

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



**PROJET DE FIN D'ETUDES POUR L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR  
D'ETAT EN GENIE DE L'ENVIRONNEMENT**

Présenté par : OUKACI Lydia & FEKROUN Chakib

THÈME :

**ETUDE DES IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX DES  
CANALISATIONS GAZ EN POLYETHYLENE**

Soutenu le : 25/06/2011 devant le jury suivant :

- Président :** Monsieur KERBACHI Rabah, Professeur, ENP  
**Examineurs :** Monsieur NAKIB Mamar, Maître assistant, ENP  
Monsieur BALOUL Hakim, Doctorant, ENP  
**Promotrices :** Mademoiselle BACHIR BEY Taous, Doctorante, ENP  
Madame BELHANECHÉ Naima, Professeur, ENP  
**Invités :** Monsieur Bouhouche Said, Président de l'Association des Fabricants  
de Tubes Plastiques  
Monsieur Benbader Aziouez, Ingénieur, CREDEG, SONELGAZ  
Madame Belhousse Samia, Attachée de recherches, UDTS

**PROMOTION Juin 2011**

# REMERCIEMENTS

Nous remercions, tout d'abord et avant tout, **Dieu** le tout puissant de nous avoir permis de mener à bien ce modeste travail, de nous avoir donné la connaissance, la volonté, le courage et surtout la patience durant ce petit parcours de notre vie.

Le présent travail a été réalisé au sein du Laboratoire Polyéthylène du Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité et du Gaz (CREDEG) ainsi qu'au Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement du Département Génie de l'Environnement de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP).

Nous tenons tout d'abord à exprimer notre profonde reconnaissance et nos chaleureux remerciements à madame **N. BELHANECHÉ**, professeur à l'ENP, pour la confiance qu'elle nous a accordés en nous proposant ce sujet, pour sa disponibilité, sa patience, notamment lors de la rédaction de ce mémoire et pour l'ensemble des connaissances qu'elle nous a transmises.

Nos vifs remerciements s'adressent à mademoiselle **T. BACHIR BEY**, doctorante à l'ENP et attachée de recherches au CREDEG, pour son aide précieuse depuis notre arrivée au laboratoire ainsi que pour sa disponibilité, sa patience, ses compétences et son soutien qui ont rendu possible la réalisation de ce travail.

Nous tenons également à remercier monsieur **R.KERBACHI**, professeur à l'ENP, pour l'honneur qu'il nous fait d'accepter de présider le jury de notre soutenance.

Nous remercions monsieur **M.NAKIB**, maître assistant à l'ENP et monsieur **H.BALOUL**, doctorant à l'ENP pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à madame **S.BELHOUSSE**, attachée de recherche à l'UDTS, pour avoir accepté notre invitation à participer au jury. Nous tenons à la remercier aussi pour nous avoir permis d'accéder aux laboratoires de l'Unité de Développement de la Technologie du Silicium (UDTS) et pour toute l'aide qu'elle nous a fournie pour la caractérisation des canalisations étudiées par spectroscopie infrarouge.

Notre reconnaissance va à l'ensemble du personnel du Département Pédologie de l'Agence Nationale des Ressources Hydrauliques (ANRH) qui nous ont accueillis dans leur laboratoire et nous ont précieusement aidés.

Nous voudrions remercier madame **M.ARABI**, attachée de recherches au Centre de Recherches Nucléaires d'Alger (CRNA), pour nous avoir accueillis et aidés à effectuer les analyses par spectrométrie d'absorption atomique.

Nos remerciements vont à Monsieur **L.ZMIRI**, responsable du laboratoire de chimie de la société TUBOPLAST de Oued Smar, qui nous a aidés à effectuer les essais de traction.

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.

# Dédicaces

A mes très chers parents, à qui je ne pourrais jamais assez exprimer mon éternel amour, mon respect et ma gratitude.

Pour votre amour, vos sacrifices, votre patience et votre tendresse, pour votre aide précieuse, vos conseils et vos encouragements,

Que dieu le tout puissant vous garde pour nous.

A ma petite sœur qui m'a soutenu tout au long de cette année.

A ma tante Malika que je voudrais particulièrement remercier, pour son aide, ses encouragements et ses conseils. Puisse-t-elle trouver dans ce modeste mémoire l'expression de mon profond amour.

A mon binôme qui m'a aidé et soutenu tout au long de l'année.

Je dédie ce modeste travail.

**CHAKIB**

# Dédicaces

**Je dédie ce modeste travail**

**A mes très chers parents**

**A mes chers frères et sœur**

**A toute ma famille**

**A mon binôme**

**A tous mes amis**

**A tous ceux qui me sont chers**

**LYDIA**

## Liste des symboles

**MPa** : Mégapascals.

**E** : Energie.

**d<sub>em</sub>** : Diamètre extérieur moyen.

**e<sub>min</sub>** : Epaisseur de paroi minimale (en un point quelconque).

**t<sub>y</sub>** : Tolérance sur l'épaisseur de paroi.

**g** : Gramme.

**Kg** : Kilogramme.

**Mg** : Milligramme

**Min** : Minute.

**ml** : Millilitre.

**h** : Heure.

**mm** : Millimètre.

**l** : Litre.

**cm** : Centimètre.

**ε<sub>r</sub>** : Allongement à la rupture.

**Se** : Résistance au seuil de l'écoulement.

**σ<sub>r</sub>** : Résistance à la rupture.

## Liste des abréviations

**PE** : Polyéthylène.

**PE-HD** : Polyéthylène haute densité.

**PE-BD** : Polyéthylène basse densité.

**DN** : Dimension nominale.

**SDR** : Rapport des dimensions nominales.

**DN** : Dimension nominale.

**DN/OD** : Dimension nominale, liée au diamètre extérieur.

**IRTF** : Infra-rouge à transformée de Fourier.

**HNO<sub>3</sub>** : Acide nitrique.

**TIO** : Temps d'induction à l'oxydation.

**DSC** : Calorimétrie différentielle à balayage.

**IF** : Indice de fluidité.

**IR** : Infrarouge.

**UV** : Ultraviolet.

**AFNOR** : Association Française de Normalisation.

**pH** : Potentiel Hydrogène.

**ppm**: Partie par million.

**SAA** : Spectrométrie d'absorption atomique.

**SG** : Sable grossier.

**SF** : Sable fin.

**SDA** : Sonelgaz distribution Alger.

**SDO** : Sonelgaz distribution ouest.

**SDC** : Sonelgaz distribution centre.

**ETM** : Élément de trace métallique.

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> : Propriétés thermiques des polyéthylènes.....	7
<b>Tableau I.2</b> : Propriétés mécaniques des polyéthylènes.....	7
<b>Tableau I.3</b> : Spécifications techniques.....	12
<b>Tableau III.1</b> : Fonction de quelques éléments dans l'organisme.....	27
<b>Tableau III.2</b> : Teneurs moyennes en métaux lourds.....	27
<b>Tableau IV.1</b> : types de sols en fonction du pH.....	54
<b>Tableau V.1</b> : Tubes utilisés.....	57
<b>Tableau V.2</b> : Diamètres extérieurs moyens et ovalisation.....	58
<b>Tableau V.3</b> : Epaisseur de paroi minimale.....	59
<b>Tableau V.4</b> : Tolérance sur les épaisseurs de paroi.....	59
<b>Tableau VI.1</b> : Mesure du diamètre extérieur moyen ( $D_{moy}$ ).....	70
<b>Tableau VI.2</b> : Mesure de l'épaisseur moyenne ( $e_{moy}$ ).....	71
<b>Tableau VI.3</b> : Calcul de l'ovalisation.....	72
<b>Tableau VI.4</b> : Masse volumique et indice de fluidité des tubes utilisés.....	73
<b>Tableau VI.5</b> : TIO des différents tubes utilisés.....	75
<b>Tableau VI.6</b> : retrait à chaud des différents tubes .....	75
<b>Tableau VI.7</b> : Taux de variation de la l'allongement à la rupture, la résistance au seuil de l'écoulement et la contrainte à la rupture.....	76
<b>Tableau VI.8</b> : Type de rupture des éprouvettes PE.....	77
<b>Tableau VI.9</b> : Bandes caractéristiques du tube n°01 .....	79
<b>Tableau VI.10</b> : Taux d'oxydation des tubes étudiés.....	83
<b>Tableau VI.11</b> : Pourcentage des fractions granulométriques.....	84
<b>Tableau VI.12</b> : pH du sol.....	85
<b>Tableau VI.13</b> : Teneur en métaux lourds.....	86

## Liste des schémas et figures

<b>Schéma I.1</b> : Molécule de polyéthylène.....	4
<b>Schéma I.2</b> : Polymérisation de l'éthylène.....	5
<b>Figure I.3</b> : Eléments de marquage des canalisations PE.....	13
<b>Figure II.1</b> : Allure des courbes de variation de masse dans les deux sens de transfert.....	15
<b>Figure IV.1</b> : Circomètre.....	36
<b>Figure IV.2</b> : Pied à coulisse_ système métrique.....	37
<b>Figure IV.3</b> : Micromètre.....	38
<b>Figure IV.4</b> : Appareillage de mesure de l'indice de fluidité.....	40
<b>Figure IV.5</b> : Méthode de détermination du Temps d'Induction à l'Oxydation à 190°C.....	43
<b>Figure IV.6</b> Eprouvette haltère pour essai de traction.....	45
<b>Figure IV.7</b> : Courbes de traction types des matières plastiques.....	45
<b>Figure IV.8</b> : Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier.....	49
<b>Figure IV.9</b> : Schéma de base d'un appareil de spectrométrie d'absorption atomique.....	51
<b>Schéma V.1</b> : Calcul de l'ovalisation.....	58
<b>Figure VI.1</b> : Le TIO du tube de référence N°01.....	74
<b>Figure VI.2</b> : Spectre IR du tube N°01.....	78
<b>Figure VI.3</b> : Spectre IR du tube N°02.....	79
<b>Figure VI.4</b> : Spectre IR du tube N°03.....	80
<b>Figure VI.5</b> : Spectre IR du tube N°04.....	80
<b>Figure VI.6</b> : Spectre IR du tube N°05.....	81
<b>Figure VI.7</b> : Spectre IR du tube N°06.....	81
<b>Figure VI.8</b> : Spectre IR du tube N°07.....	82

# *Sommaire*

# Sommaire

**Remerciements**

**Dédicaces**

**Liste des principaux symboles et abréviations**

**Liste des tableaux**

**Liste des schémas et figures**

**Introduction Générale .....1**

---

## **Chapitre I : Généralités sur le polyéthylène**

I.1.Introduction.....	3
I.2.Historique.....	3
I.3.Qu'est ce que le polyéthylène.....	3
I.4.Procédé de fabrication.....	4
I.5.Synthèse du polyéthylène.....	5
I.6.Propriétés du polyéthylène.....	5
I.6.1.Propriétés chimiques.....	5
I.6.2.Propriétés thermiques.....	6
I.6.3.Propriétés mécaniques.....	7
I.6.4.Propriétés physiques.....	7
I.7.Applications.....	8
I.8.Additifs.....	8
I.8.1.Les charges.....	9
I.8.2.Les stabilisants.....	9
I.8.3.Les lubrifiants.....	9
I.8.4.Les pigments.....	9
I.8.5.Les plastifiants.....	10
I.8.6.Les additifs antibactériens.....	10
I.9.Problèmes de pollution.....	10

I.10.Les canalisations gaz.....	10
I.10.1.Historique.....	10
I.10.2.Les canalisations en polyéthylène.....	11
I.10.3.Les spécifications des tubes en PE pour la distribution de gaz combustibles.....	12
I.10.4.Interactions canalisations plastique-sol.....	13
I.10.5.Paramètres influençant les migrations des additifs.....	13

---

## **Chapitre II : Vieillessement des polymères**

II.1.Introduction.....	14
II.2.Types de vieillissement .....	14
II.2.1.Le vieillissement physique .....	14
II.2.2.Le vieillissement chimique .....	16
II.3.Mécanismes de la dégradation.....	17
II.4.Caractérisation des polymères vieillis.....	20
II.5. Facteurs de dégradation.....	21
II.5.1.Facteurs internes.....	21
II.5.2.Facteurs externes.....	21
II.6.Durée de vie.....	22
II.7.Tests de vieillissement.....	22

---

## **Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol**

III.1.Introduction .....	24
III.2.Le sol.....	24
III.3.Les métaux et les éléments traces métalliques .....	26
III.4.La Contamination des sols par les métaux lourds .....	28
III.4.1.Sources naturelles de contamination .....	28
III.4.2.Sources anthropiques de contamination.....	28
III.5.Spécificités de la pollution par les métaux .....	29
III.6.Toxicologie des métaux lourds .....	31
III.7.Impact des métaux lourds sur l'environnement.....	32

---

## **Chapitre IV : Description des méthodes de Caractérisation utilisées**

---

IV.1.Introduction. ....	36
IV.2.Caractérisation des conduites.....	36
IV.2.1.Propriétés dimensionnelles .....	36
IV.2.2.Propriétés physico-chimiques et thermiques .....	38
IV.2.2.1.Détermination de la masse volumique .....	38
IV.2.2.2.Détermination de l'indice de fluidité a chaud .....	39
IV.2.2.3.Retrait à chaud .....	41
IV.2.2.4.Temps d'induction à l'oxydation (TIO) .....	42
IV.2.3.Propriétés mécanique .....	44
IV.2.3.1.Essai de traction .....	45
IV.2.3.2.Résistance à la pression hydrostatique.....	47
IV.2.4.Modifications structurales par spectroscopie IRTF .....	48
IV.2.5.Teneur en métaux lourd par la SAA .....	50
IV.3.Caractérisation du sol .....	51
IV.3.1.Granulométrie .....	52
IV.3.2.pH .....	53

---

## **Chapitre V: Méthodologie expérimentale**

---

V.1.Introduction. ....	55
V.2.Description du centre de recherche et de développement d'électricité du gaz.....	55
V.3.Présentation des différents tubes utilisés.....	57
V.4.Caractérisation des conduites:.....	58
V.4.1.Propriétés dimensionnelles .....	58
V.4.2.Propriétés physico-chimiques et thermiques .....	60
V.4.2.1.Détermination de la masse volumique .....	60
V.4.2.2.Détermination de l'indice de fluidité a chaud .....	60
V.4.2.3.Retrait à chaud.....	60
V.4.2.4.Temps d'induction à l'oxydation (TIO) .....	61

V.4.3. Propriétés mécanique .....	61
V.4.3.1. Essai de traction .....	61
V.4.3.2. Résistance à la pression hydrostatique.....	61
V.4.4. Modifications structurales par spectroscopie IRTF .....	62
V.4.5. Teneur en métaux lourd par la SAA .....	62
V.5. Caractérisation du sol .....	63
V.5.1. Granulométrie .....	63
V.5.2. pH .....	65
V.5.3 Teneur en métaux lourd par la SAA .....	65

---

## **Chapitre VI: Résultats et interprétations**

IV.1. Introduction .....	67
IV.2. Caractérisation des tubes utilisés .....	67
IV.2.1. Propriétés dimensionnelles .....	67
IV.2.2. Propriétés physico-chimiques et thermiques .....	71
IV.2.2.1. Indice de fluidité et masse volumique .....	71
IV.2.2.2. Temps d'induction à l'oxydation (TIO) .....	71
IV.2.2.3. Retrait à chaud .....	73
IV.2.3. Propriétés mécanique .....	74
IV.2.3.1. Essai de traction .....	74
IV.2.3.2. Résistance à la pression hydrostatique.....	75
IV.2.4. Modifications structurales par spectroscopie IRTF .....	76
IV.3. Caractérisation des sols .....	82
IV.3.1. Granulométrie .....	82
IV.3.2. pH .....	83
IV.3.3. Teneur en métaux lourd par la SAA .....	83

---

## **CONCLUSION GENERALE**

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## **ANNEXES**

---

# *Introduction Générale*

## Introduction Générale

Le plastique est un produit très récent dans l'histoire de l'humanité, tout le contraire des matériaux traditionnels (bois, métaux, verre, étoffes) connus depuis la plus haute antiquité.

La tendance actuelle, et sûrement dominante dans les années futures, est de véhiculer le gaz via les canalisations en plastique. Cette évolution du marché est la conséquence directe de fortes pressions environnementales dans le but de réduire les canalisations en acier, fonte, etc.

Il ne fait pas de doute que le développement des matériaux polymères présente une importance considérable pour l'industrie des canalisations de transport de gaz naturel, par suite des propriétés particulières de ces matériaux. Le PE est devenu un matériau de choix dans le transport du gaz par canalisation grâce à ses performances physico-chimiques, mécaniques et thermiques. L'utilisation de ce dernier comme matière de fabrication des canalisations destinées au transport du gaz remonte aux années soixante. Toutefois, le premier concept industriel de transport par canalisation aurait été formulé par le Russe Dimitri Mendeleïev en 1863 [1].

En Algérie, l'utilisation des canalisations gaz en PE remonte aux années soixante dix.

Les progrès constants dans la mise en œuvre des polymères a permis de surmonter les problèmes rencontrés et d'améliorer les propriétés et la durée de vie de ces matériaux.

Actuellement, les canalisations en PE possèdent une durée de vie allant jusqu'à 50 ans et plus. Cependant, malgré les progrès réalisés dans le domaine du transport de gaz par canalisations en PE et le soin apporté lors de leurs mises en œuvre, certains problèmes se posent encore à travers le monde [2].

En effet, toute mise en œuvre nécessite l'incorporation d'additifs : stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges,... Ils sont incorporés au polymère dans le but de faciliter la mise en œuvre ou de conférer des propriétés spécifiques. Ces derniers peuvent être toxiques induisant des troubles chroniques et portant atteinte à l'environnement. En effet, les propriétés fonctionnelles des canalisations en PE se détériorent au cours de leur utilisation; ce phénomène est connu sous le nom de vieillissement et il conduit vers une contamination du sol par perte d'adjuvants, comme le cas des métaux lourds.

De nombreuses études ont mis en évidence le caractère cancérigène des métaux lourds qui présentent un risque toxicologique important, même aux faibles concentrations [3]. En outre, ces composés sont peu biodégradables, ce qui les rend persistants dans le sol. Ainsi leur sort dans l'environnement est devenu un sujet préoccupant [4].

De nombreuses études ont montré que les sols constituaient le principal point de fuite environnemental des métaux lourds [5].

L'objectif de ce travail sera, d'une part de contribuer à une meilleure compréhension des propriétés et des mécanismes de vieillissement du PE et, d'autre part, d'établir une méthodologie permettant de diagnostiquer l'état de dégradation des canalisations vieilles utilisées par la société SONEGAS et leurs impacts sur l'environnement. Pour cela 6 tubes ayant des tranches d'âge variables (11,24 et 25 ans) seront considérés.

Ce manuscrit débutera par un premier chapitre bibliographique dans lequel sont exposées les généralités sur le PE, ses propriétés et ses avantages, ainsi que les additifs incorporés pour sa mise en œuvre. Il est suivi d'un deuxième chapitre qui porte sur le vieillissement du PE et ses mécanismes de dégradation.

Dans le troisième chapitre, notre attention se portera sur la présence des métaux lourds dans le sol (sources, toxicité,...), leur devenir, et leur impact sur l'environnement quand leurs concentrations dépassent le seuil d'utilisation.

Le quatrième et le cinquième chapitre sont consacrés respectivement aux méthodes de caractérisation ainsi que la méthodologie utilisée dans laquelle nous donnons une description détaillée des canalisations, des échantillons du sol prélevés, du Centre de Recherche et de Développement de l'électricité et du Gaz (CREDEG), des dispositifs de mesure, des techniques expérimentales, ainsi que les normes que nous avons utilisées.

Après avoir décrit les matériaux et techniques expérimentales utilisées dans cette étude, nous présenterons dans le sixième chapitre la partie centrale de notre mémoire, c'est-à-dire, l'exposé des résultats expérimentaux relatifs aux caractérisations physico-chimiques, thermiques et mécaniques des canalisations en PE utilisées, ainsi que les analyses des sols effectuées. Dans une approche comparative, les résultats obtenus sont discutés et analysés.

Enfin, une conclusion générale est donnée.

# *Chapitre 1*

## *Généralités sur le PE*

## I.1.Introduction

Les possibilités variées d'utilisation des plastiques, leurs qualités d'adaptation, leur facilité de transformation et leurs avantages technologiques les ont fait rechercher, en particulier dans la distribution du gaz. Afin de mieux comprendre les choix effectués, il nous a semblé utile de décrire dans ce chapitre, le polymère utilisé pour le transport du gaz, le polyéthylène [6].

## I.2.Historique

Le polyéthylène a été inventé par "Imperial Chemical Industries " (ICI) en 1933, en Angleterre par un procédé à haute pression [7]. Au cours d'essais effectués sur l'éthylène, on trouva de petites quantités d'un produit blanc dans le récipient de réaction. Ce solide analysé se révéla être un produit de polymérisation de l'éthylène comportant plus de 500 molécules de monomère [8].

Le PE a été commercialisé à partir de 1941. Les premières utilisations ont été faites pour l'isolation de câbles pour les besoins militaires dans les nouvelles technologies de communications et de radars pendant la seconde guerre mondiale. Le PE était de type polyéthylène à basse densité (PE-BD). Le vrai départ a eu lieu au courant des années cinquante par le développement de nouvelles technologies de production à basse pression (PE-BD, PE-MD et PE-HD). Les premiers essais de fabrication de tuyau en PE-HD ont eu lieu dans les années cinquante [7].

L'industrialisation à grande échelle du PE est encore plus récente. Elle a eu lieu à la fin des années soixante par la diversification des types de PE (PE-BD et PE-HD) et d'autres variantes ont continué à voir le jour avec la sophistication de nouvelles technologies. Elle a touché le domaine de la tuyauterie au courant des années soixante-dix en Amérique du Nord [7].

## I.3.Qu'est-ce que le polyéthylène

Une molécule de polyéthylène est une longue chaîne d'atomes de carbone, avec deux atomes d'hydrogène attachés à chaque atome de carbone [9]. (Schéma I.1).



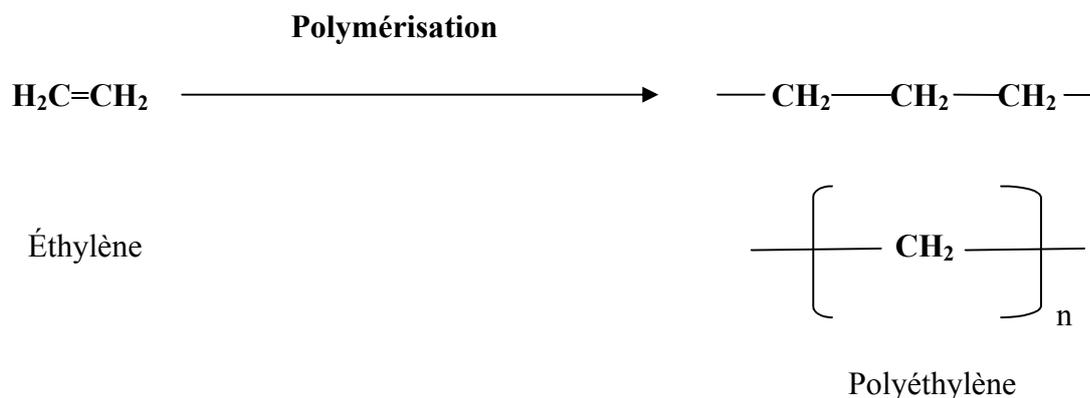
## Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

---

Des usines analogues furent par la suite installées en Europe au voisinage des raffineries de pétrole conformément à la méthode américaine [8].

### I.5.Synthèse du polyéthylène

Le polyéthylène est issu de la polymérisation du monomère éthylène.



**Schéma I.2 : Polymérisation de l'éthylène [6].**

Les deux voies essentielles pour fabriquer des polyéthylènes hautes densité sont des réactions de polymérisation catalysées par des systèmes à base d'oxyde de chrome ou des composés organométalliques de type Ziegler-Natta. La polymérisation utilise un procédé de catalyse à basse pression [6].

#### I.5.1.Polymérisation catalysée par un oxyde métallique

Ce type de polymérisation a lieu dans des conditions de température et de pression moyennes. La méthode la plus couramment employée vient du procédé Phillips. Les oxydes de chrome sont les catalyseurs les plus largement utilisés pour la production de polyéthylène haute densité, avec un peu plus de la moitié de la production mondiale [11].

#### I.5.2.Polymérisation de type Ziegler-Natta

Cette voie de synthèse a lieu dans les conditions de température et de pression relativement faibles, légèrement inférieures aux conditions précédentes. La variété de catalyseurs est immense [6].

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

---

## **I.5.2.1.En milieu non solvant**

Température de 50 à 100°C

Pression : quelques bars

## **I.5.2.2.En solution**

Température supérieure à 100°C

Pression : 2 à 4 MPa

Les deux voies essentielles pour fabriquer des polyéthylènes basse densité sont [6] :

## **I.5.2.3.Autoclave**

Pression : de 120 à 250 MPa

Initiateur : les peroxydes

## **I.5.2.4.Procédé tubulaire**

Réacteur constitué d'un tube à haute pression de 500 à 1500 m

Initiateur : oxygène.

## **I.6.Propriétés du polyéthylène**

### **I.6.1.Propriétés chimiques**

Le polyéthylène diffère des autres polymères, il est totalement insoluble dans les solvants organiques à des températures inférieures à 60°C, il se dissout rapidement dans les hydrocarbures et les solvants chlorés [8]. Il est très résistant aux acides faibles, et même aux acides forts non oxydants. Le polyéthylène peut être attaqué par des bactéries ou des micro-organismes. Il est aussi sensible à la lumière, on le protège par du noir de carbone ou par des additifs anti UV [12].

### **I.6.2.Propriétés thermiques**

A 40°C, le matériau se comporte presque élastiquement, alors qu'il subit une déformation plastique importante sous l'effet d'une contrainte, à la température de 100°C

Quelques propriétés mécaniques du PE sont illustrées dans le tableau I.1

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

**Tableau I.1 : Propriétés thermiques des polyéthylènes [13].**

Propriétés	Unité	PE-HD	PE-BD
Coefficient de dilatation thermique	$10^{-5} \text{ K}^{-1}$	12-18	23
Conductivité thermique	$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	0.35-0.47	0.3
Température de fusion	$^{\circ}\text{C}$	125-135	105-125
Température max d'utilisation	$^{\circ}\text{C}$	100-120	80-90
Température min d'utilisation	$^{\circ}\text{C}$	(-100)-(-75)	(-100)-(-70)

## I.6.3. Propriétés mécaniques

Le polyéthylène est une matière très souple en faible épaisseur. Les propriétés mécaniques dépendent de la configuration des molécules et sont d'autant plus meilleures que le degré de polymérisation est plus élevé [12].

En particulier :

- La rigidité et la résistance à la rupture augmentent avec la cristallinité et la masse moléculaire ;
- La résistance au choc et à la déchirure diminuent avec la cristallinité, et augmentent avec la masse moléculaire.

Quelques propriétés mécaniques du PE sont illustrées dans le tableau I.2

**Tableau I.2 : Propriétés mécaniques des polyéthylènes [13]**

Propriétés	Unité	PE-HD	PE-BD
Indice de fluidité (190 $^{\circ}\text{C}$ )	g/10 min	0.15-0.18	0.2-70
Résistance à la rupture	%	150-1000	400-1000
Module d'élasticité en traction	GPa	0.5-1.1	0.2-0.6
Contrainte de rupture en traction	MPa	14-40	8-26

## I.6.4. Propriétés physiques

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique de densité qui varie entre 0,91 et 0,96, translucide, et facilement recyclable [14]. C'est un bon isolant thermique, stable aux UV grâce à l'additif antioxydant, imperméable et résistant à la corrosion, aux chocs et aux changements de température [12].

## I.7.Applications

Le polyéthylène est le polymère de synthèse le plus employé. Il compose notamment la moitié des emballages plastiques (films à usage alimentaire, agricole...).

L'utilisation la plus visible du polyéthylène est les sacs plastiques [14].

Les principales applications du PE-HD sous forme rigide : flacons (détergents, cosmétiques...), bouteilles, réservoirs de carburant d'automobiles etc. [13].

Les principales applications du PE-BD sous forme souple : sacs, films, sachets, sacs poubelles, récipients souples, etc. [14].

Le PE est utilisé également pour [13] :

- La fabrication de gaines de câbles.
- Films à usage agricole: couvertures de serres, etc.
- Objets domestiques : bassines, cuvettes, bacs, bouchons, etc.
- Fleurs artificielles, jouets, pièces industrielles diverses.
- Tuyaux et tubes.

Le polyéthylène est également utilisé dans le conditionnement des aliments [14].

## I.8. Additifs

On appelle additifs, les substances mélangées aux polymères, destinées à modifier ou améliorer leur comportement, ou les propriétés d'usage des matériaux finis (propriétés physiques, stabilité à l'environnement). Le mélange du polymère avec l'additif donne ce qu'on appelle le compound.

Les additifs sont des composés organiques ou organométalliques, souvent de faible masse moléculaire par rapport à celle du polymère, utilisés en faible concentration.

On sépare habituellement les additifs en catégories fondées sur leur effet principal : plastifiants, stabilisants, lubrifiants, colorants, agents antichocs..., dont les fonctions principales sont théoriquement connues, mais dont l'usage doit tenir compte de nombreuses contraintes d'environnement [22].

### I.8.1.Les charges

On désigne sous le nom général de charge toute substance minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

---

mécaniques, électriques ou thermiques [23].

Les plus utilisées sont : Le noir de carbone, les fibres de verre, les carbonates de calcium, etc. [24]. La présence des charges a pour effets une augmentation de la densité, de la résistance à la traction, et à la température [25].

## I.8.2. Les stabilisants

Les matières plastiques sont constituées de produits organiques, donc sensibles à tous les agents atmosphériques tels que la température, l'humidité, beaucoup de catalyseurs comme les métaux lourds, les détergents, les solvants, etc.

Les principales actions des stabilisants sont les suivantes :

- ✓ contre la chaleur : ils sont utilisés universellement en raison de la protection qu'ils assurent lors des opérations de moulage ou d'extrusion ;
- ✓ contre le rayonnement UV : pour toutes les pièces utilisées à l'extérieur.

Les principaux types de stabilisants sont les suivants [26]:

### I.8.2.1. Les antioxydants :

Ceux utilisés pour le PE sont les amines aromatiques et les dérivés phénoliques [24].

### I.8.2.2. Les anti-lumières (anti U.V)

Ces additifs absorbent la lumière à la place du polymère.

## I.8.3. Les lubrifiants

Ils permettent de démouler des pièces compliquées, d'une part, qui ont tendance à se bloquer dans les moules et de simplifier les opérations d'extrusion [25] et éliminent le frottement externe entre le polymère et la surface métallique de l'équipement de mise en forme, d'autre part [27].

Dans le cas du polyéthylène, ce sont des lubrifiants internes d'origine synthétique comme l'acide palmitique qui sont les plus utilisés [28].

## I.8.4. Les pigments

La plupart des compounds étant opaques, on utilisera des pigments plutôt que des colorants. Selon leur structure et leur dureté, leur influence sur le compound sera sensible [24].

Les pigments les plus utilisés sont:

- ✓ Les pigments jaunes : sulfure de cadmium, chromate de plomb ;
- ✓ Les pigments noirs : noirs de carbone.

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

---

## I.8.5. Les plastifiants

Le plastifiant du polymère est une substance de volatilité faible ou négligeable, destinée à augmenter l'extensibilité. Son action peut aussi se traduire par une réduction de la viscosité à l'état fondu.

Les principaux types de plastifiants sont les époxydes dont le plus connu est l'huile de soja époxydée.

## I.8.6. Les additifs antibactériens

Les additifs antibactériens empêchent la prolifération des microbes, bactéries ou microorganismes responsables de la dégradation ou pourriture des produits [29].

## I.9. Problèmes de pollution

Les nuisances dues aux additifs des polymères peuvent se manifester dans différentes circonstances : pollution de l'environnement, problèmes d'hygiène dans les ateliers de transformation, migrations dans les aliments.

Il y a un risque de pollution par des additifs minéraux au moment de l'incinération industrielle des déchets (stabilisants à base de cadmium, de plomb) [22].

## I.10. Les canalisations gaz

L'augmentation de la demande d'énergies telles que le gaz nécessite de plus en plus la construction de nouvelles lignes de pipelines. En effet, ces derniers, sont devenus, ces 50 dernières années, le moyen d'acheminement le moins coûteux et le plus sûr pour de grandes quantités d'énergies et sur des longues distances.

### I.10.1. Historique

Le transport du gaz naturel est par nature beaucoup plus difficile que celui du pétrole en raison de son état gazeux induisant une forte compressibilité et une faible densité énergétique. La distribution du gaz naturel représente la partie « capillaire » de l'infrastructure globale d'acheminement du gaz vers le consommateur [15].

Des réseaux pour le transport de gaz existent depuis les temps historiques les plus anciens. Au XIX<sup>e</sup> siècle, la civilisation industrielle a vu se développer des installations complexes qui comprenaient des systèmes de transport locaux par canalisations [16].

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

---

Le premier concept industriel de transport par canalisation aurait été formulé par le Russe Dimitri Mendeleïev en 1863. Il suggéra une solution technique utilisant des tubes pour transporter du gaz. Le transport par canalisation est généralement le moyen le plus économique pour transporter le gaz naturel sur de grandes distances terrestres [16].

