POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Évaluation des propriétés chimiques, mécaniques et hydrogéologiques de géomembranes utilisées comme matériaux de recouvrement pour restaurer des sites miniers en milieu froid et acide

RAMANAMBELINA FANEVA RARISON

Département des génie civil, géologique et des mines

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

Génie minéral

Septembre 2021

© Ramanambelina Faneva Rarison, 2021.

POLYTECHNIQUE MONTRÉAL

affiliée à l'Université de Montréal

et

Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue

Cette thèse intitulée :

Évaluation des propriétés chimiques, mécaniques et hydrogéologiques de géomembranes utilisées comme matériaux de recouvrement pour restaurer des sites miniers en milieu froid et acide

Présentée par **Ramanambelina Faneva RARISON**

en vue de l'obtention du diplôme de *Philosophiæ Doctor*

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

Benoît COURCELLES, président
Mamert MBONIMPA, membre et directeur de recherche
Bruno BUSSIÈRE, membre et codirecteur de recherche
Abdelkabir MAQSOUD, membre et codirecteur de recherche
François DUHAIME, membre
Abdelmalek BOUAZZA, membre externe

DÉDICACE

Ho an'ny Tranobe iombonana.

Pour notre Maison commune.

REMERCIEMENTS

Un merci très spécial à mon directeur de thèse, Mamert Mbonimpa, qui a su me guider et me soutenir tout au long du projet. Sa dévotion et ses conseils inestimables m'ont permis de franchir les différentes étapes et pour cela je te dis : *Murakoze cane Mamert!*

Je tiens également à exprimer ma gratitude envers mon premier co-directeur de thèse, Bruno Bussière, pour sa disponibilité, son appui et ses exceptionnels conseils qui m'ont aidé à mener ce projet à son terme.

Je remercie également mon deuxième co-directeur de thèse, Abdelkabir Maqsoud, pour ses précieux conseils.

Mes remerciements vont également au CRSNG et aux partenaires industriels de l'IRME qui ont financé ce projet à travers la chaire industrielle CRSNG-UQAT sur la restauration des sites miniers.

J'aimerai remercier le MERN qui nous a permis d'accéder aux sites Aldermac et Normétal pour la réalisation de ce projet. Merci également à Sandra Pouliot de SNC Lavalin qui nous a offert l'occasion de travailler sur les géomembranes du site Moyen-Nord.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers les membres du jury : Benoît Courcelles de Polytechnique Montréal, François Duhaime de l'ÉTS Montréal et Abdelmalek Bouazza de Monash University Australie, qui ont accepté d'évaluer cette thèse et qui participent à son amélioration.

J'aimerai remercier du fond du cœur toute l'équipe de l'URSTM : Patrick Bernèche qui m'a épaulé dans la conception et l'installation des différents équipements, Marc Paquin qui m'a conseillé pour la production de DMA synthétique, Yvan Poirier et Gwendoline Hotton qui ont contribué aux travaux d'exhumation sur le terrain, Alain Perrault pour son intervention lors des différents bris et surtout de m'avoir secondé pour les cycles de gel-dégel, Elvin Basto pour son assistance pour le traitement du DMA, Joël Beauregard pour ses précieuses aides au laboratoire, et Emmanuelle Cecchi et Benjamin de Castro pour la microscopie. Je remercie aussi toute l'équipe de chimie de l'URSTM pour les différentes analyses. Je tiens également à remercier Akué-Sylvette Awoh pour ses conseils et son soutien, et pour la coordination des différents travaux tant sur le terrain qu'au laboratoire.

Je souhaite également exprimer ma gratitude envers le Professeur Ahmed Koubaa qui nous a permis d'accéder aux équipements du Laboratoire de Biomatériaux de l'UQAT.

Je tiens à remercier de tout cœur tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce projet de thèse et les stagiaires qui ont été impliqués dans ce projet : Sory Ibrahim Sareh et Cécile Gabrielle Dahomay.

Je souhaite également remercier Margaret McKyes et Gary Schudel pour leurs contributions éditoriales pour la finalisation des articles de revue présentés dans cette thèse.

Je tiens à remercier tous les chercheur.e.s de l'IRME pour leurs disponibilités et surtout pour les différents échanges fructueux que nous avons eu.

Je remercie pareillement tous mes collègues étudiants pour leurs soutiens et leurs aides tout au long de ces quatre années et quelques à l'UQAT.

Un immense merci également tous mes amis qui m'ont toujours encouragé et qui m'ont permis de découvrir la belle région et d'apprécier la vie abitibienne. La liste est longue…ils se reconnaîtront.

Pour terminer et non le moindre, je tiens à remercier du plus profond de mon cœur toute ma famille qui a toujours cru en moi. *Misaotra Neny manohana hatrany. Mankasitraka Dada mitondra am-bavaka. Mankatelina Kiady sy Hanitra amin'ny fifampizarana sy ny fifanohanantsika hatrizay. Misaotra Mama nanoro ny lalan-kizorana. Mankasitraka indrindra Bebe Rasera tamin'ireo ohatra sy anatra soa navelanao.*

RÉSUMÉ

Les géomembranes (GM) sont utilisées dans le domaine minier comme matériaux dans les systèmes de recouvrement pour constituer une barrière à l'eau et à l'oxygène afin de contrôler la génération de drainage minier acide (DMA). Une douzaine de sites avec ce type de système de recouvrements a été retrouvée dans la littérature. D'une part, les profondeurs auxquelles sont placées les GM sur les différents sites recensés au Canada sont inférieures aux profondeurs de pénétration potentielle du gel, les faisant ainsi éventuellement subir des cycles de gel-dégel (CGD). D'autre part, sur certains de ces sites, la GM est directement installée par-dessus les résidus oxydés, ce qui exposerait la GM à l'attaque chimique du DMA. Par ailleurs, les GM sont des matériaux synthétiques à durée de vie limitée alors que dans la restauration de sites miniers, l'objectif est d'atteindre un système qui resterait performant à très long terme. D'où l'origine de cette thèse qui vise à évaluer l'effet de ces facteurs sur les propriétés des GM utilisées dans le contexte de recouvrements miniers en milieu froid et acide.

Pour ce faire, le projet a été orienté sur trois axes visant à étudier 1) les effets des CGD sur les propriétés des GM en polyéthylène haute densité (PEHD) et en polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL), ensuite 2) les effets de l'exposition au DMA sur les propriétés de GM en PEHD, et finalement 3) la performance *in situ* de GM en PEHD installées sur trois sites miniers situés en Abitibi-Témiscamingue et dans le Moyen-Nord du Québec.

Pour l'étude des effets des CGD sur les GM dans les systèmes de recouvrements en milieu froid, des GM en PEHD et en PEBDL ont été soumises à des CGD contrôlés au laboratoire. Les GM en PEBDL ont été étudiées dans cette partie de la thèse, car elles pourraient être une alternative aux GM en PEHD. Les propriétés mécaniques en traction, hydrauliques et de sorption/diffusion d'oxygène ont été utilisées comme indicateur de performance. Initialement, d'un point de vue mécanique, les GM en PEHD étaient plus rigides et avaient des propriétés à la rupture plus basses que les GM en PEBDL. Ces propriétés mécaniques ont été évaluées après 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250 et 300 CGD. Au fil des CGD, une rigidification et une augmentation des propriétés à la rupture des deux matériaux ont été constatées. Les GM en PEBDL demeurent plus élastiques et plus résistantes que les GM en PEHD. Quant aux propriétés hydrogéologiques des deux matériaux, elles étaient dans les mêmes ordres de grandeur initialement. La perméabilité et les propriétés de sorption/diffusion d'oxygène ont alors été examinées après 100, 200 et 300

cycles. Au cours des CGD, ces propriétés de transfert de masses ont évoluées. Les conductivités hydrauliques équivalentes des deux GM ont augmenté d'un ordre de grandeur et sont à 10^{-14} m/s. Les coefficients de diffusion et de perméation d'oxygène ont quant à eux diminué d'un ordre de grandeur et sont respectivement à 10^{-14} et 10^{-13} m^2/s. Ces valeurs indiquent que les matériaux gardent de bonnes propriétés hydrogéologiques après 300 CGD.

Afin d'étudier les effets de l'exposition au DMA sur les propriétés des GM, des GM en PEHD ont été dégradées artificiellement au laboratoire. Ces GM en PEHD sont les plus utilisées dans les systèmes de recouvrement. Cette dégradation a été effectuée avec trois bains d'immersion remplis de DMA synthétique et chauffés à 65, 75 et 85 °C pour une période allant jusqu'à 16 mois. Des échantillons de GM ont ainsi été retirés mensuellement des bains afin d'évaluer l'évolution des propriétés chimiques et mécaniques par rapport aux propriétés initiales. Des essais de caractérisation hydrogéologique (essais de perméabilité et essais de sorption/diffusion d'oxygène) ont également été réalisés à la fin des périodes d'immersion dans chacun des bains. À la fin des essais de dégradation, les GM demeuraient dans la première phase de dégradation appelée phase de déplétion des antioxydants (AO). Concernant les propriétés mécaniques des GM, un gain d'élasticité de la GM a été remarqué au cours de la période de dégradation et aucun changement significatif n'a été noté sur les propriétés à la rupture des GM. Les propriétés hydrauliques et les propriétés de sorption/diffusions d'oxygène des GM sont restées dans les mêmes ordres de grandeur que les propriétés initiales. La conductivité hydraulique équivalente, le coefficient de diffusion et le coefficient de perméation d'oxygène des GM sont respectivement restés à des ordres de grandeur de 10^{-15} m/s, 10^{-13} m^2/s et 10^{-12} m^2/s. Il n'y aurait ainsi pas encore d'effet négatif sur les propriétés de la GM pendant la phase de déplétion des AO. Cette phase de déplétion des AO aurait respectivement durée 44, 21 et 18 mois avant d'arriver à l'épuisement complet des AO pour les bains à 65, 75 et 85 °C. Cependant, les températures usuelles dans les recouvrements seraient plus basses. Une extrapolation d'Arrhenius a ainsi été effectuée afin d'estimer ce temps de déplétion des AO à des températures plus basses. Les temps d'épuisement des AO seraient ainsi respectivement de 170, 80 et 40 ans à des températures de 0, 10 et 20 °C. Toutefois, ces résultats ont été obtenus dans des bains d'immersion où la GM est exposée au DMA des deux côtés alors que dans la réalité, au pire des cas, elle ne serait exposée que d'un seul côté. Ainsi pour les trois températures de 0, 10 et 20 °C, les temps d'épuisement des AO pourraient atteindre environ 600, 275 et 130 ans dans le cas où une couche drainante recouvre la GM. Ces temps seraient encore

d'autant plus élevés si une assise est installée afin d'éviter l'exposition au DMA. Ils pourraient respectivement atteindre 1000, 480 et 220 ans à des températures de 0, 10 et 20 °C avec une assise de sable par exemple. La configuration des systèmes de recouvrement a ainsi une grande importance pour assurer la durabilité de la GM. Il est à noter que ce qui a étudié ici n'est que la première étape de la dégradation des GM. Il y a encore deux autres étapes. Ce qui signifie que la durée de service des GM serait encore plus longue que les ordres de grandeur susmentionnés.

