

# ÉVOLUTION DES CARACTÉRISTIQUES DE FIBRES POLYESTER D'UN REMBLAI EN TEXSOL APRÈS 20 ANS

## EVOLUTION OF THE CHARACTERISTICS OF POLYESTER FIBERS BURIED IN AN EMBANKMENT FOR 20 YEARS

Stéphane LAVAUD<sup>1</sup>, Laetitia VOUYOVITCH VAN SCHOORS<sup>1</sup>, Nicolas BARBERIS<sup>1</sup>, Dominique LOZACH<sup>2</sup>, Matoren KHAY<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Laboratoire Central des Ponts et Chaussées, Paris, France

<sup>2</sup> Centre d'Études Techniques de l'Équipement Normandie-Centre, CER, Grand-Quevilly, France

**RÉSUMÉ** - Suite à l'invention conjointe par le LCPC et le CER de Rouen du procédé TEXSOL, autrement appelé mélange matériau sol-fibres, un remblai expérimental utilisant cette technique a été réalisé à Rouen en 1987. En 2008, des prélèvements ont été faits dans ce remblai dans le but, entre autres, d'évaluer l'état général des fibres polyester après 20 ans d'enfouissement. Des analyses chimiques morphologiques ont permis de révéler une relativement bonne stabilité chimique de cette nature de fibres dans ce milieu. Cependant, des chutes importantes de caractéristiques mécaniques ont été identifiées. En corrélant l'ensemble des résultats, il apparaît que ces chutes des propriétés mécaniques ne sont pas ou peu liées à la dégradation chimique des fibres.

**Mots-clés** : Polyester, Mélange matériau sol-fibres, Vieillissement naturel, Fibre, Remblai

**ABSTRACT** - Following the invention of TEXSOL process by LCPC and the CER of Rouen, an experimental embankment was built using this process in Rouen in 1987. In 2008, samples were collected in this embankment in order to evaluate the general state of the polyester fibers after 20 years of burial. Morphological and chemical analyses reveal a relatively good chemical stability of this kind of fibers in this environment. However, important reductions of mechanical characteristics were identified. Correlated results show that these reductions in mechanical characteristics are not or sparsely related to the chemical degradation of the fibers.

**Keywords**: Polyester, Mélange matériau sol-fibres, Natural ageing, Fiber, Embankment

### 1. Introduction

Le mélange matériau sol-fibres est un matériau composite obtenu par mélange intime, homogène et dense de sol et de fils textiles continus en polyester. Il est obtenu *in situ* en projetant simultanément le sol et un certain nombre de fils continus. Ainsi, les deux matériaux se mélangent dans leur chute et lors de leur impact. Les trajectoires du sol et du fil doivent avoir des mouvements relatifs spécifiques pour produire une distribution géométrique appropriée du fil dans le sol, de façon à donner au mélange les propriétés mécaniques recherchées (Leflaive et Cognon, 1985).

Le réseau fibreux composé de fils tendus est distribué de la façon la plus homogène possible à l'intérieur de la matrice constituée par les particules du sol (sable ou autre matériau granulaire), comme le montre la figure 1 (Laniel *et al.*, 2007). Les fils polymères utilisés ont un diamètre compris entre 68 et 383  $\mu\text{m}$ , afin de s'immiscer facilement dans les vides du squelette granulaire (Khay *et al.*, 1991 ; Villard *et al.*, 1990).

