SURVEILLANCE D'UNE GÉOMEMBRANE BITUMINEUSE OXYDÉE DANS UNE COUVERTURE DE STOCKAGE POUR LE LONG TERME

MONITORING OF AN OXIDIZED BITUMINOUS GEOMEMBRANE USED IN A WASTE STORAGE COVER FOR THE LONG TERM

Albert MARCHIOL¹, Denise RICARD², Jean-Charles ROBINET² ¹ Andra – Direction Industrielle, Centres de l'Aube, Soulaines Dhuys, France ² Andra – Direction de la Recherche et Développement, Chatenay-Malabry, France

RÉSUMÉ – Cette communication présente la synthèse des résultats acquis par l'Andra dans le cadre du suivi de la géomembrane bitumineuse de la couverture du centre de stockage de déchets faiblement et moyennement actifs à vie longue de la Manche (La Hague). Le suivi porte principalement sur les propriétés hydrauliques de la géomembrane, mais également sur les autres caractéristiques mécaniques, chimiques, physico-chimiques et microstructurales afin de déceler une évolution représentative du vieillissement du produit. Les résultats montrent peu d'évolution depuis la mise en place de la couverture et n'ont pas permis d'identifier les mécanismes prépondérants de vieillissement. Mots-clés : étanchéité – stockage – déchets – géomembrane – durabilité

ABSTRACT – This study presents the summary of Andra's results whithin the monitoring of the bituminous géomembrane of the radioactive low and intermediate level waste, short live disposal at La Hague (F-50-Manche). This monitoring concerns the hydraulic properties of the geomembrane (main function), but also the other characteristics: mechanical, chemical, physico-chemical and microstructural, to detect a representative change of the product's aging. The results show very little change since the construction of the cover and they have not identified the predominant aging mechanisms. Keywords: waterproofing – landfilling – waste – geomembrane – durability

1. Introduction

Le Centre de stockage de la Manche (CSM) est le premier centre français de stockage de déchets radioactifs. Il a été exploité de 1969 à 1994 et, après la mise en œuvre de la couverture, il est entré dans une phase de surveillance pour 300 ans, durée pendant laquelle l'Etat pourra assurer la surveillance et, si nécessaire, la maintenance d'un ouvrage de ce type (concept de stockage de déchets radioactifs de Faible et Moyenne Activité à durée de Vie Courte (FMA-VC)).

Dans les années 1980, lors des études de conception de la couverture, la membrane bitumineuse a été retenue en raison de sa grande déformabilité sans perte d'étanchéité vis-à-vis des risques de tassements différentiels attendus dans les zones où les premiers colis de déchets peu compacts ont été stockés. L'évolution des techniques de stockage a permis de constituer un stockage minimisant au maximum la présence de vide dans le stockage dans la deuxième partie de l'exploitation du centre. Aussi, le concept initial de la couverture du CSM prévoyait d'utiliser une membrane bitumineuse pendant quelques dizaines d'années, le temps que les tassements différentiels se produisent, puis celle-ci devait être complétée par la mise en place d'une couche d'argile peu perméable pour le long terme.

Lors de la conception de la couverture, différentes études ont permis de caractériser cette GMB. Après la pose de la couverture (1993-1995), le programme de surveillance du CSM a suivi d'éventuelles évolutions de la performance principale de la membrane (perméabilité) à travers des prélèvements réguliers. À partir de 2005, une approche complémentaire a été entreprise afin de déceler les premiers indicateurs de vieillissement (chimique, physique, ou structurel), et si possible en définir la cinétique afin d'envisager la durabilité de la membrane dans la phase de surveillance.

Les premières études sur la géomembrane (GMB) ont été menées entre 1980 et 1995 dans le cadre de sa sélection et sa qualification. Ces études ont abouti à retenir la mesure de coefficient de diffusion à l'eau tritiée (De) permettant de mesurer le flux d'eau traversant la membrane comme un indicateur de son état. Cette mesure est intégrée dans le plan de surveillance en programmant des prélèvements de la membrane *in situ* tous les 5 à 10 ans.

Les études menées à partir de 2005, sur des géomembranes de différents âges prélevées sur le Centre Manche ont porté sur la caractérisation de l'état de vieillissement au travers de l'évolution des caractéristiques chimiques, physico-chimiques et mécaniques, et la définition leur influence sur les propriétés de transfert de la géomembrane. En complément des prélèvements de membranes réalisés *in*

situ, des échantillons témoins de membrane conservés en caissons dans un hangar, et des échantillons de GMB neuve (2005, 2009), ont également été analysés et étudiés.

Enfin, plus récemment en 2011, la caractérisation de la microstructure de la GMB a été réalisée dans le but d'identifier les mécanismes de contrôle de ses propriétés hydrodynamiques afin de mieux comprendre leur évolution. Des outils d'investigation (microtomographie à rayons X et Microscopie Electronique à Balayage) peu ou pas mis en œuvre sur les géomembranes bitumineuses ont été utilisés, constituant une application innovante de ces méthodes.

L'ensemble des résultats est présenté ci-après, par thèmes :

- performances hydrauliques par les essais de coefficient de diffusion à l'eau tritiée et essais de perméabilité ;
- caractéristiques mécaniques par les essais de traction, poinçonnement et traction biaxiale ;
- analyses chimiques et physico-chimiques par les essais d'analyse élémentaire, teneur SARA ;
- observations microstructurales par microtomographie de rayons X et microscopie électronique à balayage.

2. Présentation de la couverture et de la géomembrane

2.2. Structure de la couverture et conditions d'utilisation de la géomembrane

La couverture du CSM a une forme en « toit d'usine » (Figure 1) qui permet de limiter le temps de parcours des eaux de ruissellement et de drainage vers l'extérieur du site. Cette forme permet également de séparer la couverture en panneaux d'environ 3 000 à 5 000 m², pouvant être suivis indépendamment et permettant de localiser d'éventuelles fuites et de faciliter le cas échéant la réparation.



Figure 1. Vue aérienne du Centre de stockage de la Manche.

La structure multicouche de la couverture du CSM est constituée de bas en haut par (Figure 2) :

- une couche de forme faite de matériaux grossiers limono-graveleux compactés et destinée à donner une forme en pente à la couverture d'une épaisseur variable de 0,5 m à 8,6 m;
- une couche drainante de sable d'une épaisseur de 0,20 m destinée à servir de support antipoinçonnement à la membrane bitumineuse et à recueillir et collecter les eaux d'infiltration éventuelle en cas de fuite;
- une *membrane bitumineuse* d'environ 5,6 mm d'épaisseur assurant l'étanchéité du complexe multicouche ;
- une couche drainante de sable de 0,30 m d'épaisseur destinée à évacuer les eaux infiltrées à travers la barrière biologique vers un exutoire aménagé ;
- une barrière biologique faite de matériaux grossiers limono-graveleux compactés d'épaisseur variable (de 0,75 à 1,25 m), destinée à protéger les couches drainante et imperméable sousjacentes, des agressions externes météorologiques, végétales (développement racinaire) et animales, (animaux fouisseurs);
- une couche de terre végétale de 0,20 m, support à l'engazonnement et favorisant l'évapotranspiration.



