RENFORCEMENTS À BASE DE FIBRES DE POLYALCOOL DE VINYLE : EFFET DES CYCLES HUMIDIFICATION/SÉCHAGE ET CONSÉQUENCES SUR LE DIMENSIONNEMENT DANS LE CADRE DES NORMES FRANCAISES.

REINFORCEMENTS MADE OF POLYVINYL ALCOHOL YARNS : EFFECT OF WET/DRY CYCLES AND CONSEQUENCES ON THE DESIGN IN THE FRAMEWORK OF THE FRENCH STANDARDS.

Kako Linda NAIT-ALI, Nicolas FREITAG *Terre Armée Internationale, Velizy-Villacoublay, FRANCE*

RÉSUMÉ – L'utilisation du PVA-L dans le renforcement de sols est une solution qui permet d'utiliser des renforts synthétiques en milieu très agressifs. Ce polymère est connu pour son excellente résistance chimique (notamment en pH élevé) mais également pour son affinité avec l'eau. Nous avons donc voulu étudier dans ce projet l'effet d'un environnement cyclique humide/sec sur les performances mécaniques de fibres PVA-L haute ténacité. Les résultats obtenus ont démontré que l'affinité de l'eau avait une importance non négligeable et devait être prise en considération dans le calcul de structures renforcées par des fibres de PVA-L.

Mots-clés : Polyalcool de vinyle, renforts synthétiques, affinité à l'eau, alcalinité, milieu agressif

ABSTRACT – The use of PVA-L high tenacity fiber for soil reinforcement is a good solution that allows the use of synthetic reinforcements in very aggressive environments. This polymer is known for its excellent chemical resistance (particularly in high pH) but also for its affinity to water. In this work, we have studied the effect of cyclic humid/dry environment on the mechanical behaviour of high tenacity PVA-L fibers. The obtained results have demonstrated that the water affinity has to be taken into account in the design calculation of structures reinforced by PVA-L fibers.

Keywords: Polyvinyl alcohol, synthetic reinforcements, water affinity, alkalinity, aggressive environment.

1. Introduction

La plupart des géosynthétiques utilisés aujourd'hui ont des limites qui se situent dans les milieux agressifs chimiquement (sols très acides ou traités à la chaux par exemple). Il est donc difficile de concilier à la fois performance mécanique et résistance chimique sur le long terme dans le choix des matériaux de renforcement synthétiques.

Le polyalcool de vinyle (PVA-L) utilisé dans la conception de fibres haute ténacité est un polymère à la fois résistant aux milieux très alcalins ou très acides et qui présente des caractéristiques en rupture de fluage tout à fait comparables à celles de fibres de PET haute ténacité (utilisées couramment dans la conception de renforts synthétiques). Mais la structure chimique de ce matériau suggère une affinité importante des macromolécules de PVA-L avec l'eau, conduisant à son gonflement à température ambiante (Bourrier, 1978).



Figure 1. Hydrolyse du polyacétate de vinyle conduisant à la formation de polyalcool de vinyle Dans le cas de fibres PVA-L haute ténacité, m >> n

Ce polymère est obtenu généralement par hydrolyse du polyacétate de vinyle ou PVA-C (réaction entre l'eau et les fonctions acétates du polymère en milieu méthanolique, figure 1). Les propriétés du PVA-L dépendent donc de deux paramètres :

- le degré de polymérisation, c'est-à-dire la taille des chaînes macromoléculaires, caractérisé généralement par la viscosité intrinsèque du matériau

- le taux d'hydrolyse, soit la proportion de fonctions alcools dans le matériau.

Ce dernier paramètre est très important car il donne une indication sur les caractéristiques chimiques des fibres. Le degré de polymérisation est en effet toujours très élevé quand on parle de fibres à hautes performances et n'a qu'un effet secondaire sur la sensibilité environnementale (humidité, pH, etc.) du matériau. Il est surtout très important dans la garantie des propriétés mécaniques du matériau.