Le transport par canalisation est le mode de transport de gaz naturel le plus développé dans le monde avec près de 1 000 000 km de canalisation. La longueur d'une canalisation peut atteindre plusieurs milliers de kilomètres. Il existe de nombreux projets de construction de canalisations en Europe qui visent à augmenter la sécurité d'approvisionnement des grands consommateurs, et plus particulièrement, le Royaume-Uni, l'Italie et l'Espagne.

Les canalisations permettent d'acheminer de gros volumes de gaz moyennant un impact paysager limité, puisque les canalisations de transport sont enterrées. Il bénéficie d'une simplicité de fonctionnement, mais il est toutefois pénalisé par son manque de souplesse.

Le transport par canalisation est également sensible. De par sa longueur et son exposition aux dommages potentiels dus aux travaux de génie civil et agricoles, le réseau de transport de gaz naturel requiert un suivi permanent de son état [15].

Historiquement en acier et en fonte, les tubes étaient soudés bout à bout ; leur diamètre nominal et leur pression de service étaient déterminées par optimisation économique à partir des débits de gaz à transporter, les canalisations étaient protégées de la corrosion par l'application de revêtements externes.

Les canalisations sont maintenant construites majoritairement en matière plastique et assemblées par électro soudage, que ce soit le raccord entre deux tubes, ou les différents organes constitutifs [15].

Actuellement, dans le monde entier, les tubes en matières plastiques et plus particulièrement en polyéthylène, gagnent de plus en plus de parts de marché pour les canalisations destinées au transport de gaz.

## I.10.2. Les canalisations en polyéthylène

Les tubes en matières plastiques gagnent régulièrement en importance dans la conception d'installations de transport des fluides et ce, dans le monde entier. Cette tendance reflète le développement des matières plastiques et l'exploitation des avantages qu'elles offrent par rapport aux matériaux traditionnels [16].

Mis en œuvre dans les années cinquante, le polyéthylène (PE) ne cesse de se développer, en raison de ses performances et de l'extension de ses applications, comme matériau du futur. Les premières applications du PE dans les canalisations remontent au milieu des années soixante dans le domaine de la distribution du gaz naturel. Depuis, ses domaines d'application se sont étendues pour couvrir, entre autres, la distribution de l'eau, les fluides industriels...

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

Les raisons pour l'utilisation du polyéthylène sont innombrables, nous citons certaines d'entre elles [17,18] :

- Facile à poser ;
- Fiable, pas de fuite ;
- Durée de vie prouvée par l'expérience et les tests de vieillissement (50 ans et plus) ;
- Résiste chimiquement lors du transport des fluides industriels et des eaux usées ;
- Résiste à la corrosion ;
- Se raccorde facilement aux réseaux existants (fonte, acier...) ;
- Insensible aux mouvements de terrain (tremblements de terre).

## I.10.3. Les spécifications des tubes en PE pour la distribution de gaz combustibles

### I.10.3.1. Spécifications techniques

Les canalisations en polyéthylène utilisées pour la distribution de gaz à moyenne pression doivent être fabriquées conformément aux spécifications exigées par chaque pays. En Algérie ; la SONELGAZ exige que les tubes et raccords en PE soient conformes aux spécifications de son propre guide technique de distribution gaz. Ce dernier est basé sur les exigences de la norme EN 1555.

Tableau I.3 : Spécifications techniques [19].

Caractéristiques	Spécification	Méthode d'essai
Aspect		EN 1555-2
Dimensions		prEN ISO 3126
Retrait à chaud	≤ 3% aspect conservé	EN 743
Résistance à la pression hydraulique à 80°C	PE 80 165 h : 4.6 MPa	EN 921
Traction (allongement à la rupture)	≥ 350%	ISO 6259-1 et ISO 6259-3
Masse volumique	≥ 930 kg/m <sup>3</sup>	ISO 1183
Indice de fluidité	0.2-1.4 g/10min	ISO 1133
Stabilité à l'oxydation	≥ 20 min	EN 728

### I.10.3.2. Désignation et marquage des canalisations PE :

Un tube PE est désigné par [19] :

# Chapitre 1 : Généralités sur le polyéthylène

- L'appellation PE 80 ou PE 100 ;
- Les dimensions nominales ;
- Eventuellement, la référence à une norme particulière.

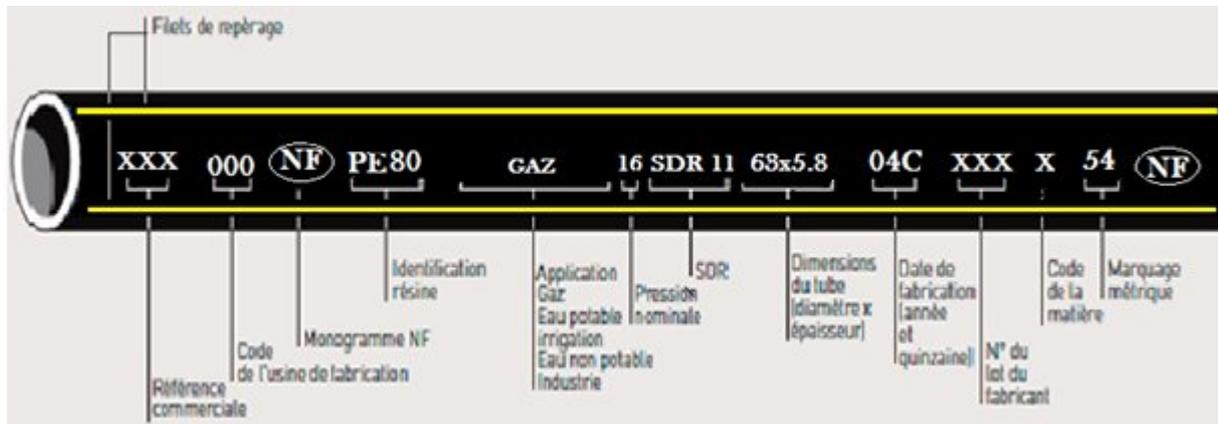


Figure I.1 : Eléments de marquage des canalisations PE [19].

Les éléments de marquages ci-dessous doivent être portés obligatoirement sur les tubes PE :

- Nom du fabricant ou sigle commercial ;
- Pression nominale PN (bars) ;
- Nature de fluide ;
- Dimensions nominales ;
- Matière, N° du lot, date de fabrication.

## I.10.4. Interactions canalisations plastiques-sol

Les canalisations plastiques peuvent contenir des produits appelés adjuvants qui servent à modifier ou à améliorer les propriétés physiques, chimiques et mécaniques du plastique afin d'obtenir une optimisation pendant la fabrication, l'usage et le recyclage tels que les plastifiants, les stabilisants, ... etc. Mais en même temps, ces additifs peuvent avoir des impacts sur les sols dans lesquels les canalisations sont plongées [20].

## I.10.5. Paramètres influençant les migrations des additifs

Les facteurs pouvant influencer la migration sont résumés comme suit [21] :

- Le polymère qui intervient par sa nature, sa masse moléculaire et ses propriétés physiques.
- La nature de l'additif en question, ses interactions possibles avec les autres additifs (stabilisant, plastifiant, colorant, lubrifiant, antioxydant) et / ou le milieu en contact.
- Les conditions opératoires (l'exposition à la température, à l'eau, à des contraintes mécaniques, etc.).

# *Chapitre II*

## *Vieillissement des polymères*

### II.1.Introduction

Les matériaux finis conçus pour des applications à l'extérieur peuvent se dégrader au cours du temps lorsqu'ils sont utilisés. On dit qu'ils "vieillissent" lorsque leur structure change du fait de leur contact avec la lumière, la chaleur, l'humidité et l'oxygène, etc. [30].

Cette dégradation est le résultat d'une modification de la structure chimique des macromolécules qui provoque à long terme la dégradation des propriétés de ces matières [31].

Le vieillissement pose bien entendu des problèmes lorsqu'il se traduit par une altération des propriétés comme l'aspect, la résistance mécanique, thermique, etc. Le phénomène de vieillissement des matériaux polymères et ses répercussions sur la fiabilité des systèmes de canalisations, en l'occurrence les canalisations de gaz ont fait et continuent de faire l'objet de nombreuses investigations.

La dégradation des polymères correspond à une limitation importante de la variété de leurs applications et la notion de durabilité a dû être introduite pour adapter au mieux les caractéristiques du matériau polymère à celles requises pour ses applications [30].

### II.2.Types de vieillissement

Le vieillissement est défini comme une évolution lente et irréversible d'une ou plusieurs propriétés du matériau, résultant de modifications de sa structure, de sa morphologie ou de sa composition.

Deux catégories de vieillissement peuvent être distinguées [32] :

#### II.2.1.le vieillissement physique

Il englobe les phénomènes dans lesquels la structure chimique des macromolécules et autres constituants du matériau polymère n'est pas modifiée. Il regroupe, les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, les phénomènes de relaxation, les phénomènes liés aux transferts de masse comme l'absorption ou la diffusion de molécules [33].

Le vieillissement physique est un facteur secondaire pour les polymères semi-cristallins, d'une part, parce qu'il est généralement moins évident et, d'autre part, parce que les propriétés mécaniques dépendent dans une large mesure du comportement de la phase cristalline. Ce facteur est particulièrement important dans les polyéthylènes [34].

Parmi les types de vieillissement physique on peut citer :

### II.2.1.1. Vieillessement physique par transfert de masse

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité électrique des groupes en présence. C'est pourquoi les polymères peu polaires tels que le polyéthylène ont peu ou pas d'affinités avec la majorité des solvants [35].

Le transfert de masse peut se faire soit par pénétration de solvants dans le polymère soit par perte d'adjuvants, ce qui se traduit par la perte des propriétés. Le polyéthylène va perdre les propriétés que lui conférerait l'adjuvant. Dans le cas où le polyéthylène ne contient pas d'additif au départ, une faible masse moléculaire (vapeur, liquide) va pénétrer le matériau en provoquant des effets indésirables (modifications volumiques, fissurations, ...) avec l'augmentation de la concentration. Le solvant le plus courant est l'eau qui peut poser des problèmes parce que les polymères ne sont pas totalement hydrophobes [36].

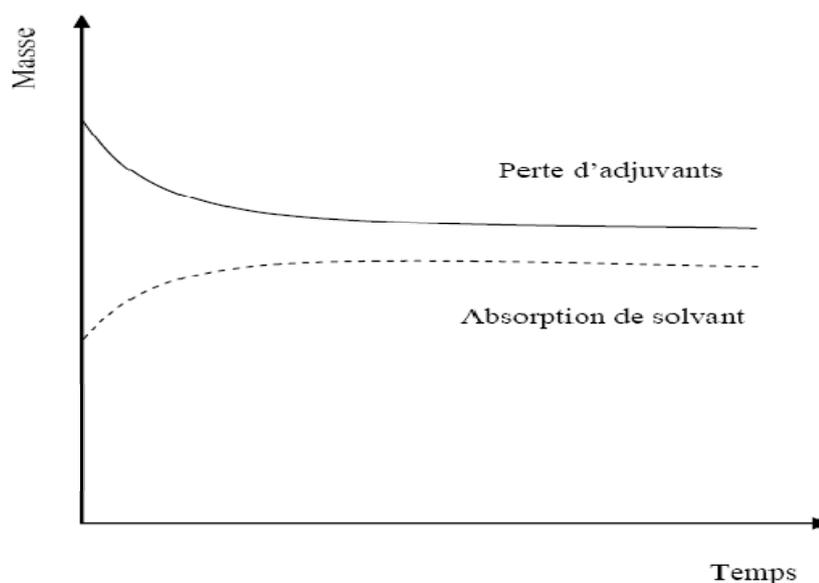


Figure II.1 : Allure des courbes de variation de masse dans les deux sens de transfert [35].

Le vieillissement physique par transfert de masse se fait selon des mécanismes suivants :

#### ➤ L'évaporation

Lorsque les adjuvants sont de petites molécules, ils sont susceptibles de s'évaporer et de migrer rapidement hors du polymère. La capacité d'évaporation du plastifiant est intimement liée au poids moléculaire de ce dernier [37].

### ➤ L'extraction

Les phénomènes d'extraction sont à prendre en compte dans le cas de contact entre un polymère et un milieu liquide [38].

### II.2.1.2. Vieillessement physique sans transfert de masse

On a trois cas :

#### ➤ Fissuration en milieu tensioactif

Les polymères, et plus particulièrement le polyéthylène, sont le siège de fissurations dans les zones les plus contraintes. Ce phénomène dépend de plusieurs paramètres à savoir la contrainte mécanique et la température [39].

#### ➤ Vieillessement physique interne

Le vieillissement physique interne est uniquement lié à des causes internes au matériau (mobilité moléculaire). Le vieillissement physique se traduit par une réduction du volume [40].

#### ➤ Chocs thermiques

Les chocs thermiques augmentent quand la température du milieu varie rapidement.

### II.2.2. le vieillissement chimique

Le vieillissement chimique concerne quant à lui tous les phénomènes conduisant à une modification chimique du matériau. Dans la pratique, il s'agit le plus souvent d'un vieillissement entraîné par l'attaque d'un réactif chimique [41]. Les principaux types de réactions intervenant lors du vieillissement chimique sont les suivants :

#### ➤ Coupure de chaînes statistiques

Sur le plan de la structure, ces coupures de chaînes provoquent une diminution de la longueur moyenne des chaînes donc une diminution de la masse moléculaire moyenne. Les coupures de chaînes affectent considérablement les propriétés mécaniques car elles sont responsables de fragilisation du matériau [35].

#### ➤ Oxydation

Les matériaux polymères sont le plus souvent en contact avec l'oxygène. Leur caractère organique et la nature des agressions qu'ils subissent font par ailleurs qu'ils soient le

## Chapitre II : Vieillissement des polymères

---

siège de processus radicalaires. Or, les radicaux libres ont la propriété de réagir très rapidement avec l'oxygène, d'où l'importance des processus d'oxydation dans le vieillissement. L'oxydation est une réaction en chaîne amorcée par la rupture d'une liaison en radicaux libres. Elle se traduit par l'accumulation de groupes tels que -OH et >C=O. La dégradation thermo-oxydante du PE est largement dominée par des coupures de chaînes et la formation de groupes polaires tels que : cétones, aldéhyde, alcool et acides. Les coupures de chaînes entraînent la diminution de la viscosité du polymère [42].

Parmi les types de vieillissement chimique on peut citer [43] :

### II.2.2.1. Vieillissement thermochimique

C'est le vieillissement chimique en atmosphère inerte ou dans l'air dont la cinétique dépend essentiellement d'un paramètre externe : la température.

On peut citer le vieillissement par thermo-oxydation, qui concerne juste les zones amorphes du polyéthylène.

### II.2.2.2. Vieillissement photochimique

Dans le cas du polyéthylène, les problèmes de vieillissement photochimique sont exclusivement liés à l'existence d'irrégularités structurales et d'impuretés absorbantes capables de photosensibiliser le polymère.

### II.2.2.3. Vieillissement radiochimique

C'est l'ensemble des processus résultant directement ou indirectement de l'interaction entre le polyéthylène et les radiations ionisantes (rayons X,...).

## II.3. Mécanismes de la dégradation

Quel que soit le facteur de dégradation et l'évolution ultérieure du matériau, la dégradation d'un polymère commence toujours par une rupture de liaison (scission primaire). L'énergie nécessaire à cette dégradation peut être d'origine thermique, lumineuse, mécanique, chimique,...etc. [31].

Les principaux modes de dégradation qui peuvent toucher le polyéthylène sont:

### II.3.1. La dégradation thermique

Elle est caractérisée par la rupture de la plus faible liaison, donc elle est déterminée par l'énergie de dissociation. Elle est en relation directe avec les liaisons constitutives du polymère [44].

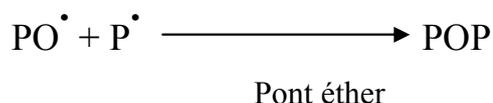
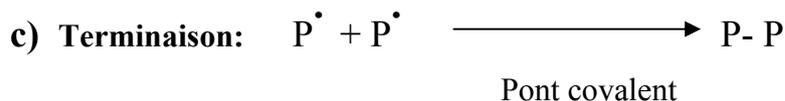
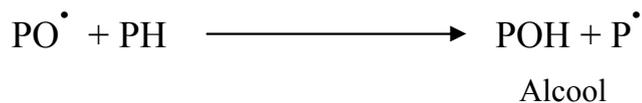
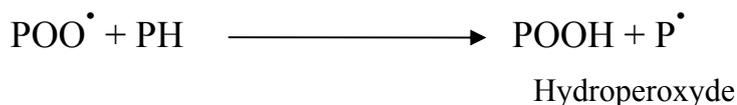
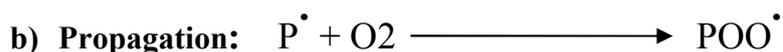
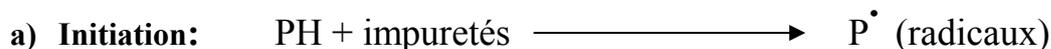
## Chapitre II : Vieillessement des polymères

### II.3.2. La thermo oxydation

L'exposition prolongée à des températures modérées engendre une oxydation thermique du polyéthylène. Le mécanisme est constitué de plusieurs étapes très complexes et est influencé par plusieurs facteurs: oxygène, pression, température, structure moléculaire [45].

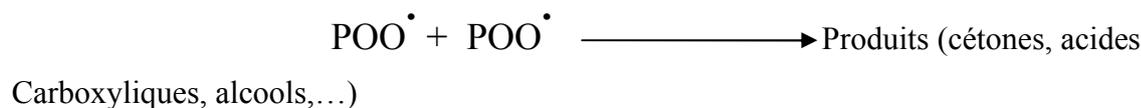
Sous l'effet d'une thermo-oxydation, les chaînes subissent des coupures qui provoquent une diminution de la masse moléculaire [36].

Un schéma standard des mécanismes d'oxydation est le suivant [43] :

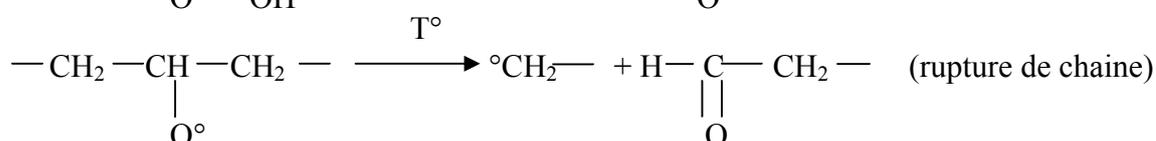
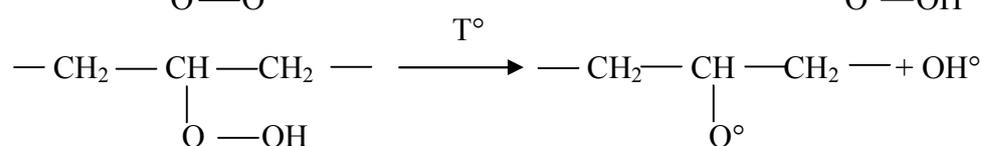
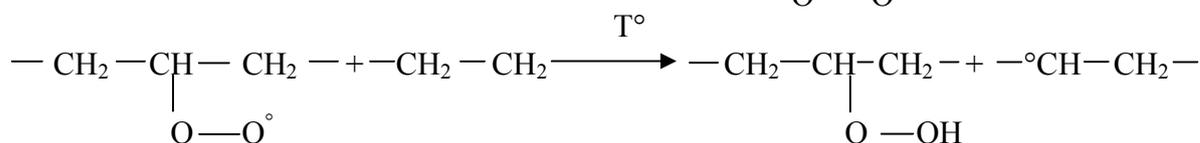
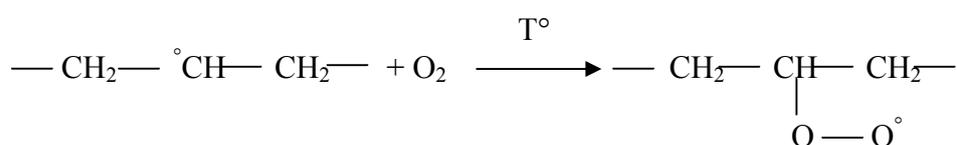


## Chapitre II : Vieillessement des polymères

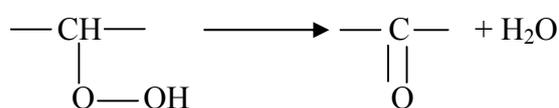
---



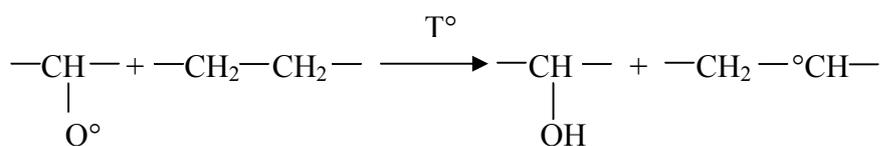
Le mécanisme de la thermo-oxydation du polyéthylène est régi par les réactions suivantes [46] :



**Aldéhyde**

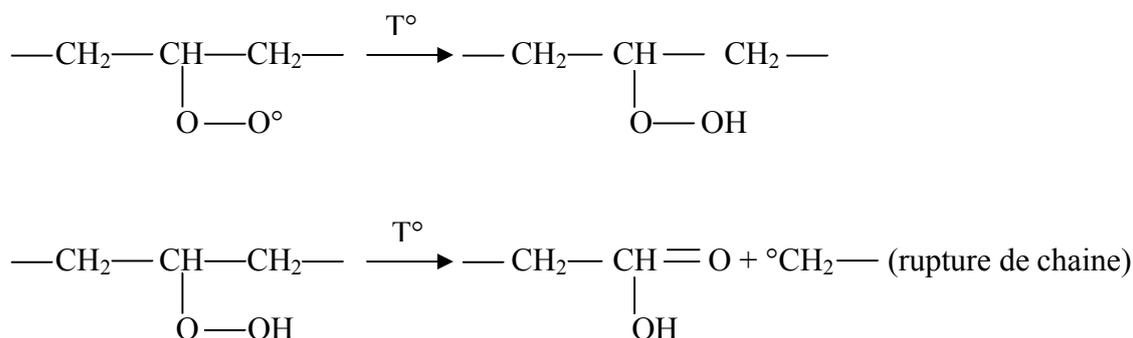


**Cétone**



**Alcool**

## Chapitre II : Vieillessement des polymères



Acide Carboxylique

### II.3.3. La photo oxydation

La photo oxydation du polyéthylène procède par un mécanisme en chaîne provoqué par les radicaux libres en présence d'oxygène et de lumière ultraviolette qui rompt des liaisons moléculaires et génère des hydroperoxydes et des groupes hydroxyles qui absorbent également les rayonnements UV [47].

## II.4. Caractérisation des polymères vieillis

Les défaillances constatées concernent généralement les propriétés fonctionnelles liées à l'aspect, à la tenue mécanique, aux propriétés électriques, la perméabilité...etc. Et selon le type de ces propriétés, on peut classer la caractérisation du polymère vieilli en trois méthodes : chimique, physique et mécanique [48].

### II.4.1. Méthodes chimiques

Ces méthodes sont utilisées pour déterminer la nature chimique de la dégradation et elles donnent souvent l'indication sur le matériau qui a subi un changement. L'absorption de l'oxygène peut être mesurée directement par des méthodes manométriques. Elle est généralement mise en évidence par le signal d'absorption infrarouge des produits d'oxydation.

### II.4.2. Méthodes physiques

Ces méthodes visent la morphologie de l'échantillon. La microscopie optique et/ou la microscopie à balayage d'électrons sont utilisées pour vérifier l'endommagement de la surface.

### II.4.3.Méthodes mécaniques

On peut citer les essais mécaniques tels que l'essai de traction et la résistance au choc qui sont réalisés selon des méthodes normalisées. Dans l'essai de traction l'allongement à la rupture est souvent l'élément le plus sensible au vieillissement.

## II.5.Facteurs de dégradation

Selon la nature du polymère et son exposition à des milieux d'utilisation on peut distinguer des facteurs internes et externes de sa dégradation [49] :

### II.5.1.Facteurs internes

Ce sont les facteurs qui ont une relation directe avec le polymère :

#### II.5.1.1.Composition

La nature du polymère et celle des adjuvants divers jouent un rôle variable dans la résistance à la corrosion par différents agents.

#### II.5.1.2.Structure

La structure cristalline ou amorphe du réseau et son taux éventuel de cristallinité jouent un rôle dans la dégradation du polymère.

### II.5.2.Facteurs externes

On peut citer les :

#### II.5.2.1.Radiations

Les radiations UV sont capables de rompre plusieurs liaisons dans les polymères.

#### II.5.2.2.Gonflement par les solvants

Les polymères linéaires présentent une sensibilité à la plupart des solvants. Elle peut être négligeable ou aller jusqu'à la fissuration. Elle dépend de la composition et de la structure macromoléculaire. On a le gonflement par augmentation de masse ou du volume.

## Chapitre II : Vieillessement des polymères

---

### II.5.2.3. Contraintes thermiques

En raison de la mauvaise conductibilité des plastiques, des chocs thermiques peuvent provoquer leur rupture brutale ou une simple fissuration.

### II.5.2.4. Contraintes mécaniques

Le vieillissement mécanique se manifeste par une fissuration ou une fatigue.

## II.6. Durée de vie

La durée de vie d'un matériau est définie par le temps pendant lequel ce matériau, ou plus précisément une de ses propriétés va conserver sa fonctionnalité dans des conditions bien définies, sans nécessiter de réparations importantes des dommages.

La durée de vie dépend des conditions d'utilisation (contraintes mécaniques, fatigue), des conditions climatiques auxquelles le matériau est soumis (climat tropical, subtropical, tempéré...) [33].

## II.7. Tests de vieillissement

Les tests de vieillissement des matériaux peuvent être réalisés, soit à l'exposition directe au soleil, soit en conditions d'exposition artificielle [50].

Ces essais ont pour objectif l'acquisition de renseignements permettant de prévoir le vieillissement des matériaux dans les conditions de service. Ils sont de deux types :

### II.7.1. Vieillessement naturel

Les essais sont réalisés en exposant des objets plastiques dans un milieu naturel (lumière naturelle, chaleur, etc.) et à évaluer l'effet de ce milieu sur les plastiques en mesurant une ou plusieurs de leurs caractéristiques avant et après exposition [51]. Les essais de vieillissement en lumière naturelle sont par définition très longs et difficilement comparables car les conditions d'essais ne peuvent pas être contrôlées. Par conséquent, des méthodes et des équipements de tests en condition d'exposition artificielle ont été développés [50].

Par ailleurs, il existe plusieurs stations d'essais de vieillissement naturel dans le monde comme la station MIAMI en FLORIDE [52] et BANDOL en FRANCE [53].

### II.7.2. Vieillessement artificiel (accéléré)

Afin d'obtenir rapidement des informations sur le comportement des matériaux, il existe des appareils spécifiques permettant de réaliser des vieillissements accélérés. Cependant, le spectre lumineux des lampes utilisées diffère du spectre solaire [50].

Ce type de vieillissement peut ainsi aider à établir une corrélation entre les deux modes de vieillissement, et surtout tenter d'obtenir une conversion de la durée de vie obtenue dans des conditions de laboratoire en une durée de vie correspondant à l'utilisation dans des conditions naturelles, pour arriver, ce qui est le plus difficile, à une prévision de la durabilité [54].

Pour valider un vieillissement accéléré, il faut impérativement corréler les résultats obtenus avec les retours d'expériences sur des vieillissements naturels [33].

## *Chapitre III*

### *Les métaux lourds dans le sol*

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

Ce Chapitre rassemble des données générales sur l'origine et l'impact des métaux lourds dans les sols, et donne les grandes lignes du processus de décision et d'action en matière d'environnement. L'accent est mis sur la difficulté d'établir un diagnostic de pollution d'un site par les métaux.

### III.1.Introduction

Le sol est certainement la composante de l'environnement la plus mal connue alors qu'il constitue le support direct de la plupart des activités humaines. Ce n'est que récemment, et souvent à la suite de la mise en évidence de la pollution des sols par les activités industrielles ou agricoles, que l'on a pris conscience de l'importance des fonctions du sol et de la nécessité de les sauvegarder. En effet, le sol joue un rôle essentiel comme interface de l'environnement vis-à-vis des principales pollutions provoquées par l'homme.

### III.2.Le sol

Le mot sol désigne des choses assez différentes selon le point de vue sous lequel on se place. Il peut s'agir, dans son acception la plus commune, de ce que nous avons sous les pieds, au sens le plus large. Le géologue, lui, définira le sol comme étant tout ce qui recouvre la roche-mère. Enfin, il existe aussi une approche fonctionnelle qui décrit le sol à partir des interactions entre ses différents constituants, qu'ils soient inertes (eau, air, minéraux...) ou qu'il s'agisse d'êtres vivants, végétaux ou animaux.

Chacune de ces définitions fournit des éléments pertinents. En guise de synthèse, dans ce paragraphe le sol désignera la couche de matériau plus ou moins meuble, issue de l'altération de la roche-mère au cours du temps, constituant la partie supérieure de la croûte terrestre, matériau hétérogène composé d'éléments vivants et non vivants en interactions complexes. Un sol a une épaisseur de l'ordre de quelques décimètres à quelques mètres, négligeable devant celle de la lithosphère ( $\approx 100$  km).

Plus précisément, le sol est décrit comme une superposition et une juxtaposition d'horizons. Un horizon est une « couche » de sol, c'est-à-dire un volume considéré comme homogène dont les dimensions horizontales sont de l'ordre de la dizaine de mètres jusqu'au km, et dont la dimension verticale est de l'ordre du cm jusqu'au mètre [55]. Les horizons sont généralement visibles à l'œil nu sur des coupes transversales de sol, leurs caractéristiques physico-chimiques, morphologiques et biologiques peuvent varier fortement entre deux horizons voisins.

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

À titre indicatif étant donné l'extrême diversité des terrains, un sol contient en moyenne 25 % d'air, 25 % d'eau, 45 % de composés minéraux et 5 % de composés organiques [56] :

- L'air provient de l'atmosphère et augmente la capacité d'oxydation du sol, ce qui favorise notamment l'insolubilisation des éléments traces [57] et limite donc leur biodisponibilité.

- L'eau est le constituant majeur de la solution du sol, vecteur d'éléments dissous, de complexes, de particules, et de colloïdes qui alimente les plantes et les êtres vivants du sol. Les différents types de sols ont une teneur en eau variable. Elle est plus importante pour les sols argileux que pour les sols sableux, c'est ce qui influence tous les paramètres physico-chimiques et biologiques du sol.

- Les composés minéraux sont de nature très diverse ; on peut les classer en fonction de leur granulométrie, c'est-à-dire de la taille des particules.

Parmi eux, les argiles sont des aluminosilicates disposés en couches qui jouent un rôle clef vis-à-vis des plantes de par leur capacité à stocker les éléments nutritifs entre leurs couches. Ces éléments sont principalement les cations  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  et  $\text{K}^+$ , et sont ainsi phytodisponibles. Les argiles se forment au cours du temps par effritement des roches et des minéraux sous l'effet de phénomènes mécaniques (gélifraction), chimiques (réactions avec l'eau et l'air) et biologiques, ou sont directement issues de la sédimentation marine. La kaolinite ( $\text{Al}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)(\text{OH})_4$ ) et la montmorillonite ( $\text{Al}_2(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ ) sont les deux argiles les plus répandues.

- Les composés organiques sont les substances humiques provenant de la décomposition de débris animaux et végétaux. C'est la source d'azote naturelle la plus importante pour les plantes. Elles forment des macromolécules naturelles ayant comme les argiles la capacité de rétention des éléments nutritifs. Les composés organiques sont biodégradés ou minéralisés au fil du temps par les micro-organismes. Leur temps de résidence dans le sol est de l'ordre de 15 ans.

Enfin, le sol contient de très nombreux micro-organismes et animaux de toutes tailles qui interagissent fortement avec les autres constituants du sol : bactéries (200000 milliards par  $\text{m}^3$ ), champignons, unicellulaires, vers, algues, mites, araignées, escargots...

Le sol se situe donc au confluent de la lithosphère, de l'atmosphère, de l'hydrosphère et de la biosphère. Milieu complexe et extrêmement diversifié, il occupe une place centrale dans l'équilibre des écosystèmes. La pollution des sols, à travers les plantes, mais également à travers la contamination des nappes phréatiques par lessivage, a des effets potentiels sur la santé de l'homme et est donc un sujet de préoccupation majeur à très court terme aussi bien qu'à très long terme. La prise de conscience du risque écologique lié aux sols pollués a émergé relativement tard, il y a 30 à 40 ans, après un siècle de développement industriel effréné.

Aujourd'hui tous les compartiments de l'environnement sont potentiellement concernés par ce problème. Il importe donc d'identifier les sources de pollution, de comprendre les

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

interactions des substances toxiques avec les constituants du sol, d'être capable d'évaluer son degré de pollution ainsi que le risque écologique de la contamination, et de savoir prendre les mesures nécessaires pour traiter le sol, ou, à défaut, protéger les êtres vivants.

### III.3. Les métaux et les éléments traces métalliques

Les métaux sont les éléments du tableau de classification périodique situés à gauche de la diagonale définie par le bore, le silicium, le germanium, l'antimoine, et le polonium (tableau III.1), à l'exception de l'hydrogène

Parmi ces éléments, ceux que l'on désigne sous le terme de métaux lourds sont ceux dont la masse volumique est supérieure à  $6 \text{ g/cm}^3$ . On appelle également parfois « métaux lourds » les métaux situés à partir de la quatrième période du tableau périodique, c'est-à-dire à partir du potassium. Néanmoins l'usage courant fait que cette dénomination assez floue implique une notion négative de toxicité, ce qui n'est pas anodin puisque la majorité des métaux lourds sont toxiques. Certains éléments tels que l'arsenic ou le sélénium, qui ne sont pas rigoureusement des métaux, sont tout de même inclus dans cette appellation.