Figure 2. Coupe schématique de la couverture du CSM et des réseaux de collecte des eaux.

2.3. Composition de la géomembrane

La géomembrane mise en place au CSM est une membrane multicouche qui associe une armature géotextile non tissée en polyester et un liant hydrocarboné. Sa structure complète comprend plus précisément du haut vers le bas (Figure 3) :

- un film anti-perforation permettant de lutter contre le développement éventuel de racines à partir de la surface ;
- un voile de verre ;
- un géotextile non tissé en polyester constitué de polyester représentant 5 à 6 % en masse de la membrane. Le géotextile est constitué de deux polyesters, le polyéthylène téréphtalate à l'état de fil à raison de 87 % et le polybutylène téréphtalate à raison de 13 % de fil fondu à 20 °C pour permettre un thermoliage ;
- une impression de bitume soufflé (également appelé oxydé) de pénétrabilité 100/40 contenant des charges calcaires (dont la teneur est inférieure à 30 % en masse du mélange d'imprégnation bitume + filler). Les charges ont une granulométrie à 90 % inférieure à 100 µm ;
- un sablage ;
- un film anti-adhérent qui a pour fonction d'empêcher que la membrane ne se colle à elle-même lors de la mise en rouleau. La membrane au sein de la couverture est dépourvue de ce film, étant donné que celui-ci n'est pas conservé lors de la pose.



Figure 3. Structure et orientation de la géomembrane sur le site.

La composition et les caractéristiques de la géomembrane Coletanche NTP4 fournies par la société Axter sont présentées dans le Tableau 1.

| Conditionnement | Rouleaux de 280,5 m ² (5,1 m x 55 m) | | | | | |
|--|--|--------------------|--|--|--|--|
| | d'un poids moyen indicatif de 2300 kg. | | | | | |
| | Armature voile de verre | 50 | | | | |
| Composition (g/m ²) | Armature géotextile | 400 | | | | |
| | Liant oxydé | 7310 | | | | |
| | Finitions : surface sable | 217 | | | | |
| | Finitions : sous face film polyester | 15 | | | | |
| Caractéristiques | Epaisseur (mm) | 5,6 | | | | |
| du produit fini | Masse surfacique (indicative) | 6,3 | | | | |
| | Résistance à la rupture (NF P | 20/26 | | | | |
| | 84.501) : longueur/largeur (kN/m) | 29/20 | | | | |
| | Allongement à la rupture (NF P >60/6 | | | | | |
| | 84.501) : longueur/largeur (%) | | | | | |
| Caractéristiques mécaniques <i>du produit fini</i> | Résistance au poinçonnement | | | | | |
| | | 600 | | | | |
| | (NF P 84.507) (N) | | | | | |
| | (NF P 84.507) (mm) | 14 | | | | |
| | Pliage à froid (NF P 84.350) (°C) | <0 | | | | |
| | Niveau d'étanchéité conventionnel (NF EN 14150) (m ³ /m ² /j) | < 10 ⁻⁵ | | | | |

Tableau 1. Fiche technique de la géomembrane fournie par le constructeur.

2.4. Conditions d'utilisation de la membrane in situ

Dans le cas de la couverture du Centre Manche, la géomembrane est protégée par une couche de sable, par une barrière biologique et une couche de terre végétale. La géomembrane est donc à l'abri de la lumière et des variations climatiques (températures constantes de 10 °C et 12 °C). L'apport d'oxygène au niveau de la géomembrane est en principe faible. L'eau qui arrive en contact avec la membrane présente un pH neutre à basique de 6,2 à 7,7. La géomembrane peut éventuellement être soumise à des sollicitations mécaniques liées au tassement de leur support et au poids des terres qui les recouvrent.

2.5. Historique des prélèvements et observations sur site

La couverture ayant été construite sur trois Tranches de travaux (1992, 1994 et 1995), les échantillons ont 2 à 3 ans de différence pour le vieillissement *in situ*.

2.5.1. Campagnes de prélèvements de géomembranes *in situ*

Les premiers prélèvements *in situ* de la GMB du Centre Manche ont été réalisés en 1997 au niveau des Tranches 1 et 2, ce qui correspondait respectivement à des échantillons âgés de 5 et 3 ans.

En 2005, des nouveaux prélèvements *in situ* ont été effectués au niveau des Tranches 1 et 3, ce qui correspondait respectivement à des échantillons âgés de 13 et 10 ans.

En 2009, la réparation d'un tassement en toit de la couverture sur le panneau P102Est situé en Tranche 1 a permis de récupérer en partie intacte et en partie déformée des échantillons de membrane âgée de 17 ans.

Les figures 4 et 5 illustrent les découpes et réparations réalisées sur de la géomembrane bitumineuse au Centre Manche.

2.5.2. Observations directes de la membrane in situ

À l'occasion des prélèvements, les fouilles ont permis d'observer directement l'état de la membrane en place : en 1997 et en 2005.

En 2009, une surface de 400m² a été dégagée pour la réparation du tassement, afin de vérifier que la périphérie du tassement n'était pas endommagée même partiellement (Figure 6).



Figure 4. Exemple de prélèvements d'échantillons réalisés en 2005.



Figure 5. Réparation du tassement du panneau P102E en 2009

De plus, en raison de glissement des talus de la couverture (glissement lent des matériaux sur la surface supérieure de la membrane), de nombreuses fouilles complémentaires ont été réalisées en 2007 (12 fouilles), en 2010 (3 fouilles) et en 2013 (Figure 7) (5 fouilles) dans les zones de glissements importants soupçonnées d'être détériorées (recherche de déchirure ou de laminage de la membrane, etc.).





Figure 6. Photo de la fouille 109/110 Est en 2009 (au niveau du sommet du talus).

Figure 7. Photo de la fouille 112b en 2013 (au niveau du sommet du talus).

Pour toutes les fouilles, les observations visuelles ont permis de mettre en évidence le très bon état de la membrane, ainsi qu'une très bonne réponse aux glissements en talus et à la déformation sous tassement pour lequel aucune fuite n'a été décelée. En effet pour ce dernier, le tassement a provoqué dès 1999 une dépression qui s'est remplie d'eau (effet baignoire). Les travaux de réparation ont confirmé l'absence de déchirures de la membrane déformée, et l'absence de traces d'eau (infiltration, humidité) sous la membrane. De fait, il apparaît que cette partie de la membrane est restée sous eau depuis 1999. La localisation des différents prélèvements au fond d'affaissement en 2009 (P1 à P7) est présentée sur la Figure 8. La zone indiquée par P10 dans la figure, correspond à des prélèvements en partie non déformée.