L'affinité à l'eau du PVA-L dépend donc uniquement de son taux d'hydrolyse. Du fait de la présence de fonctions alcool, très sensibles à la formation de liaisons hydrogène, ces matériaux ont une grande affinité avec l'eau. Ainsi, les fibres de PVA-L utilisées dans le renforcement du béton ont une grande affinité avec les ions hydroxydes OH présents du fait de la possible formation de liaisons hydrogènes stables entre ces ions et les chaînes macromoléculaires.



Figure 2. Compétition entre liaison intermoléculaire et liaison hydrogène avec une molécule d'eau existant au sein du PVA-L

L'hydrolyse partielle du PVA-L (~ 88% de fonctions alcools) lui confère une grande affinité à l'eau. Par contre l'hydrolyse totale (~ 98%) limite fortement cette affinité. La solubilité diminue après 88% parce que les interactions intermoléculaires par liaison hydrogène sont plus importantes que les liaisons hvdroxvle/eau.

Le PVA-L haute performance présente généralement un taux d'hydrolyse de 98% et un degré de polymérisation élevé, ce qui le rend beaucoup moins sensible à l'humidité qu'un PVA-L de plus bas taux d'hydrolyse et de plus faible degré de polymérisation. Le procédé de mise en œuvre des fils et les modifications de surface appliquées renforcent encore plus la résistance à la solubilisation du matériau, puisque l'orientation des chaînes ralentit la diffusion des molécules d'eau au sein du matériau.

Considérant son affinité chimique, nous avons étudié les caractéristiques des fibres de PVA-L en milieu humide et sec sous tension, afin d'évaluer leur intérêt quant à leur utilisation dans le renforcement de sols. La durabilité chimique d'une fibre de PVA-L haute ténacité a également été étudiée afin de déterminer son intérêt dans le renforcement de sols traités, c'est-à-dire en milieu agressif. Il est en effet nécessaire de considérer tous les effets possibles de l'environnement dans lequel le géosynthétique sera exposé sur ses performances à long terme.

2. Matériaux et procédure

2.1. Matériaux

Nous avons choisis d'étudier trois fibres PVA-L haute ténacité présentes sur le marché ainsi qu'une fibre polyéthylène téréphtalate (PET) haute ténacité afin de comparer le comportement de ces deux types de fibres. Les caractéristiques de ces matériaux sont indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1. Principales proprietes des fibres à nautes tenacités étudiées			
Polymères	Densité (dTex)	Force maximale (traction, N)	Allongement à la rupture (%)
PET	1440	108	13,4
PVA_1	1330	90	6,5
PVA_2	2000	123	6,6
PVA_3	1800	130	6,5

Les PVA-L présentent tous une concentration en fonction alcool proche de 98%. Il est important de noter que le PET est un matériau peu hydrophile ; sa constitution chimique ne favorise donc pas la diffusion de l'eau au sein de la fibre, qui est de ce fait très lente.

2.2. Procédure

2.2.1 Essai de durabilité chimique

Les essais de dégradation ont été réalisés sur la fibre de PVA_1. Les échantillons ont été totalement immergés dans des solutions aqueuses à différents pH, disposés dans des conteneurs hermétiquement fermés. Ils ont été exposés à une température de 80°C durant 48 semaines. Les solutions utilisées pour ces essais sont les suivantes :

- Eau, pH = 7
- Acide sulfurique, pH = 2
- Soude, pH = 12

Les échantillons vieillis ont ensuite été testés par traction uniaxiale en atmosphère contrôlée. Leur résistance mécanique a été comparée à celle de la fibre non dégradée.

2.2.2. Cycles Humidification/séchage

Les fibres utilisées dans la fabrication de géotextiles doivent supporter une tension qui reste relativement constante avec le temps. Nous avons ainsi réalisé des essais mécaniques où la fibre de PVA-L est soumise à une charge constante en fluage (30% de la résistance à court terme déterminée en traction uniaxiale) jusqu'à stabilisation de la déformation mesurée, puis à des cycles humidification/séchage réguliers comme cela pourrait être le cas dans le sol. L'essai est réalisé sur un banc de traction, de telle façon que l'effort appliqué ne puisse pas être inférieur à la consigne (on allonge le fil pour rester au niveau de cette consigne). Par contre, le retrait est empêché et dans ce cas l'effort peut augmenter. Nous considérons que ce comportement est celui qui correspond au comportement du fil dans un ouvrage en sol renforcé : un renforcement de sol va s'allonger pour reprendre l'effort nécessaire, mais il ne pourra pas se rétracter – sa tension augmentera le cas échéant.