Nous parlerons aussi de métaux lourds, de métaux traces ou d'éléments traces métalliques (ETM). En effet, sauf en cas de pollution très importante, les métaux toxiques sont présents en faible ou très faible concentration dans le sol.

De manière générale, on qualifie d'élément trace tout élément dont la concentration moyenne dans la croûte terrestre est inférieure à 0,1 % (ou 1000 ppm). Symétriquement, on définira les éléments majeurs comme étant ceux dont la concentration est supérieure à 0.1 %.

On distingue deux types de métaux en fonction de leurs effets physiologiques et toxiques : métaux essentiels et métaux toxiques [58].

- Les métaux essentiels : sont des éléments indispensables à l'état de trace pour de nombreux processus cellulaires et qui se trouvent en proportion très faible dans les tissus biologiques. Certains peuvent devenir toxiques lorsque la concentration dépasse un certain seuil. C'est le cas du cuivre (Cu), du nickel (Ni), du zinc (Zn), du fer (Fe). Par exemple, le zinc (Zn), à la concentration du millimolaire, est un oligo-élément qui intervient dans de nombreuses réactions enzymatiques et joue un rôle important dans le métabolisme des protéines, des glucides et des lipides.
- Les métaux toxiques ont un caractère polluant avec des effets toxiques pour les organismes vivants même à faible concentration. Ils n'ont aucun effet bénéfique connu pour la cellule. C'est le cas du plomb (Pb), du mercure (Hg), du cadmium (Cd).

Dans ce contexte, nous utiliserons le terme « métaux lourds » dans le sens de l'impact toxique sur les humains et l'environnement.

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

Le tableau III.1 récapitule ces différentes définitions.

**Tableau III.1 : Fonction de quelques éléments dans l'organisme [59].**

H																	He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
<b>Na</b>	<b>Mg</b>											Al	Si	P	S	Cl	Ar
<b>K</b>	<b>Ca</b>	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn

éléments majeurs    
  Mo oligo-éléments    
  Na macro-éléments

éléments toxiques    
  éléments peu toxiques

La liste des métaux lourds les plus connus pour leurs effets toxiques, et susceptibles de polluer les sols.

Le Tableau III.2 illustre la teneur moyenne en métaux lourds dans un sol non pollué.

**Tableau III.2 : Teneurs moyennes en métaux lourds [60].**

Métal	Cd	Cr	Hg	Ni	Cu	Zn	Co	Pb	Se
Teneur (mg*kg <sup>-1</sup> )	5-10	100-300	1-1.5	57	2-40	10-80	8-17	2-200	3

### III.4. La Contamination des sols par les métaux lourds

Les métaux se répartissent dans les sols sous des formes variées. On les trouve sous forme échangeable dans les argiles et la matière organique qui leur permet d'être absorbés par les plantes, sous forme de complexes ou associés à des molécules organiques (chélates). Ils peuvent aussi être retenus dans les restes d'un organisme vivant qui les contenait.

La forme des métaux dans les sols dépend de manière dynamique de leur composition minéralogique, du pH, et de la texture du sol.

Tous ces facteurs influencent la solubilisation des métaux ou au contraire, leur précipitation ou leur adsorption [61]. Les interactions entre les différents compartiments du sol ont lieu par l'intermédiaire de la solution du sol qui transporte les métaux sous toutes leurs formes, solubles ou particulaires. La forme sous laquelle les éléments traces sont présents dans le sol conditionne leur mobilité et leur biodisponibilité, deux paramètres extrêmement importants pour évaluer leur impact toxicologique.

La teneur en métaux des sols peut être d'origine naturelle ou d'origine anthropique, c'est-à-dire issue des activités humaines. L'apport en métaux se fait par des voies différentes dans les deux cas.

Détaillons ces deux contributions.

#### III.4.1. Sources naturelles de contamination

En dehors de toute intervention de l'homme, les sols ont une concentration naturelle en métaux provenant de l'altération de la roche-mère. L'effritement et l'érosion conduisent à la formation des sols. Ainsi, une roche-mère riche en arsenic, par exemple, donnera un sol riche en arsenic, bien que cette corrélation soit plus marquée pour certains métaux (Cr, V, Zn) que pour d'autres (Co, Mo, Pb, Se) dont l'abondance dans le sol peut être plus fortement liée au cycle biogéochimique entre les sols et les plantes [62]. Dans certains cas les sols ainsi formés peuvent donc être fortement concentrés en métaux, au point que cette contamination naturelle soit problématique sur le plan écologique [63].

#### III.4.2. Sources anthropiques de contamination

Cependant, la source majeure de contamination est d'origine anthropique. Au cours des dernières décennies, l'apport de métaux lourds au sol dans le monde s'est étendu ; à l'heure actuelle on l'estime à 22000 tonnes de cadmium, 939000 t de cuivre, 783000 t de plomb, et 1350000 t de zinc. Les principaux types de pollutions anthropiques, responsables de l'augmentation des flux de métaux, sont la pollution atmosphérique (rejets urbains et industriels), la pollution liée aux activités agricoles et la pollution industrielle.

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

Cette dernière provient des usines de production de l'activité humaine tels que les matières organiques et graisses (industries agro-alimentaires), les produits chimiques divers (industries chimiques), les matières radioactives (centrales nucléaires, traitement des déchets radioactifs), et la métallurgie. Les canalisations en matières plastiques enfouies dans le sol sont aussi une source de pollution par le zinc, le plomb et le cadmium [64].

Le rôle des pratiques industrielles et agricoles dans la contamination des sols doit être pris en compte : cela concerne une grande partie du territoire. Leur accumulation et leur transfert constituent donc un risque pour la santé humaine via la contamination de la chaîne alimentaire, mais aussi pour le milieu naturel dans son ensemble. Cette pollution est d'autant plus grave que les métaux peuvent très vite passer des sols vers les nappes phréatiques par lessivage, et contaminer ainsi l'eau potable [65].

### III.5. Spécificités de la pollution par les métaux

Comparés aux polluants organiques, comme les hydrocarbures par exemple, les métaux lourds ont l'inconvénient majeur de n'être pas dégradables par des processus chimiques ou biologiques dans le sol on parle de persistance des métaux. Ils ne sont susceptibles que de changer de forme chimique dont la répartition dans le sol est désignée sous le nom de spéciation et de passer d'un compartiment du sol à un autre au gré de ces transformations.

S'ils ne sont pas présents à l'état métallique, ils peuvent se fixer aux argiles ou aux matières organiques par liaison ionique, ou bien former des complexes en solution, ou des composés inorganiques, ou encore se fixer à la surface de particules par adsorption. De cette façon, ils s'accumulent dans le sol, ou ils sont lessivés par les eaux de ruissellement vers des horizons plus profonds, éventuellement jusqu'aux nappes phréatiques.

Pour décrire l'origine, le devenir et la toxicologie des métaux dans les sols, on a recours à deux notions [66] :

- La mobilité d'un élément caractérise son aptitude à passer d'un compartiment du sol où il est retenu avec une certaine énergie à un autre, où il est retenu avec une moindre énergie. Plus une substance se déplace dans le sol, plus elle sera susceptible d'être absorbée par un organisme vivant.
- La biodisponibilité, qui est l'aptitude d'un élément à passer d'un compartiment quelconque du sol dans un être vivant, (bactérie, végétal, animal ou homme), le plus souvent via la solution du sol.

Ainsi, la dangerosité d'une substance va de pair avec sa mobilité ainsi qu'avec sa biodisponibilité, mais aussi avec sa solubilité, puisque les composés en solution sont très

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

mobiles et pénètrent facilement dans les plantes par leurs racines : ils sont facilement biodisponibles. En fonction de la mobilité de l'élément considéré, celui-ci va s'accumuler préférentiellement dans tel ou tel horizon du sol et avoir un effet différent sur les plantes, qui puisent leurs ressources à travers leurs racines bien au-delà de l'horizon de surface, et sur les organismes du sol.

Certains éléments, comme le cadmium et le zinc, sont réputés très mobiles alors que d'autres, tels que le plomb, le mercure ou le chrome, le sont beaucoup moins. Le zinc a des ions très solubles, donc très mobiles et biodisponibles. D'autre part, la mobilité des métaux dépend également de leur origine, naturelle ou anthropique. Par exemple, le cadmium naturel est souvent immobilisé sous des formes relativement inertes, ce n'est pas le cas du cadmium anthropique, qui aggrave donc les risques liés à une pollution industrielle. Ou réciproquement, la donnée de la mobilité d'un élément peut permettre de déterminer si une contamination est d'origine naturelle ou anthropique.

Par exemple, le fait de trouver du plomb, réputé très peu mobile (de l'ordre de 100 fois moins que le cadmium) car très fortement lié aux matières organiques, en grande quantité dans les horizons de surface peut être un signe d'une pollution d'origine atmosphérique.

Finalement, les trois paramètres (mobilité, biodisponibilité, solubilité) dépendent fortement de la spéciation de l'élément considéré. La détermination de la spéciation est donc cruciale pour caractériser le comportement et les effets des métaux traces dans les sols. Deux formes chimiques différentes d'un même élément peuvent avoir des toxicités très différentes [61].

Plus généralement, le degré de pollution des sols dépend de sa texture et son pH :

### ➤ La texture

Les sols dits « légers » comme les sols sableux adsorbent peu les métaux, alors que les sols dits « lourds », contenant beaucoup d'argiles et de matières organiques, les retiennent beaucoup plus. De plus, les oxydes de manganèse et de fer jouent le rôle de pièges pour les éléments traces métalliques. Ainsi, un sol riche en fer aura une propension plus importante à stocker les métaux lourds.

Les argiles, de par leurs propriétés physico-chimiques, jouent un rôle très important dans la disponibilité des métaux lourds. Les métaux lourds peuvent être absorbés et immobilisés par les minéraux argileux ou également être complexés par la matière organique du sol en formant alors un complexe organométallique (chélate). En effet, la charge électro-négative des argiles les rend aptes à contracter des liaisons électrostatiques avec toute entité chargée positivement, comme les cations métalliques.

### ➤ Le pH

La variation du pH est le facteur dont l'action sur la mobilité des métaux est la plus déterminante. La spéciation aqueuse du métal change avec le pH et cela influence la fixation sur la phase solide.

Ainsi un pH acide favorisera la mise en solution, donc la mobilité des métaux. A l'inverse, un pH basique favorisera l'accumulation des métaux lourds sous forme d'hydroxydes ou de complexes (immobilisation), et favorise la dissolution des acides humiques et augmente la concentration dissoute de métal en raison de formation de complexes métal-matière organique en solution [68].

Enfin, l'impact des métaux lourds dépend aussi des espèces : tous les végétaux n'ont pas les mêmes capacités d'absorption, et peuvent accumuler les polluants dans des parties différentes (feuilles, racines...).

### III.6. Toxicologie des métaux lourds

Quand ils ne contaminent pas les eaux souterraines par lessivage, les éléments traces métalliques, non dégradables dans le sol, s'y accumulent puis pénètrent dans les plantes que les hommes et les animaux consomment ensuite. On estime ainsi que les végétaux récoltés stockent environ 1 % des métaux présents dans l'horizon de surface. Pour l'homme, l'inhalation de poussières et d'aérosols reste la principale source d'intoxication, mais les risques liés à l'absorption de métaux lourds par ingestion d'eau ou de nourriture ne sont toutefois pas négligeables. Des exemples historiques montrent qu'une contamination accidentelle massive par ingestion peut avoir des conséquences dramatiques à l'échelle de toute une population. C'est ce qui s'est produit lors de la catastrophe tristement célèbre de la baie de Minamata, au Japon, dans les années 50: une usine de produits chimiques déversait dans la mer le mercure alors employé comme catalyseur.

Les coquillages et les poissons, largement consommés par la population locale, furent fortement contaminés et des teneurs en mercure furent mesurées jusqu'à deux ordres de grandeur au-dessus des normes de l'OMS. Près de 2000 personnes furent contaminées, et la pêche fut interdite pendant 40 ans dans la baie [69].

### III.7. Impact des métaux lourds sur l'environnement

#### III.7.1. Impact du Se

Le sélénium est présent naturellement dans l'environnement. Il est dispersé à la fois par des procédés naturels et les activités humaines. Le sélénium peut être présent sous différentes formes.

Des niveaux faibles de sélénium peuvent finir dans le sol et dans l'eau lors de l'usure des roches. Ensuite, il est soit absorbé par les plantes, soit il finit dans l'air où il est adsorbé par des fines particules de poussières. Le sélénium est plus susceptible de pénétrer dans l'air lors de la combustion de charbon ou de pétrole, sous forme de dioxyde de sélénium. Ce composé est transformé en acide de sélénium dans l'eau.

Les composés du sélénium dans l'air sont en général assez vite décomposés en sélénium et en eau et, ainsi, ne sont pas dangereux pour la santé des organismes.

L'acidité du sol augmente la proportion de forme instable du sélénium.

#### III.7.2. Impact du Cd

Une grande quantité de cadmium est libérée dans l'environnement de façon naturelle. Environ 25 000 tonnes de cadmium sont libérées par an. Environ la moitié de ce cadmium est libéré dans les rivières lors de l'usure de la roche et, dans l'air lors des feux de forêts et par les volcans. Le reste du cadmium relâché provient des activités humaines.

Le cadmium peut être transporté sur de longues distances lorsqu'il est absorbé par les boues.

Ces boues riches en cadmium peuvent polluer aussi bien les eaux de surface que les sols.

Le cadmium est fortement absorbé par les matières organiques dans les sols. Quand le cadmium est présent dans les sols cela peut être extrêmement dangereux, car la consommation par l'intermédiaire de la nourriture va augmenter. Les sols acidifiés amplifient la consommation de cadmium par les plantes. C'est un danger potentiel pour les animaux qui dépendent des plantes pour survivre. Le cadmium peut s'accumuler dans leur organisme. C'est le cas des vaches qui ont des quantités importantes de cadmium dans leurs reins.

Les vers de terre et autres organismes essentiels du sol sont extrêmement sensibles à l'empoisonnement au cadmium. Ils peuvent mourir avec de très faibles concentrations et ceci a des conséquences pour la structure du sol. Quand les concentrations en cadmium dans le sol sont importantes, elles peuvent influencer les processus des micro-organismes du sol et menacer tout l'écosystème du sol.

Dans les écosystèmes aquatiques le cadmium peut être bio accumulé dans les moules, les huîtres, les crevettes, les langoustines et les poissons. La sensibilité au cadmium peut varier entre les organismes aquatiques. Les organismes des eaux salées sont connus pour être plus résistants à l'empoisonnement au cadmium que les organismes d'eau douce.

### III.7.3. Impact du Cr

Il y a plusieurs types de chrome qui n'ont pas tous les mêmes effets sur les organismes. Le chrome pénètre dans l'air, l'eau et le sol sous les formes chrome III et chrome VI lors des processus naturels et du fait de l'activité humaine.

Les principales activités humaines augmentent les concentrations en chrome. Lors de la combustion du charbon, le chrome peut aussi se retrouver dans l'air et lors de l'évacuation des eaux le chrome peut se retrouver dans le sol.

La plupart du chrome de l'air se dépose finalement et finit dans l'eau ou dans le sol. Dans le sol, le chrome se lie fortement aux particules du sol et, par conséquent, il ne se déplace pas jusqu'aux eaux souterraines. Dans l'eau, le chrome est absorbé sur les sédiments et devient immobile, seule une petite partie qui se retrouve dans l'eau finit par se dissoudre.

Le chrome (III) est un élément essentiel pour les organismes qui peut interrompre le métabolisme du sucre et provoquer des problèmes au cœur lorsque la dose quotidienne est trop faible. Le chrome (VI) est principalement toxique pour les organismes. Il peut altérer le matériel génétique et provoquer des cancers.

Les cultures possèdent un système contrôlant la consommation de chrome. Mais lorsque la quantité de chrome dans le sol augmente, cela peut mener à des concentrations plus élevées dans les cultures. L'acidification des sols influence aussi la consommation de chrome par les cultures. En général, les plantes absorbent uniquement le chrome (III). C'est peut-être le type essentiel de chrome mais lorsque les concentrations dépassent une certaine valeur, des conséquences négatives peuvent toujours se produire.

Le chrome n'est pas connu pour s'accumuler dans le corps des poissons, mais des concentrations élevées en chrome, du fait du rejet de produits en métal dans les eaux de surfaces, peut causer des problèmes.

Chez les animaux, le chrome peut provoquer des problèmes respiratoires, une capacité plus faible à lutter contre les maladies, des défauts à la naissance, la formation de tumeurs.

### III.7.4. Impact du Hg

Le mercure est un métal présent naturellement dans l'environnement. Il pénètre dans l'environnement lors de la rupture naturelle des minéraux présents dans les roches et le sol qui sont exposés au vent et à l'eau. La dispersion de mercure provenant de sources naturelles est resté à peu près la même au cours des ans. Pourtant la concentration en mercure dans l'environnement ne cesse d'augmenter, ceci est à attribuer à l'activité humaine.

La plupart du mercure rejeté par les activités humaines est rejeté dans l'air, lors de la combustion de combustibles fossiles, de l'exploitation minière, la fonderie, et la combustion des déchets solides. Certaines activités rejettent du mercure directement dans le sol ou dans l'eau. Tout le mercure rejeté dans l'environnement finit finalement dans les sols ou les eaux de surface.

## Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol

---

Les eaux de surface acides peuvent contenir une quantité significative de mercure. Lorsque le pH est entre 5 et 7 les concentrations en mercure de l'eau augmentent car on mobilise le mercure du sol.

Une fois que le mercure a atteint les eaux de surface ou les sols, les micro-organismes peuvent le transformer en méthyl de mercure, une substance qui peut être absorbée rapidement par la plupart des organismes et dont on sait qu'elle cause des dommages aux nerfs. Les poissons sont des organismes qui absorbent des quantités importantes de méthyle de mercure des eaux de surfaces tous les jours. Par conséquent le méthyl de mercure peut s'accumuler dans les poissons et les chaînes alimentaires auxquelles ils appartiennent.

Les effets du mercure sur les animaux sont des problèmes aux reins, une perturbation de l'estomac, des problèmes aux intestins, des échecs de reproductions ou une altération de l'ADN.T

### III.7.5.Impact du Ni

Le nickel est relâché dans l'air. Ensuite, il se dépose sur les sols ou retombe après réaction avec l'eau de pluie. Il faut en général un certain temps pour éliminer le nickel de l'air. Le nickel peut aussi finir dans les eaux de surfaces quand il est présent dans les eaux usées. La part la plus importante du nickel relâché dans l'environnement est adsorbée par les sédiments et les particules du sol et devient par conséquent immobile. Cependant, dans les sols acides, le nickel devient plus mobile et il peut rejoindre les eaux souterraines. On sait que de hautes concentrations en nickel dans des sols sablonneux peuvent endommager les plantes et, de hautes concentrations en nickel dans les eaux de surface peuvent diminuer le taux de croissance des algues. Les micro-organismes peuvent aussi souffrir d'une diminution de croissance due à la présence de nickel mais, en général, après un certain temps, il développe une résistance au nickel.

Pour les animaux, le nickel est un aliment essentiel en petite quantité, mais il peut être dangereux lorsqu'on dépasse les quantités maximales tolérées. Il peut provoquer alors différents types de cancer à différents endroits du corps, et ce principalement chez les animaux vivant près des raffineries.

### III.7.6.Impact du Pb

Le plomb est présent naturellement dans l'environnement. Cependant, la plupart des concentrations en plomb que l'on trouve dans l'environnement sont le résultat des activités humaines. Les sels de plomb pénètrent dans l'environnement. Les particules les plus grandes retombent au sol immédiatement et polluent les sols ou les eaux de surface, les particules plus petites parcourent de longues distances dans l'air et restent dans l'atmosphère. Une partie de ce plomb retombe sur terre lorsqu'il pleut. Ce cycle du plomb provoqué par les productions de l'homme est beaucoup plus étendu que le cycle naturel du plomb. De ce fait la pollution au plomb est un problème mondial.

## *Chapitre III : Les métaux lourds dans le sol*

---

Le plomb s'accumule dans le corps des organismes aquatiques et ceux du sol qui souffrent des conséquences d'un empoisonnement au plomb. Chez les crustacés, ces effets se font ressentir même avec une très faible concentration de plomb. Les fonctions des phytoplanctons peuvent être perturbées lorsque le plomb est présent. Le phytoplancton est une source importante d'oxygène dans les mers et beaucoup d'animaux marins plus gros s'en nourrissent. C'est pourquoi on commence à se demander si la pollution au plomb peut influencer les équilibres mondiaux.

Les fonctions du sol sont perturbées par l'intervention du plomb, spécialement près des autoroutes et des terres agricoles, où des concentrations extrêmes peuvent être présentes. Les organismes du sol souffrent alors aussi de l'empoisonnement au plomb.

Le plomb est un produit chimique particulièrement dangereux car il peut s'accumuler dans des organismes individuels, mais aussi dans la chaîne alimentaire tout entière [70].

## *Chapitre IV*

# *Description des méthodes de caractérisation utilisées*

# Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

## IV.1. Introduction

Les matières plastiques sont généralement des mélanges complexes de macromolécules (elles-mêmes hétérogènes sur le plan structural) avec des adjuvants. Elles sont généralement utilisées pour leurs propriétés mécaniques particulières et leur aptitude à être mises en œuvre. Ces qualités sont étroitement liées à leur structure (propriétés physico-chimiques).

Il existe toute une gamme de méthodes de caractérisation permettant l'analyse de ces mélanges complexes. Dans ce chapitre, les différentes méthodes (physico chimiques, thermiques et mécaniques) de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail sont présentées.

## IV.2. Caractérisation des conduites

### IV.2.1. Propriétés dimensionnelles

#### IV.2.1.1. Circomètre

Le circomètre permet de mesurer en moyenne le diamètre extérieur d'un tube. Il est semblable à une règle souple qu'on enroule autour d'un tube et mesure son diamètre au dixième de millimètre près [71].



Figure IV.1 : Circomètre [71].

## *Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées*

---

### **IV.2.1.2.pied à coulisse**

Un pied à coulisse est un instrument de mesure de longueurs composé de deux parties coulissantes l'une sur l'autre : une règle fixe graduée, munie d'une tête comportant une face plate correspondant à la position de référence 0, et un curseur, muni d'une tête présentant une surface plate en opposition avec la référence.

Il est très souvent destiné à la détermination et au contrôle de petites distances. Cet instrument est très utilisé en mécanique, permettant de mesurer facilement les cotés extérieures d'une pièce ou le diamètre d'un alésage.

Il est également utilisé pour mesurer les diamètres des arbres, avec une ouverture pouvant dépasser 1 m [72].



**Figure IV.2 : Pied à Coulisse \_ système métrique [72].**

### **IV.2.1.3.Micromètre**

Le micromètre est un instrument de mesure directe permettant de mesurer des dimensions dans une tolérance de plus ou moins  $1/100^e$  de millimètre pour des mesures allant jusqu'à 1500 mm.

Il existe des micromètres dont la précision de lecture est le micron ( $\mu m$ ) soit 0,001 mm [73].

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

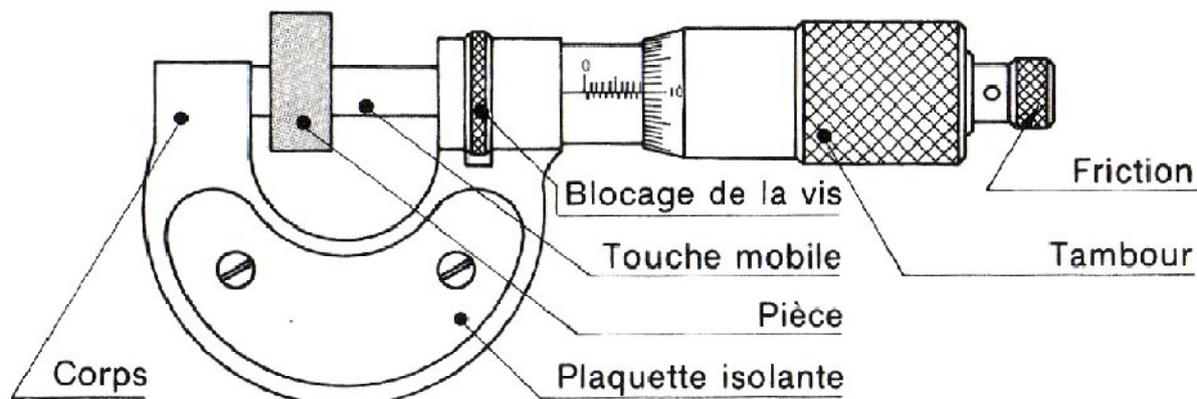


Figure IV.3 : Micromètre [73].

Il comporte [73] :

- La partie en U ou demi-circulaire possédant une touche fixe et une touche mobile actionnée par un tambour.
- La partie cylindrique (fourreau) dont la génératrice est graduée en millimètre, voire en  $\frac{1}{2}$  mm.
- D'un tambour composé d'une vis micrométrique en acier traitée et rectifiée.
- La douille de lecture comportant 50 divisions sur sa circonférence (lecture au  $1/100^{\text{e}}$ )
- Le bouton de friction qui permet de manœuvrer le micromètre sans le détériorer.
- Le système d'étalonnage (vis de réglage).

### IV.2.2. Propriétés physico-chimiques et thermiques

#### IV.2.2.1. Détermination de la masse volumique

La masse volumique d'un plastique pris dans un état physico-chimique donné (état compact, poudre ou granulés, structures alvéolaires) est fréquemment utilisée pour suivre les

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

variations de la structure physique des échantillons et dans les calculs de quantité de matière nécessaire pour remplir un volume donné.

Suivant le principe d'Archimède, tout corps plongé dans un liquide subit de la part de ce dernier une poussée verticale orientée de bas en haut égale au poids du liquide déplacé.

La valeur de la masse volumique est calculée pour chaque extrudat à l'aide d'une balance graduée permettant de faire successivement une pesée dans l'air, puis dans le liquide auxiliaire [74].

La masse volumique du solide est calculé selon la formule :

$$\rho_s = \{A / P\} \times \rho_0 \dots\dots\dots (IV.1).$$

$\rho_s$  : Masse volumique du solide.

$A$  : Poids du solide dans l'air.

$P$  : Poussée du liquide auxiliaire à la température T donnée.

$\rho_0$  : Masse volumique auxiliaire à la température T donnée

### IV.2.2.2. Détermination de l'indice de fluidité à chaud

L'indice de fluidité (IF) à chaud est un test de contrôle qualité qui mesure l'écoulement d'une résine à travers une filière [75].

Son principe consiste à mesurer la masse de matière thermoplastique traversant une filière donnée sous l'action d'une pression fixée, pendant un temps donné et à une température fixée.

Les propriétés qui en découlent sont [76] :

- avec un **grade bas** : le produit est visqueux avec des chaînes longues et une bonne rigidité;
- avec un **grade élevé** : le produit est fluide avec des chaînes courtes.

L'indice de fluidité est une indication de la viscosité du polymère, et donc de sa masse molaire moyenne.

En général, une haute valeur de l'IF correspond à une bonne valeur de possibilité de traitement, un IF bas indique au contraire des polymères à haute résistance mécanique [77].

Notre objectif est de comparer les indices de fluidité des tubes en PE de durées de vie différentes par rapport à celui de référence.

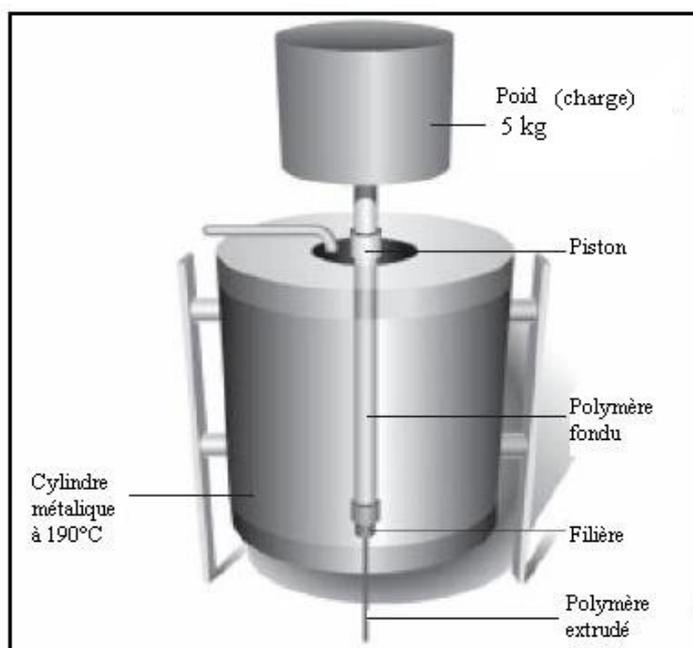
## *Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées*

---

L'appareil utilisé se compose principalement d'un plastomère d'extrusion opérant à température fixe. La forme générale est représentée à la figure IV.1. Le polyéthylène, contenu dans un cylindre vertical, est extrudé à travers une filière au moyen d'un piston chargé. L'appareillage comporte les parties principales suivantes [48] :

- ❖ Cylindre, fixé verticalement, résistant à la corrosion, de longueur comprise entre 115 et 180 mm, et de 9.55 mm de diamètre intérieur. Le cylindre doit être thermiquement isolé de façon à pouvoir opérer à 450°C.
- ❖ Piston en acier coulissant à l'intérieur du cylindre.
- ❖ Un système de contrôle de la température permettant de maintenir le polyéthylène à une température donnée.
- ❖ Une filière de 8mm de longueur, et de 2.095 mm de diamètre, se plaçant à la partie inférieure du cylindre.
- ❖ Une charge amovible, sur le sommet du piston (poids d'une valeur de 5 kg).

Une balance de précision de ±0,5 mg pour la pesée des échantillons.



**Figure IV. 4 : Appareillage de mesure de l'indice de fluidité [78].**

L'indice de fluidité à chaud exprimé en grammes pour 10 minutes, est donné par l'équation IV.2.

$$MFI(\theta, m_{nom}) = \frac{m}{t} \dots \dots \dots (IV.2)$$

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

Où :

$\Theta$  est la température d'essai, en degrés Celsius ;

$m_{nom}$  est la charge nominale, en kilogrammes ;

$m$  : est la masse moyenne, en grammes des extrudats ;

$t_{ref}$  : est le temps de référence (10min), en secondes (600 s) ;

$t$  : est l'intervalle de temps, en secondes, entre deux coupes d'un extrudat.

### IV.2.2.3. Retrait à chaud

Le comportement des polymères dépend fortement de la température. Ils sont le siège de transitions de comportement qui peuvent être associées aux différentes relaxations moléculaires. Du point de vue macroscopique cela se traduit par des évolutions de comportement plus brutales pour certaines gammes de température [79].

Le retrait à chaud est la faculté d'un corps à retrouver son état normal après une élévation de température et/ou une déformation plastique.

On désigne par retrait à chaud les processus qui conduisent à une réduction des dimensions d'une résine au cours de sa mise en forme. Le contraire du retrait est la dilatation thermique.

Un retrait à chaud faible diminue les déformations permanentes après exposition à de fortes chaleurs [80].

En général, les plastiques amorphes présentent au refroidissement un retrait inférieur à celui des plastiques semi-cristallins, dont la structure est plus compacte [81]. Il est limité à 3 % de la dimension initiale pour le PE [80].

Il existe deux méthodes pour identifier le retrait à chaud [82] :

#### ❖ Méthode d'essai dans un bain liquide

Le principe est d'immerger une portion de tube en PE de longueur donnée dans un liquide inerte maintenu à la température de 110°C pendant une durée fixée en fonction de l'épaisseur de paroi de tube. On mesure avant puis après l'immersion, une longueur repérée sur cette portion de tube.

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

### ❖ Méthode d'essai à l'étuve

Son principe est de maintenir une portion de tube en PE de longueur donnée dans une étuve maintenue à la température de 110°C pendant une durée fixée en fonction de l'épaisseur de paroi de tube. Le mesurage se fait dans les mêmes conditions avant puis après maintien dans l'étuve, d'une longueur repérée sur cette portion de tube. Ensuite le retrait est calculé, en pourcentage de la variation de longueur par rapport à la longueur initiale.

Pour cette méthode l'appareillage utilisé est composé d'une étuve à l'air, d'une puissance de chauffe telle qu'elle puisse opérer à 110°C, et que cette température soit rétablie 15 min au plus après l'introduction des éprouvettes.

Les éprouvettes doivent être conditionnées durant au moins 2 h à 23±2°C.

Le retrait longitudinal à chaud, T, exprimé en pourcentage, est donné par l'équation (IV.3).

$$T = \frac{\Delta L}{L_0} * 100 \dots\dots\dots (IV.3)$$

Où :

$$\Delta L = L_0 - L$$

**L<sub>0</sub>** : la distance, en mm, entre les repères avant l'essai ;

**L** : la distance, en mm, entre les repères après l'essai.

La valeur du retrait longitudinal à chaud du tube est la moyenne des valeurs obtenues pour chacune des trois éprouvettes.