2.6. Évolution de composition de la GMB et absence d'échantillon de référence

La valeur plus élevée de la température de ramollissement Bille/Anneau (TBA) du liant bitumineux de GMB neuve de 2005 (121,5°C) par rapport à celle du liant de GMB prélevée in situ et âgée de 13 ans (117,5°C) met en évidence une modification de nature du bitume (le vieillissement d'un bitume augmente sa TBA). Le fournisseur a effectivement confirmé un changement d'origine du gisement du bitume entre 1990 et 2000. D'autre part, la marque de la trame en polyester utilisée dans la fabrication de la géomembrane posée au Centre de la Manche a été depuis remplacée. Le fabricant précise néanmoins qu'il s'agit strictement du même matériau (polyéthylènetéréphtalate (PET), sous forme de fibres entremêlées sans liant chimique). Les analyses chimiques et microstructurales d'une membrane fabriquée en 2005 ont également mis en évidence des modifications dans les éléments constitutifs de la GMB au fil du temps.

Ces remarques font apparaître la difficulté de comparer de la géomembrane prélevée in situ avec des valeurs de références.





3. Suivi des performances hydrauliques de la membrane

Les premières études sur la géomembrane menées entre 1980 et 1995, dans le cadre de sa sélection et sa qualification, ont montré que les transferts d'eau résultent majoritairement d'un mécanisme de diffusion. La mesure de coefficient de diffusion à l'eau tritiée (De) a été donc retenue pour mesurer le flux d'eau traversant la membrane comme un indicateur de son état.

3.1. Méthodologie de la mesure de coefficient de diffusion à l'eau tritiée

Les première et deuxième lois de Fick permettent de décrire les transferts diffusifs de solutés au travers d'un milieu à partir de la relation suivante :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D_e \ \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}$$

avec C, la concentration de l'espèce $[M.L^{-3}]$ et De, le coefficient de diffusion effectif de l'espèce diffusante $[L^2.T^{-1}]$.

Le coefficient de diffusion effectif de l'eau a été déterminé à partir de l'essai de diffusion transverse à l'eau tritiée (HTO) (Crank, 1975). Dans cet essai, l'échantillon de membrane est placé entre deux réservoirs d'eau. Une concentration initiale en HTO (C0) est ajoutée dans le réservoir amont et la concentration en HTO initialement nulle suivie au cours du temps. Les coefficients de diffusion effectifs sont déterminés à partir de l'évolution temporelle des concentrations en HTO mesurées dans le réservoir aval. Lorsque le régime stationnaire est atteint (flux constant au cours du temps), le coefficient de diffusion effectif est déterminé à partir de la pente p de la courbe d'évolution de la masse cumulée en HTO dans le réservoir aval (Crank, 1975):

$$D_e = \frac{l \cdot p}{S \cdot C_0}$$

De : coefficient de diffusion effectif $[L^2.M^{-1}]$,

P : pente de droite en régime permanent [-],

S: surface géométrique de l'éprouvette [L²],

C₀: concentration du radionucléide dans le compartiment amont [M.L⁻³],

I: épaisseur de l'éprouvette [L].

La « solubilité » ε est déterminée à partir du temps de retard t_r à l'établissement du régime permanent déterminé par l'intersection de la droite du régime permanent avec l'axe des temps :

$$\varepsilon = \frac{6D_e t_r}{l^2}$$

10èmes Rencontres Géosynthétiques – 24-26 mars 2015, La Rochelle

L'épaisseur mesurée est le résultat d'une moyenne de plusieurs mesures et tient compte de la rugosité superficielle et de la couche de sablage. Les gros grains de sable ne sont pas considérés. L'échantillon, découpé à l'aide d'un emporte-pièce, est fixé par collage sous pression dans un porteéchantillon lui-même placé dans des cellules de diffusion. Pour l'ensemble des essais, le flux diffusif de HTO s'effectue ainsi perpendiculairement à la structure multicouche de la membrane.

3.2. Résultats des mesures de coefficient de diffusion à l'eau tritiée

À partir de cette méthode, différents échantillons ont été analysés successivement :

- les échantillons de qualification de la membrane en 1988 ;
- des échantillons prélevés in situ lors des différentes campagnes de prélèvements : 1997 et 2005, correspondant ainsi à différents âges de vieillissement in situ ;
- des échantillons prélevés in situ en 2009 lors de la réparation d'un affaissement ;
- des échantillons « témoins » prélevés sur les rouleaux de membrane lors de la mise en œuvre en 1992/95 et conservés en hangar depuis ;
- des échantillons de membrane neuve de 2005, provenant d'un rouleau approvisionné pour réparer les zones de prélèvement.

Les coefficients de diffusion effectifs des membranes prélevées *in situ* et de celles conservées en hangar sont représentés sur la Figure 9 en fonction de leur nombre d'année de service et d'entreposage. Sur cette figure sont également représentées les valeurs obtenues pour la qualification de la membrane neuve ainsi que pour des membranes prélevées au fond d'affaissement en 2009. Il est important de noter que pour les essais de qualification, en 1988 le régime permanent n'avait pas été atteint au bout de 90 jours ce qui sous-estime probablement la valeur du D_e.

Les mesures de coefficient de diffusion montrent une augmentation entre les échantillons témoins conservés en hangar (De moyen = $8,4.10^{-15}$ m²/s) et les échantillons de premiers prélèvements *in situ* (De moyen = $4,8.10^{-14}$ m²/s). Il semble que la mise en œuvre ou les premières années *in situ* sont à l'origine de cette légère évolution. Après ces premières années, les valeurs de coefficient de diffusion des membranes ne semblent plus évoluer. Le nuage de valeurs se trouve entre 3 et 7.10⁻¹⁴ m²/s, soit un domaine de faible variation.

Par ailleurs, les mesures de diffusion semblent révéler une très légère tendance à augmener pour les échantillons prélevés en fond d'affaissement (membrane légèrement étirée et sous l'eau pendant une dizaine d'années).



Figure 9. Mesures du coefficient de diffusion effectif (mesuré avec HTO) des membranes en fonction du temps de service ou entreposage au CSM.

3.3. Essais de perméabilité

En complément des mesures de coefficient de diffusion, des mesures de perméabilité ont été réalisées

- sur un échantillon âgé de 13 ans prélevé en partie courante (sans déformation) en 2005. Cette mesure a été réalisée suivant la norme NF EN 14150 (NF EN 14150, 2006). Une valeur de flux d'eau de 0,6.10⁻⁶m³/m²/jour a été obtenue ;
- sur deux échantillons de géomembrane prélevés en fond d'affaissement (zone déformée et sous l'eau pendant une dizaine d'années) en 2009. Les échantillons ont été prélevés dans deux zones du fond d'affaissement, notée P2 et P4 (Figure 8).

