

**DURÉE DE VIE DES TUYAUX DE PEHD AVEC ET SANS RÉSINE
RECYCLÉE
(R683.2)**

Rapport final

B. Benmokrane, PhD., Ing., Professeur titulaire
Chercheur principal
Chaire de recherche industrielle sur les renforcements en composites de PRF pour les structures
Département de génie civil et génie du bâtiment
Université de Sherbrooke

Réalisé pour le compte du ministère des Transports du Québec

Mai 2022

AVERTISSEMENT

La présente étude a été réalisée pour le compte du ministère des Transports et de la Mobilité durable du Québec et a été financée par le Ministère.

Les opinions exprimées dans le présent rapport n'engagent que la responsabilité de leurs auteurs et ne reflètent pas nécessairement les positions du ministère des Transports et de la Mobilité durable du Québec.

COLLABORATEURS

K.Q. Nguyen, K. Mohamed, P. Cousin, C. Mwiseneza, et M. Robert, Université de Sherbrooke.

Marc-Antoine Loranger, chargé de projet, direction des matériaux d'infrastructures, Ministère des Transports du Québec.

Membres du Comité d'analyse pour le choix des types de matériaux pour les tuyaux des ponceaux et des éléments d'un égout pluvial, Ministère des Transports du Québec.

Soufiene Ben Mabrouk, M.A, conseiller à la recherche, Direction de la coordination de la recherche et de l'innovation, Ministère des Transports du Québec.

Sommaire

Ce rapport final rassemble tous les résultats de l'étude effectuée au cours des deux dernières années à la demande du ministère des Transports du Québec (MTQ) sur les tuyaux de polyéthylène haute densité (PEHD) utilisés pour les ponceaux et conduites d'égout pluvial. Cette vaste étude avait pour objectif principal d'évaluer la durée de vie des tuyaux en PEHD à profil ouvert (paroi extérieure ondulée) et à profil fermé (paroi extérieure lisse) fabriqués avec et sans résine recyclée. Plus spécifiquement, ce projet consistait à : (1) Étudier et comparer les performances mécaniques, physiques et chimiques des tuyaux exposés à différents environnements et soumis à des cycles de gel-dégel afin de simuler les conditions d'exposition du Québec; (2) Évaluer et comparer les paramètres de conception à long terme (résistance à la traction, module d'élasticité et la résistance à la fissuration sous contrainte) des tuyaux et générer des courbes de durée de vie; (3) Établir une corrélation entre le temps de dégradation accélérée en laboratoire et le temps *in situ* afin d'atteindre le même niveau de dégradation tout en considérant les conditions d'exposition des ponceaux et conduites d'égout pluvial du Ministère (gel-dégel, sels de déglacage, abrasion, etc.) et (4) Comparer les performances de durabilité des tuyaux composés uniquement de résine vierge versus ceux contenant une certaine proportion de matière recyclée.

À la suite de la production de ces quatre rapports d'étape, ce **rapport final** dresse un portrait complet de tous les résultats obtenus dans cette étude exhaustive. En plus des résultats déjà rapportés, le rapport présente les résultats des essais de SIM (*Stepped Isothermal Method*) pour la prédiction de la durée de vie des tuyaux, les essais de SCR pour les tuyaux prélevés sur le terrain de même que ceux permettant d'évaluer les propriétés à long terme. L'essai pour évaluer la résistance par fissuration sous contrainte (SCR) effectué selon la méthode d'essai FM5-572 (*Florida Method of Test for Determining Stress Crack Resistance of HDPE Corrugated Pipes*) est terminé pour les tuyaux prélevés sur le terrain. La méthode d'essai de Floride FM5-572 est une version modifiée de la méthode ASTM F2136-18 "*Standard Test Method for Notched, Constant Ligament-Stress (NCLS) Test to Determine Slow-Crack-Growth Resistance of HDPE Resins or HDPE Corrugated Pipe*". Elle est appliquée aux spécimens prélevés sur la paroi du tuyau et utilise des températures de 80°C et 70°C au lieu de 50°C pour la NCLS.

Synthèse des conclusions et recommandations

En conclusion, l'étude des propriétés d'intérêt à court et long terme ainsi que la comparaison des tuyaux avec et sans résine recyclée provenant de quatre fabricants différents aboutit aux résultats suivants.

Pour ce qui est des propriétés à court terme, nous pouvons conclure que :

1. Les résultats de caractérisation mécanique sont conformes aux recommandations de la norme ASTM D3350-14 pour les tuyaux des fabricants A, C et D. Par contre, les données des essais de traction effectués selon la norme ASTM D 638-14 sur les tuyaux du manufacturier B sont légèrement inférieures aux recommandations de la norme.
2. Il n'existe aucune incidence de l'origine de la résine, vierge ou mélangée avec de la matière recyclée, sur les propriétés mécaniques à court terme des tuyaux.
3. Les mesures physiques (densité, indice de fusion, stabilité thermique, point de ramollissement et teneur en noir de carbone) sont conformes à la norme ASTM D3350-14.
4. L'exposition des échantillons aux UV fluorescents selon la procédure A de la norme ASTM D4329-05 n'affecte pas significativement les propriétés des tuyaux en raison de la protection offerte par le noir de carbone et les antioxydants.

En ce qui concerne les propriétés et essais à long terme qui sont de trois types (mode de rupture ductile, mode de rupture fragile par fissuration sous contrainte et dégradation chimique), les conclusions sont les suivantes :

Pour la rupture ductile :

1. Les résultats des essais de résistance à la traction après exposition aux différents milieux indiquent que les solutions chimiques n'affectent pas de manière significative la résistance à la traction des tuyaux quel que soit le type de résine.
2. Suite aux essais de SIM, l'extrapolation des courbes maîtresses montre que la limite élastique à 100 ans est d'au moins 8 MPa (1160 lb/po²) à 23°C, température moyenne correspondant au climat subtropical de la Floride et 10 MPa (1450 lb/po²) à 10°C, température moyenne correspondant au climat nordique du Québec. Il est à noter que la limite élastique à 100 ans est d'au moins 6 MPa (867 lb/po²) à 23°C pour les tuyaux en PEHD fabriqués avec 100% résine vierge selon le rapport NCHRP 696 (Thomas 2011).

3. Le module de traction à 100 ans mesuré par DMA et calculé à partir des courbes maîtresses indique que la durée de vie estimée est similaire à celui obtenu avec la méthode SIM.

Pour la rupture fragile par fissuration sous contrainte (SCR)

Les essais de SCR réalisés selon la norme FM 5-572 sur des échantillons de référence et conditionnés en solutions acide, basique et saline ou soumis à des cycles de gel-dégel montrent que certains échantillons présentent une rupture ductile, ce qui a nécessité une réduction des contraintes pour la suite du projet afin d'évaluer adéquatement la SCR. Les résultats montrent que la durée de vie anticipée des tuyaux ne répond pas aux exigences pour une durée de service de 100 ans à 23°C et une contrainte de 3,45 MPa. On rappellera cependant que cette température est fixée par la norme établie pour le climat de la Floride.

Pour la dégradation chimique

À l'origine, tous les échantillons présentent des valeurs d'OIT conformes. Après 4 et 12 mois de conditionnement en solutions, celles-ci sont plus ou moins affectées mais demeurent supérieures à la valeur seuil de 20 minutes. On notera que le taux d'antioxydants des échantillons soumis aux cycles de gel-dégel diminue plus lentement que pour ceux conditionnés en solutions du fait de l'absence d'eau susceptible de les extraire.

Finalement, des échantillons de tuyaux prélevés sur le terrain et donc en service ont été testés. Le module de traction à long terme a été évalué par DMA et les résultats obtenus sont similaires à ceux des tuyaux conditionnés précédemment. Les résistances à la traction résiduelle présentent des différences selon les tuyaux, qui peuvent dépendre de la durée en service, des propriétés de la résine, du procédé de fabrication et des conditions environnementales auxquelles les tuyaux sont soumis. Tous les échantillons présentent des valeurs d'OIT supérieures à la recommandation de 20 minutes malgré une certaine perte sur les parois extérieures. L'analyse FTIR confirme cette conclusion puisqu'on observe une légère oxydation de ces dernières. Suite aux essais de SCR, une grande variation de la durée de vie a été enregistrée qui peut s'expliquer par les mêmes facteurs que ceux indiqués ci-haut.

En résumé, ce travail confirme la durabilité des tuyaux en PEHD à profil ouvert et fermé pour les applications envisagées (ponceaux, conduites d'égout pluvial) et dans les environnements prévus (climat nordique, drainage d'eaux pluviales), qu'ils soient fabriqués à partir de résine vierge ou avec une certaine proportion de résine recyclée. Les différents paramètres mécaniques ou

chimiques (résistance à l'oxydation) à court et long terme essentiels à la bonne tenue des tuyaux en service durant de nombreuses décennies sont positifs, en sorte que ces matériaux peuvent être employés en toute sérénité par le Ministère. On peut conclure que les tuyaux en PEHD du projet répondent aux exigences du BNQ 3624-120 (2016) pour les tuyaux à profil ouvert et du ASTM D894 pour les tuyaux à profil fermé.

Table des matières

1. INTRODUCTION	1
2. DURÉE DE VIE DES TUYAUX EN PEHD	3
2.1. PHASE I OU MODE DE RUPTURE DUCTILE.....	3
2.2. PHASE II OU MODE RUPTURE FRAGILE.....	5
3. MÉTHODES D'ESSAIS À LONG TERME DISPONIBLES	7
3.1. RÉSISTANCE À LONG TERME (PHASE I).....	7
3.1.1. <i>Tension de charge caractéristique (Hydrostatic Design Bases : HDB) (ASTM D 2837)</i>	<i>7</i>
3.1.2. <i>Superposition temps-température (Time-Temperature Superposition: TTS)</i>	<i>7</i>
3.1.3. <i>Méthode isotherme par étapes (Stepped Isothermal Method: SIM) (ASTM D 6992).....</i>	<i>10</i>
3.2. RÉSISTANCE À LONG TERME À LA FISSURATION SOUS CONTRAINTE (PHASE II).....	12
3.2.1. <i>Résistance à la fissuration sous contrainte environnementale (ASTM D1693).....</i>	<i>12</i>
3.2.2. <i>Essai de résistance à la fissuration lente (Notched, Constant Ligament-Stress : NCLS) (ASTM F2136)</i>	<i>13</i>
3.2.3. <i>Essai d'entaille de Pennsylvanie (PENT:Pennsylvania notched test (ASTM F1473).....</i>	<i>13</i>
3.2.4. <i>Méthode d'essai de la Floride (Florida Method of Test (FM 5-573)).....</i>	<i>14</i>
3.3. OXYDATION À LONG TERME (PHASE III).....	15
3.3.1. <i>Temps d'induction d'oxydation (OIT : Oxidative-Induction Time) (ASTM D3895).....</i>	<i>15</i>
3.3.2. <i>Température d'induction à l'oxydation (Oxidative Induction Temperature) (IT) (ASTM D3350)</i>	<i>15</i>
3.3.3. <i>Méthode d'essai de la Floride (Florida test Method) (FM 5-574).....</i>	<i>16</i>
4. ÉTUDES ANTÉRIEURES SUR LES PERFORMANCES À LONG TERME DES TUYAUX EN PEHD 17	17
4.1. PERFORMANCES MÉCANIQUES (PHASE I ET II).....	17
4.2. PERFORMANCE À L'OXYDATION (PHASE III).....	26
5. CONTAMINATION DE L'EAU POTABLE PAR LE PEHD	29
6. CONTAMINATION POSSIBLE DE L'EAU POTABLE DANS LES SOLS CONTAMINÉS: LA PERMÉATION	30
7. RÉSISTANCE À L'ABRASION DES TUYAUX EN PEHD	31
7.1. ESSAIS EN LABORATOIRE	33
8. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL ET RÉSULTATS	34

8.1. PROGRAMME D'ESSAIS À COURT TERME.....	36
8.1.1. Densité	36
8.1.2. Point de ramollissement	37
8.1.3. Noir de carbone	39
8.1.4. Stabilité thermique	39
8.1.5. Stabilité aux UV	40
8.1.5.1. Point de fusion (Tm), flux de chaleur (Hm) et taux de cristallinité	42
8.1.5.2. Dureté	42
8.1.5.3. Chimie de surface	43
8.1.5.4. Morphologie de surface.....	45
8.1.6 Indice de fusion	48
8.1.7. Résistance à la traction	49
8.2. PROTOCOLE DE PRÉDICTION DE LA DURÉE DE VIE À LONG TERME.....	53
8.2.1. Fluage en traction	54
8.2.1.1. Essai isotherme par étapes (SIM - Stepped Isothermal Method: ASTM D6992).....	54
8.2.2. Essai de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR : Stress Crack Resistance) ...60	
8.2.3. Module à long terme	65
8.3. OXYDATION.....	67
8.4. CONDITIONNEMENT	68
8.4.1. Conditionnement aux cycles de gel-dégel	69
8.4.2. Conditionnement dans les solutions	69
8.4.3. Résistance à la traction après exposition aux milieux acide, basique, salin et aux cycles de gel-dégel	70
8.4.4. Résistance à la traction après exposition aux UV	70
8.4.5. Module à long terme après conditionnements	72
8.4.6. Essai SCR après conditionnements	72
8.4.7. Oxydation après conditionnements	74
8.4.8. Oxydation après exposition aux UV	75
9. TUYAUX EN PEHD PRÉLEVÉS SUR LE TERRAIN	76
9.1. RÉSISTANCE À LA TRACTION	77
9.2. MODULE À LONG TERME	78
9.3. OXYDATION À LONG TERME.....	79
9.4. CHIMIE DE SURFACE	80
9.5. ESSAI DE RÉSISTANCE À LA FISSURATION SOUS CONTRAINTE (SCR : STRESS CRACK RESISTANCE).....	81
10. CONCLUSIONS	83

ANNEXE	90
RÉFÉRENCES	102

Liste des figures

Figure 1: Idéalisation de la vie en service des tuyaux en PEHD (Thomas, 2011).....	2
Figure 2: Courbe contrainte-déformation nominale (Mark 2017).....	4
Figure 3: Courbe contrainte-déformation à différentes températures et taux de chargement (Mark 2017)	5
Figure 4: Phases de la rupture fragile; (a) lamelles commencent à se détacher (b) liaisons moléculaires étirées (c) rupture des lamelles (Cheng 2008).....	6
Figure 5: Principe de la procédure TTS: a) contraintes de rupture par fluage à différentes températures et b) décalage des résultats pour produire une courbe maîtresse	9
Figure 6: Principe de la procédure de l'essai SIM : (a) données brutes de l'essai SIM, (b) détermination du temps de début virtuel t' , (c) Remise à l'échelle, et (d) développement de la courbe maitresse de fluage (Achereiner et al. 2013).....	11
Figure 7: Principe de la procédure de l'essai MSIM: (a) données brutes de SIM, (b) determination du temps de début virtuel t' , (c) Remise à l'échelle, et (d) développement de la courbe maitresse de fluage (reproduced from Yeo 2007)	12
Figure 8: Machine d'essai pour la SCG selon ASTM F2136, ASTM F1473 et FM 5-572 (BT TECHNOLOGY INC.)	15
Figure 9: Corrélacion entre OIT et IT de 4 grades de PE (Schmid and Affolter, 2006)	16
Figure 10: Pression d'éclatement hydrostatique vs temps de défaillance à différentes températures pour un PEHD: a) données obtenues et b) courbe maîtresse (Popelar et al. 1991).	18
Figure 11: Courbes de contrainte appliquée en fonction du temps de rupture dans l'air et de l'eau (Hsuan et McGrath (2005)).....	19
Figure 12: Courbe maîtresse de la rupture fragile des tuyaux en PEHD prédites à 23°C (Hsuan et McGrath 2005).	19
Figure 13: Courbes de fluage de DMA et courbe maîtresse atteignant 13 ans à 27,5°C après un décalage en utilisant des facteurs Popelar (Hsuan et McGrath 2005)	20
Figure 14: Appareil pour (a) essais SIM et TTS à court terme, (b) essais SIM et TTS à long terme et (c) essais conventionnels (Yeo et Hsuan (2010)).	21
Figure 15: Propriétés de fluage de la géogrid en PEHD ; (a) essais à court terme et conventionnels aux petites charges, (b) essais à long terme et conventionnels aux grandes charges, et (c) tests à court terme aux grandes charges (Yeo et Hsuan 2010).....	22

Figure 16: Performance sur le terrain de tuyaux en PEHD fabriqués avec et sans résine recyclée (Pluimer et al. 2018).	25
Figure 17: Tuyaux en PEHD de 900 mm de diamètre.	35
Figure 18: Structures des chaînes de PE.....	36
Figure 19: Courbe TMA du tuyau C-V	38
Figure 20: Courbes de DMA (Tuyau C), mode cantilever simple, modules de conservation et de perte (E' et E''), facteur de perte $\tan \delta$	39
Figure 21: Courbe de TGA (Tuyau A-R).....	40
Figure 22: Forme d'haltère d'échantillons de traction (Paroi intérieure).....	41
Figure 23: Forme rectangulaire (Paroi extérieure).....	41
Figure 24: Duromètre Shore D.....	43
Figure 25: Spectres FTIR a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R avec A: spécimens non exposés aux UV (surface intérieure), B: spécimens non exposés aux UV (surface extérieure), C: spécimens exposés aux UV	44
Figure 26: Analyse SEM avant et après exposition aux UV a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R	47
Figure 27: Analyse EDS du tuyau D-R après exposition aux UV	48
Figure 28: Disposition générale du plastomètre à extrusion (ASTM D1238-13).....	49
Figure 29: Dimensions standards des échantillons (ASTM D638-14)	50
Figure 30: Échantillons pour essais de traction.....	50
Figure 31: Machine de traction MTS et échantillons après l'essai de traction.....	51
Figure 32: Résistance à la traction a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R	52
Figure 33: Machine MTS et contrôleur pour les essais SIM.....	55
Figure 34: Échantillons A-V pour les essais SIM	55
Figure 35: Configuration des essais SIM et A-V spécimen en cours d'essai.	56
Figure 36: Mode de rupture typique des spécimens en PEHD après l'essai SIM (A-V spécimen)	56
Figure 37: Étapes de construction des courbes maîtresses de fluage a) déplacement vertical b) temps de démarrage virtuel c) rééchelonnement d) déplacement horizontal.	57
Figure 38: Courbes maîtresses de fluage (déformation-temps) à 23° et 10°C a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R.	58

39: Courbes maîtresses de fluage (contrainte-temps) à 23 ⁰ et 10 ⁰ C a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R.	60
Figure 40: Modèle d'échantillon utilisé (unité mm) pour l'essai SCG (ASTM F2136-18).....	61
Figure 41: Échantillons utilisés pour l'essai SCR.....	62
Figure 42: Spécimens installés sur la station de l'essai NCLS.....	62
Figure 43: Rupture par écoulement plastique (gauche), rupture fragile (droite) par SCG.....	62
Figure 44: Données de balayage combiné température-fréquence pour le tuyau A-R.....	66
Figure 45: Résultats de TTS du balayage de fréquence DMA calculés pour une température de référence de 50 ⁰ C pour le tuyau A-R.	67
Figure 46: Évaluation de l'OIT basée sur la courbe thermique enregistrée en fonction du temps. (ASTM D3895-14)	68
Figure 47: Mesure de l'OIT pour le tuyau A-R,.....	68
Figure 48: Échantillons pour les cycles de gel-dégel	69
Figure 49: Échantillons conditionnés à température élevée (60 ⁰ C)	70
Figure 50: Courbe contrainte déformation des tuyaux exposés aux UV a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R	71
Figure 51: Tuyaux PEHD en service sur le terrain au Québec.....	76
Figure 52: Spectres FTIR des tuyaux prélevés sur le terrain.....	81

Liste des tableaux

Tableau 1: Données moyennes de rupture de l'essai UCLS décalées à 23°C obtenues par Pluimer et al. (2018).....	26
Tableau 2: Programme expérimental.....	35
Tableau 3: Densité des tuyaux en PEHD.....	37
Tableau 4: Températures de ramollissement mesurées par DMA et TMA.....	38
Tableau 5: Teneur en noir de carbone.....	39
Tableau 6: Mesures de TGA	40
Tableau 7: Point de fusion, flux de chaleur et le taux de cristallinité	42
Tableau 8: Dureté.....	43
Tableau 9: Indice de fusion.....	49
Tableau 10: Limites d'élasticité pour les essais de traction.....	51
Tableau 11 : Contraintes estimées des tuyaux en PEHD à 23°C et 10°C	59
Tableau 12: Conditions pour l'essai SCG (FM 5-572).....	63
Tableau 13: Résultats des essais SCR	63
Tableau 14: Données expérimentales obtenues pour l'essai de SCR	64
Tableau 15: Paramètres A, B et C selon la méthode RPM	64
Tableau 16: Durée de vie des tuyaux en PEHD.....	64
Tableau 17: Module à long terme à 100 ans	67
Tableau 18: Valeur d'OIT	68
Tableau 19: Valeur de résistance à la traction après exposition aux différents milieux.....	70
Tableau 20: Valeurs moyennes de la limite d'élasticité des tuyaux exposés aux UV	71
Tableau 21: Module à long terme à 100 ans pour une température référence de 50°C.	72
Tableau 22: Résultats des essais SCR après exposition aux différents milieux.....	73
Tableau 23: Paramètres A, B, C et prédiction de la durée de vie après conditionnements.....	74
Tableau 24: Valeur d'OIT après 4 mois.....	74
Tableau 25: Valeur d'OIT après 8 mois.....	75
Tableau 26: Valeur d'OIT (après 12 mois)	75
Tableau 27: Valeur d'OIT des tuyaux avant et après exposition aux UV	75
Tableau 28: Paramètres des tuyaux prélevés sur le terrain.....	76
Tableau 29: Valeur de résistance à la traction des tuyaux prélevés sur le terrain	77
Tableau 30: Module à long terme des tuyaux prélevés sur le terrain	78

Tableau 31: OIT des parois intérieure et extérieure des tuyaux prélevés sur le terrain	79
Tableau 32: Résultats des essais SCG (FM 5-572)	82
Tableau 33: Paramètres A, B et C selon la méthode RPM	82
Tableau 34: Durée de vie des tuyaux prélevés sur le terrain à 23°C et 10°C	83
Tableau 35: Résultats mécaniques du projet versus ceux de l'AASHTO LFRD.....	87

1. INTRODUCTION

Les tuyaux en polyéthylène haute densité (PEHD) sont de plus en plus utilisés dans les projets de génie civil et sont une alternative économique aux tuyaux traditionnels en béton et en acier. Les tuyaux en PEHD sont résistants à la corrosion et aux produits chimiques, légers, efficaces pour l'évacuation de l'eau, flexibles et peuvent être raccordés par des joints fusionnés ou mécaniques (PPI 1993, Ortega et al. 2004, Rubeiz 2004, Petroff 2013, Nguyen et al. 2021a). De plus, ces tuyaux peuvent être utilisés dans les travaux avec ou sans tranchée. À court et à long terme, les tuyaux en PEHD peuvent subir un des trois modes de rupture suivants, selon les conditions de contraintes et de température de service. Le premier correspond à la rupture sous charge importante ($> 30\%$ de la limite élastique). Sous ces charges, le matériau subit une déformation plastique à long terme et finit par céder par fluage selon un mécanisme de rupture ductile. Le deuxième mode de rupture survient aux charges intermédiaires et implique une rupture par fissuration sous contrainte par croissance lente de la fissure. La rupture par croissance lente des fissures survient dans un plastique quand un point de faiblesse soumis à des contraintes normalement faibles produit une fissure par combinaison avec le milieu d'exposition. Cette fissure peut se développer à l'extérieur ou à l'intérieur du tuyau à partir d'une coupure, de défauts externes ou de défauts induits pendant la fabrication ou l'installation ou des suites de l'abrasion. La rupture par croissance lente des fissures est fragile et la coupe est lisse et nette. Elle est détectée par de microfissures internes. Le dernier mode de rupture appelé rupture chimique ou oxydative est contrôlé par la quantité d'antioxydants incluant le noir de carbone présente dans le tuyau. Dans ce mode, une attaque chimique (oxydation) crée de nombreuses fissures qui s'amorcent en même temps et une rupture fragile s'ensuit. Des chercheurs (Pluimer 2006, Meijering et al. 2014) ont illustré ce processus par une courbe abrupte indiquant que le matériau ne peut quasiment plus supporter de charge si les antioxydants ont disparu. Pour déterminer la durée de vie des tuyaux en PEHD, il est donc nécessaire de bien comprendre les mécanismes de rupture aux différentes étapes. La durée de vie des tuyaux en PEHD est souvent présentée dans un graphique comme celui montré à la figure 1.

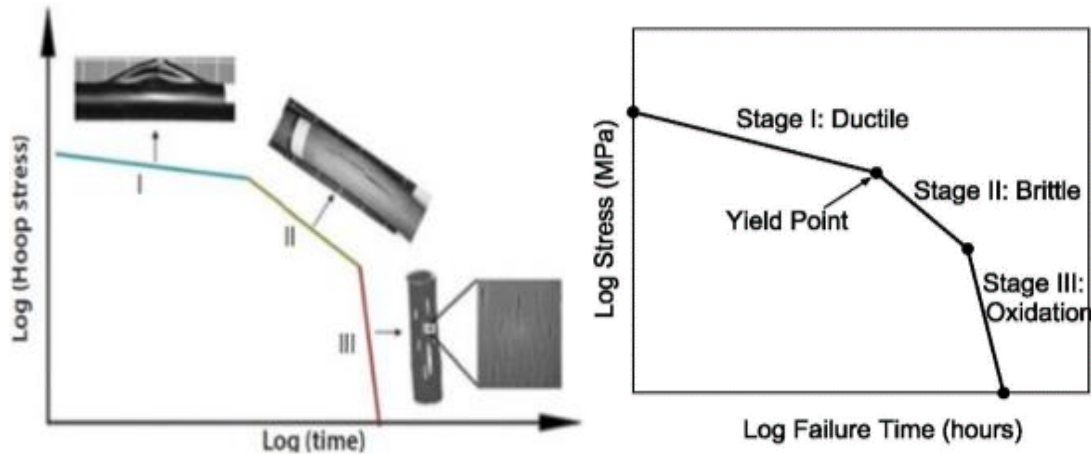


Figure 1: Idéalisisation de la vie en service des tuyaux en PEHD (Thomas, 2011).

Pour déterminer la durée de vie des tuyaux en PEHD, il est nécessaire de déterminer les deux premiers modes de rupture sur la courbe de la figure 1 et le point de croisement (plastification) correspondant au point de transition du mode de rupture ductile à fragile. Pour générer la courbe d'enveloppe de la durée de vie en service du PEHD, des essais permettent d'investiguer les deux premières étapes. Au total, six tuyaux provenant de quatre fabricants, dont trois fabricants de tuyaux à profil ouvert (paroi extérieure ondulée) et un à profil fermé (paroi extérieure lisse), ont été sélectionnés.

Pour ce projet, la méthode d'essais accélérée SIM (*Stepped Isothermal Method*) (méthode isotherme par étapes) a été choisie pour déterminer la rupture ductile des tuyaux en PEHD. Cet essai consiste à évaluer le fluage sous charges importantes ($> 30\%$ de la limite élastique) et à haute température. Cette méthode utilise un seul échantillon qui est soumis à des paliers de températures de 7°C à chaque 10000 secondes à contrainte constante jusqu'à la rupture. Le temps de rupture est enregistré. Ensuite, les courbes de fluage permettent de générer une courbe maîtresse en décalant les courbes individuelles à l'aide de méthodes de WLF (*Williams-Landel-Ferry*), PSM (*Popelar Shifts Methods*) ou RPM (*Rate Process Method*). Dans cette étude, la méthode RPM est utilisée pour générer la courbe maîtresse.

La deuxième phase de rupture, soit par propagation lente de fissure, utilise la méthode d'essai de Floride FM5-572 (*Florida Method of Test For Determining Stress Crack Resistance of HDPE Corrugated Pipes*). Cette méthode est présentée sur la base des recherches effectuées par Hsuan et McGrath (2005) pour les exigences de durée de vie de conception de 100 ans du Département des transports de la Floride (FDOT). Les échantillons sont soumis à un minimum de deux températures élevées et deux niveaux de contrainte dans un environnement conditionné.

Pour cette méthode d'essai FM 5-572, les contraintes appliquées sont de 4,48 MPa à 70°C et de 4,48 et 3,1 MPa à 80°C avec cinq échantillons testés pour chaque combinaison contrainte-température.

Pour simuler l'environnement du Québec et du Canada, des conditionnements dans différents milieux ont été effectués à température élevée en solutions alcaline, salée et acide et par cycles de gel-dégel dans l'eau (625 cycles de 14 heures chaque entre -40° et 40°C, dont 8 heures de congélation et 6 heures de dégel). Les échantillons conditionnés ont été testés pour déterminer l'effet des différents milieux sur la durée de vie des PEHD en comparant les résultats avec les échantillons de référence.

2. DURÉE DE VIE DES TUYAUX EN PEHD

La durée de vie d'un matériau en service est la durée pendant laquelle le matériau remplit les fonctions pour lesquelles il a été conçu. Pour les tuyaux en PEHD utilisés comme ponceaux, un temps de service de plus de 75 ans est généralement requis sauf pour le MTQ qui spécifie une durée de vie de 50 ans. L'installation des tuyaux est basée sur la flèche et limitée à 5% (CSA-B1800, AASHTO M294). Cette flèche produit à long terme des contraintes de 4,65 MPa (Pluimer 2006). Le mode de rupture ductile aux contraintes élevées est moins préoccupant et très rare en service car les tuyaux en PEHD sans pression subissent de faibles contraintes tout au long de leur vie. Le mode de rupture le plus fréquent est la fissuration sous contrainte, le mode de rupture fragile de la phase II (figure 1). Pour s'assurer de la durabilité de ces tuyaux, il est nécessaire que ce mode de rupture apparaisse au-delà du temps de service du tuyau. Il est cependant important d'étudier les trois modes de rupture qui peuvent se présenter selon les conditions en service ou de laboratoire.

2.1. Phase I ou mode de rupture ductile

À court terme, ce mode de rupture survient lorsque le PEHD est soumis à des contraintes élevées proches de sa limite élastique. À long terme, la rupture ductile se produit sous des contraintes relativement élevées (> 30% de la limite élastique) sur une longue période à cause du fluage. Dans les deux cas, la rupture s'accompagne d'une déformation importante pouvant aller jusqu'à 300%. Ce comportement est constaté dans l'essai de traction et c'est pourquoi cet essai est le plus utilisé car il caractérise mieux les propriétés des PEHD que d'autres essais mécaniques. Ce mode de rupture est montré sur la figure 2.

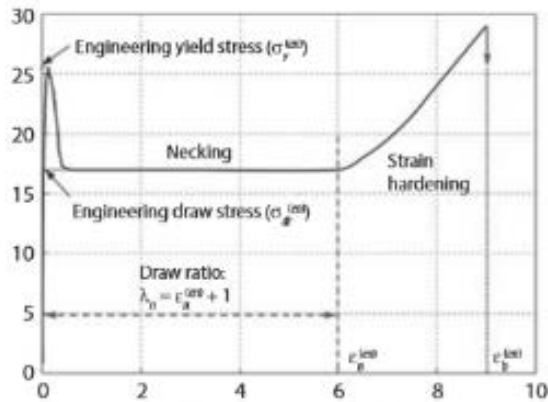


Figure 2: Courbe contrainte-déformation nominale (Mark 2017)

Cette courbe présente plusieurs phases (Mark 2017):

1. La première partie de la courbe est une droite caractéristique d'un comportement élastique où la déformation est proportionnelle à la charge appliquée. Le retour à zéro est possible puisqu'une fois la contrainte éliminée l'échantillon retourne à sa forme d'origine.
2. Au-delà du comportement élastique mais avant l'écoulement plastique la déformation demeure élastique mais la courbe de retour à zéro ne suit plus la courbe de déformation mais forme une hystérèse.
3. À l'écoulement plastique, on observe une diminution de la contrainte nominale puisque la diminution de la section n'est pas prise en compte. L'écoulement plastique est suivi par une déformation rapide supérieure au déplacement de la machine d'essai, ce qui cause un début de striction et une diminution de la contrainte.
4. Après l'écoulement plastique, l'échantillon subit davantage de striction et s'amincit avant l'augmentation de la contrainte précédant la rupture. Cette augmentation est due au durcissement par écrouissage (*Strain Hardening*).

Cette courbe représente donc toutes les phases pouvant se produire pendant l'essai de traction d'un matériau en PEHD. Cependant, le comportement de chaque échantillon dépend de la température d'essai, du taux de déformation appliquée ainsi que de sa taille. La figure 3 montre l'effet de la température (a) et du taux de déformation (b) sur le comportement en traction du PEHD.

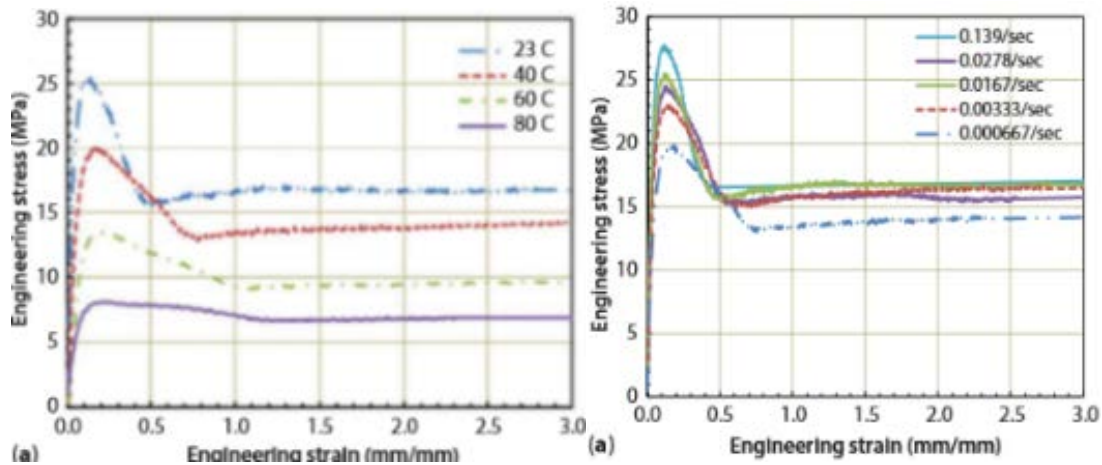


Figure 3: Courbe contrainte-déformation à différentes températures et taux de chargement (Mark 2017)

Sur ces courbes, il apparaît que pour un même taux de déformation, la contrainte diminue avec l'augmentation de la température et que pour la même température, les contraintes augmentent avec l'accroissement du taux de déformation. Ainsi, si le taux de déformation tend vers l'infini, la rupture sera soudaine et fragile. Le même mécanisme se produit en diminuant la température. En dessous de la température de transition vitreuse T_g (-110°C), la rupture est fragile et soudaine puisque l'échantillon se comporte alors comme un matériau vitreux. L'essai de traction est effectué en suivant la méthode d'essai ASTM D638-2018 (*Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*) où l'échantillon est mis en traction à des taux de chargement et des types d'éprouvette (I à V) différents selon sa nature. L'évolution des contraintes et des déformations est reportée sur une courbe contrainte-déformation. Cet essai permet de déterminer les principales propriétés mécaniques du matériau comme la limite élastique, la résistance ultime, le module à court terme et la déformation.

2.2. Phase II ou mode rupture fragile

Le mode de rupture fragile due à la propagation lente des fissures a la forme d'une coupe lisse et nette. Les fissures sont initiées au niveau d'un défaut (cavité, interface, impureté) et se propagent dans le matériau à des contraintes faibles et moyennes appliquées sur une longue période. Hsuan et al. (2007) ont étudiés les facteurs qui influencent la résistance à la fissuration sous contrainte (SCR) des PEHD. Ils ont constaté que le noir de carbone réduit la résistance à la fissuration sous contrainte alors que l'effet des matériaux recyclés dépend de leur résistance. Les auteurs ont aussi évalué l'effet du procédé de fabrication en comparant la résistance à la fissuration sous contrainte d'échantillons provenant de plaques moulées par compression en

utilisant les granulés de PEHD vierges et des échantillons poinçonnés directement sur la paroi du tuyau. Ils ont constaté que la résistance était inférieure avec les échantillons poinçonnés sur la paroi du tuyau. La rupture fragile due à la propagation lente de la fissure (Phase II) étant le mode de rupture le plus fréquent pour les tuyaux en PEHD, il est important d'en tenir compte lors de la conception des tuyaux (Fleissner 1998). Pour les tuyaux contenant une certaine proportion de résine recyclée, les fissures s'amorcent généralement au niveau des contaminants des matériaux recyclés qui agissent comme points de concentration de contraintes. La figure 4 illustre les étapes de la rupture fragile.

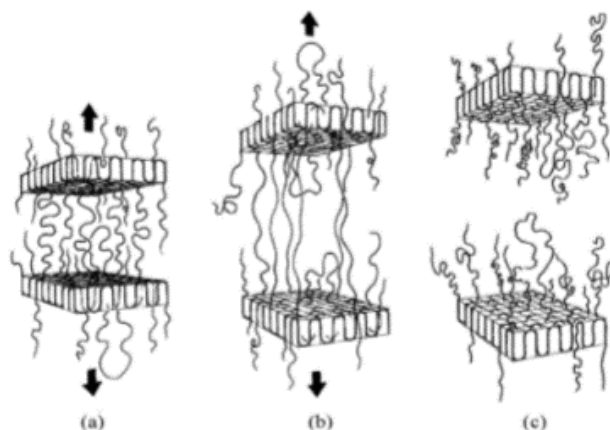


Figure 4: Phases de la rupture fragile; (a) lamelles commencent à se détacher (b) liaisons moléculaires étirées (c) rupture des lamelles (Cheng 2008)

La rupture fragile du PEHD est principalement attribuée à la propagation lente des fissures à des niveaux de contrainte intermédiaires ou à une combinaison de faibles contraintes et d'un environnement chimiquement agressif. Elle s'effectue en trois étapes principales: 1) initiation de la fissure, 2) croissance lente de la fissure et 3) instabilité de la fissure et passage à la propagation rapide ou à la rupture fragile (Cheng 2008). Notons ici que la troisième étape se produit relativement rapidement et que la durée de vie du PEHD correspond principalement au temps précédant l'initiation de la fissure. La fissure commence plus rapidement dans la zone amorphe au niveau des pores, des contaminants et de tout autre défaut de fabrication. Outre les contaminants et les micro-défauts du matériau qui peuvent initier la fissure, il a également été montré que la fissuration sous contrainte peut apparaître le long des structures cristallines où les molécules de polymères ont une masse moléculaire plus faible (Krishnaswamy 2008). Bien que les essais aient permis de déterminer la résistance des PEHD à court terme aux différents environnements agressifs (acides, sels, ou bases fortes), il n'existe pas de données

expérimentales pour les applications à long terme permettant de valider ce comportement (PPI 2007).

