	11690	60.1	5505	35470	-	-	-
	1996/09/10	459	127	436	13850	68.8	4707	40810	3.89	77.2	2.35
	1996/09/16	429	215	402	11770	74.5	5488	30628	0.00	91.9	-
	1996/09/25	440	154	472	11710	107	4192	28152	-	101	-
	1996/10/02	493	165	482	11385	46.8	5478	35600	-	94.6	-
	1996/10/18	501	266	503	13320	69.1	5400	37400	-	-	-
	1996/10/31	476	197	416	10960	77.7	4980	37824	-	-	-
	1996/11/04	490	189	452	12790	102	4782	40255	-	-	-
	Moyenne	478	175	440	12171	74.1	5109	36383	1.95	91.2	2.35
	écart-type	29.2	46.9	54.7	950	19.5	469	4532	2.75	10.1	-
	C.V. (%)	6.11	26.8	12.4	7.81	26.3	9.18	12.5	141.4	11.0	-
	médiane	490	165	452	11770	69.1	5400	37400	1.95	93.3	-
	Valeur théorique	432±37.1	55±9.8	279±25.4	6307±801	22.4±4.2	4414±413	22217±2198	2.0**	78.2±11.7	2.3±1.2

*digestion partielle (méthode de digestion des sols); **non-certifié

Tableau 4.2: Proportion de métaux non-digérés par la méthode du Menviq lors de la digestion en parallèle d'échantillon de cendres.

Essai	Ca (%)	Cd (%)	Cr (%)	Cu (%)	Fe (%)	Ni (%)	Pb (%)	S (%)	Zn (%)
1	5.17	7.82	72.8	8.24	19.0	17.8	2.32	1.42	23.6
2	22.4	13.7	70.2	10.1	34.1	26.1	5.28	19.14	26.2
3	3.83	2.75	65.5	7.69	12.6	13.3	2.15	1.60	15.8
4	30.8	4.09	69.9	3.93	12.2	29.5	3.28	29.9	12.9
5	1.46	1.02	68.6	2.79	12.4	12.5	1.01	0.22	11.1
6	2.02	0.18	68.1	1.62	9.18	5.87	0.84	0.47	2.66
7	13.7	1.23	26.4	3.91	6.49	2.18	1.85	51.4	3.92

erronée de 8.12, probablement causée par une contamination, a été éliminée), Cr: 57.5 vs 96.4, Cu: 379 vs 424, Ni: 33.8 vs 44.6, Pb: 350 vs 359 et Zn: 807 vs 886 mg/kg. Il est possible de constater que dans le cas des digestions partielles, tout comme il avait été mentionné dans le paragraphe précédent avec la digestion des cendres, les valeurs obtenues pour les métaux, ne sont pas aussi élevées. Ces faits sont particulièrement évidents dans le cas du Cr et du Cu. En fait, les valeurs moyennes des digestions totales se rapprochent plus des valeurs théoriques.

Les coefficients de variation pour les digestions totales varient entre 6 et 21% avec une moyenne de 12%. Le Cd varie un peu plus (21%), mais sa faible teneur peut probablement expliquer cette variation au niveau de l'analyse. En effet, mis à part l'échantillon du 2-07-96, on ne peut parler de contamination puisque les résultats sont en général en bas de la valeur théorique. Il semble donc que ce soit aussi dû à l'analyse, il s'agit alors d'un biais systématique plutôt qu'une erreur analytique. Il ne faut pas oublier qu'en raison des facteurs de dilution de la digestion, une variation de 0.1 mg/kg se traduit par une différence de lecture sur l'absorption atomique de 0.002.

En ce qui concerne les valeurs de ASH, les résultats de digestion tendent à être nettement plus élevés que les valeurs théoriques. Ce fait est particulièrement évident dans le cas du Cr, Cu, Mg, Ni et Zn, où les valeurs moyennes de digestion, sont plus élevées que les valeurs théoriques (Cd:478, Cr:175, Cu:440, Mg:12171, Ni:74.1, Pb:5109 et Zn:36383 mg/kg pour les digestions comparativement à Cd:432, Cr:55, Cu:279, Mg:6307, Ni:22, Pb:4414 et Zn:22217 mg/kg pour les valeurs théoriques). Ce fait avait été également constaté lors des travaux faits sur les cendres d'incinérateurs en 1994 (voir chapitre 5, Couillard *et al.*, 1995). La méthode de digestion moins agressive employée par R.T. Corporation (la compagnie s'occupant de fournir les données de valeur théorique pour le ASH #3) avait alors été évoquée. Nous utilisons en effet à l'INRS-Eau pour le projet sur les cendres, une digestion totale avec HF, ce qui théoriquement permet d'obtenir plus de métaux puisque la silice est attaquée. Lors du projet sol (Couillard *et al.*, 1996), la méthode de digestion employée était partielle, i.e. sans attaque à l'acide perchlorique et HF, et les résultats obtenus pour le ASH étaient beaucoup plus près des valeurs théoriques et donc inférieures aux résultats obtenus avec la digestion totale (Cd:433, Cr:80, Cu:300, Ni:24, Pb:4399, Zn:20947 mg/kg, voir Couillard *et al.*, 1996b).

Ceci reconferme donc une fois de plus l'hypothèse qu'une digestion totale et donc plus agressive tend à donner des valeurs plus élevées pour les métaux. Les moyennes obtenues pour chaque métal

sont assez représentatives avec des coefficients de variation autour de 10%, si l'on exclut le cas du Cr et du Ni. Dans le cas du Cr, le coefficient de variation diminue de 27 à 18%, si l'on ne tient pas compte des valeurs de Cr de 215 et 266 mg/kg. En fait pour cet élément, il semble que ce soit plus la digestion comme telle qui déterminerait les variations obtenues. La grande différence obtenue entre les deux modes de digestion (voir le PACS et le ASH dans le rapport sol) tendent à confirmer ce fait. Dans le cas du Ni, la variation est plus difficile à expliquer.

Les valeurs obtenues lors des digestions au Hg pour le PACS sont dans les limites de variations acceptables. Dans le cas du ASH, il n'a pas été possible d'obtenir de valeur reproductible. Mais il faut mentionner que le nombre d'essai n'était pas élevé(2) et de plus la valeur théorique n'est pas certifiée. La détermination de l'As pour le PACS donne des résultats inférieurs à la valeur théorique (128 de moyenne avec 148 pour médiane, voir tableau 4.1). Cette différence est difficile à justifier. La digestion totale d'un standard de As a permis d'établir que ce n'était pas la méthode de digestion qui en était en cause (valeur obtenue pour le standard digéré de 5.18 mg/L au lieu de 5.00 mg/L). Il est possible que la matrice du PACS pose des problèmes pour l'analyse de l'As. Il semblerait que de façon systématique, la valeur d'As soit sous-évaluée et ce toute méthode de digestion confondue (du MEF versus totale). Toutefois, mentionnons qu'à de faibles concentrations, l'ICP n'est pas très stable pour la détermination de l'As. Afin de certifier les résultats obtenus pour l'As, il serait important de valider à l'avenir, les résultats par des ajouts dosés.

Dans le cas du ASH, les résultats sont plus près de la valeur théorique de 91 mg/kg et le coefficient de variation de 11% est très acceptable. En ce qui concerne la concentration de Se dans le PACS, il a été constaté que celle-ci est surévaluée de façon systématique sur le four au graphite Simaa 6000. La concentration élevée en Fe du PACS pourrait en être la cause. Toutefois des ajouts dosés faits lors des analyses du Se ont donné des pourcentages de récupération de 75 à 80%. Ce qui est satisfaisant et l'échantillon de ASH dosé donne la valeur attendue.

4.1 RÉSULTATS OBTENUS POUR LA DIGESTION D'ÉCHANTILLON DANS DES LABORATOIRES EXTÉRIEURS

Le contrôle de la qualité est assuré par la CUQ. Les tableaux 4.3 et 4.4 permettent de comparer les résultats obtenus pour les digestions et les analyses entre les échantillons de l'INRS-Eau et celles des laboratoires de la CUQ. Avant tout, il est important de se rappeler que dans le cas des échantillons solides (mg/kg), la digestion effectuée par la CUQ ne comporte pas d'étape au HF et au HClO_4 mis à part les deux reprises (voir #2 et #4 série 1 au tab. 4.3). En effet, afin de pouvoir comparer les échantillons de l'INRS-Eau qui subissent une digestion totale (attaque à l'acide perchlorique avec HF) avec ceux de la CUQ, il a été entendu que la CUQ effectuerait la digestion de deux échantillons en parallèle avec une étape supplémentaire au HF (ajoutée à la méthode de digestion partielle du MEF). Pour les échantillons 1, 2, 3, 4, 5, 8, C, D, des digestions suivies d'analyses ont été faites par chaque laboratoire. Alors que pour les échantillons 6, 7, A, B (TCLP), les échantillons sont solubles et c'est donc seulement les résultats d'analyse des métaux sur les appareils qui sont comparés. Les méthodes d'analyse et de digestion de l'INRS-Eau sont décrites au chapitre 3. Pour sa part, la CUQ digère les métaux selon la méthode de digestion partielle du MEF.

À la CUQ, le Hg est digéré selon la même méthode qu'à l'INRS-Eau tandis que l'As et le Se subissent une digestion oxydante avec ajout de borohydrure de sodium pour réduire ces métaux sous forme gazeuse (voir méthode du MENVIQ.90.05# 213 - Se 1.3). Le Hg, l'As et le Se sont analysés par générateur d'hydruure sur l'absorption atomique (vapeur froide dans le cas du Hg). Les autres métaux sont analysés à la flamme sur l'absorption atomique. À l'INRS-Eau, le Se et l'As étant dosé au four au graphite (Se) et à l'ICP (As), les échantillons subissent une digestion totale standard.

Dans le cas de l'échantillon #2, il y a certain problème de représentativité avec le Cd et le Cr. Les valeurs moyennes obtenues pour les autres cendres de même type, analysées à l'INRS-Eau dans le cadre de ce projet, sont pour $n=15$, de 107 mg Cd/kg et 352 mg Cr/kg. Mais la variation est très élevée pour ces métaux et les médianes se situent à 61 mg Cd/kg et 333 mg Cr/kg. Donc la valeur de 473 mg Cd/kg de l'INRS-Eau est fort probablement surévaluée, alors que celle de 151 mg Cr/kg de la CUQ est sous-évaluée. En fait dans le cas du Cr, cela n'est pas étonnant,

Tableau 4.3: Résultats d'analyse pour les échantillons analysés en parallèle par la CUQ et l'INRS-eau pour le contrôle de la qualité.

Numéro d'échantillon		Al	Cd	Cr	Cu	Fe	Ni	Pb	Zn
Série #1									
1* (mg/kg)	INRS-Eau	60890	531	644	1331	24800	112	7279	35350
	CUQ	37500	464	221	1170	17900	86.0	6350	26200
2* (mg/kg)	INRS-Eau	608680	473	331	477	28710	75.7	780	4851
	CUQ	37000	41.5	128	384	18150	82.0	825	4245
	CUQ reprise***	9500	64.0	151	574	21300	117	1320	5310
3* (mg/kg)	INRS-Eau	11740	138	178	373	6627	27.7	1857	9401
	CUQ	8700	166	84.0	433	6250	60.0	2370	8750
4* (mg/kg)	INRS-Eau	47693	524	584	1583	19964	85.0	5807	35071
	CUQ	30500	525	171	1430	15500	126	6620	29300
	CUQ reprise***	69600	492	172	1450	15700	109	6350	34830
5* (mg/kg)	INRS-Eau	30078	305	378	526	14432	52.0	3179	13038
	CUQ	23700	214	123	618	14000	57.0	2790	11800
6* (mg/L)	INRS-Eau	0.60	0.19	0.00	2.22	0.00	0.00	8.77	1.82
	CUQ	2.90	0.22	0.43	2.15	0.08	0.10	3.90	1.68
7* (mg/L)	INRS-Eau	2.94	1.72	0.02	6.58	0.00	0.00	9.60	7.15
	CUQ	0.80	2.00	0.04	4.79	0.00	0.11	3.90	5.71
8* (mg/kg)	INRS-Eau	61680	1.99	113	452	53860	44.0	375	824
	CUQ	22800	3.80	233	440	46800	135	395	926
Série #2									
1* (mg/L)	INRS-Eau	0.62	0.68	0.00	0.17	0.33	0.00	0.15	18.1
	CUQ	0.60	0.81	0.20	0.34	0.50	0.57	0.70	15.1
2* (mg/L)	INRS-Eau	1.62	0.23	0.00	0.03	1.56	0.07	0.02	21.1
	CUQ	1.30	0.27	0.02	0.04	1.10	0.24	0.20	15.6
3* (mg/L)	INRS-Eau	14.6	0.36	0.02	0.32	5.26	0.03	0.21	28.6
	CUQ	11.0	0.41	0.04	0.21	4.20	0.25	0.50	19.2
4* (mg/L)	INRS-Eau	1.76	0.20	0.00	0.51	0.01	0.01	10.8	3.83
	CUQ	1.60	0.23	0.02	0.46	<0.05	0.16	11.3	3.21
5* (mg/kg)	INRS-Eau	53100	490	129	412	24890	63.0	5219	39197
	CUQ	32945	492	90.0	383	15948	52.0	5142	25960
6* (mg/kg)	INRS-Eau	40260	417	330	1054	17790	84.7	6123	20430
	CUQ	41450	392	189	1200	19426	98.0	6132	22030
7* (mg/kg)	INRS-Eau	1896	44.3	9.66	149	2212	6.42	577	1654
	CUQ	1480	57.0	18.0	113	2130	35.0	690	1915
8* (mg/kg)	INRS-Eau	26860	957	73.1	1056	111100	122	5257	62272
	CUQ	26100	974	36.0	1260	78054	102	5326	46140
9* (mg/kg)	INRS-Eau	50510	843	100	1783	15490	105	5055	52740
	CUQ	41650	869	61.0	1720	11452	96.0	5878	41000
28738** (mg/L)	INRS-Eau	3.90	0.66	0.02	1.48	11.19	1.44	5.78	1.21
	CUQ	8.00	0.69	0.00	1.40	11.9	1.31	6.00	1.50
28744** (mg/kg)	INRS-Eau	54820	3.43	194	79.4	60100	62.2	225	1295
	CUQ	58000	3.85	65.0****	83.4	60000	52.0	243	1396
28745** (mg/kg)	INRS-Eau	2573	384	3500	3522	33160	20420	143	882
	CUQ	2520	359	161800	2948	26500	13088	145	665

*les échantillons ont été envoyés par l'INRS-Eau à la CUQ; **les échantillons ont été envoyés par la CUQ à l'INRS-Eau.

les échantillons ont subi une digestion partielle plus ajout d'HF, *non-certifié

Tableau 4.4: Résultats d'analyse pour les échantillons analysés en parallèle par la CUQ et l'INRS-Eau pour le contrôle de la qualité (Hg, As, Se et sulfures).

Numéro d'échantillon		Hg	As	Se	Sulfures
Série #1					
A* (mg/L)	INRS-Eau	-	0.03	0.01	-
	CUQ	<ld	0.01	0.00	-
B* (mg/L)	INRS-Eau	<ld	0.09	-	-
	CUQ	<ld	0.01	0.00	-
C* (mg/kg)	INRS-Eau	13.9	-	6.30	-
	CUQ	16.5	209	5.05	-
D* (mg/kg)	INRS-Eau	3.61	73.3	1.86	-
	CUQ	5.20	199	1.00	-
Série #2					
A* (mg/L)	INRS-Eau	0.03	0.00	11.7	-
	CUQ	0.03	0.01	0.04	-
B* (mg/L)	INRS-Eau	<ld	0.03	<ld	-
	CUQ	<0.0005	0.00	0.00	-
C* (mg/kg)	INRS-Eau	4.41	89.2	2.66	-
	CUQ	4.90	192	0.66	-
D* (mg/kg)	INRS-Eau	13.6	208	11.7	-
	CUQ	28.6	179	6.30	-
28741** (mg/L)	INRS-Eau	0.03	0.02	0.00	-
	CUQ	0.03	0.03	0.03	-
28846** (mg/L)	INRS-Eau	<ld	0.01	0.00	-
	CUQ	0.00	0.00	0.00	-
28744** (mg/kg)	INRS-Eau	3.27	5.22	41.3***	-
	CUQ	2.75	18.8	1.15	-
28847 (mg/L)	INRS-Eau	-	-	-	1.42
	CUQ	-	-	-	1.30
28848 (mg/L)	INRS-Eau	-	-	-	0.14
	CUQ	-	-	-	0.17

*les échantillons ont été envoyés par l'INRS-Eau à la CUQ; **les échantillons ont été envoyés par la CUQ à l'INRS-Eau, ***la valeur obtenue par Envirolab est de 0.70 mg/kg, <ld=plus petit que la limite de détection.

car c'est un métal récalcitrant à la digestion. Il est probable que l'agressivité de la méthode de digestion influence la récupération du Cr. De façon générale, pour tous les échantillons devant subir une digestion préalablement à l'analyse (soit les échantillons 1,2,3,4,5,8 pour la série #1 et pour la série #2 les échantillons 5,6,7,8,9, 28744 et 28745, les valeurs de la CUQ pour le Cr, sont inférieures à celles obtenues par l'INRS-Eau (voir tableau 4.4). Ce qui indiquerait que la digestion est un facteur déterminant pour cet élément. Dans le cas de l'échantillon 28745 (voir tableau 6.3), il n'a pas été possible d'obtenir la même valeur de 161800 mg/kg de la CUQ. En fait, de nombreuses dilutions ont dû être faites lors de l'analyse (un facteur de dilution d'environ 3000 a été requis), ce qui rend la réponse trop hasardeuse. Toutefois, il faut indiquer que cette valeur est vraiment hors gamme et non-pertinente dans le cadre du projet actuel. En effet, le Cr est analysé sur l'ICP et les valeurs recherchées se situent dans la gamme de 0 à 5 mg/L. À des concentrations aussi élevées que celles de l'échantillon 28745, une autre approche d'analyse aurait été requise.

Pour l'échantillon #2 (série 1) analysé par la CUQ, en ce qui concerne les autres métaux, il semble que la digestion effectuée en présence de HF(voir reprise de la CUQ) donne des valeurs plus élevées pour tous les métaux à l'exception du Fe. Toutefois pour l'échantillon #4 (série 1), les deux types de digestion de la CUQ (partielle seulement et partielle avec HF), donnent des résultats semblables. Comme il a été mentionné dans la section précédente, l'INRS-Eau avait obtenu des résultats d'analyse variables lorsque les échantillons étaient digérés avec la méthode de digestion partielle. Il est possible que la méthode de digestion différente (totale versus partielle), explique que les résultats de métaux sont plus élevés dans le cas des échantillons #1 et 5 (série 1), lorsque ces derniers sont digérés par l'INRS-Eau comparativement à la CUQ.

Dans le cas de l'échantillon #8 (PACS, série 1), il semble y avoir un problème avec l'analyse du Cr et du Ni dans le cas des analyses de la CUQ. Ces dernières valeurs sont trop élevées comparativement aux valeurs moyennes et théoriques du PACS (pour le Cr et le Ni, 233 mg Cr/kg et 135 mg Ni/kg comparativement à 113 et 44 mg/kg pour les valeurs théoriques du PACS).

Dans le cas des échantillons solubles, de façon générale, les valeurs obtenues par la CUQ et l'INRS-Eau se tiennent. Mentionnons toutefois le cas des échantillons 6 et 7 (série 1), où les valeurs de Pb posent un problème. Ces échantillons proviennent d'échantillons de lixiviat soluble obtenus lors du TCLP. Or, il a été constaté dans le cas des lixiviats de TCLP, que si ce dernier suite au brassage de

24 heures, n'était pas acidifié à $\text{pH} < 1$, mais seulement à $1 < \text{pH} < 2$, des problèmes de précipitation de Pb pouvait survenir avec le temps. Il est fort probable que la non reproductibilité des valeurs dans le cas des échantillons 6 et 7 soit causée par un lixiviat pas assez acidifié.

Le tableau 4.4 donne les résultats pour le Hg, As, Se et les sulfures. Dans le cas des échantillons solubles, les résultats obtenus sont semblables (voir tableau 4.4). Il en va de même pour les sulfures. En ce qui concerne les digestions, certains problèmes ont été rencontrés. Dans le cas de D (série 1) et C (série 2) qui sont des échantillons certifiés de PACS, le problème de récupération de l'As et la surestimation du Se ont déjà été discuté dans la section précédente (voir section 1.1). La valeur de 5.22 de l'échantillon 28744 est un peu basse, mais une variation de la lecture multipliée par le facteur de digestion (0.06×85.7), peut justifier la différence entre les deux valeurs.