Les mesures de perméabilité sur les échantillons prélevés en fond d'affaissement n'ont pas pu être réalisées suivant la norme NF EN 14150. En effet, les flux se sont révélés trop élevés pour être mesurables avec les dispositifs décrits. La procédure a alors été adaptée pour pouvoir appliquer des gradients de pression plus faibles que celles préconisées par la norme NF EN 14150 (150 kPa à l'amont et 50 kPa à l'aval de la géomembrane), de 2 à 20 kPa (Figure 10).

Pour les gradients les plus faibles, un vase de Mariotte a été utilisé pour appliquer une charge hydraulique à l'amont de la géomembrane, tandis que l'aval était laissé à pression atmosphérique. Le flux d'eau ayant traversé la géomembrane était recueilli et quantifié par pesée. Pour les charges les plus élevées (1,5 m et/ou 2 m), une différence de pression de part et d'autre de la géomembrane de 15 ou 20 kPa a donc été appliquée.



Figure 10. Adaptation expérimentale pour mesure du flux pour des pressions <100 kPa.

Seuls les flux moyens en amont sont retenus en raison de leur plus grande précision, et sont présentés dans la Figure 11. Ils complètent un graphique présenté dans l'article de Touze-Foltz et al. (2011) faisant apparaître les valeurs mesurées sur deux autres GMB à base de bitume oxydé (l'une provenait d'un bassin et était non protégée (site 4) et l'autre d'un barrage et était non protégée mais sous l'eau pendant 26 ans (site 5). En comparaison, sont indiquées par des courbes, les flux qui seraient obtenus avec un mètre de matériaux argileux de conductivité hydraulique égale à 10^{-10} et à 10^{-9} m/s. Notons que dans l'étude citée, une géomembrane provenant d'un barrage après 30 ans de service, sous l'eau et protégée, a montré un flux inférieur à 10^{-6} m³/m²/jour sous une pression de 100 kPa, selon la norme NF EN 14150.



Figure 11. Comparaison des résultats des flux mesurés pour les membranes issues des prélèvements en 2009 avec des données de la littérature (Touze-Foltz et al., 2011).

Les flux d'eau mesurés avec cette méthode sont assez élevés et supérieurs à la valeur observée pour la membrane âgée de 13 ans prélevée en 2005 en partie courante et pour des géomembranes

neuves sorties d'usine sous une différence de pression d'eau de 100 kPa, à savoir, inférieure à 10^{-6} m³/m²/jour :

- l'échantillon P4 présente des flux journaliers de l'ordre de 1 à 4.10⁻⁵ m³/m²/j avec une indépendance du flux hydraulique en fonction du gradient de pression, la loi de Darcy ne s'applique donc pas ;
- l'échantillon P2 montre des flux journaliers compris entre 3.10⁻⁶ et 3.10⁻³m³/m²/j selon le gradient de pression appliqué. Les flux d'eau sont de plus variables (jusqu'à deux ordres de grandeur) au cours de l'application du gradient, de fait le régime permanent n'est pas atteint.

D'après ces résultats pour ces deux échantillons prélevés en fond d'affaissement, les valeurs de flux journaliers sont dans la gamme de valeurs d'échantillons de membranes « dégradés » préalablement étudiés par le même laboratoire.

4. Caractéristiques mécaniques

Des essais de traction, de poinçonnement et d'éclatométrie ont été menés sur les géomembranes afin de déceler des évolutions de leurs caractéristiques mécaniques.

4.1. Essais préliminaires de traction et poinçonnement

Les essais de traction et de poinçonnement statique ont été respectivement réalisés suivant les normes NFP 84-501 (NFP 84-501, 1992) et NFP 84-507 (NFP 84-507, 1996). Les caractéristiques de traction et de poinçonnement statiques des essais réalisés sur les différents échantillons de géomembranes bitumineuses au travers de différentes campagnes de mesure sont présentées dans le Tableau 2.

On constate que, pour les membranes âgées de 13 ans, la résistance à la rupture dans le sens de la production est plus faible par rapport à celle de l'échantillon témoin. Pour les membranes âgées de 17 ans, les déformations à la force maximale en traction sont relativement plus faibles pour certains prélèvements dans la zone d'affaissement.

| | | Caractéristiques de traction | | | | Poinçonnement statique | | |
|--|--------------------|---|-----------------|---|-----------------|-----------------------------------|------------|--|
| GMB (âge) et position | Épaisseur en mm | Résistance à la rupture en kN/m (écart- type) | | Déformation à la force maximale en % (écart-type) | | Déplace- ment à la force | Résistance | |
| | | sens production | sens travers | sens production | sens travers | maximale en mm (écart-type) | type) | |
| | | | Analyses 2 | 002 | | | - | |
| Neuve | | 30,2 (0,4) | 26,6 (1,6) | 51,7 (4,1) | 61,8 (2,6) | 13,5 (0,4) | 673 (24) | |
| | | | Analyses 2 | 2006 | | | | |
| Neuve (produite en 2005) | 6,05 | 31,6 (2,1) | 25,7 (1,1) | 55 (10,9) | 62 (4) | 13 (1) | 578 (37) | |
| Témoin (10 ans) | 5,0 | 28,5 (1,9) | | 52 (1,5) | | | | |
| In situ (13 ans) | 5,60 | 24,9 (1,5) | 24,4 (3,2) | 51 (3,3) | 53 | 14 (2) | 520 (57) | |
| Témoin (13 ans) | 5,40 | 30,9 (3,2) | | 47 (4,6) | | | | |
| <i>In situ</i> (10 ans) | 5,45 | 28,1 (1,8) | 26,1 (3,2) | 48 (6,9) | 55 (2,3) | 13 (1) | 548 (51) | |
| Analyses 2010 (Membrane in situ 2009 - 17 ans) | | | | | | | | |
| Partie non déformée | 5,88 | 25,9 | 30,8 | 53 | 48 | 13,1 | 577 | |
| Zone d'affaissement P7 | 6,11 | 27,2 | 25,8 | 44 | 53 | 13 | 540 | |
| Zone d'affaissement P4 | 5,98 | 26,7 | 26,8 | 48 | 43 | 13 | 573 | |
| Zone d'affaissement P1 | 6,19 | 30,4 | 26,8 | 42 | 52 | 13,5 | 576 | |
| Zone d'affaissement P3 | 6,33 | 28,3 | 24,6 | 46 | 54 | 13,8 | 527 | |
| Zone d'affaissement P2 | 6,28 | 30,1 | 30,1 | 56 | 52 | 13,4 | 555 | |

Tableau 2. Résultats des différentes campagnes des essais de traction et de poinçonnement statique sur les membranes prélevées in situ, conservées en hangar et les membranes neuves.