#### IV.2.2.4. Temps d'induction à l'oxydation (TIO)

On admet qu'une résine de polyéthylène utilisée pour la fabrication de tubes doit contenir des additifs comprenant un ou plusieurs antioxydants et d'autres stabilisants pour améliorer sa résistance à l'oxygène, c'est à dire sa stabilité à l'oxydation [83]. La stabilité à l'oxydation est une propriété importante pour le PE. Bien que d'autres facteurs tels que la température ou l'exposition aux ultraviolets interviennent dans la durée de vie à long terme d'un matériau, l'attaque par l'oxygène atmosphérique est généralement le facteur déterminant [84].

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

La cinétique d'oxydation est fréquemment caractérisée par la présence d'un temps d'induction pendant lequel l'additif, constitué d'antioxydants, de stabilisants et d'autres produits contenus dans une éprouvette, inhibe l'oxydation lorsque l'éprouvette est maintenue à une température spécifiée dans un courant d'oxygène [83]. Ce temps d'induction augmente avec les performances du système d'antioxydant [85].

Le progrès de l'oxydation est surveillé en mesurant la différence de température entre la cellule contenant l'éprouvette et la cellule de référence d'un analyseur thermique et en enregistrant cette différence par rapport au temps écoulé. Le temps d'induction à l'oxydation est ensuite déduit à partir de cet enregistrement comme la durée pendant laquelle la différence de température reste constante entre les deux cellules de l'éprouvette et de référence. Cette durée peut donner une indication sur le niveau d'antioxydant efficace résiduel et sur le temps pendant lequel l'éprouvette peut être exposée dans de l'oxygène pur à la température de l'essai avant le déclenchement de la dégradation thermique [83].

L'appareillage utilisé est un calorimètre différentiel à balayage (DSC) qui permet d'exposer une éprouvette dans une coupelle en aluminium ouverte à un flux de 50ml/min $\pm$ 10% d'azote puis de 50ml/min $\pm$ 10% d'oxygène, de telle sorte que le changement de gaz soit effectué en moins d'une minute [83]. La DSC permet de déterminer la stabilité à l'oxydation d'un film de polyéthylène neuf puis après quelques années de son utilisation.

Le principe de fonctionnement du calorimètre consiste à mesurer le flux de chaleur nécessaire au maintien du matériau à la même température que celle de l'échantillon de référence.

La Figure IV.5 résume la méthodologie de cette caractérisation et indique comment la valeur du TIO est déterminée à partir du thermogramme obtenu.

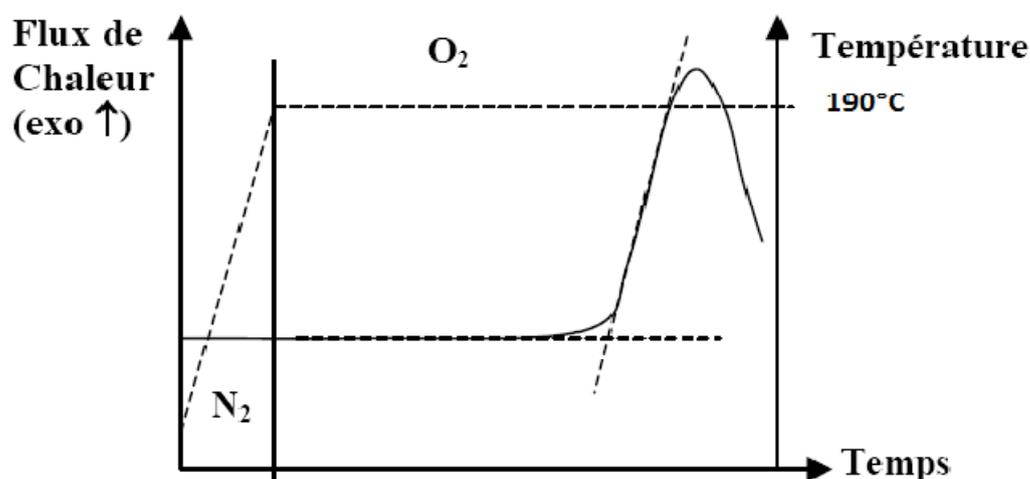


Figure IV.5 : Méthode de détermination du Temps d'Induction à l'Oxydation à 190°C [86]

## *Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées*

---

Une balance analytique est utilisée pour peser les éprouvettes [83].

### **IV.2.3. Propriétés mécanique**

#### **IV.2.3.1. Essai de traction**

Essai de base, il permet de déterminer la loi de comportement contrainte-déformation. Les caractéristiques habituelles que l'on en déduit sont la contrainte et l'allongement relatifs aux points singuliers de la loi de comportement (limite de linéarité, coude, charge maximale, rupture, etc.).

L'essai consiste à étirer, jusqu'à rupture, des éprouvettes normalisées en forme d'haltères (Figure IV.6), sur une machine d'essai de traction appelée dynamomètre, en mesurant la force et l'allongement pendant l'extension.

La partie utile des éprouvettes haltères est la partie centrale étroite. C'est elle qui est utilisée pour le calcul des contraintes et des allongements. Les têtes sont destinées à faciliter la fixation des éprouvettes dans les mâchoires et à éviter leur rupture prématurée au niveau de la fixation.

La machine comporte [87]:

- Un bâti de charge: composé d'un profilé en aluminium, d'une traverse et d'un système de chariot mobile;
- Un boîtier électronique test contrôle;
- Un boîtier de force: le capteur de force sert à la détermination des forces de traction. Il doit être centré sur l'axe et ne peut en aucun cas être chargé au delà de sa nominale;
- Un extensomètre: pour la détermination de l'allongement entre deux points;
- Mâchoire à pince: les mâchoires à pince peuvent être utilisées jusqu'à une charge nominale de 500N;
- Mâchoires à coin: elles peuvent être utilisées jusqu'à une charge nominale de 2,5 kN;
- Les mors: les mors sont intégrés à la machine. Ils maintiennent l'éprouvette.

Les courbes de traction types des matières plastiques sont schématisées dans la figure IV.7

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées



Figure IV.6 : Eprouvette haltère pour essai de traction.

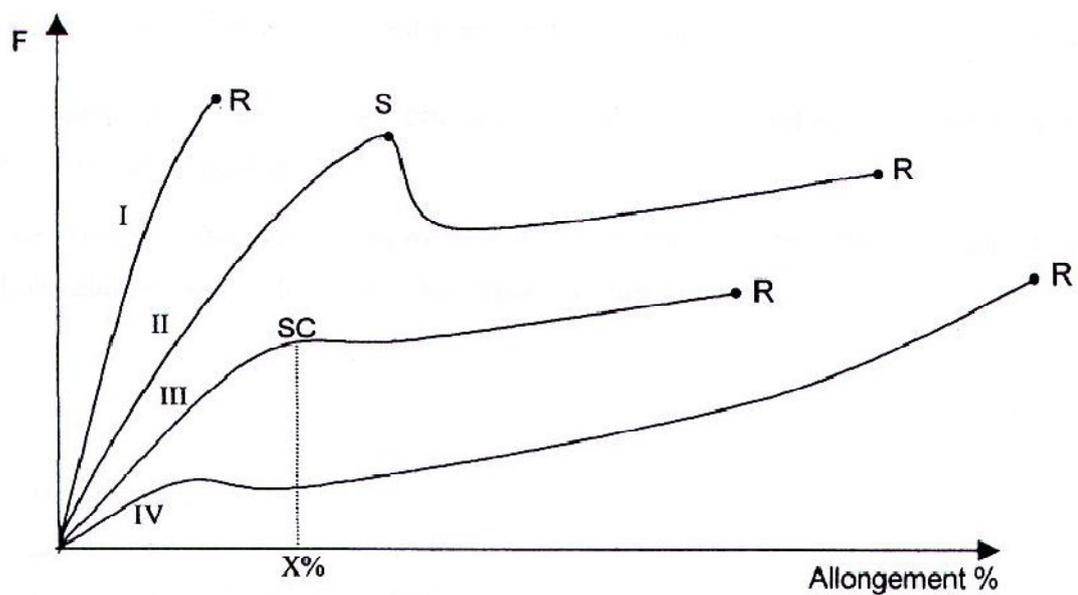


Figure IV.7 : Courbes de traction types des matières plastiques [88].

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

**R:** Rupture;

**S:** Seuil d'écoulement;

**SC:** Seuil conventionnel pour la déformation;

**I:** Matériaux fragiles;

**II, III:** Matériaux plastiques;

**IV:** Matériaux caoutchoutiques.

Les deux paramètres essentiels de cet essai sont la contrainte et l'allongement à la rupture, qui sont définis à partir des expressions suivantes [89]:

### **Contrainte de traction $F$ (MPa)**

La plus forte valeur atteinte par la force, au cours de l'essai.

### **Résistance à la rupture $\sigma$ (MPa)**

Contrainte de traction maximale supportée par l'éprouvette au cours de l'essai de traction poursuivi jusqu'à la rupture;

$$\sigma_r = F / S \dots\dots\dots(IV.4)$$

**$F$ :** La force de traction ( $N$ );

**$S$ :** la section transversale de l'éprouvette ( $m^2$ ), est mesurée à partir des dimensions de l'éprouvette (épaisseur et largeur).

### **Allongement à la rupture $\epsilon_r$ (%)**

Accroissement de la longueur de l'éprouvette à la rupture, exprimé en pourcentage par rapport à la longueur initiale.

$$\epsilon_r = (L - L_0) / L_0 \times 100 \dots\dots\dots(IV.5)$$

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

$L$ : Longueur finale de l'éprouvette

$L_0$ : Longueur initiale de la partie calibrée de l'éprouvette.

### IV.2.3.2. Résistance à la pression hydrostatique

Les polymères, en fonction de leur nature, peuvent plus ou moins absorber l'eau de leur environnement. Cette absorption conduit à un gonflement, lequel induit des contraintes s'il est contrarié. Mais à la différence de la dilatation thermique, les contraintes influencent la quantité d'eau qui peut être absorbée.

Ce travail se généralise à tout autre fluide autre que l'eau pouvant diffuser dans un polymère, sous réserve qu'il y induise un gonflement.

La quantité d'eau qu'un polymère absorbe lorsqu'il est exposé à un environnement humide dépend principalement de la nature du polymère et des contraintes qui lui sont appliquées [90].

L'analyse thermomécanique regroupe les méthodes de caractérisation permettant de mesurer les variations dimensionnelles d'un échantillon sous contrainte statique. Les variations de longueur ou de volume sont enregistrées en fonction de la température, et la contrainte correspondante est une pression hydrostatique.

Pour des mesures de volume, l'échantillon est placé dans un liquide dont le coefficient de dilatation est connu. Pour de faibles contraintes, l'instrument permet de mesurer le coefficient de dilatation linéaire ou volumique [34].

Les méthodes d'essai pour déterminer la résistance à la pression hydrostatique sont essentielles pour évaluer les propriétés et la durabilité des éléments de systèmes de canalisations en matières thermoplastiques et particulièrement en PE [91].

#### ➤ Principe

Après conditionnement, les éprouvettes sont soumises à une pression hydrostatique interne constante pendant une durée spécifiée ou jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Pendant tout l'essai, les éprouvettes sont maintenues dans un environnement à une température constante spécifiée : de l'eau (essai à « eau-dans-eau »), un autre liquide (essai « eau-dans-liquide ») ou dans l'air (essai « eau-dans-air ») [91].

#### ➤ Appareillage

L'appareil contient [91] :

- ❖ Des embouts, fixés aux extrémités de l'éprouvette, qui permettent d'assurer le raccordement au dispositif de mise en pression et qui permettent de purger l'air avant l'essai ;

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

- ❖ Bac, rempli d'eau ou d'un autre liquide, maintenu à une température constante ;
- ❖ Support, permettant de placer les éprouvettes dans le bac de telle manière que le contact entre elles et avec les parois du bac, soit évité autant que possible ;
- ❖ Dispositif de mesure de pression capable de contrôler la conformité à la pression d'essai spécifiée.
- ❖ Appareillages de mesure des dimensions et de la température ;
- ❖ Chronographe, capable d'enregistrer la durée d'application de la pression jusqu'à une rupture ou une fuite.

La pression d'essai est calculée comme suit :

$$P=10\sigma *2^e_{min}/d_{em}-e_{min}.....(IV.6)$$

Où :

$\sigma$  : Contrainte de paroi induite par la pression appliquée (MPa).

$d_{em}$  : Le diamètre extérieur moyen de l'éprouvette (mm).

$e_{min}$  : L'épaisseur de paroi minimale dans la longueur libre de l'éprouvette (mm).

Ensuite, lorsque la pression d'essai est atteinte, on commence la mesure de la durée pour laquelle la pression spécifiée est maintenue dans les éprouvettes.

### IV.2.4.Modifications structurales par spectroscopie IRTF

Les interactions entre la matière et le rayonnement auquel elle est soumise sont nombreuses. Les plus intéressantes et les plus étudiées font appel aux phénomènes d'absorption qui provoquent la déformation (vibration des liaisons excitées) [92].

La spectroscopie infrarouge a été mise en évidence lorsque la dispersion de la lumière a été possible. Cette technique est très utilisée pour l'étude des polymères et des additifs tant du point de vue qualitatif que quantitatif [93].

En 1881, Michelson [94] a développé un appareil doté d'un miroir mobile appelé interféromètre. Ce dernier, dans le but d'améliorer la sensibilité du dispositif, est utilisé

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

comme élément optique qui permet la détermination de toutes les énergies de transmission à chaque instant.

La figure IV.8 décrit le schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier [95]. Le faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre, le faisceau lumineux arrive sur la séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinaient, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique [96].

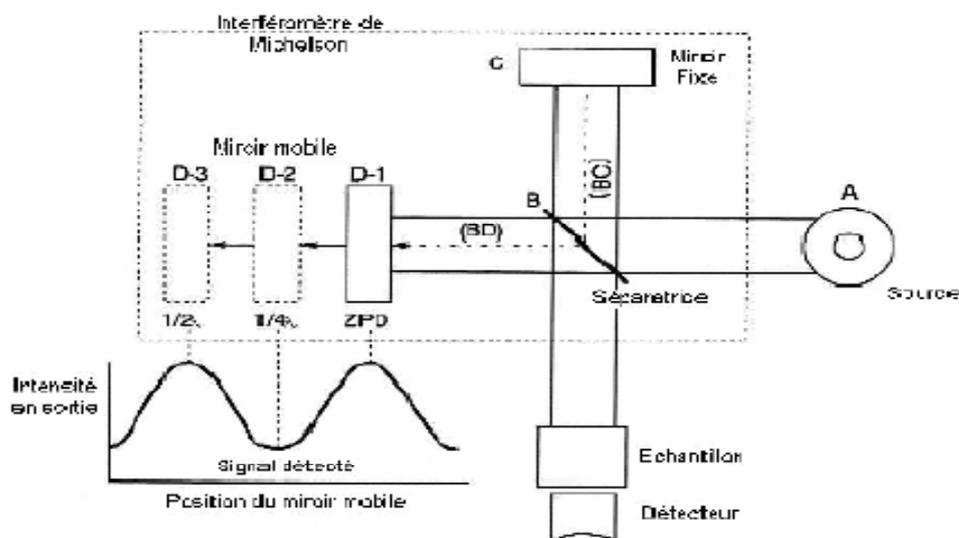


Figure IV.8 : Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier [95].

Le signal du détecteur apparaît comme un interférogramme. C'est-à-dire une signature de l'intensité en fonction de la position du miroir. L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau. Cet interférogramme est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelée transformée de Fourier [96].

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

### IV.2.5. Teneur en métaux lourds par la SAA

Si nous fournissons le quantum d'énergie pour passer de  $E_0$ , état fondamental, à l'état excité  $E_1$  au moyen d'un photon, celui-ci pourra être absorbé par l'atome si l'énergie du photon est égale à la différence entre les niveaux d'énergie  $E_1$  et  $E_0$  [97].

$$|E_1 - E_0| = h \cdot \nu = c / \lambda \dots \dots \dots (IV.7)$$

Avec  $h$  : constante de Planck ( $6,626\ 0755 \cdot 10^{-34}$  J.s).

$\nu$  : fréquence de l'onde lumineuse ( $s^{-1}$ ).

$c$  : vitesse de la lumière dans le vide ( $3 \cdot 10^8$  m.s $^{-1}$ ).

$\lambda$  : longueur d'onde (m).

La spectroscopie d'absorption atomique est basée sur ce principe, et sur le fait que la majorité des atomes restent à l'état fondamental. Des atomes libres sous forme de vapeur monoatomique sont donc susceptibles d'absorber des radiations spécifiques, on utilise pour cela une lampe à cathode creuse de même nature que l'élément à doser.

L'absorbance de ce faisceau est proportionnelle à la concentration de l'élément à doser [98] selon la loi de Beer-Lambert:

$$A = \log(I_0/I) = \epsilon \cdot l \cdot C \dots \dots \dots (IV.8)$$

Avec

$I_0$  : intensité de la lumière incidente.

$I$  : intensité de la lumière transmise.

$\epsilon$  : coefficient caractéristique de la substance appelé coefficient d'absorbance ( $L \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ).

$C$  : concentration de la solution (mol/L).

$l$  : l'épaisseur de la cuve (cm).

La figure IV.9 présente le schéma de base d'un appareil de spectrométrie d'absorption atomique qui est constitué de [99] :

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

- Une source de lumière qui produit une radiation caractéristique de l'élément à doser à la longueur d'onde  $\lambda$  ;
- Un système pour moduler le rayonnement provenant de la source ;
- Un atomiseur dont le rôle est de produire un nuage d'atomes à l'état fondamental ;
- Un monochromateur qui sert à éliminer toutes les radiations autres que celle à la longueur d'onde  $\lambda_0$  ;
- Un détecteur couplé à un système électronique pour enregistrer et traiter les signaux.

A côté de ces éléments essentiels, nous trouvons l'un ou l'autre complément suivant le degré de perfectionnement de l'appareil. Il peut s'agir [99] :

- D'un diviseur de faisceaux lumineux dans des appareils à double faisceaux.
- D'un correcteur d'absorption non spécifique.
- D'un système permettant la visualisation des faisceaux spécifiques.

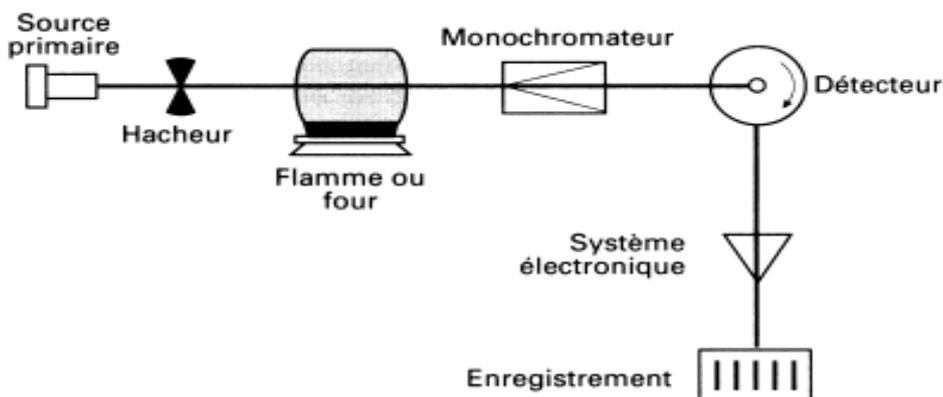


Figure IV.9 : Schéma de base d'un appareil de spectrométrie d'absorption atomique [100].

Les cellules d'absorption les plus utilisées en spectrométrie sont la flamme et le four graphite qui est capable à partir d'éléments présents en solution, de fournir des atomes libres en proportions suffisantes pour utiliser la technique d'absorption.

### IV.3.Caractérisation du sol

Des analyses de caractérisation des échantillons de sol étudiés ont porté sur la granulométrie, le pH, ainsi que le teneur en métaux lourds (Pb, Cd, Ni, Cr, Hg et Se).

# Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

## IV.3.1. Granulométrie

La distribution de la taille des particules (aussi appelée composition granulométrique) est une des plus importantes caractéristiques du sol.

L'analyse granulométrique d'un sol consiste à déterminer la proportion des diverses classes de grosseur des particules. L'exactitude de la méthode dépend de la nature du sol et, plus précisément, de la forme géométrique des particules et du pourcentage des matières organiques qu'elles renferment.

Les éléments minéraux sont supposés de formes sphériques et l'Association internationale de la science du sol a adopté l'échelle d'Atterberg, qui les classe de la façon suivante [101]:

- Sables grossiers.....de 2 mm à 0,2 mm
- Sables fins.....de 0,2 mm à 0,05 mm
- Limons grossiers.....de 0,05 mm à 0,02 mm
- Limons fins.....de 0,02 mm à 0,002 mm
- Argiles.....inférieure à 0,002 mm

L'étude granulométrique des particules permet de déterminer la surface spécifique ( $m^2/g$ ) du sol, ce qui permet d'estimer sa capacité d'adsorption des métaux lourds [102].

### ➤ Principe

Tout d'abord, individualiser les différentes fractions en détruisant la matière organique qui stabilise les argiles et les limons fins. Cette opération se fait en traitant le sol par l'eau oxygénée concentrée.

Ensuite, laver sur filtre la terre ayant subi ce traitement afin d'éliminer l'excès de réactif et les sels solubles présents.

Enfin, mettre en suspension la terre dans l'eau additionnée d'un dispersant puissant, neutralisant l'action floculante, vis à vis des colloïdes, des ions minéraux, principalement le calcium.

La solution dispersée est abandonnée au repos pour permettre la sédimentation. Les vitesses de chute des particules, sont d'autant plus grandes, qu'elles sont plus grosses.

A 20°C, les particules de 0,002 mm tombent de 10 cm en 8 heures, celles de 0,02 mm en 4 minutes 48 secondes. Il y a un moyen de séparer ces fractions en prélevant à cette profondeur, l'argile et le limon par la méthode d'analyse à la pipette Robinson.

## ***Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées***

---

Pour les sables, ils sont déposés très rapidement. Après avoir été lavés, séchés, ils seront séparés en fractions de 0,02 mm-0,2 mm et 0,2 mm- 2 mm par tamisage [102].

### **❖ Méthode d'analyse à la pipette Robinson**

Dans cette méthode l'argile et le limon sont prélevés dans une suspension stable de terre en respectant les conditions de temps, de profondeur et de température.

Le prélèvement doit se faire avec un soin extrême pour éviter une perturbation du milieu en lente sédimentation. La qualité des résultats est liée à la grande reproductibilité des résultats [103].

### **❖ Méthode par tamis**

Une portion d'échantillon est séchée et séparée par vibration sur une série de tamis superposés. Par la suite, le contenu de chaque tamis est pesé et la fraction d'échantillon recueillie par tamis est rapportée à la quantité d'échantillon totale [101].

### **IV.3.2.pH**

C'est une autre propriété chimique essentielle qui détermine le comportement des éléments chimiques mais aussi le comportement des êtres vivants (macro flore-végétation). On mesurera en général le pH de l'eau ou d'une solution qui est en équilibre avec le sol. Le pH détermine le comportement des éléments et en particulier leur existence sous une forme cationique ou anionique ou sous la forme d'hydroxyde [103].

La mesure du pH d'un sol permet de définir son état d'acidité ou d'alcalinité. Le pH se mesure sur une échelle de 1 à 14. Les sols agricoles présentent un pH compris entre 4 et 9, sauf exceptions rarissimes.

Le statut acido-basique des sols agricoles est défini dans le tableau IV.1 :

## Chapitre IV : Description des méthodes de caractérisation utilisées

---

Tableau IV.1 : Types de sols en fonction du pH [102].

Valeur du pH	Statut Acido-basique
$\text{pH} \leq 5,5$	Sol très acide
$5,5 < \text{pH} \leq 6,0$	Sol acide
$6,0 < \text{pH} \leq 6,5$	Sol peu acide
$6,5 < \text{pH} \leq 7,0$	Sol neutre
$7,0 < \text{pH} \leq 7,5$	Sol peu alcalin
$\text{pH} > 7,5$	Sol alcalin

Généralement, les phénomènes de pollutions se traduisent par des modifications des caractéristiques physicochimiques et/ou microbiologiques du milieu pollué. Dans le présent travail, on a mesuré les variations du pH.

*Chapitre V*

*Produits utilisés et modes  
opérateurs*

### V.1.Introduction

Dans ce chapitre, la préparation des tubes, les sols et les protocoles expérimentaux de caractérisation utilisés sont décrits. Notre travail se divise en deux parties : la première est consacrée à la caractérisation physico-chimique, thermique et mécanique des canalisations<sup>2</sup>utilisées, la deuxième partie traite l'impact de ces canalisations sur le sol, en particulier la contamination des sols par les métaux lourds présents dans les canalisations.

Au préalable, une description du Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité et du Gaz (CREDEG) est donnée.

### V.2. Description du Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité du Gaz (CREDEG)

Le CREDEG, Centre de Recherche et de Développement de l'Electricité et du Gaz, Société par actions, filiale du groupe SONELGAZ, a pour mission la recherche appliquée, le développement technologique, et les services techniques relatifs à l'expertise des équipements industriels et au contrôle de la qualité des matériaux et produits des équipements pour ce qui concerne leur fabrication, leur construction et leur exploitation en fonctionnement et leur comportement au sein de leur environnement et ce principalement dans le domaine des métiers de base de SONELGAZ à savoir:

- La production, transport et distribution de l'Electricité ;
- Le transport et distribution du Gaz par canalisations.

Les objectifs ciblés sont :

- La sécurité des personnes et des biens d'équipements ;
- La protection de l'environnement ;
- L'amélioration continue des performances techniques des installations par le développement des solutions novatrices aux problèmes techniques inhérents aux développements des activités des métiers de SONELGAZ ;
- L'économie, tout en minimisant le recours à la sous traitance extérieure.

Pour y parvenir, le CREDEG s'organise pour la mise en œuvre des technologies de base et des technologies clés et pour le développement de sa capacité à intégrer les technologies de pointes et les technologies émergentes dans les produits, services, processus industriels permettant aux filiales métiers de base de SONELGAZ de s'assurer une position

## Chapitre V : Produits utilisés et modes opératoires

---

technologique appréciable par sa compétitivité technique sur le marché à la hauteur des ambitions de SONELGAZ.

Les principales activités du CREDEG sont :

- Recherche et Développement technologique par la combinaison des technologies de base disponibles et l'acquisition des nouvelles technologies relatives aux installations qui sont les métiers de base de SONELGAZ en ciblant les objectifs de fiabilité, sécurité, protection de l'environnement et économie ;
- Services techniques de diagnostics et expertise des équipements industriels ;
- Normes et veille normative ;
- Veille technologique ;
- Energies nouvelles et renouvelables ;
- Homologation des matériaux et produits utilisés dans les installations électriques et gazières de SONELGAZ ;
- Etudes environnementales ;
- Technologie de l'information et communication.

Le CREDEG comporte plusieurs laboratoires :

### 1. Laboratoire du polyéthylène

Sa mission est d'assurer le contrôle de la qualité des tubes et accessoires en polyéthylène et le contrôle de la qualité des revêtements protecteurs appliqués aux ouvrages gaz.

Parmi les analyses effectuées on cite :

- La détermination de l'indice de fluidité ;
- La détermination de la masse volumique ;
- La détermination du temps d'induction à l'oxydation ;
- Les essais de résistance au choc et à l'arrachement ;
- Le vieillissement dans les conditions extrêmes d'exploitation ;
- La mesure de la valeur de l'allongement à la rupture ;
- Les mesures dimensionnelles ;

### 2. Laboratoire des analyses physico-chimiques

### 3. Laboratoire de Métallurgie

### 4. Laboratoire des protections électriques

### 5. Laboratoire des essais électriques

## V.3. Présentation des différents tubes utilisés

Les différents tubes utilisés dans ce travail sont regroupés dans le tableau V.1.

Tableau V.1 : Tubes utilisés.

N° de l'échantillon	Dimension Ø*e (mm)	Fabricant	Lieu de prélèvement	Date de pose	Tranche d'âge (ans)
1	63*5,8	CHIALI	TUBE DE REFERENCE		
2		WAVIN	ESSENIA (SDO)	1984	25
3		WAVIN	BOLOGHINE (SDA)	1985	24
4		WAVIN	CHLEF NORD (SDO)	1985	24
5		WAVIN	BOLOGHINE (SDA)	1998	11
6		WAVIN	TLEMCEN(SDO)	1998	11
7		WAVIN	BLIDA (SDC)	1998	11

## V.4. Caractérisation des conduites

### V.4.1. Propriétés dimensionnelles

Les dimensions doivent être mesurées conformément à la norme EN ISO 3126 à  $(23 \pm 2)$  °C, après avoir conditionné les tubes pendant au moins 4h. Le mesurage des dimensions ne doit pas être effectué moins de 24h après la fabrication [104].

#### V.4.1.1. Diamètres extérieurs moyens, faux-rond (ovalisation)

Les diamètres extérieurs moyens,  $d_{em}$ , des tubes doivent être conformes au tableau V.1. Les tubes avec les tolérances de la classe A de l'ISO 11922-1 :1997 [105] doivent être utilisés mais si des tolérances plus serrées sont exigées, les tolérances de la classe B données dans le tableau ci dessous doivent être appliquées.

Pour les tubes droits, l'ovalisation maximale doit être conforme au tableau V.2

Pour les tubes enroulés, l'ovalisation maximale doit être fixée par accord entre le fabricant et l'utilisateur [104].

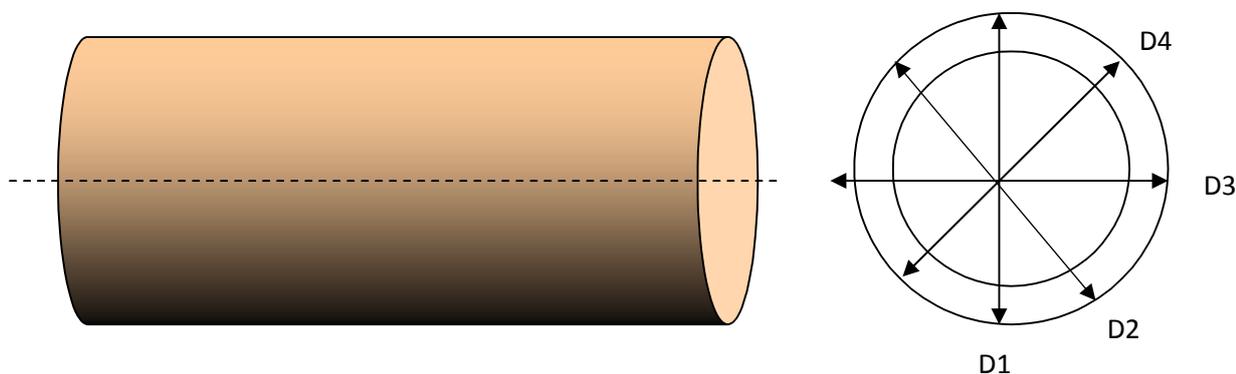


Schéma V.1 : Calcul de l'ovalisation.

Tableau V.2 : Diamètres extérieurs moyens et ovalisation.

Dimension Nominale DN/OD	Diamètre Extérieur nominal	Diamètre extérieur moyen			Ovalisation maximale tubes droits
		$D_{em,min}$	Classe A	Classe B	
63	63	63,0	---	63,4	1,5

### V.4.1.2.Épaisseurs de paroi minimales et leurs tolérances

#### V.4.1.2.1.Épaisseurs de paroi minimales

L'utilisation de tout SDR déduit des séries S de tubes, donné selon la norme ISO 4065, est autorisée. L'épaisseur de paroi minimale,  $e_{\min}$ , des tubes de SDR 17,6 et de SDR 11 doit être conforme au tableau V.3.

Pour les systèmes existants de canalisation de dimensions nominales DN/OD 25 et DN/OD 32, une épaisseur de paroi minimale de  $(2,0_0^{+0,3})$  mm peut être utilisée pour des assemblages mécaniques avec joint élastomère, pour des pressions nominales jusqu'à 0,1 bar [104].

**Tableau V.3 : Épaisseur de paroi minimale pour les tubes de SDR17.6 et de SDR 11.**

Dimension nominale DN/OD	Épaisseur de paroi minimale, $e_{\min}$	
	SDR 17,6	SDR 11
63	3,6	5,8

#### V.4.1.2.2.Tolérance sur les épaisseurs de paroi

La tolérance sur les épaisseurs de paroi nominales en un point quelconque doit être conforme au tableau V.4, qui est dérivé de la classe V, donné selon la norme ISO 11922-1.

**Tableau V.4 : Tolérance sur les épaisseurs de paroi.**

Épaisseur de paroi nominale		Tolérance positive $t_y$
>	$\leq$	0.7
5,0	6.0	

### V.4.2. Propriétés physico-chimiques et thermiques

#### V.4.2.1. Masse volumique

Cette mesure a été réalisée à l'aide d'une balance graduée de marque Sartorius GENUIS, selon la norme ISO 1183 [74], permettant de mesurer les deux masses, dans l'air et dans l'eau, d'une façon successive.

Les échantillons à analyser sont des rectangles pesant de 3 à 4g. La valeur de la masse volumique du polyéthylène est la moyenne des trois essais effectués.

#### V.4.2.2. Indice de fluidité

Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme ISO 1133, et les résultats sont comparés avec ceux donnés par la fiche technique.

L'appareil plastomère est porté à une température de 190 °C pendant au moins 15 minutes, puis le cylindre est nettoyé et la filière installée.