En ce qui concerne le Se, pour ce même échantillon, la différence entre les deux valeurs est plus difficile à justifier (41.3 mg/kg pour l'INRS-Eau vs 1.15 mg/kg pour la CUQ). L'échantillon a été digéré et analysé dans un laboratoire indépendant (Envirolab), qui ont trouvé 0.7 mg Se/kg. Les laboratoires de la CUQ et ceux d'Envirolab analysent tous deux le Se par génération d'hydruure, alors qu'à l'INRS-Eau, ce dernier est analysé au four au graphite. Il est peu probable qu'il s'agisse de contamination dans le cas de l'INRS-Eau, étant donné qu'il y a peu de Se dans les échantillons analysés. Par contre, il se peut que les méthodes différentes utilisées pour doser le Se justifie les différences trouvées: la génération d'hydruure ayant tendance à sous-estimer le Se et le four au graphite, à la surestimer. Idéalement, si cela avait été possible, il aurait été intéressant de pousser l'analyse avec une autre type de détermination du Se (sur certains ICP par exemple) afin d'évaluer si les méthodes d'analyse sont en cause. Mais peu de laboratoire privé font l'analyse du Se, en raison de sa complexité, et le nombre de méthode utilisé, est restreint. En ce qui nous concerne, déjà beaucoup d'heures ont été prises pour doser le Se dans ces échantillons et économiquement, il n'est malheureusement pas possible d'y passer plus de temps. Donc de façon générale, le contrôle de la qualité ont donné des résultats satisfaisants. Seul l'As et le Se dans certains cas précis ont posé quelques problèmes.

4.2 LE CAS DU TCLP

La méthodologie du TCLP requiert que les lixiviats soient digérés suite au test (i.e. après 18-24 heures de brassage). Le tableau 4.5 permet de comparer les lixiviats des tests de TCLP digérés avec les mêmes lixiviats, mais non-digérés. La lecture du tableau 4.5 permet de se rendre compte que les résultats se tiennent de façon très acceptable, et ce pour tous les métaux. Seules quelques différences peuvent être observées au niveau du Pb. Pour quelques échantillons, les valeurs de Pb diffèrent. En fait, la reprise des lectures à l'absorption atomique des échantillons non-digérés, a permis de se rendre compte que vraisemblablement le Pb avait précipité entre le temps de sa première lecture (suite au brassage, immédiatement après la fin du TCLP) et dans les semaines qui ont suivi la fin du test. Et une fois le Pb précipité, à moins de digérer l'échantillon de lixiviat en totalité (500 mL), il est très difficile de récupérer le Pb perdu. Toutefois dans ces cas, la lecture de Pb sur les échantillons non-digérés, fait dans les semaines suivant le TCLP, correspond à la valeur obtenue lors de la digestion de ce même échantillon.

Afin de s'assurer que le Pb ne précipite pas dans le lixiviat des TCLP, en cours de route il a été décidé, que le pH d'acidification des lixiviats, serait descendu en bas de 1 (HNO_3), au lieu d'être entre $1 < \text{pH} < 2$. Le tableau 4.6 permet de comparer la reprise de la lecture de certains échantillons de lixiviat de TCLP, fait au hasard. Mentionnons toutefois que de toute façon, le Pb et le Cd, dans le cadre de ce projet, étaient toujours dosés dans les heures suivant la fin du TCLP. Il est possible de constater au tableau 4.6, qu'une fois le pH du lixiviat abaissé, soit après l'échantillon #3, les lectures de Pb suite au TCLP et dans les semaines suivant le TCLP, se tiennent. Donc en conclusion, si le pH des échantillons de lixiviat est maintenu à $\text{pH} < 1$, la digestion de ces lixiviats donnent les mêmes valeurs que les échantillons non-digérés. Et même si les lixiviats doivent être digérés, afin de s'assurer d'avoir tout le Pb en solution, il est souhaitable, de garder le pH des lixiviats inférieurs à 1.

Tableau 4.5 : Résultats obtenus lors de la comparaison des TCLP digérés et non-digérés.

Essai	Pb (mg/L)		Cd (mg/L)		Cr (mg/L)		Cu (mg/L)		Fe (mg/L)		Ni (mg/L)		Zn (mg/L)	
	non digéré	digéré	non digéré	digéré	non digéré	digéré	non digéré	digéré	non digéré	digéré	non digéré	digéré	non digéré	digéré
1	15.7	14.3	15.3	14.4	0.03	0.02	5.45	4.14	0.12	76.0	0.30	3.40	468	565
2	0.02	0.02	0.02	0.05	0.02	0.08	0.00	0.00	0.00	0.80	0.02	0.03	0.27	0.50
3	6.86	4.88	0.00	0.20	0.02	0.02	0.02	2.14	0.00	1.40	0.00	0.06	3.22	2.40
4	0.46	0.42	0.77	0.72	0.01	0.08	0.14	0.24	0.16	1.60	0.34	0.32	56.0	55.8
5	0.02	0.20	0.08	0.11	0.02	0.04	0.00	0.06	0.00	0.12	0.03	0.03	0.18	0.96
6	9.09	6.92	0.21	0.01	0.04	0.08	1.73	0.06	0.00	1.00	0.00	0.04	3.05	4.04
7	0.05	0.07	0.00	0.01	0.09	0.07	0.07	0.05	0.81	0.15	0.13	0.05	0.59	0.35
8	0.20	0.24	2.80	3.10	0.00	0.08	0.29	0.20	2.95	2.30	0.20	0.16	315	491
9	0.62	0.60	0.59	0.58	0.00	0.08	0.24	0.22	0.03	0.38	0.07	0.06	15.0	10.7
10	4.01	4.14	10.1	10.2	0.06	0.06	0.21	0.16	2.34	0.51	0.47	0.50	373	548
11	5.16	5.28	30.4	31.2	0.00	0.29	1.01	1.04	0.12	0.35	0.30	0.28	861	1337
12	0.58	0.51	13.0	12.0	10.6	0.02	0.02	0.13	0.14	0.30	0.31	0.14	398	387
13	0.05	0.05	0.16	0.14	0.00	0.05	0.00	0.08	0.00	0.13	0.00	0.09	0.00	0.12
14	3.20	3.21	10.1	10.1	0.02	0.04	0.24	0.16	0.20	0.06	0.19	0.34	343	328
15	32.3*/18.8**	19.2	26.9	29.8	0.00	0.02	5.59	0.72	0.94	1.22	0.45	0.09	1107	1762
16	0.16	0.06	0.43	0.39	0.00	0.03	0.00	0.12	0.13	0.15	0.01	0.02	0.42	5.13
17	0.21	0.20	0.36	0.38	0.02	0.09	0.32	0.28	5.26	5.11	0.03	0.07	28.6	24.6
18	0.40	0.34	0.98	1.01	0.00	0.04	0.30	0.35	2.17	1.58	0.02	0.02	34.1	28.0
19	0.18	0.21	1.84	1.77	0.04	0.10	0.26	0.11	3.01	0.19	0.20	0.19	34.9	30.9
20	2.96	2.90	12.8	14.3	0.00	0.05	0.41	0.35	0.00	0.83	0.27	0.31	535	667
21	0.09	0.16	1.71	1.72	0.06	0.02	0.13	0.17	0.41	0.63	0.20	0.34	190	165
22	0.15	0.08	0.68	0.64	0.00	0.05	0.17	0.17	0.33	0.31	0.00	0.05	18.1	17.2
23	0.02	0.02	0.23	0.23	0.00	0.05	0.03	0.08	1.56	1.51	0.07	0.06	21.2	21.1
24	12.0	12.0	0.27	0.26	0.04	0.03	2.43	2.31	0.02	0.16	0.08	0.07	6.69	9.46
25	13.0	13.7	0.31	0.31	0.00	0.00	1.21	2.10	0.00	0.21	0.07	0.09	3.82	6.15
26	13.8	14.6	0.49	0.48	0.08	0.03	0.70	0.63	0.32	0.66	0.22	0.09	13.3	12.0
27	15.0*/7.07**	7.10	0.32	0.30	0.03	0.00	0.57	0.51	1.13	20.6	0.04	0.06	4.29	3.85
28	12.2*/6.50**	6.94	0.81	0.80	0.00	0.05	0.58	0.60	0.03	0.27	0.01	0.14	32.2	28.8
29	6.21	6.22	0.37	0.44	0.00	0.10	0.00	0.31	0.00	0.41	0.03	0.14	2.54	6.83
30	14.4*/6.28**	7.42	0.50	0.80	0.00	0.00	0.51	0.39	0.29	0.16	0.00	0.15	15.3	13.1
31	11.5	11.6	0.46	0.45	0.07	0.06	0.80	0.42	2.49	0.21	0.07	0.05	15.5	12.8
32	19.2	17.6	0.26	0.26	0.09	0.01	1.02	0.99	0.42	0.52	0.14	0.04	4.17	3.51
33	3.15	3.20	0.02	0.02	0.00	0.44	0.08	0.10	0.55	0.34	0.00	0.02	1.61	1.13
34	0.25	0.44	0.41	0.43	0.01	0.07	0.76	0.33	6.40	6.50	0.07	0.04	5.74	4.56
35	8.47	9.06	0.24	0.25	0.00	0.03	1.46	1.64	0.21	1.39	0.00	0.11	6.33	6.13
36	10.8	11.8	0.20	0.21	0.00	0.02	0.51	0.44	0.01	0.81	0.01	0.00	3.83	5.27

* lecture obtenue immédiatement après la fin du TCLP, **lecture obtenue lors de la réanalyse d'échantillon de TCLP plusieurs semaines après la fin du TCLP.

Tableau 4.6: Comparaison entre les valeurs obtenues lors de l'analyse du lixiviat du TCLP pour le Pb suite au test et plusieurs semaines suivant le te

Essai	Pb suite au TCLP (mg/L)	Pb reprise* (mg/L)
1	11.0	4.75
2	9.09	5.00
3	8.71	4.63
4	6.81	5.86
5	6.20	6.32
6	0.02	0.03
7	0.02	0.02
8	5.22	5.05
9	13.1	9.88
10	10.8	9.04
11	8.57	8.64
12	4.93	4.86
13	2.72	2.77
14	9.85	8.51
15	9.52	6.94
16	15.0	7.07
17	12.2	6.50
18	9.51	7.93
19	0.72	0.67
20	0.58	0.53
21	0.07	0.09
22	0.62	0.60
23	0.66	0.54
24	0.66	0.61
25	3.73	3.75
26	2.09	1.98
27	2.78	2.94
28	3.34	3.19
29	1.01	0.97
30	7.11	6.82
31	0.34	0.34
32	2.78	2.73
33	0.59	0.59
34	0.34	0.31
35	3.39	3.26
36	0.04	0.05
37	15.2	15.6
38	0.58	0.53
39	19.0	20.0
40	5.03	4.94
41	2.18	2.16
42	2.11	2.08
43	1.27	1.17

*l'échantillon de lixiviat a été analysé quelques semaines suivant la fin du TCLP

5 AVANTAGES ENVIRONNEMENTAUX

Les cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux sont des matières dangereuses qui se doivent actuellement de subir un traitement de stabilisation préalablement à leur enfouissement. Le traitement de stabilisation consiste à isoler les cendres volantes dans une matrice cimentaire avant l'enfouissement dans un site à très haute sécurité. Avec le temps, cette matrice s'effrite et les métaux contenus dans celle-ci redeviennent lixiviables et constituent un danger pour l'environnement. En effet, les contaminants peuvent affecter la qualité du sol et de l'eau.

Le procédé de décontamination développé par Alex Cendre inc. et l'INRS-Eau (procédé Alex Cendre), vise à offrir aux gestionnaires d'incinérateurs de déchets municipaux à travers le monde une solution finale et durable pour les cendres volantes. Le procédé Alex Cendre décontamine les cendres volantes en extrayant la fraction toxique (plomb, cadmium et mercure), ce qui a pour effet de rendre les cendres décontaminées totalement inoffensives et propices à la réutilisation. La réutilisation des cendres décontaminées a un très fort potentiel dans l'industrie du ciment, évitant ainsi l'enfouissement sanitaire. La concentration élevée en métaux contenus dans la fraction toxique justifie sa récupération dans l'industrie métallurgique.

Les effluents liquides produits lors de l'opération du procédé Alex Cendre sont tous conformes aux rejets à l'égout et ne constituent aucune menace pour l'environnement. Les émissions atmosphériques, même si elles sont mineures, pourront quant à elles être traitées par le système d'épuration des gaz existant à l'incinérateur.

Le procédé Alex Cendre a donc comme principal avantage environnemental de rendre une matière dangereuse (les cendres volantes) en matière récupérable. De plus, avec un recyclage des solides, des effluents liquides respectant les normes et un traitement de l'air approprié, l'opération de ce procédé ne constitue pas un risque pour la qualité du sol, de l'eau et de l'air.

6 ÉVALUATION DES COÛTS DE TRAITEMENT

Dans le but d'effectuer l'évaluation des coûts de traitement, les paramètres représentatifs des incinérateurs les plus courants en Europe et en Amérique du Nord ont été utilisés. Les coûts de traitement inclus l'achat et l'installation des équipements, les produits chimiques, la main-d'oeuvre, l'électricité et l'entretien des équipements, la gestion des cendres décontaminées ainsi que la gestion des résidus métalliques. Il est à noter que les coûts de traitement tiennent compte du fait que la décontamination des cendres volantes est opérée à même les installations de l'incinérateur, limitant ainsi les coûts de manipulation des cendres. Dans ce sens, l'espace requis pour l'installation des équipements représente une superficie de 100 à 150 mètres carrés.

Les équipements nécessaires à l'exploitation commerciale sont existants sur le marché. Ainsi, aucune fabrication majeure d'équipements ne sera exigée et seules quelques modifications mineures devront être apportées. L'opération du procédé de décontamination requiert certains produits chimiques. Ces produits sont disponibles en grande quantité dans le milieu industriel et ne sont pas sujets à de hautes fluctuations de prix. La main-d'oeuvre a été évaluée à deux personnes par quart de travail pour l'opération en phase commerciale. Une fois le système rodé, cette opération nécessitera les services d'un technicien en environnement et d'un opérateur.

Les besoins énergétiques de ce procédé se limitent à l'électricité utilisée pour le fonctionnement des agitateurs, des compresseurs et des pompes. Un pourcentage du coût des équipements a été pris en considération pour leur entretien.

La gestion des cendres décontaminées suppose actuellement un enfouissement sanitaire standard. Toutefois, des filières de recyclage des cendres sont possibles. De fait, des débouchés dans l'industrie du ciment semblent représenter un très bon potentiel. Advenant le cas où une filière de recyclage était utilisée, une forte diminution des coûts de traitement serait notée.

Les résidus métalliques contiennent quant à eux des concentrations en métaux dépassant les normes de lixiviation prescrits par le Ministère de l'Environnement et de la Faune. Dans ces circonstances, la gestion de ces résidus est effectuée par un système de stabilisation et d'enfouissement tel que préconisé par Stablex Canada. Cependant, ces résidus métalliques, vu leur contenu en métaux,

peuvent constituer un attrait pour l'industrie métallurgique. Malgré le fait que la quantité de résidus métalliques produite soit faible, une filière de recyclage affecterait avantageusement les coûts de traitement.

En tenant compte de ces hypothèses de traitement, le coût d'exploitation du procédé de décontamination Alex Cendre est inférieur à 150\$/tonnes de cendres. L'optimisation du procédé et les filières de recyclage des cendres décontaminées et des résidus métalliques pourront permettre une diminution substantielle de ces coûts de traitement.

7 CONCLUSION

La gestion des cendres volantes d'incinérateurs de déchets municipaux est une problématique à l'échelle internationale. Le contenu de ces cendres volantes en métaux lourds tels le plomb, le cadmium et le mercure fait de celles-ci une matière dangereuse.

La compagnie Alex Cendre inc. et l'Institut National de la Recherche Scientifique (INRS-Eau) ont développé une technologie permettant la solubilisation chimique des métaux contenus dans les cendres volantes afin de rendre ces dernières réutilisables. Dans le cadre de ce projet de démonstration technologique, l'aménagement d'une usine pilote d'une capacité de 300 kg/jour a permis le traitement de 13 tonnes de cendres volantes.

Deux principales séries d'essais de décontamination ont été réalisées durant la phase de démonstration du procédé. La première série d'essais a été effectuée à partir d'un mélange de cendres volantes tandis que la deuxième l'a été à partir de chaux usées seules.

Le traitement opéré sur un mélange de cendres a permis de respecter les normes environnementales, en utilisant le TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure), pour les métaux analysés soit le plomb, le cadmium et le mercure. Les résultats obtenus lors des tests de lixiviation TCLP pour les chaux usées traitées seules sont aussi positifs puisqu'ils démontrent que le traitement proposé permet d'atteindre les normes exigées pour les principaux métaux problématiques. Les pourcentages d'enlèvement des métaux indiquent quant à eux jusqu'à quel niveau le procédé développé enlève les métaux plutôt que de les stabiliser dans la matrice.

Le procédé de décontamination des cendres volantes d'incinérateurs par solubilisation chimique permet d'atteindre les normes fixées pour la lixiviation des métaux et est avantageux tant sur le plan environnemental que sur le plan économique. De fait, le traitement des cendres par ce procédé produit peu d'émissions atmosphériques et aucun effluent liquide toxique. Ce procédé permet aussi la réutilisation des cendres décontaminées

et le recyclage des résidus métalliques. Sur le plan économique, le procédé Alex Cendre a un coût de traitement inférieur à 150\$/tonne de cendres volantes, ce qui signifie une importante diminution de coût par rapport aux modes de gestion actuels. De plus, les optimisations envisagées sur le procédé permettront de réduire considérablement les coûts de traitement.

À la lumière des résultats obtenus lors de cette phase de démonstration, il apparaît maintenant opportun d'enclencher l'application industrielle du procédé Alex Cendre.

8 BIBLIOGRAPHIE

APHA (1995). Standards methods for examination of water and wastewater, 17e édition. American Public Health Association, Washington, D.C.

ASM Handbook Committee (1988). Metals handbook, ninth Edition. Volume 5, Surface cleaning, finishing and coating. American Society for metals, Ohio, USA.

Ball, J.W., Nordstrom, D.K. et Jenne, E.A. (1980). Additional and revised thermochemical data and computer code for water 2. Report no WRI-78-116 of U.S. Geological Survey Water Resources Division, Menlo Park CA U.S.A. 109 pages.

Bagchi, A. et Sopcich, D. (1989). Characterization of MSW incinerator Ash. J. Envir. Engng., 115(2): 447-452.

Barette, L.M., et Couillard, D. (1991). Lixiviation bactérienne d'un terril de gisement sulfureux à l'aide d'un bioréacteur à ascension pneumatique. Dans: *Second International Conference on the Abatement of acidic Drainage*, 16-18 septembre, Montréal, paper no 5.3. Proceedings: 1, pp 315-334. Organisé par CANMET (Canadian Center for Mineral and Energy Technology-Energy, mines and Resources Canada).

Bastille, C., St-Pierre, S. et Dubreuil, B. (1989). Manuel des méthodes de laboratoire. Juin 1989, INRS-Eau, 2700 rue Einstein, Sainte-Foy, Québec, 284 p.

Bawkon, B. (1991). Incineration technologies for managing solid waste. Pollut. Engng., 23 (9): 96-109.

Berenyi, E.B. (1996). The status of municipal waste combustion in the United States. J. Haz. Mat. 47:1-17.

Boileau et Associés Inc. (1989). Étude des coûts d'immobilisation et d'exploitation concernant les techniques de traitement des boues et des modes d'élimination finale. Rapport intégral, Document Envirodoq EN900200.

Boivin Jacques-André (1989). Répertoire des méthodes d'analyse en usage dans la division fluorescence X, Centre de recherche minérale, Ministère des ressources naturelles du Québec, 24 pages.

Boileau et Associés Inc. (1989). Étude des coûts d'immobilisation et d'exploitation concernant les techniques de traitement des boues et des modes d'élimination finale. Rapport intégral, Document Envirodoq EN900200.

Bridle, T.R., Côté, P.L., Constable, T.W. et Fraser, J.L. (1987). Evaluation of heavy metal leachability from solid wastes. *Wat. Sci. Tech.*, 19: 1029-1036.

Buchholz, B.A. et Landsberger, S. (1993). Trace metal analysis of size fractioned municipal solid waste incinerator fly ash and its leachate, *J. Environ. Sci. Health*, A28 (2), 423-441.

Cahill, C.A. et Newland, L.W. (1982). Comparative efficiencies of trace metal extraction from municipal incinerator ashes. *Int. J. Environ. Anal. Chem.*, 11: 227-239.

Camacho, S.L. (1994). Submerged-plasma ash vitrification. Dans: *Proceedings of the 7th International Conference on municipal solid waste combustor ash utilization*. Held in Arlington Virginia on 15.16 november 1994, Edited by Warren H. Chesner, Commack N.Y.USA, pages 145-155.

Cameron, R.D. (1988). Mass burning of MSW with energy recovery. *J. Environ. Eng.*, 114: 233-237.

CCME (1991a). Le programme d'essai et d'évaluation national des incinérateurs. Conseil Canadien des Ministres de l'Environnement, No En 21-97/1991, 28 pages.