4.2. Mesures de traction biaxiale ou éclatométrie

L'essai de traction bi-axiale, parfois appelé essai d'éclatométrie, consiste à appliquer une pression d'eau sous une éprouvette de géomembrane de forme circulaire. L'essai est conduit jusqu'à la perte de l'étanchéité de la géomembrane (apparition de perles d'eau en surface de la géomembrane bitumineuse). Les valeurs de pression conduisant à la perte de l'étanchéité de la géomembrane ainsi que la localisation des échantillons correspondants sont présentées sur la Figure 12.



Figure 12. Histogramme des valeurs de pression nécessaire à l'apparition de gouttelettes d'eau et localisation des échantillons correspondants.

On note tout d'abord une différence de plus de 25 % entre la membrane neuve de 2009 et les prélèvements *in situ*, qui peut être due soit à l'altération de la membrane in situ soit à la différence de la fabrication du produit (§ 2.5).

Par ailleurs, on remarque que la valeur issue du prélèvement P10C3 situé hors affaissement est moins élevée que celle issue du prélèvement P3 situé en zone déformée; la déformation et/ou l'immersion pendant une dizaine d'années ne semble donc pas à l'origine de la diminution de performance. Plus logiquement, l'échantillon P4 provenant d'une zone très déformée présente une valeur plus faible que celle issue du prélèvement situé hors affaissement. Ce dernier prélèvement pourrait à l'inverse indiquer un lien entre la déformation et/ou l'immersion et la dégradation des performances hydromécaniques. La valeur très faible de l'échantillon P10C3 prélevé en zone non déformée est difficile à justifier.

En l'état, seuls des prélèvements supplémentaires de membrane en partie courante (identique à l'échantillon P10) pourraient confirmer ou infirmer les faibles valeurs à considérer pour une membrane in situ.

5. Analyses chimiques et physico-chimiques sur les liants bitumineux

Des analyses chimiques et physico-chimiques sur les liants bitumineux extraits des géomembranes ont été menées sur différents échantillons de géomembranes prélevés *in situ* et conservés en hangar. Des caractérisations chimiques et des essais de vieillissement accéléré d'oxydation et de lixiviation ont également été effectués pour tenter d'évaluer l'influence de ces deux facteurs sur le devenir des géomembranes.

Une partie de ces études et des résultats est décrite dans l'article de Marchiol et al. (2006). Ils ont permis de conclure que le vieillissement en hangar conduit à une oxydation significative du bitume conservé en hangar comparée à celle de la GMB de la couverture. Ces observations peuvent s'expliquer, notamment par l'exposition à l'air et les effets des cycles thermiques lors de la conservation en hangar des géomembranes témoins.

Une caractérisation chimique plus fine des liants bitumineux extraits sur toute l'épaisseur de la GMB, en surface (« basse » pour le témoin, « basse » et « haute » pour les GMB vieillies *in situ*) et à cœur des géomembranes a été réalisée afin d'évaluer d'éventuels effets d'oxydation et de lessivage par l'eau du site *in situ*.

Avant toute analyse, le liant bitumineux a été extrait de la GMB au dichlorométhane puis filtré afin d'éliminer les composés annexes de la GMB (voile polyester, charge minérale notamment). Le bitume a ensuite été séparé en deux familles chimiques suivant la norme NF T 60-115 (NF T 60-115, 2000): les asphaltènes, insolubles dans le n-heptane, et les maltènes, solubles dans le n-heptane. Puis les maltènes ont été fractionnés par chromatographie liquide en hydrocarbures saturés, hydrocarbures aromatiques et résines. La combinaison des deux fractionnements permet d'obtenir les fractions dites SARA. Différentes analyses chimique ont été menées sur le bitume et ces différentes fractions. Il faut souligner l'utilisation de l'analyse élémentaire afin de déterminer les teneurs en N, C, H, O et S et de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

D'une manière générale, pour l'ensemble des techniques analytiques utilisées les différences observées entre les différents échantillons sont faibles. Dans certains cas ces variations sont à la limite

de précision des appareils. Toutefois en croisant les résultats des différentes techniques, il est possible d'identifier certaines tendances qui sont discutées ci-dessous.

Les proportions relatives des hydrocarbures aromatiques, des résines et des asphaltènes des différents prélèvements sont représentées dans un diagramme triangulaire (Figure 13). Il permet de différencier les bitumes des GMB des tranches 1 et 3, la tranche 3 présente la teneur légèrement plus forte en hydrocarbures aromatiques et la tranche 1 des teneurs en résine et en asphaltènes plus élevées qui suggèrent un degré d'oxydation plus avancé du bitume de la GMB de cette tranche que celui du bitume de la tranche 3. Ces résultats, compatibles avec ceux des analyses élémentaires, montrent une teneur en oxygène plus élevée pour le bitume de la GMB de la tranche 1 qui est la plus ancienne (Tableau 3).



Figure 13. Diagramme triangulaire représentant la proportion des asphaltènes, des résines et des hydrocarbures aromatiques.

| Tableau 3 | 3. Rapport | atomique ł | H/C et O/C | pour le b | oitume issu | des g | géomembra | nes prélev | /ées in |
|-----------|--------------|------------|--------------|-----------|-------------|-------|-------------|------------|---------|
| S | situ, conser | vées en ha | angar et d'i | une géon | nembrane | neuve | (production | า 2005). | |

| | | H/C | O/C |
|------------|----------|-----|-------|
| | TR1-ISC | 1,5 | 0,016 |
| Tranche | TR1-ISSB | 1,6 | 0,021 |
| 1 (13 ans) | TR1-HC | 1,5 | 0,018 |
| | TR1-HS | 1,6 | 0,023 |
| | TR3-ISC | 1,5 | 0,014 |
| Tranche | TR3-ISSB | 1,5 | 0,015 |
| 3 (10 ans) | TR3-HC | 1,5 | 0,015 |
| | TR3-HS | 1,5 | 0,014 |
| Neuve | TRN | 1,6 | 0,014 |

Comme l'ont constaté Marchiol et al. (2006), les GMB conservées en hangar présentent une teneur plus élevée en oxygène que les GMB prélevées *in situ*. La faible quantité d'oxygène dans les bitumes des GMB vieillies sur site peut être attribuée à une mobilisation de molécules telles que des acides carboxyliques à chaînes courtes par la phase aqueuse qui circule à la surface des GMB. Se pose alors la question de savoir si les molécules mobilisées sont initialement présentes dans le bitume et totalement éliminées après une dizaine d'années de vieillissement *in situ* ou si le bitume exposé subit en parallèle et en continu une oxydation et un lessivage.