En vue d'évaluer la performance sur le terrain des GM dans les systèmes de recouvrement, deux campagnes d'exhumation ont été menées en 2019 et en 2020. Ces campagnes ont ainsi permis de récupérer des échantillons de GM lisse en PEHD, âgés respectivement de 20 et 13 ans, sur deux sites Moyen-Nord et Normétal où les GM sont potentiellement exposées au DMA et subiraient des CGD, et un échantillon de GM texturée en PEHD, âgé de 10 ans sur le site Aldermac, qui subirait potentiellement des CGD. Les exhumations ont été réalisées sur deux zones pour chaque site : une zone stable et une zone affaissée afin d'évaluer l'influence potentielle des contraintes de traction sur les propriétés des GM. Les premières caractérisations effectuées sur ces GM étaient des analyses enthalpiques différentielles afin d'évaluer le temps d'induction oxydative (TIO) pour obtenir une caractérisation globale de l'état de dégradation chimique des GM. Des spectrométries infrarouges ont également été effectuées pour obtenir l'indice carbonyle (IC) pour connaître la dégradation superficielle des GM. Les IC permettraient ainsi de mettre en évidence l'effet de l'exposition au DMA. Des essais mécaniques en traction, de perméabilité et de sorption/diffusion d'oxygène ont également effectués sur les échantillons de chaque zone (stable et affaissée) des trois sites. Les mesures de TIO ont indiqué que les GM demeuraient dans la phase de déplétion des AO et étaient largement au-dessus de la valeur limite de 0,5 min (pour une GM complètement dépourvue d'AO). Les IC n'ont pas permis de mettre en évidence les effets de l'exposition potentielle au DMA. Les propriétés mécaniques en traction des GM exhumées demeuraient en conformité avec les exigences standards pour une GM neuve même après des années de service. Les conductivités hydrauliques équivalentes, les coefficients de diffusion et de perméation d'oxygène des GM sont à des ordres de grandeur respectifs de 10^{-14} m/s, 10^{-13} et 10^{-12} m^2/s. La comparaison des résultats obtenus des zones stables avec ceux des zones affaissées a montré que les contraintes de traction entraîneraient un amincissement des GM. Cet amincissement pourrait mener à une dégradation plus rapide des GM, mais également à une légère diminution de leurs

propriétés de transfert de masse. La comparaison des résultats des GM lisses avec celle texturée montre également que cette dernière aurait une durabilité plus courte.

Les travaux de cette thèse ont ainsi montré qu'à l'échelle du matériau, les GM en PEHD garderaient de bonnes propriétés de barrière à l'eau et à l'oxygène jusqu'à 1000 ans, dépendamment des conditions d'expositions de la GM, de la température, de la configuration et de la stabilité physique des systèmes de recouvrement pour la restauration des sites miniers en milieu froid et acide. Cependant, l'échelle considérée dans cette thèse demeure réduite et ne concerne que les GM sans défauts physiques (trous ou fissures). Ces défauts peuvent constituer les facteurs limitants de l'efficacité des GM et devraient être étudiés dans le futur. Il est également à rappeler que la GM n'est qu'une des différentes composantes des systèmes de recouvrement. Des recherches devront être menées pour explorer les rôles de chaque composante des recouvrements et de leurs interactions. Des investigations à l'échelle du terrain devront également être conduites tant lors de l'installation que pendant la durée de service des systèmes de recouvrements avec GM. Cette thèse se veut ainsi être les prémices sur l'étude des systèmes de recouvrements avec GM en apportant les premières informations sur la durabilité de ces matériaux synthétiques dans le contexte de restauration des sites miniers en milieu froid et acide.

D'un point de vue pratique, il est primordial d'éviter l'installation des GM sur des sites où d'importantes déformations sont attendues. Ces déformations pourraient provoquer la fissuration des GM et ainsi nuire au système d'étanchéité souhaité avec la GM. Il faudrait également écarter les options de configurations où la GM serait installée directement par-dessus les rejets miniers qui pourraient en accélérer la dégradation. Une assise faite de sable serait à privilégier. Une couche de protection drainante devrait également être installée par-dessus la GM, afin d'éviter les accumulations d'eau et pour améliorer la durabilité des GM. Lors de la construction des systèmes de recouvrements avec GM, des standards stricts d'assurance et de contrôle qualité devraient être adoptés afin de limiter autant que possible les défauts qui pourraient être générés et de les réparer dans l'immédiat. Ces systèmes de recouvrements devront également être instrumentés par exemple pour suivre les profils de température et de concentration en oxygène par-dessus et en dessous de la GM. Les états de contrainte au niveau de la GM devront également être suivis. Finalement, un protocole de contrôle qualité en service devrait être adopté afin de suivre régulièrement l'évolution des différentes propriétés des GM dans le temps par exemple tous les 10 ans.

Mots-clés : restauration de sites miniers, géomembranes, polyéthylène haute densité, polyéthylène basse densité linéaire, durabilité, drainage minier acide, cycles de gel-dégel.

ABSTRACT

Geomembranes (GM) are used as fluid barrier components of cover systems for mine site reclamation to control the generation of acid mine drainage (AMD). A dozen sites with this type of cover systems have been found in the literature. On the one hand, the depths at which GMs are located at the various sites identified in Canada are less than the potential frost depth, thus subjecting them to freeze-thaw cycles (FTCs). On the other hand, at some of these sites, GM is installed in direct contact with acid generating wastes, which would expose the GM to AMD chemical attack. Nonetheless, GMs are synthetic materials with a finite lifespan, whereas in mine site reclamation, the objective is to achieve a system that would remain efficient in the very long term. Hence the origin of this thesis to assess the durability of GMs in the context of cover systems for mining reclamation in cold and acidic environments.

To do so, the project was oriented on three axes by assessing first 1) the effects of FTCs on the GM properties, then 2) the effects of the AMD chemical attacks on the GM properties, and finally 3) the real GM performance installed on three sites located in Abitibi-Témiscamingue and in Mid-North of Québec.

For the assessment of the effects of FTCs on the GM properties, HDPE, and linear low-density polyethylene (LLDPE) GMs were subjected to laboratory-controlled FTCs. LLDPE GMs were also examined in this part of the thesis as they offer a practical alternative to HDPE GMs. Tensile, hydraulic and oxygen sorption/diffusion properties were used as key performance. Initially, from a mechanical point of view, HDPE GMs were more rigid and had lower break properties than LLDPE GMs. The tensile properties were evaluated after 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250, and 300 FTCs. Over the FTCs, a stiffening, and an increase in break properties of the two materials were observed. LLDPE GMs remain more elastic and resistant than HDPE GMs. As for the hydrogeological properties of the two GMs, they were similar initially. The hydraulic and the oxygen sorption/diffusion properties of the two GMs were then examined after 100, 200, and 300 cycles. Over the FTC, these mass transfer properties changed. The equivalent hydraulic conductivities of the two GMs have increased by an order of magnitude and are at 10^{-14} m/s. While the oxygen diffusion and permeation coefficients decreased by an order of magnitude of 10^{-14} and 10^{-13} m^2/s, respectively. These values indicate that the GMs retain good hydrogeological properties after 300 FTCs.

In order to examine the effects of the AMD exposition on the GM properties, high-density polyethylene (HDPE) GMS were artificially degraded in the laboratory. These HDPE GMs are the most used GM in cover system. This degradation was performed with three immersion baths filled with synthetic AMD and heated to 65, 75, and 85 °C for a period up to 16 months. GM samples were thus extracted monthly from the baths to assess the change in the GM chemical and mechanical properties compared to the initial properties. Hydrogeological characterization tests (permeability and sorption/diffusion tests) were also carried out at the end of the immersion periods for each bath. At the end of the degradation period, GMs remained in the first degradation stage called the antioxidants (AOs) depletion stage. Regarding the GM mechanical properties, a gain in GM elasticity and no significant change in break properties were noticed. The GM hydraulic and oxygen sorption/diffusion properties have remained in the same order of magnitude as the initial ones. The equivalent hydraulic conductivity, oxygen diffusion and permeation coefficient remained within orders of magnitude of 10^{-15} m/s, 10^{-13} m^2/s, and 10^{-12} m^2/s, respectively. Thus, there would not yet be a negative effect on the GM properties during the AO depletion stage. This stage would have lasted 44, 21, and 18 months, respectively, before reaching complete AO depletion for the 65, 75 and 85 °C baths. However, the usual temperature in the cover systems is not as high as for degradation tests. Arrhenius modeling was thus performed to estimate the AO depletion time at lower temperatures. The AO depletion time would thus be respectively 170, 80, and 40 years at temperatures of 0, 10, and 20 °C for example. Nevertheless, these results were obtained in immersion baths where the GM is exposed to AMD from both sides when, at worst, GM would be only exposed to AMD on one side. Thus, for the three temperatures of 0, 10, and 20 °C, the AO depletion times could reach approximately 600, 275, and 130 years, respectively, in the case where a drainage layer is installed above the GM. These AO depletion times would be even higher if the GM is installed on a sand support layer to avoid the exposure to AMD. The AO depletion time could respectively reach 1000, 480 and 220 years at temperatures of 0, 10, and 20 °C. The design of the cover systems is thus of great importance to ensure the durability of the GM. It should be noted that what has been studied here is only the first stage of the GM degradation. There are two more stages. That means GM’s service life would be even longer than the aforementioned orders of magnitude.

To assess the actual performance of GMs in cover systems, two exhumation campaigns were carried out in 2019 and 2020. These campaigns thus made it possible to recover samples of smooth HDPE GM, respectively aged 20 and 13 years from two sites Mid-North and Normetal where GMs are potentially exposed to AMD and would undergo FTC, and a 10-year-old textured HDPE GM samples from the Aldermac site, which would have potentially undergone FTCs. The exhumations were carried out on two zones for each site to assess the potential influence of strain: an unsettled area where the GM would not have undergone differential deformations and a settled area where a depression was observed from the surface and where the GM would have been strained. The first characterizations carried out on these GMs were differential scanning calorimetry to measure the oxidative-induction time (OIT) to obtain overall characterization of the GMs chemical degradation stage. Infrared spectrometry was also performed to obtain the carbonyl index (CI) to assess the GM superficial degradation. CI would thus indicate the effect of the exposure to AMD. Tensile, permeability and oxygen sorption/diffusion tests were also performed on samples from each zone (unsettled and settled) of the three sites. OIT measurements indicated that GMs remained in the AO depletion stage as the OITs were well above the cut-off value of 0.5 min for a GM completely devoid of AO. CIs did not demonstrate the effects of the potential exposure to AMD. The tensile properties of the exhumed GMs remained in compliance with the standard requirements for a new GM even after years of service. The equivalent hydraulic conductivities, oxygen diffusion and permeation coefficients of GMS are in the respective orders of magnitude of 10^{-14} m/s, 10^{-13} and 10^{-12} m^2/s. The comparison of the results obtained from the unsettled and settled zones showed that the strain would lead to GM thinning. This thinning would lead to a faster degradation of GMs but also to a slight decrease in their mass transfer properties. Comparing the results of smooth GMs with the textured one also shows that the latter would have lower durability.

The work of this thesis has thus shown that at the scale of the material, GMs have good fluid barrier properties and could last up to 1000 years depending on the exposure condition of the GMs, the temperature, the configuration, and the physical stability of the cover systems for mine site reclamation in cold and acidic environments. However, the scale considered in this thesis remains small and only concerns GMs without physical defects (holes or cracks). These defects would thus constitute the limiting factors of the effectiveness of GMs and should be assessed in the future. It should also be remembered that GM is only one of the different components of the cover systems. Research needs to be done to explore the roles of each component and their interactions. Field-

wide investigations will also need to be performed both during installation and during the service life of the cover systems. This thesis is thus intended to be the first steps in the assessment of cover systems including GM by providing the first information on the durability of these synthetic materials in the context of mine sites in cold and acidic environments.

From a practical point of view, it is essential to avoid the installation of GMs on sites where severe deformations are expected. These deformations could induce cracks of the GMs and thus interfere with the desired sealing system. It would also be necessary to discard the options of configurations where the GM would be installed directly above the mining wastes which could accelerate its degradation, A support layer, made of sand for example, is crucial. A draining protective layer should also be installed over the GM to prevent water build-up and then to improve its durability. During the construction, strict quality assurance and quality control standards must be adopted to limit as much as possible any defect that could be generated and to repair them immediately. The cover systems should be instrumented, for example, to monitor temperature and oxygen profiles above and below the GM. GM strain should also be monitored. Then finally, an in-service quality control protocol should be adopted to regularly monitor the change of the various properties of the GMs over time, for example every 10 years.