Cet essai peut donc se décomposer en deux sollicitations simultanées, l'une mécanique et l'autre environnementale.



Figure 3. Schéma de principe du procédé de mesure utilisé

Les essais ont été réalisés dans une salle climatisée et régulée en hygrométrie, afin de respecter les conditions environnementales dites en « milieu sec ». Une humidité relative de 50% (±5%) ainsi qu'une température de 21°C ont été maintenues durant les 20 jours d'essai.

La presse mécanique est instrumentée par un capteur d'effort de 50daN ±0.01daN. L'asservissement en déplacement est assuré à l'aide d'un capteur de type LVDT de ±50mm de course. Un programme d'essai a été établi sous l'environnement TEMATEST pour reprendre les spécificités de l'essai décrites ci-dessus. Il est à noter que les conditions de sollicitations environnementales sont rendues

Rencontres Géosynthétiques 2009

indépendantes de la sollicitation mécanique exercée sur la fibre. Les mouvements de l'eau liées au drainage de l'eau dans et hors du conteneur n'ont aucune influence sur les mesures effectuées, la vitesse de drainage ayant été déterminée au préalable afin de limiter ces effets sur la fibre tendue.

3. Résultats et discussions

3.1. Dégradation chimique de la fibre PVA-L

L'évolution de la résistance résiduelle des fibres de PVA_1 vieillies à 80°C et dans différentes solutions, est présentée sur la figure 4.





D'après la figure 4, la perte de résistance est de l'ordre de 9% quel que soit le pH considéré. L'écarttype de mesure moyen étant de 10%, nous pouvons considérer que les fibres de PVA-L ne se dégradent pas dans les conditions étudiées.

De plus, les fibres de PVA-L ne se dégradent pas dans l'eau (du fait de leur structure chimique) et la courbe obtenue ne permet pas de conclure à une quelconque dégradation chimique, étant donné sa forme très variable.

Nous avons également constaté que, lorsque la fibre n'est pas complètement sèche, la résistance mesurée est plus faible d'environ 9%. Nous pouvons donc en déduire que la faible diminution de résistance observée est due à la présence d'eau dans la fibre vieillie, dont la résistance à la traction est comparée à celle de la fibre initiale sèche.

L'analyse chimique des fibres vieillies par GPC (Chromatographie par Perméation de Gel, mesure de la distribution en masse moléculaire) est prévue prochainement et nous permettra de vérifier si les pH très élevés ou très faibles dégradent ou non les chaînes moléculaires de PVA-L.

3.2. Effet des cycles humidification/séchage sur le comportement mécanique des fibres PVA-L et PET

Dans un premier temps, les fibres sont soumises en milieu sec à un essai de fluage à 30% de la résistance maximale à court terme déterminée au préalable. Cette première étape de l'essai a été réalisée en milieu sec, durant 4 jours, c'est-à-dire jusqu'à la relative stabilisation de la déformation du matériau. La figure 5 présente les résultats obtenus.

Rencontres Géosynthétiques 2009



Figure 5. Courbe de fluage des fibres étudiées à 30% de la force maximale mesurée par essai de traction uniaxiale

Nous pourrons noter une différence dans la déformation élastique initiale des PVA-L et du PET. En effet, le PET se déforme beaucoup plus que le PVA-L, la cohésion intermoléculaire étant beaucoup plus importante dans le cas du PVA-L, le glissement de chaînes au cours d'une sollicitation mécanique est moins facilitée. Globalement, le comportement au fluage de toutes les fibres est similaire.