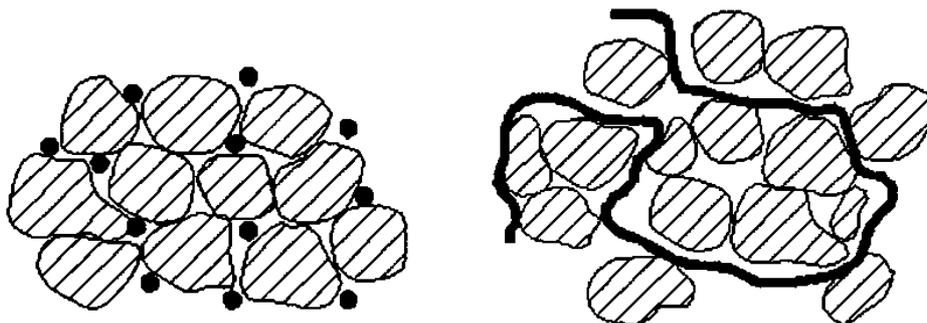


Figure 1. Schématisation du mélange matériau sol-fibres

En 1987, le CER de Rouen a réalisé un remblai expérimental de mélange matériau sol-fibres (hauteur 3 m, largeur 3 m, longueur 10 m), destiné entre autres à l'étude du vieillissement à long terme des fibres polyester dans un sol naturel. La mise en œuvre a été réalisée à l'aide d'un matériel expérimental, le Texsolex, et compactée par vibration à la plaque vibrante. Le sable utilisé pour le mélange est un sable propre partiellement concassé silico-calcaire 0/5 mm de la vallée de Seine. Le remblai est exposé aux conditions climatiques naturelles, et plus précisément à un climat normand. Après 20 ans d'enfouissement, des prélèvements ont été effectués afin d'évaluer l'évolution des caractéristiques des fibres et ainsi mieux comprendre le comportement de ces fibres dans ce type d'application. Pour cela, des analyses chimiques, physico-chimiques, morphologiques et mécaniques sur des fibres non vieilles et vieilles 20 ans dans le remblai expérimental ont été réalisées. Notons toutefois que, pour cette étude, nous n'avons pas eu à notre disposition des fibres prélevées juste après la mise en œuvre du remblai et que les évolutions observées notamment dans les caractéristiques mécaniques peuvent être liées au vieillissement, mais également à la mise en œuvre du mélange et du remblai.

## 2. Matériaux et techniques expérimentales

### 2.1. Matériaux

Pour la construction de ce remblai, les fibres PET (polyéthylène téréphtalate) utilisées présentent les caractéristiques indiquées dans le tableau I.

Tableau I. Caractéristiques des fils textiles utilisés dans ce remblai composé du mélange matériau sol-fibres (Khay et Gigan, 1990)

Nature	Type de fil	Titre (dtex)	Nombre de filaments	Ténacité (cN/tex)	Allongement à la rupture (%)	Module initial (cN/tex)
Polyester PET	Fil à étirage intégré	167	30	36	26	770

Dans le cadre de cette étude, nous avons analysé des fibres vieilles pendant 20 ans dans le remblai expérimental ainsi que les fibres d'origine conservées dans la filothèque du CER de Rouen dans des conditions contrôlées en température et humidité dans l'obscurité, non utilisées et conditionnées sur bobines. Ces dernières seront considérées comme non vieilles et seront prises comme référence. Concernant les fibres vieilles, plusieurs prélèvements ont été effectués sur le remblai. Ainsi, 4 zones ont été analysées (A, B, C et D, figure 2), dont les localisations dans le remblai et le pH du sol en contact avec les fibres sont indiqués dans le tableau II. Notons que l'ensemble de ces prélèvements a été réalisé au voisinage des surfaces du remblai et que les mesures de pH n'ont été effectuées que lors des prélèvements.

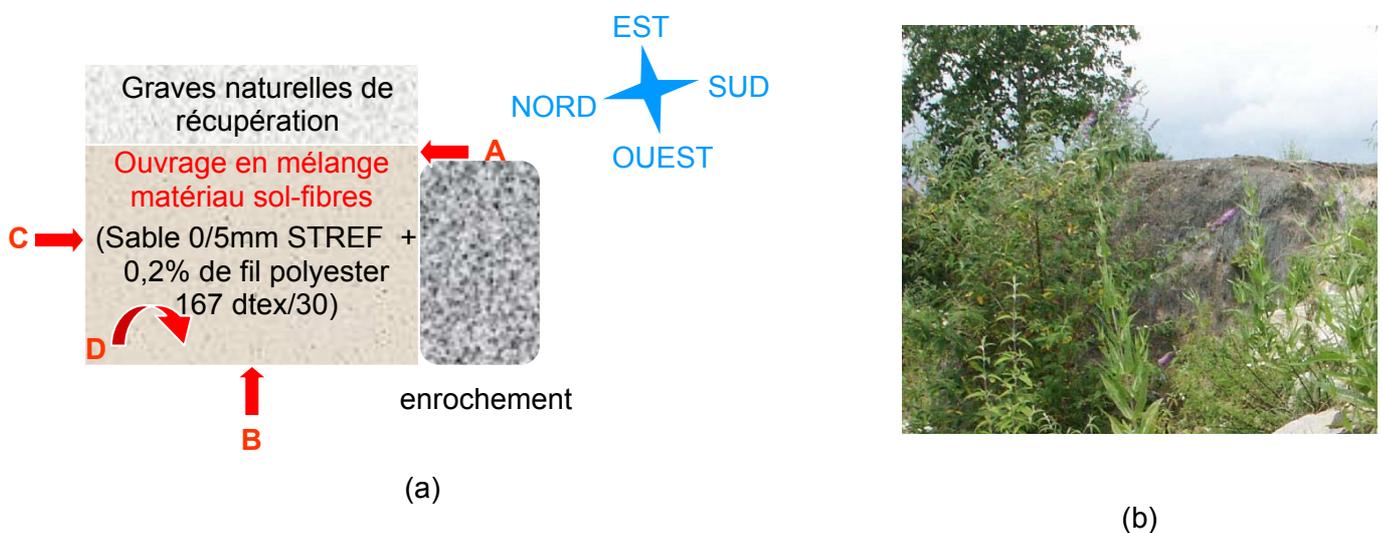


Figure 2. Vue de dessus du remblai expérimental en mélange matériau sol-fibres (a), photographie de l'ouvrage après 20 ans (b)