Keywords: mine site reclamation, geomembranes, high-density polyethylene, linear low-density polyethylene, durability, acid mine drainage, freeze-thaw cycles

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE III

REMERCIEMENTS IV

RÉSUMÉ VI

ABSTRACT XI

TABLE DES MATIÈRES XV

LISTE DES TABLEAUX XXII

LISTE DES FIGURES XXV

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS XXXII

LISTE DES ANNEXES XXXIX

CHAPITRE 1 INTRODUCTION 1

1.1 Mise en contexte 1

1.2 Problématique de l'utilisation des géomembranes dans les recouvrements pour la restauration des sites miniers 2

1.3 Objectifs du projet de recherche et hypothèses de recherche 3

1.4 Organisation de la thèse, contributions scientifiques et implication de l'auteur 4

1.4.1 Organisation de la thèse 4

1.4.2 Contributions scientifiques 6

1.4.3 Implication de l'auteur 6

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE 8

2.1 Drainage minier acide 8

2.1.1 Génération du DMA 8

2.1.2 Traitement du DMA 11

2.1.3 Mitigation du DMA en région froide 11

2.2 Généralité sur les géomembranes 16
2.2.1 Composition des géomembranes 16
2.2.2 Structure des géomembranes 21
2.2.3 Différents types de géomembranes 23
2.2.4 Sélection des géomembranes 25
2.3 Caractéristiques des géomembranes 28
2.3.1 Propriétés physiques 28
2.3.2 Propriétés chimiques 30
2.3.3 Propriétés mécaniques 33
2.3.4 Propriétés de transfert de masse 45
2.4 Utilisation des géomembranes 54
2.4.1 Utilisations dans le domaine du génie civil 55
2.4.2 Utilisations dans le domaine du génie de l'environnement 56
2.4.3 Utilisations dans le domaine minier 58
2.5 Utilisation des géomembranes dans les systèmes de recouvrement pour la restauration des sites miniers 60
2.5.1 Configuration des systèmes de recouvrement 60
2.5.2 Systèmes de recouvrement avec géomembrane pour la restauration des sites miniers à travers le monde 62
2.6 Géomembranes en polyéthylène 65
2.6.1 Composition des géomembranes en PEHD et en PEBDL 65
2.6.2 Fabrication des géomembranes en PEHD et en PEBDL 66
2.6.3 Installation des géomembranes en PEHD et en PEBDL 68
2.6.4 Propriétés initiales des géomembranes en PEHD et en PEBDL 70
2.6.5 Durabilité des géomembranes en PE 73

2.7 Besoins en recherche 84

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES 85

3.1 Matériaux étudiés 85

3.1.1 Géomembranes neuves 85

3.1.2 Géomembranes exhumées 87

3.2 Dégradations des géomembranes neuves 88

3.2.1 Dégradation physique des GM neuves 88

3.2.2 Dégradation chimique des GM neuves 89

3.3 Caractérisation des GM 96

3.4 Traitement statistique des données 98

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: EFFECTS OF FREEZE-THAW CYCLES ON THE PROPERTIES OF POLYETHYLENE GEOMEMBRANES 99

Abstract 99

Keywords 99

4.1 Introduction 100

4.2 Materials and methods 102

4.2.1 Geomembrane samples preparation 102

4.2.2 Tensile testing 103

4.2.3 Permeability test setup and procedure 105

4.2.4 Oxygen sorption/diffusion test setup and procedure 107

4.3 Results on the effect of FTCs on the tensile properties 112

4.3.1 Tensile properties of the pristine GMs 112

4.3.2 Change in tensile properties with FTCs 113

4.4 Results for the effect of FTCs on the equivalent hydraulic conductivity 115

4.5 Results for the effect of FTCs on the oxygen sorption and diffusion properties 116

4.6 Discussions 119
4.6.1 Change in the maximum allowable strain and stress with FTCs 119
4.6.2 Comparison of initial and final properties after 300 FTCs 121
4.6.3 Testing conditions and the effects of cold temperature on GM properties 122
4.7 Conclusions 124
Acknowledgements 125
Notations 125
Abbreviations 127
References 128
CHAPITRE 5 ARTICLE 2: EFFECTS OF ACID MINE DRAINAGE ON THE ANTIOXIDANT DEPLETION, TENSILE AND FLUID MIGRATION CONTROLLING PROPERTIES OF AN HDPE GEOMEMBRANE 135
Abstract 135
Keywords 135
List of abbreviations and notations 135
5.1 Introduction 138
5.2 Background 140
5.3 Materials and methods 143
5.3.1 Geomembrane samples and immersion testing 143
5.3.2 Thickness measurement 145
5.3.3 Antioxidant/stabilizer level 146
5.3.4 Tensile tests 146
5.3.5 Comparative statistical analyses for thickness and tensile properties 146
5.3.6 Permeability tests 147
5.3.7 Oxygen sorption/diffusion tests 147

5.4 Results 149
5.4.1 Thickness 149
5.4.2 Antioxidant/stabilizer level and depletion rate 150
5.4.3 Tensile properties 151
5.4.4 Permeability 153
5.4.5 Oxygen sorption/diffusion properties 153
5.5 Discussion 154
5.5.1 Estimation of the antioxidant depletion time 154
5.5.2 Estimated antioxidant depletion time for geomembrane applications in cover systems built on reactive mine waste disposal sites 156
5.6 Conclusions 158
Acknowledgements 160
References 160
CHAPITRE 6 ARTICLE 3: PROPERTIES OF THREE HDPE GEOMEMBRANES INSTALLED 10, 13, AND 20 YEARS PREVIOUSLY IN MINE SITE RECLAMATION COVER SYSTEMS IN QUÉBEC 168
Abstract 168
Keywords 168
Résumé 168
Mots clés 169
6.1 Introduction 169
6.2 Exhumation of GM samples 175
6.3 Property assessments 177
6.3.1 GM thickness 177
6.3.2 Antioxidant/stabilizer levels 178

6.3.3 Carbonyl index 178
6.3.4 Tensile tests 179
6.3.5 Permeability test 179
6.3.6 Oxygen sorption and diffusion tests 180
6.4 Results 181
6.4.1 GM Thickness 181
6.4.2 Antioxidant/stabilizer levels 183
6.4.3 Carbonyl index 184
6.4.4 Tensile properties 186
6.4.5 Permeability 188
6.4.6 Oxygen sorption and diffusion properties 188
6.5 Discussion 189
6.6 Conclusions 191
Acknowledgments 192
References 192
CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE 201
7.1 Méthodes de caractérisation 201
7.1.1 Essais de traction 201
7.1.2 Mesure du TIO 211
7.1.3 Spectrométrie infrarouge sur les GM 212
7.1.4 Détermination de la perméabilité des GM 212
7.1.5 Détermination des propriétés de sorption et de diffusion des GM 212
7.2 Propriétés initiales des GM 213
7.3 Méthodes de dégradation des GM 215

7.3.1 Dégradation physique des GM 215
7.3.2 Dégradation chimique des GM 217
7.3.3 Exhumation des GM 220
7.4 Efficacité des géomembranes comme barrière à l'eau et à l'oxygène 221
CHAPITRE 8 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS 222
8.1 Influence des cycles de gel-dégel sur les propriétés des GM 223
8.2 Influence de l'exposition au DMA sur les propriétés des GM 224
8.3 Propriétés des GM exhumées 226
8.4 Dernières remarques 228
8.5 Recommandations 228
8.5.1 Concernant l'étude de la durabilité des géomembranes 229
8.5.2 Concernant l'utilisation des géomembranes 230
RÉFÉRENCES 232
ANNEXES 252
ANNEXE A ARTICLE 4: DEGRADATION STATE OF A TEXTURED HDPE GEOMEMBRANE EXHUMED TEN YEARS AFTER THEIR INSTALLATION ON THE ALDERMAC SITE, QC, CANADA 252
ANNEXE B ARTICLE 5: PROPERTIES OF AN HPDE GEOMEMBRANE USED FOR MINE SITE RECLAMATION: PRELIMINARY RESULTS 13 YEARS AFTER INSTALLATION 261

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Principaux minéraux sulfureux par ordre de prédominance (Skousen et al., 1998; Simate & Ndlovu, 2014) 9

Tableau 2.2 : Choix de la méthode de traitement (Taylor et al., 2005) 11

Tableau 2.3 : Cristallinité des polymères constituants les GM (adaptée de Scheirs, 2009) 22

Tableau 2.4 : Valeurs de l'angle de frottement GM-sable (Koerner, 2012) 24

Tableau 2.5 : Avantages et inconvénients des GM les plus utilisées (modifié à partir de Scheirs, 2009) 25

Tableau 2.6 : Compatibilité chimique de quelques géomembranes (Vandervoort, 1992) 26

Tableau 2.7 : Méthode de mesure de l'épaisseur des GM (modifié de Scheirs, 2009) 28

Tableau 2.8 : Dimensions des échantillons en haltère suivant la norme ASTM D638 (2014a) 35

Tableau 2.9 : Hauteurs de pénétration de cônes de quelques GM (Hullings & Koerner, 1991) 42

Tableau 2.10 : Exemples de valeurs de la TVE et de la perméabilité des GM avec leurs cristallinités (données combinées de Koerner (2012) et de Scheirs (2009)) 46

Tableau 2.11 : Flux d'eau traversant une GM défectueuse en PEHD de 1 mm d'épaisseur (litre/hectare/jour) (Giroud & Bonaparte, 1989a) 53

Tableau 2.12 : Modèles empiriques de prédiction des flux de percolation à travers les défauts circulaires et les fentes dans les recouvrements composites 54

Tableau 2.13 : Compositions des GM en PEHD et en PEBDL (compilé à partir des données de Müller, 2007; Scheirs, 2009; Islam et al., 2011; Koerner et al., 2011) 65

Tableau 2.14 : Tableau comparatif des propriétés des géomembranes en PEHD et en PEBDL ... 71

Tableau 2.15 : Facteurs d'accélération pour différentes pressions d'oxygène pur et températures pour des matériaux en PP (Schröder et al., 2000) 78

Tableau 3.1 : Recette pour 250 L de DMA synthétique 90

Tableau 3.2 : Tableau récapitulatif des essais de caractérisation des GM physiquement dégradées (gel-dégel), chimiquement dégradées dans du DMA à différentes températures (65, 75 et 85°C) et des GM exhumées.....97

Table 4.1. Thickness T_g and standard error (SE) for the studied geomembranes.....103

Table 4.2. Initial tensile properties for HDPE and LLDPE GMs.....113

Table 4.3. Initial oxygen sorption and diffusion properties for HDPE and LLDPE GMs.....118

Table 4.4. Maximum allowable strength for pristine HDPE and LLDPE GMs corresponding to different MAS.....120

Table 4.5. Comparison of initial and final properties of HDPE and LLDPE GMs.....123

Table 5.1. Target values (Gulec, 2003) vs. mean measured values (± 1SD) for the synthetic AMD. 144

Table 5.2. Equivalent K_g of the GMs before and after the immersion periods.....153

Table 5.3. Oxygen sorption and diffusion properties of GM before and after immersion periods (≦ 1SE).....154

Table 5.4. AO depletion rate and depletion time in synthetic AMD at different temperatures. ..155

Table 5.5. Literature review comparing AO depletion rates (s) and Arrhenius parameters for HDPE GMs in different media with the present study.....156

Table 5.6.Geomembrane exposure configurations in mine site reclamation cover systems.....157

Table 5.7. Estimation of the AO depletion time for various configurations of mine site reclamation cover systems at temperatures from 0 to 20 °C.....158

Table 6.1. Mine sites reclaimed with cover systems that include GMs (presented chronologically by reclamation year).....172

Table 6.2. Properties of pristine GM versus GM exhumed from the three sites.....182

Tableau 7.1 : Résultats du test de normalité de Kolmogorov-Smirnov pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions.....202

Tableau 7.2 : Résultats du test d'homoscédasticité de Levene pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions.....204

Tableau 7.3 : Résultats de l'ANOVA pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions 204

Tableau 7.4 : Résultats des tests de Student pour la comparaison des deux séries de données (MD-CD et MD-DD-CD) suivant les différentes propriétés en traction et les types de GM.....205

Tableau 7.5 : Résultats des tests de Student pour la comparaison des résultats obtenus avec les normes ASTM D638 et D6693 pour les GM en PEHD et en PEBDL dans les directions MD et CD 209

Tableau 7.6 : Différences relatives entre les mesures de TIO effectuées à l'interne et à l'externe 211

Tableau 7.7 : Extraits des propriétés initiales des GM en PE utilisées telles que fournies par SOLMAX 214

Tableau 7.8 : Profondeurs de pénétration potentielle du gel en Abitibi-Témiscamingue calculées à partir des données climatiques de la station #7087616 de la ville de Rouyn-Noranda.....216

Tableau 7.8 : TIO des GM à l'arrêt et avant la reprise des essais de dégradation chimique 220