CCME (1991b). Critères provisoires canadiens de qualité environnementales pour les lieux contaminés. Rapport CCME-EPC-CS34, Environnement Canada, Ottawa, 21 pages.

CCME (1987). Recommandations pour la qualité des eaux au Canada. Conseil canadien des ministres des ressources et de l'environnement. Direction générale des eaux intérieures Environnement Canada. Divisé en plusieurs sections sous-paginées.

Chartier, M. (1992). Développement d'un procédé pour l'enlèvement des métaux lourds dans les sédiments. M.Sc. sciences de l'eau, INRS-Eau, Québec, 272 p + annexes.

Chesner, W. (1995). Paper presenting the 8th International conference on ash management and utilization. Held in Crystal City, Arlington, Va on 15- 16 november 1995. Edited by Warren H.Chesner, Chesner Engineering, PC. Commack, N.Y. USA

Couillard, D., Bourgoïn, J., Chartier, M., Mercier et Roberge, G. (1995). Décontamination des cendres volantes d'incinérateur de déchets municipaux. Rapport de recherche confidentiel, no. R-440. INRS-Eau, Ste-Foy, 196 pages + annexes.

Couillard, D. Bourget, J., Chartier, M., Chouinard, P., Mercier, G., et Roberbe, G. (1993). Mise au point d'un procédé industriel au $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ pour la décontamination des boues résiduelles d'assainissement des eaux usées urbaines- Tome II-Phase pilote. Rapport de recherche no R-399. INRS-Eau, Ste-Foy, 337 pages + annexes.

Couillard, D. et Mercier, G. (1992). Précipitation sélective des métaux solubilisés biologiquement de boues aérobies d'épuration. Can. J. Chem. Eng., 70(5):1021-1030.

Couillard, D. et Chartier, M. (1991). Removal of metal from aerobic sludges by biological solubilization in batch reactors. J. of Biotechn., 20: 163-180.

Couillard, D. et Mercier, G. (1991a). Optimum residence time (in CSTR and airlift reactor) for bacterial leaching of metals from anaerobic sewage sludge. Wat. Res., 25(2) 211-218.

Couillard, D. et Mercier, G. (1991b). Procédé de solubilisation biologique des métaux dans les boues anaérobies d'épuration : Filtrabilité, neutralisation et teneurs en N et P des boues traitées. Can. J. Chem. Eng., 69: 779-787.

Couillard, D., Chartier, M. et Mercier, G. (1991). Bacterial leaching of heavy metals from aerobic sludge. *Bioresource technology*, 36: 293-302.

Couillard, D. et Mercier, G. (1990). Bacterial leaching of heavy metals from sewage sludge - Bioreactors comparison. *Envir. Pollut.*, 66: 237-252.

Couillard, D., Mercier, G. et Chartier, M. (1990a). Étude du procédé de solubilisation des métaux lourds dans les boues digérées aérobies pour fin de valorisation agricole. Rapport scientifique no 285, INRS-Eau.

Couillard, D., Mercier, G. et Tyagi, R.D. (1990b). Procédé de solubilisation biologique des métaux lourds des boues résiduelles. Conf. substances toxiques, 4-5 avril 1990, Mtl.

Couillard, D. Burelle, S., et Tyagi, R.D. (1989). Étude de la faisabilité de l'utilisation d'un procédé de solubilisation biologique des métaux lourds contenus dans un échantillon de sol contaminé. INRS-Eau, rapport scientifique n0 268, 30 p + annexes. Pour la firme Sanexen inc. du Groupe Sanivan inc. et le CQVB - Centre Québécois de Valorisation de la Biomasse, Québec.

Couillard, D., Mercier, G. et Tyagi, R.D. (1988a). Problématique des métaux lourds dans les boues résiduelles et revue de littérature sur les méthodes d'enlèvement de ces métaux. INRS-Eau, rapport scientifique no 262, 267 pages.

Couillard, D., Mercier, G. et Tyagi, R.D. (1988b). Étude du procédé de solubilisation des métaux avec du sulfate ferreux de qualité laboratoire comme substrat. INRS-Eau, rapport scientifique no 263, 150 pages.

Couillard, D., Mercier, G., Piché, I. et Tyagi, R.D. (1988c). Recherche d'un substrat économique pour la solubilisation des métaux lourds dans les boues résiduelles". INRS-Eau, rapport scientifique no 264, 124 pages.

Couillard, D., Mercier, G., Tran, F. et Tyagi, R.D. (1988d). Étude du procédé de solubilisation des métaux avec du sulfate ferreux résiduaire de raffinage des métaux". INRS-Eau, rapport scientifique no 265, 172 pages.

CUQ (1990). L'incinérateur régional. Communauté urbaine de Québec (pamphlet publicitaire de 1 page).

Degrémont (1989). Mémento technique de l'eau, 9ième édition, Degrémont, Rueil Malmaison, France, 1459 pages.

Dennison, R.A. (1988). The hazards of municipal incinerator ash and fundamental objectives of ash management, in resource recovery of municipal solid wastes, AIChE Symposium Series No 265, 84, 148 pages.

Di Domenico, A. (1990). Guidelines for the definition of environmental action alert thresholds for polychlorodibenzodioxins and polychlorodibenzofurans. Regulatory toxicology and pharmacology, 11:8-23.

Eighmy, T.T., Bobowski, S.F., Ballesterio, T.B. et Collins, M.R. (1989). Investigations into leachate characteristics from amended and unamended combined ash and scrubber residues. Interim Report, Department of Civil Engineering, University of New Hampshire.

Environnement Canada (1991). Proposed evaluation protocol for cement- based solidified waste. Report EPS 3/HA/9, 45 pages.

Environnement Canada (1986). Le programme national d'essais et d'évaluation des incinérateurs: Sommaire des techniques de dépollution des gaz de combustion. Rapport SPE 3/UP/2F, 88 pages.

Environnement Québec (1989). Règlement sur le déchet dangereux, Gazette officielle du Québec, Q-2, r.12.1.

Ericzon, C., Petterson, J., Andersson, M. et Olin, A. (1989). Determination and speciation of selenium in end products from a garbage incinerator. *Environ. Sci. Technol.*, 23: 1524.

Flynn, F., Jalbert, J.M., Robert, R., St-Yves, A., Terreault, J.A. et Trudel, G. (1987). Valorisation agricole des boues de stations d'épuration des eaux usées municipales. Guide de bonnes pratiques. Ministère de l'Environnement du Québec, 60 pages.

Francis, C.W. et White, G.H (1987). Leaching of toxic metals from incinerator ashes. *J. Water Pollut. Control Fed.*, 59: 979-986.

Gazette Officielle du Québec (1995). Projet de règlement sur les matières dangereuses. *Gazette officielle du Québec*. 127(13): 1422-1457.

Goldman, M. (1988). Waste to energy ash: hazardous or non-hazardous waste? 81st Ann. Meet. Air Pollution Control Assoc. Dallas.

Harrison, F.L., Bishop, D.J. et Mallon, B.J. (1985). Comparison of organic combustion products in fly ash collected by a venturi wet scrubber and an electrostatic precipitator at a coal-fired power station. *Environ.*

Hjelmar, O. (1996). Disposal strategies for municipal solid waste incineration residues. *J Haz. Mat.* 47, 345-368. *Sci. Technol.*, 19: 186-193.

Hjelmar, O. (1987). Leachate from incinerator ash disposal sites, Int. Workshop on Municipal Waste Incineration, Montréal.

Hollander, H.I., Plumleky, A.L., et De Cesare, R.S. (1995). Vitrification of combustion ash residue for beneficial use. *Solid Waste Technologies*, May/june 1995:31-40.

Hollander, H.I., Plumley, A.L., De Cesare, R.S. and Hoecke, D.A. (1994). In: *Proceedings of the 7th International Conference on municipal solid waste combustor ash utilization*. Held in Arlington Virginia on 15-16 november 1994, Edited by Warren H. Chesner. Pages 94-121.

ILSR (1987). Municipal solid waste incinerator ash management and disposal data entries. Institute for local self-reliance. Washington D.C., 23 pages.

Johannessen, K.M. (1996). The regulation of municipal waste incineration ash: A legal review and update. *J Haz. Mat.* 47, 383-393.

Kamiya, A. and Ose, Y. (1987). Mutagenic activity and PAH analysis in municipal incinerators. *Sci. Total Environ.*, 61: 37.

Karasek, F.W., Charbonneau, G.M., Reuel, G.J. et Tong, H.Y (1987). Determination of organic compounds leached from municipal incinerator fly ash by water at different pH levels. *Anal. Chem.*, 59: 1027-1031.

Karstensen, K.H, and Lund, W. (1989). Multi-element analysis of a city waste incineration reference sample by Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. *J Anal Atom Spectrometry*, 4:357-359.

Kiser, J.V.L. et Repa, E.W. (1989). Managing municipal waste combustion ash. *Environ. Waste Manage. World*, 3: I.

Kosson, D.S., van der Sloot, H.A., et Eighmy, T.T. (1996). An approach for estimation of contaminant release during utilization and disposal of municipal waste combustion residues. *J. Haz. Mat.*, 47:43-75.

Kosson, D.S., Kosson, T.T. and Hans van der Sloot (1993). Evaluation of solidification/stabilization treatment processes for municipal waste combustion residues. *Rapport EPA/600/R-93/167*, Cincinnati. Ohio 45268, 576 pages.

Legiec, I.A., Hayes, C.A. et Kosson, D.S. (1989a). Continuous recovery of heavy metals from MSW incinerator ashes. *Environ. Prog.*, 8: 212-216.

Legiec, I.A., Hayes, C.A. et Kosson, D.S. (1989b). Treatment and recovery of heavy metals from incinerator ashes, in Proc. 3rd Int. Conf. on New Frontiers for Hazardous Waste Management. EPA-600-9-89-072, 253-262.

Lue Hing, C., Zeng, D.R., Sawyer, B., Guth, E. et Whitebloss, S. (1980). Industrial waste pretreatment and EPA cadmium limitations. J. Wat. Pollut. Control Fed., 52: 2538-2551.

Lyons, M.R. (1994). The WES-PHix^R ash treatment process. Dans: Proceedings of the 7th International Conference on municipal solid waste combustor ash utilization. Held in Arlington Virginia on 15-16 november 1994, Edited by Warren H. Chesner, Commack N.Y.USA, pages 156-168.

Marcotte, C. (1995). Conditionnement et déshydratation des cendres traitées et de résidu métallique lors de la décontamination des cendres volantes d'incinérateur de déchets municipaux. Mémoire de maîtrise en science. INRS-Eau. Université du Québec, Ste-Foy, pages.

McCoy and Associates, (1992). The RCRA land disposal restrictions: a guide to compliance.

McCoy and Associates Publisher, Lakewood, Colorado, 17 sections paginées indépendamment.

MENVIQ (1992). Protocole de lixiviation des matières dangereuses. Gouvernement du Québec, Ministère de l'Environnement, Direction des laboratoires, document no 92.07/108-Lix1.1, 17 pages.

MENVIQ (1988). Procédure d'évaluation des caractéristiques physiques et chimiques des déchets solides et liquides. Ministère de l'Environnement du Québec. Mars 1988, 49 pages.

Mercier, G., Gariépy, S., Couillard, D. et Tran, F. (1988). Enlèvement des métaux lourds des boues résiduelles par solubilisation biologique. Compte rendu 11^e Symposium sur le traitement des eaux usées. Montréal les 21 et 22 novembre 1988: 197-208.

Oliver, B.G. et Carey, J.H. (1976a). The removal and recovery of metals from sludge and sludge incinerator ash. Research Report No. 33, Ontario Ministry of the Environment.

Oliver, B.G. et Carey, J.H. (1976b). Acid solubilization of sewage sludge and ash constituents for possible recovery. *Water Res.*, 10: 1077.

Ontario, (1993). Environmental protection act: General- Waste Management Regulation. R.R.O. 1990, Reg 347, Ministère de l'environnement et de l'énergie de l'Ontario, pages Ont.102.0 à 102.47.

Ontiveros, J.L., Clapp, T.L. et Kosson, D.S. (1989). Physical properties and chemical species distributions within municipal waste combustor ashes. *Environ. Prog.*, 8: 200.

Painchaud, R., Couillard, D., Mercier, G., Roberge, G. et Nadeau, L. (1994). Decontamination of municipal waste combustion (MWC) Fly Ash. Ash VII Conference, Alrlington, VA. 15-16 november 1994, 10 pages.

Piché, I. (1989). Recherche d'un substrat économique pour la solubilisation des métaux lourds dans les boues résiduelles. Mémoire de maîtrise, INRS-Eau, Université du Québec, Ste-Foy, Québec, 179 p.

Sawell, S.E. et Constable, T.W. (1993). Le programme national d'essais et d'évaluation des incinérateurs: résumé des études de caractérisation et de traitement des résidus d'incinération de déchets solides urbains. Rapport SPE/3/UP/8, Environnement Canada, Ottawa, 64 pages.

Sawell, S.E. et Constable, T.W. (1988). National incinerator testing and evaluation Program Vol. 5, Assessment of contaminant leachability from residues, Wastewater Technology Centre, Environment Canada, rapport no. IP-82.

Sawell, S.E., Bridle, T.R. et Constable, T.W. (1986). NITEP Phase II- Testing of the Flakt air pollution control technology at the Quebec city municipal energy from waste facility; assessment of ash contaminant leachability. Report IP-70, Environnement Canada, Wastewater technology centre, Burlington, Ontario, 33 pages + annexes.

Simon, F.G. et Andersson, K.H. (1995). Le procédé InRec pour le recyclage des substances résiduelles du traitement thermique des déchets. *Revue ABB*, 9:15-20

Smith, J.W. et Condra, J. (1983). Recovery of wastewater treatment chemicals from fly ash, ASCE. J. Environ. Eng., 109: 1168-1179.

Stegemann, J.A. et Côté, P.L. (1990). Investigation of test methods for solidified waste evaluation - A cooperative program. Appendix B: Test methods for solidified waste evaluation. Environnement Canada Report WTC-RM-01-89. Burlington, Ontario. 66 pages.

Steinwander, H.. (1994). A simple and fast micro method for the determination of 1,2,3,4,6,7,8-heptachlorodibenzo-p-dioxin and octachlorodibenzo-p-dioxin in sewage sludges by GC-ECD. Fresenius J Anal. Chem. 348:385-389.

St-Yves, A. et Beaulieu, R. (1988). Caractérisation des boues de 34 stations d'épuration des eaux usées municipales. Ministère de l'Environnement du Québec, Québec.

Tessier, A., Campbell, P.G.C., et Bisson, M. (1979). Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. Anal. Chem., 51 (7): 844-851.

Theis, T.L. et Gardner, K.H. (1990). Environmental assessment of ash disposal. Crit. Rev. Envir. Control, 20(1): 21-42.

Theis, T.L. et Hayes, T.D. (1980). Chemistry of heavy metals in anaerobic digestion. Dans: Chemistry of wastewater technology. Alan J. Rubin (ed.). Ann Arbor Science Publishers, Ann Arbor, 403-419.

Theis, T.L. et Gardner, L.H. (1992). Dynamic evaluation of municipal solid waste ash leachate. Presented before meeting on scientific and regulatory. Aspects of leaching protocols. International Ash working Group. Canada Centre for Inland waters. Burlington, Ontario, February 1992, 40 pages.

Tincelin, C. (1993). Étude de l'enlèvement des métaux lourds contenus dans les cendres volantes d'incinérateurs d'ordures ménagères. Mémoire de maîtrise présenté à L'INRS-Eau.

Tecsult (1993). Étude sur la gestion des résidus d'incinération de déchets solides, de déchets biomédicaux et de boues de stations d'épuration d'eaux usées. Document rédigé pour le Ministère de l'environnement du Québec, Division de l'élimination des déchets solides. 137 pages + annexes.

Torma, A.E. (1986). Biohydrometallurgy as an emerging technology. *Biotechnology and Bioengineering Symposium*, 16: 49-63.

Transport Canada, (1987). Règlement sur le transport des marchandises dangereuses. Ministère du Transport du Canada. Méthode de lixiviation, office des normes générales du Canada (ONGC), 164-GP-INP, Ottawa.

Trottier, R. (1988). Description des stations de traitement des eaux usées de la communauté urbaine de Québec. *Sciences et techniques de l'eau*, 21(2): 177-184.

Tyagi, R.D., Couillard, D. et Tran, F. (1988). Heavy metals removal from anaerobically digested sludge by chemical and microbial methods, *Environ. Pollut.*, 50: 295-316.

U.S.E.P.A. (1988). Method 1312 Synthetic precipitation leach test for soils. USEPA Region 1 library, JFK Federal bldg. Boston Ma 02203-2211. 16 pages.

U.S.E.P.A. (1987). Characterization of MWC ashes and leachates from MSW landfills, monofills, and co-disposal sites, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C.

Van der Sloot, H.A., Van der Wegen, G.J.L., Hoede, D. Et de Groot, G.J. (1994a). Intercomparaison of leaching tests for stabilized waste. Netherlands Energy Research Foundation. ECN-RX-94-011, 16 pages.

Van der Sloot, H.A. et Kosson, D.S. (1994b). Leaching tests as a tool in waste management to evaluate the potentiel for utilisation of waste materials. Netherlands Energy Research Foundation, ECN-R-94-029, 35 pages.

Vehlow, J., et Vogg H. (1987). Metals extraction from fly ash. Presented at the International Municipal Waste Incineration Workshop, Octobre 1987, pages 381 à 397.

Wadge, A. (1987). The leachability and chemical speciation of selected trace elements in fly ash from coal combustion and refuse incineration, *Environ. Pollut.* 48: 85-99.

Wendling, P. (1994). Lixiviation des métaux lourds dans les résidus d'incinération de déchets municipaux, bruts et traités, soumis à l'action des pluies acides. Mémoire de maîtrise, INRS-Eau, 152 pages.

Wes-PHix Process (1994). Wheelabrator Environmental Systems. Pamphlet publicitaire.

Woiwode, A.M. (1989). Incinerator ash: Michigan's burning concern, Mackinac Chapter of the Sierra Club, Lansing, MI.

Wong, L. et Henry, J.G. (1984). Biological removal and chemical recovery of metals from sludge. In: *Proceedings of the 39th Industrial Waste Conference*, pp. 515-520. Purdue University, West Lafayette, Ind.

Wu, C.Y., Biswas, P. (1993). An equilibrium analysis to determine the speciation of metals in an incinerator, *Combustion and Flame* 93: 31-40.

ANNEXE 1

DIGESTION DES EFFLUENTS

(DETERMINATION DES MÉTAUX DANS LES EAUX USEES)

RÉF: MENVIG 91.03/215-mét. 61 Standard Method 17 ^{enr}
3111B-D L.G. 10 mai 1995

- Préparation des échantillons

- Digérer un blanc, un contrôle intégré, un ajout et un duplicata au 15 échantillons. Pour l'ajout, mesurer 5 mL de la solution préparée à cette fin et l'ajouter dans l'échantillon que l'on désire fortifié.

50 mL d'échantillon

- Introduire 50 mL d'échantillon dans un bécher de 125 mL, ajouter 5 mL de HNO_3 et 1 mL de H_2O_2 30% tout en agitant. Placer sur une plaque chauffante et évaporer à 5 mL environ, sans bouillir. Il ne faut pas aller à sec.

5 mL HNO_3

1 mL H_2O_2

↓
évaporer à

5 mL

- Laisser refroidir et ajouter environ 7 mL de HNO_3 , couvrir et chauffer à reflux pendant une heure sans agiter.

↓
7 mL d' HNO_3

- Laisser refroidir, laver le verre de montre avec de l'eau puis ajouter 5 mL de HCl et 2 mL de HNO_3 . Chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à l'arrêt des vapeurs nitreuses.

↓
5 mL d' HCl

12 mL d' HNO_3

- Ajouter 15 mL d'eau et chauffer légèrement quelques minutes. Retirer le bécher de la plaque chauffante.

↓
recueillir

15 mL d'eau

- Laisser refroidir, filtrer sur une membrane Whatman #41, préalablement rincé avec la solution de lavage des filtres, suivi de rinçages avec de l'eau. Recueillir dans des fioles jaugées de 50 mL et compléter avec de l'eau.

**** NOTE: Faire le blanc de la même façon que les échantillons. Si vous diluez l'échantillon lors du dosage, vous devez diluer le blanc également, et surtout conserver la même matrice, soit 10 % en HCl .

ANNEXE 2

TCLP

Ed. Note: For the reader's convenience, Part 261, Appendix II is provided below:

Appendix II—Method 1311 Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP)

1.0 Scope and Application

- 1.1 The TCLP is designed to determine the mobility of both organic and inorganic analytes present in liquid, solid, and multiphase wastes.
- 1.2 If a total analysis of the waste demonstrates that individual analytes are not present in the waste, or that they are present but at such low concentrations that the appropriate regulatory levels could not possibly be exceeded, the TCLP need not be run.
- 1.3 If an analysis of any one of the liquid fractions of the TCLP extract indicates that a regulated compound is present at such high concentrations that, ev

TCLP

after accounting for dilution from the other fractions of the extract, the concentration would be equal to or above the regulatory level for that compound, then the waste is hazardous and it is not necessary to analyze the remaining fractions of the extract.