On met 4g de polyéthylène dans le cylindre, on comprime la matière, et on place le piston. Après 4 minutes, on place la charge de 5 kg et on laisse descendre le piston sous l'action de la pesanteur, jusqu'à ce qu'un filament exempt de bulles soit extrudé. On continue à laisser le piston descendre. Quand le repère inférieur de la tige du piston atteint le bord supérieur du cylindre, on déclenche le chronomètre et on coupe l'extrudât chaque 120 secondes.

On récupère les extrudats coupés. Après refroidissement, on pèse individuellement, à 1 mg près, les extrudats, au nombre de cinq en éliminant le premier, et on calcule la moyenne [107].

#### V.4.2.3. Retrait à chaud

Pour étudier le retrait du produit, nous avons déterminé le pourcentage de diminution en longueur de l'échantillon au cours du séchage à l'étuve, à un intervalle de temps bien défini. Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme NA 7615[82].

On a travaillé avec la méthode d'essai à l'étuve de marque MEMMERT :

On mesure à une température de 23°C, la distance entre deux repères distants de 100 mm, de telle manière que l'un des deux repères soit à environ 10 mm de l'une des extrémités, et on règle la température de l'étuve à 110°C. Ensuite, on place les éprouvettes dans l'étuve verticalement de telle façon qu'elles n'en touchent ni les parois, ni le fond.

Après un séjour de 60 min dans l'étuve, les éprouvettes sont retirées. Après refroidissement à 23°C à l'air libre, on mesure la distance entre les deux repères.

### V.4.2.4. Temps d'induction à l'oxydation (TIO)

Cette méthode d'analyse est réalisée conformément à la norme NF EN 728 [83]. Pour notre étude, les mesures ont été effectuées à l'aide d'un calorimètre de type NETZSCH, DSC204 –Phoenix.

Les échantillons découpés, à partir d'un tube de polyéthylène selon la norme NF EN 728, de masse ( $15 \pm 2$ ) mg sont placés dans des capsules en aluminium avant d'être chauffés de 20°C à 210°C sous azote à une vitesse de  $10^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ . Après une isothermie de 3 min à 210°C permettant de stabiliser la température, l'azote est remplacé par de l'oxygène (débit de 50 ml/min) pendant toute la durée nécessaire à l'oxydation de l'échantillon.

Le temps qui s'écoule entre le changement de gaz et le début de l'oxydation s'appelle le temps d'induction à l'oxydation (TIO) (il doit être  $\geq 20$  min) [84].

Le résultat est la moyenne de trois essais selon la norme NF EN 728, les enthalpies ont été déterminées à l'aide du logiciel Proteus softwork thermal.

### V.4.3. Propriétés mécaniques

#### V.4.3.1. Essai de traction

La machine de traction (dynamomètre) utilisée est de type ZWICK / ROELL (France). Elle est pilotée par un logiciel test Contrôle.

Pour la mesure des propriétés en traction, avant et après vieillissement, nous avons fait un prélèvement de sept éprouvettes sous forme d'haltères de dimensions normalisées de chaque éprouvette vieillie et d'une éprouvette non vieillie (témoin). Les essais mécaniques ont été faits conformément aux recommandations de la norme ISO 6259[108].

Dans notre étude, nous avons utilisé une vitesse de traction de 50 mm/min.

Les résultats sont obtenus par calcul de la moyenne des mesures sur trois essais reproductifs.

#### V.4.3.2. Résistance à la pression hydrostatique

Pour notre étude, on a utilisé le type d'essai « eau-dans-eau ». Les éprouvettes ont été préparées selon la norme ISO 1167-2, et doivent être conditionnées à une température de  $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$  avant les essais prévus comme suit [109] :

On prépare de la même façon les sept éprouvettes étudiées, on élimine toute trace de saleté et d'autres impuretés. Ensuite on les munit d'embouts.

On mesure et on note la longueur  $L_0$  des tubes;

On remplit les éprouvettes avec de l'eau et on les immerge dans un bain d'eau, pendant une durée de 165h à une température de 80°C et une contrainte de 4.5 MPa. Une pression suffisante doit être appliquée pour éviter l'ébullition.

On raccorde les éprouvettes à l'appareillage de mise sous pression et on purge l'air. Après le conditionnement, on applique la pression d'essai et on commence la mesure de la durée pour laquelle la pression spécifiée est maintenue dans les éprouvettes.

### V.4.4. Modifications structurales par spectroscopie IRTF

Cette technique a été utilisée dans le but d'effectuer une étude qualitative et semi quantitative de l'état d'oxydation des tubes.

Le spectromètre utilisé est de marque Thermo-Nicolet, modèle Nexus 670 ; les mesures sont effectuées avec une résolution de 4 cm<sup>-1</sup> et 64 balayages sur une gamme comprise entre 400 et 4000 cm<sup>-1</sup>.

L'analyse infrarouge a été faite sur des films de PE préparés de la manière suivante [31]:

- 0,15g d'éprouvette de PE sont dissous dans 7 à 10 ml de p-xylène à une température d'environ 120°C ;
- Après dissolution complète, on prélève quelques gouttes sur support en verre que l'on introduit dans une étuve pendant 24 heures à une température de 40°C ;
- Le film noir et mince est ensuite décollé et analysé.

### V.4.5. Teneur en métaux lourds par la SAA

La SAA a été utilisée dans le but de déterminer les teneurs en métaux lourds dans les échantillons des canalisations en polyéthylène ainsi que dans les échantillons de sols prélevés.

Le spectromètre utilisé pour l'analyse est de marque SOLAAR M6.

La digestion est réalisée dans un micro-onde de marque Milestone ETHOS D, en employant la note de digestion: DG-PL-09.

La préparation des solutions mères et des solutions filles nécessite l'utilisation de fioles de 20 ml.

L'analyse a nécessité au préalable la minéralisation des échantillons selon le protocole suivant :

- Peser une prise d'essai de 0,25 g de l'éprouvette polyéthylène et l'introduire dans le bouclier de sécurité HTC ;

- Ajouter 10 ml d'acides nitrique  $\text{HNO}_3$ . Si une partie de l'échantillon reste sur la paroi intérieure du navire TFM, il faut le mouiller en ajoutant goutte à goutte  $\text{HNO}_3$ , puis agiter doucement la solution pour homogénéiser l'échantillon avec le  $\text{HNO}_3$  ;
- Fermer le récipient et l'introduire dans le segment de rotor, puis serrer à l'aide de la clé dynamométrique ;
- Insérer le segment dans la cavité micro-ondes et communiquer le capteur de température ;
- Exécuter le programme micro-ondes selon la note d'application DG-PL-09 ;
- Refroidir le rotor à l'air libre jusqu'à ce que la solution atteigne la température ambiante ;
- Ouvrir le récipient et transférer la solution dans un flacon marqué.

Les solutions sont conservées dans des récipients de polyéthylène hermétiquement fermés.

Un étalonnage de l'appareil est effectué à l'aide d'une série de solutions obtenues par dilution d'une solution mère de 1g/l. Les sels utilisés sont (Cr, Pb, Cd, Ni, Hg et Se).

Pour chaque élément dosé, on utilise la lampe à cathode creuse appropriée. Les courbes d'étalonnage sont données en annexe.

### V.5. Caractérisation du sol

Les cinq échantillons de sol ont été prélevés directement des lieux d'enfouissement des canalisations.

#### V.5.1. Granulométrie

L'analyse granulométrique du sol a été effectuée selon la norme AFNOR X31-107. L'analyse s'effectue sur une prise d'essai de sol fin (éléments  $\leq 2\text{mm}$ ). La présente méthode a pour but de déterminer le pourcentage des différentes fractions de particules minérales. Le principe de la méthode est basé sur la mise en suspension des particules minérales. Des prélèvements sont faits à l'aide d'une pipette de Robinson, dans des flacons à sédimentation à des profondeurs et à des moments déterminés, pour l'argile et le limon. Pour les sables on a utilisé les tamis de sédimentations.

On prend les cinq échantillons de sol prélevés, on effectue les opérations suivantes à chaque échantillon :

1. On commence par la destruction de la matière organique comme suit :
  - ✓ On pèse 10 g de chaque échantillon de terre avec une balance de type METTLER P160N, on le met dans un erlenmeyer de 500 ml et on ajoute à chaque prise d'essai 100 ml d'eau distillée ;

## Chapitre V : Produits utilisés et modes opératoires

---

- ✓ On ajoute 20 à 100 ml d'eau oxygénée et on laisse réagir pendant 20 minutes ;
- ✓ On porte les échantillons sur un bain de sable, on fait dans un premier temps une attaque à froid pendant 4 heures pour que l'eau oxygénée imprègne les particules et les déstabilise ;
- ✓ Ensuite, on fait une attaque à chaud pour éliminer complètement les matières organiques pendant 4 heures de temps, sur une plaque chauffante. La réaction est terminée lorsque la mousse a disparu et qu'aucune bulle d'oxygène ne vienne crever à la surface.

2. Après la destruction de la matière organique, on passe au lavage de la terre (la mise en dispersion) comme suit :

- ✓ On dispose des entonnoirs avec papier filtre sur des erlenmeyers de 500 ml, on verse la terre ayant été traitée à l'eau oxygénée ;
- ✓ On lave avec l'eau distillée sur le filtre et on transporte l'entonnoir sur des allonges à sédimentation, ensuite on traîne la terre dans l'allonge en s'aidant de jets de pissettes ;
- ✓ On ajoute 10 ml de solution d'héxamétaphosphate à 5% et on complète avec de l'eau distillée jusqu'à un volume de 1000 ml, ensuite on bouche l'allonge et on met en agitation par retournement pendant 4 h.

3. Le prélèvement de l'argile et de l'argile+limon:

- ✓ Après les 4 heures d'agitation, les allonges sont débouchées et on les dispose sur un râtelier (support en longueur pour ranger les outils sur le dispositif de la pipette Robinson);
- ✓ On fait entrer la pipette jusqu'à 10 cm de profondeur et on prélève 20 ml à l'aide de la pipette au bout de 4 minutes 48 secondes à 20°C ;
- ✓ On ferme le robinet lorsque le volume choisi est aspiré, ensuite on remonte la pipette et on récupère le liquide dans une tare de 50 ml et on porte à l'étuve à 105°C.
- ✓ Enfin, on détermine le poids de l'argile+limon (A+L) comme suit :

**Poids (A+L)=poids de l'échantillon sec à 105°C-poids du blanc sec**

Pour déterminer le blanc on fait des prélèvements avec de l'eau contenant la solution d'héxamétaphosphate que l'on fait évaporer dans une tare. La différence de poids nous donne celui de l'héxamétaphosphate qui représente le blanc.

## Chapitre V : Produits utilisés et modes opératoires

---

### 4. Détermination des argiles :

Opérer exactement de la même façon après un repos de 8 heures à une profondeur de 10 cm. Les allonges sont ensuite abandonnées sans secousse pour prélever l'argile.

**Poids Argile = poids de l'échantillon sec à 105°C - poids du blanc sec**

### 5. Détermination des sables fins et grossiers :

- ✓ Après le temps nécessaire pour la chute des particules de diamètre supérieur ou égal à 0,02 mm qui est de 5 minutes, on siphonne le liquide surnageant ;
- ✓ On fait plusieurs lavages pour avoir le liquide surnageant parfaitement clair, on laisse décanter le maximum d'eau ;
- ✓ Enfin, on tamise sur des sas pour sables grossiers et fins, à maille de 2 mm et 0,2 mm selon la norme AFNOR NFX 11 504[212]. Les sables grossiers et fins sont récupérés dans des capsules tarées mises à l'étuve à 105°C.

**Poids SG = poids de l'échantillon sec à 105°C.**

**Poids SF = poids de l'échantillon sec à 105°C.**

### V.5.2.pH

Le pH des solutions est déterminé selon la norme AFNOR (X 31-103, 1981) et il est mesuré à l'aide d'un pH mètre de marque HANNA instruments.

- Peser 100 g de terre, les placer dans une capsule;
- Les saturer avec de l'eau distillée (verser de l'eau sur la terre pour l'humecter sans dépasser le point de saturation) ;
- Malaxer avec une spatule métallique ;
- Fermer la capsule avec un couvercle, laisser au repos 24 h pour permettre la diffusion des sels solubles ;
- Le lendemain, mesurer le pH de la pâte après l'avoir mélangée.

### V.5.3.Teneur en métaux lourds par la SAA

On procède comme suit [110] :

- Peser à 0,5 mg près, 0,5g de l'échantillon préparé pour l'essai, dans un ballon à fond rond ;
- Ajouter 2 à 3ml d'eau déminéralisée pour obtenir un produit pâteux ;
- Ajouter 7,5ml d'acide chlorhydrique et 2,5ml d'acide nitrique ;

## Chapitre V : Produits utilisés et modes opératoires

---

- On couvre le ballon et on le laisse au moins 12 h à température ambiante ;
- Adapter le réfrigérant à reflux sur le ballon ;
- Faire bouillir à reflux, pendant 2h, à la température de 150°C ;
- Laisser refroidir lentement à température ambiante ;
- Rincer le réfrigérant avec environ 30ml d'eau déminéralisée en récupérant le liquide au fond du ballon ;
- Filtrer la solution contenue dans le ballon, au moyen du papier filtre, en récupérer le filtrat dans une fiole jaugée de 100ml (le filtre choisi doit permettre l'obtention d'un filtrat clair) ;
- Rincer le filtre plusieurs fois avec de l'eau déminéralisée ;
- Compléter à 100ml avec de l'eau déminéralisée.

### ❖ Essai à blanc

Effectuer parallèlement un essai à blanc en procédant selon les étapes 1 et 2 en utilisant les mêmes réactifs mais sans la prise d'essai [110].

## *Chapitre V : Produits utilisés et modes opératoires*

---

# *Chapitre VI*

## *Résultats et interprétations*

### VI.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons en premier lieu, les résultats expérimentaux obtenus lors des essais effectués sur les tubes en PE qui sont fonction des conditions opératoires ambiantes de température, des dimensions, de la méthode de préparation des éprouvettes, ainsi que des normes employées.

En second lieu, nous allons nous intéresser à l'étude des métaux lourds issus de la migration des additifs que contiennent les canalisations dans le sol, leur mobilité et leur biodisponibilité qui influent la contamination des sols.

Nous tentons aussi d'interpréter et d'analyser ces résultats en se référant aux travaux antérieurs présentés dans la littérature.

### VI.2. Caractérisation des tubes utilisés

Les tubes sont caractérisés en termes de mesures dimensionnelles, de masse volumique, d'indice de fluidité, de retrait à chaud, de temps d'induction à l'oxydation, de résistance à la pression hydrostatique et de propriétés de traction. Ils sont aussi analysés par spectroscopie IR et spectrométrie d'absorption atomique SAA.

#### VI.2.1. Mesures dimensionnelles

Les tubes en polyéthylène sont répertoriés conformément aux termes et définitions repris dans la norme EN ISO 3126, avec entre autres :

- le rapport dimensionnel standard (SDR), correspondant au quotient entre le diamètre extérieur nominal et l'épaisseur de paroi nominale ;
- la série (S), liée au SDR par la formule  $S = (SDR - 1) / 2$ .

Les tableaux VI.1 à VI.3 montrent les résultats des mesures dimensionnelles du  $D_{moy}$ ,  $e_{moy}$  et de l'ovalisation.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Tableau VI.1 : Mesure du diamètre extérieur moyen ( $D_{moy}$ ).

N°de l'échantillon	Diamètre nominale $d_n$ (mm)	Diamètre extérieur moyen mesuré $D_{ext, moy}$ (mm)	Ecart (mm)	Exigence Normative	Observations
1	63	63,05	0,05	0,40	Conforme
2		63,35	0,35		Conforme
3		63,40	0,40		Conforme
4		63,25	0,25		Conforme
5		63,30	0,30		Conforme
6		63,40	0,40		Conforme
7		63,40	0,40		Conforme

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Tableau VI.2 : Mesure de l'épaisseur moyenne ( $e_{moy}$ ).

N°de l'échantillon	Epaisseur nominale $e_n$ (mm)	Epaisseur moyenne mesurée $e_{moy}$ (mm)	Ecart (mm)	Exigence Normative	Observations
1	5,8	6,040	0,240	0,7	Conforme
2		5,890	0,090		Conforme
3		5,850	0,050		Conforme
4		5,910	0,110		Conforme
5		5,995	0,195		Conforme
6		5,945	0,145		Conforme
7		5,930	0,130		Conforme

Les diamètres et épaisseurs des tubes sont conformes à la norme ISO 1555. Leurs tolérances sont selon la norme ISO 11922-1 selon les degrés suivants :

- degré A pour le diamètre extérieur moyen ;
- degré V pour l'épaisseur.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

**Tableau VI.3 : Calcul de l'ovalisation.**

N°de l'échantillon	Désignation	D <sub>i</sub> (mm)	D <sub>min</sub> (mm)	D <sub>max</sub> (mm)	Ovalisation (D <sub>max</sub> - D <sub>min</sub> )	Exigence normative	Observations
1	D1	62,97	62,71	63,13	0,42	1.50	Conforme
	D2	63,13					
	D3	62,71					
	D4	62,96					
2	D1	63,72	63,58	63,83	0,25		
	D2	63,83					
	D3	63,58					
	D4	63,69					
3	D1	63,93	63,29	63,62	0,33		
	D2	63,47					
	D3	63,57					
	D4	63,62					
4	D1	64,66	62,62	63,93	1,30		
	D2	62,62					
	D3	63,02					
	D4	63,70					
5	D1	62,93	62,93	63,63	0,70		
	D2	63,62					
	D3	63,63					
	D4	63,00					
6	D1	63,51	62,15	63,51	1,36		
	D2	63,39					
	D3	62,15					
	D4	63,36					
7	D1	63,41	63,21	63,89	0,68		
	D2	63,89					
	D3	63,80					
	D4	63,21					

Les tolérances sur l'ovalisation sont contrôlées conformément à la norme ISO 11922-1.

Tous les résultats des mesures dimensionnelles sont conformes aux normes, ce qui prouve la stabilité dimensionnelle des conduites en PE analysées.

### VI.2.2. Propriétés physico-chimiques et thermiques

#### VI.2.2.1. Indice de fluidité et masse volumique

Les résultats obtenus sont portés dans le tableau VI.4

**Le tableau VI.4 : Masse volumique et indice de fluidité des tubes utilisés.**

Tubes	N°01	N°02	N°03	N°04	N°05	N°06	N°07
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	0.955	0.933	0.934	0.934	0.934	0.936	0.934
IF (190°C, 5kg) (g/10min)	0.40	1.03	0.94	0.90	0.89	0.89	0.90

Les masses volumiques obtenues sont du même ordre de grandeur et sont conformes à la littérature [19].

On remarque que l'indice de fluidité des différents échantillons varie avec l'âge des canalisations. En comparant avec le tube de référence N°01 qui a l'IF le plus petit, on déduit pour les autres échantillons que l'IF augmente avec l'âge des canalisations.

Une valeur élevée d'IF signifie une faible viscosité du polymère et une faible masse moléculaire [76]. Ceci indique une dégradation chimique du PE qui est due à l'exposition des canalisations à l'air donc à l'oxygène ce qui provoque une oxydation du polymère qui est dominée par des coupures de chaînes d'où une chute de la masse moléculaire et une valeur relativement élevée de l'IF.

#### VII.2.1.3. Temps d'induction à l'oxydation

A titre d'exemple, la figure VI.1 illustre le thermogramme du tube de référence n°1. A partir de cette figure, la dégradation du PE s'explique comme suit :

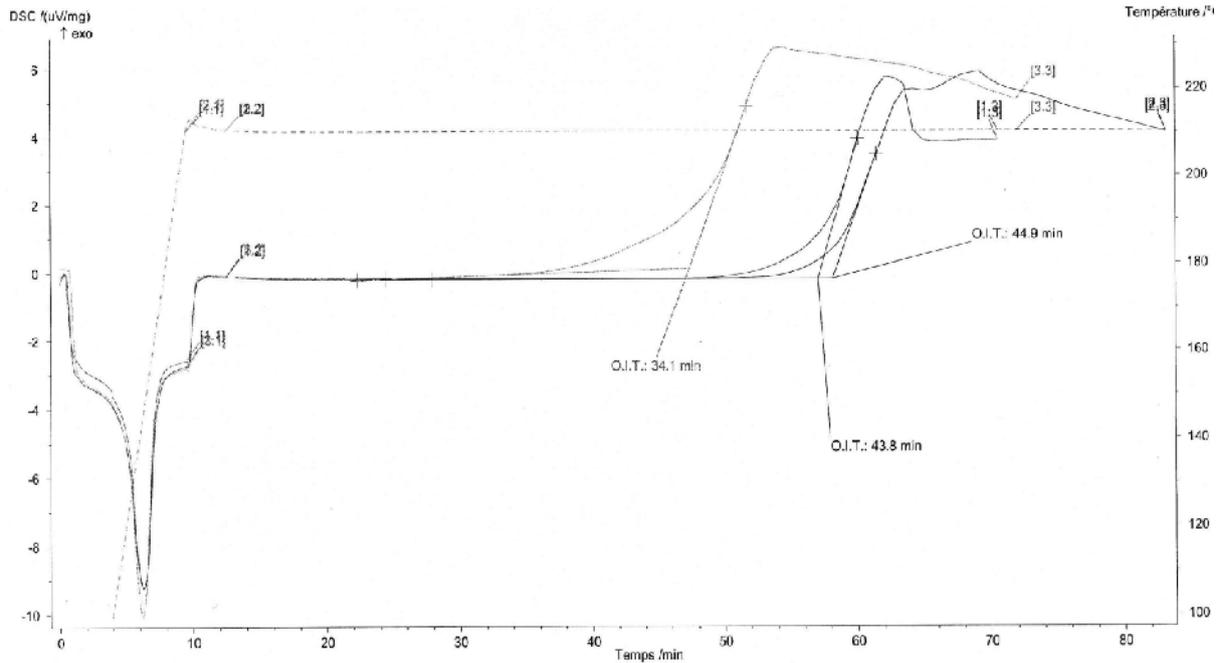


Figure VI.1 : Thermogramme du tube de référence N°01

### 1. Sous azote

Il apparait sur la figure que le polyéthylène résiste à l'action de la chaleur.

### 2. En présence d'air ou d'oxygène

Le PE résiste moins bien à l'action de la chaleur, il est thermiquement stable jusqu'à 210°C. Au-delà de cette température, le PE se dégrade. L'attaque de l'oxygène porte particulièrement sur les carbones porteurs d'hydrogène [46]. On parle alors de thermo-oxydation [112]. La dégradation est donc due à la consommation de l'anti oxydant qui stabilise le PE.

Dans le tableau VI.5 sont reportés les temps d'inductions à l'oxydation des tubes étudiés, ceux au bout desquels le polyéthylène perd plus de 30% de sa concentration initiale d'antioxydants.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

**Tableau VI.5 : TIO des différents tubes utilisés.**

Echantillon	N°01	N°02	N°03	N°04	N°05	N°06	N°07
<b>TIO (min)</b>	40,93	20,50	18,80	16,20	14,50	17,10	17,07

On utilise le TIO pour analyser l'influence des additifs sur le vieillissement des matériaux polymères. Si le TIO dure longtemps ( $\geq 20$  min), cela signifie que le matériau présente une bonne stabilité à l'oxydation.

En analysant les résultats obtenus, on remarque que les temps d'induction à l'oxydation des échantillons vieillis sont plus courts que celui de l'échantillon neuf qui est la référence (40.93 min). Ils ont pratiquement diminué de moitié, ce qui indique un état d'oxydation assez avancé.

Aussi, la migration des antioxydants du PE vers l'environnement extérieur est un phénomène prépondérant régissant la stabilité du polymère [113]. En effet, on remarque ici une diminution du TIO au cours de la durée d'exposition des canalisations. Ce phénomène se traduit par une perte de stabilisation des canalisations en PE. Cette perte peut s'expliquer par des phénomènes physiques (évaporation et extraction des antioxydants), ou bien les concentrations initiales des antioxydants étaient insuffisantes comme elle peut être liée à des phénomènes chimiques (consommation par réaction avec les produits issus de l'oxydation du PE).

### VI.2.1.4. Retrait à chaud

Il s'agit d'un essai d'1 h en étuve à 110°C [82]. Il permet de contrôler le comportement à la chaleur.

Les résultats sont portés dans le tableau VI.6.

**Tableau VI.6: Retrait à chaud des différents tubes.**

Echantillon	01	02	03	04	05	06	07
<b>Retrait (%)</b>	0.60	0.80	0.62	1.89	1.83	0.95	1.16

On remarque une modification du retrait dimensionnel pour tous les tubes étudiés.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Par ailleurs, ni fissuration, ni bulles d'air sur les tubes, ni gonflement du à la température n'ont été observés.

### VI.2.3. Propriétés mécanique

#### VI.2.3.1. Essai de traction

Les allongements à la rupture  $\varepsilon_r$  (%), les contraintes à la rupture  $\sigma_r$  (MPa) et la résistance au seuil de l'écoulement  $Se$  (MPa) avant et après vieillissement sont regroupés dans le tableau VI.7.

**Tableau VI.7 : Taux de variation de la l'allongement à la rupture, la résistance au seuil de l'écoulement et la contrainte à la rupture.**

N° de l'échantillon	$\varepsilon_r$ (%)	Exigence normative	Se (MPa)	Exigence normative	$\sigma_r$ (MPa)
1	1139,49	>350	49,15	>15	48,65
2	833,40		18,73		14,97
3	896,05		19,04		18,01
4	842,55		19,27		15,41
5	575,41		18,78		12,59
6	970,64		20,69		19,43
7	966,30		19,79		19,11

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Les valeurs obtenues dans les cas des échantillons vieilliss sont nettement inférieurs à celles du témoin.

La réduction des propriétés mécaniques est intimement liée à la dégradation thermo-oxydante du matériau qui s'accompagne de coupures de chaîne [60]. Ces dernières provoquent une diminution de la masse moléculaire moyenne, engendrant ainsi une fragilisation du matériau. Les coupures de chaînes entraînent également la diminution de la viscosité du polymère.

### VI.2.3.2. La résistance à la pression hydrostatique

Dans le tableau VI.8, sont reportés les types de rupture de la pression hydrostatique des sept échantillons que nous avons étudiés.

Les résultats du  $d_{em}$ ,  $\epsilon_{min}$  et la pression d'essai sont obtenus par calcul de la moyenne des mesures sur trois essais reproductifs selon la norme ISO 1167.

**Tableau VI.8 : Type de rupture des éprouvettes PE.**

N° de l'échantillon	$d_{em}$	$\epsilon_{min}$	Pression d'essai (MPa)	Type de rupture
1	63,09	5,88	9,25	aucune
2	63,37	5,89	9,22	aucune
3	63,41	5,86	9,16	aucune
4	63,27	5,92	9,29	aucune
5	63,32	5,97	9,37	aucune
6	63,43	5,92	9,26	aucune
7	63,42	5,94	9,30	aucune

Nous constatons que pour les sept éprouvettes pendant toute la durée de l'essai de 165 h à pression et température constantes, les conduites n'ont subi aucune rupture, l'examen de l'aspect des sept éprouvettes après l'essai n'a révélé aucune anomalie donc l'essai est conforme.

### VI.2.4. Modifications structurales par spectroscopie IRTF

Les spectres infrarouges des sept échantillons étudiés sont donnés en absorbance en fonction des longueurs d'ondes (en  $\text{cm}^{-1}$ ).

#### ➤ Tube N°01 (témoin)

Le spectre infrarouge du tube N°01 est représenté dans la figure VI.2. A titre de comparaison, il a été superposé à un spectre du PE selon la littérature [114]. Les principales bandes caractéristiques sont regroupées dans le tableau VI.9.

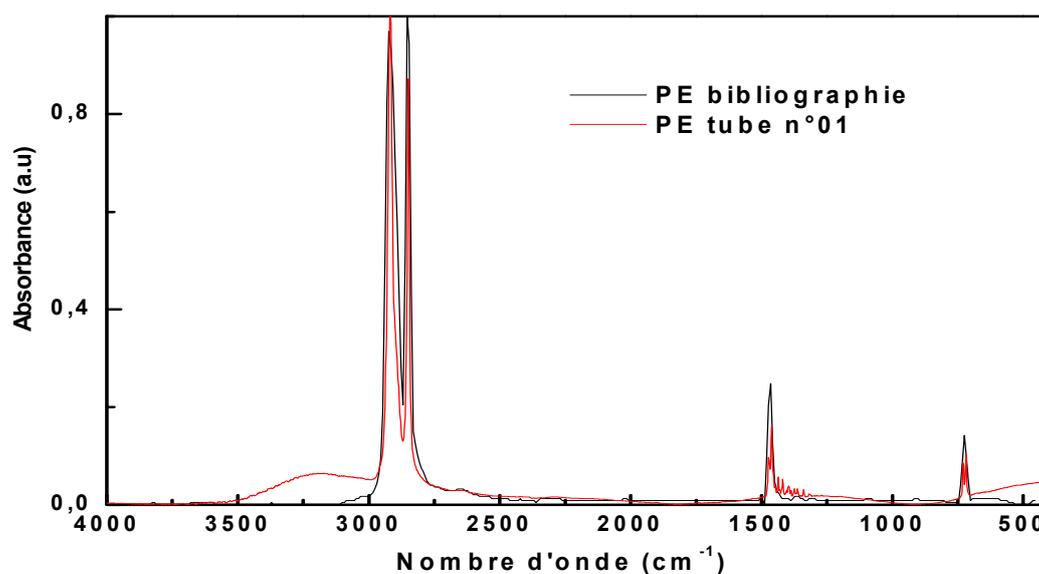


Figure VI.2 : Spectres infrarouges du tube N°01 et du PE selon la littérature.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Tableau VI.9 : Bandes caractéristiques du tube n°01 [114].

N°	Nombre d'onde (cm-1)	Mode de vibration et attribution
1	2918,6	Vibration d'élongation en mode asymétrique de la liaison C-H du CH <sub>2</sub> .
2	2949,2	Vibration d'élongation en mode symétrique de la liaison C-H du CH <sub>2</sub> .
3	1473,34	Vibration de déformation en mode cisaillement de la liaison CH <sub>2</sub> .
4	730,5	Vibration de déformation de la liaison CH <sub>2</sub> .

### ➤ Tubes vieillis

Les spectres infrarouges des tubes vieillis sont représentés dans les figures VI.3 à VI.8.

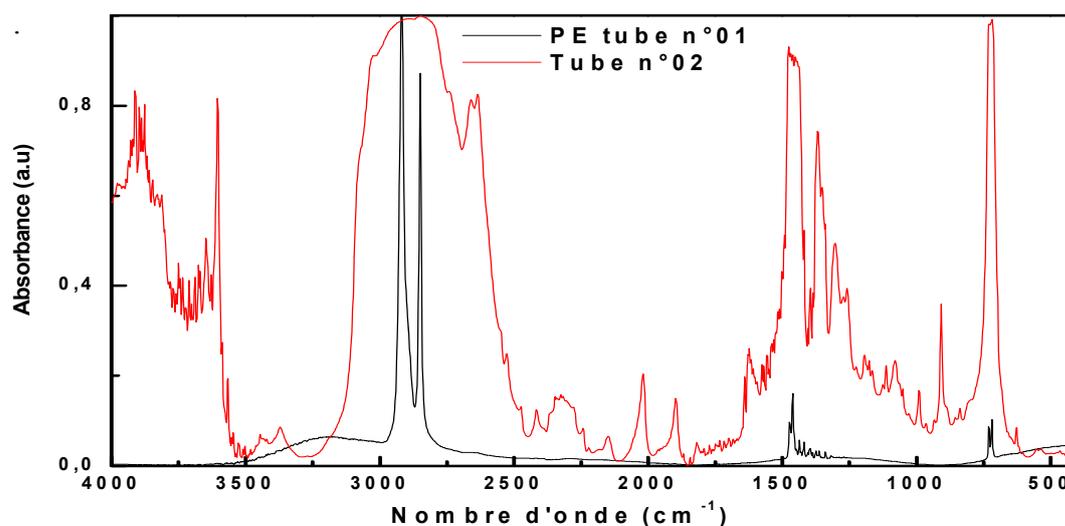


Figure VI.3 : Spectre IR du tube N°02.

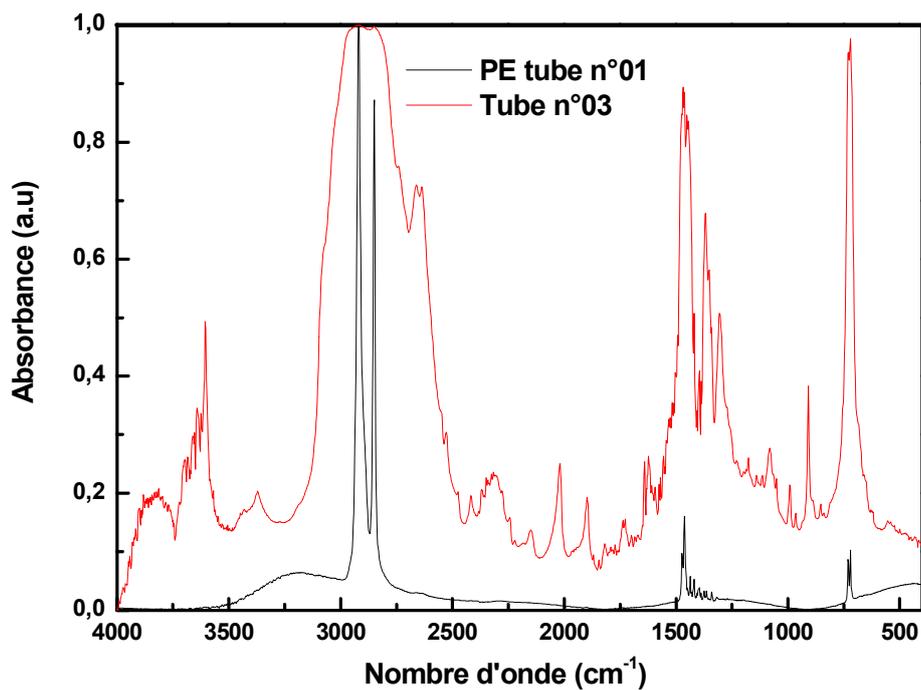


Figure VI.4 : Spectre IR du tube N°03.