La seconde partie de l'étude consiste à appliquer après la période de fluage pure, une modification de l'environnement du matériau par l'application de cycles humide/sec comme expliqué dans la partie 2. Les courbes des figures 6 et 7 présentent les résultats obtenus, les zones colorées en bleues correspondent aux conditions humides, où la fibre est totalement immergée dans l'eau.

Comme on le voit sur les figures 6 et 7, les polymères étudiés ne sont pas insensibles à la présence d'eau. Ainsi, les trois fibres PVA-L présentent une augmentation de leur allongement en milieu humide beaucoup plus importante que dans le cas du PET. De plus, les fibres de PVA-L ayant un allongement en milieu sec plus faible par rapport au PET, les déformations relatives déterminées par l'application de cycles en milieu humide/sec en sont d'autant plus importantes.

Les déformations relatives mesurées correspondent à des déformation supplémentaires par rapport à la déformation initiale :

- PET : $\Delta \epsilon / \epsilon_0 = 3,7 \%$
- PVA_1 : Δε/ε₀ = 22,6 %
- PVA_2 : $\Delta \epsilon / \epsilon_0 = 23,4 \%$
- PVA_3 : $\Delta \epsilon / \epsilon_0 = 13,7 \%$

Les différences entre les déformations relatives des PVA-L et du PET sont beaucoup plus importantes, simplement parce que le PET n'a pas d'affinité avec l'eau, son influence est donc très faible sur le comportement global de la fibre. La différence mesurée correspond à l'effet de plastification généré par une prise en eau très limitée. Dans le cas des PVA-L, le phénomène observé est une plastification plus importante, puisque la mobilité des molécules d'eau dans le matériau est facilitée du fait de son affinité avec la fibre. Bien que l'évolution de la déformation ne soit pas, dans le cas pratique, très importante, elle peut être la cause de problème dans le cas de structures immergées par exemple si ce phénomène n'est pas pris en considération.

En ce qui concerne l'évolution de la charge appliquée, nous constatons qu'au moment du séchage de la fibre, une surcharge d'environ 2% (par rapport à la charge initialement appliquée) est mesurée pour les fibres PVA_1 et PVA_2. Par contre, dans le cas du PVA_3, la surcharge est de 3%, soit légèrement supérieure aux autres fibres. Cela peut être dû à une différence sensible dans le traitement de surface de ces fibres, c'est-à-dire simplement à leur procédé de mise en œuvre. Cette valeur est un peu moins importante dans le cas du PET, autour de 1,5%. Cela signifie qu'au moment du séchage, la perte d'humidité provoque un retrait au sein de la fibre et donc une variation de volume. D'après les observations précédentes, et grâce aux informations dont nous disposons concernant la constitution chimique et la structure cristalline des fibres étudiées, nous proposons l'interprétation suivante :

Rencontres Géosynthétiques 2009



Figure 6. Évolution de la déformation (courbe bleue) et de la force (courbe rouge) pour les (a) PVA_1 et (b) PVA_2 après plusieurs cycles humidification/séchage



Figure 7. Évolution de la déformation (courbe bleue) et de la force (courbe rouge) pour les (a) PVA_3 et (b) PET après plusieurs cycles humidification/séchage

- Au moment du mouillage, la fibre se charge en eau et gonfle. Les chaînes macromoléculaires de PVA-L sont plus mobiles puisque la distance qui les sépare est plus importante du fait de la présence de molécules et/ou de clusters d'eau. Le matériau s'allonge sous l'effet de la charge jusqu'à une déformation seuil. Cette déformation seuil est atteinte au bout d'un certain nombre de cycles de mouillage/séchage, à température ambiante. Ce phénomène est connu et son mécanisme identifié dans le cas de matériaux hydrophiles, ce qui est le cas des PVA-L étudiés (J. Verdu, 1984).
- Lorsque le matériau sèche, le volume libre existant entre les molécules se réduit, les chaînes se rapprochent puisque les molécules d'eau ne sont plus présentes. La tension sous charge augmente. Ensuite, le matériau se relaxe (les chaînes glissent lentement les unes par rapport aux autres pour diminuer la contrainte entre zones initialement mouillées et zones restées sèches) et la charge appliquée sur la fibre diminue très lentement. Ce phénomène est proche de ce que l'on appelle retrait, il est bien évidemment réversible.