1.4 If an analysis of extract obtained using a bottle extractor shows that the concentration of any regulated volatile analyte equals or exceeds the regulatory level for that compound, then the waste is hazardous and extraction using the ZHE is not necessary. However, extract from a bottle extractor cannot be used to demonstrate that the concentration of volatile compounds is below the regulatory level.

2.0 Summary of Method

2.1 For liquid wastes (i.e., those containing less than 0.5% dry solid material), the waste, after filtration through a 0.6 to 0.8 μm glass fiber filter, is defined as the TCLP extract.

2.2 For wastes containing greater than or equal to 0.5% solids, the liquid, if any, is separated from the solid phase and stored for later analysis; the particle size of the solid phase is reduced, if necessary. The solid phase is extracted with an amount of extraction fluid equal to 20 times the weight of the solid phase. The extraction fluid employed is a function of the alkalinity of the solid phase of the waste. A special extractor vessel is used when testing for volatile analytes (see Table 1 for a list of volatile compounds). Following extraction, the liquid extract is separated from the solid phase by filtration through a 0.6 to 0.8 μm glass fiber filter.

2.3 If compatible (i.e., multiple phases will not form on combination), the initial liquid phase of the waste is added to the liquid extract, and these are analyzed together. If incompatible, the liquids are analyzed separately and the results are mathematically combined to yield a volume-weighted average concentration. GFC of non Poly carb

3.0 Interferences

3.1 Potential interferences that may be encountered during analysis are discussed in the individual analytical methods.

4.0 Apparatus and Materials

4.1 Agitation apparatus: The agitation apparatus must be capable of rotating the extraction vessel in an end-over-end fashion (see Figure 1) at 30 ± 2 rpm. Suitable devices known to EPA are identified in Table 2.

4.2 Extraction Vessels.

4.2.1 Zero-Headspace Extraction Vessel (ZHE). This device is for use only when the waste is being tested for the mobility of volatile analytes (i.e., those listed in Table 1). The ZHE (depicted in Figure 2) allows for liquid/solid separation within the device, and effectively precludes headspace. This type of vessel allows for initial liquid/solid separation, extraction, and final extract filtration without opening the vessel (see section 4.3.1). The vessels shall have an internal volume of 500-600 mL, and be equipped to accommodate a 90-110 mm filter. The devices contain VITON[®] O-rings which should be replaced frequently. Suitable ZHE devices known to EPA are identified in Table 3.

For the ZHE to be acceptable for use, the piston within the ZHE should be able to be moved with approximately 15 pounds per square inch (psi) or less. If it takes more pressure to move the piston, the O-rings in the device should be replaced. If this does not solve the problem, the ZHE is unacceptable for TCLP analyses and the manufacturer should be contacted.

The ZHE should be checked for leaks after every extraction. If the device contains a built-in pressure gauge, pressurize the device to 50 psi, allow it to stand unattended for 1 hour, and recheck the pressure. If the device does not have a built-in pressure gauge, pressurize the device to 50 psi, submerge it in water, and check for the presence of air bubbles escaping from any of the fittings. If pressure is lost, check all fittings and inspect and replace O-rings, if necessary. Retest the device. If leakage problems cannot be solved, the manufacturer should be contacted.

Some ZHEs use gas pressure to actuate the ZHE piston, while others use mechanical pressure (see Table 3). Whereas the volatiles procedures (see section 7.3) refers to pounds per square inch (psi), for the mechanically actuated piston, the pressure applied is measured in torque-inch-pounds. Refer to the manufacturer's instructions as to the proper conversion.

4.2.2 Bottle Extraction Vessel. When the waste is being evaluated using the nonvolatile extraction, a jar with sufficient capacity to hold the sample and the extraction fluid is needed. Headspace is allowed in this vessel.

The extraction bottles may be constructed from various materials, depending on the analytes to be analyzed and the nature of the waste (see section 4.3.3). It is recommended that borosilicate glass bottles be used instead of other types of glass, especially when inorganics are of concern. Plastic bottles, other than polytetrafluoroethylene, shall not be used if organics are to be investigated. Bottles are available from a number of laboratory suppliers. When this type of extraction vessel is used, the filtration device discussed in section 4.3.2 is used for initial liquid/solid separation and final extract filtration.

4.3 Filtration Devices: It is recommended that all filtrations be performed in a hood.

4.3.1 Zero-Headspace Extractor Vessel (ZHE): When the waste is evaluated for volatiles, the zero-headspace extraction vessel described in section 4.2.1 is used for filtration. The device shall be capable of supporting and keeping in place the glass fiber filter and be able to withstand the pressure needed to accomplish separation (50 psi).

Note: When it is suspected that the glass fiber filter has been ruptured, an in-line glass fiber filter may be used to filter the material within the ZHE.

4.3.2 Filter Holder: When the waste is evaluated for other than volatile analytes, any filter holder capable of supporting a glass fiber filter and able to withstand the pressure needed to accomplish separation may be used. Suitable filter holders range from simple vacuum units to relatively complex systems capable of exerting pressures of up to 50 psi or more. The type of filter holder used depends on the properties of the material to be filtered (see section 4.3.3). These devices shall have a minimum internal volume of 300 mL and be equipped to accommodate a minimum filter size of 47 mm (filter holders having an internal capacity of 1.5 L or greater, and equipped to accommodate a 142 mm diameter filter, are recommended). Vacuum filtration can only be used for wastes with low solids content (<10%) and for highly granular, liquid-containing wastes. All other types of wastes should be filtered using positive pressure filtration. Suitable filter holders known to EPA are shown in Table 4.

4.3.3 Materials of Construction: Extraction vessels and filtration devices shall be made of inert materials which will not leach or absorb waste components. Glass, polytetrafluoroethylene (PTFE), or type 316 stainless steel equipment may be used when evaluating the mobility of both organic and inorganic components. Devices made of high density polyethylene (HDPE), polypropylene (PP), or polyvinyl chloride (PVC) may be used only when evaluating the mobility of metals. Borosilicate glass bottles are recommended for use over other types of glass bottles, especially when inorganics are analytes of concern.

¹ VITON[®] is a trademark of Du Pont.

4.4 Filters: Filters shall be made of borosilicate glass fiber, shall contain no binder materials, and shall have an effective pore size of 0.6 to 0.8 μm , or equivalent. Filters known to EPA which meet these specifications are identified in Table 5. Pre-filters must not be used. When evaluating the mobility of metals, filters shall be acid-washed prior to use by rinsing with 1N nitric acid followed by three consecutive rinses with deionized distilled water (a minimum of 1 L per rinse is recommended). Glass fiber filter are fragile and should be handled with care.

4.5 pH Meters: The meter should be accurate to ± 0.05 units at 25°C.

4.6 ZHE Extract Collection Devices: TEDLAR^{®2} bags or glass, stainless steel or PTFE gag-tight syringes are used to collect the initial liquid phase and the final extract of the waste when using the ZHE device. The devices listed are recommended for use under the following conditions:

4.6.1 If a waste contains an aqueous liquid phase or if a waste does not contain a significant amount of nonaqueous liquid (i.e., <1% of total waste), the TEDLAR[®] bag or a 600 mL syringe should be used to collect and combine the initial liquid and solid extract.

4.6.2 If a waste contains a significant amount of nonaqueous liquid in the initial liquid phase (i.e., >1% of total waste), the syringe or the TEDLAR[®] bag may be used for both the initial solid/liquid separation and the final extract filtration. However, analysts should use one or the other, not both.

4.6.3 If the waste contains no initial liquid phase (is 100% solid) or has no significant solid phase (is 100% liquid), either the TEDLAR[®] bag or the syringe may be used. If the syringe is used, discard the first 5 mL of liquid expressed from the device. The remaining aliquots are used for analysis.

4.7 ZHE Extraction Fluid Transfer Devices: Any device capable of transferring the extraction fluid into the ZHE without changing the nature of the extraction fluid is acceptable (e.g., a positive displacement or peristaltic pump, a gas tight syringe, pressure filtration unit (see section 4.3.2), or other ZHE device).

4.8 Laboratory Balance: Any laboratory balance accurate to within ± 0.01 grams may be used (all weight measurements are to be within ± 0.1 grams).

4.9 Beaker or Erlenmeyer flask, glass, 500 mL.

4.10 Watchglass, appropriate diameter to cover beaker or erlenmeyer flask.

4.11 Magnetic stirrer.

5.0 Reagents

50g/1000

5.1 Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents shall conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society, where such specifications are available. Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 Reagent water. Reagent water is defined as water in which an interferant is not observed at or above the methods detection limit of the analyte(s) of interest. For nonvolatile extractions, ASTM Type II water or equivalent meets the definition of reagent water. For volatile extractions, it is recommended that reagent water be generated by any of the following methods. Reagent water should be monitored periodically for impurities.

5.2.1 Reagent water for volatile extractions may be generated by passing tap water through a carbon filter bed containing about 500 grams of activated carbon (Calgon Corp., Filtrasorb-300 or equivalent).

5.2.2 A water purification system (Millipore Super-Q or equivalent) may also be used to generate reagent water for volatile extractions.

5.2.3 Reagent water for volatile extractions may also be prepared by boiling water for 15 minutes. Subsequently, while maintaining the water temperature at 90 $\pm$ 5 degrees C, bubble a contaminant-free inert gas (e.g., nitrogen) through the water for 1 hour. While still hot, transfer the water to a narrow mouth screw-cap bottle under zero-headspace and seal with a Teflon-lined septum and cap.

5.3 Hydrochloric acid (1N), HCl, made from ACS reagent grade.

5.4 Nitric acid (1N), HNO₃, made from ACS reagent grade.

5.5 Sodium hydroxide (1N), NaOH, made from ACS reagent grade.

5.6 Glacial acetic acid, CH₃CH₂OOH, ACS reagent grade.

5.7 Extraction fluid.

5.7.1 Extraction fluid #1: Add 5.7 mL glacial CH₃CH₂OOH to 500 mL of reagent water (See section 5.2), add 64.3 mL of 1N NaOH, and dilute to a volume of 1 liter. When correctly prepared, the pH of this fluid will be 4.93 ± 0.05 .

5.7.2 Extraction fluid #2: Dilute 5.7 mL glacial CH₃CH₂OOH with reagent water (See section 5.2) to a volume of 1 liter. When correctly prepared, the pH of this fluid will be 2.88 ± 0.05 .

Note: These extraction fluids should be monitored frequently for impurities. The pH should be checked prior to use to ensure that these fluids are made up accurately. If impurities are found or the pH is not within the above specifications, the fluid shall be discarded and fresh extraction fluid prepared.

5.8 Analytical standards shall be prepared according to the appropriate analytical method.

6.0 Sample Collection, Preservation, and Handling

6.1 All samples shall be collected using an appropriate sampling plan.

6.2 The TCLP may place requirements on the minimal size of the field sample, depending upon the physical state or states of the waste and the analytes of concern. An aliquot is needed for preliminary evaluation of which extraction fluid is to be used for the nonvolatile analyte extraction procedure. Another aliquot may be needed to actually conduct the nonvolatile extraction (see section 1.4 concerning the use of this extract for volatile organics). If volatile organics are of concern, another aliquot may be needed. Quality control measures may require additional aliquots. Further, it is always wise to collect more samples just in case something goes wrong with the initial attempt to conduct the test.

6.3 Preservatives shall not be added to samples before extraction.

6.4 Samples may be refrigerated unless refrigeration results in irreversible physical change to the waste. If precipitation occurs, the entire sample (including precipitate) should be extracted.

² TEDLAR[®] is a trademark of Du Pont.

6.5 When the waste is to be evaluated for volatile analytes, care shall be taken to minimize the loss of volatiles. Samples shall be collected and stored in a manner intended to prevent the loss of volatile analytes (e.g., samples should be collected in Teflon-lined septum capped vials and stored at 4°C. Samples should be opened only immediately prior to extraction).

6.6 TCLP extracts should be prepared for analysis and analyzed as soon as possible following extraction. Extracts or portions of extracts for metallic analyte determinations must be acidified with nitric acid to a pH <2, unless precipitation occurs (see section 7.2.14 if precipitation occurs). Extracts should be preserved for other analytes according to the guidance given in the individual analysis methods. Extracts or portions of extracts for organic analyte determinations shall not be allowed to come into contact with the atmosphere (i.e., no headspace) to prevent losses. See section 8.0 (QA requirements) for acceptable sample and extract holding times.

7.0 Procedure

7.1 Preliminary Evaluations. Perform preliminary TCLP evaluations on a minimum 100 gram aliquot of waste. This aliquot may not actually undergo TCLP extraction. These preliminary evaluations include: (1) Determination of the percent solids (section 7.1.1); (2) determination of whether the waste contains insignificant solids and is, therefore, its own extract after filtration (section 7.1.2); (3) determination of whether the solid portion of the waste requires particle size reduction (section 7.1.3); and (4) determination of which of the two extraction fluids are to be used for the nonvolatile TCLP extraction of the waste (section 7.1.4).

7.1.1 Preliminary determination of percent solids: Percent solids is defined as that fraction of a waste sample (as a percentage of the total sample) from which no liquid may be forced out by an applied pressure, as described below.

7.1.1.1 If the waste will obviously yield no liquid when subjected to pressure filtration (i.e., is 100% solids) proceed to section 7.1.3.

7.1.1.2 If the sample is liquid or multiphasic, liquid/solid separation to make a preliminary determination of percent solids is required. This involves the filtration device described in section 4.3.2 and is outlined in sections 7.1.1.3 through 7.1.1.9.

7.1.1.3 Pre-weigh the filter and the container that will receive the filtrate.

7.1.1.4 Assemble the filter holder and filter following the manufacturer's instructions. Place the filter on the support screen and secure.

7.1.1.5 Weigh out a subsample of the waste (100 gram minimum) and record the weight.

7.1.1.6 Allow slurries to stand to permit the solid phase to settle. Wastes that settle slowly may be centrifuged prior to filtration. Centrifugation is to be used only as an aid to filtration. If used, the liquid should be decanted and filtered followed by filtration of the solid portion of the waste through the same filtration system.

7.1.1.7 Quantitatively transfer the waste sample to the filter holder (liquid and solid phases). Spread the waste sample evenly over the surface of the filter. If filtration of the waste at 4°C reduces the amount of expressed liquid over what would be expressed at room temperature then allow the sample to warm up to room temperature in the device before filtering.

Note: If waste material (>1% of original sample weight) has obviously adhered to the container used to transfer the sample to the filtration apparatus, determine the weight of this residue and subtract it from the sample weight determined in section 7.1.1.5 to determine the weight of the waste sample that will be filtered.

Gradually apply vacuum or gentle pressure of 1-10 psi, until air or pressurizing gas moves through the filter. If this point is not reached under 10 psi, and if no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, slowly increase the pressure in 10 psi increments to a maximum of 50 psi. After each incremental increase of 10 psi, if the pressurizing gas has not moved through the filter, and if no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, proceed to the next 10 psi increment. When the pressurizing gas begins to move through the filter, or when liquid flow has ceased at 50 psi (i.e., filtration does not result in any additional filtrate within any 2 minute period), stop the filtration.

Note: Instantaneous application of high pressure can degrade the glass fiber filter and may cause premature plugging.

7.1.1.8 The material in the filter holder is defined as the solid phase of the waste, and the filtrate is defined as the liquid phase.

Note: Some wastes, such as oily wastes and some paint wastes, will obviously contain some material that appears to be a liquid. Even after applying vacuum or pressure filtration, as outlined in section 7.1.1.7, this material may not filter. If this is the case, the material within the filtration device is defined as a solid. Do not replace the original filter with a fresh filter under any circumstances. Use only one filter.

7.1.1.9 Determine the weight of the liquid phase by subtracting the weight of the filtrate container (see section 7.1.1.3) from the total weight of the filtrate-filled container. Determine the weight of the solid phase of the waste sample by subtracting the weight of the liquid phase from the weight of the total waste sample, as determined in section 7.1.1.5 or 7.1.1.7.

Record the weight of the liquid and solid phases. Calculate the percent solids as follows:

$$\text{Percent solids} = \frac{\text{Weight of solid (section 7.1.1.9)}}{\text{Total weight of waste (Step 7.1.1.5 or 7.1.1.7)}} \times 100$$

* 7.1.2 If the percent solids determined in section 7.1.1.9 is equal to or greater than 0.5%, then proceed either to section 7.1.3 to determine whether the solid material requires particle size reduction or to section 7.1.2.1 if it is noticed that a small amount of the filtrate is entrained in wetting of the filter. If the percent solids determined in section 7.1.1.9 is less than 0.5%, then proceed to section 7.2.9 if the nonvolatile TCLP is to be performed and to section 7.3 with a fresh portion of the waste if the volatile TCLP is to be performed.

7.1.2.1 Remove the solid phase and filter from the filtration apparatus.

7.1.2.2 Dry the filter and solid phase at 100±20°C until two successive weighings yield the same value within ±1%. Record the final weight.

Note: Caution should be taken to ensure that the subject solid will not flash upon heating. It is recommended that the drying oven be vented to a hood or other appropriate device.

7.1.2.3 Calculate the percent dry solids as follows:

$$\% \text{ dry solids} = \frac{(\text{Weight of dry waste+filter}) - \text{tared weight of filter}}{\text{Initial weight of waste (section 7.1.1.5 or 7.1.1.7)}} \times 100$$

7.1.2.4 If the percent dry solids is less than 0.5%, then proceed to section 7.2.9 if the nonvolatile TCLP is to be performed, and to section 7.3 if the volatile TCLP is to be performed. If the percent dry solids is greater than or equal to 0.5%, and if the nonvolatile TCLP is to be performed, return to the beginning of this section (7.1) and, with a fresh portion of waste, determine whether particle size reduction is necessary (section 7.1.3) and determine the appropriate extraction fluid (section 7.1.4). If only the volatile TCLP is to be performed, see the note in section 7.1.4.

7.1.3 Determination of whether the waste requires particle size reduction (particle size is reduced during this step): Using the solid portion of the waste, evaluate the solid for particle size. Particle size reduction is required, unless the solid has a surface area per gram of material equal to or greater than 3.1 cm^2 , or is smaller than 1 cm in its narrowest dimension (i.e., is capable of passing through a 9.5 mm (0.375 inch) standard sieve). If the surface area is smaller or the particle size larger than described above, prepare the solid portion of the waste for extraction by crushing, cutting, or grinding the waste to a surface area or particle size as described above. If the solids are prepared for organic volatiles extraction, special precautions must be taken (see section 7.3.6).

Note: Surface area criteria are meant for filamentous (e.g., paper, cloth, and similar) waste materials. Actual measurement of surface area is not required, nor is it recommended. For materials that do not obviously meet the criteria, sample-specific methods would need to be developed and employed to measure the surface area. Such methodology is currently not available.

7.1.4 Determination of appropriate extraction fluid: If the solid content of the waste is greater than or equal to 0.5% and if the sample will be extracted for nonvolatile constituents (section 7.2), determine the appropriate fluid (section 5.7) for the nonvolatiles extraction as follows:

Note: TCLP extraction for volatile constituents uses only extraction fluid #1 (section 5.7.1). Therefore, if TCLP extraction for nonvolatiles is not required, proceed to section 7.3.

7.1.4.1 Weigh out a small subsample of the solid phase of the waste, reduce the solid (if necessary) to a particle size of approximately 1 mm in diameter or less, and transfer 5.0 grams of the solid phase of the waste to a 500 mL beaker or Erlenmeyer flask. *See on Remedy* *Vol 7.1.1*

7.1.4.2 Add 96.5 mL of reagent water to the beaker, cover with a watchglass, and stir vigorously for 5 minutes using a magnetic stirrer. Measure and record the pH. If the pH is <5.0 , use extraction fluid #1. Proceed to section 7.2.

7.1.4.3 If the pH from section 7.1.4.2 is >5.0 , add 3.5 mL 1N HCl slurry briefly, cover with a watchglass, heat to 50°C , and hold at 50°C for 10 minutes.

7.1.4.4 Let the solution cool to room temperature and record the pH. If the pH is <5.0 , use extraction fluid #1. If the pH is >5.0 , use extraction fluid #2. Proceed to section 7.2.

7.1.5 If the aliquot of the waste used for the preliminary evaluation (sections 7.1.1-7.1.4) was determined to be 100% solid at section 7.1.1.1, then it can be used for the section 7.2 extraction (assuming at least 100 grams remain), and the section 7.3 extraction (assuming at least 25 grams remain). If the aliquot was subjected to the procedure in section 7.1.1.7, then another aliquot shall be used for the volatile extraction procedure in section 7.3. The aliquot of the waste subjected to the procedure in section 7.1.1.7 might be appropriate for use for the section 7.2 extraction if an adequate amount of solid (as determined by section 7.1.1.9) was obtained. The amount of solid necessary is dependent upon whether a sufficient amount of extract will be produced to support the analyses. If an adequate amount of solid remains, proceed to section 7.2.10 of the nonvolatile TCLP extraction.