Des essais de vieillissement artificiel de GMB ont été menés afin de comprendre les modifications apportées par l'oxydation et le lessivage de la GMB et d'essayer d'extrapoler ces comportements à l'évolution des GMB *in situ* et en hangar. Les essais d'oxydation accélérée ont été conduits à 60°C et 80°C pendant 12 et 6 mois sur les bitumes extraits des géomembranes prélevées *in situ* (tranches 1 et 3) et de la GMB neuve produite en 2005. Les lessivages ont été réalisés sur les GMB oxydées et non-oxydées dans l'eau collectée sur le réseau de drainage de la couverture du Centre Manche pendant 1 mois à température ambiante.

10èmes Rencontres Géosynthétiques - 24-26 mars 2015, La Rochelle

Pour tous les bitumes et aux deux températures d'essai, les analyses SARA ont montré que l'oxydation artificielle conduit à une diminution des proportions d'hydrocarbures saturés et aromatiques. Dans le cas de la GMB neuve, les oxydations entrainent la formation de résines sans modification des teneurs en asphaltènes, alors que pour les GMB des tranches 1 et 3, les teneurs en résines diminuent et des asphaltènes sont formés. Ces résultats indiquent que plus les bitumes sont vieillis, plus des asphaltènes sont formés lorsqu'ils sont soumis à des vieillissements accélérés de laboratoire. Ainsi, le schéma suivant d'évolution des familles chimiques des bitumes au cours du vieillissement peut être proposé :

Hydrocarbures \rightarrow Résines \rightarrow Asphaltènes

Après immersion en laboratoire, les évolutions des fractions chimiques des bitumes ont été très limitées et donc difficiles à mettre en évidence. Ces faibles modifications chimiques pourraient être dues aux courtes périodes d'essais.

En 2009, lors de la finalisation de cette partie de l'étude, les travaux de réparation du tassement du panneau 102E ont permis de prélever des échantillons en fond d'affaissement sous l'eau depuis une dizaine d'années. Ces échantillons pouvant représenter une GMB lessivée pendant plusieurs années. Les analyses chimiques ont également été faites sur une GMB prélevée en partie courante non déformée après 17 ans de service.

Les résultats des analyses élémentaires (rapport H/C en fonction du rapport O/C) pour les deux membranes âgés de 17 ans sont représentés sur la Figure 14. On constate que le rapport O/C est légèrement plus élevé pour la membrane de la partie courante, ce qui semble bien montrer des modifications de composition chimique dues à des phénomènes de lixiviation. Toutefois les modifications observées restent très faibles.

Ces résultats sont cohérents avec ceux vérifiés lors du lessivage artificiel des géomembranes pendant 1 mois (membranes prélevées *in situ* et stockées en hangar) (



Figure 15). Ainsi pour la membrane la plus ancienne (TR-1; 13 ans), le lessivage implique une diminution notable du rapport O/C et une plus faible décroissance du rapport H/C. Par contre, pour la membrane prélevée après 10 ans, seul le rapport O/C diminue pour le prélèvement *in situ* tandis que le rapport H/C reste constant.



Figure 14. Rapport atomique H/C en fonction du rapport atomique O/C pour le bitume issu de la membrane prélevée après 17 ans de service : partie courante non déformée (P10C) et fond d'affaissement (P4B4).

D'une manière générale, on constate une légère diminution des composés oxygénés après lessivage, ce qui semble indiquer que la membrane du fond d'affaissement a subi les effets modérés d'un lessivage.



Figure 15. Rapport atomique H/C en fonction du rapport atomique O/C pour les bitumes issus des membranes prélevées in situ (TR-IS) et stockées en hangar (TR-H), avant (**en noir**) et après lessivage (en bleu) (un mois dans l'eau du CSM) : (a) membrane correspondant à 13 ans de service (TR1), (b) membrane correspondant à 10 ans de service. Nomenclatures : SB bitume extrait de la surface basse et SH surface haute ; L membrane après lessivage.

5.1. Conclusion sur les analyses chimiques

Les analyses chimiques des géomembranes ont montré que les membranes prélevées *in situ* ont peu évolué du point de vue chimique. Ces géomembranes semblent avoir subi une faible lixiviation. Cette lixiviation a été mise en évidence pour les membranes prélevées dans la zone d'affaissement, qui ont subi des effets de tassement mais les altérations chimiques restent très faibles.

Les faibles évolutions chimiques observées pour les membranes *in situ* sont compatibles avec les conditions de l'environnement chimique subies par la géomembrane, à savoir : pas d'exposition aux rayonnements ultraviolet ; exposition à des températures d'environ 10°C à 12°C ; faible apport d'oxygène.

5.2. Effet d'un vieillissement chimique sur le coefficient de diffusion

Les effets d'un vieillissement chimique sur le coefficient de diffusion effectif ont été également évalués sur des échantillons vieillis artificiellement en laboratoire. Les coefficients de diffusion effectifs à l'eau tritiée pour les différents échantillons sont présentés dans le Tableau 4. D'après ces résultats, on constate que l'oxydation n'induit pas d'altération des propriétés de diffusion. En ce qui concerne le lessivage, on vérifie des valeurs faiblement inférieures à celles observées pour les mêmes membranes non lessivées. À noter que les analyses chimiques de ces échantillons ont montré de très faibles évolutions après lessivage, ce qui indique que le temps de lessivage était trop court pour permettre un lessivage significatif du liant bitumineux.

Par ailleurs, le De(HTO) mesuré sur un échantillon prélevé sur le CSM en 2009 en fond d'affaissement, qui a subi des déformations et est resté en contact avec de l'eau pendant une dizaine d'années, apparaît légèrement plus élevé que celui des échantillons prélevés autour de l'affaissement en zone non déformée. D'après ces résultats on ne peut donc pas exclure l'effet éventuel du lessivage sur l'évolution des propriétés de transfert. Des nouvelles études sont engagées afin d'éclaircir ce point.

| Туре | Type de | Nb. d'années | Epaisseur | De (HTO) | Porosité | Flux moyen | |
|-----------------------|------------------------------|--------------|-----------|--------------------------|----------|------------|--|
| d'échantillons | vieillissement | de service | (mm) | (10 ⁻¹⁴ m²/s) | (%) | (L/m²/an) | |
| Tranche 1 | | 13 | 6,10 | 6,70 | 2,0 | 0,35 | |
| Tranche 3 | | 10 | 5,80 | 3,90 | 1,4 | 0,21 | |
| Neuve 2005 | | 0 | 5,50 | 0,70 | 0,6 | 0,04 | |
| Trancho 1 | Livisiotion 4 mode | 10 | 5,30 | 2,40 | 1,5 | 0,14 | |
| Tranche i | | 15 | 5,30 | 2,75 | 2,0 | 1,16 | |
| Trancho 3 | Lixiviation 1 mois | 10 | 5,20 | 2,30 | 1,8 | 0,14 | |
| Tranche S | | | 5,10 | 2,70 | 2,0 | 0,17 | |
| Tranche 1 - témoin | Lixiviation 1 mois | 13 | 5,15 | 0,61 | 0,6 | 0,04 | |
| Tranche 3 - témoin | Lixiviation 1 mois | 10 | 5,15 | 0,65 | 0,6 | 0,04 | |
| Neuve 2005 | Lixiviation 1 mois | 0 | 5,50 | 0,49 | 0,4 | 0,03 | |
| | | | 5,15 | 0,55 | 0,5 | 0,03 | |
| Neuve 2005 | Oxydation à 60°C 3,5 mois | 0 | 5,10 | 0,63 | 0,6 | 0,04 | |
| Neuve 2005 | Oxydation / Lixiviation | 0 | 5,15 | 0,50 | 0,5 | 0,03 | |

Tableau 4. Résultats des essais de diffusion à l'eau tritiée des échantillons soumis à des vieillissements artificiels.