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1 : Solubilité de différents hydroxydes en fonction du pH à 25°C (adaptée de Cravotta III, 2008).....9

Figure 2.2 : Illustration de la désulfuration environnementale (adaptée de Bois et al., 2005).....12

Figure 2.3 : Consommation d'oxygène en fonction de la température (adaptée d'Elberling, 2005) 15

Figure 2.4 : Schématisation de la polymérisation de l'éthylène (a), illustrations d'une chaine de polyéthylène (b) et des chaines multiples (c) (adaptée de Scheirs, 2009).....17

Figure 2.5 : Résines des principaux GM (adaptée de Scheirs, 2009).....18

Figure 2.6 : Illustration de la structure du noir de carbone (adaptée de Müller, 2007).....19

Figure 2.7 : Mélange de granules de résine de PEHD (en blanc) avec du noir de carbone (Daniel & Koerner, 2007) 19

Figure 2.8 : Réaction d'oxydation en chaine de la résine en polyéthylène et le rôle des AO (adaptée de Grassie & Scott, 1985 et Rowe & Sangam, 2002) 20

Figure 2.9 : Plage de température d'activité des quatre types d'AO (adaptée de Hsuan et al., 2008) 21

Figure 2.10 : Structure générale des GM (adaptée de Scheirs, 2009).....22

Figure 2.11 : Évolution des propriétés des GM en polyéthylène avec la variation de la densité (adaptée de Hsuan et al., 2008) 23

Figure 2.12 : Géomembranes texturées par laminage (à gauche) et par soufflage (à droite) (Scheirs, 2009).....24

Figure 2.13 : Relation entre la résistance à la déchirure en fonction de la résistance à la traction de quelques GM (adaptée de Scheirs, 2009).....27

Figure 2.14 : Coefficients de dilatation de quelques GM en fonction de la température (adaptée de Scheirs, 2009).....29

Figure 2.15 : Évolution du pic du groupe carbonyle après différentes périodes d'oxydation (adaptée de Stark & Matuana, 2004) 32

Figure 2.16 : Forme générale des éprouvettes de types I, II, III et V avec bords angulaires (a) et de type IV avec bords arrondis (b) selon la norme ASTM D638 (2014a).....34

Figure 2.17 : Courbes de contrainte-déformation obtenues avec des éprouvettes en forme d'haltère (a) vs les éprouvettes en bandes larges (b) pour différents types de GM (adaptée de Koerner, 2012).....36

Figure 2.18 : Photographie d'un échantillon de GM subissant un essai de traction multiaxiale (Koerner, 2012).....36

Figure 2.19 : Courbe de contrainte-déformation en essai de traction multiaxiale (adaptée de Koerner, 2012).....37

Figure 2.20 : Forme en aile des GM utilisées pour les essais de déchirure (adaptée d'ASTM D1004, 2013a).....38

Figure 2.21 : Formes carrée et trapézoïdale des éprouvettes utilisées pour les essais de déchirure 38

Figure 2.22 : Poinçonnement d'une GM (adaptée de Blond et al., 2003).....39

Figure 2.23 : Têtes de poinçonnement large (*CBR*) et pointue (*pin*) utilisées pour les essais de poinçonnement par perçage (Elhajjar et al., 2017).....40

Figure 2.24 : Résultats des essais de poinçonnement faits avec une tête pointue (a) et avec une tête large (b) (adaptée de Hsieh & Wang, 2008).....41

Figure 2.25 : Appareillage pour l'essai de poinçonnement hydraulique : (a) cellule de pression et (b) cônes tronqués (adaptée de Narejo et al., 1996).....41

Figure 2.26 : Cellule de poinçonnement (adaptée de Blond et al., 2003).....42

Figure 2.27 : Exemples de résultats des essais de fissuration sous contrainte à 30 % de la valeur de la limite élastique : T_t déterminé a) au changement de pente, b) à la valeur après une courbure et c) à la valeur après un passage de palier (adaptée de Hsuan & Koerner, 1995b) 44

Figure 2.28 : Dispositif de mesure de la transmission de vapeur d'eau modifié d'après la norme ASTM E96 (2016f).....45

Figure 2.29 : Dispositif de mesure de l'OTR (adaptée d'ASTM D3985, 2002b).....48

Figure 2.30 : Dispositif de mesure de la perméabilité selon la norme NF EN 14150 (Touze-Foltz et al., 2013)....49

Figure 2.31 : Mesure de la perméabilité d'une GM avec un perméamètre à paroi rigide (adaptée de Giroud & Bonaparte, 1989a)....49

Figure 2.32 : Utilisation de GM dans les digues (adaptée de Koerner, 2000) 55

Figure 2.33 : Utilisation des GM dans les canaux (adaptée de Koerner, 2000)....56

Figure 2.34 : Utilisation des GM pour contenir des déchets solides (adatée de Koerner, 2000) ...57

Figure 2.35 : Utilisation des GM pour contenir des déchets liquides (adaptée de Scheirs, 2009).58

Figure 2.36 : Utilisation de la GM pour la lixiviation en tas (adaptée de Scheirs, 2009) 59

Figure 2.37 : Utilisation des GM pour l'imperméabilisation des digues de confinement des résidus (adaptée d'Eigenbrod et al., 1984) 60

Figure 2.38 : Trois types de configuration de systèmes de recouvrement : a) GM seule, b) composite et c) double composite (adaptée de Lupo & Morrison, 2007) 62

Figure 2.39 : Système de recouvrement avec GM en PEHD pour la restauration du site Kwinana, Australie (adaptée de Patterson et al., 2006)....63

Figure 2.40 : Systèmes de recouvrement avec GM pour la restauration de différents sites miniers au Canada 64

Figure 2.41 : Représentation d'une extrudeuse (Müller, 2007) 66

Figure 2.42 : Photographie d'une feuille de GM en PEHD à la sortie des rouleaux de laminage (a) et après soufflage (b) l'extrudeuse (Müller, 2007)....67

Figure 2.43 : Schéma de production d'une feuille coextrudée par extrusion par soufflage (Rollin et al., 2002)....68

Figure 2.44 : Différentes techniques de soudure de GM en PE (adaptée de Koerner, 2012) 68

Figure 2.45 : Représentation schématique d'un robot de soudure (adapée de Scheirs, 2009) 69

Figure 2.46 : Forme générale d'un graphique d'Arrhenius (adaptée de Koerner et al., 1992) 75

Figure 2.47 : Temps de déplétion des AO dans de l'eau, dans du DMA et dans le lixiviat des déchets municipaux (adaptée de Gulec et al., 2004) 77

Figure 2.48 : Photographie et représentation schématique d'autoclaves (adaptée de Hsuan et al., 2008) 77

Figure 2.49 : Incubateur de vieillissement (adaptée de Hsuan & Koerner, 1998) 79

Figure 2.50 : Incubateur de vieillissement GLLS (*Geosynthetic Liner Longevity Simulator*) (adaptée de Brachman et al., 2008) 79

Figure 2.51 : Évolution du TIO d'une géogrille en PEHD soumise à différentes pressions et à une température de 65°C (adaptée de Hsuan & Li, 2005) 81

Figure 2.52 : Graphiques d'Arrhenius de l'épuisement des AO d'une GM en PEHD de 2 mm d'épaisseur avec différentes expositions (adaptée de Sangam & Rowe, 2002) 82

Figure 2.53 : Évolutions des TIO avec la nature du lixiviat (adaptée de Gulec et al., 2004) 82

Figure 2.54 : Graphiques d'Arrhenius de l'épuisement des AO de GM en PEHD de différentes épaisseurs (adaptée de Rowe et al., 2009a) 83

Figure 2.55 : Déplétion des TIO standard des GM en PEHD lisses et texturées avec le temps à 55 et 85 °C (Morsy & Rowe, 2019) 84

Figure 3.1 : Photographie des géomembranes en PEHD et en PEBDL installées sur le système de support pour la dégradation physique des GM neuves 86

Figure 3.2 : Photographie des géomembranes en PEHD installées sur les systèmes de support pour la dégradation chimique des géomembranes neuves 86

Figure 3.3 : Processus d'exhumation de GM sur le site Normétal au mois d'août 2019 88

Figure 3.4 : Dégradation physique des GM neuves 89

Figure 3.5 : Dissolution du sulfate de fer dans le bain à ultrasons : (a) avant dissolution et (b) après dissolution 91

Figure 3.6 : Photographie du réacteur de fabrication de DMA synthétique en remplissage 91

Figure 3.7 : Immersion des GM dans le bain de dégradation chimique 92

Figure 3.8 : Extraction des GM du bain d'immersion 93

Figure 3.9 : Échantillons de DMA synthétique pour la mesure des propriétés électrochimiques et pour analyse de composition 94

Figure 3.10 : Évolutions des propriétés des DMA synthétiques dans les bains à 65 (a), 75 (b) et 85 °C (c) 95

Figure 3.11 : Neutralisation du DMA par chaulage avec aération et agitation 96

Figure 4.1.Configuration of three GM covers used for mine site reclamation in the Abitibi-Témiscamingue region 101

Figure 4.2. Dog bone shaped specimen (a) and typical force–displacement curve from the tensile test with the four tensile characteristic parameters (b).....104

Figure 4.3. Permeability cell inspired by NF EN 14150 (AFNOR 2006).....105

Figure 4.4. Type B setup for GM permeability tests inspired by NF EN 14150 (AFNOR 2006) 106

Figure 4.5. Oxygen sorption/diffusion cell inspired by Sangam and Rowe (2001).....108

Figure 4.6. Oxygen sorption and diffusion testing setups.....108

Figure 4.7. Migration through the geomembrane 109

Figure 4.8. Typical standard force–displacement curves for HDPE and LLDPE GMs.....113

Figure 4.9. Change in GM yield properties with FTCs: (a) TYS and (b) PYE.....114

Figure 4.10. Change in GM break properties with FTCs: (a) TBS and (b) PBE 115

Figure 4.11. Typical results for a pristine HDPE GM (test #1, 0 FTCs) 115

Figure 4.12. Change in equivalent hydraulic conductivity for HDPE and LLDPE GMs with FTCs 116

Figure 4.13. Example of S_{gf} determination for a pristine HDPE GM (test #1; 0 FTCs).....117

Figure 4.14. Example of D_g and P_g determination for pristine HDPE GM (test #1, 0 FTCs) 117

Figure 4.15. Change in the oxygen partition coefficient S_{gf} (a), oxygen diffusion coefficient D_g (b), and oxygen permeation coefficient P_g (c) with FTCs for HDPE and LLDPE GMs.....118

Figure 4.16. Change in the maximum allowable strength corresponding to MAS of 3, 4, and 5% for HDPE (a) and LLDPE (b) GMs with FTCs 120

Figure 4.17. Change in the maximum allowable strain range for HDPE (a) and LLDPE (b) GMs 121

Figure 5.1. Geomembrane degradation stages showing changes in the standard OIT, oxygen consumption, and mechanical properties (adapted from Hsuan and Koerner 1998). 142

Figure 5.2. Electrochemical(a) and chemical composition (b) box plots with 1SD as error bars 145

Figure 5.3. Changes in thickness over the immersion period with 1SD error bars. 149

Figure 5.4.Changes in oxidative-induction time over the immersion period. 150

Figure 5.5. Measured (a) TYS, (b) PYE, (c) TBS, and (d) PBE values over up to 16-month-long immersion period with 1SD error bars 152

Figure 6.1. Configuration of a typical multilayered cover system [adapted from Aubertin et al. (2016)] 170

Figure 6.2. Configuration of the cover systems at the three studied sites 175

Figure 6.3. GM waves (red lines) seen in photographs at the Aldermac (a), Normetal (b), and Mid-North (c) sites 176

Figure 6.4. Box plots (with error bars) of the thickness for each area (unsettled and settled) of the Normetal and Mid-North sites 183

Figure 6.5. Example of Std-OIT measurement for a sample from the unsettled area of the Mid-North site 183

Figure 6.6. OIT of the GMs from each area of the three sites with the minimum requirement according to GRI GM13 184

Figure 6.7. Example of CI determination for the topside of one of five samples from the unsettled area of the Mid-North site 185

Figure 6.8. Carbonyl index box plots (with standard deviation as error bars) for the topside and downside of GMs from each area of the three sites 186