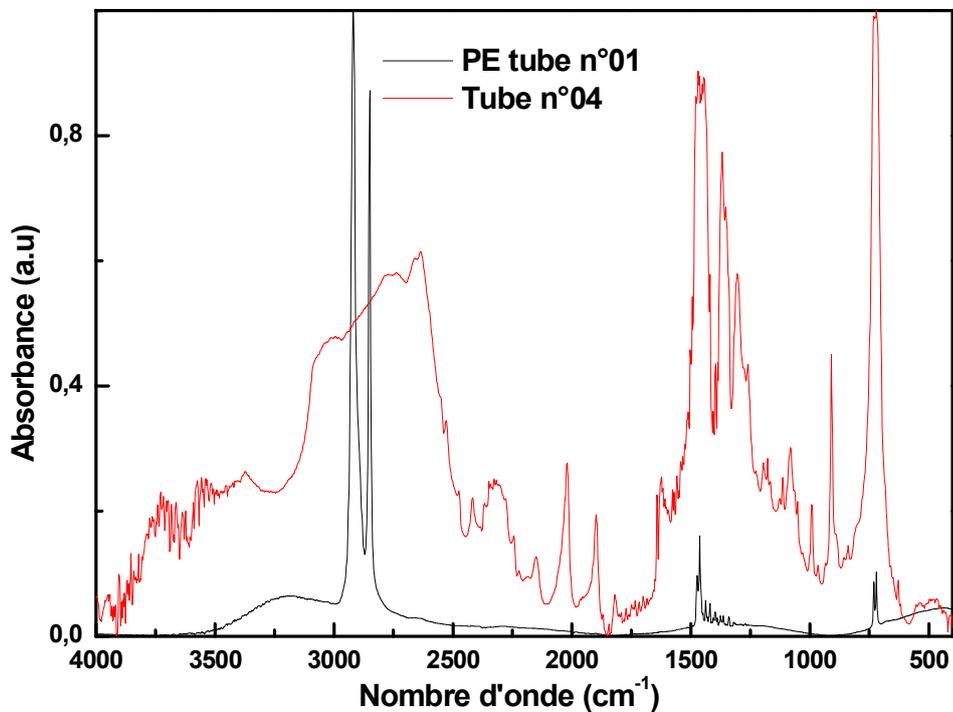


Figure VI.5 : Spectre IR du tube N°04.

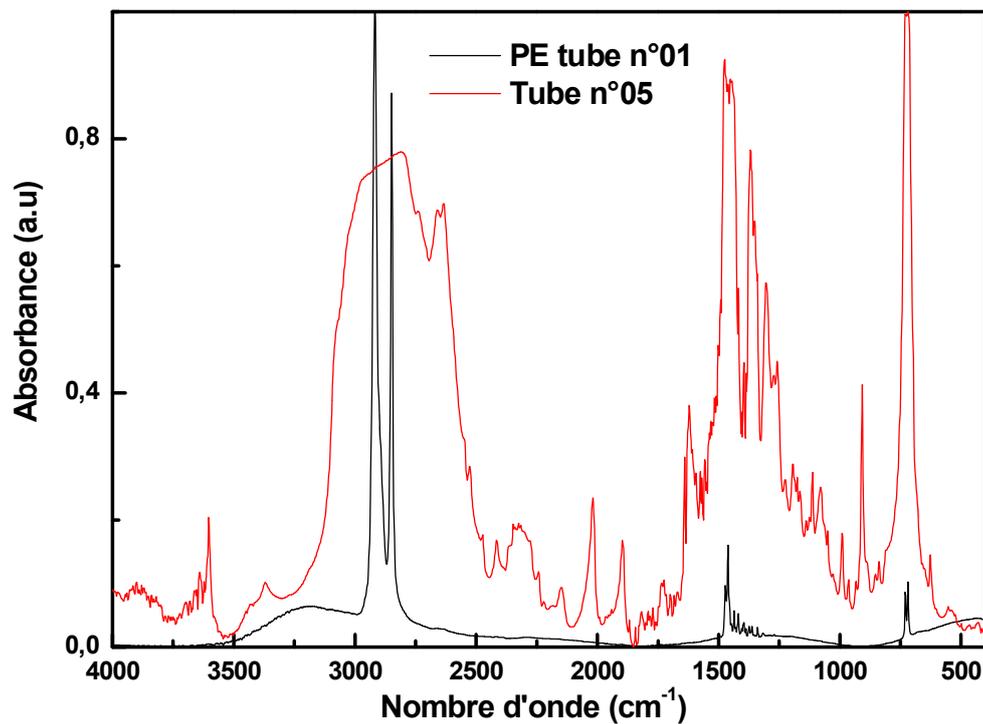


Figure VI.6 : Spectre IR du tube N°05.

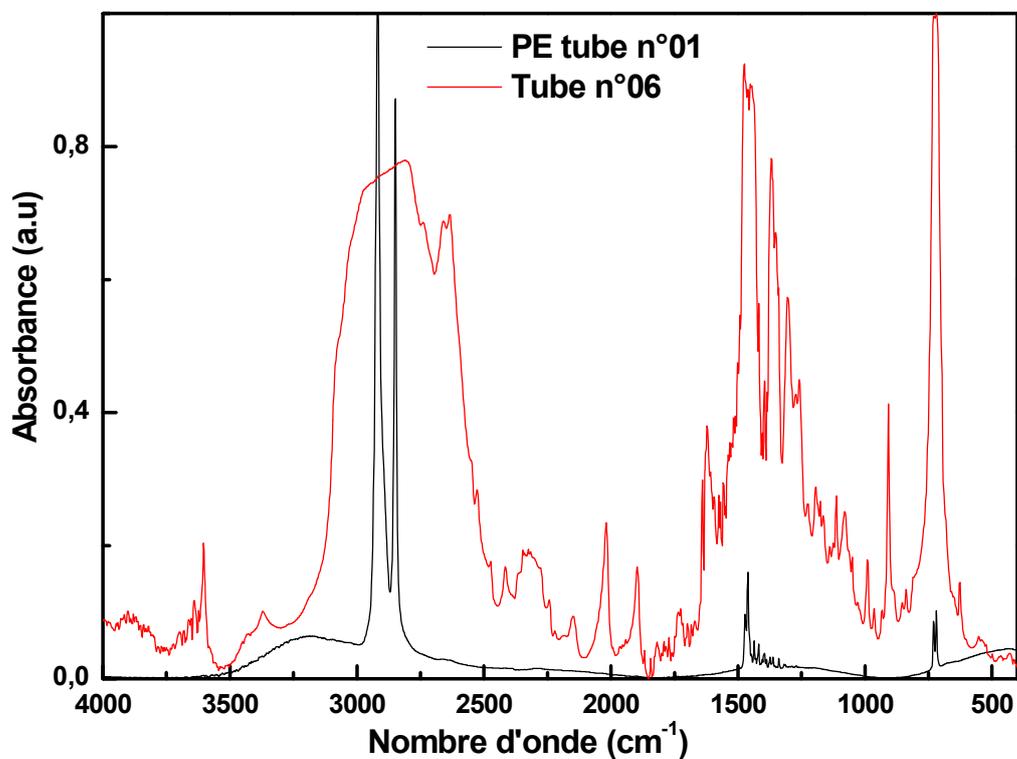


Figure VI.7 : Spectre IR du tube N°06.

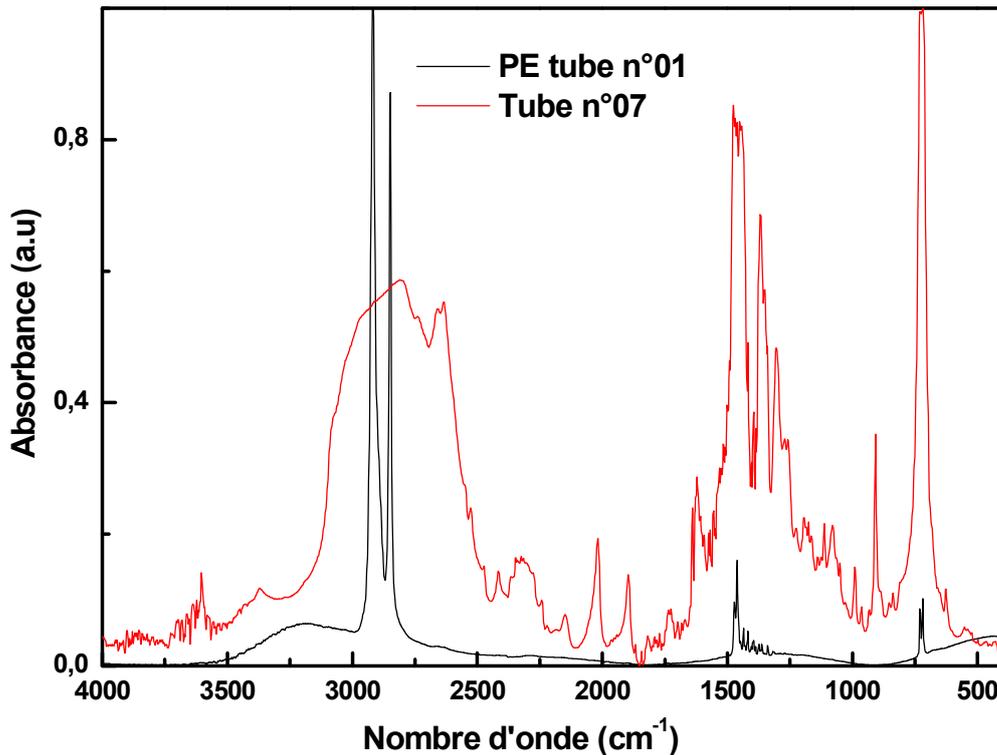


Figure VI.8 : Spectre IR du tube N°07.

En plus des bandes du PE récapitulées dans le tableau VI.8, nous avons attribué les autres bandes comme suit [114] :

- La bande à  $3603\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration d'élongation de la liaison O-H.
- Une bande autour de  $2798\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la vibration d'élongation des liaisons C-H.
- La bande à  $2300\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration d'élongation du  $\text{CO}_2$ .
- La bande à  $1640\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration d'élongation de la double liaison C=C.
- Les bandes autour de  $1400\text{ cm}^{-1}$ , sont attribuées à la vibration de déformation de la liaison  $\text{CH}_2$ .
- La bande à  $1368\text{ cm}^{-1}$  correspond aussi à la vibration déformation de la liaison  $\text{CH}_2$ .
- Un pic correspond à la vibration d'élongation de la liaison C-C apparaît autour de  $1259$  et  $1113\text{ cm}^{-1}$ .
- Les bandes qui apparaissent à des nombre d'onde inférieure à  $1000\text{ cm}^{-1}$  sont généralement attribués à la vibration de déformation de la liaison C-H de  $\text{CH}_2$ .

Toutes ces bandes supplémentaires sont dues aux additifs présents (antioxydants, pigments,...). Toutefois, une attribution précise est délicate car les formulations exactes ne sont pas connues ; ce sont des formulations industrielles confidentielles.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Il est à noter que les spectres des tubes vieilliss (tube n°2 à 6) sont similaires. Comme ce sont des tubes qui proviennent du même fabricant (WAVIN), on peut avancer qu'ils correspondent à une même formulation industrielle.

En revanche, le spectre du tube n°01 est différent. Il provient d'un autre fournisseur (CHIALI) et donc on peut avancer que sa formulation est différente.

Par ailleurs, la photo-oxydation du PE se traduit par des coupures de chaînes qui s'accompagnent de la formation de fonctions carbonyles vers  $1720\text{ cm}^{-1}$ . Les taux d'oxydation sont calculés en utilisant la formule suivante [115] :

$$R_{ox}=(A_{C=O}/A_{CH_2}) \dots\dots\dots VI.1$$

Où :

$A_{C=O}$  : absorbance des groupes carbonyles à  $1720\text{-}1730\text{ cm}^{-1}$ .

$A_{CH_2}$  : absorbance des groupes méthylènes du PE à  $720\text{ cm}^{-1}$ .

Le tableau VI.10 présente les taux d'oxydation des tubes étudiés.

**Tableau VI.10 : Taux d'oxydation des tubes étudiés.**

Echantillon	$R_{ox}$
Tube n°01	0,00
Tube n°02	2,40
Tube n°03	2,40
Tube n°04	2,40
Tube n°05	2,40
Tube n°06	2,40
Tube n°07	2,40

Les taux d'oxydations dans le cas des sept échantillons indiquent la présence d'un certain niveau de dégradation. Ces résultats confirment les résultats précédents.

### VI.3. Caractérisation des sols

#### VI.3.1. Granulométrie

On calcule le pourcentage des éléments déterminés : argile, limon, sable en ramenant le total à 100%.

Les résultats de notre étude sont reportés dans le tableau VI.11.

**Tableau VI.11 : Pourcentage des fractions granulométriques.**

<b>Percentages (%)</b> <b>Echantillons</b>	<b>Argile</b>	<b>L.F</b>	<b>L.G</b>	<b>S.F</b>	<b>S.G</b>
<b>Sol du tube n°03</b>	06	03	03	02	86
<b>Sol du tube n°04</b>	22	26	10	11	31
<b>Sol du tube n°05</b>	14	03	07	18	58
<b>Sol du tube n°06</b>	12	14	04	37	33
<b>Sol du tube n°07</b>	12	13	11	12	52

En se servant du triangle de textures (voir annexe) et de ces valeurs, on détermine le point d'intersection sur le triangle de texture.

A partir de ces résultats on remarque que le sable grossier et fin représentent un pourcentage massique supérieur à 85 % du premier échantillon analysé, ce qui permet de confirmer le caractère sableux du sol.

Pour le deuxième échantillon, les résultats montrent que nous sommes en présence d'un sol limoneux.

Pour les autres échantillons qui restent, les résultats montrent que le sol est limoneux sableux.

### VI.3.2. pH

Les valeurs du pH sont reportées dans le tableau VI.12.

**Tableau VI.12 : pH du sol.**

Echantillon	N°03	N°04	N°05	N°06	N°07
pH	6,77	7,43	7,68	7,57	7,55

Les résultats obtenus après un temps de repos de 2 heures, montrent que le sol prélevé présente un caractère basique, mis à part l'échantillon N°03 qui est acide.

### VI.3.3. Teneur en métaux lourds par la SAA

On a procédé à un dosage par SAA pour l'extraction des ETM présents dans les canalisations et dans les sols étudiés. Les éléments dosés sont le chrome (Cr), le cadmium (Cd), le plomb (Pb), le nickel (Ni), le sélénium (Se) et le mercure (Hg).

Une corrélation significative a été observée entre la disponibilité en métaux lourds du sol et leurs concentrations dans les canalisations. Le Tableau VI.13 illustre les valeurs des concentrations des métaux lourds existants dans les canalisations analysées et les concentrations de métaux lourds dans les sols suivant leur appartenance à différentes séries de sols. Les chiffres du tableau VI.13 confirment qu'après de nombreuses années de mise en service des canalisations, des quantités considérables de métaux se sont accumulées dans le sol.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau VI.13.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

Tableau VI.13 : Teneur en métaux lourds.

N° de l'échantillon		Pb (ppm)	Ni (ppm)	Cd (ppm)	Se (ppm)	Cr (ppm)	Hg (ppm)
3	Canalisation	0,3047	0,3799	ND	1,7711	ND	1,5632
	Sol	0,1962	0,2158	ND	0,0373	ND	ND
4	Canalisation	0,3011	0,3093	ND	1,8060	ND	1,2156
	Sol	0,2702	0,2764	ND	0,0589	ND	0,3080
5	Canalisation	0,2524	0,3201	ND	1,7310	ND	1,2202
	Sol	0,2457	0,3038	ND	0,0608	ND	0,5029
6	Canalisation	0,2552	0,3199	ND	1,7774	ND	0,4849
	Sol	0,2372	0,2810	ND	ND	ND	ND
7	Canalisation	0,2261	0,3241	ND	1,8100	ND	3,3424
	Sol	0,2010	0,2960	ND	0,0592	0,3271	ND

On remarque dans tous les types de sol étudiés que la présence des métaux lourds ne dépasse pas le seuil de toxicité. Mais localement, la présence de ces métaux lourds même en faibles concentrations peut atteindre des niveaux dangereux.

### ➤ Le Pb et le Ni

On remarque pour ces deux éléments qu'ils sont présents dans les canalisations et dans les sols, cela peut se traduire par la migration des additifs présents dans les canalisations vers le sol pendant l'enfouissement.

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

---

Les teneurs sont pratiquement proches dans les canalisations et dans les sols. Ainsi, il est possible que le Pb et le Ni soient retenus dans le sol. En effet, la texture et le pH du sol jouent un rôle dans la mobilité et la biodisponibilité des métaux lourds.

On remarque dans l'échantillon N°03 que les teneurs en Pb et Ni dans les sols sont faibles par rapport aux autres échantillons, cela est dû à la texture sableuse et le pH acide du sol.

Le pH est un des paramètres majeurs influant sur la biodisponibilité des ETM et donc sur leur transfert vers les nappes souterraines [116]. Le pH acide entraîne un mauvais fonctionnement du pouvoir adsorbant, en partie par le manque de calcium et par une mauvaise floculation des colloïdes et provoque donc la solubilisation des métaux lourds, d'une part et la texture sableuse qui est très sensible et instable, adsorbe peu les métaux et favorise l'infiltration des métaux dissous qui vont pénétrer vite dans les profondeurs du sol et éventuellement dans les eaux souterraines d'autre part.

En revanche, on peut penser que le Pb et le Ni sont préférentiellement présents dans la fraction fine car, d'une part, le plomb est sous forme de fines particules, et, d'autre part, ils sont alors adsorbés par les limons et les argiles.

Ainsi, dans les sols il a été prouvé que le Pb et le Ni n'ont migré que peu dans les autres échantillons qui ont une texture limoneuse et sableuse et qui retiennent mieux les métaux lourds par rapport à la texture sableuse. Cela confirme la faible mobilité verticale du Pb et du Ni.

Dans le cas du nickel, la biodisponibilité augmente fortement avec la diminution du pH sur les sols développés sur roche mère calcaire [116].

### ➤ Le Cd

Aucune influence de la région n'a été détectée pour les concentrations en Cd, ni dans les canalisations ni dans les sols. Ce qui peut être dû à son absence dans les additifs.

### ➤ Le Cr

La teneur en Cr n'a été détectée que pour l'échantillon du sol N°07. La présence de cet élément ne peut être associée qu'au phénomène de migration des additifs contenant cet élément (catalyseurs) vers les différents milieux d'essais considérés.

### ➤ Le Se

On remarque que les teneurs en Sélénium dans les canalisations sont les plus importantes par rapport aux autres éléments alors que dans les sols, les teneurs en Se sont nettement moins élevées.

On remarque aussi l'absence de cet élément dans l'échantillon N°06.

Les valeurs du Se dans les sols sont pratiquement les mêmes, elles augmentent selon l'âge des canalisations et donc selon la perte en additifs mis à part l'échantillon N°03 qui présente la

## Chapitre VI : Résultats et interprétations

---

valeur la plus faible du Se dans le sol, cela est dû à l'acidité qui stabilise les formes du Se et augmente ses formes instables dans le sol comme il est mentionné dans la littérature [70].

### ➤ Le Hg

Pour ce qui est du mercure il n'a pas été détecté dans les échantillons N°03, N°06 et N°07, ce qui prouve son absence dans les additifs incorporés au PE.

On remarque dans les deux échantillons détectés, une différence de teneurs au niveau du sol sachant que celles des canalisations sont presque égales. On explique cela par le pH du sol qui est plus élevé dans l'échantillon N°05. On sait que l'alcalinité du sol augmente le pouvoir stabilisant des métaux lourds, les mobilise pour ne pas s'infiltrer dans les nappes souterraines et les rend indisponibles aux plantes. Il est important de mentionner que la présence de métaux lourds peut être dommageable aux plantes lorsque les conditions du sol (pH, texture) permettent la solubilisation et la disponibilité des métaux.

# *Conclusion*

## Conclusion Générale

---

Le but principal de ce travail été de déterminer les impacts que présentent les canalisations en PE destinées au transport du gaz sur l'environnement.

Le thème abordé dans ce travail est d'actualité dans la mesure où l'utilisation des conduites en matières plastiques augmente de plus en plus, par conséquent il convient de tenir compte des dangers qu'elles peuvent avoir sur l'environnement.

La première partie de notre travail a porté sur la caractérisation des conduites, c'est-à-dire l'étude des propriétés dimensionnelles, thermiques et mécaniques de chaque canalisation mise en service depuis plusieurs années et les comparer à un échantillon de référence pour suivre l'évolution de ces propriétés au cours du temps.

Sur la base des résultats expérimentaux obtenus, on peut conclure ce qui suit :

Mis à part le temps d'induction à l'oxydation, toutes les propriétés étudiées sont conformes aux normes, ainsi :

- Les dimensions des éprouvettes sont restées inchangées à part quelques modifications légères ;
- La stabilité thermique du PE autorise son exposition aux températures et aux agressions extérieures pendant des périodes prolongées avec le minimum de dégradation. Le changement modéré de l'indice de fluidité et de la masse volumique par rapport aux valeurs fixées par les normes prouve la grande stabilité du PE ;
- Dans les conditions usuelles d'emploi, sous l'action de la chaleur, on n'observe pas de retrait significatif (moins de 3 % à 110°C pour le retrait longitudinal). Donc on peut dire que les tubes en PE étudiés présentent une bonne stabilité dimensionnelle et un retrait limité ;
- Pour ce qui est du temps d'induction à l'oxydation, on conclut que la perte des additifs et plus spécialement les antioxydants qui protègent le matériau contre l'oxydation, fragilise le PE qui perd ses propriétés. Cette perte peut s'expliquer par des phénomènes physiques ou bien les concentrations initiales des antioxydants sont insuffisantes ;
- Les essais de traction ont montré une diminution de la contrainte et de l'allongement à la rupture due aux coupures de chaînes liées à la thermo-oxydation, ce qui a entraîné la fragilisation du matériau.

## Conclusion Générale

---

- Dans l'essai de la résistance à la pression hydrostatique, nous constatons que les conduites n'ont subi aucune rupture, l'examen de l'aspect des éprouvettes analysées après l'essai n'a révélé aucune anomalie ;
- Les analyses spectroscopiques par IRTF des éprouvettes en PE ont montré la présence des groupements carbonyles résultant des coupures de chaînes macromoléculaires qui ont lieu lors des phénomènes de photo-oxydation ;
- L'analyse des conduites en utilisant la spectroscopie d'absorption atomique (SAA) a révélé la présence de métaux lourds en faible quantité provenant très probablement des additifs utilisés, du processus de fabrication ou de stockage.

Les additifs qui améliorent les propriétés du PE peuvent être une source de pollution pour l'environnement. Pour cela, on a analysé par SAA les teneurs en métaux lourds dans les sols prélevés où les canalisations ont été enfouies.

On a remarqué dans tous les types de sol, étudiés que la présence des métaux lourds ne dépasse pas le seuil de toxicité. La présence de ces derniers est due à la migration des additifs contenus dans les conduites au cours de leur enfouissement dans le sol.

Différents comportements ont été observés en fonction du métal étudié. Ainsi, Ni, Pb, Se, Cd, Cr et Hg semblent se comporter de la même manière dans les sols. Une part parfois importante de ces métaux devient soluble et s'infiltrer vers les nappes souterraines. Ils présentent donc un risque important de mobilisation en solution en fonction de la composition physico-chimique du sol (pH et texture).

- En effet, dans les sols acides de texture sableuse, les métaux lourds ont tendance à être solubles et très mobiles, ils ne s'accumulent pas, ce qui facilite leur entraînement vers les couches les plus profondes du sol et / ou leur absorption par les plantes, d'où un risque pour la santé.
- Les sols basiques limoneux piègent plus ou moins les métaux lourds, il n'y a donc pas de risques immédiats pour la santé. Mais le sol est contaminé durablement et la concentration en métaux lourds augmente avec les années. Ces derniers sont susceptibles d'être relâchés quand l'environnement est modifié (acidification du sol sous l'effet des changements de température, d'humidité, etc.) et constituent ainsi une véritable bombe à retardement. Une fois relâchés dans l'environnement, ces métaux peuvent persister des années, augmentant la probabilité d'intoxication humaine.

## Conclusion Générale

---

En conclusion, cette étude a bien mis en évidence que des corrélations significatives ont été observées entre la disponibilité en métaux lourds dans les conduites et dans les sols, et que les conditions du sol, c'est-à-dire le pH et la texture peuvent influencer sur les interactions conduites, sol.

Afin de compléter ce travail, il serait utile :

- De chercher par la SAA les autres éléments toxiques que les conduites en PE peuvent contenir ;
- De procéder à un chaulage dans les sols acides dans le but de réduire le risque de contamination de la chaîne alimentaire par les ETM ;
- De procéder à l'utilisation de différents matériaux (cendres,...) qui sont utilisés pour stabiliser les sols contaminés par les ETM.

# *Références bibliographiques*

## Références Bibliographiques

---

[1] *Www4.agr.gc.ca*

[2] **J. V. GULMINE & L. AKCERLUD**, "Correlations between the Processing Variables and Morphology of Cross-linked Polyethylene", *J.Appl.polym.Sci.* Vol. 94, pp. 222-230, 2004.

[3] **C.BLIEFERT & R. PERRAUD**, « Chimie de l'environnement: Air, Eau, Sols, Déchets », Edition De Boeck Université, Bruxelles, (2004).

[4] **C.LECOZ, B.TASSIN & D THEVENOT**, « Transfert des polluants dans les hydrosystèmes », Edition Presse de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Paris, (1996).

[5] **M.PANSUP, J.GAUTHEYROU & J.Y.LOYER**, « L'Analyse du sol, échantillonnage, instrumentation et contrôle », Editions Masson, Paris, (1998)

[6] **A.J.PAECOCK**, « Handbook of polyethylene: Structure, Properties, and Applications », New York: Marcel Dekker, (2001).

[7] **L.JODOUIN**, « Matières premières », Edition 8 CDN, France, (2007).

[8] **G .HAIM**, « soudure des plastiques. Polyéthylène », Dunod, Paris, (1957).

[9] **S.FUZESEY**, « Polyéthylène basse densité », Techniques de l'ingénieur, A3310, pp-1-14, (1996).

[10] **M.CARREGA**, « Matériaux polymères », Dunod, Paris, pp 145-180, (2002).

[11] **M.FONTANILLE & Y.GNANOU**, « Chimie et Physico-chimie Des Polymères », Dunod, Paris, (2005).

[12] **B.LEVRESSE**, « Polyéthylène basse densité », Techniques de l'ingénieur, A3310, (2007).

[13] **M.BIRON** « propriétés des thermoplastiques », Techniques de l'ingénieur, AM3 306, P : 3-34, (1988).

[14] **D.R.LIDE**, «CRC Handbook of Chemistry and Physics», CRC Press, 2804P, (2009).

[15] **G.KIMMERLIN**, « gaz naturel », Techniques de l'ingénieur, BE 8 555, (2010).

[16] **M.H.ELMALACK, N.M.FAYAD & N.KHAJA** « Effect of water quality on the migration of vinyl chloride monomer from PVC pipes », water, air and soil pollution, PP: 120:195-208, (2000).

[17] **J.DELORME**, « Tuyauterie de distribution et d'évacuation des eaux », Techniques de l'ingénieur, C3800, pp 2 – 25, (2001).

## Références Bibliographiques

---

- [18] **H.GODART**, « Adduction et distribution d'eau », Techniques de l'ingénieur, C3800, PP 2 - 18, (2000).
- [19] **www.stpm-chiali.com**
- [20] **M.REYNE**, « Technologie des matières plastiques », Hermes Sciences et publication, pp 30-58, Paris, (1998).
- [21] **C.JUTELLE**, « Rapport sur les matériaux au contact des eaux destinées à la consommation humaine », Agence Française de Sécurité Sanitaire de l'eau, Paris, (2003).
- [22] **L. CARETTE**, « Généralités sur les adjuvants », Techniques de l'ingénieur, A 3 230, (1993).
- [23] **C.A.NAUDIN**, « charges », Techniques de l'ingénieur, A3220, pp1-3, (1987).
- [24] **J.L. SÉVÊQUE**, « Etude de dangers des ICPE- identification des dangers », Techniques de l'ingénieur, G 4 210, (2006).
- [25] **B. BITSCH**, « Amélioration des thermoplastiques », Techniques de l'ingénieur, AM 3 238, (2003).
- [26] **O.ZAKI**, « Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène », thèse de Doctorat, Université Paris-Est, (2008).
- [27] **O.MOUSSAOUI**, « Etude des phénomènes de migration dans le cas de formulations alimentaires en PVC: comparaison de deux huiles époxydées », Projet Fin d'Etude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, (2006).
- [28] **L.CARETTE**, « Antistatiques, Lubrifiants, Antichocs », Techniques de l'ingénieur, A3236, pp1-7, (1993).
- [29] **G. SOULIER & M. ORCALLI**, « Les additifs : les ingrédients qui changent tout », Paris, (2009).
- [30] **J. V. ACCORSI**, « Impact de la morphologie et de la dispersion du noir de carbone sur la résistance du polyéthylène au vieillissement », Wire and Cable Symposium, Atlantic City, USA, (1999).
- [31] **J. VERDU**, « Echanges physiques. Industrie. Vieillessement de la matière organique, des polymères à la biologie », EDP. Sciences, (2000)
- [32] **E. RICHAUD & J.VERDU**, « Vieillessement chimique des polymères », Techniques de l'ingénieur, AM 3 151 v2, p : 3-4, (2011).

## Références Bibliographiques

---

- [33] **B. MORTAIGNE**, « Vieillissement des composites. Mécanismes et méthodologie d'étude », Techniques de l'ingénieur, AM 5 320, p:3, (2005).
- [34] **G.TEYSSÈDRE & C.LACABANNE**, « Caractérisation des polymères par analyse thermique », Techniques de l'ingénieur, AM 3 274, p:4, (1997).
- [35] **J. VERDU**, « Vieillissement des plastiques », AFNOR technique, Edition Eyrolles, Paris, (1984).
- [36] **J.VERDU**, « Effets du vieillissement sur les propriétés mécaniques des polymères », Echanges Physique-Industrie n°5, pp.19-29, Paris, (2000).
- [37] **A. MARCILLA & S. GARCIA & J. C. GARCIA-QUESDA**, «Study of the Migration of PVC Plasticizers », Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, Vol. 71, pp. 475-463, (2004).
- [38] **J. VERDU**, « Comportement à long terme », Techniques de l'ingénieur, A 3150, (1980).
- [39] **B. FAYOLLE & J. VERDU**, « Vieillissement physique des matériaux polymères », Techniques de l'ingénieur, AM 3 150, (2005).
- [40] **L.C. E.STRUIK**, «Physical Aging in Amorphous Polymers and other Materials», Elsevier, Amsterdam, (1978).
- [41] **L.DOUMINGE**, « Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence », thèse de Doctorat, Université La Rochelle, France, (2010).
- [42] **J. P. MERCIER & E. MARECHAL**, « Chimie des Polymères - Synthèse, Réaction, Dégradation », Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, (1988).
- [43] **J. VERDU**, « Différents types de vieillissement chimique des plastiques », Techniques de l'ingénieur, AM 3 152, p2 :12, (2002).
- [44] **D.W.VAN KREVELEN**, « Properties of polymers », Elsevier Science Publishers B, V, (1976).
- [45] **F.KHABBAZ, A.C.ALBERTSOON, S.KARLSSON**, « Chemical and morphological changes of environmentally degradable polyethylene films exposed to thermo-oxydation », Polym Degrad & Stab, vol 63, pp 127-138, (1999).
- [46] **J.VERDU**, « Vieillissement chimique », Techniques de l'ingénieur, A3151, (1980).

## Références Bibliographiques

---

[47] **M.FONTANILLE & Y.GNANOU**, «Chimie et physico-chimie des polymères», Dunod, Paris, pp 76-82/478-487, (2002).

[48] **M. LABROSSE**, « Plastiques. Essais normalisés Essais physico-chimiques généraux », Techniques de l'ingénieur, A 3520, pp 1-35, (1995).

[49] **A.AMINA**, « Détermination de la résistance aux agents chimiques du PVC Stabilisé à l'huile de tournesol époxydée », Projet fin d'étude, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, (2007)

[50] **C. ANGELLOZ & L. CARAMARO**, « Comportement au vieillissement des fibres textiles synthétiques composantes de sangles, élingues et cordes toronnes », p : 17-18, France (2005).

[51] **M. LABROSSE**, « Plastiques. Essais normalisés Essais d'environnement », Techniques de l'ingénieur, AM 3521, pp, 1-25, (1996).

[52] **D.KOCKOTT**, « Polym. Degrad & Stab », pp 25,181, (1989).

[53] **N.OUAZENE**, « Etude de l'influence des polluants atmosphérique sur le vieillissement du PVC rigide utilisé dans le domaine du bâtiment », thèse de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, p25-26, (1999).