6. Analyses microstructurales

Les analyses microstructurales ont été menées afin d'identifier les mécanismes qui contrôlent les propriétés hydrodynamiques de la géomembrane afin de comprendre leur évolution. Les outils d'investigation qui ont été mis en œuvre sont classiquement utilisés pour caractériser les matériaux poreux. L'utilisation de tels outils est à notre connaissance peu mis en œuvre sur les géomembranes bitumineuses ce qui constituent une application innovante de ces méthodes.

Les caractérisations microstructurales ont été réalisées à l'aide de deux principaux moyens d'investigations :

- la *microtomographie de rayons X,* qui permet d'imager en 3D la structure interne des objets et matériaux ;
- la *Microscopie Électronique à Balayage (MEB),* qui permet de visualiser en 2D avec une résolution submicronique la surface d'un échantillon.

Les échantillons suivants ont été analysés :

- 2 échantillons prélevés in situ après 17 ans de service : un échantillon localisé en fond d'affaissement (P4B3) et l'autre en partie courante (P10B3). Pour la membrane en fond affaissement, les analyses ont été réalisées sur 4 sous échantillons pour vérifier le niveau d'homogénéité des géomembranes ;
- 2 échantillons de membrane neuve stockés en hangar, l'un issu d'une membrane reçue en 2009 et l'autre d'une membrane réceptionnée en 2011 ;
- un échantillon de la membrane conservée en hangar depuis 1992 (âgé de 17 ans).
- Les principaux résultats issus de cette étude de caractérisations sont les suivants :
- Bien que le fournisseur n'indique aucune différence de fabrication entre les membranes neuves et celles mises en place, les observations en microtomographie et en MEB révèlent une structuration interne relativement différente.
- Pour l'échantillon de membrane P4B3 (Figure 16), prélevé en fond d'affaissement et sous l'eau depuis 10 ans, la macroporosité apparaît plus développée que dans l'échantillon P10B3 (Figure 17) (prélevé *in situ* en partie courante) et dans l'échantillon stocké en hangar (Figure 18).
- Pour les échantillons prélevés au fond d'affaissement, les acquisitions en microtomographie montrent la présence plus ou moins importante de macroporosité (jusqu'à 0,5 %) dans la partie centrale de la membrane correspondant à une zone contenant des fibres textiles non tissées et une faible charge calcique. La quantité de macropores est variable pour ces 4 échantillons, ce qui met en évidence une hétérogénéité spatiale à l'échelle de la dizaine de centimètres (Figure

19). Pour l'un de ces échantillons, l'espace macroporeux est relativement important et s'étend dans un plan parallèle à la surface (P4B3_A).

- Pour l'échantillon de membrane stocké en hangar, les acquisitions microtomographique montrent la présence de quelques macropores isolés dans la partie centrale de la membrane correspondant à une zone contenant des fibres textiles non tissées et une faible charge calcique (Figure 18). Cette GMB présente une quantité plus importante de grains de calcite par rapport à la membrane prélevée *in situ* (P4B3) (Figure 16). Les analyses en microscopie électronique n'ont toutefois pas mis en évidence de traces d'altérations significatives de ces grains en lien avec un possible mécanisme de dissolution.
- Pour les deux membranes (stockées en hangar et mises en place), les analyses en MEB ont mis en évidence des macropores (> 10 μm) autour des amas de fibres textiles non tissées. La densité de macropores est toutefois beaucoup plus importante dans les sous-échantillons P4B3.
- Pour les deux membranes, des pores isolés autour des carbonates dans la zone bitumeuse à charge calcique ont également été observées par microscopie électronique. La morphologie de certains pores (en fuseau) est probablement liée à la mise en place du bitume autour des grains, ceux-ci ayant été partiellement recouvert par le bitume.



Figure 16. Reconstruction 3D de l'échantillon de membrane CSM P4B3 (membrane du fond d'affaissement) à partir des données de microtomographie. Gauche : (1) et (2) vue 3D ; (3) vue supérieure de la macroporosité ; (4) vue 3D latérale des éléments les plus adsorbants ; (5) section transversale avec positionnement des sections parallèles vues sur la figure de droite. Droite: séries de sections 2D, à noter sur la section D la présence de macropores. Sur les images en niveaux de gris, les zones claires correspond à des zones de forte absorption (Grains de calcite ou de sable) et les zones en noir à des zones faiblement absorbantes (porosité).



Figure 17 - Reconstruction 3D de l'échantillon de membrane CSM P10B3 (membrane en partie courante) à partir des données de microtomographie. Gauche : (1) et (2) vue 3D ; (3) vue supérieure de la macroporosité ; (4) vue 3D latérale des éléments les plus adsorbants ; (5) section transversale avec positionnement des sections parallèles vues sur la figure de droite. Droite: séries de sections 2D. Sur les images en niveaux de gris, les zones claires correspond à des zones de forte absorption (Grains de calcite ou de sable) et les zones en noir à des zones faiblement absorbantes (porosité).

En conclusion, il apparaît que les pores sont majoritairement localisés dans la zone centrale à amas de fibres textiles aux interfaces avec les fibres et en plus faible quantité autour des charges carbonatées sans phénomènes de dissolution identifiable. Pour l'échantillon de membrane P4B3, prélevé en fond d'affaissement et sous l'eau depuis 10 ans, la macroporosité apparaît plus développée (présence de zone macroporeuse pour l'un des sous échantillons) que dans l'échantillon P10B3 (prélevé *in situ* en partie courante) et dans l'échantillon stocké en hangar. Pour l'échantillon P4B3, la présence de cette macroporosité relativement importante (vis-à-vis des échantillons analysés) est à mettre en relation avec ses propriétés hydrauliques et diffusives plus élevées.

La présence de pores dans l'échantillon de membrane stocké en hangar laisse supposer que l'imprégnation initiale du bitume lors de sa fabrication était peut-être moins bonne dans les zones où les constituants sont plus denses (agrégats de charges carbonatées – amas de fibres textiles). Ces pores pourraient constituer des points de faiblesse à partir desquels la porosité pourrait se développer et induire une altération des propriétés de transfert d'eau.