7.2 Procedure When Volatiles are not Involved. A minimum sample size of 100 grams (solid and liquid phases) is recommended. In some cases, a larger sample size may be appropriate, depending on the solids content of the waste sample (percent solids, See section 7.1.1), whether the initial liquid phase of the waste will be miscible with the aqueous extract of the solid, and whether inorganics, semivolatile organics, pesticides, and herbicides are all analytes of concern. Enough solids should be generated for extraction such that the volume of TCLP extract will be sufficient to support all of the analyses required. If the amount of extract generated by a single TCLP extraction will not be sufficient to perform all of the analyses, more than one extraction may be performed and the extracts from each combined and aliquoted for analysis.

7.2.1 If the waste will obviously yield no liquid when subjected to pressure filtration (i.e., is 100% solid, see section 7.1.1), weigh out a subsample of the waste (100 gram minimum) and proceed to section 7.2.9.

7.2.2 If the sample is liquid or multiphase, liquid/solid separation is required. This involves the filtration device described in section 4.3.2 and is outlined in sections 7.2.3 to 7.2.8.

7.2.3 Pre-weigh the container that will receive the filtrate.

7.2.4 Assemble the filter holder and filter following the manufacturer's instructions. Place the filter on the support screen and secure. Acid-wash the filter if evaluating the mobility of metals (see section 4.4).

Note: Acid-washed filters may be used for all nonvolatile extractions even when metals are not of concern.

7.2.5 Weigh out a subsample of the waste (100 gram minimum) and record the weight. If the waste contains $<0.5\%$ dry solids (section 7.1.2), the liquid portion of the waste, after filtration, is defined as the TCLP extract. Therefore, enough of the sample should be filtered so that the amount of filtered liquid will support all of the analyses required of the TCLP extract. For wastes containing $>0.5\%$ dry solids (sections 7.1.1 or 7.1.2), use the percent solids information obtained in section 7.1.1 to determine the optimum sample size (100 gram minimum) for filtration. Enough solids should be generated by filtration to support the analyses to be performed on the TCLP extract.

7.2.6 Allow slurries to stand to permit the solid phase to settle. Wastes that settle slowly may be centrifuged prior to filtration. Use centrifugation only as an aid to filtration. If the waste is centrifuged, the liquid should be decanted and filtered followed by filtration of the solid portion of the waste through the same filtration system.

7.2.7 Quantitatively transfer the waste sample (liquid and solid phases) to the filter holder (see section 4.3.2). Spread the waste sample evenly over the surface of the filter. If filtration of the waste at 4°C reduces the amount of expressed liquid over what would be expressed at room temperature, then allow the sample to warm up to room temperature in the device before filtering.

Note: If waste material ($>1\%$ of the original sample weight) has obviously adhered to the container used to transfer the sample to the filtration apparatus, determine the weight of this residue and subtract it from the sample weight determined in section 7.2.5, to determine the weight of the waste sample that will be filtered.

Gradually apply vacuum or gentle pressure of 1-10 psi, until air or pressurizing gas moves through the filter. If this point is reached under 10 psi, and if no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, slowly increase the pressure in 10 psi increments to a maximum of 50 psi. After each incremental increase of 10 psi, if the pressurizing gas has not moved through the filter, and if no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, proceed to the next 10 psi increment. When the pressurizing gas begins to move through the filter, or when the liquid flow has ceased at 50 psi (i.e., filtration does not result in any additional filtrate within a 2 minute period), stop the filtration.

TCLP

Note: Instantaneous application of high pressure can degrade the glass fiber filter and may cause premature plugging.

7.2.8 The material in the filter holder is defined as the solid phase of the waste, and the filtrate is defined as the liquid phase. Weigh the filtrate. The liquid phase may now be either analyzed (See section 7.2.12) or stored at 4°C until time of analysis.

Note: Some wastes, such as oily wastes and some paint wastes, will obviously contain some material that appears to be a liquid. Even after applying vacuum or pressure filtration, as outlined in section 7.2.7, this material may not filter. If this is the case, the material within the filtration device is defined as a solid and is carried through the extraction as a solid. Do not replace the original filter with a fresh filter under any circumstances. Use only one filter.

7.2.9 If the waste contains <0.5% dry solids (see section 7.1.2), proceed to section 7.2.13. If the waste contains >0.5% dry solids (see section 7.1.1 or 7.1.2), and if particle size reduction of the solid was needed in section 7.1.3, proceed to section 7.2.10. If the waste as received passes a 9.5 mm sieve, quantitatively transfer the solid material into the extractor bottle along with the filter used to separate the initial liquid from the solid phase, and proceed to section 7.2.11.

7.2.10 Prepare the solid portion of the waste for extraction by crushing, cutting, or grinding the waste to a surface area or particle size as described in section 7.1.3. When the surface area or particle size has been appropriately altered, quantitatively transfer the solid material into an extractor bottle. Include the filter used to separate the initial liquid from the solid phase.

Note: Sieving of the waste is not normally required. Surface area requirements are meant for filamentous (e.g., paper, cloth) and similar waste materials. Actual measurement of surface area is not recommended. If sieving is necessary, a Teflon-coated sieve should be used to avoid contamination of the sample.

7.2.11 Determine the amount of extraction fluid to add to the extractor vessel as follows:

$$\text{Weight of extraction fluid} = \frac{20 \times \text{percent solids (section 7.1.1)} \times \text{weight of waste filtered (section 7.2.5 or 7.2.7)}}{100}$$

For 5.7 per preparation

Slowly add this amount of appropriate extraction fluid (see section 7.1.4) to the extractor vessel. Close the extractor bottle tightly (it is recommended that Teflon tape be used to ensure a tight seal), secure in rotary agitation device, and rotate at 30 ± 2 rpm for 18 ± 2 hours. Ambient temperature (i.e., temperature of room in which extraction takes place) shall be maintained at 23 ± 2°C during the extraction period.

Note: As agitation continues, pressure may build within the extractor bottle for some types of wastes (e.g., limed or calcium carbonate containing waste may evolve gases such as carbon dioxide). To relieve excess pressure, the extractor bottle may be periodically opened (e.g., after 15 minutes, 30 minutes, and 1 hour) and vented into a hood.

7.2.12 Following the 18 ± 2 hour extraction, separate the material in the extractor vessel into its component liquid and solid phases by filtering through a new glass fiber filter, as outlined in section 7.2.7. For final filtration of the TCLP extract, the glass fiber filter may be changed, if necessary, to facilitate filtration. Filter(s) shall be acid-washed (see section 4.4) if evaluating the mobility of metals.

7.2.13 Prepare the TCLP extract as follows:

7.2.13.1 If the waste contained no initial liquid phase, the filtered liquid material obtained from section 7.2.12 is defined as the TCLP extract. Proceed to section 7.2.14.

7.2.13.2 If compatible (e.g., multiple phases will not result on combination), combine the filtered liquid resulting from section 7.2.12 with the initial liquid phase of the waste obtained in section 7.2.7. This combined liquid is defined as the TCLP extract. Proceed to section 7.2.14.

7.2.13.3 If the initial liquid phase of the waste, as obtained from section 7.2.7, is not or may not be compatible with the filtered liquid resulting from section 7.2.12, do not combine these liquids. Analyze these liquids, collectively defined as the TCLP extract, and combine the results mathematically, as described in section 7.2.14.

7.2.14 Following collection of the TCLP extract, the pH of the extract should be recorded. Immediately aliquot and preserve the extract for analysis. Metals aliquots must be acidified with nitric acid to pH < 2. If precipitation is observed upon addition of nitric acid to a small aliquot of the extract, then the remaining portion of the extract for metals analyses shall not be acidified and the extract shall be analyzed as soon as possible. All other aliquots must be stored under refrigeration (4°C) until analyzed. The TCLP extract shall be prepared and analyzed according to appropriate analytical methods. TCLP extracts to be analyzed for metals shall be acid digested except in those instances where digestion causes loss of metallic analytes. If an analysis of the undigested extract shows that the concentration of any regulated metallic analyte exceeds the regulatory level, then the waste is hazardous and digestion of the extract is not necessary. However, data on undigested extracts alone cannot be used to demonstrate that the waste is not hazardous. If the individual phases are to be analyzed separately, determine the volume of the individual phases (to ±0.5%), conduct the appropriate analyses, and combine the results mathematically by using a simple volume-weighted average:

$$\text{Final Analyte Concentration} = \frac{(V_1)(C_1) + (V_2)(C_2)}{V_1 + V_2}$$

where:

V₁ = The volume of the first phase (L).

C₁ = The concentration of the analyte of concern in the first phase (mg/L).

V₂ = The volume of the second phase (L).

C₂ = The concentration of the analyte of concern in the second phase (mg/L).

7.2.15 Compare the analyte concentrations in the TCLP extract with the levels identified in the appropriate regulations. Refer to section 8.0 for quality assurance requirements.

7.3 Procedure When Volatiles are Involved. Use the ZHE device to obtain TCLP extract for analysis of volatile compounds only. Extract resulting from the use of the ZHE shall not be used to evaluate the mobility of nonvolatile analytes (e.g., metals, pesticides, etc.).

The ZHE device has approximately a 500 mL internal capacity. The ZHE can thus accommodate a maximum of 25 grams of solid (defined as that fraction

of a sample from which no additional liquid may be forced out by an applied pressure of 50 psi), due to the need to add an amount of extraction fluid equal to 20 times the weight of the solid phase.

Charge the ZHE with sample only once and do not open the device until the final extract (of the solid) has been collected. Repeated filling of the ZHE to obtain 25 grams of solid is not permitted.

Do not allow the waste, the initial liquid phase, or the extract to be exposed to the atmosphere for any more time than is absolutely necessary. Any manipulation of these materials should be done when cold (4°C) to minimize loss of volatiles.

7.3.1 Pre-weigh the (evacuated) filtrate collection container (See section 4.6) and set aside. If using a TEDLAR® bag, express all liquid from the ZHE device into the bag, whether for the initial or final liquid/solid separation, and take an aliquot from the liquid in the bag for analysis. The containers listed in section 4.6 are recommended for use under the conditions stated in sections 4.6.1-4.6.3.

7.3.2 Place the ZHE piston within the body of the ZHE (it may be helpful first to moisten the piston O-rings slightly with extraction fluid). Adjust the piston within the ZHE body to a height that will minimize the distance the piston will have to move once the ZHE is charged with sample (based upon sample size requirements determined from section 7.3, section 7.1.1 and/or 7.1.2). Secure the gas inlet/outlet flange (bottom flange) onto the ZHE body in accordance with the manufacturer's instructions. Secure the glass fiber filter between the support screens and set aside. Set liquid inlet/outlet flange (top flange) aside.

7.3.3 If the waste is 100% solid (see section 7.1.1), weigh out a subsample (25 gram maximum) of the waste, record weight, and proceed to section 7.3.5.

7.3.4 If the waste contains <5% dry solids (section 7.1.2), the liquid portion of waste, after filtration, is defined as the TCLP extract. Filter enough of the sample so that the amount of filtered liquid will support all of the volatile analyses required. For wastes containing >5% dry solids (sections 7.1.1 and/or 7.1.2), use the percent solids information obtained in section 7.1.1 to determine the optimum sample size to charge into the ZHE. The recommended sample size is as follows:

7.3.4.1 For wastes containing <5% solids (see Section 7.1.1), weigh out a 500 gram subsample of waste and record the weight.

7.3.4.2 For wastes containing >5% solids (see Section 7.1.1), determine the amount of waste to charge into the ZHE as follows:

$$\text{Weight of waste to charge ZHE} = \frac{25}{\text{percent solids (section 7.1.1)}} \times 100$$

Weigh out a subsample of the waste of the appropriate size and record the weight.

7.3.5 If particle size reduction of the solid portion of the waste was required in section 7.1.3, proceed to section 7.3.6. If particle size reduction was not required in section 7.1.3, proceed to section 7.3.7.

7.3.6 Prepare the waste for extraction by crushing, cutting, or grinding the solid portion of the waste to a surface area or particle size as described in section 7.1.3.1. Wastes and appropriate reduction equipment should be refrigerated, if possible, to 4°C prior to particle size reduction. The means used to effect particle size reduction must not generate heat in and of itself. If reduction of the solid phase of the waste is necessary, exposure of the waste to the atmosphere should be avoided to the extent possible.

Note: Sieving of the waste is not recommended due to the possibility that volatiles may be lost. The use of an appropriately graduated ruler is recommended as an acceptable alternative. Surface area requirements are meant for filamentous (e.g., paper, cloth) and similar waste materials. Actual measurement of surface area is not recommended.

When the surface area or particle size has been appropriately altered, proceed to section 7.3.7.

7.3.7 Waste slurries need not be allowed to stand to permit the solid phase to settle. Do not centrifuge wastes prior to filtration.

7.3.8 Quantitatively transfer the entire sample (liquid and solid phases) quickly to the ZHE. Secure the filter and support screens onto the top flange of the device and secure the top flange to the ZHE body in accordance with the manufacturer's instructions. Tighten all ZHE fittings and place the device in the vertical position (gas inlet/outlet flange on the bottom). Do not attach the extract collection device to the top plate.

Note: If waste material (>1% of original sample weight) has obviously adhered to the container used to transfer the sample to the ZHE, determine the weight of this residue and subtract it from the sample weight determined in section 7.3.4 to determine the weight of the waste sample that will be filtered.

Attach a gas line to the gas inlet/outlet valve (bottom flange) and, with the liquid inlet/outlet valve (top flange) open, begin applying gentle pressure of 1-10 psi (or more if necessary) to force all headspace slowly out of the ZHE device into a hood. At the first appearance of liquid from the liquid inlet/outlet valve, quickly close the valve and discontinue pressure. If filtration of the waste at 4°C reduces the amount of expressed liquid over what would be expressed at room temperature, then allow the sample to warm up to room temperature in the device before filtering. If the waste is 100% solid (see section 7.1.1), slowly increase the pressure to a maximum of 50 psi to force most of the headspace out of the device and proceed to section 7.3.12.

7.3.9 Attach the evacuated pre-weighed filtrate collection container to the liquid inlet/outlet valve and open the valve. Begin applying gentle pressure of 1-10 psi to force the liquid phase of the sample into the filtrate collection container. If no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, slowly increase the pressure in 10 psi increments to a maximum of 50 psi. After each incremental increase of 10 psi, if no additional liquid has passed through the filter in any 2 minute interval, proceed to the next 10 psi increment. When liquid flow has ceased such that continued pressure filtration at 50 psi does not result in any additional filtrate within a 2 minute period, stop the filtration. Close the liquid inlet/outlet valve, discontinue pressure to the piston, and disconnect and weigh the filtrate collection container.

Note: Instantaneous application of high pressure can degrade the glass fiber filter and may cause premature plugging.

7.3.10 The material in the ZHE is defined as the solid phase of the waste and the filtrate is defined as the liquid phase.

Note: Some wastes, such as oily wastes and some paint wastes, will obviously contain some material that appears to be a liquid. Even after applying pressure filtration, this material will not filter. If this is the case, the material within the filtration device is defined as a solid and is carried through the TCLP extraction as a solid.

If the original waste contained <0.5% dry solids (see section 7.1.2), this filtrate is defined as the TCLP extract and is analyzed directly. Proceed to section 7.3.15.

TCLP

7.3.11 The liquid phase may now be either analyzed immediately (See sections 7.3.13 through 7.3.15) or stored at 4°C under minimal headspace conditions until time of analysis.

Determine the weight of extraction fluid #1 to add to the ZHE as follows:

$$\text{Weight of extraction fluid} = \frac{20 \times \text{percent solids (section 7.1.1)} \times \text{weight of waste filtered (section 7.3.4 or 7.3.8)}}{100}$$

7.3.12 The following sections detail how to add the appropriate amount of extraction fluid to the solid material within the ZHE and agitation of the vessel. Extraction fluid #1 is used in all cases (See section 5.7).

7.3.12.1 With the ZHE in the vertical position, attach a line from the extraction fluid reservoir to the liquid inlet/outlet valve. The line used must contain fresh extraction fluid and should be preflushed with fluid to eliminate any air pockets in the line. Release gas pressure on the ZHE (from the gas inlet/outlet valve), open the liquid inlet/outlet valve, and begin transferring extraction fluid (by pumping or similar means) into the ZHE. Continue pumping extraction fluid into the ZHE until the appropriate amount of fluid has been introduced into the device.

7.3.12.2 After the extraction fluid has been added, immediately close the liquid inlet/outlet valve and disconnect the extraction fluid line. Close the ZHE to ensure that all valves are in their closed positions. Manually rotate the device in an end-over-end fashion 2 or 3 times. Reposition the ZHE in the vertical position with the liquid inlet/outlet valve on top. Pressurize the ZHE to 5-10 psi (if necessary) and slowly open the liquid inlet/outlet valve to bleed out any headspace (into a hood) that may have been introduced due to the addition of extraction fluid. This bleeding shall be done quickly and shall be stopped at the first appearance of liquid from the valve. Re-pressurize the ZHE with 5-10 psi and check all fittings to ensure that they are closed.

7.3.12.3 Place the ZHE in the rotary agitation apparatus (if it is not already there) and rotate at 30 ± 2 rpm for 18 ± 2 hours. Ambient temperature (i.e., temperature of room in which extraction occurs) shall be maintained at $22 \pm 3^\circ\text{C}$ during agitation.

7.3.13 Following the 18 ± 2 hour agitation period, check the pressure behind the ZHE piston by quickly opening and closing the gas inlet/outlet valve and noting the escape of gas. If the pressure has not been maintained (i.e., no gas release observed), the device is leaking. Check the ZHE for leaks as specified in section 4.2.1, and perform the extraction again with a new sample of waste. If the pressure within the device has been maintained, the material in the extractor vessel is once again separated into its component liquid and solid phases. If the waste contained an initial liquid phase, liquid may be filtered directly into the same filtrate collection container (i.e., TEDLAR® bag) holding the initial liquid phase of the waste. A separate filtrate collection container must be used if combining would create multiple phases, or there is not enough volume left within the filtrate collection container. Filter through the glass fiber filter, using the ZHE device as discussed in section 7.3.9. All extract shall be filtered and collected in a TEDLAR® bag is used, if the extract is multiphase, or if the waste contained an initial liquid phase (see sections 4.6 and 7.3.1).

Note: An in-line glass fiber filter may be used to filter the material within the ZHE if it is suspected that the glass fiber filter has been ruptured.

7.3.14 If the original waste contained no initial liquid phase, the filtered liquid material obtained from section 7.3.13 is defined as the TCLP extract. If the waste contained an initial liquid phase, the filtered liquid material obtained from section 7.3.13 and the initial liquid phase (section 7.3.9) collectively defined as the TCLP extract.

7.3.15 Following collection of the TCLP extract, immediately prepare the extract for analysis and store with minimal headspace at 4°C until analyzed. Analyze the TCLP extract according to the appropriate analytical methods. If the individual phases are to be analyzed separately (i.e., are not miscible), determine the volume of the individual phases (to 0.5%), conduct the appropriate analyses, and combine the results mathematically by using a suitable volume-weighted average:

$$\text{Final analyte concentration} = \frac{(V_1)(C_1) + (V_2)(C_2)}{V_1 + V_2}$$

where:

V_1 = The volume of the first phases (L).

C_1 = The concentration of the analyte of concern in the first phase (mg/L).

V_2 = The volume of the second phase (L).

C_2 = The concentration of the analyte of concern in the second phase (mg/L).

7.3.16 Compare the analyte concentrations in the TCLP extract with the levels identified in the appropriate regulations. Refer to section 8.0 for quality assurance requirements.

8.0 Quality Assurance

8.1 A minimum of one blank (using the same extraction fluid as used for the samples) must be analyzed for every 20 extractions that have been conducted in an extraction vessel.

8.2 A matrix spike shall be performed for each waste type (e.g., wastewater treatment sludge, contaminated soil, etc.) unless the result exceeds the regulatory level and the data is being used solely to demonstrate that the waste property exceeds the regulatory level. A minimum of one matrix spike must be analyzed for each analytical batch. The bias determined from the matrix spike determination shall be used to correct the measured values. (See sections 8.2.4 and 8.2.5). As a minimum, follow the matrix spike addition guidance provided in each analytical method.

8.2.1 Matrix spikes are to be added after filtration of the TCLP extract and before preservation. Matrix spikes should not be added prior to TCLP extraction of the sample.

8.2.2 In most cases, matrix spikes should be added at a concentration equivalent to the corresponding regulatory level. If the analyte concentration is less than one half the regulatory level, the spike concentration may be as low as one half of the analyte concentration, but may not be less than 10 times the method detection limit. In order to avoid differences in matrix effects, the matrix spikes must be added to the same nominal volume of TCLP extract as that which was analyzed for the unspiked sample.

8.2.3 The purpose of the matrix spike is to monitor the performance of the analytical methods used, and to determine whether matrix interferences exist.