[54] **J.R. WHITE**, « Degradation (wetherability) », Encyclopedia of Polymeric Materials, CRC Press, (1996).

[55] **J.VRENEGOR, R.NOLL & V.STURM**, « Investigation of matrix effects in laser-induced breakdown spectroscopy plasmas of high-alloy steel for matrix and minor elements», Spectrochim, Acta Part B, 60, pp.1083–1091, (2005).

[56] **C. BLIEFERT & R. PERRAUD**, « Chimie de l'environnement. Air, eau, sols, déchets », De Boeck, 1<sup>ère</sup> édition, Université, Paris, (2001).

[57] **J.TARNEY & B.WEAVER**, «Physics and chemistry of the earth», pp.39–68, (1984).

[58] **A.LOUE**, « Oligo-éléments en agriculture », Ed. Nathan, pp 45-177, (1993).

[59] **www.ktf-split.hr**

[60] **H.AUBERT & M.PINTA**, « Les éléments traces dans les sols », ORSTOM, Paris, (1971).

[61] **C. NOWAK & A.SAADA**, « État des connaissances sur l'atténuation naturelle : mécanismes et mise en œuvre », BRGM/RP-51960- FR, Étude réalisée dans le cadre des actions de Service public du BRGM 2001-01POL-318, (2003).

## Références Bibliographiques

---

- [62] **M.PANSU**, « L'analyse du sol. Minéralogique, organique et minérale », Springer, 998 p, (2003).
- [63] **J.O.NRIAGU**, « A global assessment of natural sources of atmospheric trace metals», Nature, 338P, pp47–49, (1989).
- [64] **O.V.SINGH & S.LABANA**, «Phytoremediation: an overview of metallic ion decontamination from soil», Appl. microbiol. Biotechnol. 61, pp405-412, (2003).
- [65] **P.H.BOURRELIER**, « Contamination des sols par les éléments traces: les risques et leur gestion », CR. Acc Sci, 42. Ed. Lavoisier, Paris, (1998).
- [66] **D.BAIZE**, « Petit lexique de pédologie », INRA Editions, Paris, (2004).
- [67] **W.F. PICKERING**, «Metal ion speciation –soil and sediments», Ore geology reviews vol 1 pp.83-146, (1986).
- [68] **J.WU & L.J.WEST**, «Effect of humic substances on Cu (II).Solubility in Kaolin sand soil», Journal of Hazardous Materials vol. 94 n°3 pp.223-238, (2002).
- [69] **G.MIQUEL**, « Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé », Sénat/Assemblée Nationale, Rapport de l'Office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, (2001).
- [70] **www.lenntech.fr**
- [71] **www.pole-geniecivil-ecoconstruction.fr**
- [72] **www.wikipedia.org**
- [73] **www2c.aclille.fr**
- [74] **Norme ISO/R 1183 (F)**, « La masse volumique et la densité relative des plastiques non alvéolaires », (1987).
- [75] **J.BOUTON**, « Les mesures rhéologiques, complexes mais pas insurmontables » MESURES 736, New York, pp 81-86, (2001).
- [76] **P.CHOMON**, « Emballages plastiques, Polymères utilisés », Techniques de l'ingénieur AM3575, pp 5, (2008).
- [77] **K.LAMNAWAR**, « Présentation des matériaux et caractérisations physico-chimiques et rhéologiques », Thèse de doctorat, INSA, Lyon.

## Références Bibliographiques

---

- [78] **C. BOULECHFAR**, « L'amélioration des propriétés microscopiques des nanocomposites », Thèse de Magister, Université MENTOURI CONSTANTINE, (2007).
- [79] **B.L. NEINDRE**, « Mesure des volumes spécifiques des polymères », Techniques de l'ingénieur, K 497, pp 8, (2009).
- [80] **O. BEDIOT & H. LAGIER**, « Fenêtres en PVC », Techniques de l'ingénieur, C 3 622v2, pp 8-25, (2009).
- [81] Document ISPA (Institut Supérieur de Plasturgie d'Alençon), Les monographies simplifiées, juin (2000).
- [82] **Norme NA 7615**, « Tubes en polyéthylène (PE)-retrait longitudinal à chaud- Méthodes d'essai et spécification », (1995).
- [83] **Norme NF EN 728**, « Tubes et raccords en polyoléfine-Détermination du temps d'induction à l'oxydation. », (1997).
- [84] **J.P. CRINE**, « Evaluation of Ageing in Transmission and Distribution Extruded Dielectric Cables », RGE, N° 3, (1988).
- [85] **J.P. TROTIGNON**, « Précis de matières plastiques - Structures, propriétés, mise en œuvre et normalisation », Edition Nathan, Paris, (1982).
- [86] **A. BOUBAKEUR & M. NEDJAR**, « Étude des propriétés électriques du polychlorure de vinyle avant et après un vieillissement thermique », Numéro spécial AJOT Journal, Proceeding of CEA'94, Vol. 1, Alger, (1995).
- [87] **Norme ISO 527**, « Manuel d'utilisation de la machine d'essai des matériaux », (1993).
- [88] **P. KRAWCZAK**, « Essais mécaniques des plastiques », Techniques de l'ingénieur, AM 3510, pp 1-20, (1999).
- [89] **Norme CEI, CEI 811-1-1**, « Méthodes d'essais communes pour les matériaux d'isolation et de gainage des câbles électriques, Mesure des épaisseurs et des dimensions extérieures- Détermination des propriétés mécaniques », (1993).
- [90] **A. DURIER, K. DERRIEN & P. GILORMINI**, « Contraintes et saturation en eau dans un composite à matrice polymère », 18ème Congrès Français de Mécanique, Grenoble, pp 27-31, (2007).
- [91] **D. ATEK & N. BELHANECHÉ-BENSEMRA**, « FITR investigation of the specific migration of additives from rigid poly (vinyl chloride) », Eur. Polym. J., N° 41, pp 707-714, (2005).

## Références Bibliographiques

---

- [92] **J.D.GRAEVE, F.BERTOU & M.PROST**, « Méthodes chromatographiques couplées à la spectrométrie de masse », Masson, Paris, pp 97-126, (1986).
- [93] **B.MORTAIGNE**, « Analyse structurale des polymères par couplage CG-MS », Techniques de l'ingénieur, A3273, pp 2- 13, (1997).
- [94] **www.biophyresearch.com**
- [95] **M.DALIBART & L.SERVANT**, « Spectroscopie dans l'infrarouge », Techniques de l'ingénieur, P 2845, pp 1-17, (2000).
- [96] **J. VANDEGANS, A-M. KERSABIEC & M. HOENIG**, « Traité Analyse et Caractérisation », Techniques de l'ingénieur, Art. P2 825, (1997).
- [97] **E. Metcalfe**, « Atomic Absorption and Emission Spectroscopy Analytical Chemistry by Open Learning », Ed. John Wiley & Sons, England, (1991).
- [98] **R. D. BEATY & J. D.KERBER**, « Concepts, Instrumentation and Techniques in Atomic Absorption Spectrophotometry », The Perkin Elmer Corporation, Norwalk, (1993).
- [99] **M. PINTA**, « SAA Application à l'analyse chimique », Masson, Paris, pp 30-35, (1979).
- [100] **A.GESSNER**, « l'analyse mécanique du sol », Editeur Du nord, (1936).
- [101] « Détermination de la granulométrie, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec », Édition MA. 100 – Gran. 2.0, Canada, (2010).
- [102] **B.BRUMET**, « traité pratique de chimie végétale », tome II, pp 295, (1948).
- [103] **www.lano.asso.fr** (Laboratoire Agronomique de Normandie)
- [104] **Norme EN ISO 3126**, « systèmes de canalisation en plastique-Composants de canalisations en plastique-Mesurage et détermination des dimensions » ISO/DIS 3126, (1999).
- [105] **Norme ISO 11922-1**, « Tubes en matières thermoplastiques pour le transport des fluides-Dimensions et tolérances-partie 1 » : série métrique, (1997).
- [106]: **Norme ISO 11922-1** « Tubes en matières thermoplastiques-Tableau universel des épaisseurs de paroi », (1997).
- [107] **Norme ISO 1133 (F)**, « Plastiques-Détermination de l'indice de fluidité à chaud des Thermoplastiques en masse (MFR) et en volume (MVR) », (1997).

## Références Bibliographiques

---

[108] **Norme NA 7615**, « tubes en polyéthylène (PE) -Retrait longitudinal à chaud- Méthodes d'essai et spécification », (1995)

[109] **Norme ISO 6259-1**, « Tubes en matières thermoplastiques-Détermination des caractéristiques en traction-Partie 1 : Méthode générale d'essai », (1997).

[110] **Norme ISO 1167-1/2**, « Tubes, raccords et assemblages en matières thermoplastiques pour le transport de fluides-Détermination de la pression interne », (1997).

[111] **AFNOR X31-150**, « sols, sédiment, matières, fertilisantes, support de culture », (1984).

[112] **F.ROCABOY**, « comportement thermique des polymères synthétiques », Masson & Cie, Paris, (1972).

[113] **J.TIREAU**, « Propriétés à long terme des gaines de polyéthylène haute densité utilisées pour les ponts à haubans, thèse de doctorat, ENAM, (2010).

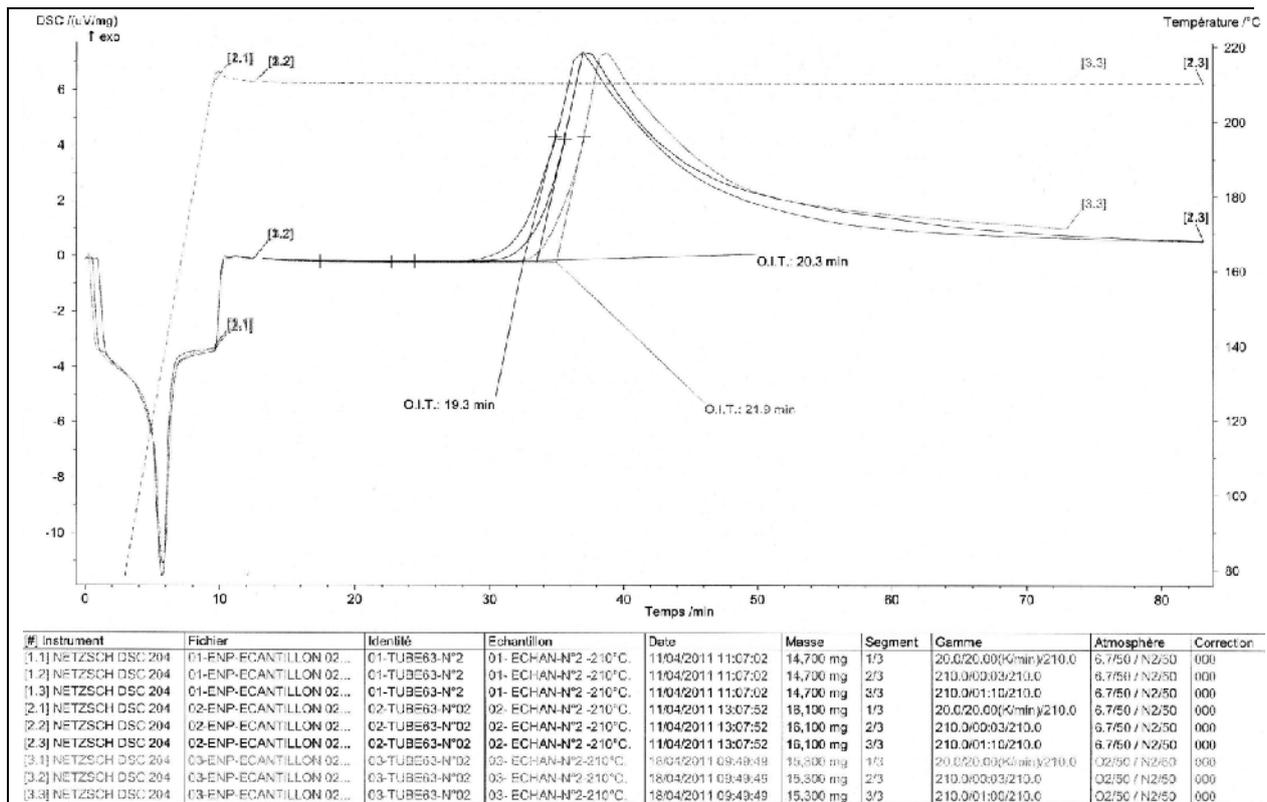
[114]: **R-M. Silvestein, G-C. Bassler**, « Spectrometric identification of organic compounds », Edition John Wiley & Sons, New York, 1991.

[115] **N.BELHANECHÉ.BENSEMRA,M.A.CHABOU**, «Etude des propriétés des mélanges PEbd régénères /PEbd vierge» ;Ann.chim.Sci.Mat ;vol 27 ;no 4 ;pp 93-105,2002.

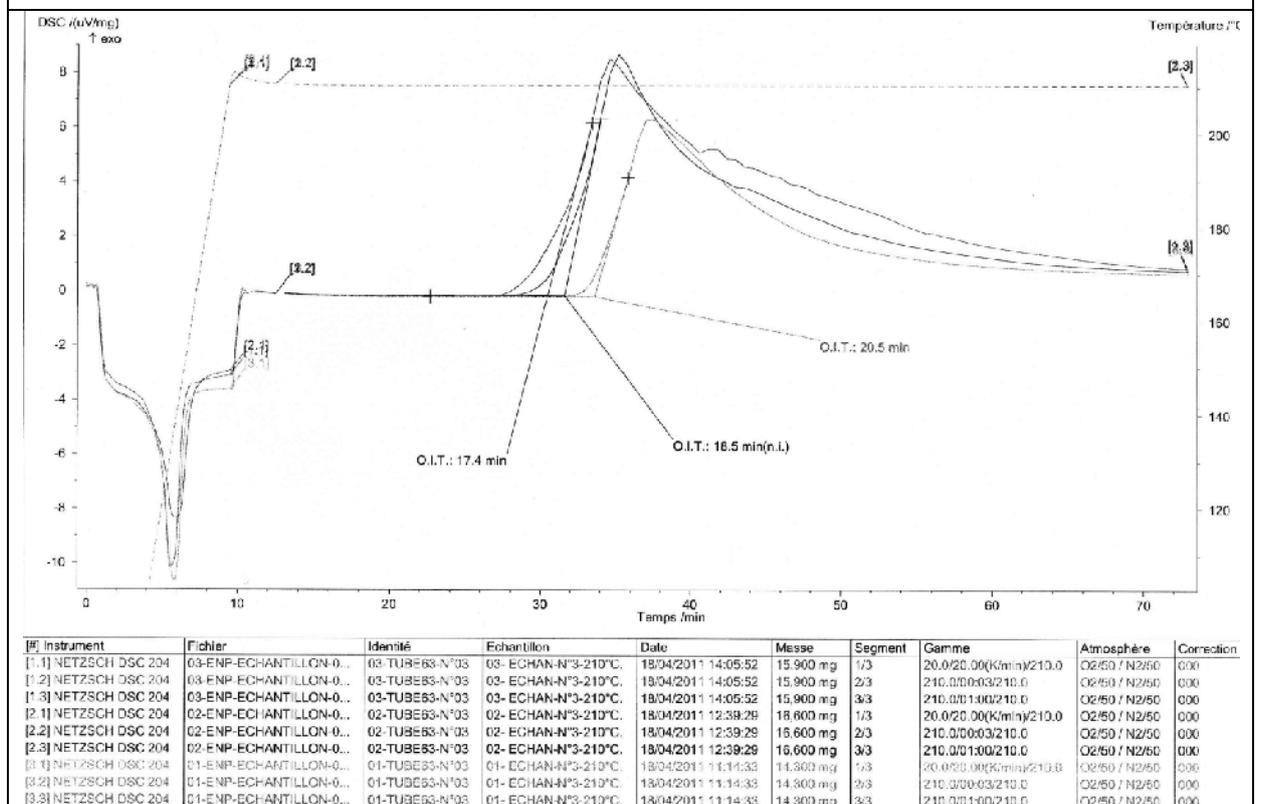
[116] **G.ECHEVARRIA, S.MASSOURA & J.LMOREL**, « Caractérisation de la biodisponibilité du nickel dans les sols du jurassique inférieur et du trias de la Région Lorraine », Rapport de fin de contrat Agence de l'eau Rhin-Meuse, 19p, (2000).

# *Annexes*

# Annexe 1

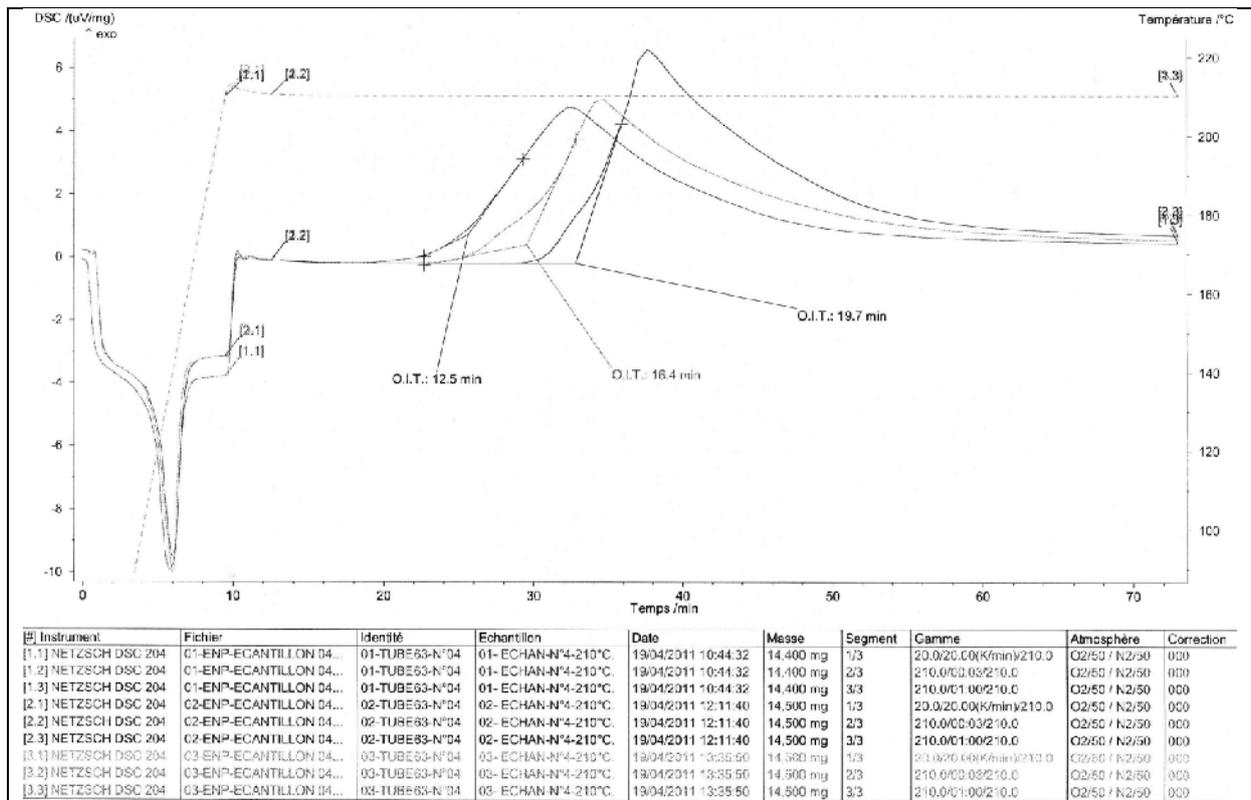


-a-

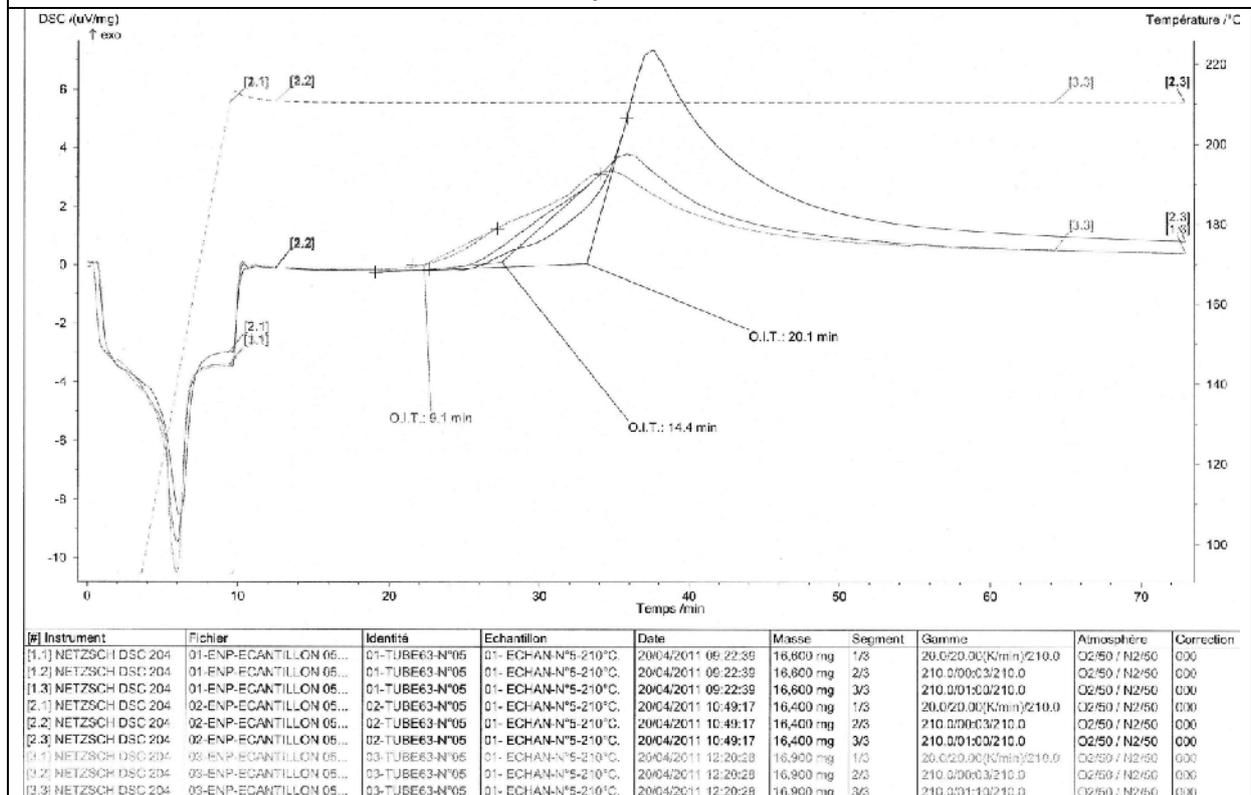


-b-

# Annexe 1

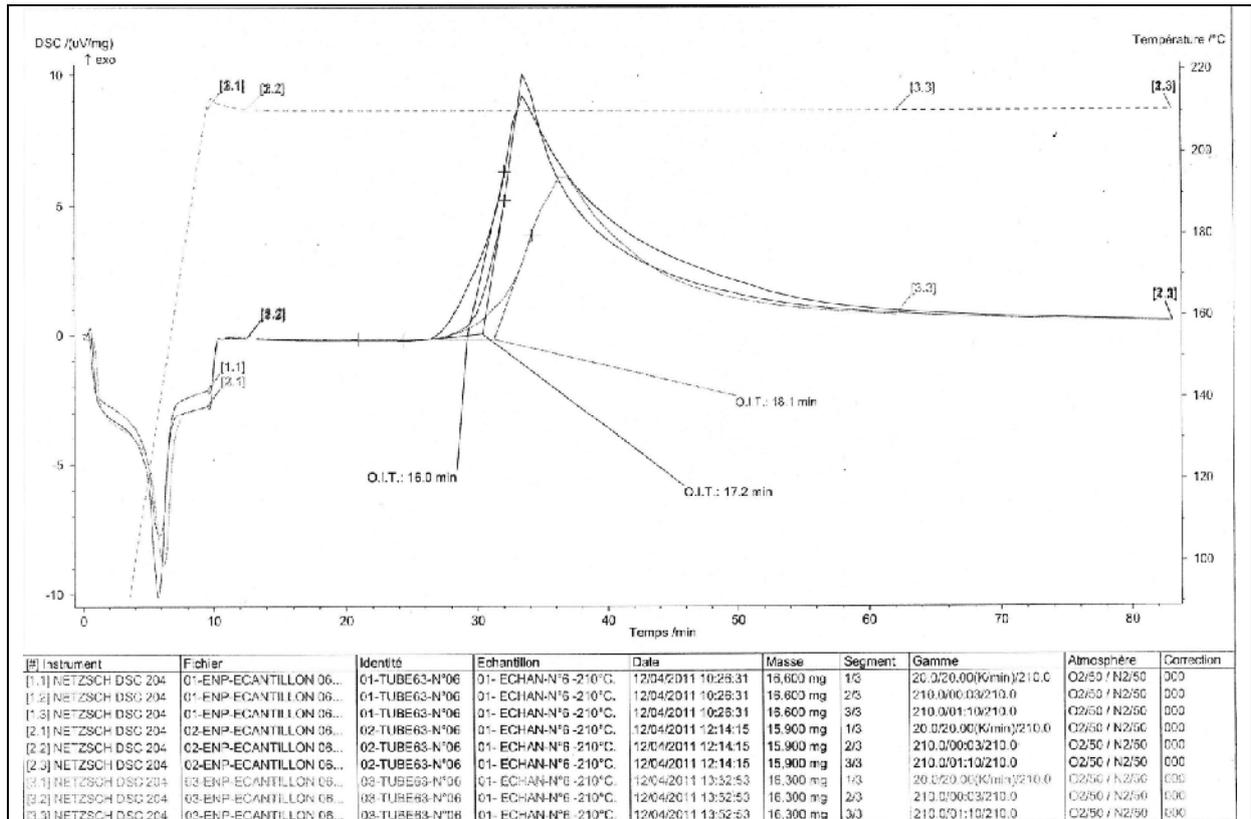


-c-

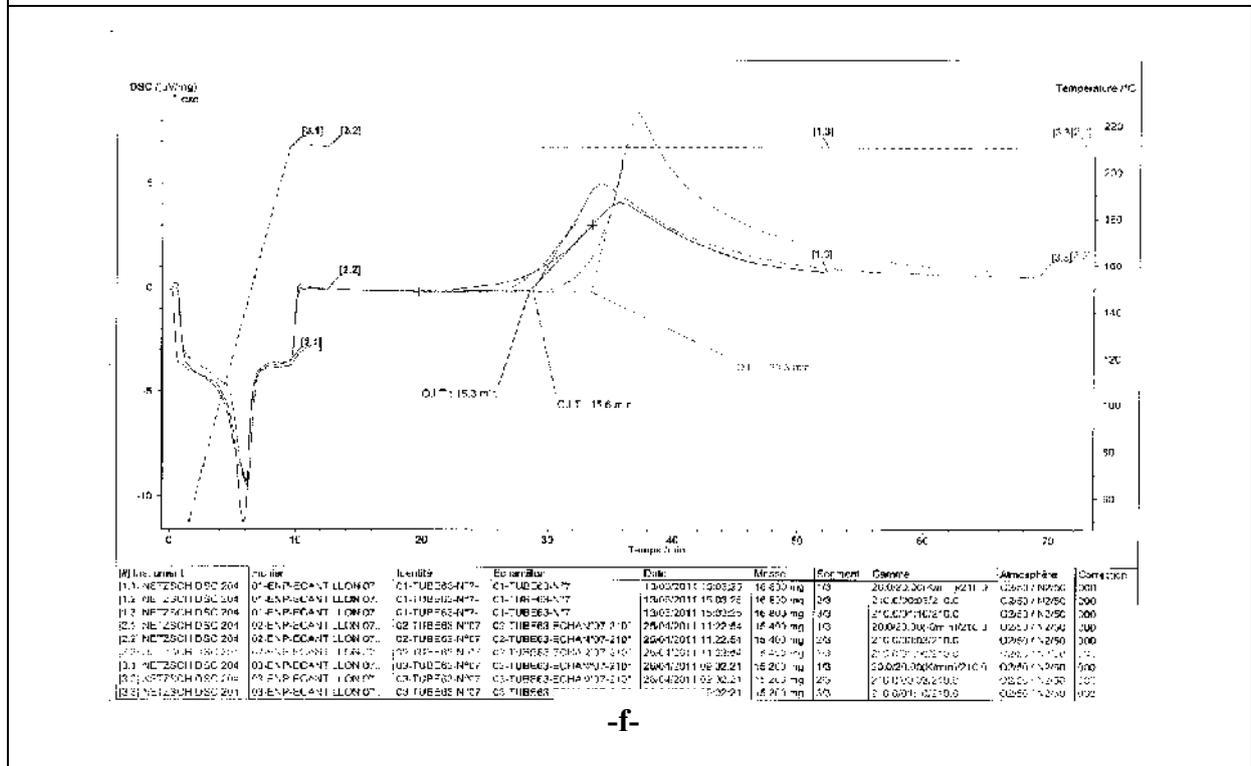


-d-

# Annexe 1



-e-

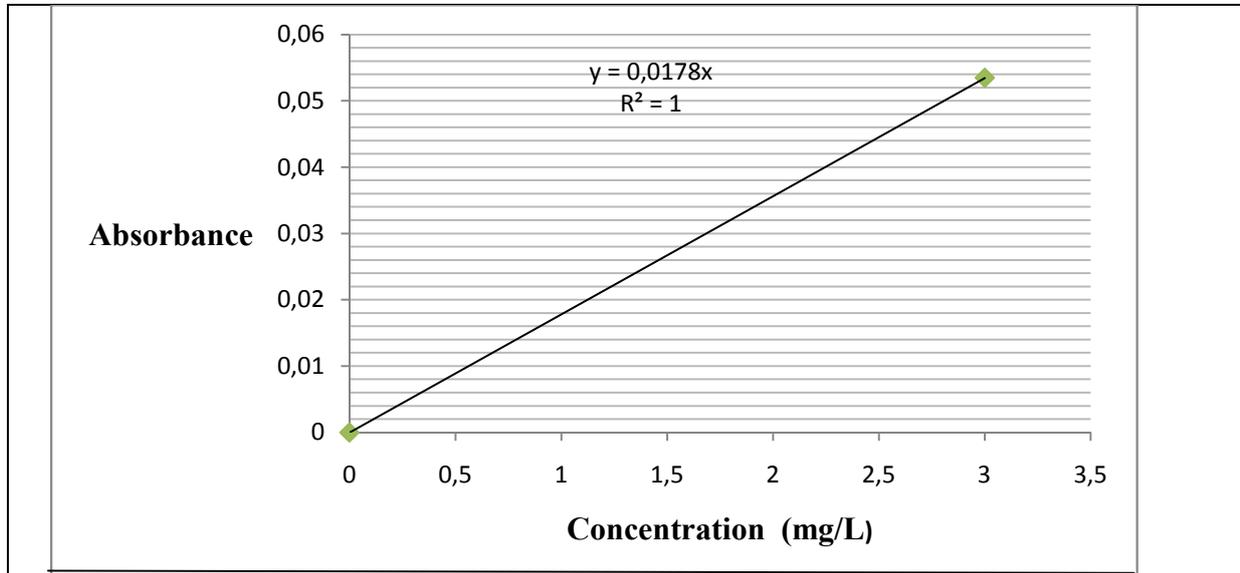


-f-

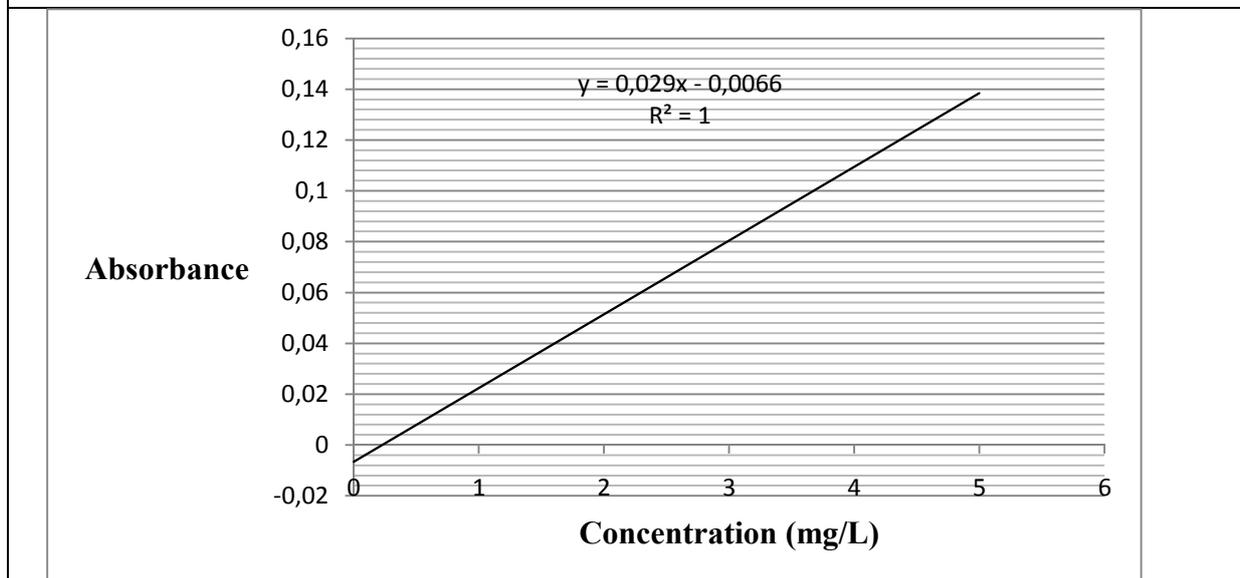
Figure A.1 : Temps d'induction à l'oxydation pour les différents échantillons

## Annexe 2

Les courbes d'étalonnage pour le dosage des métaux lourds sont données en absorbance (unités arbitraires) en fonction de leur concentration (mg/L).

