

## PRÉLÈVEMENTS ET ANALYSES DU PEHD

### PRINCIPE ET DESCRIPTION SOMMAIRE

#### OBJECTIFS

Le diagnostic de la précontrainte extérieure, protégée par coulis de ciment ou produit souple dans des conduits en PEHD, peut nécessiter le prélèvement d'échantillons de PEHD sur ouvrages en vue de déterminer les propriétés pertinentes physico-chimiques et/ou mécaniques par des essais en laboratoire.

Les objectifs de cette fiche sont de décrire les façons de réaliser :

- un prélèvement de PEHD sur ouvrage existant,
- les essais caractéristiques en laboratoire.

Note : de nombreuses parties ci-dessous peuvent s'appliquer pour réceptionner des conduits (voire des manchons) neufs en PEHD.

#### PRINCIPE

- Pour la réalisation de prélèvements représentatifs sur ouvrages, les étapes successives sont :
- identification des différents lots de conduits en présence, de leurs épaisseurs, et des différents environnements caractéristiques au sein de l'ouvrage (zones proches des culées, zones isolées, zones aérées) ;
  - identification des moyens d'accès aux zones de prélèvement ;
  - réalisation des prélèvements à l'aide d'outils manuels adaptés (ciseaux à bois, plane de menuisier...) et conditionnement des échantillons dans des enveloppes en papier dûment référencées ;
  - travaux de finition (à l'aide de râpes ou de limes...) sur les zones de prélèvement, afin d'éliminer tout bord vif qui favoriserait l'apparition de fissures.

Réalisation d'essais de caractérisations physico-chimiques et/ou mécaniques en salle d'essais.

#### Pour la détermination du temps d'induction à l'oxydation (TIO/OIT) :

- il faut se référer à la norme NF EN ISO 11357-6 ;
- la température de l'isotherme est fixée par rapport au référentiel retenu dans le cadre de l'analyse, par exemple 210 °C pour le référentiel NF 114 ou 200 °C pour l'EAD 160004-00-0301 ;
- l'atmosphère d'essai est inerte (azote N<sub>2</sub> par exemple avec débit de 50 ± 5 mL/min) jusqu'à la température d'isotherme puis oxydante (oxygène O<sub>2</sub> avec débit de 50 ± 5 mL/min) ;
- les masses d'essai des échantillons doivent être semblables et les épaisseurs doivent être de (650 ± 100) µm ;
- trois déterminations à réaliser. Si toute l'épaisseur du conduit a été prélevée, une détermination sur la face externe, une sur la face interne et une au cœur.

#### Pour la détermination du taux de cristallinité :

- il faut se référer à la norme NF EN ISO 11357-3 ;
- l'atmosphère d'essai est inerte (azote N<sub>2</sub> par exemple) ;
- les masses d'essai des échantillons doivent être ≥ 10 mg et doivent être semblables ;
- trois déterminations à réaliser. Si toute l'épaisseur du conduit a pu être prélevée, une détermination sur la face externe, une sur la face interne et une au cœur ;
- la norme ne précisant pas les bornes pour la détermination de l'enthalpie de 1<sup>ère</sup> fusion, elles sont fixées à 60 °C et 150 °C.

#### Pour la détermination du taux de noir de carbone :

- il faut se référer à la norme ISO 6964 (méthode C pour l'utilisation de l'ATG) ;
- les masses d'essai des échantillons doivent être semblables et être comprises entre 15 et 40 mg (norme ISO 6964, méthode C) ;
- trois déterminations à réaliser. Si toute l'épaisseur du conduit a pu être prélevée, une détermination sur la face externe, une sur la face interne et une au cœur ;
- l'atmosphère d'essai est inerte (azote N<sub>2</sub> par exemple) puis oxydante (air) ;
- le taux de noir de carbone est mesuré entre 800 °C et 900 °C (méthode C norme ISO 6964).