Tableau II. Conditions de vieillissement des quatre échantillons prélevés

Repère	Côté remblai	Exposition	pH du sol en contact
A	Parement vertical	Sud	7,5
B	Parement vertical	Ouest	5,5
C	Parement vertical	Nord	5,2
D	Couche horizontale	Sommet de talus, soleil/enterré sous végétation	5,2

## 2.2. Techniques expérimentales utilisées

### 2.2.1. Viscosimètre à capillaire en verre

Les variations de viscosité intrinsèque liées au vieillissement ont été analysées à l'aide d'un viscosimètre Ubbelohde. Les masses molaires moyennes en nombre ont ensuite été calculées en se basant sur la relation de Mark-Houwink proposés dans les travaux de Pawlak (Pawlak *et al.*, 2000).

### 2.2.2. Microscopie électronique à balayage

Les évolutions morphologiques induites par le vieillissement ont été observées au moyen d'un microscope électronique à balayage Philips XL30. Les modes d'analyse en électron secondaire et rétrodiffusé ont été utilisés pour évaluer respectivement l'état de surface des fibres vieilles et déterminer les variations de leur diamètre.

### 2.2.3. Essais de traction

Les fibres de PET ont été caractérisées mécaniquement sur une presse de traction ZWICK 1474. Ces essais ont permis de déterminer l'effet du vieillissement sur, entre autres, le module sécant, la résistance mécanique et la déformation à la rupture des polyéthylènes téréphtalate en fonction du temps de vieillissement.

## 3. Caractérisation des fibres polyester

Dans cet article, nous comparerons les caractéristiques des fibres de PET non vieilles et de fibres PET vieilles dans différentes zones du remblai expérimental de Rouen.

### 3.1. Analyse chimique par mesure de la viscosité intrinsèque

Pour mettre en évidence d'éventuelles dégradations chimiques des fibres constitutives du remblai expérimental de Rouen, des mesures de viscosité intrinsèque ont été réalisées sur plusieurs grammes de matériaux vieillis et non vieillis. En se basant sur les travaux de Pawlak (Pawlak *et al.*, 2000), les masses molaires moyennes en nombre ont été calculées à partir des mesures de viscosité.

$$M_n = 3,29 \cdot 10^4 [\eta]^{1,54} \quad (1)$$

Comme le montre la figure 3, les évolutions de masse molaire moyenne en nombre sont variables selon la localisation des fibres prélevées dans le remblai expérimental. En effet, les fibres prélevées au niveau du parement nord ont des masses molaires moyennes en nombre du même ordre de grandeur que les fibres non vieilles. Ainsi, il semblerait que ces fibres n'aient pas subi de dégradations chimiques même après 20 ans de vieillissement. En revanche, concernant les fibres prélevées au niveau du parement sud, ouest et au sommet du remblai, les mesures de viscosité révèlent des chutes de masse comprises entre 15 et 25 % par rapport aux fibres non vieilles. Il semblerait donc que les fibres se soient dégradées chimiquement par scissions de chaînes, phénomène pouvant être lié notamment à des réactions d'hydrolyse au niveau des fonctions esters (Launay *et al.*, 1994, 1999).