7. Conclusions

Les différentes études physico-chimiques menées quant aux indicateurs de vieillissement de la membrane bitumineuse de la couverture du Centre de la Manche et de définition de l'influence de son vieillissement sur ses propriétés de transfert permettent de tracer un ensemble de tendances fortes.

Les analyses chimiques réalisées sur les échantillons de la membrane prélevés montrent de faibles modifications du liant bitumineux. Quelle que soit la technique analytique utilisée, les différences observées entre les différents échantillons sont faibles. Dans certains cas, ces différences sont en limite de la précision des appareillages. En croisant les résultats des différentes techniques (élémentaire, moléculaire, spectroscopique), on constate, pour les échantillons de membrane prélevés en partie courante non déformée et dans les zones d'affaissements, une très légère diminution des composés oxygénés, ce qui semble indiquer que la membrane *in situ*, et notamment en fond d'affaissement, a subi des effets modérés d'une lixiviation.

Les faibles évolutions chimiques observées sur les échantillons prélevés sont compatibles avec les conditions de l'environnement chimique subies par la géomembrane, à savoir : pas d'exposition aux rayonnements ultraviolet ; exposition à des températures dans une gamme d'environ 10°C à 12°C et constante dans le temps ; faible apport d'oxygène ; faible flux d'eau traversant la membrane.



Figure 18. Reconstruction 3D de l'échantillon de membrane CSM stocké en hangar à partir des données de microtomographie. Gauche : (1) et (2) vue 3D ; (3) vue supérieure de la macroporosité ; (4) section transversale (5) vue 3D latérale des macropores (en vert) et des grains minéraux (en blanc) ; (6) positionnement de la section vue sur la figure de droite. Droite: sections 2D présentant des macropores.



Figure 19. Reconstruction 3D de 4 échantillons de membrane CSM P4B3 (membrane du fond d'affaissement) à partir des données de microtomographie. Haut : vue 3D ; Bas : vue 3D latérale des macropores (en bleu) et des grains minéraux (en blanc).

Les analyses microstructurales de la membrane ont montré la présence d'une macroporosité un peu plus importante en fond d'affaissement qu'en partie courante (ainsi que sur l'échantillon conservé en hangar). Cette macroporosité se situe principalement dans la zone centrale de la membrane notamment autour d'amas de fibres de textile. La présence de pores dans l'échantillon de membrane stocké en hangar laisse supposer que l'imprégnation initiale du bitume lors de sa fabrication peut être moins bonne dans les zones où les constituants sont plus denses. Ces pores pourraient constituer des points de faiblesse à partir desquels la porosité pourrait se développer suite à des sollicitations mécaniques (étirement lors de tassement) et/ou à l'action de l'eau.

Les mesures de coefficient de diffusion montrent une augmentation entre les échantillons témoins conservés en hangar (De moyen = $8,4.10^{-15}$ m²/s) et les échantillons de premiers prélèvements *in situ* (De moyen = $4,8.10^{-14}$ m²/s), soit moins d'un facteur 2 qui est limité toute chose égale par ailleurs. Il semble que la mise en œuvre ou les premières années *in situ* sont à l'origine de cette légère évolution. Après ces premières années, les valeurs de coefficient de diffusion des membranes ne semblent plus évoluer. Le nuage de valeurs se trouve entre 3 et 7.10⁻¹⁴ m²/s, soit un domaine de faible variation.

Par ailleurs, les mesures de diffusion semblent révéler une très légère tendance à l'augmentation pour les échantillons prélevés en fond d'affaissement (membrane légèrement étirée et sous l'eau pendant une dizaine d'années). Des caractérisations complémentaires à partir d'essais hydrauliques (essais de perméabilité) semblent également montrer une (légère) augmentation des propriétés de transfert pour ces mêmes échantillons de membranes prélevés en fond d'affaissement. Ce n'est pas le cas de l'échantillon prélevé en partie courante (sans déformation) qui n'a révélé aucune augmentation de la perméabilité après 13 ans. Ces résultats sont cohérents avec ceux donnés dans la littérature : les membranes bitumineuses ne montrent pas d'évolutions de leur perméabilité dès lors qu'elles sont protégées.

L'augmentation du coefficient de diffusion et du flux hydraulique observée pour les échantillons prélevés en fond d'affaissement peut être expliquée par la présence d'une macroporosité plus importante dans ces géomembranes. Dans la mesure où elles ont pu subir les effets des tassements et éventuellement de la lixiviation, on considère que ces deux processus (déformation mécanique et lixiviation) pourraient être à l'origine de cette modification.

D'autre part, il a été constaté par des analyses chimiques d'une membrane fabriquée en 2005 et par des analyses microstructurales de membranes fabriquées en 2009 et 2011, que la composition des géomembranes a évolué depuis 1992. Ceci rend difficile les comparaisons des analyses des échantillons *in situ* avec des échantillons de membrane neuve actuelle, et la définition d'un matériau de référence pour les études sur la géomembrane.

En l'état des connaissances synthétisées dans la présente note, rien n'indique une dégradation physique et chimique de la géomembrane en partie courante, et tout converge plutôt à ce que les conditions d'environnement de la membrane concourent à la préservation de ses propriétés dans le temps. Même pour les membranes prélevées en fond d'affaissement, l'augmentation de la porosité et la faible augmentation du coefficient de diffusion (inférieur à un ordre de grandeur) ne remettent pas en cause les propriétés attendues de la géomembrane.

7. Références bibliographiques

Crank J. (1975. The mathematics of diffusion. Clarendon Press, Oxford University, London.

Marchiol A., Romero M.A., Benneton J.P., Dumas Ph., Gautier J.L., (2006). Examen après 12 ans de service d'une géomembrane bitumineuse utilisée en couverture de stockage de déchets. Actes, 6èmes Rencontres Géosynthétiques, Montpellier, pp. 123-132

Norme NF EN 14150 (octobre 2006) Géomembranes - Détermination de la perméabilité aux liquides.

- Norme NFP 84-501 (septembre 1992) Géomembranes Dispositif d'étanchéité par Géomembrane Détermination des caractéristiques en traction.
- Norme NFP 84-507 (septembre 1996) Essais de géomembranes Détermination de la résistance au poinçonnement statistique des géomembranes et des dispositifs d'étanchéité par géomembrane Cas du poiçon cylindrique sans support.
- Norme NF T 60-115 (janvier 2000) *Produits pétroliers Détermination de la teneur en asphaltènes (insolubles heptane).*
- Touze-Foltz N., Croissant D., Farcas F., Royet P. (2011). Performance hydraulique à long terme des géomembranes en bitume oxydé exposées et recouvertes. Actes, *8èmes Rencontres Géosynthétiques*, Tours, pp. 349–356.