PRINCIPE	<p><b>Pour la détermination de l'allongement à rupture :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– il faut se référer à la norme NF EN ISO 6259 3 et à la NF EN ISO 6259-1;</li> <li>– les essais sont réalisés sur des sections de conduits ;</li> <li>– les dimensions des éprouvettes sont indiquées dans la norme (type en fonction de l'épaisseur du conduit) ;</li> <li>– les éprouvettes sont découpées suivant la génératrice du conduit à partir de l'intérieur de celui-ci ;</li> <li>– cinq déterminations sont à réaliser sur chaque échantillon ;</li> <li>– la vitesse d'essai est fonction de l'épaisseur du conduit ;</li> <li>– le suivi de la déformation est réalisé par extensométrie entre les repères de longueur définie dans la norme par type d'éprouvette ;</li> <li>– les caractéristiques relevées sont : la contrainte au seuil d'écoulement (premier maximum sur la courbe force/déformation) et l'allongement à la rupture. Lorsque l'essai arrive à son terme sans qu'il y ait rupture de l'éprouvette (cela arrive lorsque le déplacement utile de la machine de traction est insuffisant), l'allongement à la rupture est noté « <math>\geq xxx \%</math> », xxx étant la plus grande valeur enregistrée pour l'éprouvette en question.</li> </ul> <p><b>Essais complémentaires :</b> d'autres caractérisations peuvent être envisagées.</p> <p>Pour la détermination de la masse molaire Mw, il faut réaliser des analyses par chromatographie d'exclusion stérique haute température (145 °C). Cet essai est réalisé sur le polymère dissout. Pour ce faire, quelques dizaines de milligrammes du conduit sont dissouts dans une solution de 1,2,4-trichlorobenzène (TCB) à 1 mg/mL stabilisée par 0,025 % en masse de 2,6-di-ter-butyl-4-méthylphénol (BHT). Elle est ensuite agitée à 140 °C pendant 1 h puis filtrée à l'aide d'une membrane en fibre de verre avec une taille de pores de 1 µm afin de séparer le noir de carbone du PEHD. La solution sans noir de carbone est alors analysée.</p> <p>Pour la détermination de la composition chimique des conduits, il faut réaliser des analyses par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier en mode ATR (Réflexion Totale Atténuée) avec un balayage de 32 spectres et une résolution de 4 cm<sup>-1</sup>.</p>
CARACTÈRE DESTRUCTIF DE LA MÉTHODE	<p>Ce type d'analyses peut avoir :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– un caractère destructif pour le conduit si le prélèvement est réalisé sur toute son épaisseur (c'est notamment le cas pour la réalisation d'essais mécaniques), ce qui nécessite une réparation du conduit (cf. <a href="#">fiche d'auscultation B5-9</a>) ;</li> <li>– ou partiellement destructif si le prélèvement est réalisé dans son épaisseur (pour la réalisation d'essais physico-chimiques), sans toutefois la traverser, de manière à préserver son étanchéité.</li> </ul> <p>Ce type d'analyses n'a pas de caractère destructif vis-à-vis des câbles de précontrainte si toutes les précautions ont été prises pour éviter de dégrader les armatures de précontrainte ou de perturber leur état électrochimique.</p>
MATURITÉ	<p><b>Prélèvements :</b> en cours de mise au point. Quelques dizaines d'ouvrages ont fait l'objet de prélèvements à ce jour.</p> <p><b>Essais physico-chimiques et mécaniques :</b> ces essais sont pratiqués depuis de nombreuses années notamment dans le domaine des géosynthétiques en polyoléfinés.</p>
MATÉRIEL SPÉCIFIQUE EMPLOYÉ	<p><b>Pour la partie prélèvements :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>– Pour le prélèvement à proprement parler : ciseaux à bois, plane de menuisier et éventuellement scie à métaux. Le maniement de ces outils sur un conduit en PEHD doit préalablement avoir été éprouvé par l'opérateur sur un corps d'épreuve, le risque de traverser le conduit étant élevé.</li> <li>– Pour la finition de la zone de prélèvement : râpe, lime, ou éventuellement toile émeri.</li> <li>– Pour le conditionnement des échantillons : enveloppes en papier, marqueurs.</li> <li>– Pour une éventuelle réparation provisoire en cas de détérioration accidentelle de l'étanchéité du conduit : graisse compatible avec les armatures de précontrainte, feuille d'étanchéité autocollante, colliers de serrage inox. Petit outillage : cutter, tournevis (se reporter à la <a href="#">fiche d'auscultation B5-9</a>).</li> <li>– Dans le cas d'un prélèvement du conduit dans toute son épaisseur, se référer à la <a href="#">fiche B5-9</a>.</li> </ul> <p><b>Pour les essais en laboratoire :</b> analyseur thermo-gravimétrique (ATG/TGA), calorimétrie différentielle à balayage (ATD/DSC), matériel pour la préparation d'échantillons, machine de traction (avec extensomètre), emporte-pièces.</p> <p><b>Essais complémentaires éventuels :</b> matériel de chromatographie d'exclusion stérique (CES-HT) et spectromètre infrarouge (IRTF-ATR).</p>