3. MÉTHODES D'ESSAIS À LONG TERME DISPONIBLES

Plusieurs méthodes d'essai sont présentées pour évaluer les trois modes de rupture des tuyaux en PEHD. Cependant, peu d'essais traitent de la fissuration à long terme dans un délai court raisonnable. Les approches courantes incluent la concentration de contrainte (entaille) et les températures élevées, des solutions chimiques et des contraintes élevées pour permettre des essais à court terme. Cette section traite des procédures d'essais disponibles.

3.1. Résistance à long terme (Phase I)

3.1.1. Tension de charge caractéristique (Hydrostatic Design Bases : HDB) (ASTM D 2837)

L'essai de tension de charge caractéristique (Hydrostatic Design Bases : HDB) sert à déterminer les caractéristiques de résistance à long terme d'un tuyau en plastique. Toutefois, cet essai est spécifié pour un tuyau complet. La méthode d'essai consiste à soumettre le tuyau à une série de pressions internes et à déterminer le temps de défaillance à chaque niveau de contrainte. Un minimum de trois échantillons doit échouer entre 6 000 et 10 000 h et un échantillon ne doit pas échouer avant 10 000 h. De plus, les essais doivent être effectués à plusieurs températures. Les données peuvent être extrapolées à l'aide d'une échelle logarithmique pour calculer la résistance à la durée de vie souhaitée. L'un des avantages des essais hydrostatiques sur les tuyaux en plastique est que le même essai peut générer des défaillances correspondant aux phases I et II. Cependant, la méthode d'essai ne reflète pas les conditions de service des tuyaux à profil ouvert et fermé utilisés dans les applications de drainage. Par conséquent, une autre méthode devrait être utilisée pour évaluer la résistance à la traction à long terme des tuyaux. Par conséquent, cette méthode d'essai n'a pas retenue aux fins de la présente étude.

3.1.2. Superposition temps-température (Time-Temperature Superposition: TTS)

La superposition temps-température (TTS) est un essai accéléré largement utilisé pour évaluer le comportement viscoélastique de matériaux polymères. Cette méthode d'essai peut être utilisée pour estimer la résistance à la traction et le module d'élasticité à long terme de matériaux polymères (phase I) alors que le facteur temps peut être réduit par une température élevée (Nielsen 1974, Ferry 1980, Moore et Kline 1984, Painter et Coleman 1997). Les courbes de fluage ou de relaxation des contraintes obtenues à des températures élevées peuvent ensuite être déplacées le long de l'échelle du temps pour générer une courbe maîtresse de fluage qui peut être transposée à une température de référence inférieure. La durée usuelle de l'essai à chaque

niveau de température est de 1000 heures tandis que la température d'essai maximale et le nombre de niveaux de température dépendent de la durée souhaitée pour la courbe maîtresse. Dans cet essai, un nouvel échantillon est utilisé pour chaque niveau de température ; ainsi, la variabilité entre les échantillons peut induire des erreurs dans les résultats. Des essais de fluage peuvent également être effectués à l'aide d'un analyseur mécanique dynamique (Dynamic Mechanical Analyzer : DMA) pour illustrer le concept de TTS à partir duquel une courbe maîtresse à une certaine température de référence peut être obtenue. La méthode débute en soumettant un échantillon à une charge constante à une certaine température comme dans l'essai de fluage conventionnel. La variation du fluage de l'échantillon par rapport à l'échelle logarithmique du temps est alors enregistrée (figure 5a). Des niveaux de contrainte similaires sont répétés à différentes températures pour obtenir les courbes de fluage correspondantes. Une température de référence arbitraire est sélectionnée (T_R) et toutes les courbes individuelles de fluage correspondant à différents niveaux de température sont décalées le long de l'échelle log (temps) pour se superposer à une courbe maîtresse (figure 5b). Le déplacement (shifting) a également été largement utilisé à l'aide de l'équation de Williams-Landel-Ferry (équation 1):

$$\log(a_T) = \frac{C_1(T - T_R)}{C_2 + T - T_R} \quad (\text{Équation 1})$$

où a_T est le changement d'échelle de temps à une température T pour déplacer la courbe à partir de la température de référence T_R , et C_1 et C_2 sont des constantes empiriques pouvant être obtenues avec une analyse de régression des données expérimentales. Lorsque la température de transition vitreuse du polymère T_g est prise comme température de référence T_R , Williams-Landel-Ferry a montré que les constantes C_1 et C_2 étaient universelles et égales à respectivement 17,44 et 51,6 K.

Popelar et al. (1990) ont constaté que le déplacement horizontal de la température seule ne permet pas d'obtenir une courbe maîtresse cohérente en raison de l'effet de la température sur la cristallinité. Cependant, avec l'aide du décalage vertical, une courbe maîtresse plus cohérente peut être obtenue. Popelar et al. (1991) ont également mis au point deux facteurs (équations 2 et 3) permettant de modifier les données individuelles en temps et en contrainte basées sur de nombreux ensembles de courbes de ductile à fragile obtenues à partir de l'essai d'éclatement des conduites de gaz. La méthode est identifiée comme étant la méthode de déplacement de Popelar (Popelar's Shift Method: PSM) et se base sur les équations suivantes:

$$\log(a_T) = -0.0109(T - T_R) \quad (\text{Équation 2})$$

$$\log(b_T) = -0.0116(T - T_R) \quad (\text{Équation 3})$$

où a_T est la fonction de décalage horizontal du temps et b_T la fonction de décalage vertical des contraintes de la température de l'essai T à la température cible T_R (T et T_R sont exprimés en K). La précision de ces deux facteurs de décalage n'a pas été vérifiée pour les tuyaux en PEHD à profil ouvert et fermé.

La méthode de décalage adoptée par les normes ASTM D 2837 et ISO 9080 pour analyser la fissuration sous contrainte des tuyaux sous pression est la méthode du procédé à vitesse de rotation (Rate Process Method : RPM). La norme ISO 9080 utilise un modèle à quatre coefficients tandis que la procédure ASTM recommande un modèle à trois coefficients (équation 4) comme suit :

$$\log(t) = A + \frac{B}{T} + \frac{C \log \sigma}{T} \quad (\text{Équation 4})$$

où t est le temps de rupture en heures, σ la contrainte appliquée en MPa et T la température de l'essai en K. Les trois constantes A , B et C sont déterminées à l'aide d'une analyse de régression multi-variable par les moindres carrés pour les données dans la zone de rupture ductile/fragile. L'équation avec des constantes connues peut ensuite être appliquée pour prédire la courbe de rupture fragile à n'importe quelle température et contrainte dans les mêmes conditions de l'essai. Hsuan et al. (2006) et Hsuan et McGrath (2005) ont constaté que le RPM permettait de bien prédire les tuyaux en PEHD et envisageait le RPM comme une méthode plus fiable pour prédire la résistance à long terme des tuyaux en PEHD.

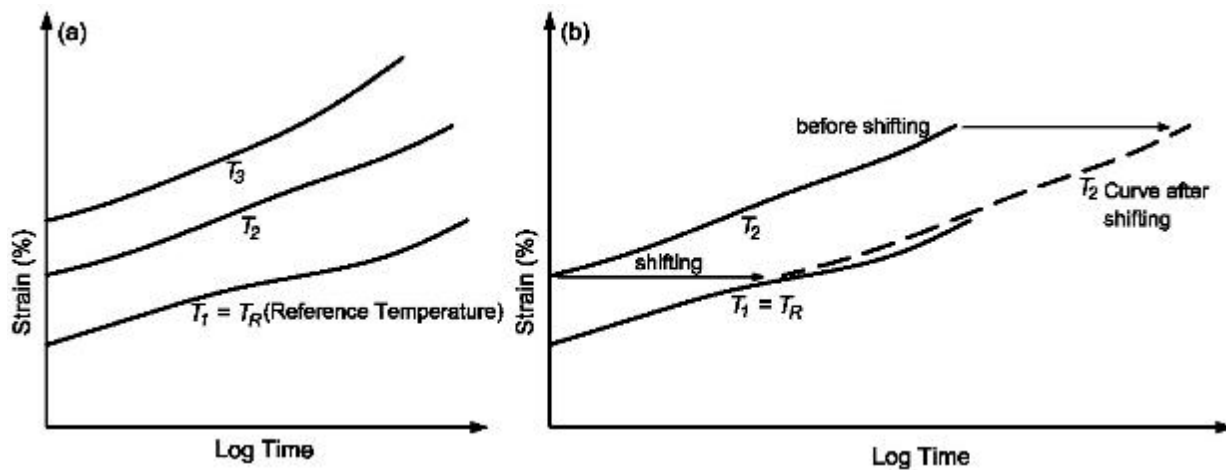


Figure 5: Principe de la procédure TTS: a) contraintes de rupture par fluage à différentes températures et b) décalage des résultats pour produire une courbe maîtresse

3.1.3. Méthode isotherme par étapes (Stepped Isothermal Method: SIM) (ASTM D 6992)

La méthode d'essai SIM est un essai accéléré de fluage en traction et de la rupture en fluage de matériaux géosynthétiques (Phase I) basé sur la superposition temps-température (TTS). La méthode combine à la fois les superpositions TTS et Boltzmann et peut être effectuée à la fois pour évaluer le module d'élasticité et la résistance à la traction à long terme du matériau. La méthode utilise des niveaux de température et des temps de temporisation (d'arrêt: temps entre les étapes de température) pour accélérer les caractéristiques de fluage viscoélastique au cours desquelles la contrainte et la charge sont suivies en fonction du temps.

Dans l'essai SIM, un seul échantillon est soumis à une série de niveaux de température sous une charge appliquée constante pour générer une séquence de courbes de fluage à partir de laquelle la courbe maîtresse de fluage est formée. La déformation de l'échantillon doit être mesurée pendant l'essai en fonction du temps. Dans un premier temps, la résistance à la traction de 5 échantillons est évaluée conformément à la procédure d'essai décrite dans la norme ASTM D6637. Le fluage ou les niveaux de contrainte de rupture par le fluage sont ensuite identifiés. L'échantillon est amené à l'équilibre à la température de référence standard ($20 \pm 1^{\circ}\text{C}$) pendant quelques heures. Le spécimen est ensuite prétendu à 1% de la résistance à la traction avant le chargement puis chargé à une vitesse de déformation de 10% de la longueur de référence par minute jusqu'à la charge souhaitée. Les échantillons sont conditionnés dans une chambre climatique capable de maintenir la température de l'échantillon entre 0 et 100°C ($\pm 1^{\circ}\text{C}$) et de modifier la température de l'échantillon de 7°C en moins de 10000 secondes, soit la durée de temporisation pour les matériaux en PEHD. Le temps de temporisation isotherme pour tous les essais SIM ne doit pas être inférieur à 10000 secondes. Cependant, la norme ASTM D 6692 n'indique pas le nombre d'étapes de température pour un seul échantillon.

Les courbes de fluage à long terme de SIM nécessitent un décalage utilisant le facteur de décalage dépendant de la température a_T des méthodes PSM ou RPM comme indiqué précédemment. Cependant, en raison des différences d'approche expérimentale, l'analyse des données SIM implique quelques étapes supplémentaires avant cette procédure de décalage (Figure 6). Ceci est principalement attribué au changement de température au cours des essais. Par conséquent, la déformation mesurée ne tient pas exclusivement compte du comportement au fluage. Ainsi, un décalage vertical est nécessaire pour éliminer la déformation provoquée par la dilatation thermique lors du chauffage de l'échantillon (figure 6a). Le temps de début d'une seule période de temporisation est donc inférieure à l'heure de début réelle, t , et identifiée comme

heure de début virtuelle, t' (figure 6b). Selon le principe de superposition de Boltzmann (Ferry 1980), les courbes de fluage à différents niveaux de température peuvent être traitées comme des essais individuels débutant au temps t' . Pour calculer la valeur de t' , une procédure itérative est suivie en commençant par une valeur arbitraire jusqu'à ce que la pente au début d'un échelon de température corresponde à la pente à la fin de l'étape précédente de l'échelle logarithmique (Figure 6c). Cette procédure est répétée pour toutes les températures jusqu'à ce que les données SIM remises à l'échelle dans l'échelle de temps virtuelle (t') soient équivalentes à un ensemble de courbes de fluage isotherme indépendantes. Celles-ci peuvent être utilisées pour générer une courbe maîtresse au moyen d'un décalage horizontal en fonction des méthodes PSM ou RPM (figure 6d). Par contre, Yeo (2007) a constaté que la procédure analytique utilisant t' ne s'appliquait pas à la géogrille de PEHD en raison de sa grande dilatation thermique et de sa faible conductivité thermique. La géogrille de PEHD nécessite beaucoup plus de temps pour atteindre l'équilibre que celle en polyester à chaque étape de température élevée. Ainsi, Hsuan (2012) a proposé une procédure modifiée pour analyser les données de SIM. La procédure modifiée (MSIM) prend en compte t' comme la même valeur de t , (figure 7). La partie initiale non équilibrée de la courbe de fluage a été supprimée et les courbes de fluage restantes sont décalées horizontalement et verticalement pour créer la courbe maîtresse.

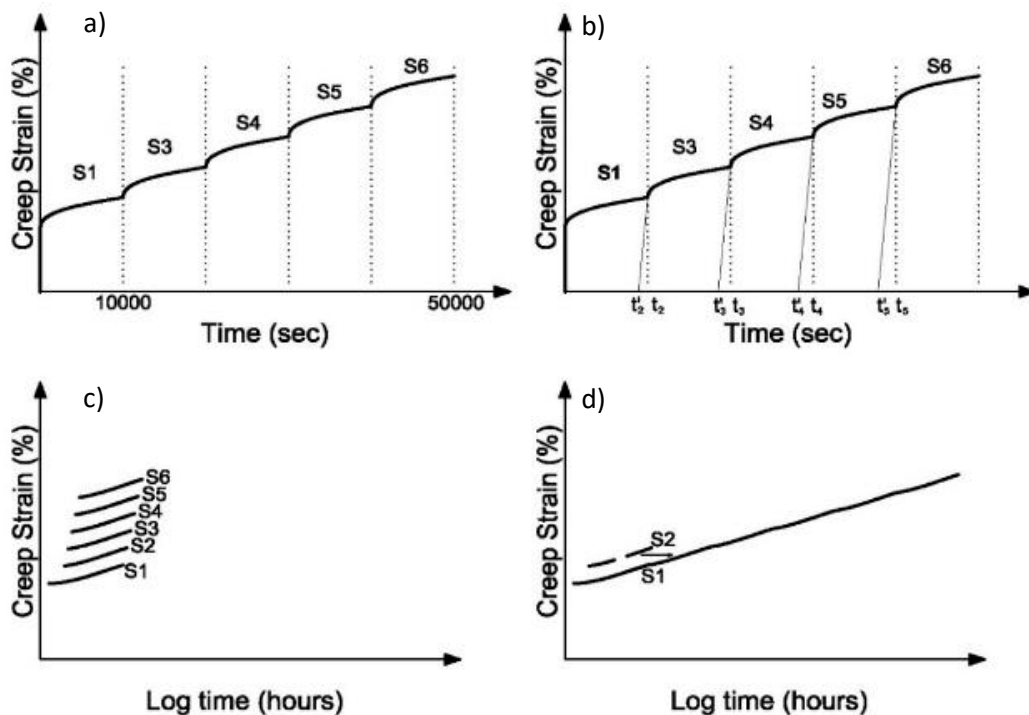


Figure 6: Principe de la procédure de l'essai SIM : (a) données brutes de l'essai SIM, (b) détermination du temps de début virtuel t' , (c) Remise à l'échelle, et (d) développement de la courbe maîtresse de fluage (Achereiner et al. 2013)

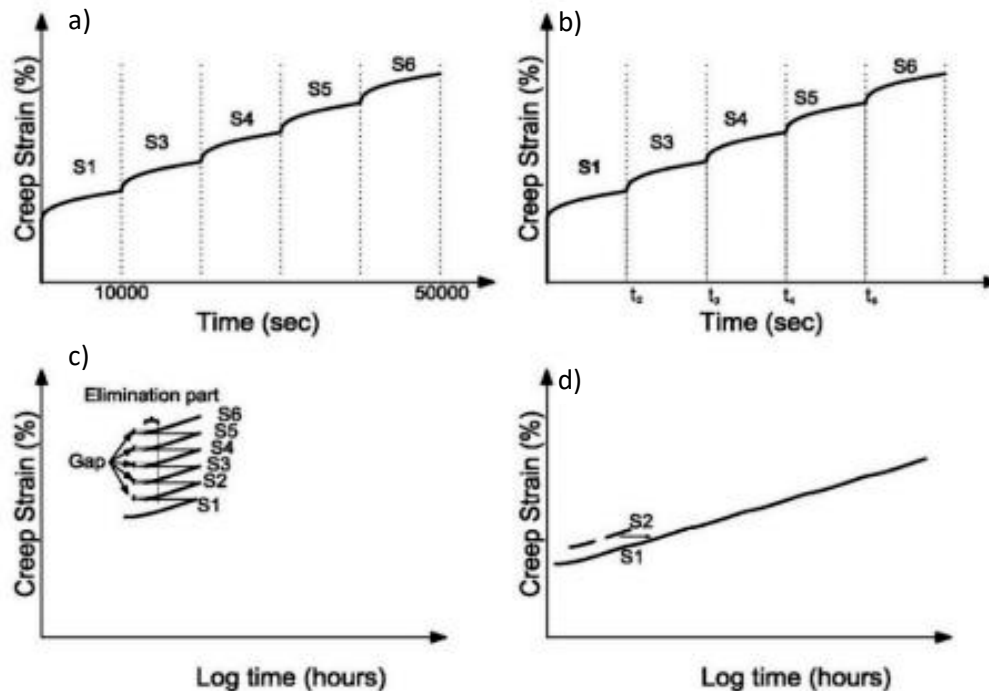


Figure 7: Principe de la procédure de l'essai MSIM: (a) données brutes de SIM, (b) détermination du temps de début virtuel t' , (c) Remise à l'échelle, et (d) développement de la courbe maîtresse de fluage (reproduced from Yeo 2007)

Ainsi, la courbe maîtresse résultante est beaucoup plus courte que celle obtenue à partir de la procédure SIM en utilisant le même nombre de niveaux de température. Hsuan (2012) a montré que les résultats de l'essai SIM et de la méthode MSIM sont fondamentalement les mêmes pour des contraintes appliquées inférieures à 30% de la résistance ultime en traction et que les deux méthodes peuvent être utilisées pour créer la courbe maîtresse de fluage des tuyaux en PEHD.

3.2. Résistance à long terme à la fissuration sous contrainte (Phase II)

3.2.1. Résistance à la fissuration sous contrainte environnementale (ASTM D1693)

L'essai de résistance à la fissuration sous contrainte environnementale (*Environmental Stress Crack Resistance : ESCR*) vise à déterminer la sensibilité des polyéthylènes à la fissuration sous contrainte environnementale (phase II) lorsqu'ils sont soumis à différents environnements, notamment des savons, des agents mouillants, des huiles ou des détergents. Sous certaines conditions de contrainte et en présence de ces environnements, les polyéthylènes peuvent présenter des défaillances mécaniques par fissuration. L'essai d'ESCR consiste à découper dix spécimens rectangulaires entaillés longitudinalement en surface. Les éprouvettes sont ensuite pliées en un arc de 180° et confinées entre les parois d'un petit canal métallique. Le montage complet, avec des échantillons entaillés, est immergé dans une solution à 10% ou 100% d'Igepal (nonylphénoxy poly (éthylèneoxy) éthanol dissous dans de l'eau désionisée) à des températures

de 50°C ou 100°C. Il existe trois conditions d'essai définies par la taille de l'échantillon, la profondeur de l'entaille et la température de l'essai. Les spécimens sont examinés après un certain temps et le pourcentage de spécimens brisés est enregistré. La durée de l'essai varie de 24 heures à 1000 heures, en fonction des spécifications définies par différents fabricants de PEHD. L'essai de la bande pliée est simple et facile à réaliser. Cependant, une relaxation significative des contraintes se produit pendant l'essai et le taux de relaxation des contraintes est difficile à quantifier. Cet essai s'est avéré insuffisant pour distinguer la propriété de résistance à la fissuration sous contrainte des PEHD actuels. De plus, les résultats donnent un écart type important (Zhang 2005) en sorte qu'il n'est pas recommandé d'utiliser cet essai dans cette étude.

3.2.2. Essai de résistance à la fissuration lente (Notched, Constant Ligament-Stress : NCLS) (ASTM F2136)

L'essai NCLS a été conçu pour évaluer la sensibilité des résines PEHD ou des tuyaux finis lisses/ondulés en PEHD à la fissuration sous contrainte (phase II). L'essai utilise des échantillons en forme d'haltères avec une encoche/entaille localisée au centre de la surface d'un des côtés de l'échantillon. La profondeur de l'entaille est de 20% de l'épaisseur de l'échantillon. L'essai est effectué dans une solution à 10% d'Igepal à 10% en volume dans de l'eau désionisée à 90% à 50°C sous une seule contrainte appliquée de 4,14 MPa (600 psi). Les échantillons peuvent être prélevés sur des plaques moulées par compression ou sur la paroi des tuyaux en PEHD. Cependant, cette méthode d'essai ne prétend pas interpréter les données générées à l'aide d'une seule température avec une valeur de contrainte spécifique, ce qui rend difficile le décalage des données obtenues à l'aide de modèles PSM ou RPM définies en haut. Ainsi, la méthode ne peut uniquement être utilisée qu'à des fins de comparaison et ne peut pas être mise en œuvre pour évaluer la durée de vie de tuyaux.

3.2.3. Essai d'entaille de Pennsylvanie (PENT:Pennsylvania notched test (ASTM F1473)

L'essai d'entaille de Pennsylvanie (PENT) «Essai de traction à l'entaille pour mesurer la résistance à la propagation lente des fissures des tuyaux et des résines de polyéthylène» détermine la résistance à la propagation lente des fissures des matériaux en polyéthylène (Stade II). L'essai PENT a été développé par Lu et Brown (1992) alors largement utilisé pour évaluer la résistance à la fissuration sous contrainte des tuyaux en PE. Les échantillons peuvent être prélevés sur des plaques moulées par compression ou des tuyaux. Les échantillons de tuyaux sont préparés en fonction du diamètre. Pour les tuyaux de plus de 25 mm de diamètre, des échantillons rectangulaires sont découpés dans les parois du tuyau, tandis que pour les diamètres

inférieurs à 25 mm, des échantillons circulaires sont utilisées. La norme ASTM D1473 spécifie la profondeur des entailles en fonction de l'épaisseur de la paroi. Les échantillons sont testés à 80°C dans l'air sous une seule contrainte de 2,4 MPa. Cependant, différentes températures et/ou niveaux de contraintes peuvent également être adoptés. Le temps de rupture est enregistré pour chaque échantillon et une courbe maîtresse peut être établie pour extrapoler la résistance à long terme. L'essai PENT peut être mis en œuvre pour évaluer la durée de vie des tuyaux en PEHD. Toutefois, il convient de choisir des températures et des niveaux de contrainte différents de ceux spécifiés par la norme ASTM F1473. Krishnaswamy et al. (2007) ont évalué la résistance à la fissuration sous contrainte de différents types de tuyaux en PEHD en utilisant l'essai PENT à forte contrainte de 3,8 MPa et ont constaté que les temps de rupture correspondaient mal aux temps de rupture fragile des tuyaux sous pression. En outre, dans les conditions standards à 80°C et 2,4 MPa, l'essai PENT est prolongé de plusieurs milliers d'heures et ne peut donc être une méthode raisonnable pour un essai accéléré (Dominguez et al. 2012).

3.2.4. Méthode d'essai de la Floride (Florida Method of Test (FM 5-573))

La méthode d'essai de Floride (FM 5-573) « Prédiction de la durée de vie sans fissure des tuyaux ondulés en PEHD » a été présentée pour la première fois à partir des recherches de Hsuan et McGrath (2005) pour la FDOT qui exigeait une durée de vie théorique de 100 ans de service. L'essai utilise les données obtenues à partir de la méthode d'essai FM 5-572 pour évaluer la résistance à la fissuration sous contrainte (SCR) de tuyaux en PEHD (phase II). Les méthodes d'essai de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR) pour les positions de coupe d'échantillons (profilés à jonction et longitudinaux) sont décrites dans les procédures B et C de FM 5-572. Les échantillons sont testés à un minimum de deux températures élevées et deux niveaux de contrainte dans l'eau. La méthode d'essai FM 5-573 spécifie des contraintes appliquées de 650 psi (4,48 MPa) à 70°C et de 650 et 450 psi (4,48 et 3,1 MPa) à 80°C, avec cinq répétitions à chaque niveau de contrainte. Ensuite, les données de l'essai sont décalées pour former une courbe maîtresse de rupture par fluage basée sur le modèle RPM avec trois coefficients. La figure 8 montre une vue de l'appareil recommandé par FM 5-572.



Figure 8: Machine d'essai pour la SCG selon ASTM F2136, ASTM F1473 et FM 5-572 (BT TECHNOLOGY INC.)

3.3. Oxydation à long terme (Phase III)

3.3.1. Temps d'induction d'oxydation (OIT : Oxidative-Induction Time) (ASTM D3895)

L'essai de temps d'induction à l'oxydation (OIT) est une évaluation qualitative du niveau/degré de stabilité à l'oxydation des polyoléfines. Des échantillons de 5 à 10 mg sont coupés et placés dans un calorimètre à balayage différentiel (Differential Scanning Calorimetry: DSC) sous azote et chauffés à 200°C. Une fois la température stabilisée, de l'oxygène est introduit et les antioxydants commencent à être consommés. Une fois ceux-ci totalement consommés, un pic exothermique apparaît. Le temps écoulé entre l'introduction de l'oxygène et l'apparition du pic exothermique est le temps d'induction à l'oxydation (OIT), puisque le matériau n'est plus protégé contre l'oxydation. L'essai est bien connu pour évaluer la quantité d'antioxydants (Hsuan et McGrath, 2005). Sangam et Rowe (2002) ont indiqué que cette méthode d'essai peut être utilisée pour évaluer avec précision l'épuisement des antioxydants dans une géomembrane et prévoir la durée de vie des antioxydants. En outre, Hsuan et Koerner (1999) ont utilisé le modèle d'Arrhénius pour extrapoler le taux d'épuisement en antioxydants à partir de températures d'essai élevées afin de déterminer le taux d'épuisement à des températures correspondant à celles rencontrées en service.

3.3.2. Température d'induction à l'oxydation (Oxidative Induction Temperature) (IT) (ASTM D3350)

L'essai de température d'induction à l'oxydation (IT) a été utilisé traditionnellement sur les morceaux de paroi intérieure des tuyaux à parois épaisses après la fabrication. Lorsqu'un échantillon indique une valeur de température d'induction d'oxydation inférieure à 220°C, cela signifie qu'il a été dégradé au cours du traitement. L'essai de température d'induction d'oxydation

est un essai dynamique réalisé en plaçant un échantillon dans un récipient de calorimétrie à balayage différentielle ouvert et en chauffant à l'air à une vitesse de chauffage de 10°C/min jusqu'à oxydation du polymère. Le début de la température du pic d'oxydation est rapporté.

Schmid et Affolter (2006) ont étudié la corrélation entre les résultats IT et OIT de quatre différents grades de polyéthylène. Les données d'essai de divers laboratoires ont montré que les valeurs de température d'induction d'oxydation présentaient un écart type significativement faible en termes de répétabilité et de reproductibilité par rapport à l'OIT. Cependant, comme l'indique la figure 9, la sensibilité de l'IT diminue de manière significative avec l'augmentation de la température. La valeur de température d'induction d'oxydation spécifiée de 220 C dans la norme ASTM D3350 correspond à environ 10 minutes ou moins du temps d'induction d'oxydation (Hsuan et McGrath 2005) (figure 9). Karlsson et al. (1992) ont également rapporté un résultat similaire.

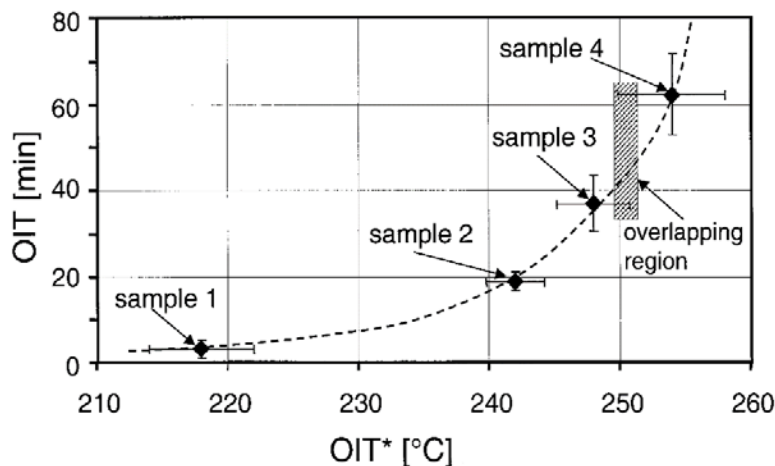


Figure 9: Corrélation entre OIT et IT de 4 grades de PE (Schmid and Affolter, 2006)

3.3.3. Méthode d'essai de la Floride (Florida test Method) (FM 5-574)

La méthode d'essai de la Floride est utilisée pour prédire la résistance à l'oxydation à long terme des tuyaux en PEHD. Ce protocole utilise les essais OIT, les essais de traction et l'indice de fusion pour évaluer les échantillons de tuyaux à vieillissement accéléré. Les échantillons sont incubés à trois températures élevées en milieu aqueux. L'OIT est utilisé pour évaluer la quantité d'antioxydants restant dans les échantillons selon la méthode d'essai ASTM D3895, tandis que l'essai d'indice de fusion vise à évaluer la variation du poids moléculaire des nouveaux échantillons d'après ASTM D1238. Enfin, la méthode d'essai ASTM D638 pour les propriétés de traction des plastiques est utilisée pour évaluer les modifications des propriétés techniques des échantillons vieillis. Les trois séries de données obtenues à partir des températures élevées sont extrapolées à une température plus basse spécifique du terrain en utilisant les équations

d'Arrhenius afin de déterminer le taux d'épuisement des antioxydants et prédire la durée de vie des antioxydants ainsi que la durée de vie du tuyau.

4. ÉTUDES ANTÉRIEURES SUR LES PERFORMANCES À LONG TERME DES TUYAUX EN PEHD

4.1. Performances mécaniques (Phase I et II)

La présente étude vise à évaluer les performances des tuyaux en PEHD fabriqués avec et sans résine recyclée dans les conditions du Québec en générant des courbes de durée de vie. Comme mentionné précédemment, des études limitées concernant la résistance à la traction et le module à long terme existent dans la littérature, ce qui est principalement dû à l'absence de programme d'essais fiables. Cette section résume ces études.

Popelar et al. (1991) ont examiné l'efficacité et la généralité des fonctions de décalage déterminées indépendamment pour développer des courbes maîtresses pour le temps écoulé jusqu'à la défaillance des matériaux de tuyau de transport de gaz en PEHD. Popelar et al. (1991) ont mis en œuvre l'essai de tension de charge caractéristique (HDB) afin de produire un ensemble de données approfondies sur le temps écoulé avant la défaillance en fonction de la contrainte appliquée dans des tuyaux en PEHD sous pression interne. Les essais d'éclatement ont été réalisés à quatre températures différentes et la contrainte appliquée en fonction du temps de rupture a été rapportée sur une échelle logarithmique (figure 10-a). En appliquant les facteurs de décalage appropriés, les points de défaillance à températures élevées ont été déplacés à 20°C (figure 10-b). Les auteurs ont conclu que les fonctions de décalage développées à partir d'essais de relaxation de contrainte peuvent être utilisées pour décaler des données à température élevée afin de former des courbes maîtresses cohérentes pour la température de référence.

La première étude portant sur les caractéristiques à long terme des tuyaux en PEHD a été publiée par Hsuan et McGrath (1999) au cours de laquelle quatorze nouveaux échantillons de tuyaux et 19 échantillons prélevés sur le terrain ont été évalués pour déterminer leur résistance à la fissuration sous contrainte. En utilisant l'essai de résistance à la fissuration sous contrainte environnementale (ESCR), les auteurs ont constaté que 8 des 14 nouveaux tuyaux et 11 des 19 échantillons prélevés sur le terrain ne répondaient pas au critère requis, suggérant ainsi que la résistance à la fissuration sous contrainte des matériaux de tuyaux devait être correctement évaluée à l'aide d'un autre essai puisque l'essai de fissuration sous contrainte environnementale à 90° n'est pas pratique pour les tuyaux de grand diamètre. De plus, l'essai n'est pas approprié pour examiner l'endroit du tuyau sensible à la fissuration.

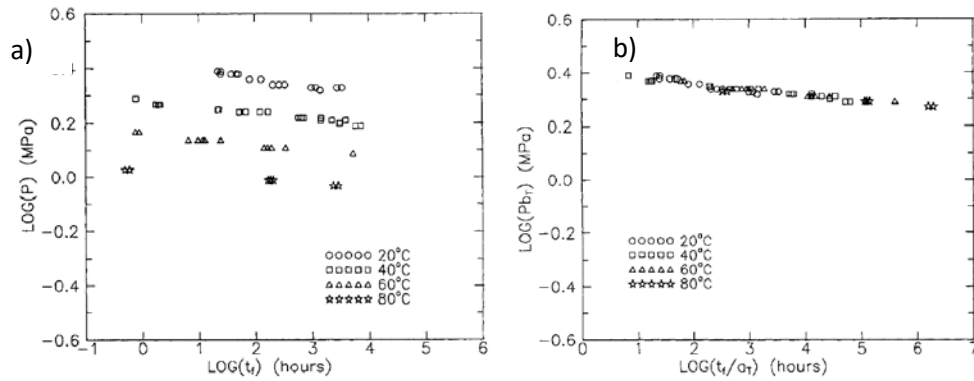


Figure 10: Pression d'éclatement hydrostatique vs temps de défaillance à différentes températures pour un PEHD: a) données obtenues et b) courbe maîtresse (Popelar et al. 1991).

Hsuan et McGrath (1999) ont également évalué des tubes à l'aide de l'essai d'entaille défini ci-haut (NCLS) et ont conclu que cet essai n'était pas recommandé pour une utilisation dans l'évaluation de la résistance à la fissuration sous contrainte du produit fini. Les auteurs ont ensuite suggéré un nouvel essai appelé essai de charge de traction constante (constant tensile load: CTL) qui a ensuite été adopté par l'essai FM 5-572 avec quelques modifications. Dans l'essai CTL, les échantillons sont également conditionnés dans une solution à 10% d'Igepal à 50°C comme dans l'essai NCLS. Cependant, aucune entaille n'est pratiquée dans les échantillons comme dans l'essai NCLS. Cet essai a été recommandé pour tester les jonctions du tuyau.

Hsuan et McGrath (2005) ont étendu leurs recherches pour élaborer un protocole de prédiction du service à long terme des tuyaux ondulés en PEHD. Les conditions de l'essai NCLS ont été modifiées en utilisant de l'eau et de l'air comme milieux d'essai au lieu d'une solution à 10% d'Igepal. Les essais NCLS à l'air ou avec de l'eau comme milieu d'essai ont été réalisés à des températures d'essai de 60, 70 et 80 C et à des contraintes de 300 à 1600 psi (2,07 à 11,03 MPa). Trois échantillons ont été testés à chaque niveau de contraintes pour chaque température. La figure 11 montre les données obtenues par les essais NCLS. Les auteurs ont constaté que le temps de défaillance des échantillons testés dans l'eau et dans l'air était relativement similaire. D'autre part, la pente de la courbe fragile dans une solution à 10% d'Igepal est beaucoup plus raide. Toutefois, sur la base des observations sur le terrain et des conditions d'application des tuyaux, les essais dans l'eau semblent appropriés pour simuler les conditions sur le terrain. De plus, une température d'essai uniforme peut être obtenue plus facilement dans l'eau que dans l'air. Par conséquent, les auteurs ont suggéré d'utiliser de l'eau ou de l'air comme milieu d'essai.

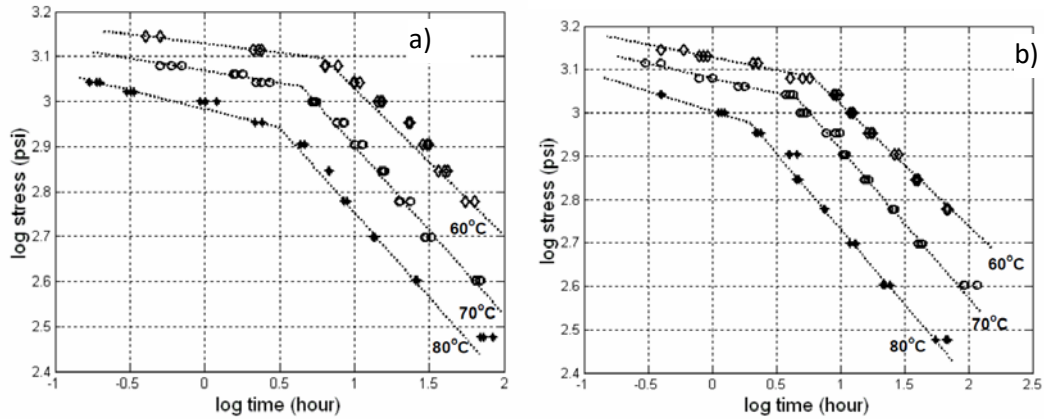


Figure 11: Courbes de contrainte appliquée en fonction du temps de rupture dans l'air et de l'eau (Hsuan et McGrath (2005))

Trois méthodes ont été étudiées pour la prévision de la résistance à la fissuration sous contrainte des tuyaux ondulés en PEHD : ISO 9080, PSM et RPM (les deux dernières méthodes ont été définies précédemment). Les analyses ont indiqué que le RPM est une méthode plus fiable pour prévoir la résistance à long terme. Par conséquent, pour prédire qu'un tuyau ne sera pas fissuré après 100 ans, les données à 60, 70 et 80°C d'eau ont été décalées pour créer une courbe ductile-fragile à 23°C, qui est la température moyenne en Floride (figure 12).

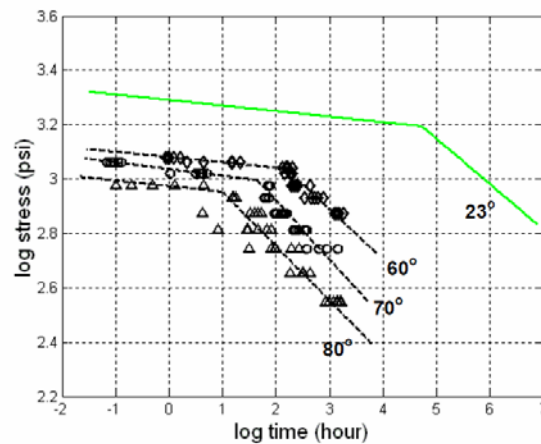


Figure 12: Courbe maîtresse de la rupture fragile des tuyaux en PEHD prédites à 23°C (Hsuan et McGrath 2005).