Figure 6.9. Tensile properties box plots (with standard deviations as error bars) in machine and crossmachine direction for each area of the three sites with GRI GM13 (2021) minimum requirement: a) tensile yield stress, b) percent yield elongation, c) tensile break strength, and d) percent break elongation 187

Figure 6.10. Equivalent hydraulic conductivity (with error bars) for GMs exhumed from the unsettled (U) and settled (S) areas of the Aldermac, Normetal, and Mid-North sites with the typical results range for pristine HDPE GMs 188

Figure 6.11. Oxygen diffusion coefficient D_g (with error bars) for GMs exhumed from the unsettled (U) and settled (S) areas of the Aldermac, Normetal, and Mid-North sites with the typical values range for pristine HDPE material 189

Figure 7.1 : Propriétés mécaniques en traction des GM en PEHD et en PEBDL suivant les trois directions MD, CD et DD: a) E, b) LE, c) ELE, d) RT et e) ER 203

Figure 7.2 : Comparaisons des propriétés mécaniques des GM en PEHD et en PEBDL suivant 2 directions vs. 3 directions : a) E, b) LE, c) ELE, d) RT et e) ER 206

Figure 7.3 : Comparaisons des propriétés mécaniques des GM en PEHD et en PEBDL obtenues suivant les normes ASTM D638 et D6693 : a) LE, b) ELE, c) RT et d) ER 208

Figure 7.4 : Exemple de détermination graphique du module de Young 210

Figure 7.5 : Évolution de la concentration en oxygène dans la chambre source d'un test de diffusion témoin 213

Figure 7.6 : Température moyenne de l'air à la station #787616 de Rouyn-Noranda de 2015 à 2019 215

Figure 7.7 : Temps de déplétion des AO pour une GM en PEHD avec un TIO initial de 100 min exposée à différents milieux 218

Figure 7.8 : Images au microscope optique des précipités formés lors de la dégradation chimique des GM 219

Figure 7.9 : Évolution des TIO dans les trois bains d'immersion par rapport à la valeur initiale (TIO_0) 219

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

A	constante d'Arrhenius ou constante préexponentielle
a	masse de la géomembrane dans l'air (g)
AED	analyse enthalpique différentielle
A_{GM}	aire de l'échantillon de géomembrane (m^2)
a_{GM}	surface du défaut de la géomembrane (m^2)
AMD	acid mine drainage
ANOVA	analyse de la variance
AO	antioxydant
AO(s)	antioxydant(s)
AO/S	antioxydant(s) et stabilisants (s)
B	constante préexponentielle avec la combinaison de la température et de la pression
b	masse de la géomembrane dans l'eau (incluant le système d'accrochage) (g)
BD	déplacement à la rupture (mm)
BF	force à la rupture (N)
b_g	aire du défaut circulaire dans la géomembrane (m^2)
CD	direction perpendiculaire à l'enroulement de la géomembrane
CDT	coefficient de dilatation thermique (cm/cm/°C)
C_f	concentration d'oxygène dans le fluide (kg/m^3)
C_f^0	concentration initiale d'oxygène dans le fluide (kg/m^3)
C_f^F	concentration finale d'oxygène dans le fluide (kg/m^3)
C_g	concentration d'oxygène dans la géomembrane (kg/m^3)
c_g	largeur de la fente d'une géomembrane (m)
CGD	cycle de gel-dégel

C_i	concentration d'oxygène dans le fluide à l'extraction i (kg/m^3)
CPV	chlorure de polyvinyle
C_{r0}	concentration initiale d'oxygène dans la demi-chambre réceptrice (kg/m^3)
C_{rs}	concentration d'oxygène dans la demi-chambre réceptrice (kg/m^3)
C_{s0}	concentration initiale d'oxygène dans la demi-chambre source (kg/m^3)
C_{ss}	concentration d'oxygène dans la demi-chambre source (kg/m^3)
d	diamètre intérieur de la cellule de sorption/diffusion (m)
DD	direction diagonale
DF	degré de liberté
D_g	coefficient de diffusion d'oxygène (m^2/s)
DMA	drainage minier acide
DSC	differential scanning calorimetry
E_a	énergie d'activation (kJ/mol)
Eh	potentiel d'oxydoréduction (mV)
ELE	élongation à la limite élastique (%)
EPDM	éthylène-propylène-diène monomère
EPDM-R	éthylène-propylène-diène monomère renforcé
ER	élongation à la rupture (%)
ESC	fissuration sous contrainte
ETA	évapotranspiration actuelle (mm)
F	statistique F de Fisher
f	flux massique d'oxygène ($kg/m^2/s$)
f_{rs}	flux massique d'oxygène sortant de la géomembrane ($kg/m^2/s$)
f_{ss}	flux massique d'oxygène entrant dans la géomembrane ($kg/m^2/s$)

FTC	freeze-thaw cycles
FTIR	Fourier transform infrared spectrometry
FTIR-ATR	Fourier transform infrared spectrometry – attenuated total reflection
g	accélération de la pesanteur (9,81 m/s^2)
GL_B	longueur de jauge pour la rupture (mm)
GL_Y	longueur de jauge pour l'élasticité (mm)
GM	géomembrane
GRI	Geosynthetics Research Institute, institut de recherche qui définit les exigences standards que devraient avoir les géomembranes
HCC	hauteur critique de cône (mm)
H_{cell}	hauteur d'une demi-chambre de la cellule de sorption/diffusion (m)
HDPE	high-density polyethylene
H_s	épaisseur de la couche sous la géomembrane (m)
h_w	charge hydraulique par-dessus la géomembrane (m)
i	gradient hydraulique
IC	chromatographie ionique
ICP-AES	spectrométrie à plasma à couplage inductif couplé à des spectres à émission atomique
IR	infrarouge
IRTF	spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier
IRTF-RTA	spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier par réflexion totale atténuée
K_g	conductivité hydraulique équivalente de la géomembrane (m/s)
K_s	conductivité hydraulique de la couche sous la géomembrane (m/s)
L	longueur de la géomembrane (cm)
L_0	longueur initiale de la géomembrane (cm)

LE	limite élastique (N/mm)
LLDPE	linear low-density polyethylene
MAS	déformation maximale admissible (%)
MAStrength	contrainte maximale admissible (N/mm)
MD	direction d'enroulement de la géomembrane
MFI	indice de fluidité à chaud
M_g	masse de la géomembrane (kg)
m_g	coefficient de migration d'eau (m^2/s)
MSW	déchets municipaux solides
NCTL	charge de traction constante encochée
OIT	oxidative-induction time (min)
OIT_0	initial oxidative-induction time (min)
OIT_r	residual oxidative-induction time (min)
OTR	taux de transmission d'oxygène ($mol/m^2/s$)
p	valeur p en statistique
PA	potentiel d'acidité (kg $CaCO_3$/t)
PBE	percent break elongation (%)
PE	polyéthylène
PEBDL	polyéthylène basse densité linéaire
PEHD	polyéthylène haute densité
PEMD	polyéthylène moyenne densité
PESC	polyéthylène sulfuro-chloré
PESC-R	polyéthylène sulfuro-chloré renforcé
PET	polyéthylène téréphtalate

P_g	coefficient de perméation d'oxygène (m^2/s)
pH	potentiel d'hydrogène (-)
PL	percolation latérale (mm)
PN	potentiel de neutralisation (kg $CaCO_3$/t)
PNette	percolation nette (mm)
PP	polypropylène
PPf	polypropylène flexible
PPf-R	polypropylène flexible renforcé
PPT	précipitation (mm)
PYE	percent yield elongation (%)
Q	flux d'eau traversant la géomembrane par percolation (m^3/s)
q_g	taux de circulation d'eau par unité de temps (m/s)
Q_g	flux d'eau ayant traversée la géomembrane intacte (m^3/s)
Q_L	flux d'eau ayant traversée la géomembrane par percolation par unité de longueur de défaut ($m^3/s/m$)
R	constante des gaz parfait (8,314 J/mol K)
R_1	humidité relative dans la demi-chambre
R_2	humidité relative en dehors de la demi-chambre
R^2	coefficient de détermination
R_r	taux de réaction ($mois^{-1}$)
R_s	ruissèlement de surface (mm)
RT	résistance à la traction (ou à la rupture) (N/mm)
s	taux de réaction des antioxydants ($mois^{-1}$)
S(s)	stabilisant(s)
SD	écart-type

SE	erreur-standard
S_{gf}	coefficient de partition (ou sorption) d'oxygène (-)
S_w	pression de saturation de la vapeur d'eau (Pa)
Statistique t	statistique de test de Student
T	température (K ou °C)
t	temps
T_0	température initiale (°C)
T_1	température de vieillissement (K)
T_2	température d'extrapolation (K)
TBS	tensile break strength (N/mm)
T_g	épaisseur de la géomembrane (mm)
TIO	temps d'induction oxydative (min)
$t_{medium1}$	temps de déplétion des antioxydants d'une géomembrane dans le milieu 1 (an)
$t_{medium1+2}$	temps de déplétion moyen des antioxydants d'une géomembrane en contact avec les milieux 1 et 2 (an)
$t_{medium2}$	temps de déplétion des antioxydants d'une géomembrane dans le milieu 2 (an)
T_t	résistance à la fissuration sous contrainte (h)
TVE	transmission de vapeur d'eau ($g/m^2/j$)
TYS	tensile yield strength (N/mm)
UV	ultraviolet
V_{cell}	volume d'une demi-chambre de sorption/diffusion (m^3)
V_f^0	volume initial de fluide (m^3)
V_f^F	volume final de fluide (m^3)
V_g	volume de la géomembrane (m^3)
W	largeur de la section parallèle de l'éprouvette de géomembrane (mm)

w	masse du système d'accrochage de l'échantillon de géomembrane (g)
x	position de l'échantillon dans l'essai de mesure de la densité de la géomembrane (cm)
y_1	position du premier flotteur dans l'essai de mesure de la géomembrane (cm)
y_2	position du deuxième flotteur dans l'essai de mesure de la géomembrane (cm)
YD	déplacement correspondant à limite élastique (mm)
YF	force correspondant à limite élastique (N)
z	direction de la diffusion (m)
Δh	différence de charge (m)
ΔH_f^0	enthalpie de fusion du polyéthylène (290 J/g)
ΔH_f^{GM}	enthalpie de fusion de la géomembrane (J/g)
Δm	variation de masse de la géomembrane (g)
ΔP	différence de pression (Pa)
ΔS	variation de la quantité d'eau stockée (mm)
α	première constante liée à la pression dans l'essai de dégradation en autoclave
β	deuxième constante liée à la pression dans l'essai de dégradation en autoclave
η	viscosité de l'eau (kg/m/s)
ρ	masse volumique de la géomembrane (g/cm^3)
ρ_1	masse volumique du premier flotteur (g/cm^3)
ρ_2	masse volumique du deuxième flotteur (g/cm^3)
ρ_g	masse volumique de la géomembrane (g/cm^3)
ρ_w	masse volumique de l'eau (g/cm^3)
σ	conductivité électrique (mS/cm)
Φ	diamètre (mm)

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A ARTICLE 4: DEGRADATION STATE OF A TEXTURED HDPE GEOMEMBRANE EXHUMED TEN YEARS AFTER THEIR INSTALLATION ON THE ALDERMAC SITE, QC, CANADA 252

ANNEXE B ARTICLE 5: PROPERTIES OF AN HPDE GEOMEMBRANE USED FOR MINE SITE RECLAMATION: PRELIMINARY RESULTS 13 YEARS AFTER INSTALLATION 261