## MODALITÉS D'APPLICATIONS

DOMAINE D'APPLICATION	<p>Conduits en PEHD de précontrainte extérieure ou de haubans que l'on souhaite diagnostiquer ou sur lesquels on souhaite réaliser un point zéro durabilité.</p>															
SUJÉTIONS PRATIQUES D'INTERVENTION	<p><b>Prélèvements</b> : vérifier la cohérence entre les pièces du dossier et les éléments sur ouvrage.</p> <p><b>Caractérisations physico-chimiques et mécaniques</b> :</p> <p>1/ Lors de la découpe/préparation des échantillons en laboratoire, il est important de ne pas utiliser de méthode échauffant anormalement le matériau PEHD. L'utilisation, par exemple, d'un emporte-pièce en métal est bien adaptée puisque cela échauffe peu le matériau et permet de prélever dans toute l'épaisseur du prélèvement fait sur site.</p> <p>2/ Par ailleurs, pour les essais nécessitant l'utilisation de la DSC et de l'IR, il est important de disposer d'échantillons présentant une surface plane (en contact avec le creuset afin d'optimiser les échanges thermiques entre les échantillons et les fours et en contact avec le cristal de l'IR pour une bonne réalisation du spectre IR).</p> <p>3/ En cas de polluants (peinture, déjections animales ...) visibles présents sur le matériau, il conviendra de les éliminer avant réalisation des essais afin d'éviter de fausser les mesures.</p> <p>4/ Dans le cadre d'un suivi dans le temps de l'évolution des caractéristiques du PEHD, il est important de réaliser les essais avec les mêmes méthodes (mêmes paramètres d'essais, prises d'essais équivalentes en masse) à chaque échéance (notamment l'isotherme pour la détermination du TIO). Il est donc primordial que les méthodes et paramètres utilisés soient clairement consignés dans les rapports d'essais y compris dans les rapports d'essais mécaniques où doivent figurer : l'épaisseur du conduit, le type d'éprouvette et la vitesse d'essai conformément à la NF EN ISO 6259-1.</p> <p>5/ Les référentiels existants (NF 114 et EAD 160004-00-0301) indiquent des valeurs à respecter pour, entre autres, le TIO, le taux de noir de carbone et l'allongement à rupture. Il est donc pertinent de comparer les valeurs obtenues par essais avec ces valeurs des référentiels. Il convient donc bien sûr en amont de définir entre le gestionnaire de l'ouvrage (ou son représentant) et le prestataire le référentiel sur lequel s'appuyer.</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th></th> <th>Référentiel NF 114 (groupes II et IV)</th> <th>Référentiel EAD 160004-00-0301</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Taux de cristallinité</td> <td style="text-align: center;">-</td> <td style="text-align: center;">-</td> </tr> <tr> <td>Taux de noir de carbone</td> <td style="text-align: center;">2 à 2,5 %</td> <td style="text-align: center;">2,3 ± 0,3 %</td> </tr> <tr> <td>TIO</td> <td style="text-align: center;">≥ 10 min à 210 °C ou ≥ 20 min à 200 °C</td> <td style="text-align: center;">≥ 25 min à 200 °C</td> </tr> <tr> <td>Allongement à rupture</td> <td style="text-align: center;">≥ 500 % (groupe II) ≥ 350 % (groupe IV)</td> <td style="text-align: center;">Dépend du type de produit mais a minima ≥ 450 %</td> </tr> </tbody> </table> <p>Une veille documentaire régulière doit être entreprise pour s'assurer qu'il n'y a pas de changement des valeurs de ces référentiels.</p> <p>6/ Il n'y a pas actuellement de critère sur un taux de cristallinité critique. Mais un taux approchant des 70 % doit être considéré comme potentiellement critique sur les propriétés mécaniques du PEHD (baisse notable de l'allongement à rupture et donc risque de fissuration sous contrainte). Lorsque le taux de cristallinité approche de 70 %, dans la mesure du possible, il est pertinent de réaliser des essais mécaniques (allongement à rupture) pour évaluer l'incidence du taux de cristallinité sur l'allongement à rupture.</p>		Référentiel NF 114 (groupes II et IV)	Référentiel EAD 160004-00-0301	Taux de cristallinité	-	-	Taux de noir de carbone	2 à 2,5 %	2,3 ± 0,3 %	TIO	≥ 10 min à 210 °C ou ≥ 20 min à 200 °C	≥ 25 min à 200 °C	Allongement à rupture	≥ 500 % (groupe II) ≥ 350 % (groupe IV)	Dépend du type de produit mais a minima ≥ 450 %
	Référentiel NF 114 (groupes II et IV)	Référentiel EAD 160004-00-0301														
Taux de cristallinité	-	-														
Taux de noir de carbone	2 à 2,5 %	2,3 ± 0,3 %														
TIO	≥ 10 min à 210 °C ou ≥ 20 min à 200 °C	≥ 25 min à 200 °C														
Allongement à rupture	≥ 500 % (groupe II) ≥ 350 % (groupe IV)	Dépend du type de produit mais a minima ≥ 450 %														
LIMITES D'UTILISATION	<p>Prélèvements : moyens d'accès aux zones identifiées pour les prélèvements.</p> <p>Dans le cas d'un diagnostic de précontrainte extérieure, les périodes d'interventions doivent être compatibles avec la sécurité du personnel (ne pas opérer si la température est descendue en dessous de 0 °C dans la semaine précédente).</p>															
PRÉCISION ET/OU SENSIBILITÉ	Essais : bonnes précision et sensibilité (sous réserve d'appareils entretenus, vérifiés et étalonnés).															
PERSONNEL ET COMPÉTENCES	<p>Chargé d'études pour définir les zones de prélèvements.</p> <p>Chargé d'investigation formé à la méthode pour la réalisation des prélèvements.</p> <p>Chargé/responsable d'essais pour la réalisation des essais et leur interprétation.</p>															
CARACTÉRISTIQUES OPÉRATOIRES																
ACCÈS À 1 OU 2 FACES	sans objet															