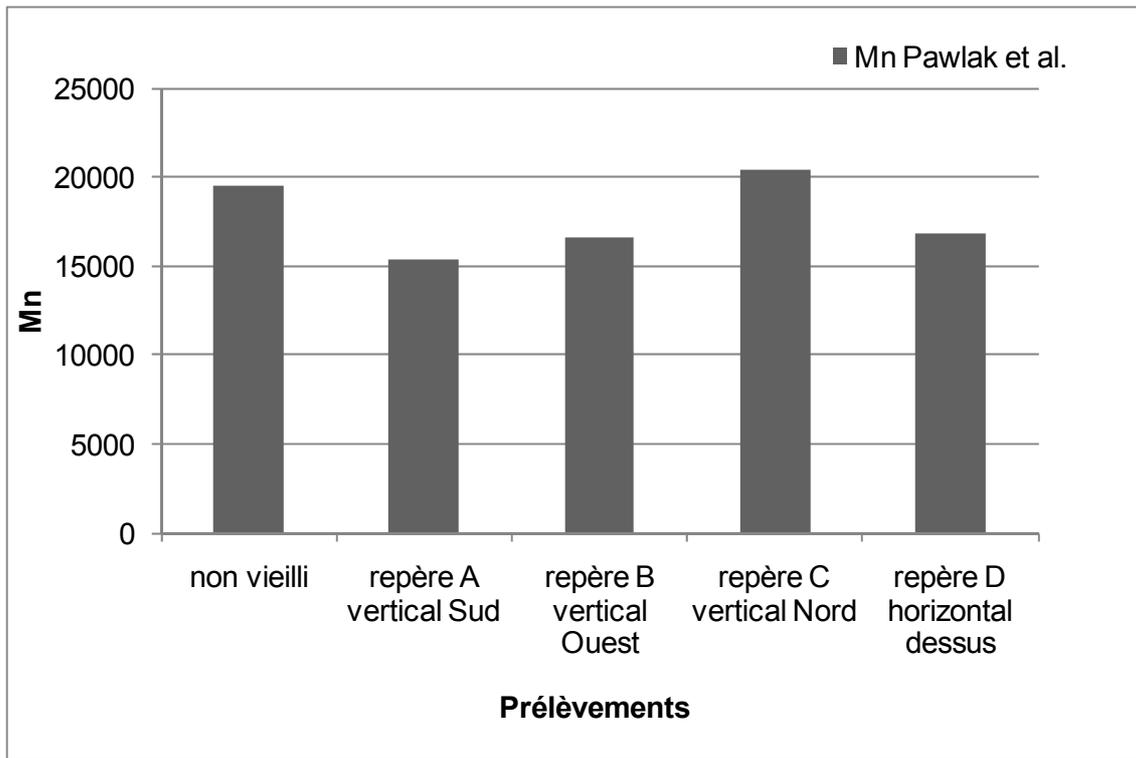


Figure 3. Évolution de la masse moléculaire moyenne

### 3.2. Analyse morphologique

Pour compléter cette étude, nous nous sommes intéressés aux caractéristiques morphologiques des différentes fibres. Plus spécifiquement, le diamètre moyen des fibres ainsi que leur état de surface ont été déterminés, afin de mettre en évidence d'éventuelles évolutions surfaciques.

#### 3.2.1. Diamètre des fibres

Pour évaluer le diamètre des fibres prélevées, celles-ci ont été enrobées dans une résine époxyde, puis polies jusqu'à obtenir une surface polie miroir. Les observations ont ensuite été réalisées par microscopie électronique à balayage en mode de détection «électrons rétro-diffusés». Ce mode de détection s'appuie sur une différence de numéro atomique entre les éléments composant la résine et les fibres, ce qui se traduit par une image en niveaux de gris (cf. figure 4a). L'image ainsi obtenue a ensuite été traitée (segmentation, binarisation), jusqu'à ce que différents paramètres dimensionnels puissent être déterminés. Dans cet article, nous nous sommes intéressés principalement aux diamètres des fibres. Comme le montre la figure 5, aucune évolution significative de diamètre n'est observée entre les fibres non vieilles et celles prélevées dans les différentes zones du remblai.

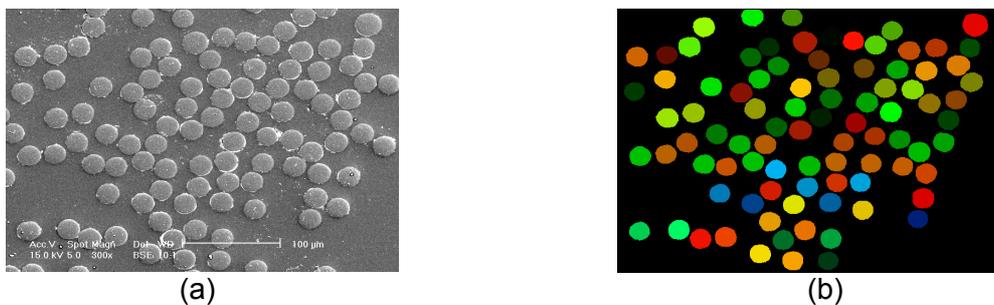


Figure 4. Image de fibres avant traitement (a), après traitement (b)