ANNEXE C CAHIER DE CHARGE POUR LA FABRICATION DES DIFFÉRENTS ÉQUIPEMENTS 274

ANNEXE D RAPPORT DE VISITE DES ZONES OÙ LES EXHUMATIONS ONT ÉTÉ EFFECTUÉES (ALDERMAC ET NORMÉTAL) 291

ANNEXE E TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 4.....295

ANNEXE F TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 5.....326

ANNEXE G TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 6 365

ANNEXE H PROPRIÉTÉS INITIALES DES GÉOMEMBRANES TELLES QUE DONNÉES PAR LE FOURNISSEUR.....384

CHAPITRE 1 INTRODUCTION

1.1 Mise en contexte

Les développements de l'humanité ont nécessité une forte production de matières premières minérales tant sous forme brute (par exemple pour le domaine du génie civil) que transformée (par exemple pour l'industrie métallurgique) (Jébrak, 2015). Cette production de matières premières minérales est accompagnée de la génération d'une grande quantité de rejets qu'il faut entreposer et contrôler afin d'en limiter les impacts sur l'environnement. Dans le cas de l'industrie minière, ces rejets peuvent provenir de différentes origines suivant les différentes étapes de la mine. Par exemple, lors des développements et des décapages pour accéder à la zone minéralisée, les opérations minières engendrent une grande quantité de rejets sans valeurs économiques (stériles) qui devront être entreposés dans des haldes à stériles. Lors de l'extraction des métaux d'intérêts (qui représentent une infime partie du minerai), les rejets des concentrateurs (aussi appelés résidus miniers) devront également être entreposés dans des parcs à résidus (U.S.EPA, 1994; Bussiere, 2007; Blowes et al., 2014; Demers & Pabst, 2020a). La gestion de ces rejets miniers peut être problématique surtout pour l'exploitation des métaux de base (Cu, Pb, Zn) et précieux (Au, Ag) se trouvant dans des amas sulfureux. En effet, dans le cas de l'absence ou de l'insuffisance de minéraux neutralisants (Plante et al., 2020b), l'exposition des rejets miniers (stériles et résidus) aux conditions atmosphériques (exposition à l'eau et à l'oxygène) entraîne l'oxydation des minéraux sulfureux. Cette oxydation mène à la génération de drainage minier acide (DMA) (Plante et al., 2020a) qui sera vu dans la section 2.1.1. Une fois généré, le DMA doit être traité pour protéger le milieu récepteur (voir section 2.1.2). Il existe différentes techniques qui permettent de contrôler le DMA en agissant sur les réactifs conduisant à la génération de DMA (voir section 2.1.3). Parmi ces techniques, on retrouve la mise en place de systèmes de recouvrement.

Les différents types de systèmes de recouvrement utilisés pour le contrôle du DMA sont habituellement constitués de matériaux naturels et synthétiques (Aubertin et al., 2002; Aubertin et al., 2016; Bussière & Guittonny, 2020a). Une de ces techniques consiste à installer un système de recouvrement avec une couche de barrière à l'eau et à l'oxygène fait de géomembrane (GM) pour limiter la génération de DMA (Yesiller et al., 2018; Maqsoud et al., 2020). Ce système de

recouvrement à faible conductivité hydraulique saturée avec GM se trouve au centre de ce projet de recherche.

La revue de littérature effectuée a permis de recenser onze sites miniers qui ont été restaurés avec un système de recouvrement avec GM au Canada entre 1993 et 2016 (voir section 2.5.2). De plus en plus de minières envisageraient actuellement de restaurer leurs parcs à résidus dans un avenir proche avec ce type de recouvrement.

Cependant, il existe très peu de documentation sur ce type de recouvrement lorsqu'utilisé dans le contexte minier où les GM peuvent être en contact avec un milieu acide et subir des cycles de gel-dégel (Yesiller et al., 2018). De plus, les GM sont des matériaux synthétiques et ont ainsi une durée de vie limitée (Hsuan et al., 2008). La présente étude se veut ainsi être une première étape dans la compréhension de la performance des systèmes recouvrements avec GM pour la restauration de sites miniers générateurs d'acide en milieux tempérés et nordiques.

1.2 Problématique de l'utilisation des géomembranes dans les recouvrements pour la restauration des sites miniers

L'objectif de la restauration des sites miniers est de remettre le site dans un état satisfaisant *ad vitam æternam* (MDDEP, 2012; Turcotte et al., 2021). Cependant, l'utilisation des GM dans les recouvrements pour la restauration des sites miniers est une technique assez récente. En effet, le plus vieux site ayant été restauré avec un recouvrement étanche avec GM au Canada a moins de 30 ans : le site Weedon en Estrie, Québec, Canada (Landry & Senay, 2010; Zetchi, 2017). Les connaissances actuelles ne permettent pas de statuer sur la durabilité réelle des systèmes de recouvrement avec GM. De plus, il y a peu d'information sur l'utilisation des GM en recouvrements dans la littérature (Yesiller et al., 2018). En outre, les GM sont des matériaux synthétiques manufacturés à durée de vie limitée (Rowe & Sangam, 2002; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). En effet, les GM se dégradent par oxydation au cours du temps (Grassie & Scott, 1985; Hsuan & Koerner, 1998). Cette dégradation des GM serait d'autant plus accélérée si la GM est exposée à des milieux acides (Jeon et al., 2008; Abdelaal et al., 2011; Zhang et al., 2018) et avec de fortes concentrations en métaux qui auront un effet catalytique sur les réactions de dégradation des GM (Osawa & Ishizuka, 1973). Le DMA combine ces deux conditions de faible pH et de fortes concentrations. La dégradation des GM en contact avec le DMA devrait ainsi être

accélérée. Les travaux de Gulec et al. (2004) montrent cependant que la dégradation des GM en contact avec du DMA serait à peine plus rapide que la dégradation de la GM dans de l'eau. De plus, l'effet des conditions particulières des milieux froids faisant subir des cycles de gel-dégel sur les recouvrements (MEND, 2010, 2012) et potentiellement sur les GM est encore méconnu. Malgré cela, de plus en plus de minières envisagent pourtant d'utiliser cette technique de restauration.

Il y a ainsi un besoin de recherche sur la performance des recouvrements avec GM pour la restauration de sites miniers. Ce projet de recherche vient ainsi apporter une première partie des réponses en se focalisant exclusivement sur le comportement chimique, mécanique et hydrogéologique des GM dans le contexte des systèmes de recouvrement utilisés pour la restauration de sites miniers. D'autres recherches seront nécessaires pour considérer les GM avec toutes les autres composantes des systèmes de recouvrements, incluant les interactions qui peuvent survenir entre elles, et pour intégrer l'effet d'échelle dans l'évaluation de la performance des systèmes de recouvrements avec GM.

1.3 Objectifs du projet de recherche et hypothèses de recherche

L'objectif principal de ce projet de recherche consiste à évaluer l'évolution des propriétés chimiques, mécaniques et hydrogéologiques des GM dans le contexte des systèmes de recouvrements utilisés pour la restauration de sites miniers générateurs de DMA. Différents paramètres qui pourraient influencer la performance des GM ont ainsi été considérés, ce qui a mené à la définition des trois objectifs spécifiques (OS) du projet dans le but d'atteindre l'objectif principal :

OS1 : Déterminer l'effet des cycles de gel-dégel sur les propriétés des GM (voir Chapitre 4);

OS2 : Caractériser l'influence de l'exposition au DMA sur la durabilité des GM (voir Chapitre 5);

OS3 : Définir l'état de dégradation et la performance des GM en service à l'aide d'exhumations réalisés sur trois sites miniers existants (voir Chapitre 6).

Ainsi pour la réalisation de ces objectifs, des hypothèses de recherche ont été adoptées. La première hypothèse concerne la dégradation arrhénienne des GM pour pouvoir estimer la durabilité des GM avec les essais de dégradation à haute température (Koerner et al., 1992). Ainsi, la durée de vie des GM serait plus élevée quand la température de service des GM est basse.

Par ailleurs, les profondeurs auxquelles se situent les GM dans les systèmes de recouvrement construits pour la restauration de sites miniers, particulièrement en Abitibi, sont habituellement inférieures à la profondeur de pénétration du gel. On suppose pour la deuxième hypothèse que les GM subissent annuellement des cycles de gel-dégel qui influenceraient leurs propriétés mécaniques et hydrogéologiques (voir Chapitre 4).

Comme mentionné auparavant, la GM peut être en contact avec du DMA dans les systèmes de recouvrements, comme pour le cas des sites Poirier (Maurice, 2002) et Normétal (Maurice, 2012). La troisième hypothèse est que le DMA constituerait le liquide le plus défavorable face auquel la GM pourrait être en contact dans le contexte des recouvrements miniers. On suppose ainsi que le contact entre le DMA et la GM influencerait leur comportement chimique, mécanique et hydrogéologique (voir Chapitre 5).

D'autre part, même si la quantité d'échantillons exhumée dans le cadre de ce projet est infime par rapport à la surface totale des sites, on fait l'hypothèse que ces échantillons sont représentatifs de ce qui pourrait être retrouvé ailleurs sur les sites étudiés et qu'ils peuvent apporter des informations pertinentes par rapport à l'état de dégradation *in situ* des GM pour en estimer la durabilité (quatrième hypothèse) (voir Chapitre 6).

1.4 Organisation de la thèse, contributions scientifiques et implication de l'auteur

1.4.1 Organisation de la thèse

La présente thèse est divisée en 8 chapitres. Le premier chapitre consiste en une introduction générale qui met en contexte et présente la problématique qui a mené au projet de thèse. Le second chapitre se veut être une revue de littérature pertinente sur le DMA puis sur les géomembranes, leurs caractéristiques, leurs utilisations avec une emphase particulière sur les applications dans le domaine de la restauration des sites miniers, ensuite sur les GM en polyéthylène pour aboutir aux besoins de recherche. Le troisième chapitre présente une brève description du matériel et des méthodes utilisés dans le cadre de la thèse. Les quatrième, cinquième et sixième chapitre sont le cœur des travaux de cette thèse. Ils sont rédigés sous forme d'articles scientifiques qui ont été soumis à des revues avec comité de lecture. Ces articles sont rédigés en anglais.

De façon spécifique, le chapitre 4 présente l'article en rapport avec l'OS1 qui porte sur l'étude des effets des cycles de gel-dégel sur les propriétés des GM : «Effects of freeze-thaw cycles on the properties of polyethylene geomembranes». Cet article a été soumis au journal *Geosynthetics International* le 16 juillet 2021.

Le chapitre 5 est lié à l'OS2 et porte sur l'évaluation de l'effet de l'exposition des GM au DMA sur la durabilité des géomembranes. Il est intitulé : «Effects of acid mine drainage on the antioxidant depletion, tensile and fluid migration controlling properties of an HDPE geomembrane». Cet article a été soumis au journal le 28 juillet 2021.

Le chapitre 6 présente l'article rédigé en lien avec l'OS3 portant sur l'évaluation de la performance des GM en service. Le titre de cet article est : «Properties of three HDPE geomembranes installed 10, 13, and 20 years previously in mine site reclamation cover systems in Québec». Il a été soumis à la *Revue Canadienne de Géotechnique* le 26 juillet 2021.

Le septième chapitre est une discussion sur les différentes méthodes de caractérisation et de dégradation. Finalement, le huitième chapitre résume les conclusions générales de la thèse ainsi que les recommandations pour les futurs travaux sur les géomembranes dans les recouvrements pour la restauration des sites miniers.

Des compléments d'information sont également présentés dans les annexes et sont cités dans le corps de la thèse.

Deux articles de conférence ont également été rédigés dans le cadre de cette thèse et sont présentés en ANNEXES A et B. Ces articles de conférences ont été acceptés :

R.F.M. Rarison, M. Mbonimpa, B. Bussière, A. Maqsoud et S. Turcotte. 2021. Degradation state of a textured HDPE geomembrane exhumed ten years after their installation on the Aldermac site, QC, Canada. *74e Conférence Canadienne de Géotechnique GeoNiagara2021*, Niagara, Ontario, Canada. 26-29 septembre 2021.

R.F.M. Rarison, M. Mbonimpa, B. Bussière, A. Maqsoud et S. Turcotte. 2022. Properties of an HPDE geomembrane used for mine site reclamation: preliminary results 13 years after installation. *7th European Conference on Geosynthetics EuroGeo7*, Varsovie, Pologne, 4-7 septembre 2022.

Une partie de cette thèse a également fait l'objet d'un article de conférence rédigé par M. Mbonimpa, R. F. M. Rarison, B. Bussière et S. Pouliot, intitulé : Utilisation et longévité des

géomembranes en restauration des sites miniers, présenté lors du Symposium Virtuel 2021 sur l'environnement et les mines du 14 au 16 juin 2021, à Rouyn-Noranda, Québec, Canada. Cet article ne sera pas présenté dans cette thèse.