Hsuan et McGrath (2005) ont recommandé que les essais de traction et de flexion pour prédire la performance pendant la durée de vie utilisent des températures élevées pour accélérer les propriétés viscoélastiques, puis extrapoler à la température souhaitée en utilisant le TTS ou les facteurs de décalage de Popelar. Les résultats par DMA suggèrent que les facteurs de décalage de Popelar prédisent un temps plus court que le TTS en raison du décalage bi-axial. Pour la

résistance à la traction à long terme des tuyaux en PEHD, les auteurs ont déclaré que l'essai HDB ne reflétait pas les performances en service des tuyaux ondulés et que l'essai ne pouvait donc pas être effectué sur ces tuyaux. Cependant, ils ont suggéré que la méthode d'essai de Popelar et al. (1991) pouvait être appliquée aux tuyaux ondulés en utilisant les données de fluage en traction. En conséquence, ces auteurs ont estimé le module à long terme des tuyaux ondulés en faisant passer la température de 27,5°C à 65°C à des intervalles de 7,5°C, la durée de chaque essai étant de 16,7 h. La courbe maîtresse résultante atteignait 13 ans (figure 13) et a été extrapolée linéairement pour estimer le module à long terme à 100 ans. Curieusement, la valeur estimée était très similaire aux valeurs prédites en incorporant les paramètres définis par d'autres chercheurs. Le DMA peut être utilisé pour déterminer le module à long terme des tuyaux.

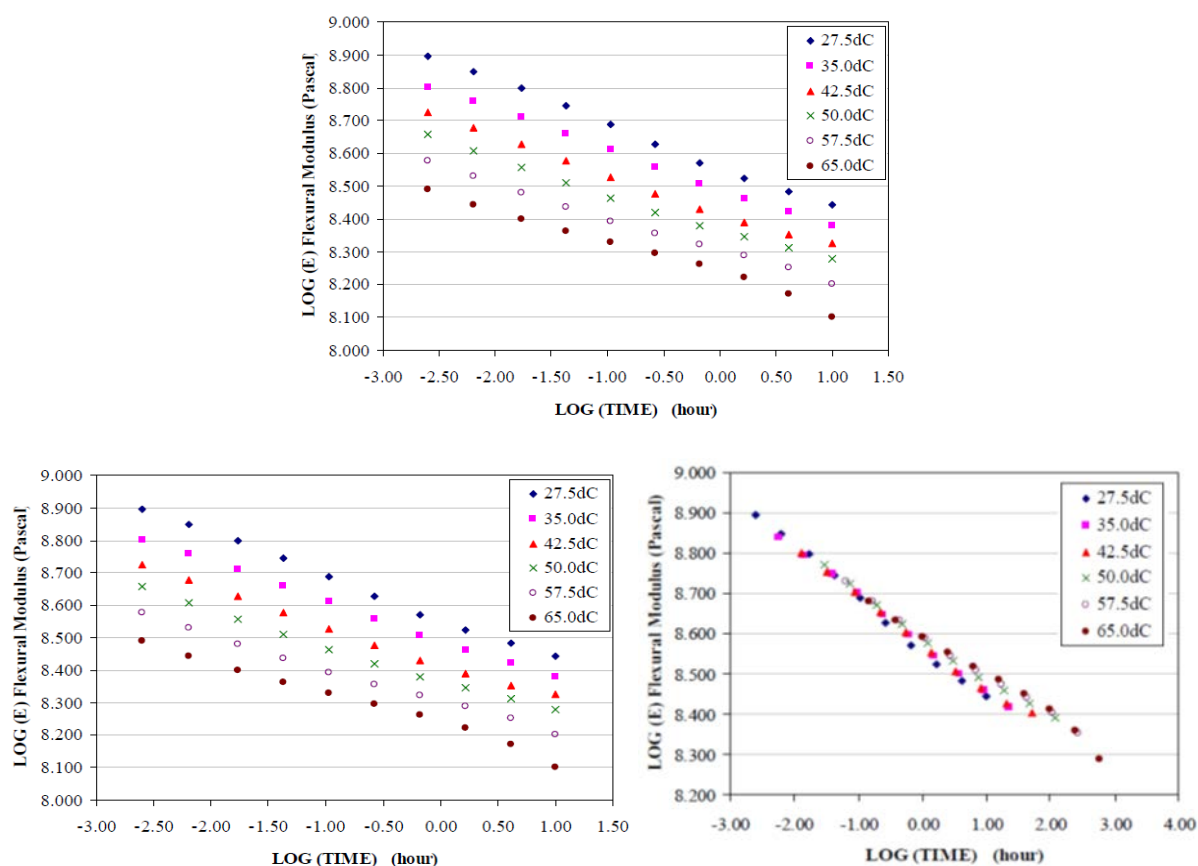


Figure 13: Courbes de fluage de DMA et courbe maîtresse atteignant 13 ans à 27,5°C après un décalage en utilisant des facteurs Popelar (Hsuan et McGrath 2005)

Dans une étude suivante, Hsuan et al. (2007) ont examiné la résistance aux fissures sous contrainte des tuyaux ondulés en PEHD pour une durée de 100 ans en utilisant également les essais NCLS et CTL pour la paroi et la jonction paroi/ondulation des tuyaux. Dans cette étude,

les échantillons ont été placés dans l'eau à des températures de 60, 70 et 80°C afin d'accélérer le taux de croissance des fissures au lieu d'utiliser une solution à 10% d'Igepal. Deux méthodes d'extrapolation ont été évaluées pour la prédiction à des températures plus basses, le PSM et le RPM. Selon les résultats de leur étude, les auteurs ont suggéré d'utiliser la procédure B de FM 5-572 et FM 5-573 pour la prédiction de la durée de vie des tuyaux ondulés en PEHD.

Yeo et Hsuan (2010) ont évalué le comportement au fluage en traction de géogrilles de PEHD à l'aide des méthodes SIM et TTS à court et long terme. La figure 14 montre l'appareil d'essai utilisé. Dans un premier temps, l'essai de traction des géogrilles a été évalué conformément à la procédure décrite dans la norme ASTM D6637. Cinq répétitions ont été effectuées pour obtenir une pertinence statistique. La résistance ultime à la traction a été utilisée pour calculer les différentes charges appliquées pour les essais accélérés de fluage. Les essais accélérés à court terme ont été effectués à des charges faibles (10, 20 et 30% de la résistance ultime) et élevées (40, 50 et 60%). Seules les charges élevées ont été utilisées pour les essais accélérés de fluage à long terme.

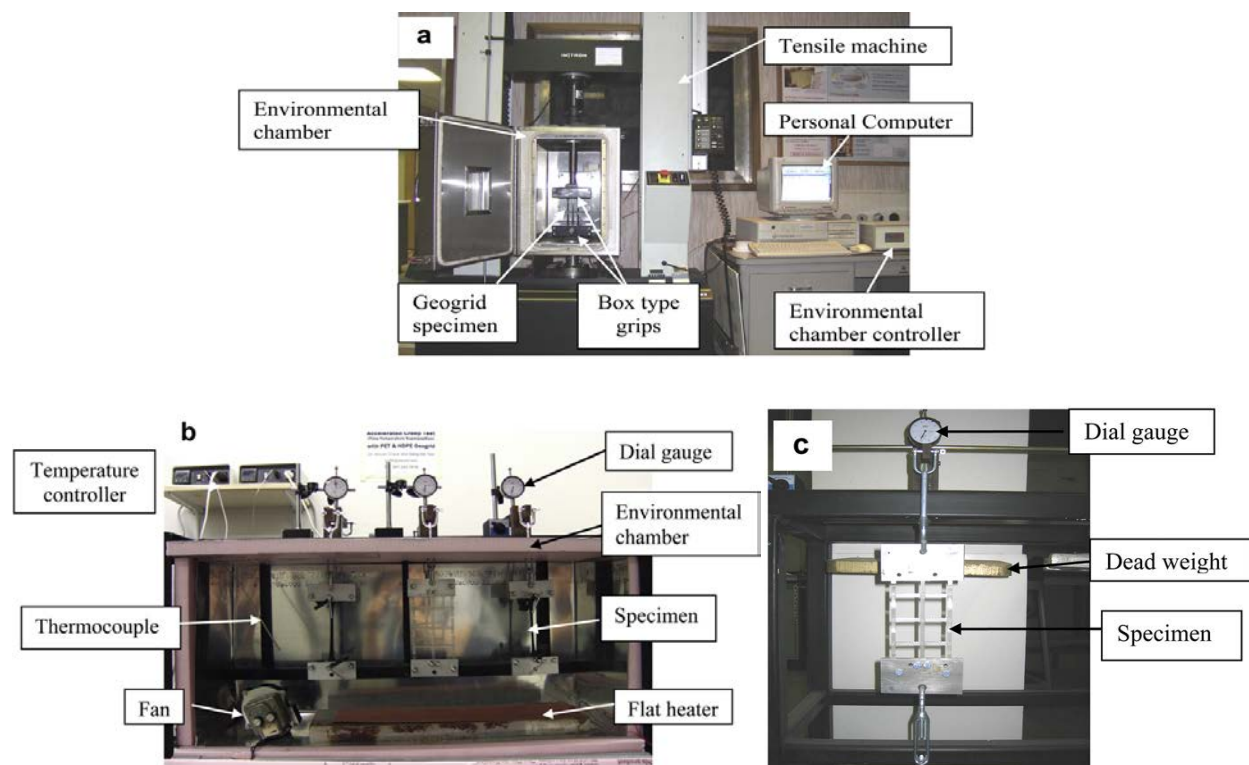


Figure 14: Appareil pour (a) essais SIM et TTS à court terme, (b) essais SIM et TTS à long terme et (c) essais conventionnels (Yeo et Hsuan (2010)).

Les essais SIM à court et long terme ont été réalisés conformément à la norme ASTM D 6992 avec cependant un isotherme de 1000 heures pour le long terme. Chaque spécimen a été soumis à une séquence de quatre ou cinq niveaux de température à partir de la température d'essai initiale de 23°C avec des incréments de 7°C. Dans les essais TTS à court et à long terme, les étapes de température étaient de 23, 30, 37, 44, 51, 58 et 65°C avec des isothermes de 10 000 secondes et 1 000 heures pour les essais à court et long terme respectivement. Les données des essais SIM à court et long terme ont été analysées pour générer la courbe maîtresse. La procédure analytique recommandée par la norme ASTM D 6992 a été modifiée en éliminant la partie initiale de la courbe de fluage à chaque niveau de température (figure 7). Les courbes maîtresses de fluage résultantes sont présentées à la figure 15.

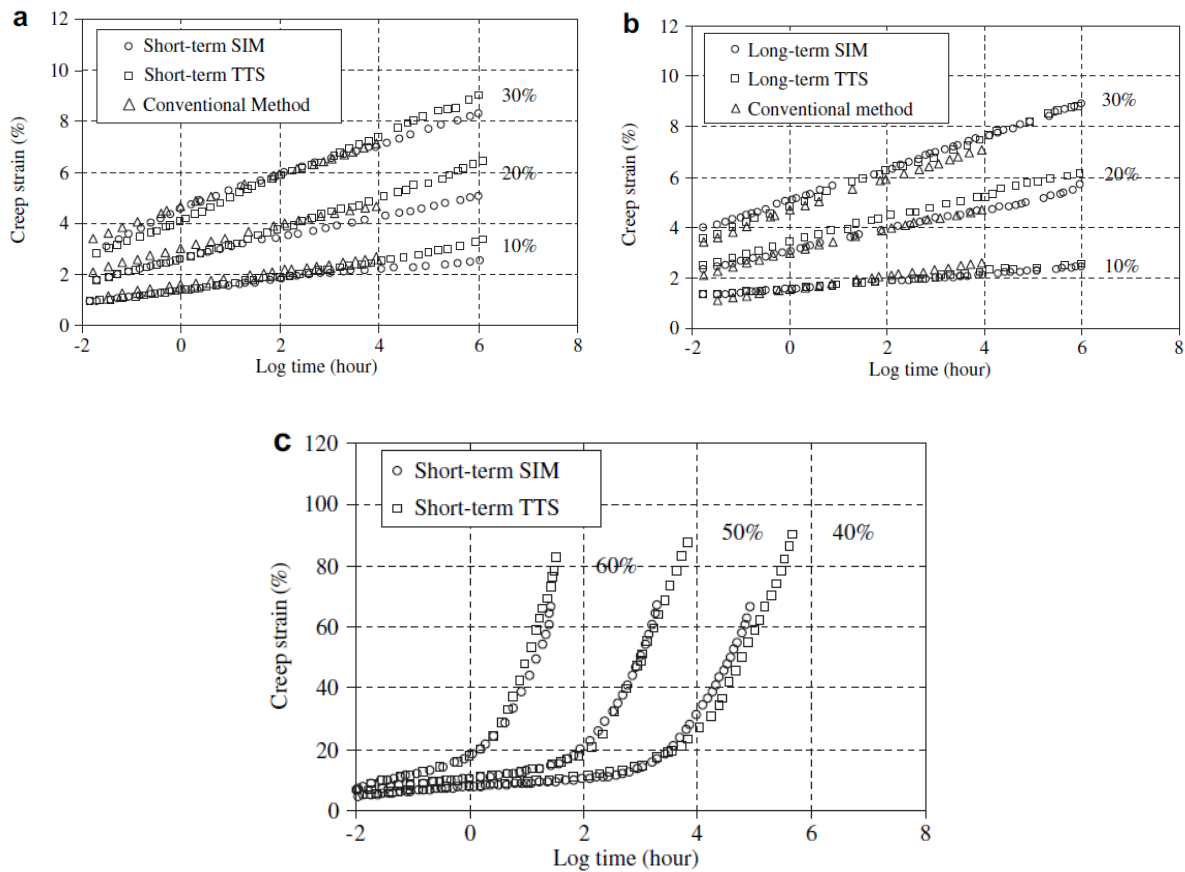


Figure 15: Propriétés de fluage de la géogrille en PEHD ; (a) essais à court terme et conventionnels aux petites charges, (b) essais à long terme et conventionnels aux grandes charges, et (c) tests à court terme aux grandes charges (Yeo et Hsuan 2010).

Comme le montre la figure 15a, les courbes TTS et SIM à court terme obtenues sous faibles charges montrent des propriétés de fluage similaires pour les 104 premières heures. Cependant, une différence dans le fluage peut être observée au-delà, ce qui peut être dû à la variabilité

importante dans l'essai TTS. Sur les figures 15b et c, les résultats des essais SIM et TTS à long terme sous faibles charges et des essais SIM et TTS à court terme sous des charges élevées ont montré une contrainte de fluage très similaire. La figure 15 montre également que les courbes maîtresses de fluage des essais SIM et TTS à court terme ont été extrapolées avec succès pour couvrir une période de 100 ans.

L'étude réalisée par Thomas et Cuttino (2011) visait à fabriquer un tuyau de drainage ondulé à double paroi à partir de formulations de résine contenant du PEHD recyclé. Quinze échantillons de tuyaux ont été préparés par trois manufacturiers différents. Chaque fabricant produisant deux formulations, un total de 66 mélanges a été évalué pour les propriétés à court et long terme. Des essais accélérés de fluage et de rupture par fluage ont été effectués avec l'essai SIM sur des haltères de traction prélevés sur des plaques moulées par compression fabriquées à partir des tuyaux. Les résultats ont été comparés aux exigences de la section 12 des spécifications de *Load and Resistance Factor Design* (LRFD) pour des durées de vie de 50 et 75 ans. Les différents mélanges de résines contenant du PEHD recyclé testés par les auteurs possédaient diverses propriétés. Selon les résultats de leurs essais, certains échantillons présentaient une faible densité ou un faible allongement à la rupture. Leur résistance à la fissuration sous contrainte variait également avec un écart important entre les temps de rupture. Certains échantillons ne respectaient pas l'exigence de durée de vie d'AASHTO M294. Thomas et Cuttino (2011) ont conclu que mélanger une résine vierge et une résine recyclée ayant une résistance mécanique et à la fissuration sous contrainte égale ou supérieure augmentait significativement la résistance à court et long terme à la fissuration sous contrainte du mélange.

Hsuan (2012) a examiné la résistance à la traction et le module à long terme de tuyaux ondulés. L'essai de résistance à la fissuration sous contrainte (FM 5-572, procédure B) a été réalisé sur des échantillons de jonction paroi intérieure lisse / paroi extérieure ondulée afin d'établir le point de transition ductile à fragile en traçant la contrainte appliquée en fonction du temps de rupture sur une échelle logarithmique. Le point de transition à 23°C a été prédit à partir de la valeur de transition de 70°C ou 80°C en utilisant les facteurs de décalage de Popelar, ce qui donne un temps de transition de 5 à 9 ans. Par conséquent, les propriétés à long terme des tuyaux n'ont pas été évaluées dans la partie ductile de la courbe mais plutôt la partie fragile. En conséquence, la résistance à la traction sur 100 ans a été déterminée en utilisant l'essai de résistance à la fissuration sous contrainte.

D'autre part, pour évaluer le module de fluage à long terme de tuyaux ondulés, les essais TTS et SIM ont été utilisés conformément à la norme ASTM D6992. L'analyse de l'essai SIM modifié a

été utilisée pour analyser les données (figure 7). En comparant les résultats des essais MSIM et SIM, Hsuan (2012) a constaté que les courbes maîtresses de fluage de SIM et MSIM étaient fondamentalement les mêmes pour une contrainte appliquée inférieure à 30% de la résistance ultime. En conséquence, l'auteur a proposé une modification de la méthode FM 5-577 pour évaluer le module à long terme des tuyaux ondulés en PEHD.

Meijering et al. (2014) ont examiné la durée de vie de 100 ans des tuyaux d'égout pluvial en polypropylène et en polyéthylène. Le comportement à long terme sous déformation constante a été analysé par des essais de relaxation mesurant le module de relaxation en fonction du temps de chargement. Le comportement au fluage des tuyaux a été évalué selon ISO 899-2 (2003) pour le fluage en flexion par chargement en trois points. Les auteurs ont constaté que tous les échantillons suivaient des courbes de conformité linéaire vs log du temps jusqu'à 13 270 heures, ce qui signifie qu'un comportement linéaire de relaxation est attendu et permet l'extrapolation de ces données sur 100 ans.

Pluimer et al. (2018) ont comparé les performances in situ de tuyaux ondulés fabriqués avec des matériaux recyclés par rapport à ceux testés en laboratoire. L'étude s'est concentrée sur la rupture fragile de la phase II initiée par le mécanisme de fissuration sous contrainte. Les auteurs ont raffiné et formalisé l'essai NCLS en évaluant une éprouvette non entaillée sous une charge constante. L'essai suggéré a donc été référé à l'essai de résistance à la fissuration lente (*unnotched constant ligament stress*:UCLS) et était très similaire à 'ASTM F2136 à la différence qu'il a été réalisé sur des échantillons non entaillés. Les auteurs ont également utilisé les méthodes de décalage PSM et RPM et constaté que la méthode PSM est plus conservatrice que la méthode RPM puisque le temps prévu pour la fissuration pour le RPM est considérablement plus long que pour le PSM. La performance in situ des tuyaux en PEHD consistait à fabriquer des tuyaux de grand diamètre (750 mm) avec divers mélanges de résines vierges et recyclées et à les évaluer dans des conditions extrêmes simulées du terrain afin de déterminer leur performance à long terme par rapport à la fissuration fragile de stade II. Les tuyaux ont été maintenus entre des plaques parallèles avec une flèche constante de 20% (quatre fois la flèche autorisée en pratique (ASTM F2136)) afin d'évaluer ensuite leurs performances par rapport à la fissuration. Les conditions extrêmes simulées impliquaient l'installation de tuyaux dans des sols ASTM D2321 de classe III mal compactés, dans une cellule de sol chargée à l'équivalent de 10 m de remblai par des bras de chargement et des charges mortes de béton. La figure 16 montre les chambres de chargement. Pluimer et al. (2018) ont montré que le modèle de prédiction de la durée de vie basé sur l'essai UCLS (ASTM F2136 modifié avec un échantillon non entaillé) fournissait une très

bonne estimation de la durée de vie des tuyaux dans des conditions réelles. Sur la base de ces résultats, le modèle de prédiction de la durée de vie a été validé et il a été conclu que l'essai UCLS peut être utilisé pour prédire avec précision la durée de vie de tuyaux ondulés fabriqués à partir de matériaux recyclés.



Figure 16: Performance sur le terrain de tuyaux en PEHD fabriqués avec et sans résine recyclée (Pluimer et al. 2018).

L'étude de Pluimer et al. (2018) a été réalisée sur des tuyaux ondulés en PEHD fabriqués à partir de mélanges de matériaux couramment disponibles. Les tuyaux avaient des diamètres de 750 mm pour simuler les dimensions typiques utilisées pour les ponceaux et les conduites d'égout pluviale dans les applications routières. Neuf tuyaux de trois fabricants différents ont été sélectionnés, chacun étant fabriqué avec un mélange différent de résines recyclées et vierges. Les tuyaux de résines vierges présentaient des temps de rupture significativement longs par rapport à ceux contenant des résines recyclées (Tableau 1). Cependant, les temps de rupture des échantillons de résines recyclées répondaient aux exigences de AASHTO M294 pour l'essai

UCLS. Par conséquent, les auteurs ont conclu que les tuyaux ondulés pouvaient être fabriqués avec des matériaux recyclés et offrir une durée de vie satisfaisante.

Tableau 1: Données moyennes de rupture de l'essai UCLS décalées à 23°C obtenues par Pluimer et al. (2018)

Tuyau	Type de Resine	Condition d'essai	Temps moyen de rupture	Contraintes décalées à 23°C (psi)	Temps décalé à 23°C (heures)
1	Vierge	80°C / 650 psi	1271,2	1259,0	634,583
		80°C / 450 psi	N/A	871,7	N/A
		70°C / 650 psi	N/A	1121,0	N/A
2	Recyclée	80°C / 650 psi	92,3	1259,0	46,077
		80°C / 450 psi	N/A	871,7	N/A
		70°C / 650 psi	N/A	1121,0	N/A
3	Recyclée	80°C / 650 psi	15,3	1259,0	7,637
		80°C / 450 psi	132,1	871,7	65,952
		70°C / 650 psi	90,4	1121,0	15,175
4	Recyclée	80°C / 650 psi	93,0	1259,0	46,447
		80°C / 450 psi	513,7	871,7	256,462
		70°C / 650 psi	535,8	1121,0	89,931
5	Vierge	80°C / 650 psi	1354,5	1259,0	676,172
		80°C / 450 psi	N/A	871,7	N/A
		70°C / 650 psi	N/A	1121,0	N/A
6	Recyclée	80°C / 650 psi	18,9	1259,0	9,452
		80°C / 450 psi	109,4	871,7	54,636
		70°C / 650 psi	87,0	1121,0	14,608
7	Recyclée	80°C / 650 psi	19,1	1259,0	9,550
		80°C / 450 psi	73,9	871,7	36,882
		70°C / 650 psi	53,5	1121,0	8,987
8	Recyclée	80°C / 650 psi	127,9	1259,0	63,871
		80°C / 450 psi	619,6	871,7	309,311
		70°C / 650 psi	358,1	1121,0	60,101
9	Recyclée	80°C / 650 psi	67,7	1259,0	33,788
		80°C / 450 psi	594,4	871,7	296,714
		70°C / 650 psi	427,5	1121,0	71,749

4.2. Performance à l'oxydation (Phase III)

Les antioxydants sont introduits dans les formulations pour éviter l'oxydation pendant l'extrusion et pour assurer la durée de vie à long terme du produit (Hsuan et Koerner 1999). La durée de vie des tuyaux en PEHD est fortement influencée par la durée de vie des antioxydants dans les tuyaux, car les propriétés mécaniques, y compris la résistance à la fissuration sous contrainte, ne peuvent être préservées que par des antioxydants correctement formulés. Plusieurs études ont évalué la quantité d'antioxydants dans les tuyaux à l'aide d'essais de vieillissement accéléré afin

de simuler une exposition à long terme et évaluer la durabilité et la dégradation dans les décharges et applications de confinement.

Gedde et al. (1994) ont évalué la performance à long terme d'un tuyau sous pression en utilisant une méthode similaire à ASTM D2837. Les tuyaux ont été soumis à une série d'essais sous pression interne et incubés à la fois dans des environnements d'eau et d'air à des températures comprises entre 60 et 105°C. Les résultats ont montré que pour les tuyaux de gaz contenant les antioxydants appropriés et ayant une bonne résistance à la fissuration sous contrainte, on peut prédire le début de la phase III à 1000 ans à 20°C dans l'eau et/ou l'atmosphère. Cependant, sans antioxydants, cette phase débiterait après 11 ans (Viebkke et al 1994).

Hsuan et Koerner (1999) ont utilisé l'essai d'OIT pour examiner la consommation d'antioxydants dans des échantillons de géomembrane incubés. L'étude s'est concentrée sur l'épuisement des antioxydants, en tant que première étape de la dégradation globale. Les étapes suivantes ont permis de calculer le temps d'induction et le temps nécessaire pour atteindre la demi-vie d'une propriété technique pertinente. Les résultats montrent une diminution exponentielle des valeurs de temps d'induction à l'oxydation (OIT) avec un temps d'incubation croissant. Le taux d'épuisement a augmenté avec la température d'incubation. Le modèle d'Arrhenius a été utilisée pour extrapoler le taux d'épuisement des antioxydants à partir de températures d'essai élevées au taux d'épuisement aux températures de service. Par la suite, le temps nécessaire pour épuiser tous les antioxydants de la géomembrane a été calculé. Pour cette formulation particulière de PEHD dans les conditions de cette étude, la durée de vie des antioxydants à 20°C est de 200 à 215 ans. La valeur de 20°C a été choisie sur la base de la température enregistrée sur les revêtements de terrain des décharges municipales de déchets solides en Pennsylvanie et en Californie.

Hsuan et McGrath (1999) ont mesuré l'OIT conformément à la norme ASTM D3895 pour 19 échantillons extraits de tuyaux en service afin de s'assurer que la dégradation des propriétés n'avait pas eu lieu au moment du prélèvement des échantillons. En comparant la valeur de l'OIT de tuyaux neufs et extraits sur le terrain, la consommation d'antioxydants au cours de la durée en service a été estimée. Les auteurs ont trouvé une grande variation dans les données indiquant qu'il y avait différentes formulation d'antioxydants. En outre, les auteurs ont indiqué qu'une quantité minimale requise pour la formulation d'antioxydants communément utilisée devrait être déterminée afin de garantir une durée de vie utile. Des essais accélérés au laboratoire associés à l'équation d'Arrhénius peuvent être utilisés pour prédire la durée de vie des antioxydants et du polymère.

Dans le cadre de la prédiction de la durée de vie en service des tuyaux ondulés en PEHD, Hsuan et McGrath (2005) ont évalué la résistance à l'oxydation des tuyaux sur la base de l'épuisement en antioxydants et de la dégradation du polyéthylène. La teneur en antioxydants et le taux d'épuisement dans les tuyaux ont été évalués à l'aide de mesures OIT selon ASTM D3895 après incubation dans l'eau. Les auteurs ont établi une valeur OIT minimale de 25 minutes pour les tuyaux neufs. De plus, le taux maximum d'épuisement des antioxydants a été déterminé par immersion dans l'eau à 85°C pendant 187 jours. Les auteurs ont recommandé une valeur d'OIT d'au moins 3 minutes pour l'échantillon incubé.

La résistance à l'oxydation à long terme des tuyaux ondulés a également été évaluée par McGrath et al. (2009) pour 24 échantillons de tuyau ondulé provenant de cinq fabricants en utilisant l'essai d'OIT selon la norme ASTM D3895. Une grande variation a également été observée parmi les matériaux testés. Les valeurs d'OIT vont de 7,5 à 66,3 min pour les résines vierges et de 8,8 à 44,6 min pour les tuyaux finis ne contenant pas de matériau rebroyé. Les auteurs ont recommandé que l'essai d'OIT soit appliqué sur le tuyau fini à la place de la résine vierge en raison de l'impact inconnu du composé final contenant du noir de carbone.

Thomas et Cuttino (2011) ont examiné la résistance à l'oxydation à long terme de PEHD fabriqué avec et sans résines recyclées avec des mesures d'OIT et d'IT. Les auteurs ont recommandé la méthode OIT pour évaluer la performance à long terme des tuyaux. Les valeurs OIT obtenues pour une durée de vie de 100 ans étaient supérieures à 25 minutes pour tous les échantillons testés.

Duvall et Edwards (2010) ont caractérisé l'oxydation de 58 échantillons de tuyaux d'eau en polyéthylène provenant de treize endroits aux États-Unis et qui étaient en service depuis des périodes différentes. L'oxydation a été caractérisée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (Micro-FTIR), mesure de l'OIT selon ASTM D3895, essais de flexion, essais de traction annulaire et analyse des sites de rupture. Les données ont clairement montré que les produits désinfectants chlorés couramment utilisés dans les systèmes d'eau potable dégradent la surface de la paroi interne des tuyaux en polyéthylène. La plupart des tuyaux défectueux provenaient de zones où les températures du sol sont plus élevées. Cependant, les tuyaux considérés dans le cadre du présent projet sont utilisés comme égout pluvial et ne sont pas exposés à ce type de produit.

La stabilité à l'oxydation des tuyaux en PE a aussi été évaluée par Meijering et al. (2014) par des mesures d'OIT à 200°C par DSC selon ASTM D3895 sur des échantillons prélevés sur différents endroits de la paroi du tuyau. La mesure a été réalisée avec un interrupteur automatique à gaz.

L'OIT était de 7 à 6 minutes tandis que la surface interne avait un OIT de 5-3 minutes. Les auteurs ont indiqué que ces très faibles valeurs d'OIT confirmaient une protection suffisante contre la dégradation thermo-oxydante. Selon leur étude, les auteurs ont recommandé un OIT de plus de 8760 heures pour les échantillons testés dans de l'eau à 95°C.

La récente étude de terrain de Pluimer et al. (2018) a indiqué que les défaillances de la phase III se produisaient lorsque le matériau était essentiellement dégradé par oxydation, dégradation par les UV ou autre attaque chimique. Ces défaillances généralement liées à une exposition prolongée aux UV, peuvent être évitées en ajoutant des stabilisants tels que des antioxydants et du noir de carbone à la résine et sont similaires que les tuyaux soient fabriqués avec ou sans résines recyclées. Les auteurs ont également indiqué qu'il était prudent d'établir un OIT minimal de 20 minutes afin de prévenir les ruptures chimiques dues à l'apparition prématurée de la phase III car les matériaux recyclés avaient déjà été chauffés.

5. CONTAMINATION DE L'EAU POTABLE PAR LE PEHD

Le PEHD est considéré comme sécuritaire pour la nourriture et l'eau potable. Ainsi, le Pacific Northwest Pollution Prevention Resource Center n'a pas mis en évidence de problèmes de santé à grande échelle avec le PEHD utilisé dans l'agroalimentaire ou l'eau potable. Il est à noter que le PEHD, du fait de son point de ramollissement aux alentours de 55-65°C ne peut être utilisé seul que pour l'eau froide. Par contre, le polyéthylène réticulé (PEX), un PEHD dont les chaînes moléculaires sont reliées les unes aux autres pour former un réseau rigide et infusible supporte l'eau chaude. En fait, les problèmes liés à l'emploi du PEHD avec l'eau potable se situent en premier lieu au niveau de l'odeur et du goût plus qu'au niveau de la santé. Des études (Isaacson et al. 2021; Hauptert and Magnuson 2018; Whelton et al. 2010) indépendantes ont montré que des contaminants organiques avaient cependant diffusés de tuyaux de PEHD dans l'eau.

L'EPA considère que les niveaux de contaminants sont très certainement sécuritaires selon ses normes bien que d'autres organismes et chercheurs considèrent que les risques d'exposition chimique ne peuvent pas être ignorés, quel que soit le niveau de contamination et ceci d'autant plus que les grades et qualité de PEHD peuvent varier considérablement. Certains organismes qui se consacrent à la construction écologique recommandent pourtant le PEHD comme matériau alternatif pour les conduites d'eau potable (Zhang et al. 2014; Skjevra et al. 2003; Heim and Dietric 2007; Reid 2005)

6. CONTAMINATION POSSIBLE DE L'EAU POTABLE DANS LES SOLS CONTAMINÉS: LA PERMÉATION

Le phénomène de perméation est un phénomène physique de transport des produits chimiques contenus dans le sol ou dissous dans l'eau du sol à travers la paroi du tuyau de polyéthylène. À la sortie de la zone affectée par la perméation, l'eau est contaminée. La pollution par perméation n'est cependant un risque que pour l'eau potable à usage domestique. La perméation se caractérise par un temps de perçage, temps séparant la pollution du sol de l'apparition de la pollution de l'eau et par la quantité de polluant ayant migré dans l'eau. Le temps de perçage évolue comme suit:

- Le temps de perçage est d'autant plus court que le tuyau est mince.
- Le temps de perçage est inversement proportionnel au coefficient de diffusion.
- Pour la quantité de pollution, on note que :
 - La pollution de l'eau croît avec le temps
 - La pollution de l'eau croît avec la concentration en polluants du sol
 - La pollution croît avec le coefficient de diffusion du plastique
 - Plus le tuyau est mince, plus la pollution croît

On note également que :

- La pression ne joue aucun rôle.
- Le phénomène de perméation est régi par la différence de concentration entre le sol et l'eau par un coefficient de perméation et la géométrie du tuyau.
- La perméation est un phénomène de diffusion. Les lois de Fick permettent de calculer les variations de concentration dans l'eau.
- Si l'eau stagne, le phénomène cesse quand il y a équilibre. Lorsque l'eau circule, elle évacue le polluant, ce qui entretient le phénomène de perméation.
- Il y a un retard entre la pollution du sol et celle de l'eau. Cela est lié au temps mis par le polluant pour traverser la paroi.

La réalité du phénomène de contamination de l'eau potable véhiculée par des canalisations en matière plastique et plus particulièrement en polyéthylène ne fait aucun doute comme l'atteste l'inventaire non exhaustif des accidents de cette nature relevés dans la littérature. On situera les risques liés à la teneur en solvants aromatiques, solvants chlorés et hydrocarbures légers en particulier dans les zones ayant subis des incendies (Zhang et al. 2014; Skjevrak et al. 2003; Heim and Dietric 2007; Reid 2005). Il existe donc bien un risque mais encore une fois, celui-ci ne

concerne actuellement que l'eau potable puisque les niveaux de contaminants sont présumément trop faibles pour affecter l'environnement.

7. RÉSISTANCE À L'ABRASION DES TUYAUX EN PEHD

Dans la section précédente, nous avons traité des polluants dissous par diffusion dans les tuyaux de PEHD. Il existe cependant une autre source de pollution potentielle causée par l'abrasion des tuyaux de PEHD sous l'action mécanique des eaux chargées de sable ou de gravier. Cette érosion peut être responsable du relâchement dans l'environnement de particules de PEHD en suspension. Le problème de la dissémination des microparticules de plastique dans l'eau est un problème reconnu depuis relativement peu de temps et qui inquiète grandement la communauté scientifique. Dans un article du Québec Science de février 2018, on lit par exemple:

« Alors qu'on s'inquiète des microparticules de plastique dans les océans, elles seraient encore plus abondantes dans les sols, les sédiments et les sources d'eau douce, menaçant potentiellement les écosystèmes terrestres. C'est la conclusion d'une étude (Souza et al. 2018) publiée dans *Global Change Biology* réalisée par des chercheurs de l'Institut Leibniz d'écologie des eaux douces et des pêches intérieures en partenariat avec l'Université libre de Berlin, en Allemagne. Les chercheurs ont repris les études déjà réalisées sur les microplastiques, des particules de moins de 5 millimètres (qui incluent aussi les nanoparticules de moins de 0,1 μm). Celles-ci montrent que des fragments de plastique sont présents pratiquement partout sur la planète. Leurs effets néfastes sont déjà largement mis en évidence sur les organismes marins. Mais avant d'arriver dans les océans, les particules transitent souvent par les sols. Plus de 400 millions de tonnes de plastique sont produites mondialement. On estime qu'environ un tiers de tous les déchets de plastique aboutissent dans les sols et dans les plans d'eau douce. Dans cette étude, les chercheurs ont estimé que la pollution terrestre par le microplastique serait, dépendamment de l'environnement, de 4 à 23 fois plus élevée que celle des écosystèmes marins. L'une des grandes sources de distribution des microplastiques ? Les eaux usées. Pas moins de 80 à 90% des microplastiques contenus dans les eaux usées, comme ceux issus des fibres de vêtement, se retrouvent ensuite dans les boues d'épuration. Que fait-on avec ces biosolides ? On les utilise comme engrais pour fertiliser nos sols! Les chercheurs s'inquiètent des effets potentiellement toxiques de ces microplastiques, précisant qu'il faudra davantage de recherche pour mieux saisir les conséquences à long terme. Cela dit, on sait qu'en plus de pouvoir transmettre des agents pathogènes, leur décomposition libère différentes molécules, telles que des phtalates et du bisphénol A qui ont des effets sur le

système hormonal (voir notre entrevue sur les perturbateurs endocriniens). Une fois décomposées en nanoplastiques, les particules peuvent traverser les barrières cellulaires et déclencher des réactions inflammatoires ou des changements dans l'expression des gènes. Cette omniprésence du plastique dans notre environnement est déjà palpable. Des études ont détecté des particules de plastique dans plusieurs aliments. En plus des poissons qui ingèrent littéralement le plastique, on en trouve dans le sel, le sucre et la bière. »

Nous n'énumérerons pas ici les sources possibles de microparticules de plastique tant elles sont nombreuses et variées ni ne rapporterons les multiples publications traitant de ce problème. La toxicité des microparticules de plastique est causée d'une part par leur composition, certains plastiques étant plus toxiques que d'autres du fait de leur structure chimique ou de leurs additifs, et leur dimension d'autre part. Ainsi, plus une particule sera petite, plus elle sera susceptible d'être absorbée par les organismes vivants et de traverser les parois cellulaires pour interagir dans le fonctionnement des cellules et même affecter l'ADN. Même si certains acteurs du secteur des conduites de PEHD rapporte que « La rigidité du polyéthylène lui permet de résister aux débits abrasifs, à la corrosion, aux produits chimiques et même aux outils de nettoyage d'égout les plus agressifs. », nous considérons que la pollution engendrée par le relâchement éventuel de microparticules de plastique dans les eaux pluviales ne doit pas être prise à la légère et devrait faire l'objet d'une étude approfondie destinée à mieux cerner la relâche de microparticules due à l'abrasion. À cet effet, nous nous rapporterons au bulletin technique B3-12.1 fort pertinent d'Armtec sur la résistance à l'abrasion du tuyau en polyéthylène renforcé d'acier de mars 2018 qui note que :

« L'abrasion est la réduction de l'épaisseur de la surface intérieure d'un tuyau causée par l'action mécanique de l'érosion. Dans des conditions d'exploitation normales, les tuyaux à écoulement gravitaire peuvent être soumis à des charges de fond abrasives comprenant du gravier, des roches et/ou des pierres pointues. Les taux d'abrasion peuvent aussi augmenter lorsque ces charges de fond abrasives sont combinées à des effluents plus acides. L'abrasion affecte généralement le radier des tuyaux. Le taux d'abrasion varie donc en fonction de la vitesse des liquides et des caractéristiques des particules fines, et il augmentera en fonction de la vitesse des liquides et du diamètre du tuyau. Dans la plupart des applications routières, dont les ponceaux et les drains d'eau de surface, la vitesse d'écoulement est inférieure à 6 m/s (20 pi/s); dans les tuyaux d'égout, la vitesse d'écoulement est encore plus basse, ce qui réduit l'abrasion. »

Selon la documentation scientifique disponible, les tuyaux en polyéthylène offrent sans aucun

doute une résistance à l'abrasion supérieure aux autres tuyaux. Comme l'indique le MTO Gravity Pipe Design Guidelines « les longues chaînes de molécules qui composent le polymère sont capables de résister aux impacts de lourdes charges de fond » et aux liquides abrasifs. En plus d'offrir une résistance accrue aux produits chimiques agressifs et aux conditions acides, le polyéthylène offre une résistance à l'abrasion comparable ou supérieure aux autres matériaux utilisés pour fabriquer des tuyaux.