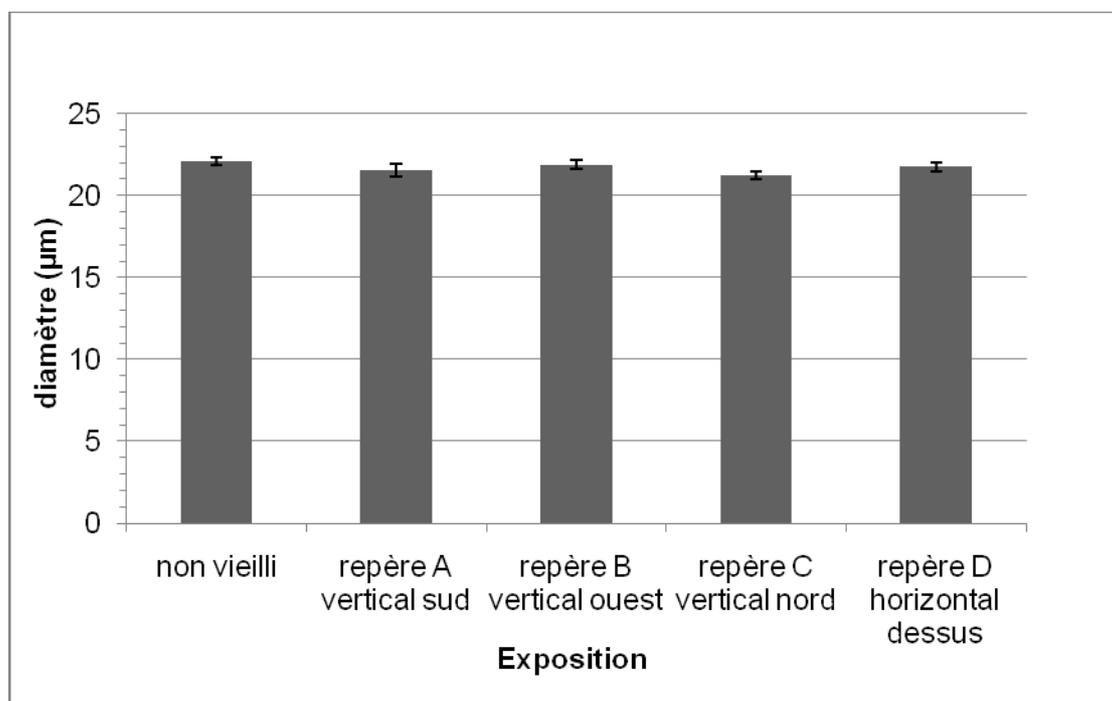


Figure 5. Évolution du diamètre moyen des fibres polyester issues des différents prélèvements

On peut conclure de cette analyse que les dégradations chimiques mises en évidence par viscosimétrie ne génèrent pas de dissolution superficielle des fibres, ce qui est parfaitement en accord avec les observations faites par différents auteurs dans les études relatives aux fibres PET vieilles dans des milieux où le pH est compris entre 5 et 7,5 (Elias *et al.*, 1998).

### 3.2.2. État de surface

Pour vérifier l'état de surface des fibres, des analyses au MEB ont également été réalisées sur des fibres unitaires. Les photos obtenues ont montré que la quasi-totalité des fibres analysées présentaient un état de surface général proche de l'état d'une fibre non vieillie (figure 6a). Cela confirme que globalement les fibres n'ont pas ou peu subi de dégradations superficielles. Cependant, très ponctuellement, quelques fibres peuvent présenter des micro-cavités. Pour ces rares cas, les dégradations peuvent s'expliquer soit :

- par l'endommagement mécanique à la mise en œuvre sur chantier. En effet, les grains de sable pouvant avoir un effet abrasif, la projection simultanée du sable et des fibres peut entraîner des piqûres sur les fibres ; pour valider cette interprétation, il serait nécessaire de réaliser cette même analyse sur les fibres d'un remblai juste après mise en œuvre.
- par des dégradations chimiques locales générant la formation de zones plus hydrophiles qui deviennent plus sensibles à l'hydrolyse.

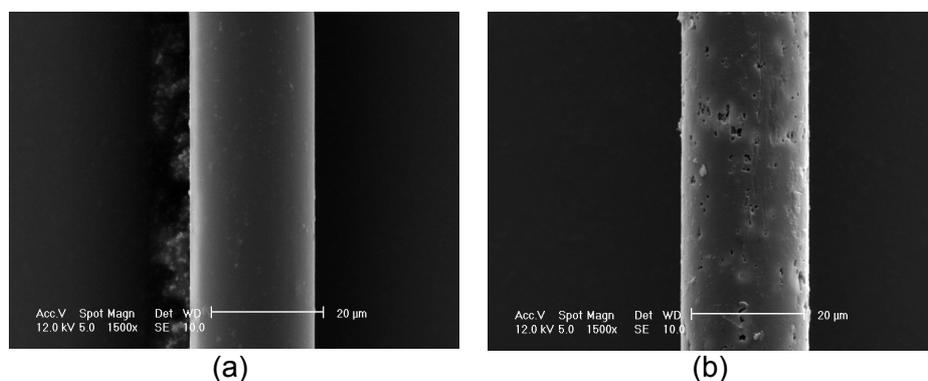


Figure 6. Photos d'une fibre non dégradée (a) et présentant des piqûres (b)

### 3.3. Caractérisations mécaniques

Enfin le comportement mécanique des fibres non vieilles et prélevées dans les différentes zones du remblai a été étudié. Pour cela, des essais de traction (10mm/min) ont été réalisés sur des fibres unitaires (au moins 30 fibres pour chaque prélèvement). Dans cette étude, nous nous sommes principalement intéressés aux valeurs de résistance mécanique (contrainte à la rupture), de module sécant entre 0,5 et 1 % de déformation et de déformation à la rupture.