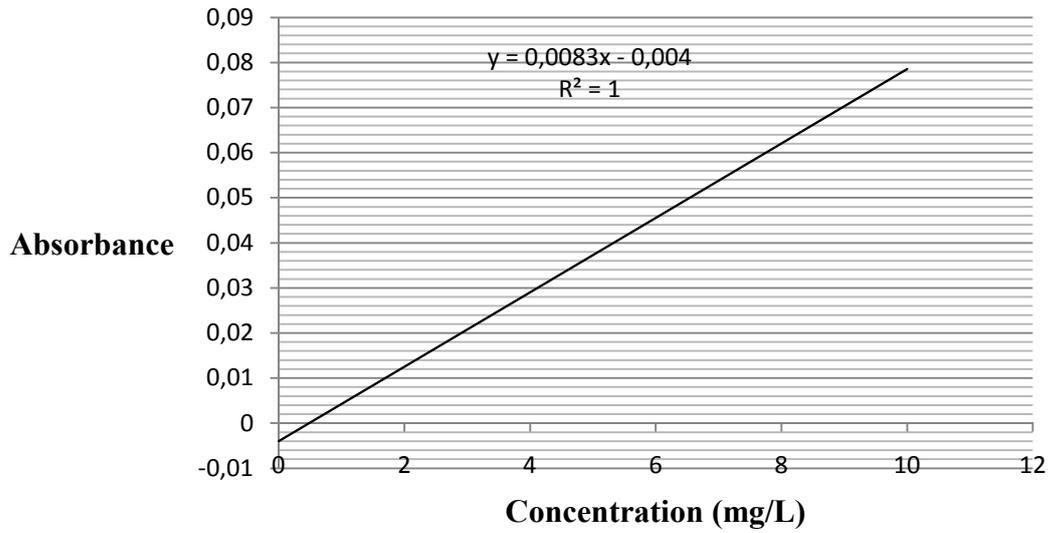


-a-

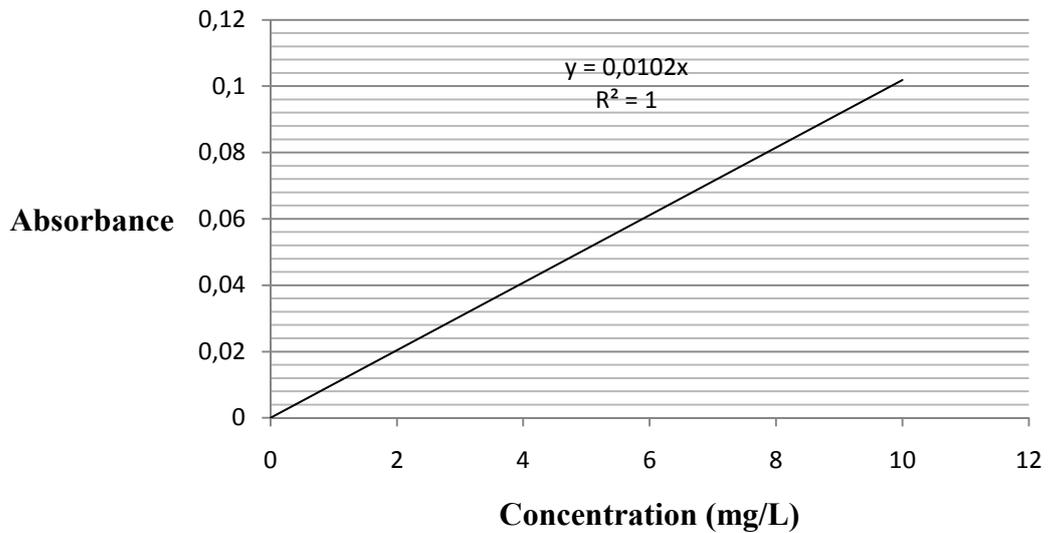


-b-

## Annexe 2



-c-



-d-

## Annexe 2

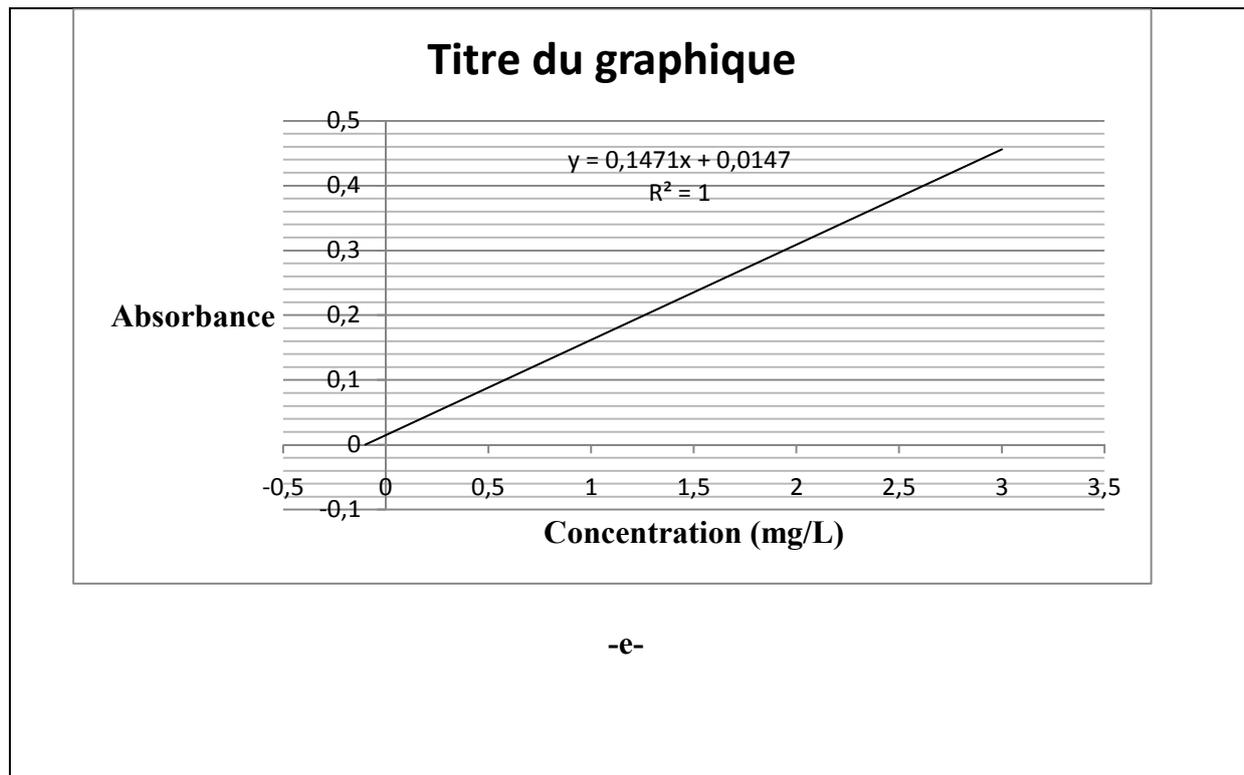


Figure A.2 : Courbe d'étalonnage du Ni, Pb, Cr, Se et Cd

# Annexe 3

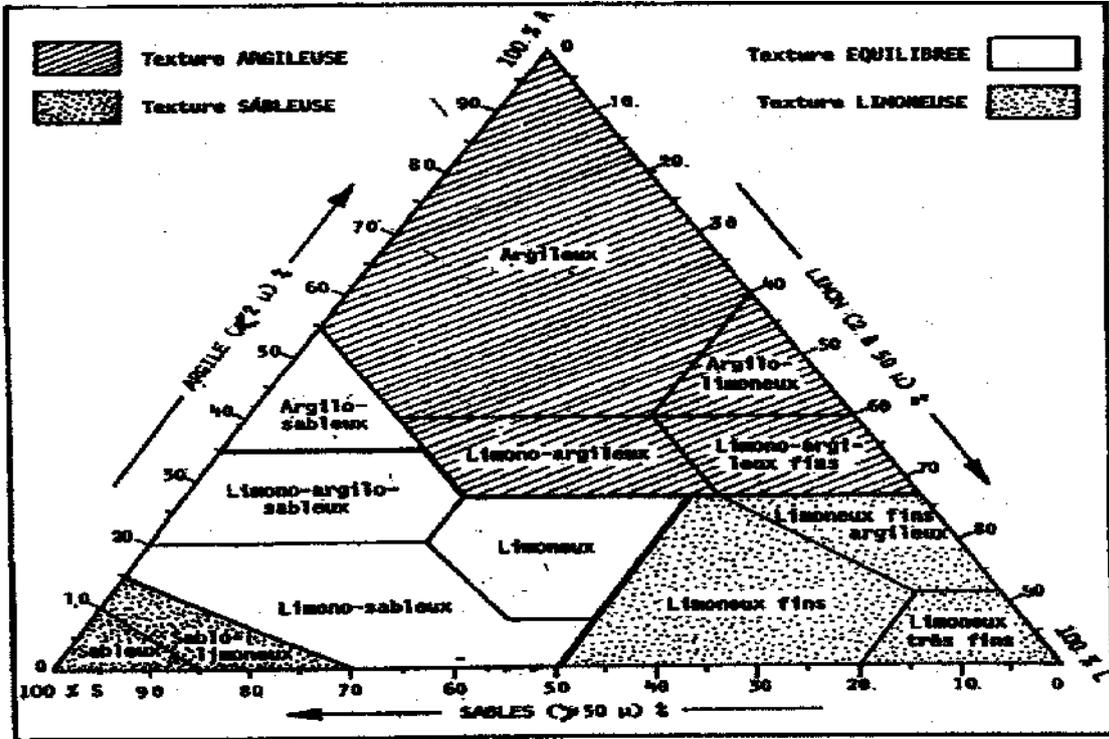
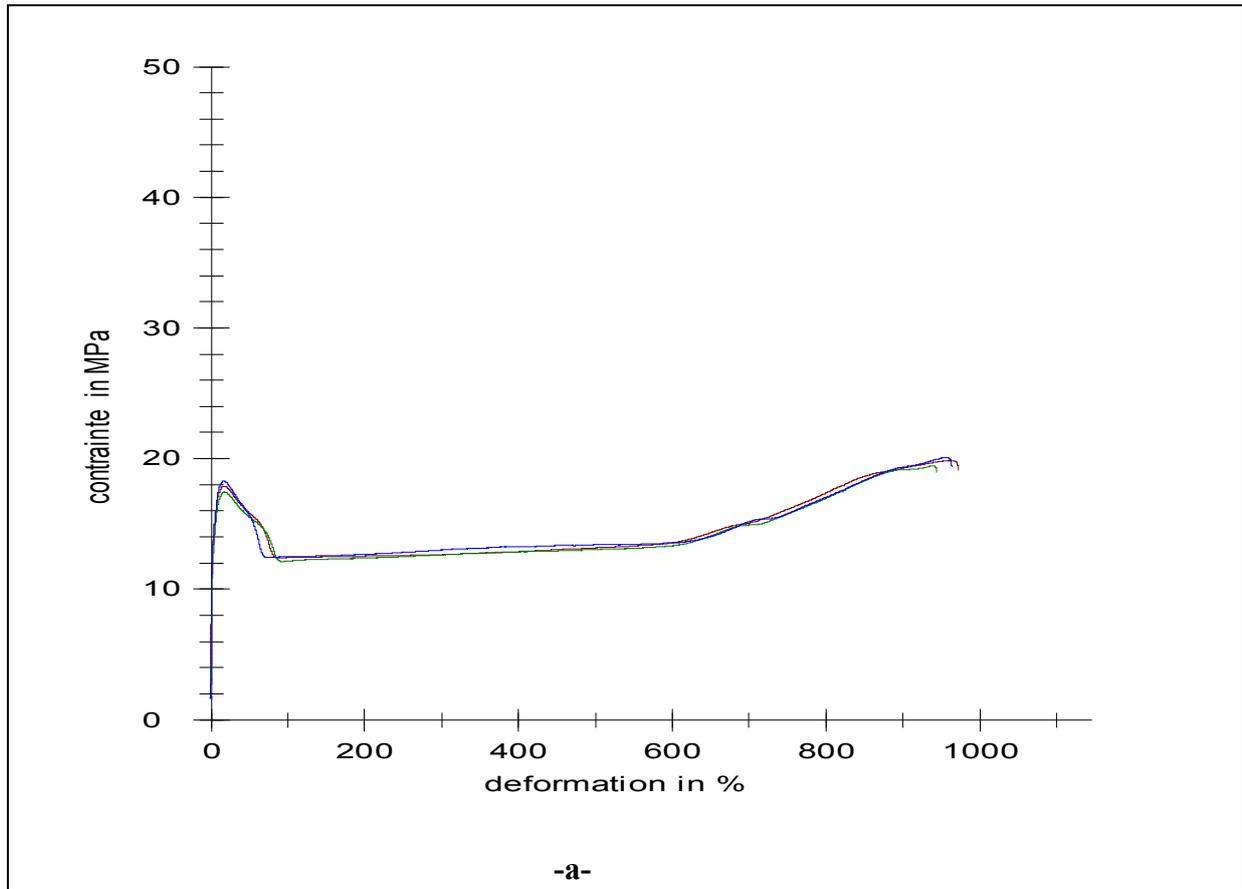
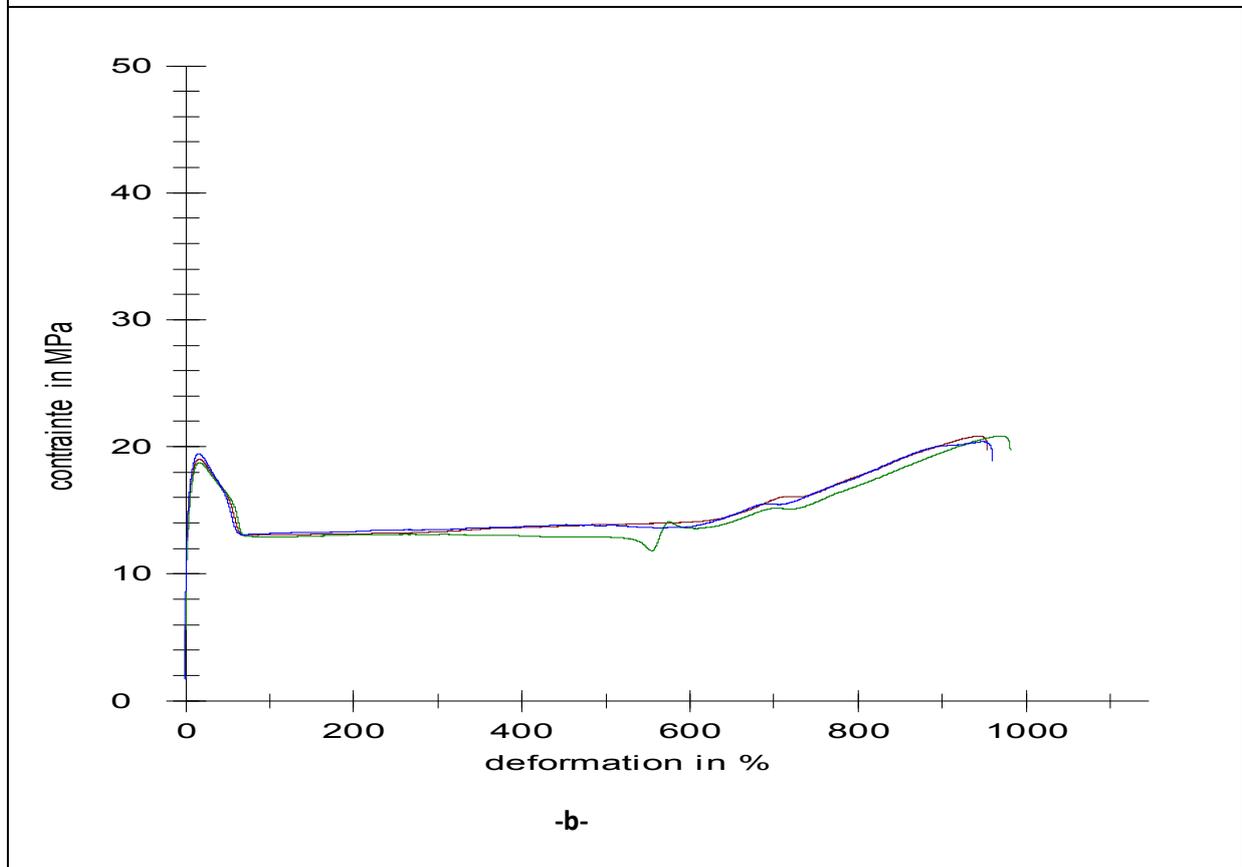


Figure A.3 : Triangle de texture.

# Annexe 4

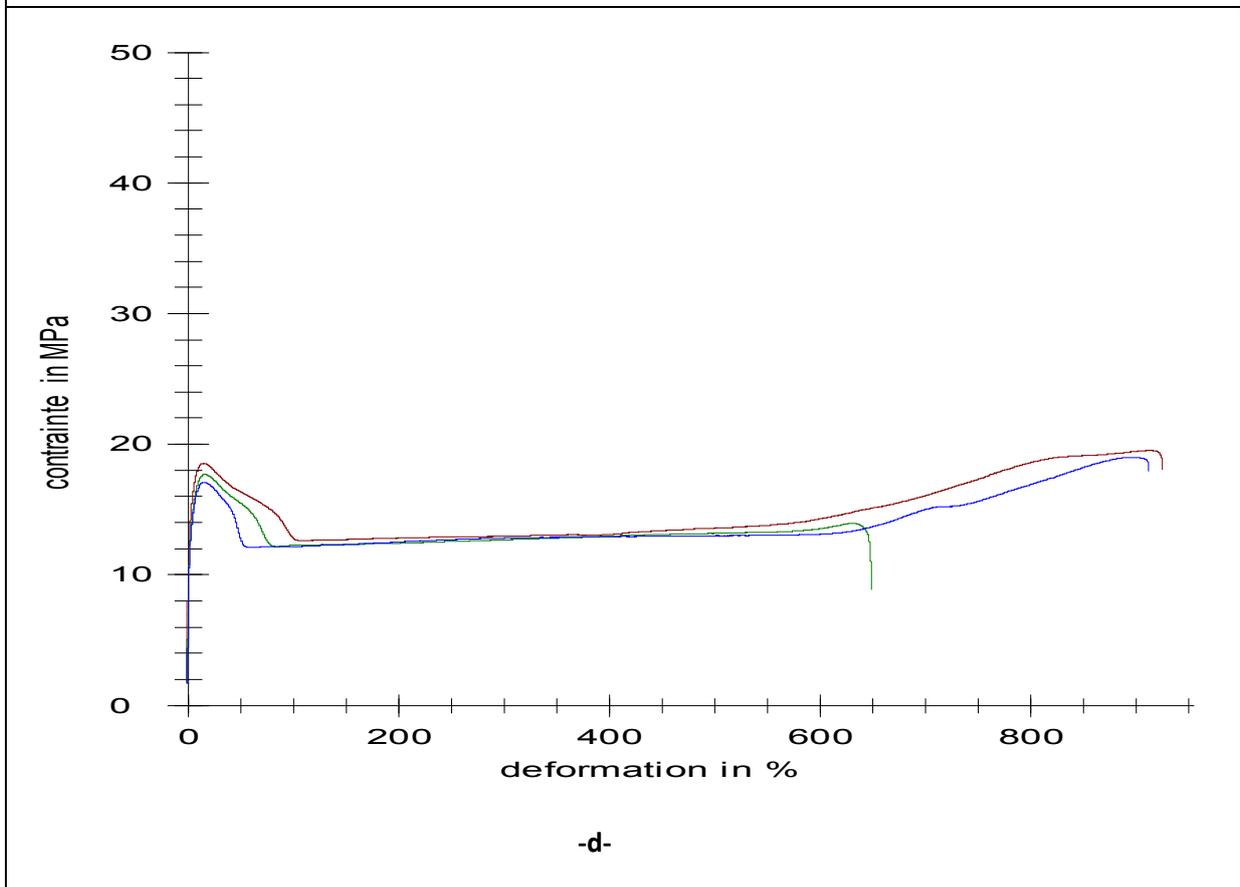
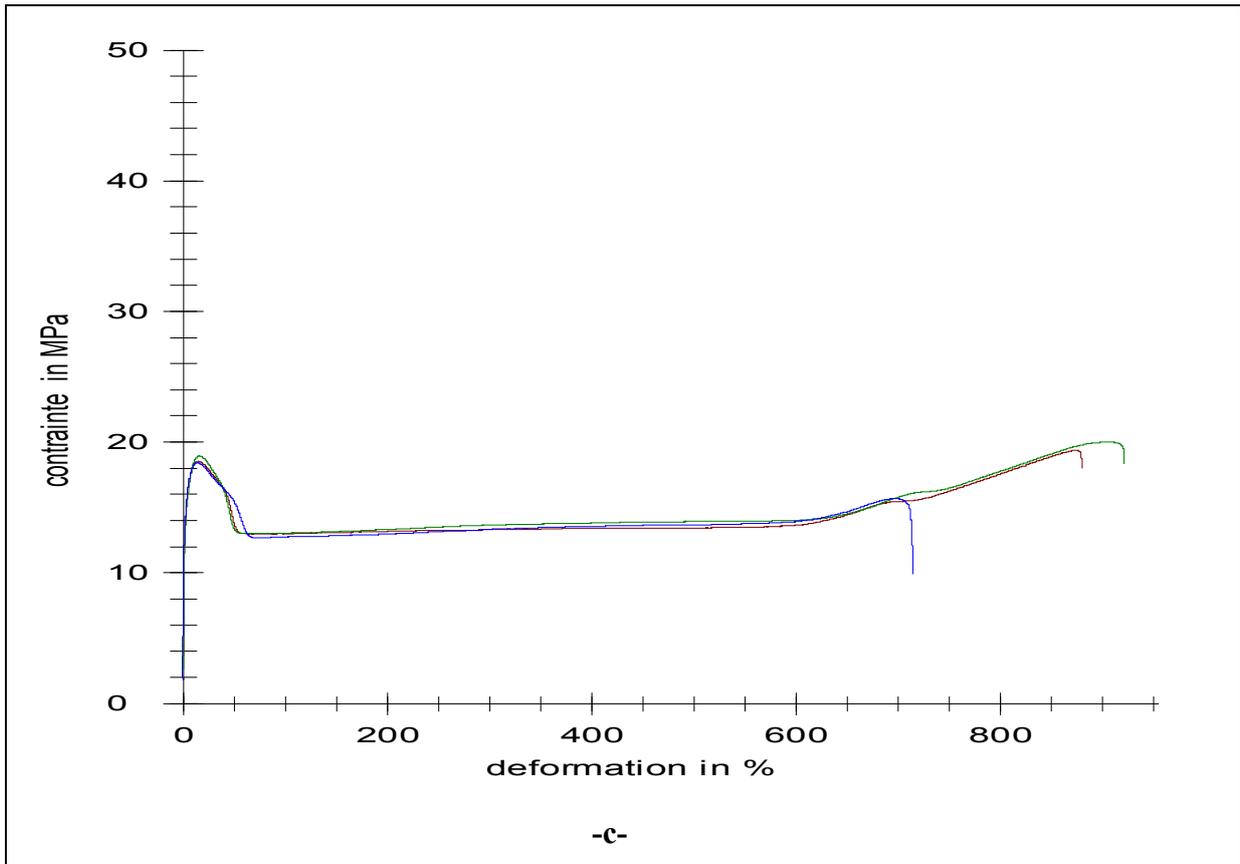


-a-

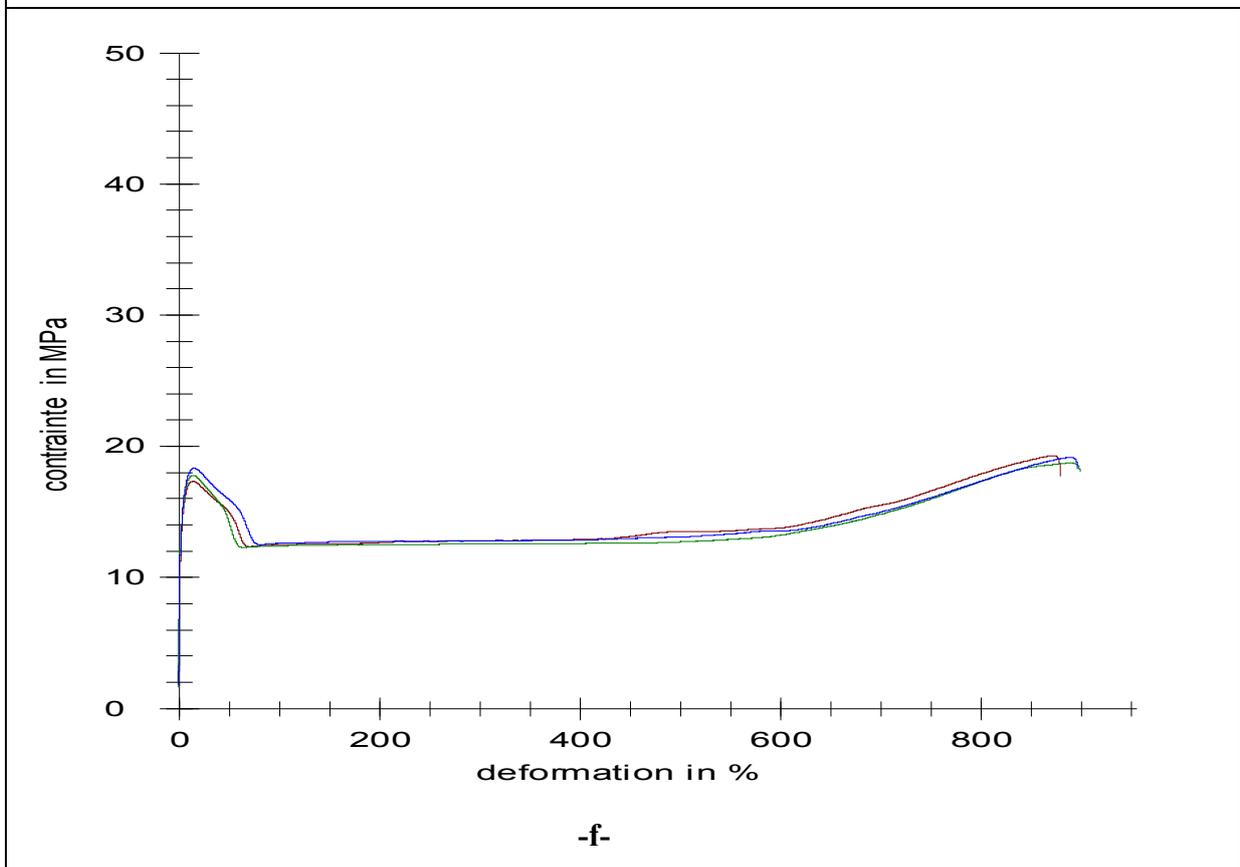
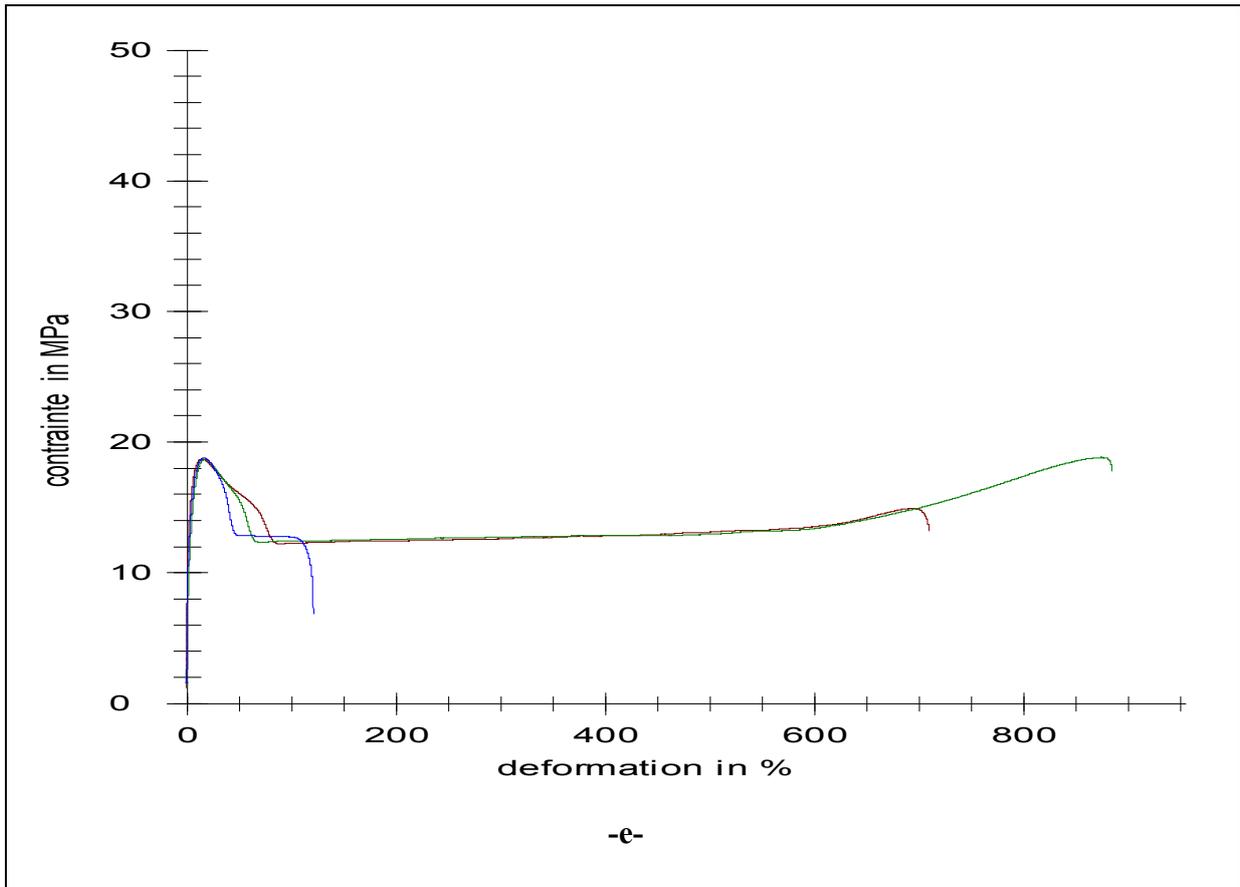


-b-

# Annexe 4



# Annexe 4



## Annexe 4

---

## ملخص

العمل الحالي مخاوف دراسة الآثار البيئية لخطوط انابيب الغاز المصنوعة من البولي ايثيلين. وقد دفن هؤلاء في أرض الواقع ، ويمكن أن يؤدي إلى الآثار البيئية المرتبطة مع وجود المعادن الثقيلة في صياغتها. دراستنا تركز على تحليل عينات من التربة والأنابيب. لهذا، تميزت خطوط من حيث قياسات الأبعاد ، وتذوب معدل التدفق، والوقت تحريض التأكسد وخصائص الشد. كما تم تحليل من قبل الطيفي الذري وقياس الطيف FTIR امتصاص (أنصار السنة). تم تحليل عينات من التربة بواسطة أنصار السنة لتحديد مستوياتهم من المعادن الثقيلة. وأظهرت النتائج أن بعض الأنابيب فقدان ممتلكاتهم والمعادن الثقيلة هاجروا إلى التربة.

مفتاح الكلمات:

المؤسسة العامة ، وخطوط أنابيب الغاز، والتأثيرات البيئية، والهجرة، والمعادن الثقيلة والمواد المضافة والشيخوخة.

## Résumé

Le présent travail porte sur l'étude des impacts environnementaux des canalisations gaz en polyéthylène. Ces dernières sont enfouies dans le sol et peuvent induire des impacts environnementaux liés à la présence de métaux lourds dans leur formulation.

Notre étude a porté sur l'analyse des canalisations et des échantillons de sols prélevés. Pour cela, les canalisations ont été caractérisées en termes de mesures dimensionnelles, d'indice de fluidité, de temps d'induction à l'oxydation et à propriétés en traction. Elles ont été aussi analysées par spectroscopie IRTF et par spectrométrie d'absorption atomique(SAA).

Les échantillons de sol prélevés ont été analysés par la SAA afin de déterminer leurs teneurs en métaux lourds.

Les résultats obtenus ont montré que les canalisations présentent une certaine perte de leurs propriétés et que des métaux lourds ont migré dans le sol.

## Mot clés :

PE, canalisations gaz, impacts environnementaux, migration, métaux lourds, additifs, vieillissement.

## Abstract

The present work concerns the study of environmental impacts of the polyethylene made gas pipelines. The PE gas pipes are buried in the soil and can lead to environmental impacts associated with the presence of heavy metals in their formulation.

Through our study we analyzed the pipes and the soil samples. For that purpose, the PE pipes have been characterized in terms of dimensional measurements, the melt index, the induction time of oxidation and tensile proprieties. They were also analyzed by FTIR spectroscopy and atomic absorption spectrometric (AAS).

The soil samples were analyzed by AAS to determine their levels of heavy metals in pipes and in soils.

The results showed that PE pipes presented a decrease of their properties and heavy metals have migrated in the soils.

## Key words:

PE, gas pipelines, environmental impacts, migration, heavy metals, additives, aging.