7.1. Essais en laboratoire

Les essais en laboratoire sont très utiles pour comparer le comportement de divers tuyaux dans des environnements agressifs. Plusieurs études ont été effectuées pour établir leur taux d'usure dans l'environnement contrôlé d'un laboratoire. Parmi les études les plus connues, on retrouve l'essai de Darmstadt conçu par le Dr Kirschmer de l'Institute of Technology de Darmstadt (Allemagne). Dans cette étude, une section de tuyau de 1 mètre contenant une boue abrasive comprenant 46 % de sable de silice (particules de 0 à 30 mm) en volume dans l'eau a été renversée d'un côté et de l'autre à une fréquence de 21,6 cycles/min, ce qui s'est traduit par une vitesse de la boue de 0,36 m/s sur la surface du tuyau. Les résultats ont permis de constater qu'un tuyau à paroi lisse en PEHD offrait un rendement supérieur aux tuyaux en argile et en béton. Un autre essai en laboratoire bien documenté a été l'étude de l'érosion effectuée par le Conseil de recherches de la Saskatchewan. La résistance à l'abrasion d'un tuyau en plastique à paroi lisse en PEHD a été comparée à celle de tuyaux en acier et en aluminium. Des échantillons de 50 mm (2 po) de diamètre ont été soumis à une boue aqueuse contenant 40% de sable grossier (particules de 0,55 mm) et de sable fin (particules de 0,30 mm) dans un système à boucle fermée à température contrôlée. Les essais ont été effectués à 4 m/s pendant 3 semaines et à 2,1 m/s pendant 6 semaines. Les résultats montrent que les taux d'usure des parois en PEHD sont considérablement inférieurs aux taux d'usure des autres matériaux testés. Les systèmes de drainage des eaux pluviales transportent aussi souvent des effluents acides et abrasifs. La California State University a effectué une étude sur les effets de ces effluents sur l'usure des tuyaux de différents matériaux. Les essais ont été effectués avec des solutions neutres (pH 7) et acides (pH 4) en remplissant des sections de tuyau de 300 mm de diamètre avec de la boue abrasive contenant du quartz concassé de 13 à 19 mm et du gravier de quartz de rivière d'au moins 51 mm. Les extrémités ont été bouchées puis le tuyau a été soumis à un basculement de 83 degrés pendant 50 000 cycles. Une vitesse moyenne des liquides de 0,9 m/s a été maintenue de même que le pH et le niveau d'agréats. Des mesures ont été effectuées périodiquement. L'objectif de cette étude était de comparer la durabilité d'un tuyau à paroi lisse à celle d'un tuyau en béton ordinaire de même diamètre en mesurant perte

d'épaisseur des parois. Celles-ci montraient certains signes d'usure sans perforation. Pour le tuyau en béton standard, l'armature en acier aurait été exposée. Ces essais ont permis de constater que dans des conditions acides difficiles, le taux d'usure de paroi lisse en PEHD était de seulement 15 % contre 50% pour le tuyau en béton. Ceci confirme que l'abrasion ne causera pas une réduction considérable de l'épaisseur, et encore moins une perforation, de la paroi du tuyau de PEHD, et ce, même dans des conditions acides difficiles. Une diminution mineure de l'épaisseur de la paroi en PEHD causée par l'abrasion n'aura pas de répercussions négatives sur l'intégrité structurale du tuyau car celle-ci dépend seulement des nervures en acier profilées en oméga.

En conclusion, on peut considérer qu'au regard des données sur l'utilisation du PEHD dans le secteur alimentaire et du transport de l'eau potable et les risques de contamination de l'environnement semble infime même si des études plus poussées seraient utiles pour confirmer cette conclusion.

Il sera toujours possible, si le Ministère le souhaite, d'effectuer une étude qualitative des substances chimiques pouvant être extraites des tuyaux de PEHD en collaboration avec le Département de Chimie de l'Université de Sherbrooke. Pour cela, nous pourrions, selon une norme à définir, placer des échantillons dans de l'eau à une certaine température et agiter durant un certain temps. L'eau serait ensuite recueillie et des analyses seraient effectuées afin de déterminer quelles substances ont été extraites.

Pour ce qui est de la résistance à l'abrasion, il est suggéré d'effectuer certains des essais rapportés dans la littérature, ce qui permettrait d'évaluer l'abrasion des tuyaux de PEHD en mesurant leur perte de masse suite aux essais, les zones affectées même si elles paraissent évidentes ainsi que la dimension et la distribution dimensionnelle des microparticules relâchées.

8. PROGRAMME EXPÉRIMENTAL ET RÉSULTATS

Au total, six tuyaux de 900 mm de diamètre dont quatre à profil ouvert et deux à profil fermé provenant de quatre fabricants ont été étudiés. Trois de ces tuyaux sont fabriqués avec de la matière vierge (A-V, B-V, C-V), deux avec différentes proportions de matière recyclée (A-R, D-R) et un avec de la matière post-production provenant de la même usine (B-R*). Les tuyaux à profil ouvert sont fabriqués selon la classe A de BNQ 3624-120 (2016). Les tuyaux à profil fermé sont quant à eux fabriqués selon la norme ASTM F894. Il convient de noter que les proportions exactes de matière recyclée n'ont pas été divulguées par les fabricants. La matière réutilisée (repellitisée) est générée uniquement en interne plutôt que de provenir d'une source externe. Pour l'étude des

propriétés mécaniques, tous les échantillons sont directement découpés sur la paroi intérieure des tuyaux à l'aide d'un dispositif approprié en acier inoxydable selon les dimensions standards des normes ASTM D638-14 pour la traction et le fluage et ASTM F2136-18 pour l'étude de la fissuration sous contrainte. La figure 17 montre les six tuyaux étudiés dont deux tuyaux à profil fermé (B-R*, B-V) et quatre à profil ouvert (A-R, A-V, C-V, D-R). Le tableau 2 présente le programme expérimental.



Figure 17: Tuyaux en PEHD de 900 mm de diamètre.

Tableau 2: Programme expérimental

Type d'essai	Méthode d'essai
Échantillons neufs	
Densité	ASTM D792
Noir de carbone	ASTM D5805
Indice de fusion	ASTM D1238
UV	ASTM D4329
Stabilité thermique	ASTM E2550
Résistance à la traction	ASTM D638
Essais de résistance à la traction à long terme	ASTM D6992 (SIM)
	TTS
Essai de résistance à la fissuration lente	FM5-572
Module à long terme	TTS par DMA
Conditionnement	Acide, base, sels et cycles de gel-dégel

Oxydation	ASTM D3895-14
Échantillons prélevés sur le terrain	
Résistance à la traction à long terme	ASTM D638
Résistance à la fissuration lente	FM5-572
Module à long terme	TTS par DMA
Oxydation à long terme	ASTM D3895-14
Chimie de surface	FTIR

8.1. Programme d'essais à court terme

Les propriétés mécaniques et physiques des tuyaux en PEHD ont été déterminées (Nguyen et al. 2021b, c). Le programme d'essai à court terme comprenait des essais de caractérisation mécanique (essai de traction et module à court terme), physique (densité) et thermochimique (point de ramollissement, teneur en noir de carbone, indice de fusion, stabilité thermique et aux UV). Les résultats ont servi de référence pour la détermination des conditions d'essais, surtout pour les essais mécaniques à long terme. Une grande partie de ces essais a été rapportée dans les rapports d'étape. Il est à noter que certains essais de caractérisation ont été réalisés sur des échantillons supplémentaires issues de lots de fabrication différents de ceux déjà analysés.

8.1.1. Densité

Les polyéthylènes ayant différents degrés de ramification auront des densités différentes (figure 18). Le degré de ramification joue un rôle important dans les polyoléfinés. Le polyéthylène linéaire présente un degré de cristallinité et une densité élevée, ce qui le rend rigide, résistant mais cassant. Les faiblesses dans certaines propriétés mécaniques peuvent être réduites par l'ajout de chaînes ramifiées. La densité des PEHD telle que spécifiée par l'ASTM D1248-16 est classée selon deux types, soit les types III (0,941 à 0,959 kg/m³) et IV (0,960 kg/m³ ou plus) (PPI 2006).

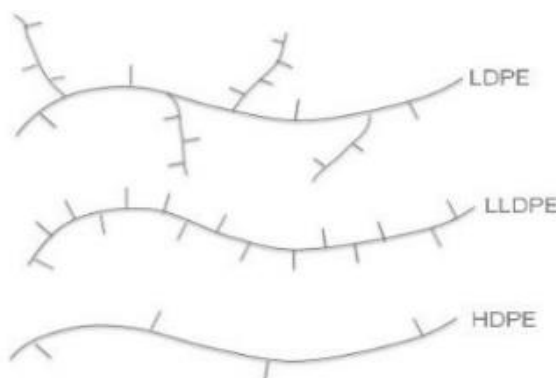


Figure 18: Structures des chaînes de PE

Dans cette étude, la densité des tuyaux en PEHD a été mesurée conformément à la méthode B de la norme ASTM D792-13 du fait de la disponibilité des équipements. La procédure consiste à déterminer la masse d'un spécimen par déplacement en immergeant l'échantillon dans de l'eau distillée. Il est à noter que, dans ce cas précis, puisque l'eau ne peut pas être utilisée puisqu'elle possède une densité plus élevée que celle du PEHD, elle a été remplacée par de l'éthanol. L'éprouvette doit être d'une seule pièce de taille et de forme appropriées pour l'appareillage d'essai à condition que son volume ne soit pas inférieur à 1 cm³ et que sa surface et ses bords soient lisses. L'épaisseur de l'échantillon doit être d'au moins 1 mm pour chaque gramme. Le tableau 3 présente la moyenne des densités des produits finis obtenues à partir de trois échantillons par type de tuyau. À noter que tous les échantillons ont été coupés sur la paroi extérieure.

Tableau 3: Densité des tuyaux en PEHD

Spécimen (Fabricant-vierge, réutilisée, ou recyclée)	Densité (kg/m ³)
A-R	0,99
A-V	0,98
B-R*	0,98
B-V	0,99
C-V	0,98
D-R	0,96

8.1.2. Point de ramollissement

La température de ramollissement est la température à laquelle certains thermoplastiques comme le PEHD ramollissent bien avant la fusion. Le point de ramollissement a été mesuré par TMA (analyse thermomécanique) et DMA (analyse mécanique dynamique). Avec le TMA (modèle Q400 de TA Instruments), une sonde de dilatation à bout plat est placée sur l'échantillon dans le four. En chauffant, les chaînes de polymère deviennent plus mobiles, le matériau se dilate et le coefficient d'expansion thermique augmente. La température à laquelle ce changement s'effectue est le point de ramollissement (figure 19). Avec le DMA (modèle 8000 de Perkin-Elmer), la température de ramollissement est déterminée par le début de la courbe de module de

conservation, E' , ou au maximum du pic de module de perte, E'' (Tableau 3). Les valeurs de E' et E'' sont présentées à la figure 20. Les valeurs obtenues par TMA et DMA peuvent être différentes car elles prennent en compte des phénomènes différents, physiques dans un cas et mécanique dans l'autre. Il est donc nécessaire de bien identifier le type de mesure effectuée. Le tableau 4 montre les modules élastiques à 0 et 100°C ainsi que les températures de ramollissement mesurées par DMA et TMA des échantillons prélevés sur les parois extérieures des tuyaux en PEHD.

Tableau 4: Températures de ramollissement mesurées par DMA et TMA

Spécimen	Module élastique		Point de ramollissement par DMA (°C) (Calculé avec E'')	Point de ramollissement par TMA (°C)
	0°C (MPa)	100°C (MPa)		
A-R	1070	196	54	51
A-V	846	147	52	50
B-R*	927	129	45	45
B-V	953	132	45	45
C-V	1226	211	52	45
D-R	910	145	58	54

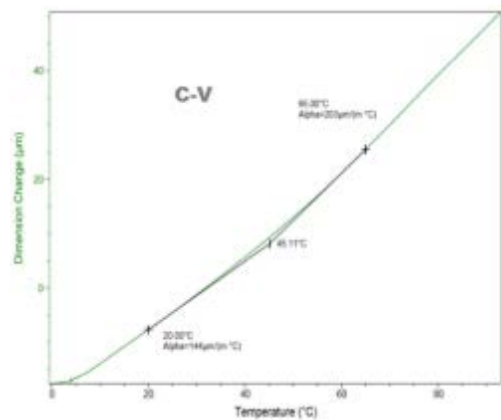


Figure 19: Courbe TMA du tuyau C-V

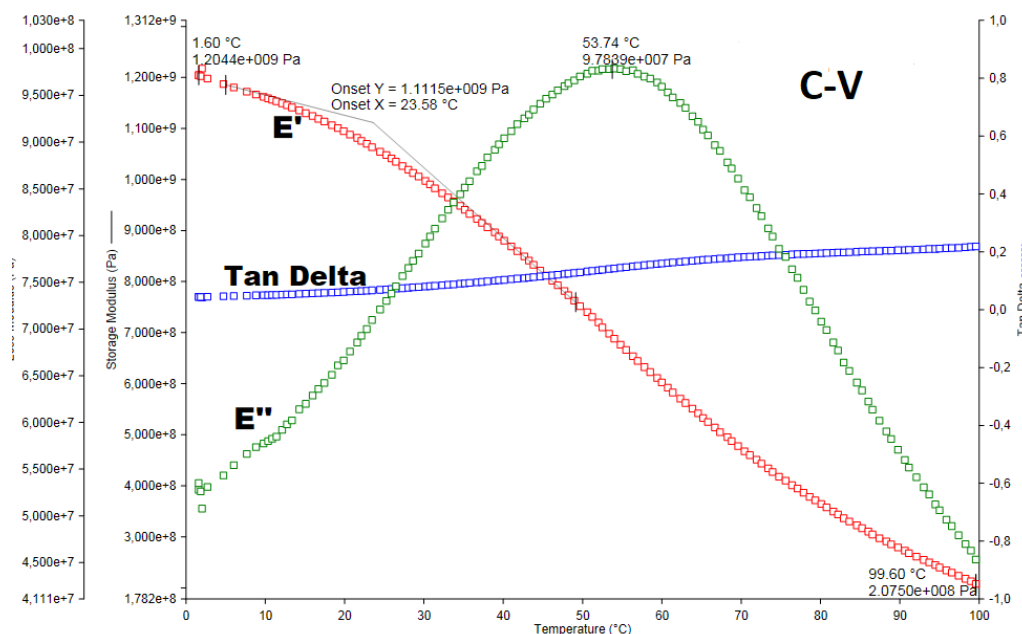


Figure 20: Courbes de DMA (Tuyau C), mode cantilever simple, modules de conservation et de perte (E' et E''), facteur de perte $\tan \delta$

8.1.3. Noir de carbone

Le taux de noir de carbone a été mesuré selon ASTM-D5805-2019. L'échantillon a été chauffé à 575°C à 35°C/min sous azote puis jusqu'à 900°C sous oxygène. Le pourcentage de perte mesuré entre 575 et 900°C correspond à la masse de noir de carbone. Les résultats présentés au tableau 5 à partir de la moyenne des 3 échantillons testés pour chaque type de tuyau montrent que les teneurs en noir de carbone satisfont aux exigences des normes BNQ 3624-120 et ASTM D3350-14 (minimum de 2% à 4%).

Tableau 5: Teneur en noir de carbone

Spécimen (Fabricant-vierge ou recyclée)	Teneur (%)
A-R	3,0
A-V	2,8
B-R*	3,0
B-V	2,5
C-V	2,5
D-R	3,2

8.1.4. Stabilité thermique

La stabilité thermique des tuyaux en PEHD est étroitement liée à leur teneur en noir de carbone. L'analyse thermogravimétrique (TGA) est une technique dans laquelle la masse d'un échantillon est mesurée en fonction de la température ou du temps sous atmosphère contrôlée. Selon la

norme ASTM E2550-2017, le spécimen est chauffé de la température ambiante à 650°C à 5°C/min sous azote (figure 21). Les résultats sont rapportés dans le tableau 6.

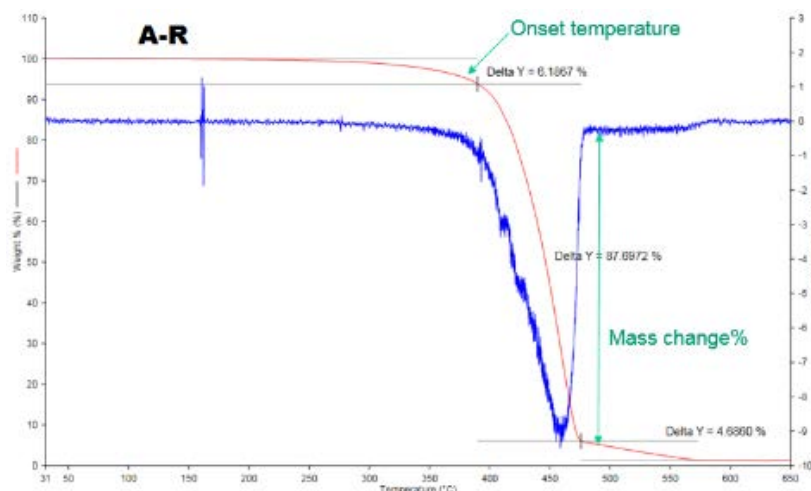


Figure 21: Courbe de TGA (Tuyau A-R)

Tableau 6: Mesures de TGA

Spécimen	Perte de masse (°C)
A-R	390
A-V	375
B-R*	415
B-V	420
C-V	413
D-R	413

La décomposition débute vers 400°C avec tous les tuyaux. Puisque la teneur en noir de carbone est relativement similaire dans les différents tuyaux, leur stabilité thermique l'est aussi. Ces résultats sont similaires à ceux des études précédentes (Muthiaha et al. 2015, Isaacson et al. 2021).

8.1.5. Stabilité aux UV

Les tuyaux sont souvent entreposés au soleil durant un certain temps avant d'être installés. Les rayons UV peuvent rompre les chaînes de PEHD et créer des radicaux libres conduisant à de l'oxydation, ce qui cause une perte de flexibilité et une dégradation. Les rayons UV ont des effets différents selon leur longueur d'onde sur la dégradation des matériaux plastiques. Les UV-A (315-400 nm) sont les moins nocifs, les UV-B (280-315 nm) plus nocifs tandis que les UV-C (<280 nm) sont les plus dommageables (Wypych, 2015).

Dans cette étude, des spécimens exposés aux UV ont été prélevés pour effectuer des essais de caractérisation physicochimiques et mécaniques. Cinq éprouvettes en forme d'haltère (figure 22)

et utilisées pour l'essai de résistance à la traction (type IV de l'ASTM D638-14) ont été testés pour chaque fabricant. Ces 5 éprouvettes ont été prélevées sur la paroi intérieure des tuyaux pour éviter qu'ils ne se courbent en raison de la forme de la surface externe et pour faciliter la découpe. La forme prismatique (figure 23) de 15 × 15 mm et de 2 à 10 mm d'épaisseur utilisée pour l'étude des propriétés physicochimiques est découpée sur la paroi extérieure et 3 échantillons ont été testés pour chaque fabricant. L'essai de stabilité aux UV est réalisé selon la procédure A de la méthode d'essai ASTM D4329-05 (*Standard Practice for Fluorescent UV Exposure of Plastics*). L'irradiance typique à 340 nm est de 0,89 W/(m² · nm) avec un cycle de 8 h d'UV avec panneau noir non isolé à une température contrôlée de 60°C suivi de 4 h sans irradiation. La durée de l'essai est de 3600 heures. Une fois l'exposition complétée, les paramètres suivants ont été mesurés:

- Morphologie de surface: SEM
- Chimie de surface: FTIR
- Point de fusion (T_m) et flux de chaleur (H_m): DSC
- Dureté: duromètre, ASTM D2240-15



Figure 22: Forme d'haltère d'échantillons de traction (Paroi intérieure)

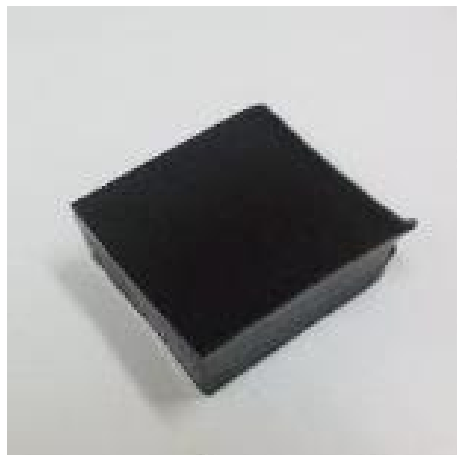


Figure 23: Forme rectangulaire (Paroi extérieure)

8.1.5.1. Point de fusion (T_m), flux de chaleur (H_m) et taux de cristallinité

L'analyse thermique des tuyaux avant et après exposition aux UV a été réalisée par DSC. Pour chaque mesure, un spécimen d'environ 5 à 10 mg a été chauffé de la température ambiante à 205°C à une vitesse de 20°C/min. La température de fusion (T_m) et le flux de chaleur (H_m) des tuyaux en PEHD ont été mesurés. En traçant une droite sous le pic de fusion et en déterminant l'enthalpie de fusion à partir de l'aire, le degré de cristallinité peut être calculé selon l'équation 5.

$$X_c = \Delta H_m^a / \Delta H_m^{100} \quad (\text{Équation 5})$$

où X_c est le degré de cristallinité (%), ΔH_m^a l'enthalpie de fusion de l'échantillon (J/g) et ΔH_m^{100} l'enthalpie de fusion d'un polyéthylène 100% cristallin (287 J/g) (Hitachi High-Tech 1986).

Comme le montre le tableau 7, l'exposition aux UV cause la diminution du point de fusion des spécimens. L'enthalpie de fusion a diminué pour tous les échantillons à l'exception du tuyau B-R*. Les baisses de taux de cristallinité des tuyaux varient entre 0% et 2%.

Tableau 7: Point de fusion, flux de chaleur et le taux de cristallinité

Spécimen	Avant exposition aux UV			Après exposition aux UV		
	Point de fusion (°C)	Enthalpie de fusion (J/g)	Taux de cristallinité (%)	Point de fusion (°C)	Enthalpie de fusion (J/g)	Taux de cristallinité (%)
A-R	153	135	47	145	132	46
A-V	153	139	49	144	137	48
B-R*	143	102	36	138	105	36
B-V	144	132	46	138	131	45
C-V	151	151	53	146	147	51
D-R	148	149	52	145	143	50

8.1.5.2. Dureté

La dureté est la capacité d'un matériau à résister à la pénétration d'un corps dur. En d'autres termes, la dureté est définie comme la résistance à la déformation élastique de la surface. Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la dureté des matériaux telles que la méthode Brinell (HB), Vickers (HV), Rockwell C (HRC) et Rockwell B (HRB) (Pusz A 2007). Une technique très simple et efficace couramment utilisée avec les élastomères et les thermoplastiques est la dureté Shore. Les deux échelles les plus courantes du duromètre Shore sont les échelles de type A (HA) et de type D (HD) définies par ASTM D2240-15. Chaque échelle a une valeur de 0 à 100; plus la valeur est élevée, plus le matériau est dur. Dans cette étude, un duromètre Shore D a été utilisé pour mesurer la dureté des tuyaux (figure 24). Ce duromètre numérique a une tige d'impact et une pointe conique à 30°. Lors de la mesure, la pression est appliquée manuellement pendant 15 secondes. La dureté, stabilisée après 15 secondes de chargement, est enregistrée. Cette

procédure est répétée trois fois sur chaque échantillon à trois endroits différents. Il convient de noter que l'épaisseur de tous les échantillons ne doit pas être inférieure à 6 mm. Le tableau 8 montre la dureté Shore D des tuyaux avant et après exposition aux UV. La plage de 49 à 65 HD ne représente pas une différence significative entre les tuyaux de résine vierge et ceux contenant de la matière recyclée. Une fois les spécimens exposés aux UV, les valeurs de dureté changent mais pas de manière significative, la diminution de la dureté variant de 3 à 10 %. Le PEHD est un polymère semi-cristallin et les facteurs affectant sa dureté agissent principalement sur la région cristalline qui est plus dense que la région amorphe (Kadhim et al. 2017), ce qui explique les légères différences de valeurs entre les tuyaux par suite des modifications de la phase cristalline. Puisque le taux de cristallinité diminue légèrement après exposition aux rayons UV, la dureté fait de même. La cristallinité des tuyaux dépend fortement du procédé de fabrication et notamment de la température et des vitesses de chauffe et de refroidissement.



Figure 24: Duromètre Shore D

Tableau 8: Dureté

Spécimen	Avant UV (HD)	Après UV (HD)
A-R	56	51
A-V	55	49
B-R*	55	53
B-V	60	56
C-V	65	61
D-R	61	57

8.1.5.3. Chimie de surface

La modification chimique et l'analyse structurale des surfaces ont été effectuées avec un spectromètre FTIR-4600 équipé d'un détecteur TGS. Les spécimens ont été analysés sur la plage de nombre d'onde de 4000 à 1000 cm^{-1} à une résolution de 4 cm^{-1} (Figure 25).

Pour les spécimens avant et après exposition aux UV, les spectres montrent des bandes typiques des groupements C-H à 2913 et 2847 cm^{-1} attribuées à des vibrations d'étirement asymétriques et symétriques. La présence de vibrations en flexion des CH_2 est visible à 1465 cm^{-1} . Les spécimens pris sur les surfaces extérieure et intérieure présentent la même structure chimique avant exposition aux UV et il n'y a aucune différence entre les tuyaux fabriqués avec la résine recyclée et vierge. Cependant, après exposition aux UV, des pics à 3380 cm^{-1} , 1717 cm^{-1} et 1120 cm^{-1} correspondants à la présence de groupements O-H, C=O ou C=O, ce qui confirme que le matériau s'est oxydé.

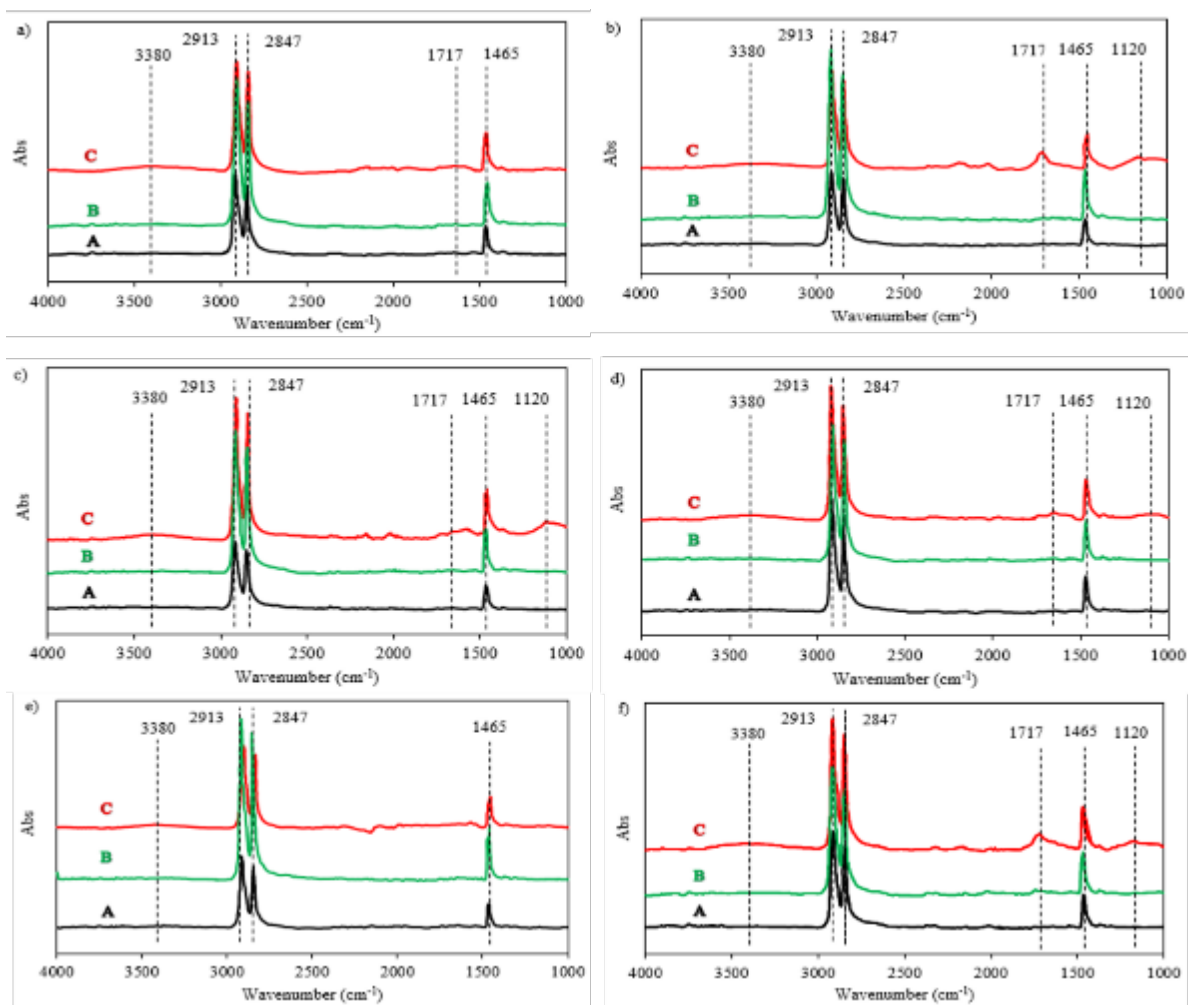
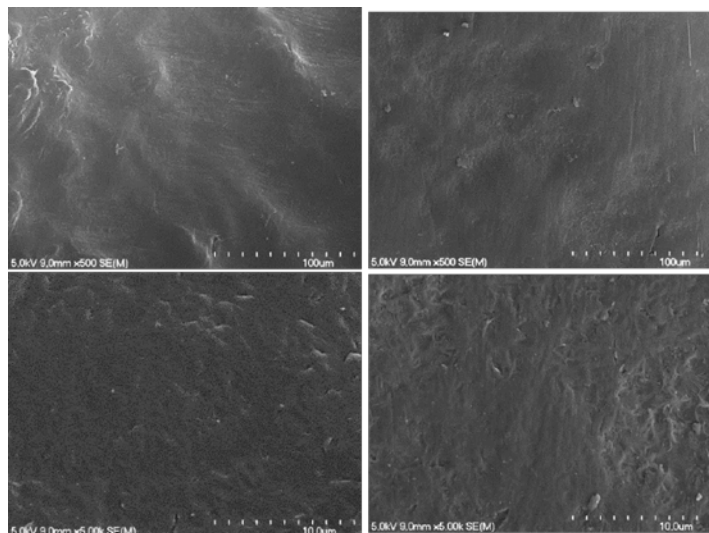


Figure 25: Spectres FTIR a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R avec A: spécimens non exposés aux UV (surface intérieure), B: spécimens non exposés aux UV (surface extérieure), C: spécimens exposés aux UV

8.1.5.4. Morphologie de surface

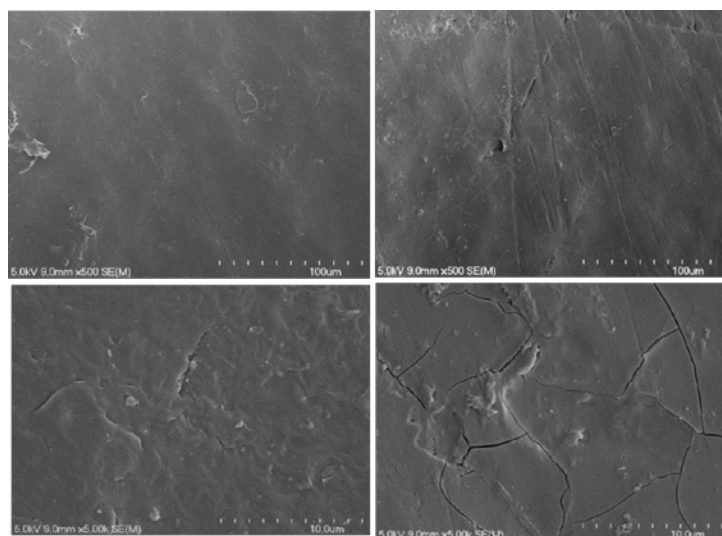
Une étude morphologique par SEM de la surface des tuyaux avant et après exposition aux UV a été réalisée afin d'observer les changements causés par la photo-oxydation (Figures 26).



a) A-R

Avant

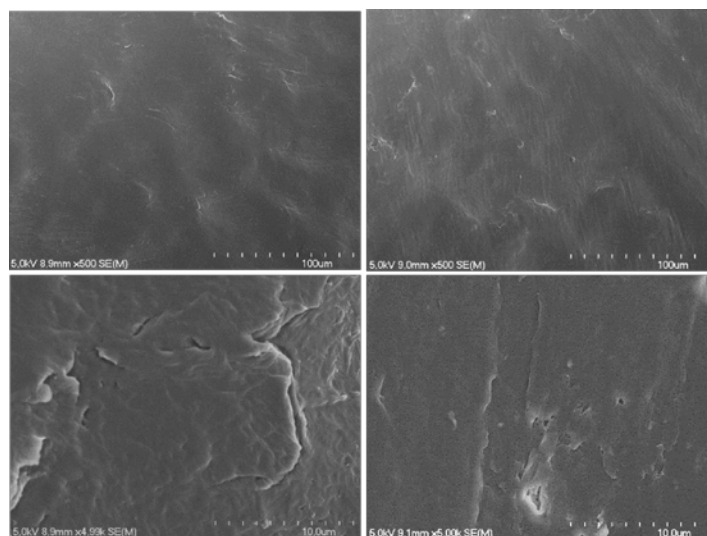
Après



b) A-V

Avant

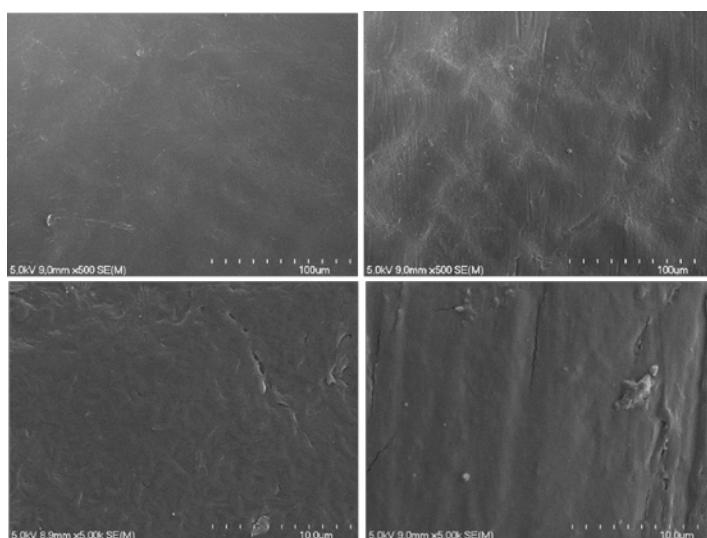
Après



c) B-R*

Avant

Après

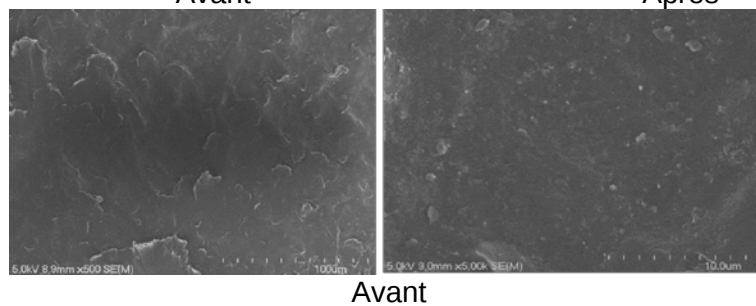
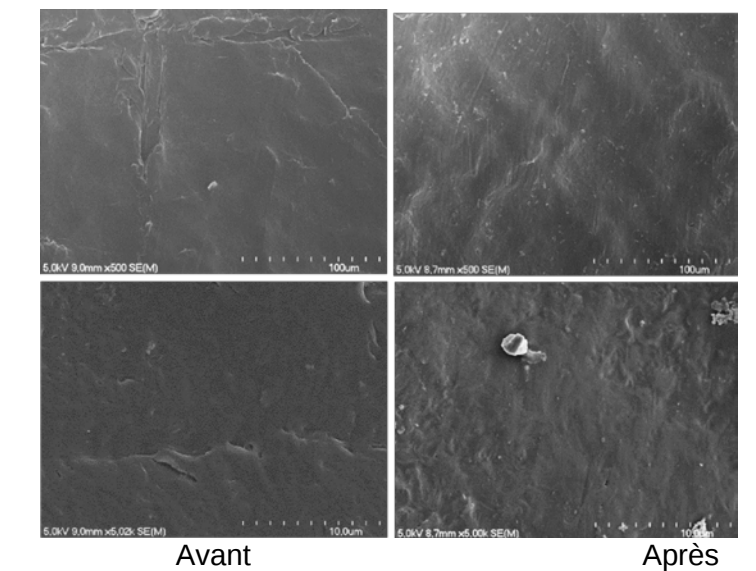


d) B-V

Avant

Après

e) C-V



f) D-R

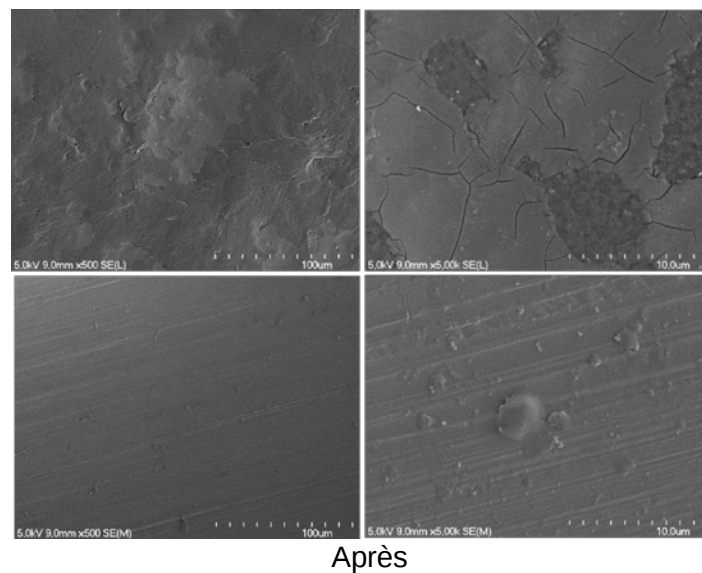


Figure 26: Analyse SEM avant et après exposition aux UV a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R

Des fissures dans les tuyaux A-V et B-V après exposition aux UV sont visibles. Les échantillons présentent des profils de surface différents (surfaces molles et rugueuses). Cette différence est

plus clairement observée dans le tuyau D-R. La surface avec de petites rainures n'est pas affectée par les UV (en haut à gauche après exposition aux UV). Cependant, l'autre surface présente des fissures (3 dernières images). De plus, la répartition de ces fissures n'est pas uniforme puisqu'elles se situent dans les zones lisses et blanches du matériau. On constate que pour tous les échantillons, les fissures apparaissent dans les zones lisses mais affectent d'autres zones (rugueuses). Afin de clarifier ce phénomène, une analyse EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) des éléments chimiques présents a été effectuée sur l'échantillon D-R exposé aux UV qui présente des zones plus claires fissurées (croûte) sur une base non fissurée (figure 27). Le spectre EDS de la base montre que celle-ci est constituée essentiellement de PE (présence de carbone essentiellement et d'un peu d'oxygène) alors que celui de la croûte contient une plus grande quantité d'oxygène avec en plus, de l'azote et du soufre provenant donc d'une substance étrangère. Il est à noter que l'échantillon avait été essuyé avec de l'alcool avant l'analyse et qu'il ne s'agit donc pas d'une contamination au laboratoire. Cette substance pourrait être associée au procédé de fabrication, mais nous n'en avons aucune confirmation. Par conséquent, on peut conclure que le PEHD n'est pas affecté par les UV, ce qui s'explique par les quantités de noir de carbone qui bloque les UV et empêche toute oxydation.