Un quatrième article de conférence sera également rédigé à partir des travaux de cette thèse pour la 12e conférence internationale des géosynthétiques qui se tiendra à Rome, Italie du 17 au 21 septembre 2023. Le résumé a été accepté et le titre de l'article est : «Maximum allowable strain evolution for HDPE geomembrane installed in covers used for mine site reclamation» avec la collaboration de R. F. M. Rarison, M. Mbonimpa, B. Bussière, A. Maqsoud, S. Turcotte et S. Pouliot.

1.4.2 Contributions scientifiques

Les principales contributions scientifiques découlant de cette thèse portent sur l'avancement des connaissances liées à la durabilité des GM comme barrière à l'eau et à l'oxygène, et ce, à l'échelle du matériau. Ces contributions sont exposées dans les trois articles de revue internationale avec comité de lecture (Chapitres 4, 5 et 6). L'originalité de ce projet réside dans l'évaluation de l'évolution des propriétés chimiques, mécaniques et hydrogéologiques des GM après des conditions d'exposition variées qui pourraient affecter la performance du matériau.

Ce projet de recherche a également permis de développer différents équipements nécessaires pour la réalisation de cette thèse (voir ANNEXE C) : i) un système de dégradation chimique des géomembranes qui pourra servir pour apprécier la compatibilité chimique des GM avec le milieu environnant; ii) un équipement qui permet de mesurer la conductivité hydraulique des GM, et iii) un équipement qui permet de mesurer les paramètres de diffusion et de sorption d'oxygène des GM.

Ce projet de recherche a finalement permis de développer une procédure d'échantillonnage et d'évaluation de la performance des GM déjà installées dans des systèmes de recouvrement utilisés pour contrôler le DMA (voir Chapitre 6).

1.4.3 Implication de l'auteur

L'auteur a été impliqué dans toutes les phases de la réalisation de ce projet de recherche s'inscrivant dans un des axes de recherche de la Chaire Industrielle CRSNG-UQAT sur la restauration des sites

miniers. La quasi-totalité des travaux de laboratoire et des traitements de données a été effectuée par l'auteur. Les travaux de laboratoire incluent : i) la dégradation chimique des géomembranes (de la fabrication à la neutralisation du DMA avec les rafraîchissements, en passant par les suivis hebdomadaires, et les extractions mensuelles); ii) les cycles de gel-dégel quotidien pour la dégradation physique des GM; et iii) les différents essais de caractérisation des GM qui seront présentés à la section 3.3. La partie des caractérisations de GM non réalisé par l'auteur a été réalisée à l'externe pour cause de bris d'équipement. La réalisation de ces travaux à l'externe a ainsi permis de situer les essais effectués à l'interne par rapport à ce qui se fait dans un laboratoire certifié. Les travaux de terrain pour l'exhumation des GM ont été menés par l'auteur.

La conception et la mise en service des différents équipements présentés à l'ANNEXE C ont été réalisées par l'auteur avec le soutien des techniciens de l'Unité de Recherche et de Service en Technologie Minérale (URSTM). Les analyses chimiques ont été réalisées par l'équipe de chimie de l'URSTM. Le soutien de l'équipe technique de l'URSTM a également permis de réaliser les travaux de terrains pour l'exhumation des GM.

L'auteur est aussi le principal rédacteur des articles de revue soumis et des articles de conférence acceptés.

CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE

La présente revue de littérature est divisée en 7 parties. La première partie sera consacrée au drainage minier acide. Les 4 parties suivantes porteront sur les géomembranes. Une partie sera dédiée aux GM en polyéthylène pour aboutir à la dernière partie sur les besoins de recherche.

2.1 Drainage minier acide

2.1.1 Génération du DMA

Les minéraux sulfureux rejetés après l'extraction des métaux de la roche peuvent s'oxyder et ainsi générer du drainage minier acide (DMA) qui nuit tant à l'homme qu'à l'environnement (Lottermoser, 2010; Simate & Ndlovu, 2014). Le DMA est caractérisé par 1) un pH très bas pouvant aller jusqu'à -3,6 (Nordstrom et al., 2015) et 2) une forte concentration en métaux et en sulfate (Aubertin et al., 2002).

Cette oxydation des minéraux sulfureux se produit en présence d'eau et d'oxygène suivant la réaction générale (2.1) suivante (Aubertin et al., 2002; Taylor et al., 2005; Blowes et al., 2014; Plante et al., 2020a) :

$$minéraux\ sulfureux + oxygène + eau \rightarrow hydroxyde\ ferrique + acide\ sulfurique \quad (2.1)$$

L'hydroxyde ferrique donne la couleur ocre au DMA. Quant à l'acide sulfurique en phase aqueuse, c'est elle qui contribue à abaisser le pH et ainsi favoriser la solubilité des métaux. Ce phénomène a étudié par Cravotta III (2008) comme indiqué sur la Figure 2.1 qui présente la solubilité de différents hydroxydes en fonction du pH à 25°C. Dans cette figure, quand l'activité est au plus bas, l'hydroxyde précipite. Par exemple, l'hydroxyde ferrique $Fe(OH)_3$ précipite vers un pH neutre aux alentours de 8 correspondant à l'activité minimale, et est de plus en plus soluble (augmentation de l'activité) avec la diminution ou l'augmentation du pH.

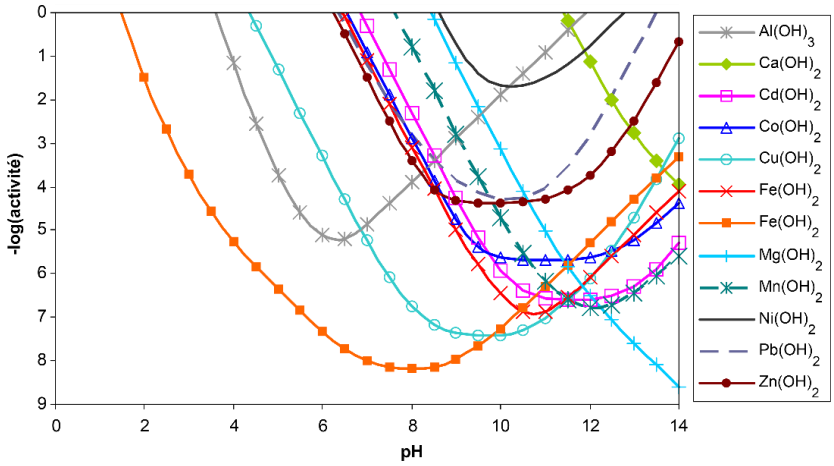


Figure 2.1 : Solubilité de différents hydroxydes en fonction du pH à 25°C (adaptée de Cravotta III, 2008)

Les principaux minéraux sulfureux suivant leur prédominance sont indiqués dans le Tableau 2.1.

Tableau 2.1 : Principaux minéraux sulfureux par ordre de prédominance (Skousen et al., 1998; Simate & Ndlovu, 2014)

Minéraux sulfureux	**Formule chimique**
Pyrite	FeS_2
Marcassite	FeS_2
Pyrrhotite	$Fe_{1-x}S$
Chalcocite	Cu_2S
Covellite	CuS
Chalcopyrite	$CuFeS_2$
Molybdénite	MoS_2
Millérite	NiS
Galène	PbS
Sphalérite	ZnS
Arsénopyrite	$FeAsS$

L'oxydation de la pyrite, qui est le minéral sulfureux le plus abondant dans la croûte terrestre (Skousen et al., 1998; Blowes et al., 2014; Simate & Ndlovu, 2014; Kefeni et al., 2017), permet de comprendre le phénomène de production du DMA qui a été largement documenté (Lowson, 1982; Evangelou & Zhang, 1995; Skousen et al., 1998; Nordstrom et al., 2000; Aubertin et al., 2002; Rimstidt & Vaughan, 2003; Johnson & Hallberg, 2005; Taylor et al., 2005; Neculita et al., 2007; Blowes et al., 2014; Simate & Ndlovu, 2014; Nordstrom et al., 2015; Kefeni et al., 2017). La pyrite peut s'oxyder suivant deux phénomènes : l'oxydation directe avec l'oxygène [réactions (2.2) à (2.5)] et l'oxydation indirecte avec le fer (III) [réaction (2.6)].

L'oxydation directe de la pyrite s'effectue en présence d'eau et d'oxygène suivant la réaction (2.2).

$$FeS_2 + \frac{7}{2}O_2 + H_2O \rightarrow Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 2H^+ \quad (2.2)$$

Cette réaction produit des ions H^+ et conduit à la diminution du pH et ainsi à l'oxydation du fer (II) en fer (III) suivant la réaction (2.3) quand le pH est inférieur à 4 :

$$Fe^{2+} + \frac{1}{4}O_2 + H^+ \rightarrow Fe^{3+} + \frac{1}{2}H_2O \quad (2.3)$$

Cette réaction (2.3) est d'autant plus accélérée en présence de bactéries *Acidithiobacillus ferrooxidans* qui sont plus actives avec un pH entre 2 et 4, augmentant l'oxydation du fer (II) en fer (III) avec un facteur supérieur à 10^6 (Brown et al., 2002). Le fer (III) précipitera à partir d'un pH de 2,3 à 3,5 entraînant ainsi la production de plus d'ions H^+ suivant la réaction (2.4) :

$$Fe^{3+} + 3H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 + 3H^+ \quad (2.4)$$

L'ensemble de ces trois réactions (2.2), (2.3) et (2.4) donne la réaction globale de l'oxydation directe de la pyrite :

$$FeS_2 + \frac{15}{4}O_2 + \frac{7}{2}H_2O \rightarrow Fe(OH)_3 + 2SO_4^{2-} + 4H^+ \quad (2.5)$$

Au fur et à mesure que le pH diminue, il y a plus de production de fer (III) suivant la réaction (2.3). Il peut ainsi y avoir une oxydation indirecte de la pyrite par le fer (III) qui se produit même en absence d'oxygène et avec une plus grande production d'ions H^+ suivant la réaction (2.6) :

$$FeS_2 + 14Fe^{3+} + 8H_2O \rightarrow 15Fe^{2+} + 2SO_4^{2-} + 16H^+ \quad (2.6)$$

Il est à noter que ces réactions d'oxydation sont exothermiques (Lowson, 1982; Sánchez-Andrea et al., 2014). La surveillance des températures à différentes profondeurs dans les résidus a ainsi été utilisé par Patterson et al. (2006) pour suivre les réactions d'oxydation des sulfures sur le site Kwinana en Australie. Une baisse de la température indiquerait ainsi une réduction des réactions d'oxydation des résidus.

2.1.2 Traitement du DMA

Le DMA est un problème majeur du domaine minier tant il est nuisible à l'homme et à l'environnement (Lottermoser, 2010; Simate & Ndlovu, 2014; Bussière & Guittonny, 2020a). Il est donc nécessaire de traiter les eaux contaminées en neutralisant le pH et en réduisant les concentrations en métaux pour atteindre les normes comme la Directive 019 (MDDEP, 2012) afin de protéger l'environnement. La méthode la plus utilisée est l'ajout d'alcalinité (Skousen et al., 2017) qui permet d'augmenter le pH et de faire précipiter les métaux, ce que l'on peut voir d'après les travaux de Cravotta III (2008) illustré sur la Figure 2.1. Il existe ainsi deux grandes familles de traitements : 1) les traitements actifs et 2) les traitements passifs. Les traitements actifs sont souvent utilisés pour traiter de grandes contaminations (voir Tableau 2.2). Ils peuvent être abiotiques par ajout de chaux avec aération ou biologique avec les bioréacteurs (Johnson & Hallberg, 2005; Taylor et al., 2005; Kefeni et al., 2017). Alors que les traitements passifs sont surtout utilisés dans le cas des sites abandonnés, ils peuvent également relayer les traitements actifs (qui coûtent cher) une fois que les contaminations sont réduites (Skousen et al., 1998; Taylor et al., 2005; Neculita et al., 2020). Ils peuvent également être abiotiques à l'exemple des drains anoxiques calcaires ou biotiques à l'exemple des réacteurs de composte (Johnson & Hallberg, 2005; Neculita et al., 2007; Skousen et al., 2017; Neculita et al., 2020).