COUPURES OU RESTRICTIONS DE CIRCULATION NÉCESSAIRES	Non nécessaire pour les caissons en béton précontraint. Souvent nécessaire pour les tabliers à poutres en raison des moyens d'accès nécessaires
RENDEMENT ET/OU ÉCHANTILLONNAGE	<p><b>Rendement :</b></p> <p>Le temps de repérage des différents lots de conduits PEHD est très variable selon le linéaire de conduits, leur accessibilité, leur propreté et la lisibilité des marquages. Cette opération peut prendre de quelques heures à plusieurs jours pour un ouvrage. Il peut être pertinent de mutualiser ce repérage avec l'inspection exhaustive des défauts (voir Note d'Information OA n°3 du Cerema).</p> <p>Concernant les prélèvements, il faut compter environ une demi-heure à une heure par zone de prélèvement.</p> <p>Concernant les essais de laboratoire, la durée dépend de la nature de l'essai et du programme associé ainsi que du nombre d'essais par échantillon. Pour une bonne représentativité les essais doivent être triplés pour chaque échantillon.</p> <p><b>Échantillonnage :</b></p> <p>Pour les essais physico-chimiques, quelques grammes de matériau suffisent par zone homogène de prélèvement (par exemple, chaque n° de lot différent de conduit peut faire l'objet d'un prélèvement ou sur un même n° de lot, des zones avec des expositions environnementales différentes). Le prélèvement (triplet de petits prélèvements ou morceau unique de surface suffisante) doit être réalisé de manière à pouvoir réaliser trois déterminations (cf. mode opératoire) pour chaque paramètre. Le plan d'échantillonnage est à définir préalablement à l'intervention sur ouvrage.</p> <p>Pour les essais mécaniques, il faut prévoir a minima un morceau de conduit de 1 000 mm de longueur et 50 mm de largeur (afin de permettre une utilisation aisée de l'emporte-pièce pour « façonner » les éprouvettes haltères) pour tester les propriétés en sens longitudinal. Les propriétés en sens transversal ne sont pas explorées du fait de la forme des éprouvettes qui ne permet pas la mise en place d'un suivi extensométrique fiable.</p>
DÉLAIS DE DISPONIBILITÉ DES RÉSULTATS	Le rendu d'analyses peut être disponible dans un délai d'un mois en moyenne.
PERTURBATIONS DU TRAFIC SUR LES MESURES	Non
PERTURBATIONS DE L'ENVIRONNEMENT SUR LES MESURES	Sans objet.
RISQUES POUR LES UTILISATEURS OU LE PUBLIC	Dans le cas d'un diagnostic de précontrainte extérieure, une étude de risque de rupture brutale des câbles doit être menée préalablement à toute intervention sur l'ouvrage. Un plan de prévention doit rappeler les conditions à satisfaire pour l'intervention (température minimale, position des opérateurs, port d'EPI adaptés notamment en lien avec les risques de blessure liée aux matériels utilisés, etc.).
ENCOMBREMENT - POIDS	Prélèvements : le matériel de prélèvements et de réparation provisoire tient dans une valise de chantier.
<b>AVANTAGES – INCONVÉNIENTS</b>	
AVANTAGES	<p>Permet d'expliquer, en cas de détermination de caractéristiques faibles du matériau PEHD, les désordres (fissurations) constatés visuellement sur les conduits.</p> <p>Permet de suivre dans le temps l'évolution des caractéristiques (vieillesse) du matériau PEHD sous réserve de disposer de références antérieures (caractéristiques initiales ou point zéro durabilité), et d'adapter, si nécessaire, le programme de surveillance de la précontrainte extérieure de l'ouvrage</p>
INCONVÉNIENTS	<p>Accessibilité aux conduits de précontrainte.</p> <p>Représentativité limitée aux échantillons analysés (plan d'échantillonnage à définir préalablement à l'intervention sur ouvrage).</p> <p>Matériels spécifiques et onéreux pour les essais.</p> <p>Prélèvements potentiellement destructifs (nécessité de réparer localement les conduits).</p>