TCLP

Use of other internal calibration methods, modification of the analytical methods, or use of alternate analytical methods may be needed to accurately measure the analyte concentration of the TCLP extract when the recovery of the matrix spike is below the expected analytical method performance.

8.2.4 Matrix spike recoveries are calculated by the following formula:

$$\%R (\% \text{ Recovery}) = 100 (X_s - X_u)/K$$

where:

X_s = measured value for the spiked sample,

X_u = measured value for the unspiked sample, and

K = known value of the spike in the sample.

8.2.5 Measured values are corrected for analytical bias using the following formula:

$$X_c = 100 (X_u / \%R)$$

where:

X_c = corrected value, and

X_u = measured value of the unspiked sample.

8.3 All quality control measures described in the appropriate analytical methods shall be followed.

8.4 Samples must undergo TCLP extraction within the following time periods:

SAMPLE MAXIMUM HOLDING TIMES [Days]

	From: Field collection To: TCLP extraction	From: TCLP extraction To: Preparative extraction	From: Preparative extraction To: Determinative analysis	Total elapsed time
Volatiles	14	NA	14	28
Semivolatiles	14	7	40	61
Mercury	28	NA	28	56
Metals, except mercury	180	NA	180	360

NA = Not applicable.

If sample holding times are exceeded, the values obtained will be considered minimal concentrations. Exceeding the holding time is not acceptable in establishing that a waste does not exceed the regulatory level. Exceeding the holding time will not invalidate characterization if the waste exceeds the regulatory level.

TABLE 1.—VOLATILE ANALYTES ^{1,2}

Compound	CAS no.	Compound	CAS no.	Compound	CAS no.
Acetone	67-64-1	Ethyl acetate	141-78-6	Toluene	108-88-3
Benzene	71-43-2	Ethyl benzene	100-41-4	1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
n-Butyl alcohol	71-36-3	Ethyl ether	60-29-7	Trichloroethylene	79-01-6
Carbon disulfide	75-15-0	Isobutanol	78-83-1	Trichlorofluoromethane	75-69-4
Carbon tetrachloride	56-23-5	Methanol	67-56-1	1,1,2-Trichloro-1,2,2-tri- fluoroethane	76-13-1
Chlorobenzene	108-90-7	Methylene chloride	75-09-2	Vinyl chloride	75-01-4
Chloroform	67-66-3	Methyl ethyl ketone	78-93-3	Xylene	
1,2-Dichloroethane	107-06-2	Methyl isobutyl ketone	108-10-1		
1,1-Dichloroethylene	75-35-4	Tetrachloroethylene	127-18-4		
					1330-20-7

¹ When testing for any or all of these analytes, the zero-headspace extractor vessel shall be used instead of the bottle extractor.

² Benzene, carbon tetrachloride, chlorobenzene, chloroform, 1,2-dichloroethane, 1,1-dichloroethylene, methyl ethyl ketone, tetrachloroethylene, trichloroethylene, and vinyl chloride are toxicity characteristic constituents.

TCLP

TABLE 2—SUITABLE ROTARY AGITATION APPARATUS ¹

Company	Location	Model
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	Warrington, PA, (215) 343-4490 343-1986	4-vessel (DC20S), 8-vessel (DC20), 12-vessel (DC20B).
Associated Design and Manufacturing Company.	Alexandria, VA, (703) 549-5999. 547-0919	2-vessel (3740-2), 4-vessel (3740-4), 6-vessel (3740-6), 8-vessel (3740-8), 12-vessel (3740-12), 24-vessel (3740-24).
Environmental Machine and Design, Inc.	Lynchburg, VA, (804) 845-6424. 257-8876	8-vessel (08-00-00) 4-vessel (04-00-00).
IRA Machine Shop and Laboratory.	Santurce, PR, (809) 752-4004.	8-vessel (011001).
Lars Lande Manufacturing.	Whitmore Lake, MI, (313) 449-4116.	10-vessel (01VRE), 5-vessel (5VRE).
Millipore Corp.	Bedford, MA, (800) 225-3384.	4-ZHE or 4 1-liter, bottle extractor, (YT300RAHW).

¹ Any device that rotates the extraction vessel in an end-over-end fashion at 30 ± 2 rpm is acceptable.

TABLE 3—SUITABLE ZERO-HEADSPACE EXTRACTOR VESSELS ¹

Company	Location	Model No.
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	Warrington, PA, (215) 343-4490.	C102, Mechanical Pressure Device.
Associated Design & Manufacturing Company.	Alexandria, VA, (703) 549-5999.	3745-ZHE, Gas Pressure Device.
Lars Lande Manufacturing ² .	Whitmore Lake, MI, (313) 449-4116.	ZHE-11, Gas Pressure Device.
Millipore Corp.	Bedford, MA, (800) 225-3384.	YT30090HW, Gas Pressure Device
Environmental Machine and Design, Inc.	Lynchburg, VA, (804) 845-6424.	VOLA-TOX1, Gas Pressure Device.

¹ Any device that meets the specifications listed in section 4.2.1. of the method is acceptable.

² This device uses a 110 mm filter.

TABLE 4—SUITABLE FILTER HOLDERS ¹

Company	Location	Model	Size
Nucleopore Corporation.	Pleasanton, CA, (800) 882-7711.	425910 410400	142 mm. 47 mm.
Micro Filtration Systems.	Dublin, CA, (800) 334-7132, (415) 828-6010.	302400 311400	142 mm. 47 mm.
Millipore Corporation.	Bedford, MA, (800) 225-3384.	YT30142HW XX1004700	142 mm. 47 mm.

¹ Any device capable of separating the liquid from the solid phase of the waste is suitable, providing that it is chemically compatible with the waste and the constituents to be analyzed. Plastic devices (not listed above) may be used when only inorganic analytes are of concern. The 142 mm size filter holder is recommended.

TABLE 5—SUITABLE FILTER MEDIA ¹

Company	Location	Model	Pore size (μm)
Millipore Corporation.	Bedford, MA, (800) 225-3384.	AP40	0.7
Nucleopore Corporation.	Pleasanton, CA, (415) 463-2530.	211625	0.7
Whatman Laboratory Products, Inc.	Clifton, NJ, (201) 773-5800.	GFF	0.7
Micro Filtration Systems.	Dublin, CA, (800) 334-7132, (415) 828-6010.	GF75	0.7

¹ Any filter that meets the specifications in section 4.4 of the Method is suitable.

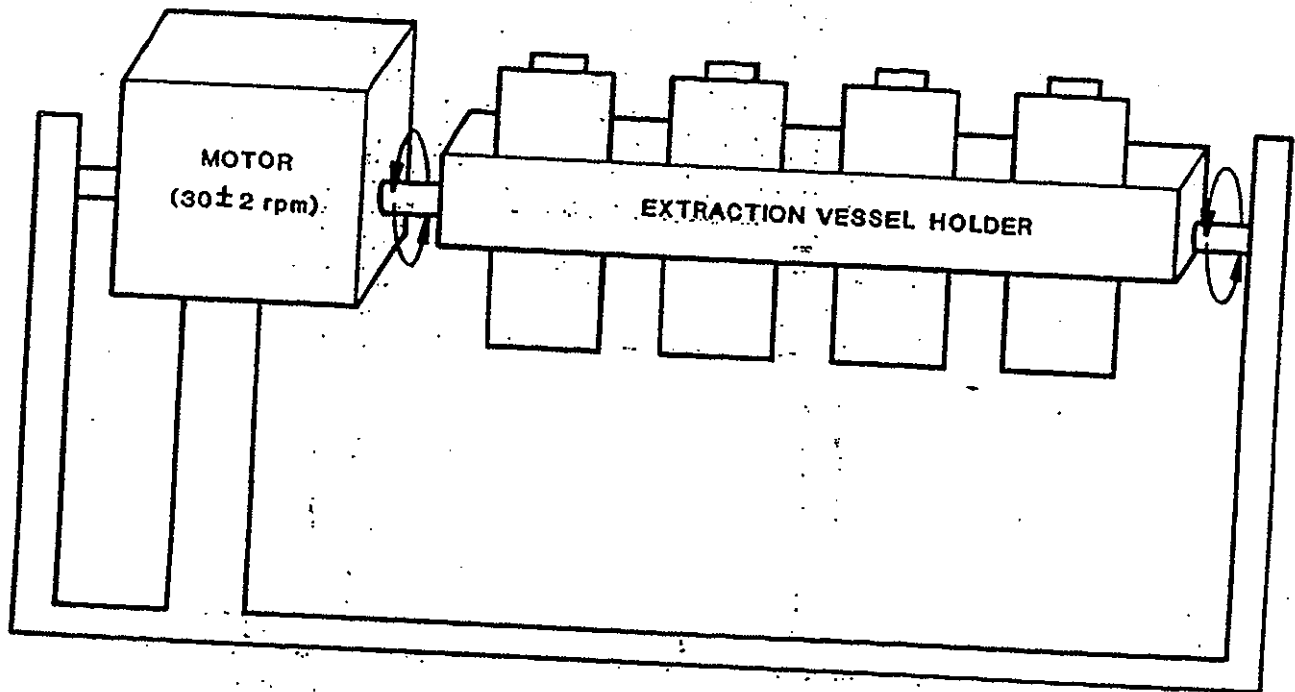


FIGURE 1: ROTARY AGITATION APPARATUS

TCLP

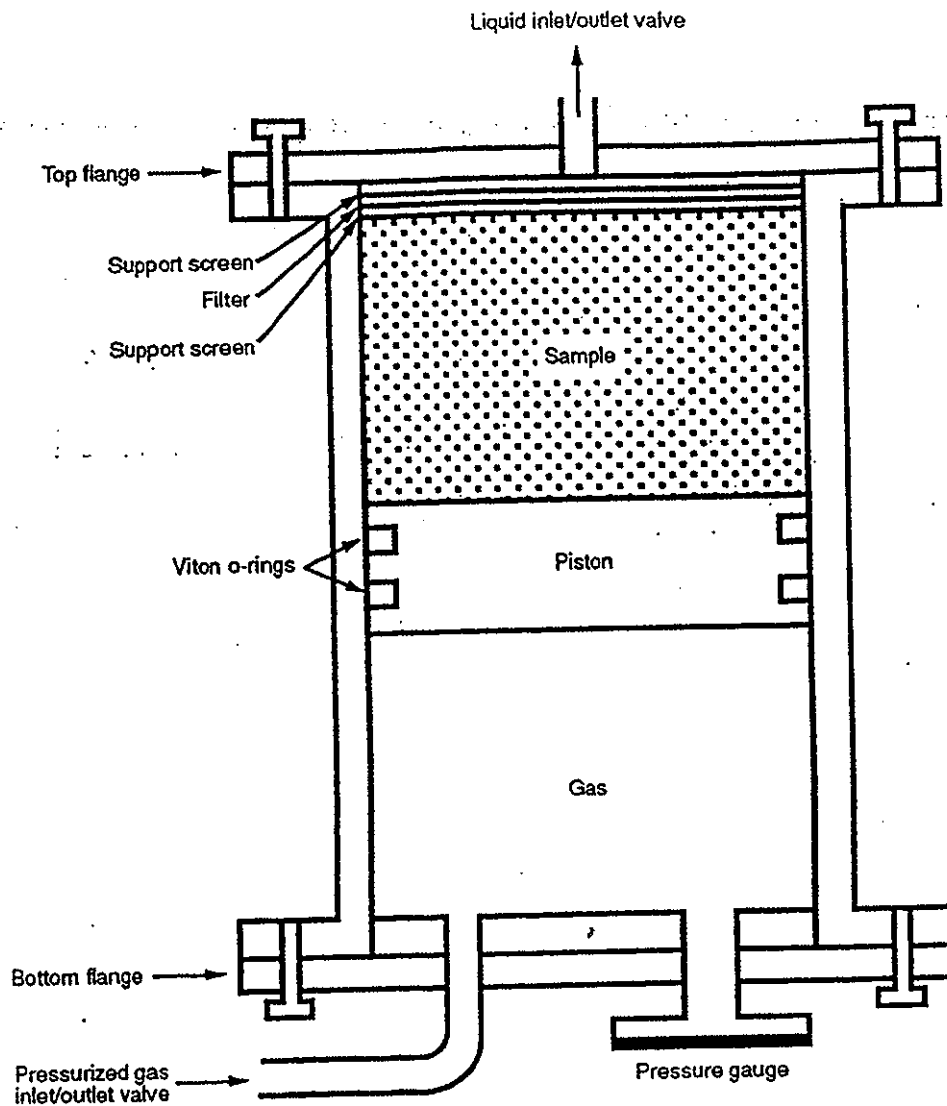
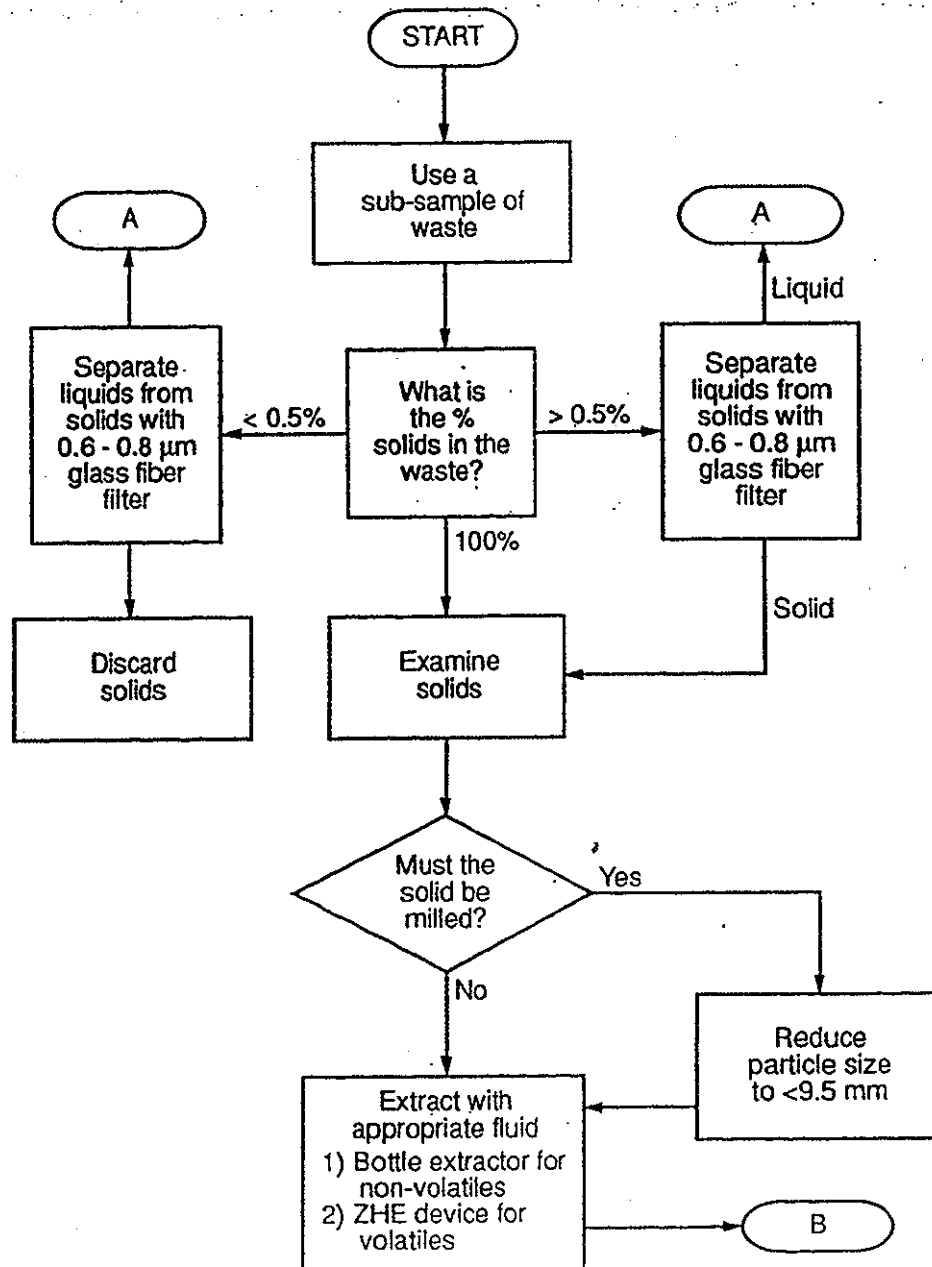


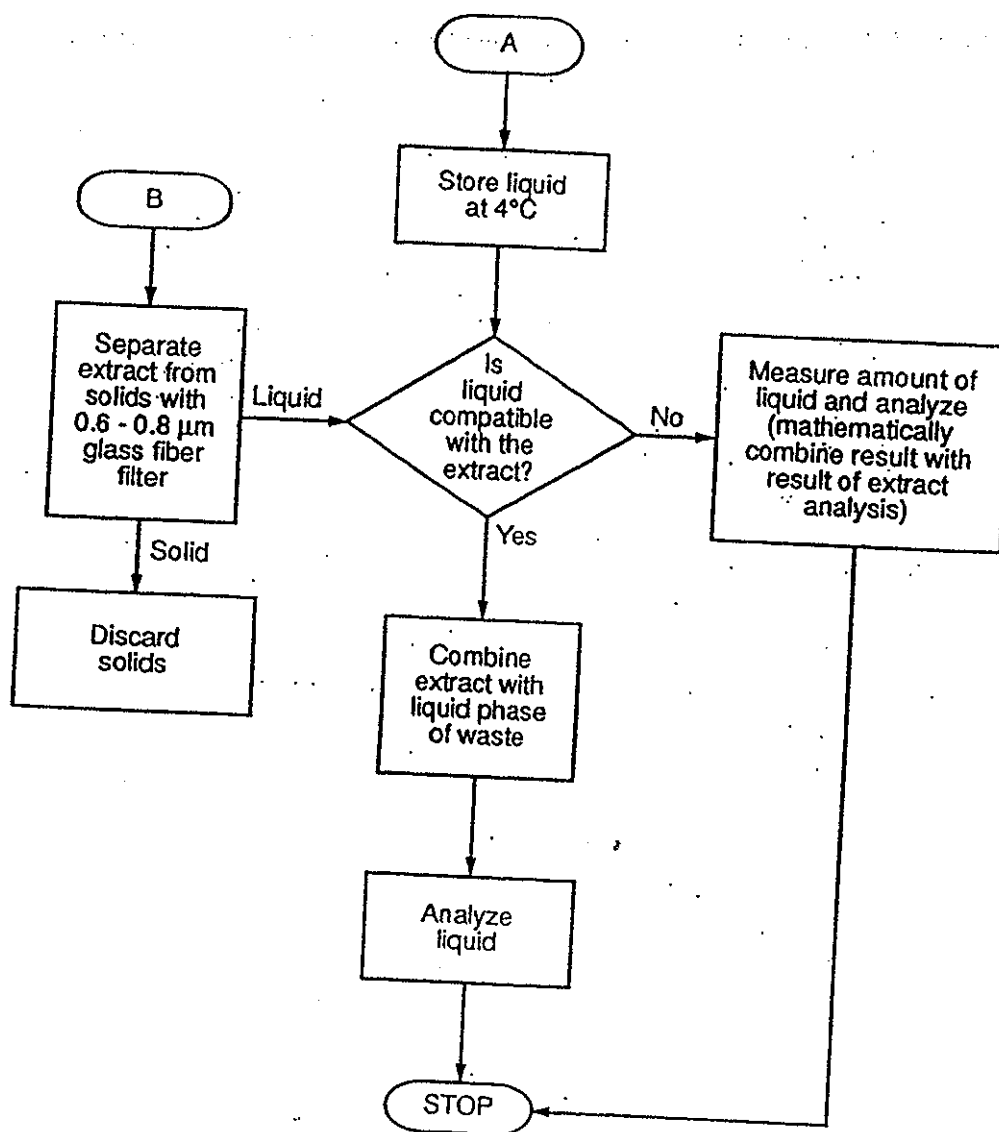
FIGURE 2: ZERO-HEADSPACE EXTRACTOR (ZHE)

METHOD 1311

TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHATE PROCEDURE



METHOD 1311 (CONTINUED) TOXICITY CHARACTERISTIC LEACHATE PROCEDURE



[45 FR 33119, May 19, 1980, as amended at 46 FR 35247, July 7, 1981; 55 FR 11863, Mar. 29, 1990; 55 FR 26987, June 29, 1990]

ANNEXE 3

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC

SOLS - DÉTERMINATION DU MERCURE

PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE

FORMATION DE VAPEUR

MENVIQ. 88.01/210 - Hg 1.1

INTRODUCTION

Le mercure est présent dans certains minéraux, des roches ignées, métamorphiques et sédimentaires, lié à de la matière organique. Il existe à l'état monovalent et bivalent, la concentration moyenne de mercure dans la croûte terrestre est de 0,08 mg/kg.

Les principales sources de mercure sont les effluents industriels (chlore et soude caustique, pharmaceutique et de pâtes et papiers), les pesticides utilisés pour le traitement des terres agricoles.