Les mécanismes de reprise en eau et de séchage détaillés ici n'évoluent pas avec la température. En effet, si le matériau reste à l'état vitreux (température inférieure à la température de transition vitreuse qui est de 90°C pour le PVA-L) alors les molécules ont une mobilité constante et limitée quelle que soit la température considérée en-dessous de ce seuil. La diffusion des molécules d'eau est gouvernée ici par la mobilité des chaînes de polymère et non pas par la mobilité des molécules d'eau (étant donné la structure cristalline des fibres haute ténacité).

4. Mais où est donc le problème ?

Dans la plupart des applications courantes, on peut admettre sans difficulté qu'un renforcement de sol s'allonge de 0,6% supplémentaires quand celui-ci est mouillé pour la première fois, si cela est compatible avec les contraintes de service et la technologie qui lui est associée (éléments de parement, par exemple). D'ailleurs a priori cette humification aura lieu dès la mise en place du renforcement dans le sol, en contact avec un sol dont la teneur en eau doit être compatible avec les objectifs de densification sous l'effet du compactage.

Cependant, une humidification homogène de tous les fils d'un même produit dans la même zone n'est pas aisée à garantir (même lit, fils parallèles et relativement proches donc par nature soumis au même allongement). Ainsi il est à envisager, et ce pour tous les types de produits, que des fils de PVA-L subissent une humidification dans l'ouvrage alors que d'autres restent secs, car protégés par un revêtement du géosynthétique (gainage ou enduction) ou par une position particulière dans le remblai ou dans l'ouvrage. Dans ce cas, sous effort global constant, une partie des fils mouillés, vont se « relâcher » alors que les fils secs vont quant à eux subir des tensions supplémentaires.

Supposons pour simplifier l'analyse que le géosynthétique de renforcement uniaxial à base de PVA-L qui nous intéresse ait les caractéristiques (idéales) suivantes :

- fils parallèles entre eux et orientés dans le sens des efforts,

- fils parfaitement identiques entre eux, et en particulier parfaite adéquation de leur courbe effort/allongement dans la zone de sollicitation,
- isotension parfaite des fils lors de la fabrication.

Au vu des essais présentés ci-dessus on peut caractériser le comportement du produit par deux raideurs :

- une raideur « à sec », avant tout mouillage : J_s

une raideur « après mouillage » :

La relation effort / allongement du produit est liée à ces deux raideurs et à la proportion ρ_s de fils secs ($0 \le \rho_s \le 100\%$) :

$$T = \left[\rho_{s}J_{s} + (1 - \rho_{s})J_{m}\right]\varepsilon$$
(1)

J_{m.}

En effet les fils secs et mouillés subissent le même allongement. Les fils secs sont donc évidemment plus tendus que les fils mouillés. Il en découle deux façons de raisonner :

a) les fils secs ne doivent pas dépasser leur charge maximale R_s,

b) les fils secs sont négligés et les fils mouillés ne doivent pas dépasser leur charge maximale R_m.

Le point de vue a) amène aux relations suivantes :

$$\varepsilon_{\text{max};a} = \frac{R_s}{J_s}$$
 d'où $R_a = \left[\left(1 - \frac{J_m}{J_s} \right) \rho_s + \frac{J_m}{J_s} \right] R_s$ (2)

Le point de vue b) amène à négliger les fils secs :

$$\varepsilon_{\max,b} = \frac{R_m}{J_m} \quad \text{et} \quad T = (1 - \rho_s) J_m \varepsilon, \quad \text{d'où} \quad R_b = (1 - \rho_s) R_m. \tag{3}$$

Il suffit que l'un des deux points de vue a) et b) soit vérifié :

$$T \leq R_{s} \cdot max \left(\left(1 - \frac{J_{m}}{J_{s}} \right) \rho_{s} + \frac{J_{m}}{J_{s}}; (1 - \rho_{s}) \alpha \right)$$
(4)

où α est le rapport entre la résistance à sec et la résistance des fils mouillés, soit 0,9.