## DISPONIBILITÉ – COÛT

DISPONIBILITÉ

Moyenne

COÛT

**Repérage des lots** : faible à moyen, suivant le nombre de lots.  
**Prélèvements** : faible à moyen, suivant le nombre de zones de prélèvements.  
**Essais** : faible à moyen, suivant le nombre de lots, d'échantillons et d'essais.

## RÉFÉRENCES

NORMES – MODES  
OPÉRATOIRES – ARTICLES

### **Taux de noir de carbone**

Norme ISO 6964 « Tubes et raccords en polyoléfinés - Détermination de la teneur en noir de carbone par calcination et pyrolyse - Méthode d'essai ».

### **Taux de cristallinité et température de fusion**

Norme NF EN ISO 11357-3 « Plastiques - Analyse calorimétrique différentielle - Partie 3 : détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation ».

### **Temps d'induction à l'oxydation**

Norme NF EN ISO 11357-6 « Plastiques - Analyse calorimétrique différentielle - Partie 6 : détermination du temps et de la température d'oxydation ».

### **Caractéristiques en traction**

Norme NF EN ISO 6259-1 Tubes en matières thermoplastiques - Détermination des caractéristiques en traction - Partie 1 : méthode générale d'essai.

Norme NF EN ISO 6259-3 : Tubes en matières thermoplastiques - Détermination des caractéristiques en traction - Partie 3 : tubes en polyoléfinés.

### **DÉE (EAD) 160004-00-0301** « Post-tensioning kits for prestressing structures »

Référentiel NF 114 « Tubes en polyéthylène pour réseaux de distribution de gaz combustibles, réseaux de distribution d'eau potable, irrigation et applications industrie, eau non potable et assainissement sous pression ».

### **Notes d'Information OA n°29** du Sétra et **n°3** du Cerema

[Fiche du cahier interactif Ifsttar-Cerema B-5-9](#) « Ouverture / fermeture de fenêtre dans un conduit en PEHD de câble de précontrainte extérieure ».