Le mercure est un élément toxique chez l'homme. La voie gastro-intestinale, le système nerveux, le système cardiovasculaire, l'appareil respiratoire et la peau sont les principaux systèmes affectés par l'exposition chronique au mercure.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination du mercure dans les sols.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 0,2 µg/L et 10 µg/L Hg. Le poids de l'échantillon utilisé étant de 0,5 g dilué dans 100 mL, le domaine d'application se situe entre 0,04 mg/kg et 2 mg/kg de Hg.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

La détermination du mercure s'effectue en 2 étapes. La première consiste en une digestion de l'échantillon en milieu acide et oxydant.

Dans la seconde étape, les ions mercuriques réduits en mercure élémentaire sont amenés sous forme gazeuse dans une cellule. Le mercure contenu dans la cellule est dosé par spectrophotométrie d'absorption atomique avec formation de vapeur.

La concentration de l'échantillon est déterminée par comparaison entre l'absorbance de l'échantillon et les absorbances d'une gamme d'étalons.

3. FIABILITÉ

Pour la définition des termes suivants, voir la section vocabulaire.

3.1 INTERFÉRENCES

Les composés organiques volatils, en particulier les aromatiques, peuvent absorber s'ils sont entraînés dans la cellule optique. Il faut porter beaucoup d'attention à toute manipulation de solvants organiques dans le voisinage de l'instrument.

3.2 LIMITE DE DÉTECTION

La limite de détection est de 0,04 mg/kg Hg.

3.3 LIMITE DE QUANTIFICATION

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.4 SENSIBILITÉ

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5 FIDÉLITÉ

3.5.1 Répétabilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.5.2 Reproductibilité

Aucune donnée statistique n'est disponible.

3.6 JUSTESSE

Aucune donnée statistique n'est disponible.

4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de verre ou de plastique exempt de contaminants.

Conserver l'échantillon à environ 4°C. Aucun agent de préservation n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

5. APPAREILLAGE

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1 - Spectrophotomètre d'absorption atomique de marque Perkin-Elmer (modèle 603).
 - 5.1.1 - Une cellule de quartz dont le trajet optique est de 15 cm.
 - 5.1.2 - Un support pour la cellule.
 - 5.1.3 - Une lampe E.D.L pour le mercure.
 - 5.1.4 - Une boîte d'alimentation pour une lampe E.D.L.
- 5.2 - Bouteilles à DBO de 300 mL.
- 5.3 - Une tête d'aération munie d'un joint rodé s'ajustant de façon étanche sur les bouteilles à DBO.
- 5.4 - Une trappe à humidité.
- 5.5 - Une trappe à mercure.
- 5.6 - Une étuve capable de maintenir une température de $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.
- 5.7 - Une pompe péristaltique pouvant débiter 3 litres d'air par minute.
- 5.8 - Un enregistreur de marque Perkin-Elmer, modèle 56.

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont exempts de mercure, à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

- 6.1 - Acide chlorhydrique, HCl .
- 6.2 - Acide nitrique, HNO_3 .
- 6.3 - Chlorure stanneux, SnCl_2 .
- 6.4 - Permanganate de potassium, KMnO_4 .
- 6.5 - Persulfate de potassium, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$.
- 6.6 - Chlorure d'hydroxylamine, $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$.
- 6.7 - Perchlorate de magnésium, $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$.
- 6.8 - Chlorure de mercure (A.C.S.), HgCl_2 .
- 6.9 - Chlorure de sodium, NaCl .
- 6.10 - Solution d'acide nitrique 10% (V/V).

Diluer 100 mL de HNO_3 dans environ 800 mL d'eau, laisser refroidir et compléter à 1000 mL avec de l'eau.

6.11 - Solution de persulfate de potassium 5% (P/V).

Dissoudre 50 g de $K_2S_2O_8$ dans environ 800 mL d'eau et compléter à 1000 mL avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois.

6.12 - Solution de permanganate de potassium 5% (P/V).

Dissoudre 50 g de $KMnO_4$ dans environ 800 mL d'eau. Faire bouillir pendant 10 minutes et laisser refroidir. Transférer dans une fiole jaugée de 1000 mL et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois.

6.13 - Solution combinée de chlorure de sodium 12% (P/V) et de chlorure d'hydroxylamine 12% (P/V).

Dissoudre 120 g de $NaCl$ et 120 g de $NH_2OH \cdot HCl$ dans environ 800 mL d'eau, puis compléter à 1000 mL avec de l'eau.

Cette solution se conserve un mois.

6.14 - Solution de chlorure stanneux 20% (P/V).

Dissoudre en chauffant ⁵⁰200 g de $SnCl_2$ dans environ 800 mL d'eau et laisser refroidir. Transférer dans une fiole jaugée de 1000 mL et compléter au trait de jauge avec de l'eau. (HCl 10%)

6.15 - Solution-étalon de mercure de 1000 mg/L Hg.

Utiliser une solution-étalon commerciale ou la préparer comme suit: dissoudre 1,354 g de $HgCl_2$ dans environ 800 mL d'eau, ajouter 1,5 mL de HNO_3 et compléter à 1000 mL avec de l'eau.

6.16 - Solution-étalon de mercure de 10 mg/L Hg.

Dans une fiole jaugée de 500 mL, introduire à l'aide d'une pipette, 5 mL de la solution-étalon de mercure de 1000 mg/L Hg et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.17 - Solution-étalon de mercure de 1 mg/L Hg.

Dans une fiole jaugée de 100 mL, introduire à l'aide d'une pipette, 10 mL de la solution-étalon de mercure de 10 mg/L Hg, ajouter 5 mL de HNO_3 et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.18 - Solution-étalon de mercure de 100 $\mu\text{g/L}$ Hg.

Dans une fiole jaugée de 100 mL, introduire à l'aide d'une pipette, 10 mL de la solution-étalon de mercure de 1 mg/L Hg et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.19 - Solution-étalon de mercure de 10 $\mu\text{g/L}$ Hg.

Dans une fiole jaugée de 100 mL, introduire à l'aide d'une pipette, 10 mL de la solution-étalon de mercure de 100 $\mu\text{g/L}$ Hg, ajouter 5 mL de HNO_3 dans environ 80 mL d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

7. PROTOCOLE ANALYTIQUE

7.1 TRAITEMENT DE LA VERRERIE

Toute la verrerie utilisée doit être soigneusement lavée et décontaminée après chaque usage selon la méthode suivante:

- Rincer avec HNO_3 10%.
- Rincer avec de l'eau.
- Sécher à 180°C pendant deux heures

7.2 PRÉPARATION DES SOLUTIONS-ÉTALONS DE MERCURE DE 5, 8 ET 10 $\mu\text{g/L}$ Hg

Dans une série de bouteilles à DBO de 300 mL, introduire à l'aide de pipettes, 5, 8 et 10 mL de la solution-étalon de mercure de 100 $\mu\text{g/L}$ Hg, ajouter 5 mL de HNO_3 et ajouter de l'eau pour compléter à un volume de 100 mL.

Il est à noter que les solutions-étalons sont traités de la même façon que les échantillons.

7.3 PRÉPARATION DES SOLUTIONS-ÉTALONS DE MERCURE DE 0,2, 0,5, 1 ET 2 $\mu\text{g/L}$ Hg

Dans une série de bouteilles à DBO de 300 mL, introduire à l'aide de pipettes, 2, 5, 10 et 20 mL de la solution-étalon de mercure de 10 $\mu\text{g/L}$ Hg, ajouter 5 mL de HNO_3 , et ajouter de l'eau pour compléter à un volume de 100 mL.

Il est à noter que les solutions-étalons sont traités de la même façon que les échantillons.

7.4 PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- Peser 0,5 g d'échantillon dans une bouteille à DBO de 300 mL. Ajouter par portions successives, 7,5 mL de HCl , 2,5 mL de HNO_3 , 10 mL d'une solution de KMnO_4 5% (P/V) et 5 mL d'une solution de $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5% (P/V). Agiter après chaque addition.
- Laisser reposer pendant une nuit.
- Ajouter 10 mL d'une solution combinée de chlorure de sodium et de chlorure d'hydroxylamine 12% (P/V) et agiter jusqu'à décoloration.
- Ajouter 65 mL d'eau.

7.5 DOSAGE

- Assembler les appareils tels qu'illustrés à la figure 1.
- Effectuer la mise sous tension du spectrophotomètre d'absorption atomique et de l'enregistreur.
- Fixer l'énergie de la boîte d'alimentation de la lampe E.D.L. à 5 watts. le temps de stabilisation de la lampe est d'environ une heure. Après ce délai un réajustement de l'énergie est parfois nécessaire.
- Ajuster les conditions d'opération du spectrophotomètre d'absorption atomique comme suit:

Longueur d'onde : 253,7 nm
Fente : 3
Mode continue : (cont)
Signal concentration: (conc)
Enregistreur : TC3

- Placer la cellule dans le faisceau optique et effectuer l'alignement vertical, horizontal et rotatif afin d'obtenir le minimum d'absorbance.
- Ajuster le zéro et fixer le temps d'intégration à 0,5 seconde.
- Ajuster la sensibilité de l'enregistreur à 5 mV et la vitesse de déroulement du papier à 10 mm/min.
- Démarrer la pompe de l'aérateur.
- Les solutions-étalons et les échantillons sont traités individuellement. Ajouter rapidement 5,0 mL de la solution de chlorure stanneux et refermer immédiatement la bouteille avec l'aérateur.
- Lorsque l'absorbance atteint un maximum, purger le système jusqu'à ce qu'elle revienne au minimum en transférant la pince du point A au point B.
- Lorsque les analyses sont terminées, fermer l'enregistreur et les diverses composantes du montage.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Tracer une courbe d'étalonnage à partir des mesures d'absorbance (hauteur ou surface des pics) et des concentrations des solutions étalons. Déterminer la teneur en mercure des échantillons à l'aide de cette courbe.

Les résultats sont exprimés en mg/kg de Hg dans le sol selon l'équation suivante:

$$C = \frac{A \times D}{1000 \times B} \times F$$

où

C: Concentration de mercure dans le sol (mg/kg).

A: Concentration de mercure dans la solution dosée (µg/L).

B: Poids de l'échantillon utilisé (g).

D: Volume final de la solution dosée (mL).

F: Facteur de dilution de la solution dosée, si nécessaire.

9. BIBLIOGRAPHIE

- American Public Health Association, American Water Works Association and Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of water and wastewater, 17th Edition, 1989.
- Ministère de l'Environnement du Québec, Les méthodes d'analyse du mercure, Best 79-13, Février 1979.
- Spectro Products Inc., Instruction Manual for Mercury Monitor, North Haven, Conn, 06473.
- Santé et Bien-Etre Social Canada, Recommandations pour la qualité de l'eau potable, Ottawa 1978.
- Armstrong, F.A.J., Fisheries Research Board of Canada, Semi-Automated Determination of Mercury in Animal Tissue, Atomic Absorption Newsletter, Vol. 10, No. 5 September-October 1971.

ANNEXE 4

DÉTERMINATION DES SULFURES DANS UNE EAU USÉE
par la méthode colorimétrique au bleu de méthylène

1- RÉACTIFS ET ÉTALONS

Eau utilisée : eau déminéralisée

Solution d'amidon

- Mettre 2 g d'amidon soluble dans 100 mL d'eau bouillie. Ajouter 0.2 g d'acide salicylique comme agent de préservation.

Solution d'hydroxyde de sodium 6,0 N

- Dissoudre 240 g de NaOH dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml.

Solution d'acide sulfurique 50 % (V/V)

- Diluer 250 ml de H_2SO_4 dans environ 200 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 500 ml.

Solution d'acide chlorhydrique 6,0 N

- Diluer 100 ml de HCl dans environ 50 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 200 ml.

Solution d'acétate de zinc 2,0 N

- Dissoudre 440 g de $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ dans 700 ml d'eau et compléter à 1 000 ml.

Solution thiosulfate de sodium 1 N

- Utiliser une solution commerciale de $Na_2S_2O_3$ 1 N certifiée.

Solution de thiosulfate de sodium 0,025 N

- Diluer 25 ml de la solution de thiosulfate de sodium 1 N dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1000ml.

dosé
le std
✓

Solution d'iode 0,025 N

- Dissoudre entre 20 et 25 g de KI dans environ 100 ml d'eau et ajouter 3,2 g d'iode. Lorsque l'iode est complètement dissous, compléter à 1 000 ml avec de l'eau et étalonner avec la solution de thiosulfate de sodium 0,025 N.

***Solution d'amine sulfurique acide 27 % (P/V)**

- Dissoudre 13,5 g de N.N.-Diméthyl-p-phénylène-diamine oxalate dans une solution refroidie contenant 25 ml de H_2SO_4 et 10 ml d'eau. Compléter à 50 ml avec de l'eau.

0.34 g / 50 ml
 H_2SO_4

***Solution d'amine sulfurique diluée**

Diluer 2,5 ml de la solution d'amine sulfurique acide 27 % (P/V) dans environ 50 ml de H_2SO_4 50 % (V/V) et compléter à 100 ml avec H_2SO_4 50 % (V/V).

* Conserver dans une bouteille de verre ambre à 4° C.

Solution de chlorure ferrique

Dissoudre 100 g de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dans 40 ml d'eau

Solution de phosphate d'ammonium dibasique

Dissoudre 40 g de $(NH_4)_2HPO_4$ dans 80 ml d'eau.

Solution de sulfures de 1 000 mg/L S^{2-} (concentration approximative)

Dissoudre environ 7,5 g de $Na_2S \cdot 9H_2O$ lavé et épongé dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml. Cette solution doit être étalonnée à chaque fois qu'elle est utilisée. Alternativement on peut étalonner la solution de 10 mg/L.

- enlever la coloration du Fe

- de l'

Solution de sulfures de 10 mg/L S^{2-} (concentration approximative)

Prélever 10 ml de la solution de sulfures de 1 000 mg/L S^{2-} et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Étalonner cette solution selon la procédure décrite plus loin à chaque utilisation.

- diluer 100 fois

Solutions-étalons de sulfures de 0,1, 0,25, 0,5, 0,75, 1,0 mg/L S^{2-}

Dans une série de fioles jaugées de 200 ml, introduire 2, 5, 10, 15, et 20 ml de la solution-étalon de sulfures de 10 mg/L S^{2-} et compléter à 200 ml avec de l'eau. Les concentrations exactes sont calculées à partir de l'étalonnage.

1, 3, 5, 7, 1 mg/L

2- PROCÉDURE ANALYTIQUE

Étalonnage de la solution d'iode 0,025 N

Dans un erlenmeyer de 250 ml, ajouter 10 ml de la solution d'iode 0,025 N, ajouter 1,0 ml de HCl 6,0 N et porter le volume final du mélange à 100 ml avec de l'eau. Ajouter le contenu du bout d'une spatule de l'indicateur d'iode BDH et titrer l'iode libéré avec la solution de $Na_2S_2O_3$ 0,025 N jusqu'à décoloration de la solution.

← pas

noir

Calcul de la normalité de la solution d'iode:

$$N_2 = \frac{N_1 \times V_1}{V_2}$$

où N_2 : Normalité de la solution d'iode (N)
 N_1 : Normalité de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N)
 V_1 : Volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé (ml)
 V_2 : Volume de la solution d'iode utilisé (ml)

Étalonnage de la solution de sulfure à 10 mg/L

Dans un erlenmeyer de 250 ml, ajouter 10 ml de la solution d'iode 0,025 N, 1,0 ml de HCl 6 N et 100,00 ml de la solution-étalon de sulfure de 10 mg/L S^{2-} en plaçant le bout de la pipette sous la surface du liquide. Ajouter le contenu du bout d'une spatule de l'indicateur d'iode BDH et titrer avec la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025 N jusqu'à décoloration de la solution.

Calcul de la concentration exacte de la solution de sulfures:

$$\text{mg/L } \text{S}^{2-} = \frac{[(A \times B) - (C \times D)] \times 16\,000}{E}$$

où A: Volume de la solution d'iode utilisée (ml)
B: Normalité de la solution d'iode utilisée (N)
C: Volume de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée (ml)
D: Normalité de la solution de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée (N)
E: Volume de la solution de sulfures utilisée (ml)

Dosage

• Démarrer le spectrophotomètre Ultraspec III.

• Ajuster la longueur d'ondes à 664 nm.

• Introduire ¹⁵~~7,5~~ ml des échantillons homogénéisés et des solutions-étalons dans des tubes ¹⁵~~20~~ x ¹⁵~~150~~ mm. Dans chaque tube, ajouter ^{0,5}~~0,75~~ ml de la solution d'amine sulfurique acide diluée, ^{0,15}~~0,75~~ ml de la solution de chlorure ferrique et mélanger par une inversion lente du tube.

* Témoin: ¹⁵~~7,5~~ ml d'eau + 0,5 ml de H_2SO_4 50 % (V/V) et 0,15 mL de la solution de chlorure ferrique. Un témoin pour chaque échantillon doit être fait: 7,5 ml d'échantillon + 0,5 ml de H_2SO_4 50 % (V/V) + 0,15 mL de la solution de chlorure ferrique.

< par 120
sur page
l'attention
né

• Attendre 5 minutes et ajouter ^{3,2}~~1,75~~ ml de la solution de phosphate d'ammonium dibasique et agiter à quelques reprises.

Attendre 15 minutes avant de procéder aux lectures d'absorbance sur le spectrophotomètre dans des cellules de 1 cm. Lire le témoin de chaque échantillon et soustraire sa valeur de celle de l'échantillon.

* On ajuste le zéro d'absorbance avec le témoin d'eau distillée pour les standards. < BLANC d'eau avec réactif

Dans le cas d'échantillons turbides, verser l'échantillon préservé dans un cylindre gradué et laissez décanter une heure puis transférez le maximum de surnageant, sans affecter le précipité. Remplacer le volume soutiré par de l'eau déminéralisée. Doser ensuite selon la méthode normale. Pour concentrer les échantillons on procède de la même façon mais en mesurant le volume de départ de l'échantillon et en ne remplaçant que partiellement le surnageant.

Calculs

- Faire tracer une courbe d'étalonnage à partir des lectures d'absorbance et de la concentration des solutions-étalons par le système de traitement de données.
- Les résultats sont exprimés en mg/L de sulfures (S) en tenant compte s'il y a lieu du facteur de dilution.

Exemple de calcul d'ajout

Sulfures - Eau

Ajout de 10 ml du standard 10 mg/L de S^2 dans 90 ml d'échantillon

$$\%R = \left[\frac{C_A - \frac{(C_E \times VE)}{VA}}{\frac{C_{STD} \times VSTD}{VA}} \right] \times 100$$

C_E = Concentration trouvée dans l'échantillon (mg/l)

C_A = Concentration trouvée dans l'échantillon avec ajout (mg/l)

C_{STD} = Concentration du standard utilisé pour l'ajout (mg/l)

VE = Volume d'échantillon (ml)

VA = Volume final échantillon + ajout (ml)

$VSTD$ = Volume de l'ajout (ml)

[- 0,78-0,81 Abs pour 1,0 mg/L. $\Leftarrow$
- fraîcheur des réactifs]

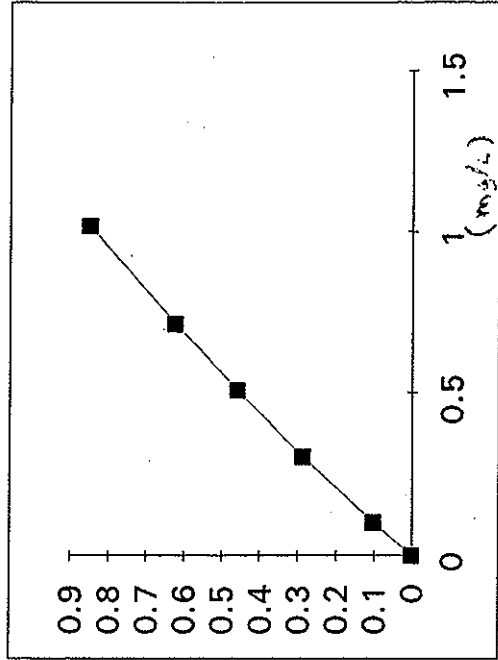
→ 2 points critiques

CALCUL DE CONCENTRATION A L'AIDE D'UNE COURBE D'ETALONNAGE

TITRE: Sulfure
DATE: 20-Sep-96
NOM: P.Fournier
UNITE DE CONCENTRATION: mg/L

CONCENTRATION D'ETALON	SIGNAL
1.018	0.85
0.7126	0.624
0.509	0.46
0.3054	0.288
0.1018	0.101
0	0

Correlation (pour droite) 0.998759



ANNEXE 5

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT

GOUVERNEMENT DU QUÉBEC

**SOLS - DÉTERMINATION DES MÉTAUX
MÉTHODE PAR SPECTROMÉTRIE D'ÉMISSION
AU PLASMA D'ARGON**

Méthode de Digestion
Partielle.