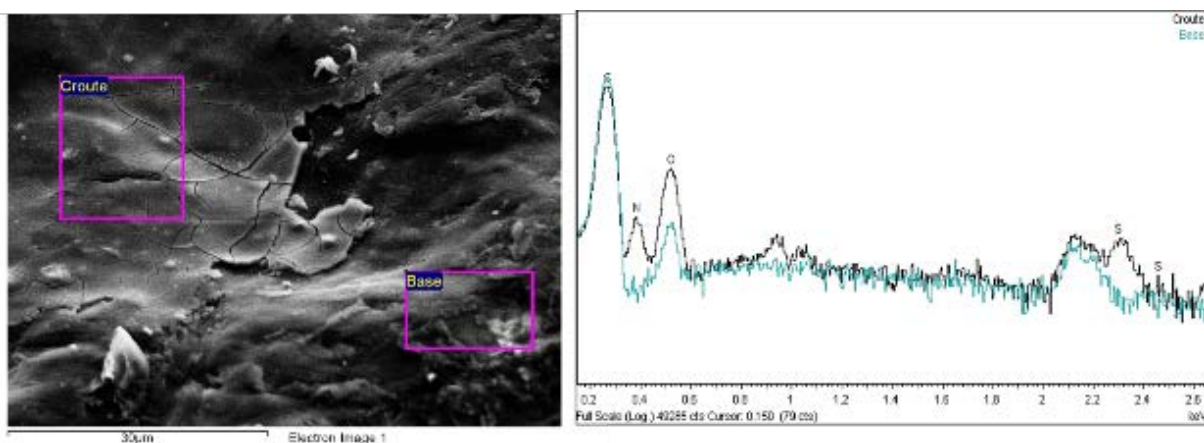


Figure 27: Analyse EDS du tuyau D-R après exposition aux UV

8.1.6 Indice de fusion

L'indice de fluidité à chaud (MFI : *Melt Flow Index*) d'un thermoplastique est la masse de matériau fondu à 190°C s'écoulant en dix minutes à travers un capillaire de diamètre et de longueur déterminés sous une pression appliquée via des poids gravimétriques aux valeurs prescrites. Le débit (taux) de fusion (MFR : *Melt Flow Rate*) est une mesure indirecte de la masse moléculaire, un taux élevé de fusion correspondant à une faible masse moléculaire. L'étude de la relation entre l'indice de fusion, le taux et l'énergie d'activation de la dégradation thermique a été étudiée par

Abbas-Abadi et al. (2012). Les résultats ont indiqué qu'un indice de fusion plus faible et une énergie d'activation plus élevée étaient nécessaires pour la dégradation thermique des matériaux. L'indice de fluidité à chaud des tuyaux a été déterminé selon ASTM D1238 (2013) avec un plastomètre à extrusion (Figure 28). L'éprouvette peut avoir n'importe quelle forme pouvant être introduite dans l'alésage du cylindre (poudre, granulés, bandes de film ou pions moulés). Les résultats sont présentés au tableau 9 et correspondent à la moyenne de 3 échantillons testés pour chaque type de tuyau. L'indice de fusion est inférieur à 0,15 g/10 min pour tous les échantillons, ce qui répond aux exigences de la norme ASTM D3350-14.

Tableau 9: Indice de fusion

Spécimen	MFI (g/10min)
A-R	0,103
A-V	0,077
B-R*	0,066
B-V	0,061
C-V	0,115
D-R	0,058

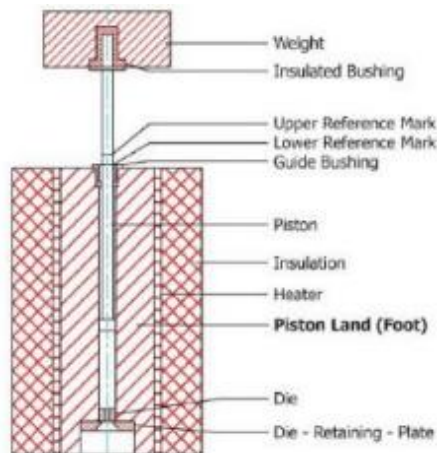
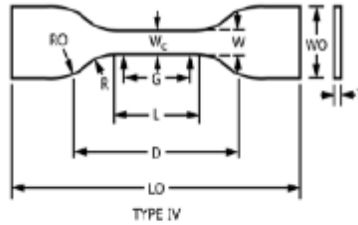


Figure 28: Disposition générale du plastomètre à extrusion (ASTM D1238-13)

8.1.7. Résistance à la traction

L'essai de traction a été effectué conformément à la norme ASTM D638-14 (2014). Les échantillons ont été poinçonnés directement sur la paroi intérieure des tuyaux à l'aide d'un gabarit de découpage en acier inoxydable. Les dimensions standards et les détails du spécimen sont présentés à la figure 29.



Dimensions (see drawings)	Specimen Dimensions for Thickness, T, mm (in.) ^A					Tolerances
	7 (0.28) or under		Over 7 to 14 (0.28 to 0.55), incl		4 (0.16) or under	
	Type I	Type II	Type III	Type IV ^B	Type V ^{C,D}	
W—Width of narrow section ^{E,F}	13 (0.50)	6 (0.25)	19 (0.75)	6 (0.25)	3.18 (0.125)	±0.5 (±0.02) ^{B,C}
L—Length of narrow section	57 (2.25)	57 (2.25)	57 (2.25)	33 (1.30)	9.53 (0.375)	±0.5 (±0.02) ^C
WO—Width overall, min ^G	19 (0.75)	19 (0.75)	29 (1.13)	19 (0.75)	...	+ 6.4 (+ 0.25)
WO—Width overall, min ^G	...	...	...	...	9.53 (0.375)	+ 3.18 (+ 0.125)
LO—Length overall, min ^H	165 (6.5)	183 (7.2)	246 (9.7)	115 (4.5)	63.5 (2.5)	no max (no max)
G—Gage length ^I	50 (2.00)	50 (2.00)	50 (2.00)	...	7.62 (0.300)	±0.25 (±0.010) ^C
G—Gage length ^I	...	...	...	25 (1.00)	...	±0.13 (±0.005)
D—Distance between grips	115 (4.5)	135 (5.3)	115 (4.5)	65 (2.5)	25.4 (1.0)	±5 (±0.2)
R—Radius of fillet	76 (3.00)	76 (3.00)	76 (3.00)	14 (0.56)	12.7 (0.5)	±1 (±0.04) ^C
RQ—Outer radius (Type IV)	...	...	...	25 (1.00)	...	±1 (±0.04)

Figure 29: Dimensions standards des échantillons (ASTM D638-14)

Cinq échantillons comme ceux de la figure 30 ont été testés à un taux de chargement de 50 mm/min pour chaque type de tuyau. Au cours de cet essai, une presse MTS munie d'une cellule de 5 kN contrôlée par déplacement a été utilisée (figure 31) de même qu'un extensomètre 634.12F-24 pour mesurer la déformation jusqu'à la plastification. Les échantillons ont été retirés pour éviter qu'ils ne se rupturent à cause de déformations excessives. L'extensomètre a permis de déterminer le module d'élasticité à court terme.



Figure 30: Échantillons pour essais de traction

Le comportement des échantillons est assez similaire. La courbe contrainte-déformation débute par la déformation élastique linéaire jusqu'à la plastification. Dans cette région de déformation, le module élastique est défini comme la pente de la courbe contrainte-déformation (Tableau 10). La figure 31 montre des échantillons en cours et après l'essai.

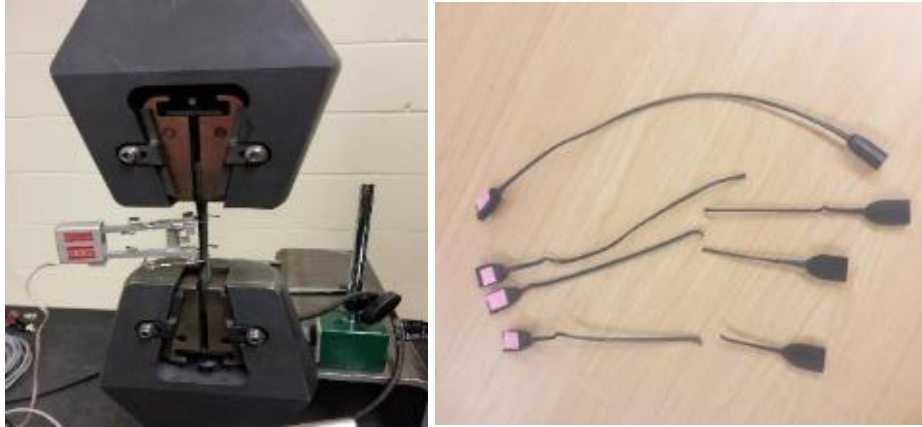


Figure 31: Machine de traction MTS et échantillons après l'essai de traction

Le tableau 10 présente les résultats des essais de traction ainsi qu'une analyse statistique des moyennes, de l'écart-type et du coefficient de variation. Le comportement post-plastification est moins important parce qu'il apparaît à des déformations excessives peu susceptibles d'apparaître en service. Rappelons que la nomenclature pour les différents manufacturiers est de A à D et les préfixes V et R, R* signifient vierge, recyclée, réutilisée successivement.

Tableau 10: Limites d'élasticité pour les essais de traction

No	Fabricant A	Fabricant A	Fabricant B	Fabricant B	Fabricant C-V	Fabricant D-R
	A-R	A-V	B-R*	B-V		
	Limite d'élasticité (σ _y) en MPa (Taux de chargement : 50 mm/min)					
1	21,4	23,2	19,2	17,1	20,9	23,3
2	29,1	20,2	19,2	16,3	17,2	22,3
3	24,6	23,2	17,7	17,3	20,5	23,6
4	26,8	26,8	18,8	18,1	20,2	20,9
5	23,7	24,4	19,2	18,5	20,3	22,7
Moyenne	25,1	23,6	18,8	17,4	19,8	22,6
Écart-type	2,9	2,4	0,7	0,9	1,5	1,1
CV%	11,7	10,1	3,6	4,9	7,5	4,8
E' (MPa)	525	393	236	219	424	390

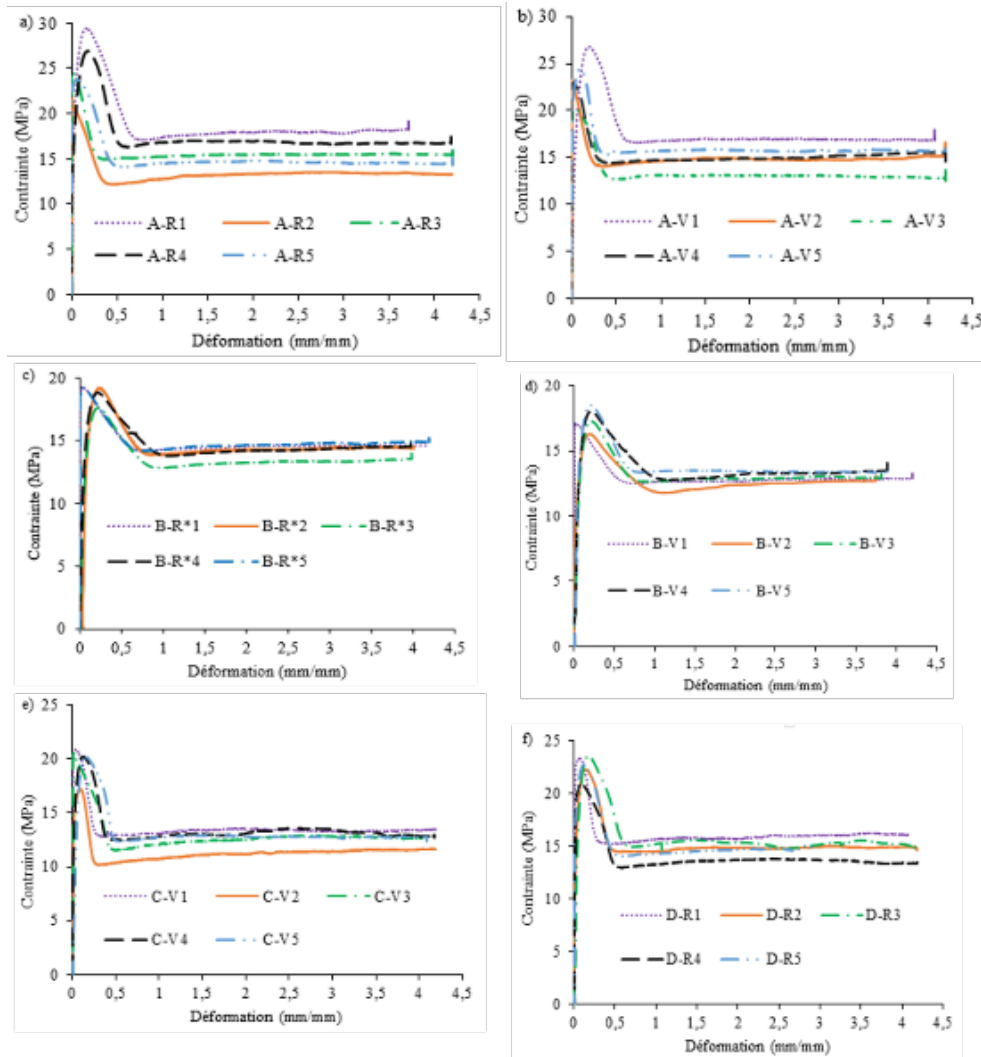


Figure 32: Résistance à la traction a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R

La figure 32 montrent les courbes de contrainte-déformation des tuyaux en PEHD avec cinq répliques pour chaque tuyau. Les valeurs obtenues montrent une différence significative de résistance à la traction. Comme illustré, le comportement contrainte-déformation des tuyaux comprend trois régions: (1) région élastique linéaire et non linéaire, (2) point d'écoulement plastique et (3) région plastique. Le point maximum de la courbe contrainte-déformation correspond au rétrécissement localisé de l'échantillon. Ce point est appelé limite d'élasticité. La zone correspondant à la valeur de contrainte réduite est souvent appelée cou. La zone avec des valeurs de contrainte relativement stables est la phase de développement du cou. Le tableau 10 présente les valeurs moyennes de la résistance à la traction allant de 17,4 à 25,1 MPa. Les valeurs obtenues sont relativement faibles pour les échantillons B-R* et B-V par rapport aux autres échantillons. Cela peut s'expliquer par le procédé de fabrication mais peut aussi être

attribuable au fait qu'il s'agit de tuyaux en PEHD à profil fermé contrairement aux autres échantillons. D'autre part, les valeurs sont relativement similaires pour les tuyaux fabriqués avec des résines recyclées ou vierges par le même fabricant. Pour le fabricant A, on observe que les tuyaux de résines recyclées ont une limite d'élasticité légèrement plus élevée que ceux fabriqués avec de la résine vierge. En général, le processus de recyclage réduit la résistance à la traction (Alzerreca et al. 2015). En d'autres termes, les changements de masse moléculaire ou de vitesse de cristallisation et la présence de contaminants sont des facteurs qui provoquent la dégradation des résines recyclées (Thomas 2011). Cependant, les résultats de résistance à la traction plus élevées des spécimens contenant de la matière recyclée peuvent être expliqués par la teneur en noir de carbone qui a amélioré les propriétés mécaniques initiales. Il se peut aussi que les résines recyclées proviennent de résines initialement vierges plus performantes que les résines vierges utilisées par les fabricants de tuyaux et qu'une fois recyclées, elles présentent toujours d'excellentes propriétés. En revanche, les valeurs de résistance à la traction des matériaux sont étroitement liées à leurs liaisons chimiques et à leur microstructure. En d'autres termes, la limite d'élasticité dépend du mouvement des dislocations (glissement des cristallites de polymère le long des plans sous contrainte) et de la manière dont elles interagissent avec la phase amorphe et entre elles (Zee A 2010). La composition, la taille des grains et l'étendue de l'écrouissage sont des facteurs qui influencent les mouvements de dislocation. De plus, la limite d'élasticité n'est pas affectée par l'épaisseur de l'échantillon d'essai. Bien entendu, les échantillons plus petits se cassant à des charges plus faibles, la limite d'élasticité est calculée en divisant la charge de rupture par la section transversale. Il convient de souligner que la différence significative de résistance à la traction entre les tuyaux est là aussi étroitement liée au procédé de fabrication et aux propriétés de la résine. Il est à noter que la résistance à la traction selon la classification de résine mentionnée au sein des normes BNQ 3624-120 (profil ouvert) et ASTM F894 (profil fermé) est d'au moins 21 MPa.

8.2. Protocole de prédiction de la durée de vie à long terme

La durée de vie des tuyaux en PEHD est prédite à partir des essais mécaniques et thermochimiques afin de s'assurer que ceux-ci maintiennent leurs propriétés à long terme. Dans ce projet, deux catégories d'essais mécaniques ont été adoptées. La première comprend les essais de détermination du comportement à long terme sous charges relativement élevées (> 30% de la limite élastique) et correspond au mode de rupture ductile appelée phase I (figure 1). Cette catégorie comprend l'essai de fluage SIM (*Stepped Isothermal Method*) utilisant la température et la contrainte pour accélérer la rupture et dans lequel un échantillon est soumis à une charge constante et à des paliers de 7°C à chaque 10000 secondes jusqu'à la rupture. La

durée de vie est prédite en extrapolant les données SIM aux conditions de service en utilisant les méthodes WLF, RPM ou PSM. La méthode RPM a été utilisée dans cette étude. Il est à noter que les températures de référence pour estimer la durée de vie des tuyaux sont 23°C, température moyenne du climat subtropical de la Floride et 10°C, température moyenne du climat nordique du Québec.

Pour déterminer la résistance à la fissuration sous contrainte correspondant au mode de rupture fragile appelée phase II, l'essai NCLS modifié FM5-572 (*Florida Method of Test for Determining Stress Crack Resistance of HDPE Corrugated Pipes*) a été utilisé. Il consiste à soumettre un échantillon entaillé à une combinaison de contrainte et de température et à évaluer le temps de rupture. L'entaille doit être faite à une profondeur égale à 20% de l'épaisseur. Les combinaisons proposées par la norme FM5-572 sont:

- a) 3,1 MPa (450 psi) à 80°C
- b) 4,48 MPa (650 psi) à 80°C
- c) 4,48 MPa (650 psi) à 70°C

Avec les temps de rupture, une courbe de durée de vie aux conditions de service peut être obtenue en utilisant la méthode RPM.

8.2.1. Fluage en traction

Afin de déterminer la sensibilité du PEHD à la rupture par fluage, deux méthodes d'essais ont été initialement proposées, à savoir la méthode de fluage conventionnelle et la méthode isotherme par étapes (SIM : *Stepped Isothermal Method*). Compte tenu du nombre d'essais à réaliser et du temps nécessaire, la méthode conventionnelle a été éliminée puisqu'elle prendrait plusieurs années. Par conséquent, la méthode adoptée pour déterminer le fluage est la méthode SIM. La méthode SIM utilise des paliers de température et des temps d'arrêt (temps entre les paliers de température) pour accélérer la rupture par fluage. Un seul échantillon est utilisé pour tous les niveaux de température, ce qui supprime toute variabilité et donne un résultat plus précis. Pour obtenir la courbe maîtresse, cette méthode utilise des facteurs de translation à une température de service définie. La SIM nécessite un décalage vertical puisque le comportement de l'échantillon ne peut pas être attribué uniquement au fluage mais également aux contraintes thermiques dues au chauffage de l'échantillon. Cette méthode a été utilisée pour des résultats plus représentatifs.

8.2.1.1. Essai isotherme par étapes (SIM - Stepped Isothermal Method: ASTM D6992)

Les tuyaux subissent du fluage lorsqu'ils sont soumis à une charge constante pendant une longue période. En raison de sa ductilité, le PEHD subit des déformations excessives pendant le fluage

en répartissant la contrainte appliquée. En cas de défauts initiaux comme des fissures, la mobilité des chaînes de polymère peut entraîner une croissance des fissures, ce qui entraîne une rupture par fluage. La rupture par fluage est critique puisqu'elle se produit à des contraintes relativement faibles. Cet essai utilise des paliers de température et des temps d'arrêt qui ne doivent pas être inférieurs à 10 000 secondes afin d'accélérer la rupture. Un pourcentage de la limite d'élasticité en traction est appliqué. Les résultats sont utilisés pour déterminer le comportement de fluage à long terme en utilisant des facteurs de décalage. La figure 33 montre l'appareil MTS de l'Université de Sherbrooke utilisé pour les essais SIM. Il est composé d'une chambre et d'un système de chargement en traction classique. Il est à noter que ces essais sont assez rapides et fournissent des résultats en moins de 24 heures. La figure 34 montre les spécimens tandis que la figure 35 montre la configuration d'essai et une vue rapprochée des spécimens testés. Le mode de rupture des éprouvettes après SIM est illustré à la figure 36, qui est le mode de rupture typique des tuyaux en PEHD en phase I.



Figure 33: Machine MTS et contrôleur pour les essais SIM



Figure 34: Échantillons A-V pour les essais SIM



Figure 35: Configuration des essais SIM et A-V spécimen en cours d'essai.



Figure 36: Mode de rupture typique des spécimens en PEHD après l'essai SIM (A-V spécimen)

Pour les essais SIM, les échantillons ont une forme d'haltère (ASTM D638, type IV) comme ceux de l'essai de traction. L'essai débute par un essai de fluage de 1740 secondes avec les forces appliqués de 200, 300, et 400 N à 23°C ou 25°C. Ensuite, la température est augmentée rapidement par palier de 7°C jusqu'à atteindre 60°C pour les essais subséquents par un dispositif de contrôle de la température. Une fois les données brutes collectées, l'analyse des données de déformation est réalisée avec pour objectif de prendre chacun des segments de température supra-ambiante et de les déplacer à la température ambiante (référence à 23°C et 10°C). Il existe trois parties types de déplacement pour analyser les données de SIM et construire des courbes maîtresses de fluage : (1) déplacement vertical, (2) rééchelonnement et (3) déplacement horizontal.

- (1) le déplacement vertical donne une courbe continue en déformation par soustraction des déformations élastiques à chaque température comme illustré à la figure 37a.
- (2) la courbe de fluage d'une seule étape est extrapolée à déformation de fluage nulle puis décalée sur l'axe des temps par la différence entre l'heure de début réelle de cette étape et l'heure de début extrapolée comme le montre les figures 37b et c. On notera que la première étape de l'analyse consiste à déterminer ce que l'on appelle le temps de démarrage virtuel (t') pour chaque étape suivant l'étape précédente (figure 37b). Ceci explique les effets du fluage produit à basse température. Cette étape est nécessaire car l'éprouvette a "méorisé" l'étape de fluage précédente. Cela permet également de

redimensionner les courbes de fluage individuelles et de les tracer sur une échelle de temps commune.

- (3) les courbes de fluage individuelles mises à l'échelle sont décalées horizontalement pour former une seule courbe maîtresse à l'aide de l'équation WLF (équation 1), comme le montre la figure 37d. Les paramètres universels $C_1 = 18K$ et $C_2 = 52K$ sont utilisés. Il est à noter qu'il existe une brève période entre 25°C et 32°C pendant laquelle les données ne correspondent pas au modèle de courbe maîtresse. Cette déviation est causée par un changement de température trop lent du fait de la proximité de cette plage de température avec la température ambiante. Il ne s'agit donc pas d'une déviation par rapport au modèle mais simplement d'un problème de contrôle de température.

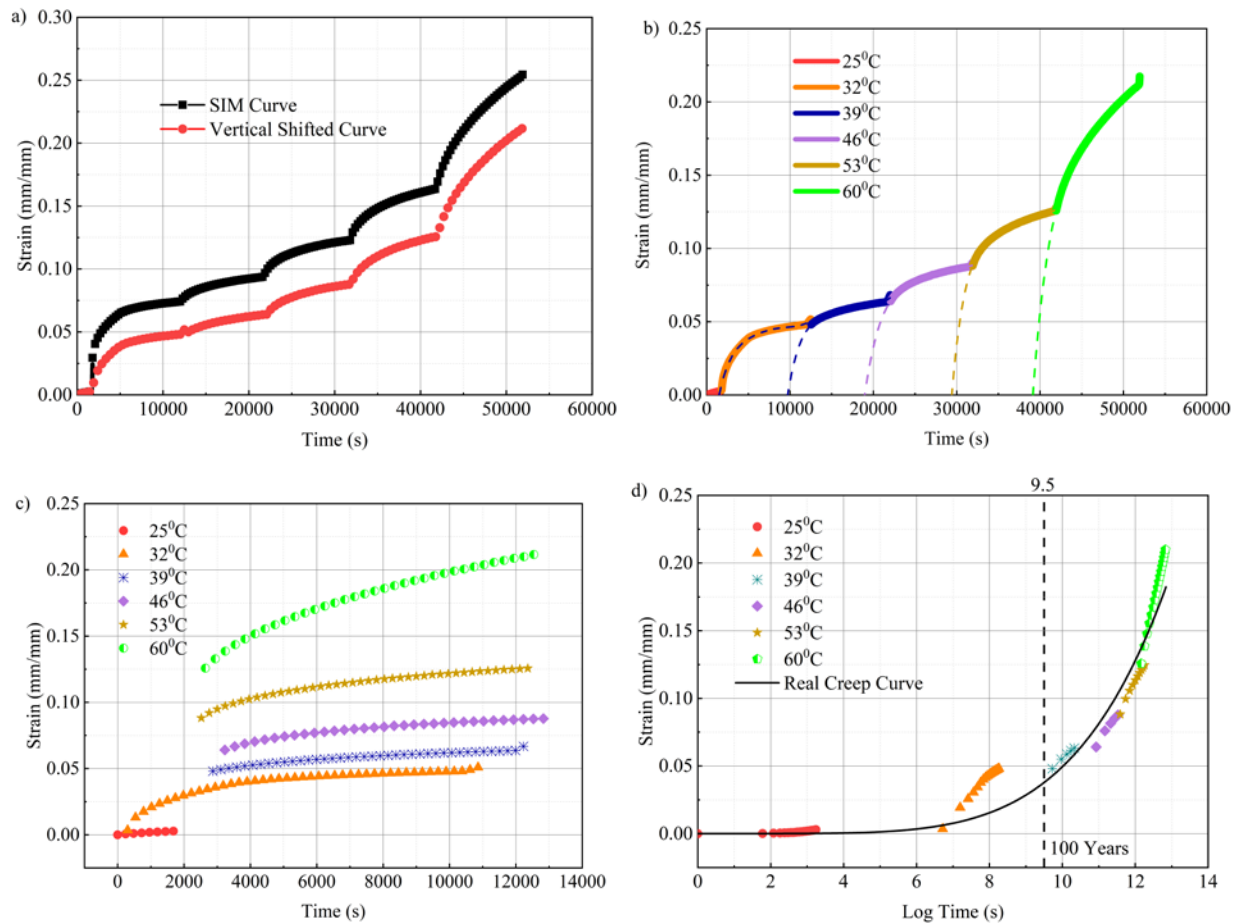


Figure 37: Étapes de construction des courbes maîtresses de fluage a) déplacement vertical b) temps de démarrage virtuel c) rééchelonnement d) déplacement horizontal.

La figure 38 montre les courbes maîtresses de fluage (déformation-temps) des tuyaux à 23°C et 10°C.

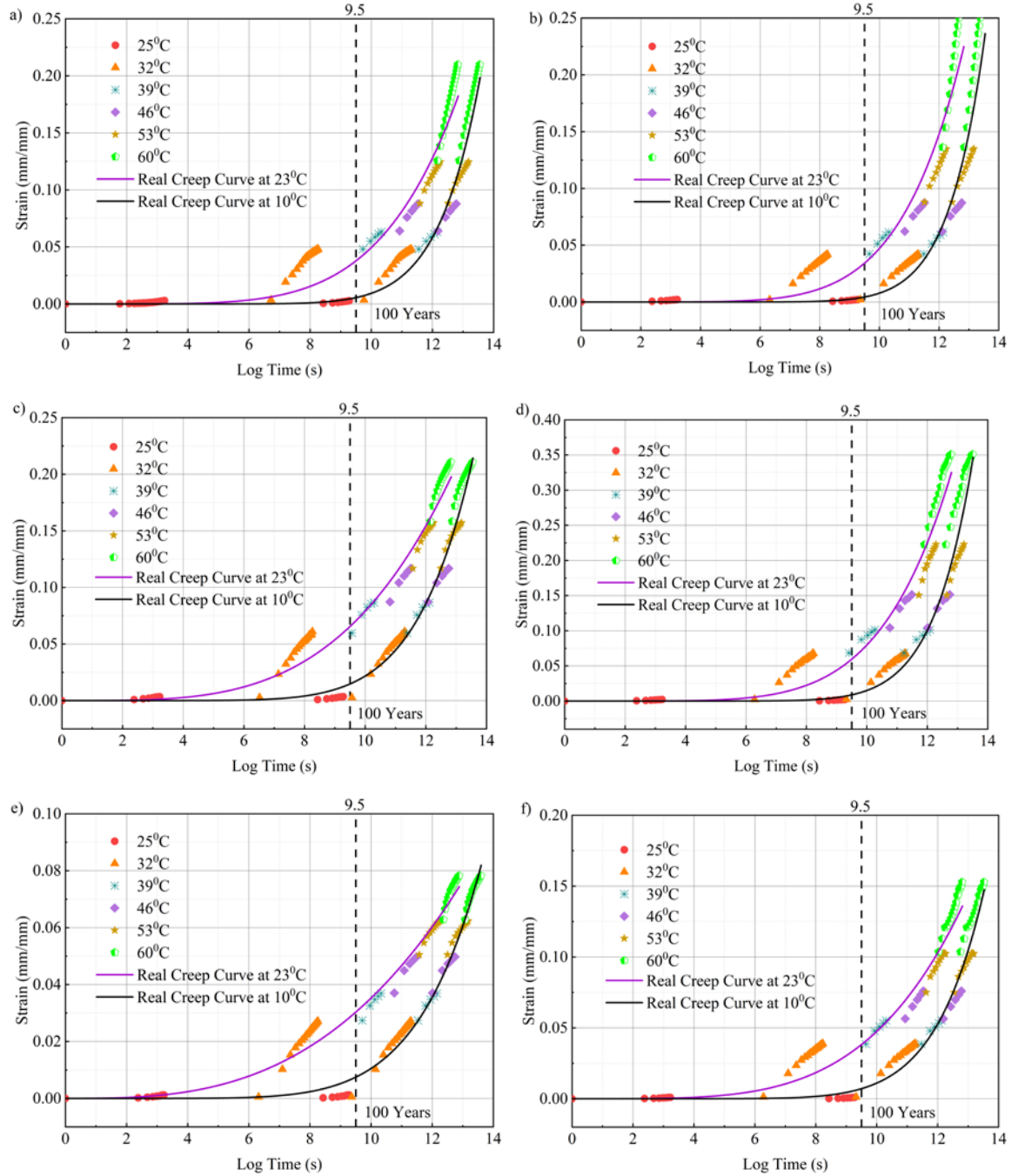


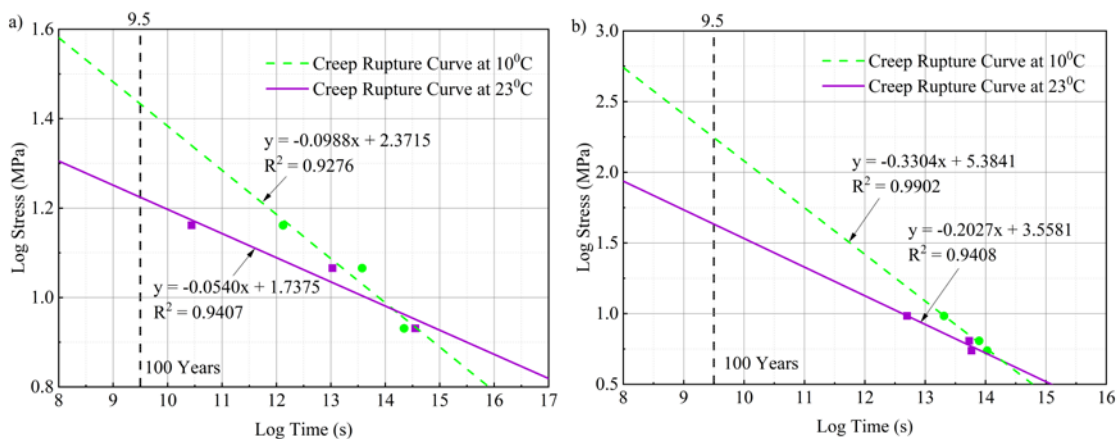
Figure 38: Courbes maîtresses de fluage (déformation-temps) à 23° et 10°C a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R.

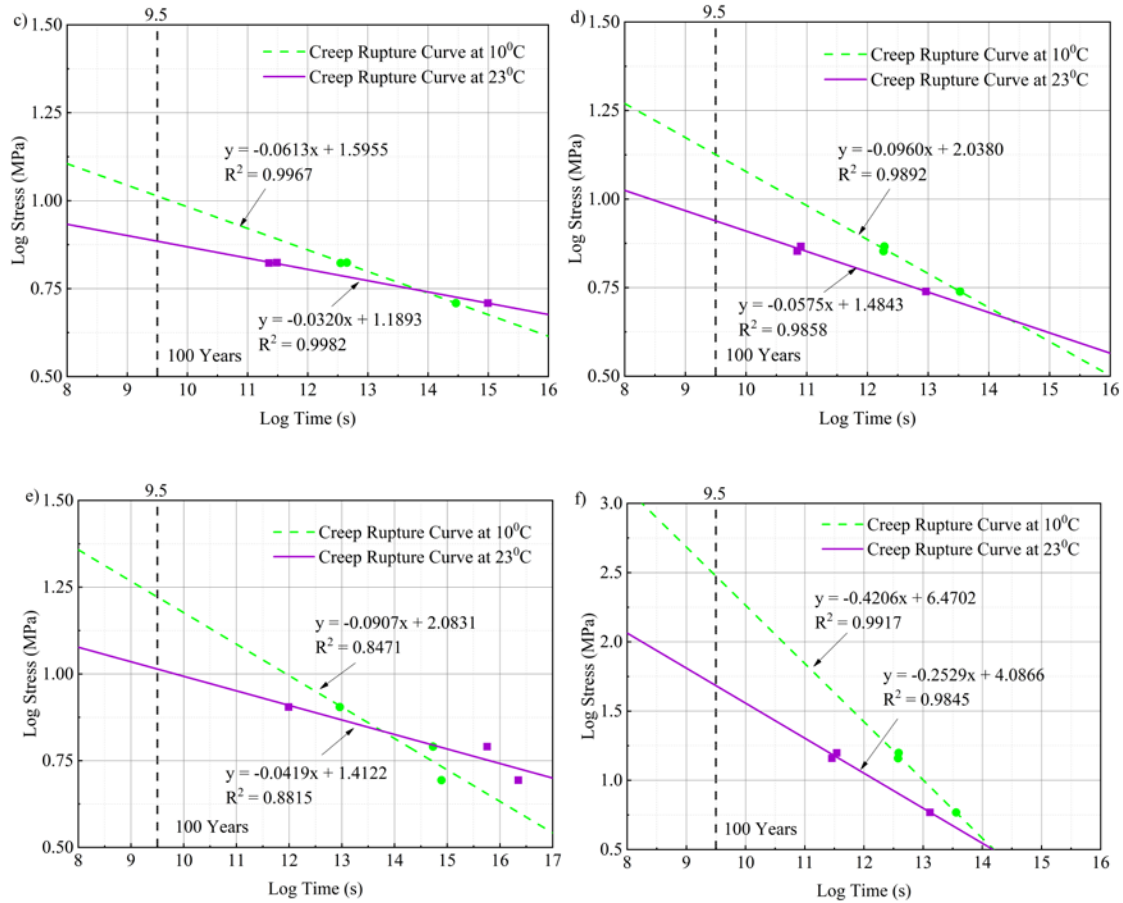
L'essai SIM peut également être effectué sous des charges plus élevées pour créer un environnement de rupture par fluage. Dans cette étude, les tuyaux ont été testés avec trois charges différentes pour créer la courbe maîtresse de fluage (contrainte-temps). Puisqu'il est difficile de localiser exactement l'endroit de la rupture, il existe une convention (Thomas and

Nelson 2013) qui détermine une limite de contrainte. La limite de contrainte est déterminée une fois que les éprouvettes entrent en fluage tertiaire, qui est essentiellement une rupture ductile. On peut également voir qu'à mesure que la contrainte augmente, la vitesse de fluage augmente, affichée par plus de déformation à un paliers de température. Il est à noter que le niveau de déformation admissible en service est de 5% pour les tuyaux en PEHD (AASHTO 2018). Une limite de déformation de 35% (tuyaux A-R, A-V, B-R*, B-V) et 15% (tuyaux C-V, D-R) a été choisie pour définir la durée de vie. Pour déterminer une courbe maîtresse de rupture de fluage, il suffit de tracer la contrainte en fonction du temps sur une échelle logarithmique comme illustré à la figure 40. On peut conclure que la rupture par fluage des tuyaux en PEHD excède 100 ans à 23⁰ et 10⁰C (figure 39a, b, c, d, e, et f). Les résultats montrent que la limite élastique à 100 ans est d'au moins 8 MPa (1160 lb/po²) à 23⁰C et 10 MPa (1450 lb/po²) à 10⁰C comme indiqué dans le tableau 11.