Les essais de traction ont permis de mettre en évidence des chutes importantes des caractéristiques mécaniques (figures 7, 8, 9) des fibres prélevées sur le remblai par rapport aux fibres non vieilles. On observe en effet des diminutions de résistance mécanique et de module comprises respectivement entre 50 et 75% et entre 8 et 20% en fonction de la zone de prélèvement. Les chutes de déformation à la rupture sont également très importantes car elles s'échelonnent entre 50 et 95%. Plus spécifiquement, les chutes les plus importantes sont observées pour les fibres prélevées sur le parement vertical nord, bien que les analyses chimiques aient révélé que ces fibres avaient des masses molaires moyennes en nombre du même ordre de grandeur que les fibres non vieilles et n'avaient donc pas ou peu été sujettes à des dégradations chimiques. De plus, des analyses microstructurales n'ont pas montré de modifications physiques ou microstructurales importantes pouvant être à l'origine des fortes diminutions des caractéristiques mécaniques. Il semblerait donc que ces chutes de caractéristiques mécaniques ne soient pas ou peu liées au vieillissement des fibres, mais qu'elles proviennent soit de la mise en œuvre du remblai et/ ou soit de la méthode de prélèvement ou de préparation des fibres pour réaliser les essais de traction. En effet, les fibres réceptionnées après le prélèvement forment des filaments pouvant être entourés d'une "gaine végétale", rendant difficile la séparation en fibres unitaires, ce qui pourrait entraîner une possible altération des propriétés mécaniques avant l'essai de traction. Afin de quantifier l'influence du prélèvement sur les caractéristiques mécaniques des fibres, des analyses complémentaires vont être réalisées sur des échantillons prélevés dans le cœur du remblai utilisant la méthode d'"aspiration à l'air".

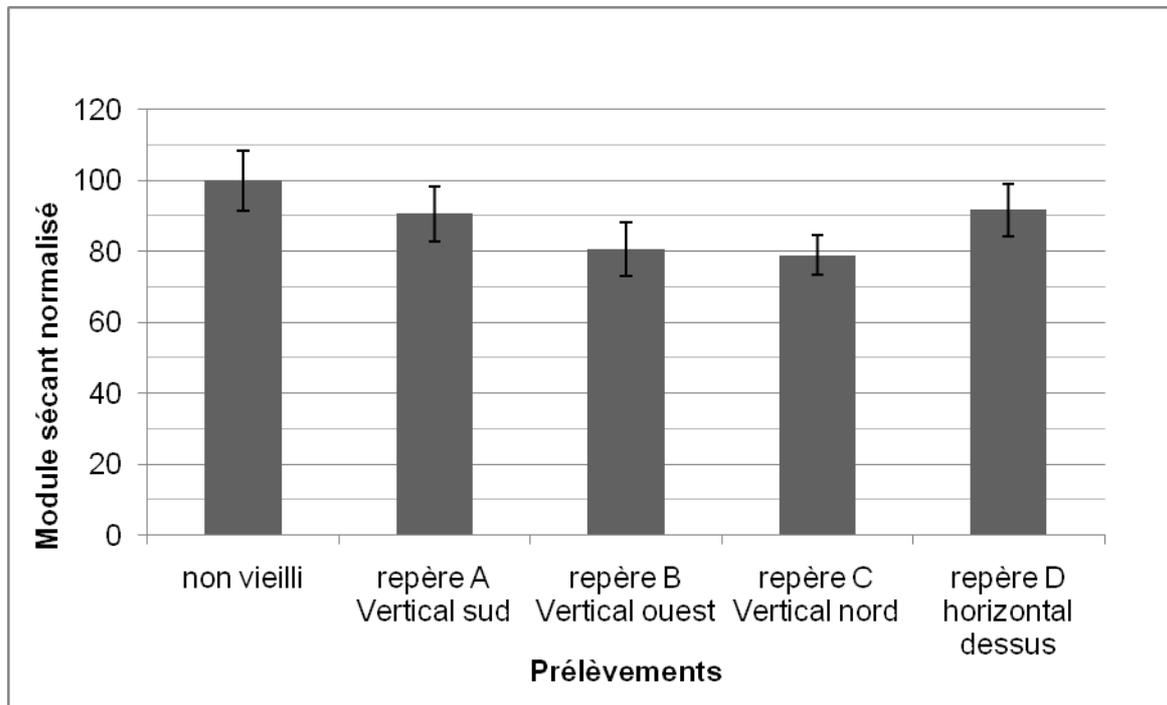


Figure 7. Modules sécants normalisés des fibres polyester issues des différents prélèvements