MENVIQ. 90.05/210 - Mét. 1.2

MÉTODE DE DIGESTION PARTIELLE

- 14 -

où

$$H = \frac{(P_f - P_i)}{P_i} \times 100$$

H : Pourcentage d'humidité (%).

P_f : Poids de l'échantillon après séchage à 105°C.

P_i : Poids de l'échantillon avant séchage à 105°C.

7.1.3 Digestion

- Peser exactement environ 2 g d'échantillon dans un bécher de 150 mL. Ajouter 10 mL de HNO₃, 1 mL de H₂O₂, placer un verre de montre sur le bécher et chauffer à reflux pendant une heure sans agiter.
- Laisser refroidir, laver le verre de montre avec de l'eau, puis ajouter 2 mL de HNO₃ et 5 mL de HCl. Chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à l'arrêt des vapeurs nitreuses.
- Ajouter 25 mL d'eau et chauffer légèrement quelques minutes. Retirer les béchers de la plaque et laisser refroidir.
- Filtrer sur un papier Whatman #41 et récupérer dans une fiole jaugée de 100 mL. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

Note: Une solution témoin est préparée de la même façon que les échantillons.

7.2 MISE EN OPÉRATION DU SPECTROMÈTRE D'ÉMISSION AU PLASMA D'ARGON

- Effectuer la mise sous tension du micro-ordinateur.
- Ouvrir la bonbonne d'argon et ajuster la pression du manomètre de sortie à 60 lbs/po².
- Ajuster les volumes d'argon utilisé pour le spectromètre aux valeurs suivantes:

Coolant: 20 litres/min.

Sample : 0,35 litres/min.

Plasma : 0,5 litres/min.

ANNEXE 6



Gouvernement du Québec
Ministère de l'Environnement
et de la Faune
Service des matières dangereuses

TRANSMISSION PAR TÉLÉCOPIEUR

DESTINATAIRE : M. Guy Mercier

TÉLÉPHONE : 654-2633

TÉLÉCOPIEUR : 654-2600

DESCRIPTION DU DOCUMENT :

NOMBRE DE PAGES (incluant celle-ci) : 14

EXPÉDITEUR : SERGE ST-LAURENT

TÉLÉPHONE : 418 643-7819

REMARQUES :

Voici les résultats d'analyses pour les dioxines et furannes, c'est mon cadeau de Noël !

Joyeuses Fêtes à toi et Myriam !

Salutations,

Serge St-Laurent



Gouvernement du Québec
Ministère de l'Environnement
et de la Faune

TRANSMISSION PAR TÉLÉCOPIEUR

DESTINATAIRE:

Serge St-Laurent

418-644-8562

EXPÉDITEUR:

Charles Boivin

Nombre de pages:
(incluant celle-ci)

13

MESSAGE

Résultats rendus pour l'INRS (sur base piche)

Joyeuses Fêtes.

Charles Boivin

Direction des laboratoires
850, boul. Vanier
St-Vincent-de-Paul, Laval (Québec)
H7C 2M7

Téléphone: (514) 664-1750

Télécopieur: (514) 661-8512





Gouvernement du Québec
Ministère de l'Environnement
et de la Faune
Direction des laboratoires

Service de l'analyse des
pollutions industrielles
Certificat d'accréditation
4315 - 5315 - 6315

**RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORÉS**

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20242

CLIENT: Service des matières dangereuses
Direction des politiques du secteur industriel
PROJET: Alex-Cendres
RESPONSABLE: St-Laurent Serge
PRÉLEVEUR:
DATE DE PRÉLEVEMENT: 96/09/30
DATE DE RÉCEPTION: 96/11/06
ENDROIT PRÉLEVEMENT: INRS-Pilote, cendres avant traitement PLB15
NATURE: Déchet solide
TEMPS (HRE): 14.16 COUT(\$): 708.00 BOUTEILLE NO.: 1

DIOXINES CHLORÉS	CONC. pg/g	ÉQUI.TOX. pg/g	LIM.DÉT. pg/g	GROUPE HOMOLOGUES	NOMBRE DE PICS	CONC. pg/g	LIM.DÉT. pg/g
2378-TCDD	140	140	2	T4CDD	14	8900	2
12378-P5CDD*	630	315	4	P5CDD	12	16000	4
123478-H6CDD*	860	86	1	H6CDD	7	31000	1
123678-H6CDD*	1800	180	1	H7CDD	2	34000	1
123789-H6CDD*	2300	230	1	OCDD	1	24000	0.6
1234678-H7CDD	18000	180	1				
OCDD	24000	24	0.6	TOTAL	36	113900	

Page 1 de 4

850 boul. Vanier, Laval, Québec, H7C 2H7 - Tél: (514) 664-1750 - Fax: (514) 661-8512



Ce panier contient 50 % de fibres recyclées, dont 20 % de postconsommation.

**RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORES**

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20242

FURANES CHLORES	CONC. pg/g	ÉQUI. TOX. pg/g	LIM. DÉT. pg/g	GROUPE HOMOLOGUES	NOMBRE DE PICS	CONC. pg/g	LIM. DÉT. pg/g
2378-T4CDF*	4700	470	2	T4CDF	12	19000	2
12378-P5CDF*	1400	70	10	P5CDF	15	23000	10
23478-P5CDF*	2300	1150	10	H6CDF	12	28000	10
123478-H6CDF*	6800	680	20	H7CDF	4	21000	30
123678-H6CDF*	2700	270	10	OCDF	1	4400	2
234678-H6CDF*	4300	430	20				
123789-H6CDF*	210	21	20	TOTAL	44	95400	
1234678-H7CDF	14000	140	30				
1234789-H7CDF	1500	15	40				
OCDF	4400	4.4	2				

ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %	ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %
13C-2,3,7,8-T4CDD	1250	87	13C-2,3,7,8-T4CDF	1250	89
13C-1,2,3,7,8-P5CDD	1250	85	13C-1,2,3,7,8-P5CDF	1250	93
13C-1,2,3,6,7,8-H6CDD	1250	94	13C-1,2,3,6,7,8-H6CDF	1250	101
13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDD	1250	85	13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	1250	80
13C-OCDD	1250	106			

RAPPORT D'ANALYSE DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20242

FACTEURS D'EQUIVALENCE DE LA TOXICITE:

La toxicité des mélanges de dioxines et furanes dans l'environnement peut être évaluée par l'application d'un système de comparaison, agréé internationalement, que l'on appelle "facteurs d'équivalence de la toxicité". Un facteur d'équivalence de la toxicité est attribué à chaque dioxine et furane selon sa toxicité par rapport à celle de la 2,3,7,8-T4CDD, la dioxine la plus toxique. La valeur de 1 a été attribuée à ce contaminant (voir tableau ci-bas). On obtient une concentration en équivalent toxique en multipliant la concentration d'un composé par son facteur d'équivalence. Les concentrations totales exprimées sous forme d'équivalent toxique permettent de comparer le potentiel toxique des échantillons entre eux.

Malheureusement les facteurs d'équivalence de la toxicité ne sont pas connus pour les 75 congénères de dioxines et les 135 congénères de furanes. Par contre les 17 facteurs d'équivalence reconnus sont ceux des 17 molécules les plus toxiques et les plus persistantes, c'est-à-dire celles substituées en 2,3,7,8 par des atomes de chlore.

Facteurs internationaux d'équivalence toxique (source: OTAN 1988)

Dioxine / Furane	Facteur d'équivalence
2,3,7,8 T4CDD	1.0
1,2,3,7,8 P5CDD	0.5
1,2,3,4,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,7,8,9 H6CDD	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDD	0.01
OCDD	0.001
2,3,7,8 T4CDF	0.1
2,3,4,7,8 P5CDF	0.5
1,2,3,7,8 P5CDF	0.05
1,2,3,4,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,7,8,9 H6CDF	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDF	0.1
2,3,4,6,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDF	0.01
1,2,3,4,7,8,9 H7CDF	0.01
OCDF	0.001

**RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORES**

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20242

CONCENTRATIONS EN ÉQUIVALENT TOXIQUE A LA 2,3,7,8-TCDD	UNITÉ DE MESURE pg/g
CONCENTRATION EN DIOXINES	1155
CONCENTRATION EN FURANES	3250.4
CONCENTRATION TOTAL EN ÉQUIVALENT TOXIQUE	4405.4

NOTE: Les résultats sont corrigés pour la récupération.

* Cette valeur représente la quantité maximum possible, car cet isomère peut évaluer avec d'autres isomères.

ND: Non détecté.

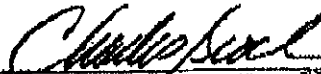
DNQ: Détecté non quantifié (LD < DNQ < LQ).

NDR: Détecté mais ne satisfait pas le rapport isotopique.

Nous attestons avoir formellement constaté ces faits

RAPPORT PARTIEL

RAPPORT EMIS LE : 96/12/19


CHARLES BROCHU, CHIMISTE
Module Contaminants Hautement
Toxiques


SERGE MOORE, Ph. D. CHIMISTE
Module de Caractérisation
Spectrométrique

Page 4 de 4



Gouvernement du Québec
Ministère de l'Environnement
et de la Faune
Direction des laboratoires

Service de l'analyse des
pollutions industrielles
Certificats d'accréditation
4315 - 5315 - 6315

RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORÉS

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20243

CLIENT: Service des matières dangereuses
Direction des politiques du secteur industriel
PROJET: Alex-Cendres
RESPONSABLE: St-Laurent Serge
PRÉLEVEUR:
DATE DE PRÉLEVEMENT: 96/09/30
DATE DE RÉCEPTION: 96/11/06
ENDROIT PRÉLEVEMENT: INRS-Pilote, cendres traitées PLA24 A-5
NATURE: Déchet solide
TEMPS(HRE): 14.16 CÔUT(\$): 708.00 BOUTEILLE NO.: 2

DIOXINES CHLORÉS	CONC. pg/g	ÉQUI.TOX. pg/g	LIM.DÉT. pg/g	GROUPES HOMOLOGUES	NOMBRE DE PCS	CONC. pg/g	LIM.DÉT. pg/g
2378-TCDD	210	210	2	T4CDD	13	12000	2
12378-P5CDD*	900	450	5	P5CDD	12	23000	5
123478-H6CDD*	1200	120	3	H6CDD	7	42000	2
123678-H6CDD*	2500	250	2	H7CDD	2	45000	2
123789-H6CDD*	3200	320	2	OCDD	1	31000	0.7
1234678-H7CDD	24000	240	2				
OCDD	31000	31	0.7	TOTAL	35	153000	

Page 1 de 4

850 boul. Vanier, Laval, Québec, H7C 2M7 - Tél: (514) 664-1750 - Fax: (514) 661-8512



Ce papier contient 50 % de fibres recyclées, dont 20 % de postconsommation.

RAPPORT D'ANALYSE DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20243

FURANES CHLORES	CONC. pg/g	ÉQUI.TOX. pg/g	LIM.DÉT. pg/g	GROUPE HOMOLOGUES	NOMBRE DE PICS	CONC. pg/g	LIM.DÉT. pg/g
2378-T4CDF*	7500	750	5	T4CDF	18	45000	5
12378-P5CDF*	2000	100	30	P5CDF	15	33000	20
23478-P5CDF*	3100	1550	20	H6CDF	11	37000	20
123478-H6CDF*	9100	910	20	H7CDF	4	26000	40
123678-H6CDF*	3600	360	20	OCDF	1	5100	1
234678-H6CDF*	5800	580	20				
123789-H6CDF*	1400	140	30	TOTAL	49	146100	
1234678-H7CDF	18000	180	40				
1234789-H7CDF	2000	20	50				
OCDF	5100	5.1	1				

ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %	ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %
13C-2,3,7,8-T4CDD	1250	97	13C-2,3,7,8-T4CDF	1250	98
13C-1,2,3,7,8-P5CDD	1250	96	13C-1,2,3,7,8-P5CDF	1250	104
13C-1,2,3,6,7,8-H6CDD	1250	104	13C-1,2,3,6,7,8-H6CDF	1250	107
13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDD	1250	95	13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	1250	93
13C-OCDD	1250	134			

RAPPORT D'ANALYSE DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20243

FACTEURS D'ÉQUIVALENCE DE LA TOXICITÉ:

La toxicité des mélanges de dioxines et furanes dans l'environnement peut être évaluée par l'application d'un système de comparaison, agréé internationalement, que l'on appelle "facteurs d'équivalence de la toxicité". Un facteur d'équivalence de la toxicité est attribué à chaque dioxine et furane selon sa toxicité par rapport à celle de la 2,3,7,8-T4CDD, la dioxine la plus toxique. La valeur de 1 a été attribuée à ce contaminant (voir tableau ci-bas). On obtient une concentration en équivalent toxique en multipliant la concentration d'un composé par son facteur d'équivalence. Les concentrations totales exprimées sous forme d'équivalent toxique permettent de comparer le potentiel toxique des échantillons entre eux.

Malheureusement les facteurs d'équivalence de la toxicité ne sont pas connus pour les 75 congénères de dioxines et les 135 congénères de furanes. Par contre les 17 facteurs d'équivalence reconnus sont ceux des 17 molécules les plus toxiques et les plus persistantes, c'est-à-dire celles substituées en 2,3,7,8 par des atomes de chlore.

Facteurs internationaux d'équivalence toxique (source: OTAN 1988)

Dioxine / Furane	Facteur d'équivalence
2,3,7,8 T4CDD	1.0
1,2,3,7,8 P5CDD	0.5
1,2,3,4,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,7,8,9 H5CDD	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDD	0.01
OCDD	0.001
2,3,7,8 T4CDF	0.1
2,3,4,7,8 P5CDF	0.5
1,2,3,7,8 P5CDF	0.05
1,2,3,4,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,7,8,9 H6CDF	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDF	0.1
2,3,4,6,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDF	0.01
1,2,3,4,7,8,9 H7CDF	0.01
OCDF	0.001

RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20243

CONCENTRATIONS EN ÉQUIVALENT TOXIQUE A LA 2,3,7,8-T4CDD	UNITÉ DE MESURE Pg/g
CONCENTRATION EN DIOXINES	1621
CONCENTRATION EN FURANES	4595.1
CONCENTRATION TOTAL EN ÉQUIVALENT TOXIQUE	6216.1

NOTE: Les résultats sont corrigés pour la récupération.

* Cette valeur représente la quantité maximum possible, car cet isomère peut éluar avec d'autres isomères.

ND: Non détecté.

DNQ: Détecté non quantifié (LD < DNQ < LQ).

NDR: Détecté mais ne satisfait pas le rapport isotopique.

Nous attestons avoir formellement constaté ces faits

RAPPORT PARTIEL

RAPPORT EMIS LE : 96/12/19


CHARLES BROCHU, CHIMISTE
Module Contaminants Hautement
Toxiques


SERGE MOORE, Ph. D. CHIMISTE
Module de Caractérisation
Spectrométrique

Page 4 de 4



Gouvernement du Québec
Ministère de l'Environnement
et de la Faune
Direction des laboratoires

Service de l'analyse des
pollutions industrielles
Certificats d'accréditation
4315 - 5315 - 6315

**RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORES**

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20244

CLIENT: Service des matières dangereuses
Direction des politiques du secteur industriel
PROJET: Alex-Cendres
RESPONSABLE: St-Laurent Serge
PRÉLEVEUR:
DATE DE PRÉLEVEMENT: 96/07/30
DATE DE RÉCEPTION: 96/11/06
ENDROIT PRÉLEVEMENT: INRS-Pilote, cendres avant traitement PLB07
NATURE: Déchet solide
TEMPS (HRE): 14.16 **COUT(\$):** 708.00 **BOUTEILLE NO.:** 3

DIOXINES CHLORES	CONC. pg/g	ÉQUI. TOX. pg/g	LIM. DÉT. pg/g	GROUPES HOMOLOGUES	NOMBRE DE PICS	CONC. pg/g	LIM. DÉT. pg/g
2378-TCDD	370	370	10	T4CDD	15	13000	10
12378-P5CDD*	1500	750	9	P5CDD	12	23000	9
123478-H6CDD*	1800	180	3	H6CDD	7	38000	2
123678-H6CDD*	2600	260	2	H7CDD	2	43000	4
123789-H6CDD*	4300	430	2	OCDD	1	26000	0.7
1234678-H7CDD	24000	240	4				
OCDD	26000	26	0.7	TOTAL	37	143000	

Page 1 de 4

850 boul. Vanier, Laval, Québec, H7C 2H7 - Tél: (514) 664-1750 - Fax: (514) 661-8512



Ce papier contient 60 % de fibres recyclées, dont 20 % de postconsommation

RAPPORT D'ANALYSE DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20244

FURANES CHLORES	CONC. pg/g	EQUI.TOX. pg/g	LIM.DÉT. pg/g	GROUPE HOMOLOGUES	NOMBRE DE PCS	CONC. pg/g	LIM.DÉT. pg/g
2378-T4CDF*	12000	1200	6	T4CDF	10	48000	6
12378-P5CDF*	3400	170	30	P5CDF	14	58000	30
23478-P5CDF*	4800	2400	30	H6CDF	12	55000	20
123478-H6CDF*	14000	1400	30	H7CDF	4	29000	40
123678-H6CDF*	5300	530	20	OCDF	1	5100	1
234678-H6CDF*	7000	700	30				
123789-H6CDF*	390	39	40	TOTAL	41	195100	
1234678-H7CDF	19000	190	40				
1234789-H7CDF	2100	21	50				
OCDF	5100	5.1	1				

ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %	ANALOGUES MARQUÉS	QTE AJ. (pg)	RECUP. %
13C-2,3,7,8-T4CDD	1250	90	13C-2,3,7,8-T4CDF	1250	94
13C-1,2,3,7,8-P5CDD	1250	89	13C-1,2,3,7,8-P5CDF	1250	96
13C-1,2,3,6,7,8-H6CDD	1250	94	13C-1,2,3,6,7,8-H6CDF	1250	99
13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDD	1250	85	13C-1,2,3,4,6,7,8-H7CDF	1250	79
13C-OCDD	1250	98			

RAPPORT D'ANALYSE DIOXINES ET FURANES CHLORES

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20244

FACTEURS D'EQUIVALENCE DE LA TOXICITE:

La toxicité des mélanges de dioxines et furanes dans l'environnement peut être évaluée par l'application d'un système de comparaison, agréé internationalement, que l'on appelle "facteurs d'équivalence de la toxicité". Un facteur d'équivalence de la toxicité est attribué à chaque dioxine et furane selon sa toxicité par rapport à celle de la 2,3,7,8-T4CDD, la dioxine la plus toxique. La valeur de 1 a été attribuée à ce contaminant (voir tableau ci-bas). On obtient une concentration en équivalent toxique en multipliant la concentration d'un composé par son facteur d'équivalence. Les concentrations totales exprimées sous forme d'équivalent toxique permettent de comparer le potentiel toxique des échantillons entre eux.

Malheureusement les facteurs d'équivalence de la toxicité ne sont pas connus pour les 75 congénères de dioxines et les 135 congénères de furanes. Par contre les 17 facteurs d'équivalence reconnus sont ceux des 17 molécules les plus toxiques et les plus persistantes, c'est-à-dire celles substituées en 2,3,7,8 par des atomes de chlore.

Facteurs internationaux d'équivalence toxique (source: OTAN 1988)

Dioxine / Furane	Facteur d'équivalence
2,3,7,8 T4CDD	1.0
1,2,3,7,8 P5CDD	0.5
1,2,3,4,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,7,8,9 H6CDD	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDD	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDD	0.01
OCDD	0.001
2,3,7,8 T4CDF	0.1
2,3,4,7,8 P5CDF	0.5
1,2,3,7,8 P6CDF	0.05
1,2,3,4,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,7,8,9 H6CDF	0.1
1,2,3,6,7,8 H6CDF	0.1
2,3,4,6,7,8 H6CDF	0.1
1,2,3,4,6,7,8 H7CDF	0.01
1,2,3,4,7,8,9 H7CDF	0.01
OCDF	0.001

RAPPORT D'ANALYSE
DIOXINES ET FURANES CHLORÉS

NUMÉRO DE LABORATOIRE: 20244

CONCENTRATIONS EN ÉQUIVALENT TOXIQUE A LA 2,3,7,8-T4CDD	UNITÉ DE MESURE pg/g
CONCENTRATION EN DIOXINES	2256
CONCENTRATION EN FURANES	6655.1
CONCENTRATION TOTAL EN ÉQUIVALENT TOXIQUE	8911.1

NOTE: Les résultats sont corrigés pour la récupération.
* Cette valeur représente la quantité maximum possible, car cet isomère peut éluer avec d'autres isomères.
ND: Non détecté.
DNQ: Détecté non quantifié (LD < DNQ < LQ).
NDR: Détecté mais ne satisfait pas le rapport isotopique.

Nous attestons avoir formellement constaté ces faits

RAPPORT PARTIEL

RAPPORT EMIS LE : 96/12/19


CHARLES BROCHU, CHIMISTE
Module Contaminants Hautement
Toxiques


SERGE MOORE, Ph. D. CHIMISTE
Module de Caractérisation
Spectrométrique

Page 4 de 4