Tableau 11 : Contraintes estimées des tuyaux en PEHD à 23⁰C et 10⁰C

Échantillon	Durée de vie (Années)	Contrainte à 10 ⁰ C (MPa) (Québec)	Contrainte à 23 ⁰ C (MPa) (Floride)
A-R	> 100	27	17
A-V	> 100	176	43
B-R*	> 100	10	8
B-V	> 100	13	9
C-V	> 100	17	10
D-R	> 100	298	48





39: Courbes maîtresses de fluage (contrainte-temps) à 23⁰ et 10⁰C a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R.

8.2.2. Essai de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR : Stress Crack Resistance)

Cet essai est effectué pour déterminer la résistance des PEHD à la propagation lente des fissures sous une contrainte constante dans un environnement donné (Phase II). La procédure adoptée pour cet essai est décrite dans la méthode d'essai Florida Department of Transportation FM5-572 (*Florida Method of Test for Determining Stress Crack Resistance of HDPE Corrugated Pipes*). Cet essai est une version modifiée de la méthode ASTM F2136-18 (**Notched Constant Ligament-Stress (NCLS)**) pour déterminer la résistance à la fissuration sous contrainte. Avec la méthode FM 5-572, les essais avec des échantillons entaillés sont effectués dans l'air ou dans l'eau sauf pour la paroi du tuyau où l'Igepal est utilisé. La température est de 70⁰ et 80⁰C au lieu de 50⁰C pour l'essai NCLS selon l'ASTM F2136-18. La propagation lente des fissures est un

problème critique pour l'utilisation des tuyaux de PEHD. En général, le niveau de charge en service est faible ce qui fait de la rupture ductile aux charges élevées (Phase I) un mode de rupture très rare. Quant à la phase III (oxydation), elle est contrôlée par l'ajout d'antioxydants. La rupture par fissuration sous contrainte est une rupture de type fragile et se produit aléatoirement dans les tuyaux. Dans l'étude effectuée par Hsuan and Zhang 2005, l'essai de détermination de la résistance à la fissuration sous contrainte a été effectué sur des éprouvettes en présence d'Igepal à une température élevée selon la norme ASTM F2136-18. La méthode FM 5-572 adoptée pour notre étude préconise l'emploi de l'eau ou de l'air puisque l'Igepal paraissait agressif et non représentatif du type de milieu auquel les tuyaux en PEHD sont soumis (FM5-572). Au total, 90 échantillons ont été testés pour la résistance à la fissuration sous contrainte soit 5 échantillons par tuyau pour chaque condition d'essai. Les essais sur le premier lot de 90 échantillons non conditionnés ont été effectués dans le laboratoire TRI/Environmental Inc. (Texas) à des contraintes de 4,48 et 3,1 MPa à 80°C et 4,48 MPa à 70°C dans l'eau (Tableau 12). Les résultats de ces essais sont présentés dans le tableau 13 (Nguyen et al. 2021d). La figure 40 montre la forme d'un échantillon standard avec une entaille conforme à la norme ASTM F2136-18 tandis que la figure 41 montre des échantillons utilisés pour cet essai. La profondeur de l'entaille doit être de 20 % de l'épaisseur des échantillons.

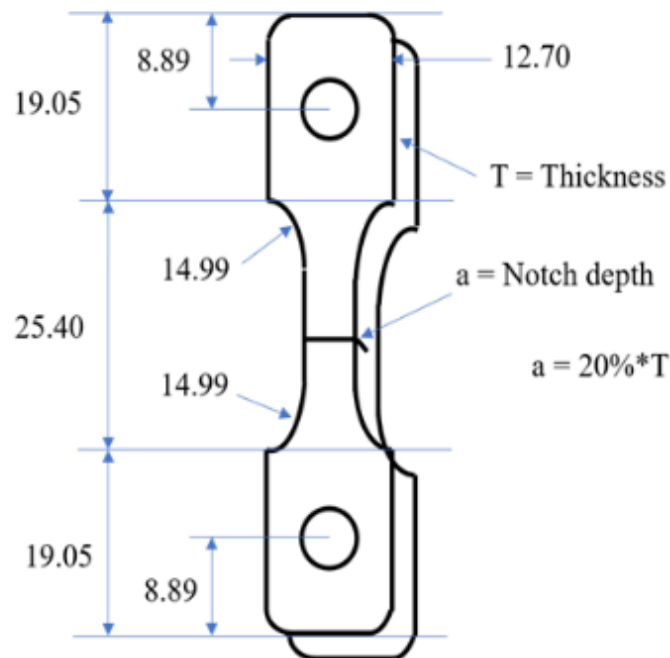


Figure 40: Modèle d'échantillon utilisé (unité mm) pour l'essai SCG (ASTM F2136-18)



Figure 41: Échantillons utilisés pour l'essai SCR

La figure 42 montre les échantillons en cours d'essai (gauche) et rupturés (droite).

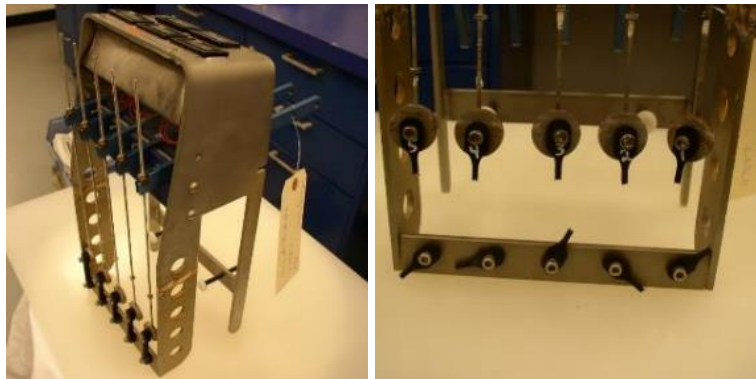


Figure 42: Spécimens installés sur la station de l'essai NCLS

La figure 43 montre les modes de rupture observés pendant l'essai NCLS.

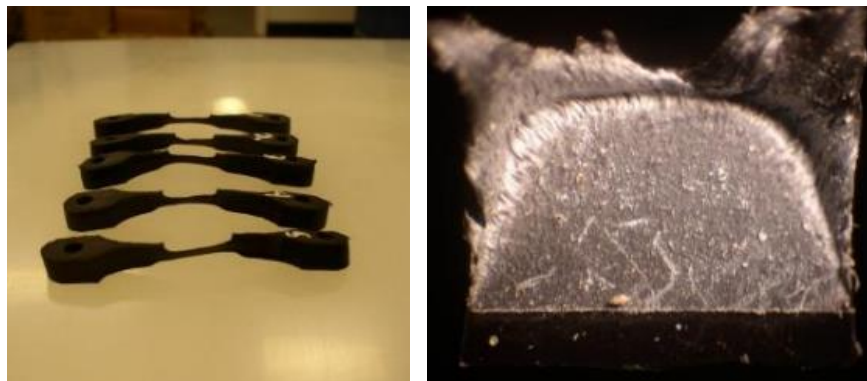


Figure 43: Rupture par écoulement plastique (gauche), rupture fragile (droite) par SCG

La figure 43 montre des ruptures par écoulement plastique (*Yield*) observées avec tous les échantillons du fabricant B et l'échantillon 4 du tuyau D-R (Tableau 12). Ce type de comportement est peut-être dû au fait que les contraintes appliquées sont plus grandes que celles produisant la rupture fragile. Il est à noter que les échantillons B avaient une faible limite élastique ce qui pourrait expliquer ce comportement. Le tableau 12 montre les conditions pour l'essai SCG (FM 5-572) utilisées.

Tableau 12: Conditions pour l'essai SCG (FM 5-572)

Type d'essai	Méthode d'essai	Contrainte	Température	Milieu
Résistance à la fissuration sous contrainte	FM 5-572	4,48 MPa (650 psi)	70°C	Eau
		4,48 MPa (650 psi)	80°C	
		3,1 MPa (450 psi)	80°C	

Les résultats pour les 90 premiers échantillons sont présentés dans le tableau 13.

Tableau 13: Résultats des essais SCR

Manufacturier	Conditions d'essai	Temps de rupture en heures					Commentaires
		1	2	3	4	5	
A-V	3,1 MPa/80°C	145,2	120,9	123,2	126,1	145,0	
	4,48 MPa/80°C	90,9	199,0	81,6	123,0	101,7	
	4,48 MPa/70°C	297,4	292,2	632,0	338,2	377,9	
A-R	3,1 MPa/80°C	10,7	9,6	9,7	10,0	11,4	
	4,48 MPa/80°C	4,3	4,3	4,2	3,8	4,0	
	4,48 MPa/70°C	17,9	16,8	17,8	17,8	18,2	
B-R*	3,1 MPa/80°C	>2491	>2491	>2491	>2491	>2491	Les échantillons ont subi un écoulement plastique au lieu de se rompre
	4,48 MPa/80°C	113,6	164,3	113,7	113,4	113,3	
	4,48 MPa/70°C	>2706	>2706	>2706	>2706	>2706	
B-V	3,1 MPa/80°C	>2491	>2491	>2491	>2491	>2491	
	4,48 MPa/80°C	>2491	>2491	>2491	>2491	>2491	
	4,48 MPa/70°C	>2491	>2491	>2491	>2491	>2491	
C-V	3,1 MPa/80°C	82,9	113,5	88,8	73,9	42,9	
	4,48 MPa/80°C	230,6	164,3	119,2	123,5	98,3	
	4,48 MPa/70°C	111,1	119,8	123,6	110,9	110,9	
D-R	3,1 MPa/80°C	225,3	205,2	230,2	387,5	261,2	
	4,48 MPa/80°C	14,6	20,1	18,3	24,4	21,7	
	4,48 MPa/70°C	99,8	85,3	84,9	78,5	137,6	

Par la suite, la durée de vie des tuyaux a été déterminée en calculant les paramètres A, B, C à partir de la méthode de RPM décrite à l'équation (4) en utilisant les 15 points de données expérimentales obtenus pour chaque tuyau (Tableau 14). Une méthode de régression linéaire à variables multiples des moindres carrés avec un niveau de confiance de 95% a été appliquée

pour calculer les trois coefficients (Tableau 15). La durée de vie des tuyaux à 3,45 MPa (500 psi) (FM 5-573 2008) a été déterminée pour des températures moyennes de 23°C (Floride) et 10°C (Québec) (Tableau 16).

Tableau 14: Données expérimentales obtenues pour l'essai de SCR

Rupture (heures)	Spécimen 1	Spécimen 2	Spécimen 3	Spécimen 4	Spécimen 5
3,1 MPa/80°C	t ₁	t ₄	t ₇	t ₁₀	t ₁₃
4,48 MPa/80°C	t ₂	t ₅	t ₈	t ₁₁	t ₁₄
4,48 MPa/70°C	t ₃	t ₆	t ₉	t ₁₂	t ₁₅

$$\begin{aligned}
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(3,1)/(80+273) &= \text{Log}(t_1) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(4,48)/(80+273) &= \text{Log}(t_2) \\
 A + B/(70+273) + C.\text{Log}(4,48)/(70+273) &= \text{Log}(t_3) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(3,1)/(80+273) &= \text{Log}(t_4) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(4,48)/(80+273) &= \text{Log}(t_5) \\
 A + B/(70+273) + C.\text{Log}(4,48)/(70+273) &= \text{Log}(t_6) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(3,1)/(80+273) &= \text{Log}(t_7) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(4,48)/(80+273) &= \text{Log}(t_8) \\
 A + B/(70+273) + C.\text{Log}(4,48)/(70+273) &= \text{Log}(t_9) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(3,1)/(80+273) &= \text{Log}(t_{10}) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(4,48)/(80+273) &= \text{Log}(t_{11}) \\
 A + B/(70+273) + C.\text{Log}(4,48)/(70+273) &= \text{Log}(t_{12}) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(3,1)/(80+273) &= \text{Log}(t_{13}) \\
 A + B/(80+273) + C.\text{Log}(4,48)/(80+273) &= \text{Log}(t_{14}) \\
 A + B/(70+273) + C.\text{Log}(4,48)/(70+273) &= \text{Log}(t_{15}) \\
 \text{Log}(t_{23}) &= A + B/(23+273) + C.\text{Log}(3,45)/(23+273) \\
 \text{Log}(t_{10}) &= A + B/(10+273) + C.\text{Log}(3,45)/(10+273)
 \end{aligned}$$

Tableau 15: Paramètres A, B et C selon la méthode RPM

Paramètre	Valeur	Écart-type	t-valeur
A-R	-21,112	0,514	-41,075
B	10135,532	238,371	42,520
C	-876,771	32,642	-26,850
A-V	-15,645	2,729	-5,732
B	6658,868	1265,816	5,261
C	-146,218	173,340	-0,844
C-V	-4,173	2,838	-1,470
B	3774,612	1316,259	2,868
C	-581,741	180,248	-3,227
D-R	-22,298	2,106	-10,589
B	15263,825	976,610	15,629
C	-2466,097	133,736	-18,440

Tableau 16: Durée de vie des tuyaux en PEHD

Spécimen	à 10°C, 3,45 MPa (500 psi) (Québec)	à 23°C, 3,45 MPa (500 psi) (Floride)
A-R	251 ans	16 ans
A-V	353 ans	38 ans
B-R*	-	-

B-V	-	-
C-V	4141 heures	1884 heures
D-R	14994 ans	692 ans

Les variations dans les résultats (tableaux 15 et 16) des essais SCR sont inévitables avec des tuyaux de différents fabricants ainsi qu'avec les tuyaux d'un même fabricant. Cette variation a également été rapportée par de nombreuses études (Hsuan et al. 2007, McGrath et al. 2009, Hsuan and McGrath 1999) et est typique pour la prédiction à long terme de la performance du matériau. Cependant, la méthode FM 5-573 tient compte de ces variations en déterminant la courbe de confiance inférieure à 97,5% pour le matériau testé ce qui a été implémentée dans les calculs.

La SCR des tuyaux en PEHD dépend de nombreux facteurs tels que la quantité de noir de carbone et le procédé de fabrication (Hsuan et al. 2007). Des essais à 80°C peuvent être à l'origine de modifications dans la microstructure du matériau. Cependant, il convient de noter que cette méthode a été tout de même adoptée car il s'agit de la méthode disponible spécifiée par FDOT FM 5-573 qui a été validée par des études antérieures (Pluimer et al. 2018, Thomas 2011, Pluimer 2016). Il convient également de mentionner que la méthode de FDOT SCR spécifie que des échantillons entaillés ou non entaillés peuvent être utilisés pour l'essai. L'entaille des échantillons agit comme initiateur de fissure et induit la rupture. Cependant, (Thomas 2011) a signalé que l'entaille des tuyaux en PEHD fabriqués à partir de résines recyclées pouvait altérer leur SCR, en sorte que l'auteur a recommandé d'utiliser des échantillons non entaillés pour les tuyaux de PEHD contenant des résines recyclées. Néanmoins, après discussion et du fait du risque de voir des échantillons non entaillés ne rompre qu'après une trop longue période, il a été décidé que des échantillons entaillés seraient utilisés puisque certains sont constitués uniquement de résine vierge.

8.2.3. Module à long terme

La superposition temps-température (TTS) est un essai accéléré permettant d'évaluer le comportement viscoélastique et le module de traction à long terme des polymères. Les courbes de fluage ou de relaxation des contraintes obtenues à température élevée peuvent ensuite être décalées le long de l'échelle de temps pour générer une courbe maîtresse de fluage utilisable à une température de référence inférieure. La durée moyenne de ce test est de 1000 heures. Hsuan et McGrath (2005) ont réalisé l'essai de TTS par une méthode de contrainte de relaxation utilisant des éprouvettes rectangulaires moulées par compression. Une courbe maîtresse à 27,5°C sur 13 ans a été obtenue par DMA et extrapolée linéairement à 100 ans pour donner une valeur du

module à long terme de 117,2 MPa. Janson (1985) et de Chua (1989) ont rapporté des résultats similaires.

L'analyse par TTS permet d'appliquer les données température-fréquence à celles recueillies dans la plage de mesure de DMA entre 0,001 et 600 Hz afin de modéliser le comportement du matériau à des fréquences plus élevées ou plus basses. Une fréquence élevée peut être assimilée à un temps court et une température basse tandis qu'une fréquence basse peut être assimilée à un temps long et une température élevée, les fréquences basses permettant une meilleure relaxation du polymère. Dans cette étude, l'échantillon rectangulaire (4x8 mm²) a été placé entre deux bras mécaniques et le mode cantilever simple a été utilisé. La déformation des éprouvettes était de 0,05%, la plage de température de 0 à 100°C par palier de 5°C avec une plage de fréquence de 0,01 Hz à 100 Hz et une durée de l'essai de 10 heures. Ensuite, une courbe maîtresse à 50°C utilisant les facteurs de décalage de WLF avec le logiciel TTS a été obtenue (Figures 44 et 45). En général, la température de référence choisie est la T_g (température de transition vitreuse) mais seulement si la condition $T_g < T < (T_g + 100^\circ\text{C})$ est satisfaite. La T_g pour le PEHD est de -110°C et ne satisfait pas à cette condition (Ljubić et al 2014). Par conséquent, la température de ramollissement a été choisie comme température de référence. Le module à long terme à 100 ans des tuyaux est rapporté dans le tableau 17.

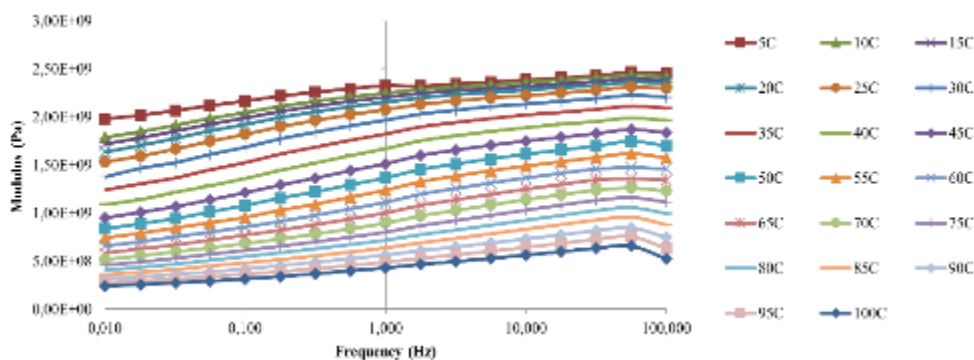


Figure 44: Données de balayage combiné température-fréquence pour le tuyau A-R

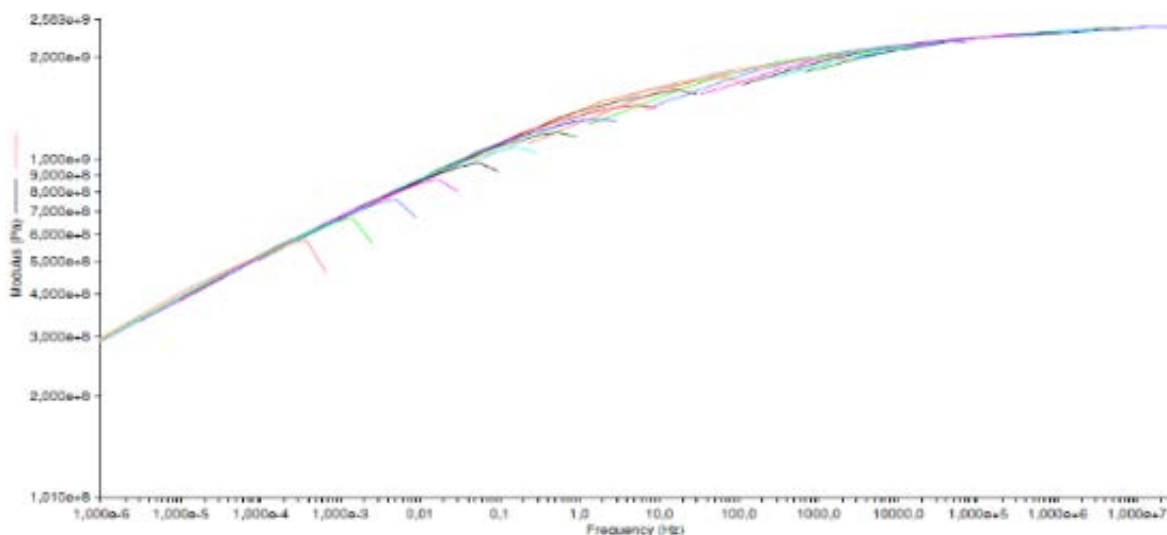


Figure 45: Résultats de TTS du balayage de fréquence DMA calculés pour une température de référence de 50°C pour le tuyau A-R.

Le tableau 17 montre les valeurs de module à long terme pour une température référence de 50°C.

Tableau 17: Module à long terme à 100 ans

Spécimen	Module d'élasticité (MPa)
A-R	268
A-V	159
B-R*	181
B-V	201
C-V	178
D-R	165

8.3. Oxydation

Le temps d'induction à l'oxydation (OIT) est un essai standardisé effectué par DSC pour évaluer la stabilité thermique. Le temps entre l'introduction de l'atmosphère oxydante et le début de la décomposition à une température donnée est mesuré (Figures 46 et 47). La procédure est réalisée selon la norme ASTM D3895-2014. Il est noté que la valeur d'OIT minimale requise pour les tuyaux en PEHD est de 10 minutes selon la norme BNQ 3624-120 (2016).

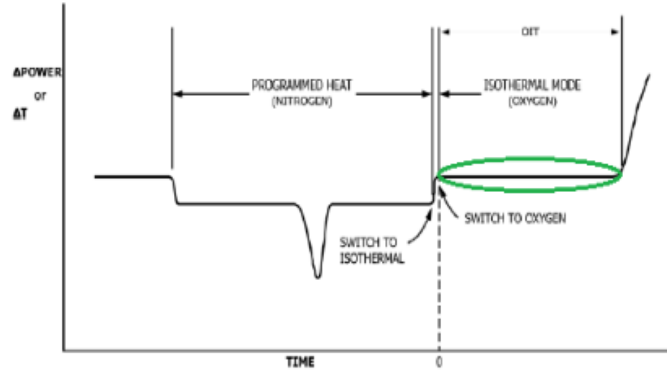


Figure 46: Évaluation de l'OIT basée sur la courbe thermique enregistrée en fonction du temps. (ASTM D3895-14)

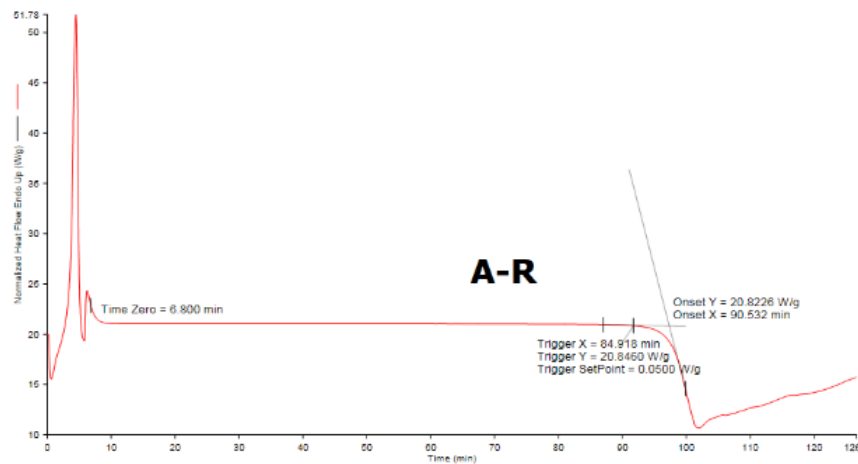


Figure 47: Mesure de l'OIT pour le tuyau A-R,

Comme mentionné ci-dessus, les antioxydants contenus dans les tuyaux améliorent la stabilité thermique de même que la résistance aux UV. Les valeurs d'OIT pour les échantillons non vieillis sont présentées dans le tableau 18. Trois essais ont été effectués pour chaque tuyau. Les valeurs obtenues répondent largement aux exigences.

Tableau 18: Valeur d'OIT

Spécimens	OIT (min)
A-R	90
A-V	87
B-R*	103
B-V	106
C-V	33
D-R	86

8.4. Conditionnement

Les tuyaux en PEHD sont connus pour leur résistance aux produits chimiques. Cependant, la littérature disponible porte majoritairement sur des applications à court terme qui ne représentent

pas celles des infrastructures routières. En plus, l'environnement couramment utilisé comme l'exposition aux détergents (Igepal), ne simule pas l'environnement auquel les tuyaux sans pression sont soumis dans les pays à climat nordique. Pour simuler l'environnement du Québec, des échantillons ont été prélevés sur la paroi intérieure des tuyaux et conditionnés dans différentes solutions chimiques comme indiqué dans les sections suivantes.

8.4.1. Conditionnement aux cycles de gel-dégel

Les cycles de gel-dégel sont une préoccupation majeure pour les infrastructures au Québec. Elles créent des contraintes additionnelles internes (rétrécissement et expansion) et causent des fissurations internes dans les matériaux. Dans cette étude, des échantillons ont été conditionnés dans l'eau durant 625 cycles entre -40 et 40°C. Chaque cycle consistait en 8 heures de congélation dans l'air et 6 heures de décongélation dans l'eau. Après conditionnement, les essais de caractérisation physique et mécanique ont été effectués ainsi que les essais de détermination des propriétés à long terme. Les résultats ont été analysés et comparés à ceux des échantillons non conditionnés. Normalement les PEHD sont employés sur une large gamme de températures à cause de leur très basse température de transition vitreuse (-110°C) et de leur température de fusion relativement élevée (140°C). La figure 48 montre les bacs contenant les échantillons dans la chambre de conditionnement aux cycles de gel-dégel.



Figure 48: Échantillons pour les cycles de gel-dégel

8.4.2. Conditionnement dans les solutions

L'effet de différents milieux de conditionnement sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques a été étudié. Pour commencer, cinq échantillons de chaque tuyau ont été conditionnés à 60°C dans différentes solutions chimiques pendant 12 mois puis testés pour évaluer leurs propriétés mécaniques. Les solutions étaient une solution saline (NaCl 1 M) simulant les sels de déglacage, une solution de H₂SO₄ (pH de 2) pour simuler les milieux acides et une solution

basique de NaOH (pH de 10) pour les milieux alcalins. La figure 49 montre les échantillons dans la chambre de conditionnement.



Figure 49: Échantillons conditionnés à température élevée (60°C)

8.4.3. Résistance à la traction après exposition aux milieux acide, basique, salin et aux cycles de gel-dégel

Les dimensions des échantillons et le processus de réalisation de cet essai sont similaires à ceux de l'essai de résistance à court terme à la traction (section 8.1.7). Après 12 mois de conditionnement, les échantillons sont retirés et testés. Le tableau 19 indique que les solutions chimiques et l'exposition aux cycles de gel-dégel n'affectent pas de manière significative la résistance à la traction des tuyaux.

Tableau 19: Valeur de résistance à la traction après exposition aux différents milieux

Spécimens	Résistance à la traction (MPa)				
	Référence	Gel-dégel	Sel	Acide	Base
A-R	25,12	23,66	24,04	23,82	24,16
A-V	23,58	23,17	23,58	23,46	23,55
B-R*	18,83	18,20	18,43	18,66	18,11
B-V	17,44	17,38	17,43	17,11	17,39
C-V	19,81	19,81	19,80	19,80	19,80
D-R	22,56	22,35	22,53	22,52	22,50

8.4.4. Résistance à la traction après exposition aux UV

Cinq éprouvettes d'haltères prélevées sur chaque tuyau et exposées aux UV selon la procédure A de la méthode d'essai ASTM D4329-05 ont été utilisées pour l'essai de traction conformément à la norme ASTM D638-14. La procédure d'essai est détaillée dans la section 8.1.7. Les résultats ont été utilisés pour comparer les résistances à celles obtenues sur les échantillons de référence

ainsi que ceux immergés dans les solutions acide, basique, saline et soumis aux cycles de gel-dégel (figure 50). Le tableau 20 montre les valeurs moyennes de résistance à la traction.

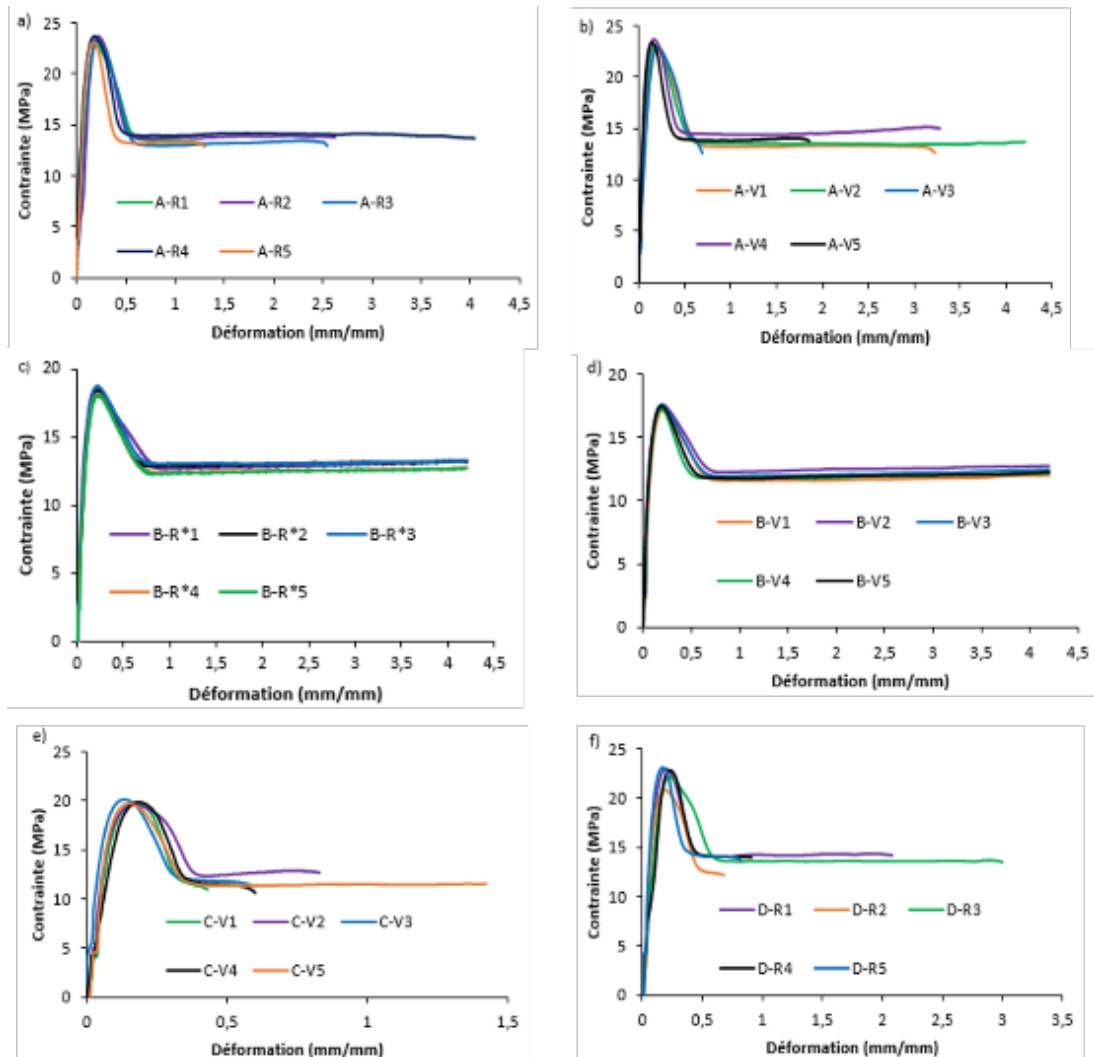


Figure 50: Courbe contrainte déformation des tuyaux exposés aux UV a) A-R b) A-V c) B-R* d) B-V e) C-V f) D-R

Tableau 20: Valeurs moyennes de la limite d'élasticité des tuyaux exposés aux UV

Spécimen	Référence (MPa)	Résistance à la traction (MPa)
A-R	25,12	23,39
A-V	23,58	23,19
B-R*	18,83	18,45
B-V	17,44	17,40
C-V	19,81	19,79
D-R	22,56	22,36

Le tableau 20 indique que les UV n'affectent pas de manière significative la limite d'élasticité des tuyaux. Cependant, la figure 50 montre une variation dans les valeurs de déformation. Le comportement varie aussi d'un manufacturier à l'autre et d'un échantillon à l'autre pour un même manufacturier. Le comportement du matériau des manufacturiers A, C, D est non uniforme. Les valeurs de déformation des tuyaux des manufacturiers C et D semblent plus affectées par l'exposition aux UV.

8.4.5. Module à long terme après conditionnements

Les dimensions de l'échantillon d'essai et le processus de réalisation de cet essai sont similaires à ceux de l'essai de module à long terme (section 8.2.3). Cependant, les échantillons ont été immergées dans des solutions acide, basique, saline et exposés à des cycles de gel-dégel. Le tableau 21 présente les modules à long terme après 6,5 mois d'immersion dans les solutions saline, acide et basique ou d'exposition au gel-dégel. Les résultats indiquent que les solutions acide, basique et saline et les cycles de gel-dégel affectaient dans une certaine proportion le module à long terme des tuyaux pour certains spécimens. Cependant, les cycles de gel-dégel affectaient davantage la valeur du module à long terme par rapport aux autres solutions.

Tableau 21: Module à long terme à 100 ans pour une température référence de 50°C.

Spécimens	Module d'élasticité (MPa) à court terme à 50°C	E' (MPa)				
		Référence	Gel-dégel	Sel	Acide	Base
A-R	525	268	168	186	217	220
A-V	393	159	139	170	138	168
B-R*	236	181	171	188	182	185
B-V	219	201	116	165	120	136
C-V	424	178	178	185	175	190
D-R	390	165	167	180	170	170

8.4.6. Essai SCR après conditionnements

Les dimensions des échantillons et la procédure sont similaires à ceux de l'essai de SCR pour les spécimens non exposés. 360 échantillons (5 pour chaque tuyau dans 4 solutions) ont été testés dans l'eau chez TRI /Environmental Inc. sous des contraintes de 4,48 et 3,1 MPa à 80°C et 4,48 MPa à 70°C. Il est à noter que les conditions d'essai (contraintes) ont été réduites à 3,79 et 2,62 MPa à 80°C et 3,79 MPa à 70°C pour le manufacturier B afin d'éviter d'obtenir une rupture ductile. Les échantillons ont été immergés dans les solutions acide, basique et saline et soumis à des cycles de gel-dégel et testés après 12 mois (Tableau 22). Les valeurs présentées dans le tableau 22 sont la moyenne de 5 échantillons pour chaque solution et condition d'essai. Le

tableau 23 montre que la durée de vie des tuyaux à 3,45 MPa (500 psi) à une température de 23⁰ et 10⁰C.

Tableau 22: Résultats des essais SCR après exposition aux différents milieux

Spécimen	Condition d'essai	Temps de rupture en heures				Commentaires
		Sel	Base	Gel-dégel	Acide	
A-R	3,1 MPa/80 ⁰ C	12,30	25,20	12,60	9,30	
	4,48 MPa/80 ⁰ C	6,30	6,50	7,10	5,50	
	4,48 MPa/70 ⁰ C	19,97	18,26	18,29	18,15	
A-V	3,1 MPa/80 ⁰ C	120,9	145,1	130,5	118,3	
	4,48 MPa/80 ⁰ C	83,0	116,1	120,6	93,3	
	4,48 MPa/70 ⁰ C	201,9	202,0	304,4	387,5	
B-R*	2,62 MPa/80 ⁰ C	>1400	>1400	>1400	>1400	Les échantillons ont subi un écoulement plastique au lieu de se rompre
	3,79 MPa/80 ⁰ C	>1400	>1400	>1400	>1400	
	3,79 MPa/70 ⁰ C	>300	>300	>300	>300	
B-V	2,62 MPa/80 ⁰ C	>1400	>1400	>1400	>1400	
	3,79 MPa/80 ⁰ C	>1400	>1400	>1400	>1400	
	3,79 MPa/70 ⁰ C	>500	>500	>500	>500	
C-V	3,1 MPa/80 ⁰ C	60,46	46,57	33,46	62,60	
	4,48 MPa/80 ⁰ C	14,52	47,30	13,67	13,64	
	4,48 MPa/70 ⁰ C	46,50	49,40	98,70	55,80	
D-R	3,1 MPa/80 ⁰ C	219,2	253,3	333,3	196,9	
	4,48 MPa/80 ⁰ C	87,5	87,5	128,4	162,2	
	4,48 MPa/70 ⁰ C	515,3	247,6	247,6	336,4	

Comme pour les tuyaux non conditionnés (section 8.2.2), les variations dans les résultats des tableaux 22 et 23 des essais SCR sont inévitables. Cette variation est typique pour la prédiction à long terme de la performance du matériau. La durée de vie des tuyaux après une exposition de 12 mois a augmenté par rapport aux tuyaux non conditionnés (tuyau C-V) dans les solutions acide (tuyau A-V) et saline (tuyau D-R). Il est à noter que ces échantillons ont vieilli pendant 12 mois à une température de 60⁰C. Les échantillons ont ensuite été utilisés pour les essais de SCR à 80⁰C, température qui, rappelons-le, peut avoir des effets délétères sur le matériau.

Tableau 23: Paramètres A, B, C et prédiction de la durée de vie après conditionnements

Spécimen	Paramètres			Durée de vie à 10°C, 500psi (Québec)	Durée de vie à 23°C, 500psi (Floride)
	A	B	C		
A-R					
Sel	-16,386	7873,131	-642,259	23 (ans)	3 (ans)
Base	-14,574	9090,439	-1300,782	16 (ans)	2 (ans)
Gel-dégel	-13,245	6524,690	-550,633	4 (ans)	1 (an)
Acide	-17,045	7696,479	-504,233	25 (ans)	3 (ans)
A-V					
Sel	-11,323	5689,991	-361,062	25 (ans)	5 (ans)
Base	-6,185	3514,266	-214,043	2 (ans)	1 (an)
Gel-dégel	-11,711	5081,590	-75,735	38 (ans)	7 (ans)
Acide	-19,241	8128,460	-227,897	2321 (ans)	158 (ans)
C-V					
Sels	-16,176	9972,200	-1369,336	115 (ans)	12 (ans)
Base	1,028	186,426	14,931	67 (heures)	62 (heures)
Gel-dégel	-28,312	12812,365	-859,303	66566 (ans)	1566 (ans)
Acide	-19,851	11522,422	-1462,743	938 (ans)	63 (ans)
D-R					
Sel	-24,471	11803,501	-881,573	77205 (ans)	2661 (ans)
Base	-13,553	8339,874	-1020,373	175 (ans)	24 (ans)
Gel-dégel	-7,673	6028,772	-915,696	9 (ans)	3 (ans)
Acide	-8,656	4359,336	-186,103	11 (ans)	3 (ans)

8.4.7. Oxydation après conditionnements

La forme et la taille des échantillons et la procédure sont similaires à l'essai d'oxydation (section 8.3). Cependant, les échantillons ont été immergées dans les solutions acide, basique, saline et soumis à des cycles de gel-dégel jusqu'à 12 mois. Les tableaux 24, 25 et 26 présentent les résultats obtenus pour les échantillons conditionnés après 4, 8 et 12 mois.