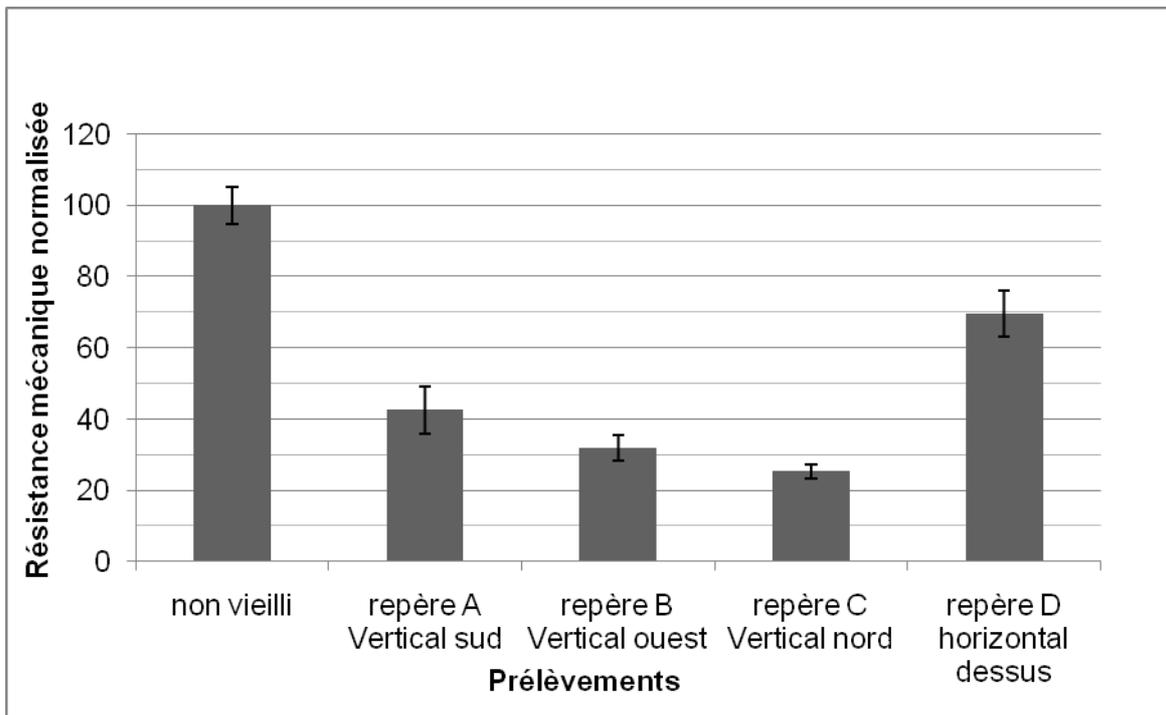


Figure 8. Résistances mécaniques normalisées des fibres polyester issues des différents prélèvements

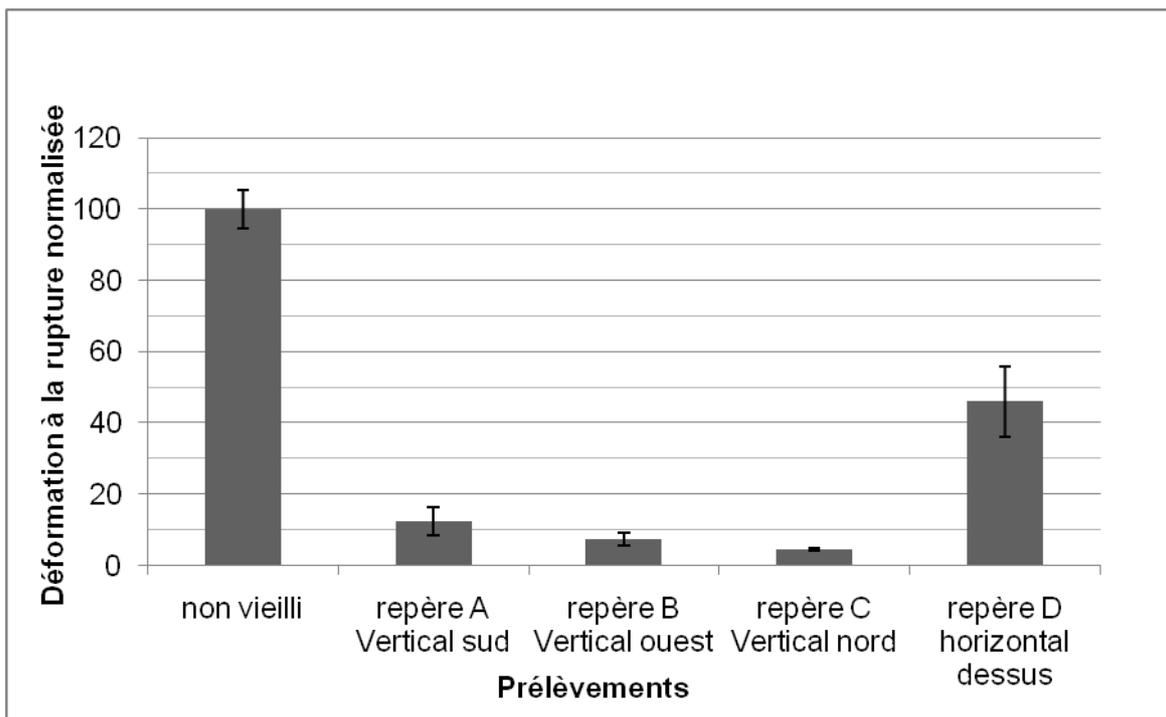


Figure 9. Déformations à la rupture normalisées des fibres polyester issues des différents prélèvements