Et ceci s'applique quelle que soit la proportion ρ_s de fils secs (c'est-à-dire qui n'ont jamais été mouillés), puisque celle-ci n'est pas connue à l'avance et va nécessairement varier en décroissant avec le temps.

Dans les cas présentés ci-dessus des fils PVA_1 et PVA_2, on a : $\frac{J_m}{J_s} = 0.81$ à 30% de la résistance

à court terme, ce qui est un taux de charge vraisemblable en « service ».

On en déduit que, dans ce cas, la proportion critique de fils secs est de 8% et que le coefficient de réduction sur la résistance est de **0,83**.

5. Application pratique dans le cadre des normes françaises de justification des ouvrages en sol renforcé

Il est ici question des normes NF P 94270 et NF G 38064 qui à l'heure de la rédaction de cet article ne sont pas encore publiées, mais leur rédaction est quasiment finalisée. Les deux normes sont cohérentes avec les indications du rapport technique ISO TR 20432 :2007, et partagent les mêmes règles de détermination de la résistance de dimensionnement des renforcements géosynthétiques. La formulation générale est la suivante :

$$R_{t;d} = \rho_{end} \cdot \rho_{flu} \cdot \rho_{deg} \cdot \frac{R_k}{\gamma_{M;t}}$$
(5)

avec

 R_k résistance caractéristique sous essai de traction rapide – à sec (selon NF EN 10319),

- $\gamma_{,t}$ coefficient partiel de sécurité sur la résistance à la rupture, dont la valeur est 1,25,
- ρ_{end} coefficient de réduction lié à l'endommagement du produit lors de sa mise en œuvre, dépendant du produit et déterminé en suivant une procédure d'essai explicitée dans les normes,
- ρ_{flu} coefficient de réduction lié à la rupture de fluage : les valeurs déterminées pour les fils de PVA-L sont semblables voire légèrement supérieures à celles généralement observées pour les fils de PET à haute ténacité, de l'ordre de 0,65 ou plus selon la durée d'utilisation de projet et la température de dimensionnement,
- ρ_{deg} coefficient de réduction lié à la perte de résistance au cours du temps par dégradation chimique du renforcement. Le PVA-L ne subissant pas dans l'état actuel des connaissances de dégradation chimique, nous proposons de remplacer ce coefficient par un coefficient de réduction pour la prise en compte de l'affinité à l'eau du PVA-L ρ_{wa} (water affinity).

(6)

La formulation devient la suivante :

$$R_{t;d} = \rho_{end} \cdot \rho_{flu} \cdot \rho_{wa} \cdot \frac{R_k}{\gamma_{M:t}}$$

avec ρ_{wa} = 0,83 dans le cas des fils PVA_1 et PVA_2 étudiés ci-dessus.

6. Conclusion

Cette étude a permis d'établir les qualités du fil PVA-L, qui résident en particulier dans ses performances de durabilité dans les environnements les plus agressifs comme les milieux fortement alcalins (sols fins traités au liant hydraulique) ou les climats chauds et humides.

Des essais élaborés ont permis de répondre à une question qui nous a semblé être ignorée jusqu'à présent et qui est celle de l'affinité particulière de ce polymère à l'eau. Les essais et leur interprétation ont permis de quantifier l'effet que ce phénomène peut avoir sur le comportement du géosynthétique de renforcement.

Enfin nous pouvons maintenant proposer une adaptation des méthodes de calcul de la résistance à long terme à ce produit, dans l'esprit des nouvelles normes de justification des ouvrages. Le plus important est que nous sommes désormais confiants dans la qualité de la fibre de PVA-L, capables de dimensionner à long terme des renforcements à base de cette fibre et prêts à les mettre en œuvre quand les conditions de projet l'imposent.

7. Références bibliographiques

Verdu J. (1984). *Vieillissement des Plastiques*. AFNOR Technique, Paris. Bourrier L., Huth L.G. (1978). *Résines polyvinyliques*, Ed. Techniques de l'Ingénieur, Paris.