Tableau 24: Valeur d'OIT après 4 mois

Spécimens	OIT (min)				
	Référence	Gel-dégel	Sels	Acides	Bases
A-R	90	80	80	76	76
A-V	87	85	77	76	71
B-R*	103	80	72	70	73
B-V	106	99	94	93	94
C-V	33	30	29	29	31

D-R	86	75	72	70	73
-----	----	----	----	----	----

Tableau 25: Valeur d'OIT après 8 mois

Spécimens	OIT (min)				
	Référence	Gel-dégel	Sels	Acides	Bases
A-R	90	76	73	75	76
A-V	87	84	70	69	64
B-R*	103	80	65	67	69
B-V	106	95	88	88	84
C-V	33	29	27	24	24
D-R	86	75	68	67	69

Tableau 26: Valeur d'OIT (après 12 mois)

Spécimens	OIT (min)				
	Référence	Gel-dégel	Sel	Acide	Base
A-R	90	74	68	70	69
A-V	87	76	62	68	61
B-R*	103	70	60	67	60
B-V	106	91	66	88	75
C-V	33	24	20	24	22
D-R	86	71	67	62	65

Les tableaux 24, 25 et 26 indiquent qu'il y a réduction de l'OIT pour tous les tuyaux après conditionnement. Cependant, les taux de dégradation des antioxydants des tuyaux exposés aux cycles de gel-dégel sont relativement lents par rapport aux autres solutions.

8.4.8. Oxydation après exposition aux UV

Des échantillons rectangulaires (15 mm x 15 mm) ont été découpés sur la paroi extérieure ondulée pour tous les tuyaux. Le tableau 27 montre une diminution des valeurs OIT après 3600 heures d'exposition aux UV.

Tableau 27: Valeur d'OIT des tuyaux avant et après exposition aux UV

Spécimens	Épaisseur (mm)	OIT (min) - Référence Avant exposition	OIT (min) – Après exposition	
			Surface extérieure	Surface intérieure
A-R	7.30	90	52	71
A-V	7.30	87	51	74
B-R	7.80	103	62	79
B-V	7.80	106	58	70
C-V	3.25	33	23	24
D-R	4.50	86	67	68

La diminution de l'OIT indique la consommation d'antioxydants. La réduction dépend également de l'épaisseur des échantillons. La différence entre les valeurs d'OIT de la surface exposée directement (supérieure) et indirectement (inférieure) dépend de l'épaisseur de l'échantillon comme indiqué dans le tableau 27. Cette différence est évidente pour les échantillons de 7,30 et 7,80 mm d'épaisseur. En revanche, il n'y avait pas de différences d'OIT entre les deux côtés pour les échantillons plus minces de 3,25 et 4,50 mm.

9. TUYAUX EN PEHD PRÉLEVÉS SUR LE TERRAIN

Dix tuyaux fabriqués avec des résines vierges dont 4 à profil ouvert et 6 à profil fermé, ont été prélevés sur le terrain par le MTQ à l'automne 2018 en Outaouais et au Centre-du-Québec (figure 51). Il est à noter que les limites de l'étude pour les tuyaux prélevés sur le terrain, incluant fabricant, lot de fabrication, procédé de fabrication, classification et propriétés des tuyaux à l'origine, etc., ne sont pas disponibles. Les données pour chaque tuyau sont indiquées dans le tableau 28. Pour plus de détails sur les échantillons prélevés, des fiches d'échantillonnage sont disponibles en annexe.



Figure 51: Tuyaux PEHD en service sur le terrain au Québec

Tableau 28: Paramètres des tuyaux prélevés sur le terrain

Identifiant ponceau MTQ (# Tuyau)	Profil	Diamètre – épaisseur des parois (mm)	Année de construction	Année de réhabilitation	Année du prélèvement	Années en service
238383	Ouvert	900 – 4,00	2013	-	2018	5 ans
212017	Ouvert	1200 – 4,80	2010	-	2018	8 ans

8799	Ouvert	1200 – 4,50	2003	-	2018	15 ans
74601	Ouvert	900 – 5,00	1993	-	2018	25 ans
238380	Fermé	1200 – 8,25	2013	-	2018	5 ans
187161	Fermé	1900 – 10,85	-	2008	2018	10 ans
76855	Fermé	1200 – 8,90	-	2005	2018	13 ans
53440	Fermé	900 – 7,00	-	2004	2018	14 ans
63301	Fermé	900 – 7,80	-	2004	2018	14 ans
6533	Fermé	1800 – 10,40	-	2000	2018	18 ans

Les essais effectués sur ces tuyaux sont similaires à ceux effectués sur les six tuyaux fabriqués avec et sans résines recyclées :

- Résistance à long terme à la traction.
- Résistance à long terme à la fissuration sous contrainte.
- Module à long terme.
- Oxydation à long terme.
- Chimie de surface : FTIR

9.1. Résistance à la traction

Les dimensions des échantillons d'essai et la procédure sont similaires à ceux de l'essai de résistance à court terme à la traction des six tuyaux neufs (section 8.1.7). Le tableau 29 montre les valeurs moyennes de résistance à la traction résiduelle des tuyaux prélevés sur le terrain. Il existe une différence de valeur de résistance à la traction entre les tuyaux. Cette valeur dépend de la durée en service, des propriétés de la résine, du procédé de fabrication et des conditions environnementales auxquelles les tuyaux sont soumis. Cependant, les limites d'élasticité mesurées sur les échantillons prélevés ne semblent pas drastiquement inférieures aux valeurs obtenues sur les tuyaux neufs. Les valeurs obtenues pour les échantillons de tuyaux en PEHD à profil fermé sont relativement similaires aux valeurs obtenues pour les spécimens du manufacturier B.

Tableau 29: Valeur de résistance à la traction des tuyaux prélevés sur le terrain

Spécimen	Profil	Années en service	Limite d'élasticité (MPa) (au moins 21 MPa, BNQ 3624-120 et ASTM F894)
238383	Ouvert	5 ans	19,91
212017	Ouvert	8 ans	25,87
8799	Ouvert	15 ans	24,24
74601	Ouvert	25 ans	12,29
238380	Fermé	5 ans	18,75
187161	Fermé	10 ans	19,19
76855	Fermé	13 ans	19,00
53440	Fermé	14 ans	19,71
63301	Fermé	14 ans	18,67
6533	Fermé	18 ans	18,50

9.2. Module à long terme

La dimension des échantillons et la procédure de l'essai sont similaires à ceux de l'essai de module à long terme des 6 tuyaux neufs (section 8.2.3). Le tableau 30 montre que les valeurs de module à long terme des tuyaux sont différentes. Cette différence dépend non seulement de la durée d'utilisation mais aussi de la composition de la résine, du procédé de fabrication et des différentes conditions de service. De plus, les valeurs de module à long terme des tuyaux sur le terrain sont assez similaires aux valeurs de module à long terme obtenues avec les six tuyaux neufs conditionnés dans différentes solutions (entre 138 et 220 MPa). Il est à noter que la valeur du module à long terme est d'au moins 138 MPa après 100 ans de service à 23°C (AASHTO M294).

Tableau 30: Module à long terme des tuyaux prélevés sur le terrain

Spécimen	Profil	Années en service	E' (MPa) (à 50°C)
238383	Ouvert	5 ans	184
212017	Ouvert	8 ans	226
8799	Ouvert	15 ans	230
74601	Ouvert	25 ans	152
238380	Fermé	5 ans	154
187161	Fermé	10 ans	237
76855	Fermé	13 ans	189
53440	Fermé	14 ans	223

63301	Fermé	14 ans	214
6533	Fermé	18 ans	207

9.3. Oxydation à long terme

La dimension des échantillons et la procédure de l'essai sont similaires à ceux de l'essai d'oxydation à long terme des 6 tuyaux neufs (section 8.3). Cependant, des échantillons ont été découpés dans les parois intérieure et extérieure pour déterminer le taux d'épuisement des antioxydants ainsi que l'effet des conditions environnementales sur les deux surfaces du tuyau (Nguyen et al. 2021e). Le tableau 31 montre les valeurs d'OIT sur les parois intérieure et extérieure des tuyaux sur le terrain. Les résultats montrent que l'oxydation a essentiellement lieu sur la paroi externe puisqu'une diminution des valeurs d'OIT et donc de la teneur des antioxydants est observée. La présence d'oxydation à la surface extérieure des échantillons semble conséquent du fait que les échantillons proviennent de portions exposées aux UV. Il est à noter que la valeur d'OIT à long terme est d'au moins 10 minutes pour des tuyaux en PEHD (BNQ 3624-120).

Tableau 31: OIT des parois intérieure et extérieure des tuyaux prélevés sur le terrain

Spécimen	Profil	Années d'utilisation	OIT (min)	
			Paroi intérieure	Paroi extérieure
238383	Ouvert	5 ans	22	17
212017	Ouvert	8 ans	38	27
8799	Ouvert	15 ans	25	22
74601	Ouvert	25 ans	50	21
238380	Fermé	5 ans	76	20
187161	Fermé	10 ans	93	47
76855	Fermé	13 ans	77	40
53440	Fermé	14 ans	76	46
63301	Fermé	14 ans	96	22
6533	Fermé	18 ans	46	32

9.4. Chimie de surface

Les dimensions des échantillons et la procédure sont similaires à ceux de l'essai de chimie de surface des 6 tuyaux neufs (section 8.1.5.3). Les mesures FTIR ont été réalisées entre 4000 et 600 cm^{-1} à une résolution de 4 cm^{-1} . Les résultats pour les parois extérieure et intérieure sont présentés à la figure 52. Le polyéthylène présente uniquement des pics autour de 2900, 1400 et 700 cm^{-1} ; tous les autres pics éventuellement présents proviennent donc soit d'une modification chimique du PE soit d'une substance étrangère. La présence de groupements hydroxyles est observée à 3380 cm^{-1} . Les pics à 2913 et 2847 cm^{-1} sont des bandes typiques du groupe C–H du PEHD et ceux à 1465 et 722 cm^{-1} correspondent aux groupements CH_2 (Khan 2016, Gulmine et al. 2002). La présence de groupes cétoniques à 1717 cm^{-1} de même que celle des groupes C–OH et C–O–C à 1040 cm^{-1} montre une oxydation. Par ailleurs, on observe que l'intensité du pic à 1717 cm^{-1} de l'échantillon de la paroi extérieure est plus élevée que celui de la paroi intérieure. Une explication possible de ce phénomène est la formation d'esters provoquée par l'oxydation (Luongo 1960).

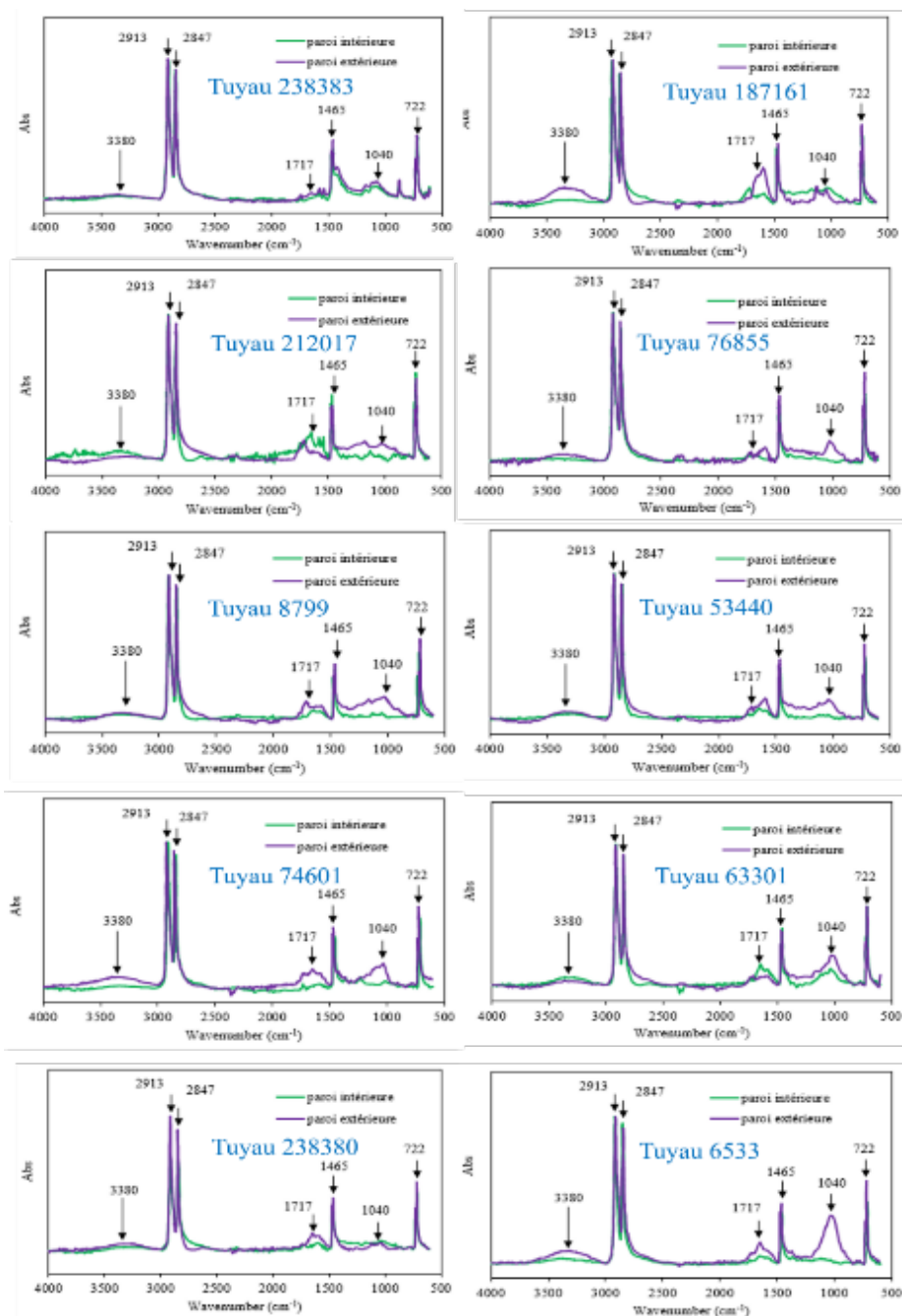


Figure 52: Spectres FTIR des tuyaux prélevés sur le terrain

9.5. Essai de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR : Stress Crack Resistance).

Les dimensions de l'échantillon d'essai et la procédure sont similaires à ceux de l'essai de résistance à la fissuration sous contrainte des 6 tuyaux neufs (section 8.2.2). Les résultats des 10 tuyaux prélevés sur le terrain sont présentés au tableau 32. Il s'agit d'une moyenne de 5

échantillons par tuyau pour chaque condition d'essai. La durée de vie des tuyaux a été déterminée en calculant les paramètres A, B, C à partir de la méthode de RPM (Tableaux 33 et 34).

Tableau 32: Résultats des essais SCG (FM 5-572)

Spécimen	Condition d'essai	Temps moyen de rupture (heures)	Commentaires
238383	3,1 MPa/80°C	187,3	
	4,48 MPa/80°C	76,5	
	4,48 MPa/70°C	412,8	
212017	3,1 MPa/80°C	65,5	
	4,48 MPa/80°C	2,1	
	4,48 MPa/70°C	6,1	
8799	3,1 MPa/80°C	194,8	
	4,48 MPa/80°C	11,7	
	4,48 MPa/70°C	36,4	
74601	3,1 MPa/80°C	313,6	
	4,48 MPa/80°C	0,1	
	4,48 MPa/70°C	206,8	
238380	3,1 MPa/80°C	-	Les échantillons ont subi un écoulement plastique au lieu de se rompre
	4,48 MPa/80°C	> 1683	
	4,48 MPa/70°C	-	
18761	3,1 MPa/80°C	-	
	4,48 MPa/80°C	> 1683	
	4,48 MPa/70°C	-	
76855	3,1 MPa/80°C	-	
	4,48 MPa/80°C	> 1683	
	4,48 MPa/70°C	-	
53440	3,1 MPa/80°C	-	
	4,48 MPa/80°C	> 1684	
	4,48 MPa/70°C	-	
63301	3,1 MPa/80°C	-	
	4,48 MPa/80°C	> 1684	
	4,48 MPa/70°C	-	
6533	3,1 MPa/80°C	-	
	4,48 MPa/80°C	> 1638	
	4,48 MPa/70°C	-	

Tableau 33: Paramètres A, B et C selon la méthode RPM

Spécimen	A	B	C
238383	-23,227	11281,090	-859,309
212017	-15,932	15088,330	-3325,493
8799	-15,839	135962,390	-2699,768
74601	-	-	-
238380	-	-	-
187161	-	-	-
76855	-	-	-
53440	-	-	-
63301	-	-	-
6533	-	-	-

Tableau 34: Durée de vie des tuyaux prélevés sur le terrain à 23°C et 10°C

Spécimen	à 10°C, 3,45 MPa (500 psi) (Québec)	à 23°C, 3,45 MPa (500 psi) (Floride)
238383	31489 ans	1280 ans
212017	53 ans	6 ans
8799	248 ans	26 ans
74601	-	-
238380	-	-
187161	-	-
76855	-	-
53440	-	-
63301	-	-
6533	-	-

La durée de vie estimée n'a été déterminée que pour les tuyaux 238383, 212017 et 8799 car il n'y a pas suffisamment de données pour les autres afin d'effectuer une prédiction fiable. Les résultats montrent que les spécimens de tuyaux en PEHD à profil fermé ont tous subi un écoulement plastique au lieu de présenter un mode de rupture fragile comme c'est le cas pour les spécimens du fabricant B (tuyaux neufs). Par conséquent, il est possible que la procédure d'essai SCR FM 5-572 pour les tuyaux en PEHD à profil fermé ne s'applique pas. Il est à noter que la durée de vie estimée des tuyaux prélevés sur le terrain varie considérablement ce qui peut s'expliquer, comme nous l'avons déjà indiqué, par la durée en service au moment des essais, les propriétés de la résine, le procédé de fabrication et les conditions environnementales auxquelles les tuyaux sont soumis. Cependant, la durée de vie estimée des tuyaux prélevés sur le terrain est similaire à ceux des tuyaux neufs fabriqués avec de la résine vierge.

10. CONCLUSIONS

Cette vaste étude des propriétés physiques, mécaniques et fonctionnelles de tuyaux en PEHD neufs et prélevés sur le terrain, fabriqués avec des résines vierges ou avec une certaine

proportion de matières recyclées a été entreprise à la demande du ministère des Transports du Québec. L'objectif de cette étude était de répondre à un certain nombre de questions portant sur la durabilité de ces tuyaux pour les applications, comme les ponceaux et conduites d'égout pluvial. Entre autres, le Ministère s'interrogeait sur: (1) le maintien des propriétés fonctionnelles des tuyaux à court et long terme; (2) leur durabilité selon l'environnement dans lequel ils seront placés (gel-dégel, humidité, UV, milieux corrosifs); (3) l'impact du type de résine employée, vierge ou recyclée et (4) les modes de ruptures potentiels. Ainsi, quatre fabricants ont été sélectionnés (A à D) et leurs installations visitées pour certains d'entre eux. L'étude a porté sur six tuyaux de 900 mm de diamètre dont quatre à profil ouvert fabriqués selon la norme BNQ 3624-120 (fabricants A, C et D) et deux à profil fermé fabriqués selon la norme ASTM F894 (fabricant B). Trois de ces tuyaux ont été fabriqués à partir de résine vierge (A-V, B-V, C-V), deux avec différentes proportions de résine recyclée post-consommation (A-R, D-R) et un avec de la résine recyclée post-production (B-R*). Les propriétés de ces échantillons de référence ont été déterminées tandis qu'un certain nombre a été soumis à des cycles de gel-dégel ou immergé dans des solutions saline, acide et alcaline à 60°C jusqu'à 12 mois. La résistance à la traction à court et long terme, le module à long terme, la résistance au fluage, la résistance à la fissuration lente et l'oxydation ont ensuite été évalués.

Parallèlement, 10 échantillons de tuyaux en service ont été prélevés pour fins d'analyses sans qu'il soit possible de retracer leur origine ni la nature de leurs composants (type de résine, additifs, etc.). Seule, leur durée en service et leur environnement étaient connues. Les différentes analyses et essais effectués sur tous ces échantillons ont permis de dresser un portrait précis de leurs propriétés à court et long terme ainsi que du maintien de ces propriétés dans le temps dans les conditions d'utilisation anticipées. En voici le résumé :

Pour les tuyaux neufs :

Essais à court terme

- Les propriétés mécaniques répondent aux recommandations de la norme ASTM D3350-14 pour les tuyaux A-R, A-V, C-V et D-R alors que la résistance à la traction est légèrement inférieure pour les tuyaux du manufacturier B (B-V et B-R*).
- Aucune différence notable dans les propriétés mécaniques à court terme mesurées ne peut être imputée au fait d'utiliser de la matière recyclée plutôt que de la matière vierge.
- Les valeurs des propriétés physiques (densité, indice de fusion, stabilité thermique, point de ramollissement et teneur en noir de carbone) sont conformes à la norme ASTM D3350-14 pour les tuyaux en PEHD.
- L'exposition aux UV indique que les propriétés des tuyaux ne sont pas affectées significativement en raison de la protection offerte par le noir de carbone et les antioxydants.

Essais à long terme (Rupture ductile)

- Les mesures de résistance à la traction après exposition aux différents milieux indiquent que les solutions chimiques n'affectent pas de manière significative la résistance à la traction des tuyaux fabriqués avec et sans résine recyclée.
- Les essais de fluage en traction (SIM) ont fourni des courbes maîtresses qui après extrapolation ont permis de déterminer la déformation de (3 à 6,5%) à 23°C et (0,6 à 1,3%) à 10°C à 100 ans et une limite élastique d'au moins 8 MPa (1160 lb/po²) à 23°C (climat subtropical) et 10 MPa (1450 lb/po²) à 10°C (climat nordique) (Canada, 2021). Les résultats montrent que ces limites répondent aux recommandations d'au moins 6 MPa (867 lb/po²) à 100 ans et 23°C pour les tuyaux en PEHD fabriqués avec 100% résine vierge selon le rapport NCHRP 696 (Thomas 2011). La durée de vie utile sera de plus 100 ans pour ces tuyaux en PEHD.
- Le module de traction à long terme évalué par DMA (analyse mécanique dynamique) a permis d'obtenir des courbes maîtresses extrapolées à 100 ans. Les résultats indiquent que le comportement à long terme des tuyaux estimée est similaire à celui obtenu avec la méthode SIM.

Essais à long terme (Rupture fragile par fissuration sous contrainte (SCR))

Les mesures de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR) réalisés selon la norme FM 5-572 sur des échantillons de référence et conditionnés en solutions acide, basique et saline ou exposés à des cycles de gel-dégel ont montré une rupture ductile pour certains échantillons, ce qui a conduit à réduire la contrainte pour les essais suivants. Les résultats montrent que la durée de vie prévue des tuyaux ne répond pas à la condition d'utilisation de 100 ans (à 23°C, 3,45 MPa)

prévue par le Département des transports de la Floride. Des essais à 80°C peuvent être à l'origine de modifications de la microstructure du matériau. Cependant, il convient de noter que cette méthode a été tout de même adoptée car il s'agit de la méthode disponible spécifiée par FDOT FM 5-572 et ASTM F2136-18 qui a été validée par des études antérieures (Pluimer et al. 2018, Thomas 2011, Pluimer 2016). Les variations dans les résultats des essais SCR (stress crack resistance) pour les tuyaux de différents fabricants sont inévitablement. Il est noté que cette variation pourrait aussi être due à l'usinage des encoches. Par ailleurs, nous nous interrogeons sur la validité de cet essai pour les tuyaux de PEHD pour deux raisons principales :

1. La première concerne l'utilisation de températures élevées, même si leur emploi a été vérifiée par Pluimer (2018) par des essais sur les terrains simulés. Les températures élevées, ici supérieures à 50°C, modifie les propriétés physiques et mécaniques du PEHD, ce qui entraîne un comportement différent de celui prévalant aux températures de service. En effet, le PEHD possède une température de ramollissement située entre 50 et 60°C. Une fois cette température franchie, le module élastique du matériau chute considérablement. Plus mou et plus élastique, il résiste donc bien moins aux contraintes. Or, l'essai de résistance à la fissuration sous contrainte (SCR) est conduit à des températures égales ou supérieures à la température de ramollissement ce qui ne peut que mener à des valeurs de résistance bien moins élevées que celle qui seraient obtenues à des températures inférieures. Rappelons que selon le principe d'Arrhenius qui gère la prédiction du comportement à long terme d'un matériau à partir d'essais accélérés à température élevée, il est impératif que seule la température soit modifiée et qu'en aucun cas l'état ou la structure de la matière ne doit être modifiée. Cette condition n'est de toute évidence pas remplie ici.
2. En second lieu, se pose le problème de l'entaille. L'utilisation d'échantillons entaillés exige d'effectuer plusieurs mesures du fait des variations d'épaisseur du matériau et de la petite taille de l'entaille. Par conséquent, cette méthode d'essai est davantage appropriée pour tester des plaques ayant une épaisseur relativement constante. Les résultats de SCR montrent une variabilité importante entre le temps de rupture et l'intensité des conditions d'essai. La procédure d'essais de FDOT FM 5-572 et ASTM F2136-18 requiert 5 mesures pour chaque niveau de charge et température et le calcul d'un intervalle de confiance de 97,5%. Cependant, la variabilité des mesures affecte grandement la valeur de SCR du matériau pour garantir un résultat totalement fiable. Nous préconisons donc d'accroître le nombre de mesures de 5 à au moins 10.

En résumé et pour toutes ses raisons, nous estimons que cet essai ne devrait pas être jugé approprié pour cette application. D'autres essais plus pertinents pourraient être développées dans des études futures.

Essais à long terme (Dégradation chimique)

- Les mesures d'OIT (temps d'induction oxydatif) ont donné de bons résultats pour tous les échantillons de référence (OIT $\geq$ 10 minutes (BNQ 3624-120)). Ceux-ci ont été légèrement affectés par les conditionnements à 4 mois. Cependant, même après 12 mois d'immersion dans les différentes solutions, tous les échantillons présentaient des valeurs d'OIT supérieures à la recommandation de 10 minutes (BNQ 3624-120). Les résultats ont montré que le taux d'épuisement d'antioxydants des tuyaux se produisait relativement lentement pour les cycles de gel-dégel par rapport aux solutions. La diminution de l'OIT a également été observée dans les tuyaux après exposition aux UV. Cependant, la présence d'oxydation se retrouve à la surface extérieure des échantillons. Aussi, tous ces échantillons présentaient encore une fois des valeurs d'OIT supérieures à la recommandation de 10 minutes.

Enfin, les résultats mécaniques obtenus dans le cadre du projet sont comparés aux valeurs minimales prescrites de l'AASHTO *Load and Resistance Factor Design* (LFRD) (Tableau 35).

Tableau 35: Résultats mécaniques du projet versus ceux de l'AASHTO LFRD

Type de tuyau	Classe	Service à long terme, limite de déformation (%)	Compression pondérée, limite de déformation (%)	Initiale		50 ans		75 ans	
				F _x min (ksi)	E min (ksi)	F _x min (ksi)	E min (ksi)	F _x min (ksi)	E min (ksi)

AASHTO M294 (Profil ouvert)	ASTM D3350 435400C	5,0	4,1	3,0	110,0	0,90	22	0,90	21
A-R		6,3	-	3,6	76	0,20*	57	0,10*	48
A-V		5,9	-	3,4	57	0,44*	40	0,34*	31
C-V		3,0	-	2,8	62	0,00*	44	0,00*	35
D-R		4,0	-	3,3	57	0,95*	40	0,90*	32
ASTM F894 (Profil fermé)	ASTM D3350 334433C	5,0	4,1	3,0	80,0	1,12	20	1,10	19
	ASTM D3350 335434C	5,0	4,1	3,0	110,0	1,44	22	1,40	21
B-R*		6,4	-	2,7	34	-	30	-	28
B-V		10,2	-	2,5	32	-	31	-	30

Note :

La limite de déformation à long terme est calculée par des données d'essai SIM.

Nous n'avons pas testé les tuyaux sous compression et, par conséquent, nous n'avons pas ce critère.

Les valeurs initiales de Fx min et E min sont disponibles dans le tableau 10.

Les valeurs à 50 ans et 75 ans de E min sont estimées par des valeurs du module à 100 ans.

**Les valeurs à 50 ans et 75 ans de Fx min sont extrapolées à partir par des résultats d'essais SCR et d'essais de résistance à court terme (Voir résultats Tableau 16). Une extrapolation linéaire ne serait pas la meilleure façon d'obtenir ces valeurs, alors qu'il serait peut-être plus représentatif d'estimer la durée de vie au niveau de contraintes et de la comparer aux exigences de 50 et 75 ans.*

Pour les tuyaux sur le terrain

- Le module de traction à long terme a été évalué à l'aide des données de DMA. Les résultats obtenus sont similaires à ceux des tuyaux A-R, A-V, B-R*, B-V, C-V et D-R immergés dans les solutions acide, basique et saline ou soumis à des cycles de gel/dégel.
- La résistance à la traction résiduelle des tuyaux prélevés sur le terrain a été déterminée et les résultats montrent une différence de valeur de résistance entre les différents tuyaux.

Celle-ci dépend de la durée en service, des propriétés de la résine, du procédé de fabrication et des conditions environnementales auxquelles les tuyaux sont soumis.

- Tous les échantillons présentent des valeurs d'OIT très bonnes malgré une certaine oxydation sur la paroi extérieure des tuyaux sur le terrain. Dans ce cas, il s'agissait d'échantillons prélevés au niveau des extrémités des ponceaux hors remblai ce qui fait en sorte que les parois extérieures étaient exposées aux UV. Les résultats montrent que ces valeurs d'OIT répondent aux recommandations pour les tuyaux neufs, soit 'au moins 10 minutes selon la norme BNQ 3624-120.
- L'analyse chimique par FTIR des parois extérieure et intérieure montre que l'oxydation a essentiellement lieu sur la paroi externe puisque les échantillons prélevés au niveau des extrémités des ponceaux hors remblai étaient exposés aux UV.
- Les échantillons ont été découpés et envoyés au Texas pour les essais de SCR. La durée de vie des tuyaux prélevés sur le terrain varie considérablement ce qui peut s'expliquer par les variations de durée en service, les propriétés de la résine, le procédé de fabrication et les conditions environnementales auxquelles les tuyaux sont soumis.

En résumé, cette étude confirme la durabilité des tuyaux de PEHD pour les applications envisagées (ponceaux, conduites d'égout pluvial) sous un climat nordique, qu'ils soient fabriqués à partir de résine vierge ou avec une certaine proportion de résine recyclée. Les différents paramètres mécaniques ou chimiques à court et long terme essentiels à la bonne tenue des tuyaux en service durant de nombreuses décennies sont positifs, en sorte que ces matériaux peuvent être employés en toute sérénité par le Ministère. Sur la base des résultats de la présente étude, il est démontré que la durée de vie des tuyaux en PEHD dans les conditions environnementales du Québec, fixée actuellement à 50 ans selon les normes du MTQ, est sous-estimée et ne reflète pas la réalité des produits d'aujourd'hui testés dans le cadre de cette étude et les conditions de température favorables du Québec. En effet, un climat nordique comme le nôtre avec une température annuelle moyenne de 10°C ne peut que retarder la dégradation des tuyaux de PEHD puisque celle-ci décroît avec la température. Les essais de durabilité réalisés dans notre étude indiquent que la durée de vie préconisée par le MTQ des tuyaux en PEHD pourrait être portée à 75 ans. Cette durée de vie de 75 ans est d'ailleurs préconisée par plusieurs états américains et provinces canadiennes, que les tuyaux soient fabriqués avec de la résine vierge ou recyclée, et ceci sous un climat parfois chaud et donc plus susceptible de développer des mécanismes de dégradation.

Par manque de données de référence pour les échantillons prélevés sur le terrain, la présente étude ne permet d'établir une corrélation entre le temps de dégradation accéléré en laboratoire et le temps réel in situ permettant d'atteindre le même niveau de dégradation pour ces tuyaux. Il faut se rappeler que la dégradation des tuyaux en PEHD peut provenir de deux sources, l'une chimique avec l'oxydation ou la corrosion par des solutions agressives et notamment salines et l'autre mécanique comme les charges et contraintes induites par le sol environnant, le gel-dégel ou le passage de véhicules. Les données obtenues à partir d'essais de dégradation accélérée au laboratoire ont clairement montré que les diverses solutions de conditionnement employées n'ont pas dégradé les tuyaux en PEHD testés d'une manière telle qu'elles pourraient affecter leur durée de vie. D'ailleurs il faut rappeler que d'après notre expertise dans ce domaine, les essais accélérés en laboratoire sont toujours plus dommageables pour le matériau que l'environnement réel (sur le terrain) auquel il sera soumis, ceci du fait que les conditionnements en laboratoire soumettent en permanence le matériau à un environnement et à une cinétique de dégradation plus sévères qu'en service sur le terrain. Il serait peut-être utile d'évaluer l'effet des contraintes mécaniques tels que l'impact de contraintes répétitives multiples produites par le passage de véhicules lourds qui pourrait conduire à la formation de fissures dans les tuyaux. Nous considérons donc qu'il pourrait être approprié de conduire un certain nombre d'essais de fatigue en laboratoire (avec un modèle à pleine échelle incluant un remblai de sol) ou sur le terrain simulant le passage répété de véhicules afin de s'assurer de la bonne tenue du matériau à long terme sous des contraintes semblables à celles qu'il rencontrera dans son environnement réel. Ces essais pourront se faire autant avec des tuyaux neufs que ceux préalablement vieillis en laboratoire.

ANNEXE

Les détails sur les échantillons et des fiches d'échantillonnage des tuyaux prélevés sur le terrain au Québec.

La liste des ouvrages scientifiques publiés à partir des résultats de ce projet de recherche sont indiqués ci-dessous :

Thèse de doctorat

1. Nguyen, K. Q., (2022). *Prédiction de la durée de vie des tuyaux en polyéthylène à haute densité (PEHD) fabriqués avec et sans résines recyclées utilisées dans les infrastructures de transport*. Thèse de doctorat, Département de génie civil, Université de Sherbrooke, déposée en janvier 2022, 147 p.

Articles dans des revues avec comité de lecture

- J1. Nguyen, K. Q., Mohamed, K., Cousin, P., Robert, M., El-Safty, A., and Benmokrane, B. (2023). *Stress Crack Resistance and Life Prediction of Corrugated Recycled and Virgin Structural HDPE Pipes Used in Road Systems: A Case Study in Quebec, Canada*. ASCE Journal of Materials in Civil Engineering, Vol. 35, No.1: 04022360
- J2. Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., El-Safty, A., & Benmokrane, B. (2022). "Effects of Ultraviolet Radiation on Recycled and Virgin HDPE Corrugated Structural Pipes Used in Road Drainage Systems ". Journal of Polymers and the Environment, Vol. 30, pp. 3391–3408.
- J3. Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., El-Safty, A., & Benmokrane, B. (2022). " Effects of Exposure Conditions on Antioxidant Depletion, Tensile Strength, and Long-Term Modulus of Corrugated HDPE Pipes Made with or without Recycled Resins". Journal of Polymers and the Environment, Vol. 30, pp. 3959–3973.
- J4. Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., and Benmokrane, B. (2022). "Comparing Short-Term Performance of Corrugated HDPE Pipe Made with or without Recycled Resins for Transportation Infrastructure Applications. "ASCE Journal of Materials in Civil Engineering, Vol. 34, No. 2, 04021427.
- J5. Nguyen, K. Q., Mwiseneza, C., Mohamed, K., Cousin, P., Robert, M., & Benmokrane, B. (2021). "Long-term Testing Methods for Durability of HDPE Pipes for Infrastructure - Advantages and Disadvantages: A Review." Engineering Fracture Mechanics Journal, Vol. 246, 107629.

Articles dans des conférences avec comité de lecture

- 1. Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., & Benmokrane, B. (2022). "Influence of Wall Thickness on the Thermo-mechanical Properties of Aging HDPE pipes under the Natural Environment of North America". Proceedings of the Annual Conference of the Canadian Society of Civil Engineering, CSCE 2021, Canada, 26– 29 May, pp. MAT807-1-MAT807-8. Volume 248. https://doi.org/10.1007/978-981-19-1004-3_33
- 2. Nguyen, K. Q., Mohamed, K., Cousin, P., Robert, M., & Benmokrane, B. (2022). "Stress Crack Resistance of Recycled and Virgin HDPE Corrugated pipe for Transportation Infrastructure Applications". Proceedings of the Annual Conference of the Canadian Society of Civil Engineering, CSCE 2021, Canada, 26– 29 May, pp. MAT408-1-MAT48-7.

Volume 248. https://doi.org/10.1007/978-981-19-1004-3_50

3. Nguyen, Q.K., Cousin, P., Mohamed, K., Mwiseneza, C., Robert, M., Benmokrane, B., and Marc-Antoine Loranger (2020). *The Short-Term Performance of Corrugated HDPE Pipe Made with and Without Recycled resins – Physico-chemical Properties*. Proceedings of the 8th International Conference on Advanced Composite Materials in Bridges and Structures, (ACMBS-VIII), Sherbrooke, QC, Canada, August 18-20, 6 p.

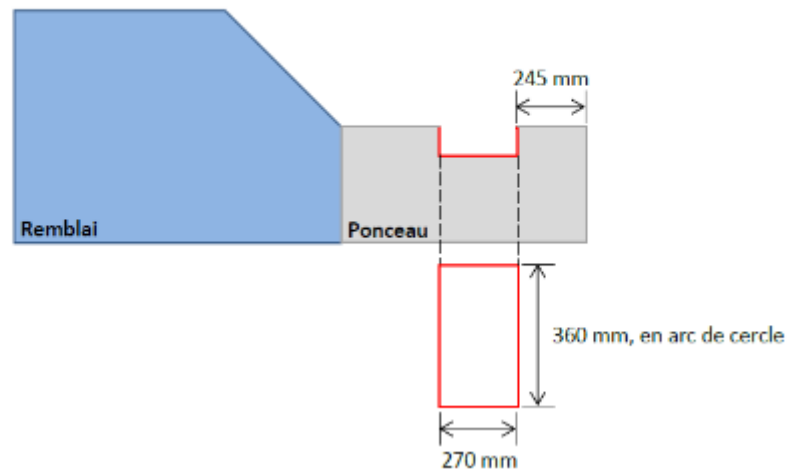
A1. Fiche d'échantillonnage du ponceau 238383

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	238383	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	3753-0	Profil	Ouvert
RTSS	00259-01-100-000C	Diamètre	900 mm
Chaînage	4+032	Année construction	2013
Municipalité	Nicolet	Type réhabilitation	S.O.
DGT	DGMCQ	Année réhabilitation	S.O.