Concernant les autres prélèvements, les chutes de résistances mécaniques, de déformations à la rupture et de modules peuvent être liées comme pour les fibres du parement nord à la mise en œuvre et/ou à la méthode de prélèvement ou de préparation des fibres pour la réalisation des essais de traction, mais également aux dégradations chimiques mises en évidence par viscosimètre. En effet, différentes études (Risseeuw et Schmidt, 1990 ; Burgoyne et Merii, 2007) ont mis en évidence une forte dépendance entre la masse molaire moyenne des chaînes polymère et les caractéristiques mécaniques. Il a été montré que les coupures de chaîne pouvaient entraîner une diminution de la cohésion au sein de la fibre et de ce fait être responsables de la chute des caractéristiques mécaniques.

#### 4. Conclusion

Dans cette étude, les différentes analyses réalisées ont permis de déterminer les caractéristiques chimiques, morphologiques et mécaniques des fibres polyester prélevées dans le remblai constitué du mélange matériau sol-fibres datant d'une vingtaine d'années. L'ensemble des analyses a révélé des évolutions variables de propriétés des fibres suivant leur localisation dans le remblai. Il apparaît en effet que les fibres prélevées sur le parement nord ne sont pas sujettes à des dégradations chimiques, contrairement aux autres fibres. Notons toutefois que, pour les autres fibres, les diminutions de masses molaires moyennes n'excèdent pas 20%, ce qui signifie une relativement bonne stabilité chimique de ces fibres dans ce type de sol.

Néanmoins, des baisses de modules et surtout de résistances mécaniques et de déformations à la rupture importantes ont été observées et ce même pour les fibres ne présentant pas d'évolutions chimique et morphologique. On peut donc supposer que les importantes baisses de caractéristiques mécaniques mesurées soient plus liées à la mise en œuvre, à la méthode de prélèvement ou de préparation des fibres qu'à leur vieillissement proprement dit. Pour confirmer cette interprétation, il serait nécessaire de réaliser une étude complémentaire sur d'autres fibres présentes dans le remblai, mais extraites par une méthode permettant de s'assurer que ces fibres ne subissent pas d'évolutions de leurs caractéristiques mécaniques lors du prélèvement. De plus, il serait intéressant de caractériser les fibres PET présentes au cœur du remblai afin de déterminer si les évolutions sont comparables ou différentes à celles observées sur les fibres analysées lors de cette étude.

#### 5. Références bibliographiques

- Burgoyne C.J., Merii A.L. (2007). On the hydrolytic stability of polyester yarns. *Journal of Materials Science*, 42, pp.2867-2878.
- Elias V., Salman A., Goulias D. (1998). Effect of pH, resin properties and manufacturing process on laboratory degradation of polyester geosynthetics, *Geosynthetics International*, 5 (5), pp.459-490.
- Khay M., Gigan J.-P. (1990). TEXSOL – Ouvrages de soutènement. *Guide technique – LCPC/SETRA*
- Khay M., Matichard Y., Yoshioka A. (1991). Contrôle et mise en œuvre du matériau sol-fibres Texsol et de ses caractéristiques en place. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n°174, pp.47sq.
- Laniel R., Alart P., Pagano S. (2007). Consistent thermodynamic modelling of wire-reinforced geomaterials. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 26, pp.854-871.
- Launay A., ThomINETTE F., Verdu J.(1994). Hydrolysis of poly(ethylene terephthalate): a kinetic study, *Polymer Degradation and Stability*, 46 (3), pp.319-324.
- Launay A., ThomINETTE F., Verdu J. (1999). Hydrolysis of poly(ethylene terephthalate). A steric exclusion chromatography study, *Polymer Degradation and Stability*, 63 (3), pp. 385-389.
- Leflaive E., Cognon J.-M. (1985). Un nouveau matériau, le Texsol. *Travaux*, 602, pp.1-3.
- Pawlak A., Pluta M., Morawiec J., Galeski J., Pracella M. (2000). Characterization of scrap polyethylene terephthalate. *European Polymer Journal*. 36 (9), pp.1875-1884.
- Risseeuw P., Schmidt H.M. (1990). Hydrolysis of HT polyester yarns in water at moderate temperatures, *Proceedings of the 4th International Conference on Geotextiles, Geomembranes and Related Products*, pp. 691-sq.
- Villard P., Jouve P., Riou Y. (1990). Modélisation du comportement mécanique du Texsol. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, n°168, pp.15-28.