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-22
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.	Profondeur extrémité intacte ¹	245 mm
Largeur échantillon ¹	S.O.	Largeur échantillon ¹	360 mm
Profondeur échantillon ¹	S.O.	Profondeur échantillon ¹	270 mm

Croquis
Côté droit



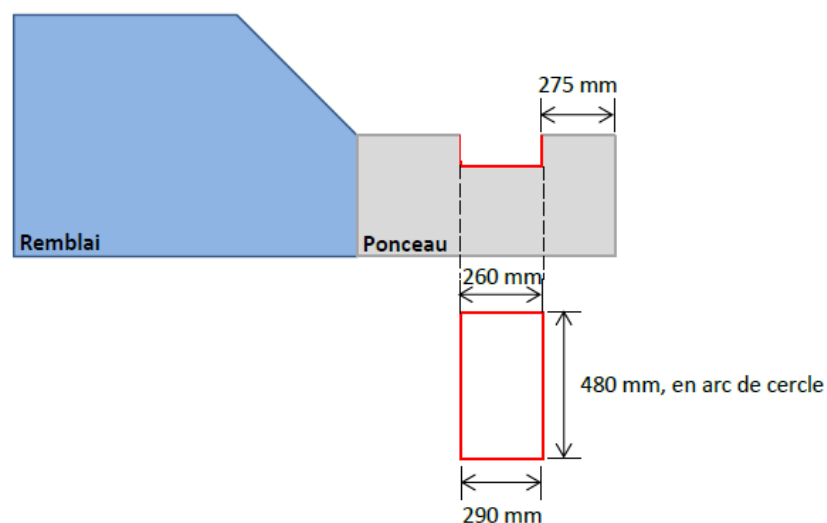
A2. Fiche d'échantillonnage du ponceau 212017

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	212017	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	3615-0	Profil	Ouvert
RTSS	00226-01-130-000C	Diamètre	1200 mm
Chaînage	0+717	Année construction	2010
Municipalité	Grand-Saint-Esprit	Type réhabilitation	S.O.
DGT	DGMCQ	Année réhabilitation	S.O.

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-22
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.	Profondeur extrémité intacte ¹	275 mm
Largeur échantillon ¹	S.O.	Largeur échantillon ¹	480 mm
Profondeur échantillon ¹	S.O.	Profondeur échantillon ¹	260 mm à 290 mm

Croquis
Côté droit



A3. Fiche d'échantillonnage du ponceau 8799

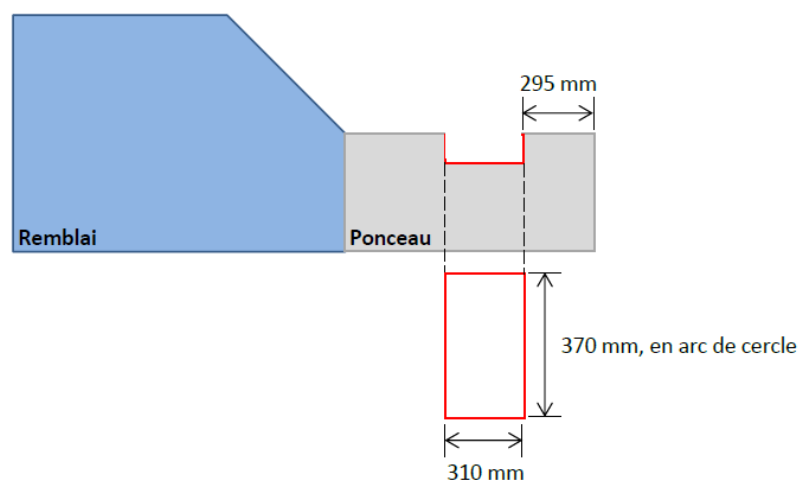
Localisation / Inventaire			
ID-IIT	8799	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	1165-0	Profil	Ouvert
RTSS	80310-02-000-000C	Diamètre	1200 mm
Chaînage	0+211	Année construction	2003
Municipalité	Chesterville	Type réhabilitation	S.O.
DGT	DGMCQ	Année réhabilitation	S.O.

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-22
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	295 mm	Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.
Largeur échantillon ¹	370 mm	Largeur échantillon ¹	S.O.
Profondeur échantillon ¹	310 mm	Profondeur échantillon ¹	S.O.

Croquis

Côté gauche



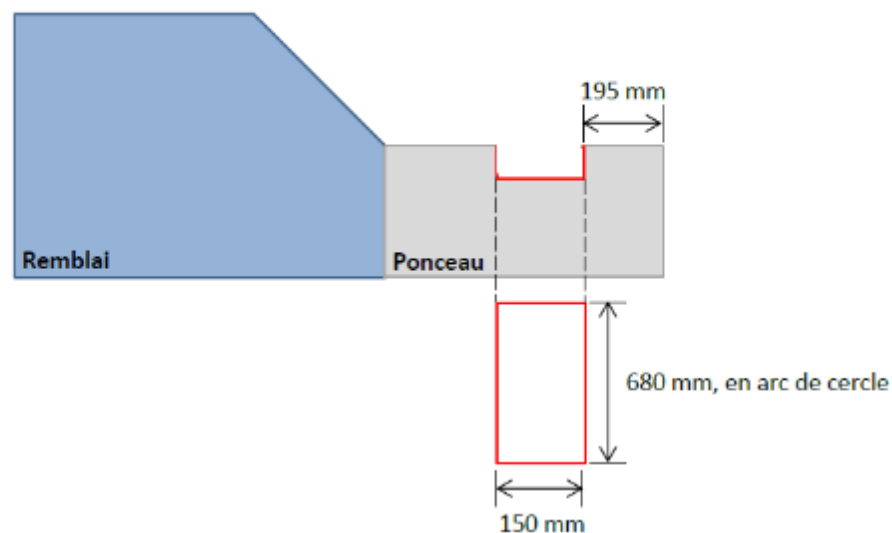
A4. Fiche d'échantillonnage du ponceau 74601

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	74601	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	S.O.	Profil	Ouvert
RTSS	00323-01-082-000C	Diamètre	900 mm
Chaînage	0+595	Année construction	1993
Municipalité	Saint-Émile-de-Suffolk	Type réhabilitation	S.O.
DGT	DGO	Année réhabilitation	S.O.

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-20
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.	Profondeur extrémité intacte ¹	195 mm
Largeur échantillon ¹	S.O.	Largeur échantillon ¹	680 mm
Profondeur échantillon ¹	S.O.	Profondeur échantillon ¹	150 mm

Croquis
Côté droit



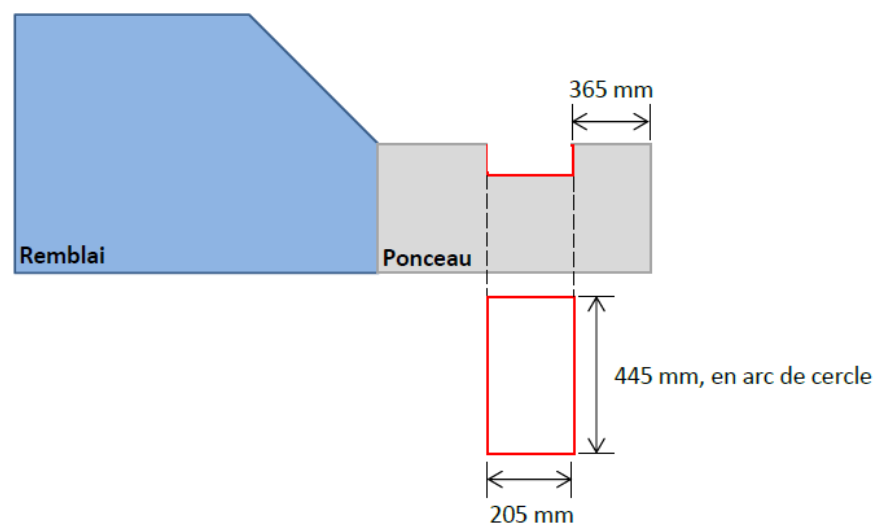
A5. Fiche d'échantillonnage du ponceau 238380

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	238380	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	3749-0	Profil	Fermé
RTSS	00259-01-100-000C	Diamètre	1200 mm
Chaînage	3+141	Année construction	2013
Municipalité	Nicolet	Type réhabilitation	S.O.
DGT	DGMCQ	Année réhabilitation	S.O.

Échantillonnage			
Fait le	2018-11-22		
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]		
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.		
	Côté gauche	Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	365 mm	Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.
Largeur échantillon ¹	445 mm	Largeur échantillon ¹	S.O.
Profondeur échantillon ¹	205 mm	Profondeur échantillon ¹	S.O.

Croquis

Côté gauche



A6. Fiche d'échantillonnage du ponceau 187161

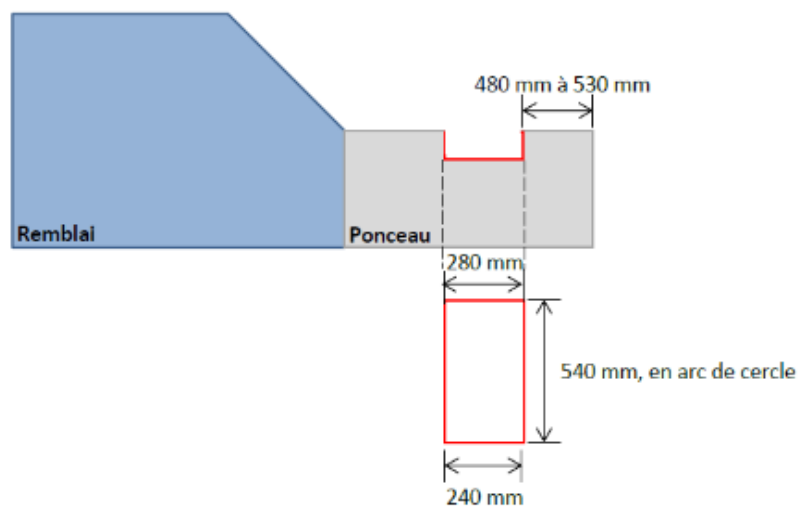
Localisation / Inventaire			
ID-IIT	187161	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	S.O.	Profil	Fermé
RTSS	00117-07-021-000C	Diamètre	1900 mm
Chaînage	4+412	Année construction	1900
Municipalité	Lac-Pythonga	Type réhabilitation	Insertion
DGT	DGO	Année réhabilitation	2008

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-21
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	480 mm à 530 mm	Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.
Largeur échantillon ¹	540 mm	Largeur échantillon ¹	S.O.
Profondeur échantillon ¹	240 mm à 280 mm	Profondeur échantillon ¹	S.O.

Croquis

Côté gauche



A7. Fiche d'échantillonnage du ponceau 76855

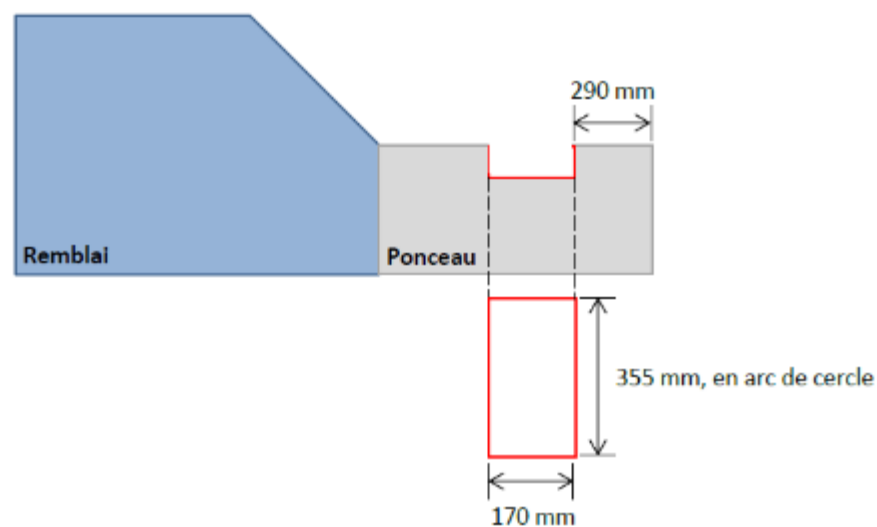
Localisation / Inventaire			
ID-IIT	76855	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	3-301	Profil	Fermé
RTSS	00117-07-021-000C	Diamètre	1200 mm
Chaînage	3+291	Année construction	1900
Municipalité	Lac-Pythonga	Type réhabilitation	Insertion
DGT	DGO	Année réhabilitation	2005

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-21
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.	Profondeur extrémité intacte ¹	290 mm
Largeur échantillon ¹	S.O.	Largeur échantillon ¹	355 mm
Profondeur échantillon ¹	S.O.	Profondeur échantillon ¹	170 mm

Croquis

Côté droit



A8. Fiche d'échantillonnage du ponceau 53440

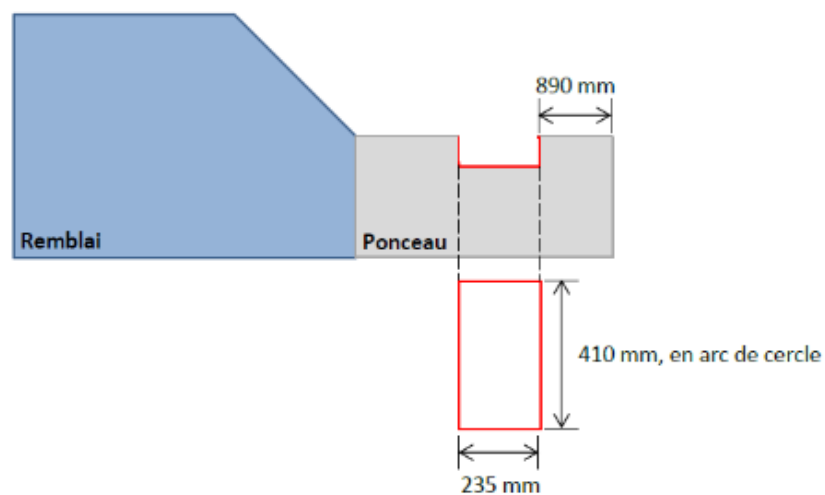
Localisation / Inventaire			
ID-IIT	53440	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	9-900	Profil	Fermé
RTSS	00105-03-030-000C	Diamètre	900 mm
Chaînage	9+919	Année construction	1900
Municipalité	Bois-Franc	Type réhabilitation	Insertion
DGT	DGO	Année réhabilitation	2004

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-21
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.	Profondeur extrémité intacte ¹	890 mm
Largeur échantillon ¹	S.O.	Largeur échantillon ¹	410 mm
Profondeur échantillon ¹	S.O.	Profondeur échantillon ¹	235 mm

Croquis

Côté droit



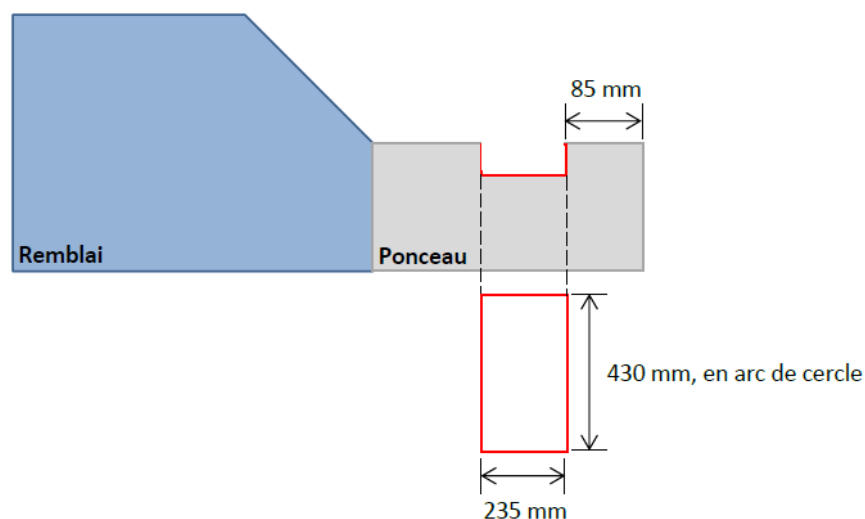
A9. Fiche d'échantillonnage du ponceau 63301

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	63301	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	2-709	Profil	Fermé
RTSS	00105-02-090-000C	Diamètre	900 mm
Chaînage	2+720	Année construction	1900
Municipalité	Bouchette	Type réhabilitation	Insertion
DGT	DGO	Année réhabilitation	2004

Échantillonnage	
Fait le	2018-11-21
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	85 mm	Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.
Largeur échantillon ¹	430 mm	Largeur échantillon ¹	S.O.
Profondeur échantillon ¹	235 mm	Profondeur échantillon ¹	S.O.

Croquis
Côté gauche



A10. Fiche d'échantillonnage du ponceau 6533

Localisation / Inventaire			
ID-IIT	6533	Sous-type	Circulaire/PEHD
Référence ponceau	0701-0	Profil	Fermé
RTSS	00261-01-030-000C	Diamètre	1800 mm
Chaînage	1+001	Année construction	1900
Municipalité	Daveluyville	Type réhabilitation	Insertion
DGT	DGMCQ	Année réhabilitation	2000

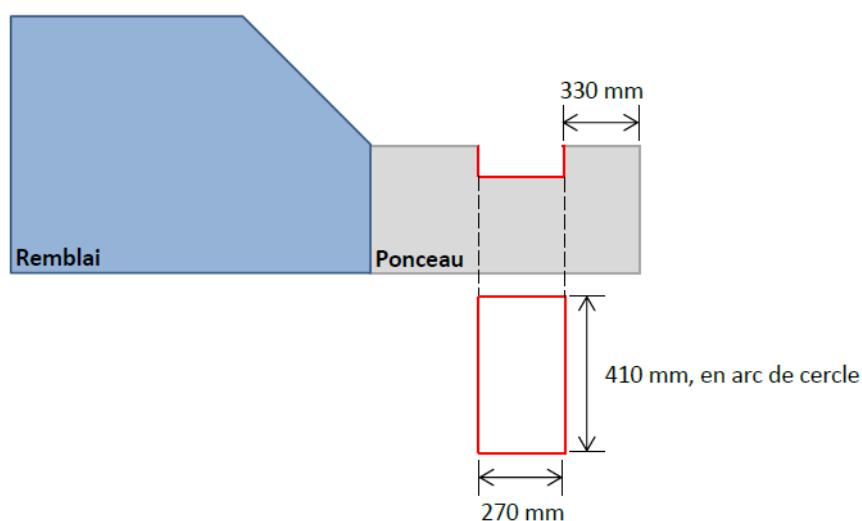
Échantillonnage

Fait le	2018-11-22
Fait par	Marc-Antoine Loranger [DMI, DGLC] Patrick Courtiol-Desrosiers [DEEE, DGGPRE]
Méthode	Perçage d'un trou de départ à l'aide d'une perceuse à batterie suivie de deux coupes à l'aide d'une scie va-et-vient à batterie. Répété du côté opposé pour fermer le rectangle.

Côté gauche		Côté droit	
Profondeur extrémité intacte ¹	330 mm	Profondeur extrémité intacte ¹	S.O.
Largeur échantillon ¹	410 mm	Largeur échantillon ¹	S.O.
Profondeur échantillon ¹	270 mm	Profondeur échantillon ¹	S.O.

Croquis

Côté gauche



RÉFÉRENCES

AASHTO. (2018). Standard Specifications for Corrugated Polyethylene Pipe, 300-to 1200-mm diameter.

- Abbas-Abadi, M. S., Haghighi, M. N., & Yeganeh, H. (2012). Effect of the Melt Flow Index and Melt Flow Rate on the Thermal Degradation Kinetics of Commercial Polyolefins. *Journal of Applied Polymer Science*, 126(5), 1739-1745.
- Alzerreca M, Paris M, Boyron O, Orditz D, Louarn G, Correc O. Mechanical Properties and Molecular Structures of Virgin and Recycled HDPE Polymers used in Gravity Sewer Systems. *Polym Test*. 2015 Sep; 46:1–8.
- ASTM. (2014). Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM D 638, West Conshohocken, PA, 17 pp.
- ASTM. (2021). Standard Test Method for Obtaining Hydrostatic Design Basis for Thermoplastic Pipe Materials or Pressure Design Basis for Thermoplastic Pipe Products. ASTM D 2837, West Conshohocken, PA.
- ASTM (2017). Standard Test Method for Thermal Stability by Thermogravimetry. ASTM E 2550, West Conshohocken, DOI: 10.1520/E2550-17.
- ASTM (2016). Standard Specification for Polyethylene Plastics Extrusion Materials for Wire and Cable. ASTM D 1248, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D1248-16.
- ASTM. (2020). Standard Test Method for Determination of Carbon Black Content in Polyethylene Compounds by the Muffle-Furnace Technique. ASTM D 4218, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D4218-20
- ASTM. (2020). Standard Practice for Underground Installation of Thermoplastic Pipe for Sewers and Other Gravity-Flow Applications. ASTM D 2321, West Conshohocken.
- ASTM. (2013). Standard Practice for Fluorescent Ultraviolet (UV) Lamp Apparatus Exposure of Plastics. ASTM D 4329, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D4329-13.
- ASTM. (2019). Standard Test Methods for Rubber—Determination of Carbon Black in Masterbatches. ASTM D 5805, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D5805-00R19
- ASTM (2015). Standard Test Method for Rubber Property—Durometer Hardness. ASTM D 2240, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D2240-15E01.
- ASTM (2013). Standard Test Method for Melt Flow Rates of the Thermoplastic by Extrusion Plastometer. ASTM D 1238, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D1238-13.
- ASTM (2014). Standard Specification for Polyethylene Plastics Pipe and Fittings Materials. ASTM D 3350, West Conshohocken, DOI: 10.1520/D3350-14.
- ASTM (2015). Standard Test Method for Determining Tensile Properties of Geogrids by the Single or Multi-Rib Tensile Method. ASTM D 6637, West Conshohocken.
- ASTM (2010). Standard Test Method for Determining the Biodegradability of Radiolabeled Polymeric Plastic Materials in Seawater. ASTM D 6692, West Conshohocken.
- ASTM. (2015). Standard Test Method for Environmental Stress-Cracking of Ethylene Plastics. ASTM D 1693, West Conshohocken, PA, 11 pp.
- ASTM. (2018). Standard Test Method for Notched, Constant Ligament-Stress (NCLS) Test to Determine Slow-Crack-Growth Resistance of HDPE Resins or HDPE Corrugated Pipe. ASTM F 2136, West Conshohocken, PA, 5 pp.
- ASTM. (2018). Standard Test Method for Notch Tensile Test to Measure the Resistance to Slow Crack Growth of Polyethylene Pipes and Resins. ASTM F 1473, West Conshohocken, PA, 7 pp.

- ASTM. (2016). Standard Test Method for Accelerated Tensile Creep and Creep-Rupture of Geosynthetic Materials Based on Time-Temperature Superposition Using the Stepped Isothermal Method. ASTM D 6992, West Conshohocken, PA, 8 pp.
- ASTM. (2019). Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry. ASTM D 3895, West Conshohocken, PA.
- BNQ (Bureau de Normalisation du Québec) 3624-120. 2016. "Tuyaux à Profil Ouvert et à Paroi Intérieure Lisse En Polyéthylène (PE) et Raccords En Polyéthylène (PE) Pour Les Égouts Pluviaux, Les Ponceaux et Le Drainage Des Sols - Open Profile Pipes with Smooth Polyethylene (PE) Inner Wall and Polyethylene (PE) Fittings for Storm Sewers, Culverts, and Soil Drainage." Standards Council of Canada, Quebec, Canada.
- Canada, Environment and Climate Change. (2021). "Canadian Climate Normals - Climate - Environment and Climate Change Canada." https://climate.weather.gc.ca/climate_normals/index_e.html. (July 09, 2021).
- Cheng, J.J. (2008) Mechanical and Chemical Properties of High-Density Polyethylene: Effects of Microstructure on Creep Characteristics. PhD thesis-University of Waterloo, Canada.
- Chua, K. M., & Lytton, R. L. (1989). Viscoelastic Approach to Modelling Performance of Buried Pipes. *Journal of transportation engineering*, 115(3), 253-269.
- CSA B182.8, "Profile polyethylene storm sewer and drainage pipe and fittings." Canadian Standards Association, 2018.
- Dominguez, C., Garcia, R. A., Aroca, M., and Carrero, A. (2012). Study of the PENT test conditions for reducing failure times in high-resistance polyethylene resins for pipe applications. *Mech Time-Depend Mater*, 16:105–115.
- Duvall, D. E., & Edwards, D. B. (2010). Forensic Analysis of Oxidation Embrittlement in Failed HDPE Potable Water Pipes. In *Pipelines 2010: Climbing New Peaks to Infrastructure Reliability: Renew, Rehab, and Reinvest* (pp. 648-662).
- Ferry, J. D. (1980). *Viscoelastic properties of polymers*, 3rd ed., John Wiley and Sons, NY.
- Fleissner, M. (1998). Experience with A Full Notch Creep Test in Determining the Stress Crack Performance of Polyethylene. *Polymer Engineering & Science*, 38(2), 330-340.
- FM 5-572. (2008). Florida Method of Test for Determining Slow Crack Growth Resistance of HDPE Corrugated Pipes. Gainesville, Florida, USA. 19 pp.
- FM 5-573. (2008). Florida Method of Test for predicting the crack free service life of HDPE corrugated pipes. Gainesville, Florida, USA. 3 pp.
- FM 5-577. (2008). Florida Method of Test for predicting the long-term modulus of HDPE corrugated pipes. Gainesville, Florida, USA. 6 pp.
- Gedde, U.W., Viebke, J., Leijstrom, H. and Ifwarson, M. (1994), Long-Term Properties of Hot-Water Polyolefin Pipes – A Review. *Polymer Engineering and Science*, Vol. 34, No. 24, pp. 1773-1787.
- Gulmine J. V., Janissek P. R., Heise H. M., and Akcelrud L. (2002). "Polyethylene characterization by FTIR," *Polymer Testing*, vol. 21, no. 5, pp. 557–563
- Hauptert and Magnuson (2018). Removal of Organic Contaminants from Polyethylene Drinking Water Pipes by Flushing https://www.epa.gov/sites/default/files/2020-03/documents/508removal_of_organic_contaminants_from_polyethylene_drinking_water_pipes_by_flushing.pdf

- Heim, T. H., & Dietrich, A. M. (2007). Sensory aspects and water quality impacts of chlorinated and chloraminated drinking water in contact with HDPE and cPVC pipe. *Water research*, 41(4), 757-764.
- Hitachi High-Tech. 1986. "Application Note: Thermal Analysis-DSC Measurement of Polyethylene_No_26."
- Hsuan, Y.G. (2012). Phase II of Long-term Properties of Corrugated HDPE Pipes, Final Report, submitted to Florida Department of Transportation Materials Research Lab, Drexel University, Philadelphia, Pennsylvania, USA, 25 p.
- Hsuan, Y. G., Gurian, P., & Zhang, J. (2007). Factors affecting stress crack resistance of corrugated high-density polyethylene pipe. *Transportation research record*, 2028(1), 183-191.
- Hsuan, Y. G., & Wong, W. K. (2010). Methodology to Evaluate Oxidation Degradation of High-Density Polyethylene Corrugated Pipe Resin. *Transportation research record*, 2172(1), 192-198.
- Hsuan, Y. G., and Koerner, R. M. (1999). Antioxidant depletion lifetime in high density polyethylene geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, ASCE, 124(6), pp. 532–541.
- Hsuan, Y. G., & Paredes, M. (2010). Test Methods for Assessing Long-Term Properties of Corrugated HDPE Pipes, Part I- Long-Term Modulus. Technical report.
- Hsuan, Y. G., & McGrath, T. J. (2005). Protocol for Predicting Long-term Service of Corrugated High-Density Polyethylene Pipes. Florida Department of Transportation, 92.
- Hsuan, Y. G., Zhang, J. Y., & Wong, W. K. (2006). Evaluate the Long-Term Stress Crack Resistance of Corrugated HDPE pipes. In *Plastics pipes XIII Conference*, Washington, DC.
- Hsuan, Y. G., & McGrath, T. J. (1999). HDPE pipe: Recommended material specifications and design requirements (Vol. 429). *Transportation Research Board*.
- Isaacson, K. P., Proctor, C. R., Wang, Q. E., Edwards, E. Y., Noh, Y., Shah, A. D., and Whelton, A. J. (2021). Drinking water contamination from the thermal degradation of plastics: implications for wildfire and structure fire response. *Environmental Science: Water Research & Technology*, 7(2), 274-284.
- ISO 899-2. (2003) *Plastics—Determination of Creep Characteristics—Part 2: Creep When Bending Under a Three-Point*.
- Ljubić, D., Stamenović, M., Smithson, C., Nujkić, M., Međo, B., & Putić, S. (2014). Time: Temperature superposition principle: Application of WLF equation in polymer analysis and composites. *Zaštita materijala*, 55(4), 395-400.
- Load; ISO: Geneva, Switzerland, 2005.
- ISO/FDIS 9080 (2002). *Plastics Piping and Ducting Systems - Determining of Long-term Hydrostatic Strength of Thermoplastics Materials in Pipe Form by Extrapolation*.
- Janson, L. E. (1985). Investigation of the Long-Term Creep Modulus for Buried Polyethylene Pipes Subjected to Constant Deflection. In *Advances in Underground Pipeline Engineering* (pp. 253-262). ASCE.
- Kadhim LF. Mechanical Properties of High-Density Polyethylene/Chromium Trioxide under Ultraviolet Rays. *Int J Appl Eng Res*. 2017;12(10):2517–26.

- Karlsson, K., Smith, G. D., & Gedde, U. W. (1992). Molecular structure, morphology, and antioxidant consumption in medium density polyethylene pipes in hot-water applications. *Polymer Engineering & Science*, 32(10), 649-657.
- Khan S. M., et al. (2016). "2D Carbon Fiber Reinforced High Density Polyethylene Multi-Layered Laminated Composite Panels: Structural, Mechanical, Thermal, and Morphological Profile," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 32, no. 10, pp. 1077–1082.
- Krishnaswamy, R. K., Sukhadia, A. M., and Lamborn, M. (2007). Is pent a true indicator of PE pipe slow crack growth resistance? Chevron Phillips Chemical Company, Bartlesville, OK 74004, 6 pp.
- Krishnaswamy, R. K., Yang, Q., Fernandez-Ballester, L., & Kornfield, J. A. (2008). Effect of the distribution of short-chain branches on crystallization kinetics and mechanical properties of high-density polyethylene. *Macromolecules*, 41(5), 1693-1704.
- Luongo J. P. "Infrared study of oxygenated groups formed in polyethylene during oxidation," *J. Polym. Sci.*, vol. 42, no. 139, pp. 139–150, Jan. 1960.
- Lu, X., & Brown, N. (1992). A test for slow crack growth failure in polyethylene under a constant load. *Polymer Testing*, 11(4), 309-319.
- Mark A. S. and Ananda M. C. (2017). *Handbook of Industrial Polyethylene and Technology: Definitive Guide to Manufacturing, Properties, Processing, Applications and Markets 1-1381*, USA.
- McGrath, T. J., Moore, I. D., and Hsuan, G. Y. NCHRP Report 631: Updated test and design methods for thermoplastic drainage pipe. Washington: Transportation Research Board, 2009.
- Meijering, T., Mulder, J., Dreiling, G., and Vogt, H. (2014). 100 Year Service Life of Polypropylene and Polyethylene Gravity Sewer Pipes. Technical Report, TEPPFA Project in cooperation with Borealis and Lyondell Basell, Austria, 79 pp.
- Moore, G. R. and Kline, D. E. (1984). *Properties and processing of polymers for engineers*, Prentice-Hall Inc., Englewood Cliffs, NJ, p. 209.
- Muthiah, C. T., Hem, C., and Marimuthu, P. (2015). Thermal decomposition study of high-density polyethylene nano composite. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences JCHPS*, 240-244.
- Nguyen, Khanh Q., Célestin Mwiseneza, Khaled Mohamed, Patrice Cousin, Mathieu Robert, and Brahim Benmokrane. (2021a). "Long-Term Testing Methods for HDPE Pipe - Advantages and Disadvantages: A Review." *Engineering Fracture Mechanics* 246 (April): 107629. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107629>.
- Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., & Benmokrane, B. (2021b). Comparing Short-Term Performance of Corrugated HDPE Pipe Made with or without Recycled Resins for Transportation Infrastructure Applications. *ASCE Material in Civil Engineering* (accepted). 8 June 2021.
- Nguyen, K. Q., Mwiseneza, C., Mohamed, K., Cousin, P., Robert, M., L. Marc-Antoine & Benmokrane, B. (2021c). The short-term performance of corrugated HDPE pipe made with and without recycled resins - physicochemical properties. *Proceedings of the 8th International Conference on Advanced Composite Materials in Bridges and Structures, (ACMBS-VIII)*, Sherbrooke, Quebec, Canada, August 18-20, 6 p.
- Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., & Benmokrane, B. (2021d). Stress Crack Resistance of Recycled and Virgin HDPE corrugated pipe for Transportation Infrastructure

- Applications. Proceedings of the Annual Conference of the Canadian Society of Civil Engineering, CSCE 2021, Canada, 26– 29 May, 10 p.
- Nguyen, K. Q., Cousin, P., Mohamed, K., Robert, M., & Benmokrane, B. (2021e). Influence of Wall Thickness on the Thermo-mechanical properties of Aging HDPE pipes under Freeze-thaw cycles in Quebec province, Canada. Proceedings of the Annual Conference of the Canadian Society of Civil Engineering, CSCE 2021, Canada, 26– 29 May, 10 p.
- Nielsen, L.E. (1974). Mechanical properties of polymers and composites, 1(2), Marcel Dekker Inc., NY.
- Ortega, R., Klopfenstein, C., & Morris, A. (2004). HDPE, an Alternative with Limitations; Houston's experience. In Pipeline Engineering and Construction: What's on the Horizon? (pp. 1-10).
- Painter, P. C., and Coleman, M. M. (1997). Fundamentals of polymer science, 2nd Ed., CRC press, Boca Raton, FL.
- Petroff, L. J. (2013). Occasional and Recurring Surge Design Considerations for HDPE Pipe. In Pipelines 2013: Pipelines and Trenchless Construction and Renewals—A Global Perspective (pp. 161-170).
- Pluimer, M. (2006). Establishing 100-year service life for corrugated HDPE pipe. Pipeline Division Specialty Conference, ASCE, July 30 - August 2, Chicago, Illinois, pp. 1-8.
- Pluimer, M., Sprague, J., Thomas, R., McCarthy, L., Welker, A., Sargand, S., Shaheen, E., & White, K. (2018). Field Performance of Corrugated Pipe Manufactured with Recycled Polyethylene Content. NCHRP Research Report 870, National Academy of Sciences, 164 pp.
- Pluimer, M. L. (2016). Evaluation of corrugated HDPE pipes manufactured with recycled content in commuter rail applications. Villanova University.
- Popelar, C.F., Popelar, C.H., Kenner, V.H. (1990). Viscoelastic material characterization and modeling for polyethylene. Polymer Engineering and Science, 30(10), pp. 577-586.s
- Popelar, C.H, V. H. Kenner, V.H, Wooster, J. P. (1991). An Accelerated Method for Establishing the Long-Term Performance of Polyethylene Gas Pipe Materials, Polymer Engineering and Science, 31, (24), pp. 1693-1700.
- PPI, (2007)., The Plastics Pipe Institute Handbook of Polyethylene Pipe, 2nd ed., Plastics Pipe Institute:Irving, Tx.
- PPI, (2006)., Handbook of polyethylene pipe, 2nd ed. <https://plasticpipe.org/publications/pe-handbook.html>.
- PPI, (1993)., Engineering properties of polyethylene. Washington, DC; Plastics Pipe Institute, pp. 60.
- Pusz A, Michalik K. Examining the Hardness of the High-Density Polyethylene with Method of the Cone. Arch Mater Sci Eng. 2007;28(8):467–70.
- Reid, T. (2005). Re: Comments on California Department of Housing and Community Development Consideration of the Use of PEX as Potable Water Pipe. Letter to Thomas Enslow, 15.
- Rubeiz, C. G. (2004). Case studies on the use of HDPE pipe for municipal and industrial projects in North America. In Pipeline Engineering and Construction: What's on the Horizon? (pp. 1-10).

- Sangam, H. P. and Rowe, R. K. (2002), Effects of Exposure Conditions on the Depletion of Antioxidants from High-Density Polyethylene (HDPE) Geomembranes. *Journal of Canadian Geotech.* 39, pp. 1221-1230.
- Schmid, M., Ritter, A., & Affolter, S. (2006). Determination of oxidation induction time and temperature by DSC: results of round robin tests. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 83(2), 367-371.
- Skjevrak, I., Due, A., Gjerstad, K. O., & Herikstad, H. (2003). Volatile organic components migrating from plastic pipes (HDPE, PEX and PVC) into drinking water. *Water research*, 37(8), 1912-1920.
- Souza Machado, A. A., Kloas, W., Zarfl, C., Hempel, S., & Rillig, M. C. (2018). Microplastics as an emerging threat to terrestrial ecosystems. *Global change biology*, 24(4), 1405-1416.
- Thomas, R. W. (2011). Performance of Corrugated Pipe Manufactured with Recycled Polyethylene Content (Vol. 696). Transportation Research Board.
- Thomas, R. W. and Nelson J. (2013). The Stepped Isothermal Method for Estimating the Long-Term Creep Strain and Creep Rupture of Polypropylene Resins used in Civil Engineering Applications.
- Viebkke, J., Elble, E., Ifwarson, M., and Gedde, U.W. (1994), Degradation of Unstabilized Medium-Density Polyethylene Pipes in Hot-Water Applications. *Polymer Engineering and Science*, Vol. 34, No. 17, pp. 1354-1361.
- Whelton, A. J., Dietrich, A. M., & Gallagher, D. L. (2010). Contaminant diffusion, solubility, and material property differences between HDPE and PEX potable water pipes. *Journal of Environmental Engineering*, 136(2), 227-237.
- Wypych, G. (2015). Handbook of UV degradation and stabilization. ChemTec Publishing.
- Yeo, S.-S. (2007). Evaluation of creep behavior of geosynthetics using accelerated and conventional methods, Ph.D. Thesis, Drexel University, Philadelphia, Pennsylvania, USA, 185 p.
- Yeo, S.-S., Hsuan, Y.G. (2010). Evaluation of creep behavior of high-density polyethylene and polyethylene-terephthalate geogrids, *Journal of Geotextiles and Geomembranes*, 28(2010), pp 409-421.
- Zee A. Quantum Field Theory in a Nutshell. 2nd ed. Princeton, N.J: Princeton University Press; 2010. 576 p.
- Zhang, J. (2005). Experimental Study of Stress Cracking in High Density Polyethylene Pipes. Ph.D. dissertation, Drexel University, Philadelphia, PA, pp. 179.2136
- Zhang, L., Liu, S., & Liu, W. (2014). Investigation of organic matter migrating from polymeric pipes into drinking water under different flow manners. *Environmental Science: Processes & Impacts*, 16(2), 280-290.