Tableau 2.2 : Choix de la méthode de traitement (Taylor et al., 2005)

Traitement	**Acidité (kg $CaCO_3$/jour)**	**Débit (L/s)**	**pH avant traitement**	**pH après traitement**
Passif	1-150	<50	>2	7,5-8,0
Actif	1-50000	Sans limites	Sans limites	14

2.1.3 Mitigation du DMA en région froide

La mitigation du DMA permet de réduire la production de DMA et ainsi réduire la quantité d'eau à traiter et d'en limiter l'impact sur le milieu environnant. Il existe deux grands types de mitigation en région froide suivant le type de climat : 1) la mitigation en milieu tempéré et 2) la mitigation en milieu nordique (présence de pergélisol continu). La région froide est ici définie comme étant une région qui peut subir une pénétration du gel d'au moins 30 cm dans le sol; ou une région où le pergélisol est présent de façon continue ou discontinue (Andersland & Ladanyi, 2004; MEND, 2009, 2010, 2012).

2.1.3.1 Mitigation du DMA en milieu tempéré

L'objectif de la mitigation en milieu tempéré est de limiter au moins un des réactifs nécessaires à l'oxydation des minéraux sulfureux suivant la réaction (2.1). Il existe ainsi trois grandes familles de mitigation : l'enlèvement des minéraux sulfurés; la limitation des flux d'eau; et la limitation des flux d'oxygène.

a) Enlèvement des minéraux sulfurés

L'enlèvement des minéraux sulfurés, appelé désulfuration environnementale, est une technique qui vise à extraire un concentré de sulfure et constituer une partie de résidus désulfurés qui ne seront plus générateurs de DMA (Benzaazoua et al., 2000; Benzaazoua & Kongolo, 2003; Bois et al., 2005; Bussiere, 2007; Benzaazoua et al., 2008; Pabst & Demers, 2020). Cette extraction des sulfures est effectuée par flottation. Cette technique permet de faire une séparation gravimétrique des sulfures (qui ont une plus forte densité) des autres minéraux (plus légers) (Benzaazoua et al., 2000; Benzaazoua & Kongolo, 2003). Le principe de la désulfuration environnementale a été illustré par Bois et al. (2005) sur la Figure 2.2 où PA est le potentiel d'acidité et PN le potentiel de neutralisation. En réduisant ainsi la quantité de sulfures dans le résidu désulfuré, PA sera inférieur à PN et le résidu ne sera pas générateur d'acide. Le concentré de sulfures pourra alors être retourné sous terre avec le remblai en pâte cimenté (Bois et al., 2005).

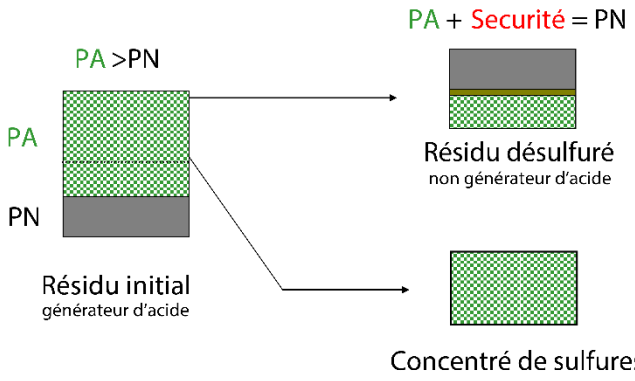


Figure 2.2 : Illustration de la désulfuration environnementale (adaptée de Bois et al., 2005)

b) Limitation des flux d'eau

La limitation des flux d'eau s'effectue grâce à des systèmes de recouvrements ayant une très faible conductivité hydraulique saturée (Maqsoud et al., 2020). La couche qui constitue la barrière à l'eau

peut être faite de différents types de matériaux tant naturels (argiles) que synthétiques (géocomposites bentonitiques et géomembranes).

Les matériaux naturels, notamment les argiles, ayant une très faible conductivité hydraulique saturée de 10^{-9} à 10^{-6} cm/s ont été utilisés sur des sites afin de constituer un recouvrement étanche au-dessus des stériles réactifs (Kuyucak, 2002; Johnson & Hallberg, 2005).

Les géocomposites bentonitiques (GCB) peuvent également être utilisés afin de constituer la couche de faible perméabilité (Bouazza, 2002; Meer & Benson, 2007; Bouazza & Bowders, 2010; Scalia & Benson, 2010). Les GCB sont composées d'une couche de bentonite comprise entre deux couches de géotextiles (Bouazza, 2002) et ont une conductivité hydraulique saturée de 10^{-9} à 10^{-7} cm/s (Meer & Benson, 2007). Il existe deux principaux types de bentonites : les bentonites calciques et sodiques. Ces derniers ont une plus faible conductivité hydraulique saturée (Gleason et al., 1997; Meer & Benson, 2007) et une meilleure capacité d'autoréparation (Bouazza, 2002), justifiant ainsi leurs plus larges utilisations par rapport aux bentonites calciques.

Les GM polymériques comme les GM en polyéthylène haute densité (PEHD) sont également utilisées afin de constituer des recouvrements étanches (Maurice, 2002, 2012; Power et al., 2017). Les GM ont une très faible perméabilité avec une conductivité hydraulique équivalente de 10^{-15} à 10^{-12} m/s (Koerner, 2012) et sont considérés comme imperméables (Scheirs, 2009), sauf en présence de défauts (Giroud et al., 1989; Benson et al., 1995; Touze-Foltz et al., 1999).

c) Limitation des flux d'oxygène

Il existe deux techniques principales afin de limiter l'accessibilité à l'oxygène : les recouvrements qui consomment l'oxygène et les recouvrements qui limitent la diffusion de l'oxygène.

Les recouvrements consommant de l'oxygène sont composés de matières organiques. Par exemple, sur le site East Sullivan, au Québec, le recouvrement est composé de matières organiques (copeaux de bois) pour consommer l'oxygène et ainsi limiter son accessibilité vers les résidus (Tassé & Germain, 2004; Rakotonimaro et al., 2015).

Il existe différents types de recouvrements pouvant limiter la diffusion de l'oxygène. Ces recouvrements se basent sur la faible diffusion de l'oxygène dans l'eau. En effet, le coefficient de diffusion effective de l'oxygène dans l'eau à 20 °C est de 2×10^{-9} m^2/s alors qu'il est de $1{,}8\times10^{-5}$ m^2/s dans l'air. Il existe ainsi les recouvrements en eau où les résidus sont mis en place sous un

plan d'eau (Awoh et al., 2013, 2020) et la technique de la nappe phréatique surélevée (souvent combinée à une monocouche) qui permet de garder les résidus proches de la saturation en eau (Demers et al., 2010; Ouangrawa et al., 2010; Pabst, 2020). Il y a également les couvertures avec effets de barrière capillaire où une couche de sol fin est placée sur une couche de sol grossier, générant ainsi les effets de barrière capillaire qui gardent la couche de sol fin presque saturée en eau (Bussière et al., 2001; Aubertin et al., 2002; Bussiere, 2007; Bussière et al., 2007; Maqsoud et al., 2007; Aubertin et al., 2016; Demers & Pabst, 2020b). La couche de sol fin est recouverte d'une couche de sol grossier afin de la protéger de l'évaporation). La couche de sol fin limite ainsi les flux d'oxygène vers les résidus (Mbonimpa et al., 2003). Des matériaux alternatifs comme les GCB (Aubertin et al., 2000; Bouazza, 2002; Bouazza & Vangpaisal, 2004) et les GM (Patterson et al., 2006; Power et al., 2017) permettent également de limiter les flux d'oxygène. Les GM diffèrent des autres matériaux par leur efficacité propre à réduire les flux de l'oxygène, même dans les milieux arides (Patterson et al., 2006), évidemment en absence de défauts.

2.1.3.2 Mitigation en milieu nordique

Le milieu nordique est caractérisé par le pergélisol continu ou discontinu et c'est seulement la couche superficielle du sol, appelé couche active, qui subit les cycles de gel-dégel (Dysli, 1991). Le pergélisol était défini comme étant un sol dont la température sur plusieurs années est en dessous de 0°C selon Dysli (1991). Cependant, cette définition a été revue par Rykaart et Hockley (2009) en définissant le nombre d'années où la température du sol est inférieure à 0°C à au moins 2 ans. Les méthodes de mitigation du DMA appliquées en milieu tempéré peuvent également être utilisées en milieu nordique (MEND, 2012), notamment les recouvrements en eau (MEND, 1997). La présence du pergélisol permet d'avoir une tout autre méthode de mitigation spécifique au milieu nordique : le recouvrement isolant. Le recouvrement isolant vise à intégrer les rejets dans le pergélisol afin de limiter la production de DMA (Kyhn & Elberling, 2001; Holubec, 2004; Coulombe et al., 2012; Boulanger-Martel, 2019; Boulanger-Martel et al., 2020). Lorsque l'épaisseur du recouvrement isolant installé au-dessus des résidus est supérieure à cette couche active, les résidus sous-jacents sont gardés gelés (intégrés dans le pergélisol). Elberling (2005) a démontré que l'intégration des résidus dans le pergélisol réduit la consommation d'oxygène des résidus. Par exemple sur la Figure 2.3 on voit que le taux de consommation d'oxygène est de 0,04 µmolO_2/g/h à +5°C alors qu'à -5°C il est de 0,009 µmolO_2/g/h. Cette réduction de la consommation

d’oxygène témoigne de la réduction de l’oxydation des résidus et ainsi la production de DMA suivant la réaction généralisée (2.1).

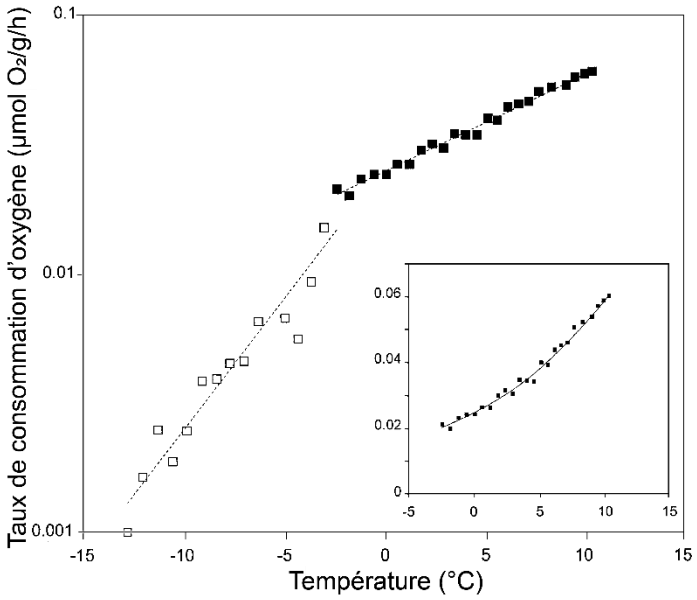


Figure 2.3 : Consommation d’oxygène en fonction de la température (adaptée d’Elberling, 2005)

Cependant, le domaine minier, particulièrement la restauration des sites, est sensible aux changements climatiques (Bussiére & Hayley, 2010; Pearce et al., 2011; Bussière & Guittonny, 2020b). À cause des changements climatiques, il faudrait une plus grande épaisseur de couche isolante pour pouvoir en compenser l’effet. Une plus grande épaisseur nécessiterait ainsi une plus grande quantité de matériaux et la méthode serait dispendieuse à mettre en œuvre. Des méthodes alternatives sont ainsi en développement telles que les recouvrements isolants avec effet de barrière capillaire (Boulanger-Martel, 2019) ou l’utilisation de systèmes de recouvrement avec GM. Par exemple, la mine Raglan qui avait pour plan initial de restaurer son parc à résidus avec un recouvrement isolant envisage différentes alternatives, dont l’utilisation d’un recouvrement avec GM pour limiter la génération de DMA. Une cellule expérimentale d’un système de recouvrement avec GM y est ainsi à l’étude depuis 2012 (Mine Raglan, 2015).

Les GM sont ainsi utilisées en milieux froids, autant en milieu tempéré que nordique. Ce matériau est au centre de ce projet de thèse et fera l’objet de la suite de cette revue de littérature.

2.2 Généralité sur les géomembranes

Par définition, selon l'ASTM D883 (2005a) : « une GM est un géosynthétique essentiellement imperméable composé d'une ou de plusieurs feuilles synthétiques » et « un géosynthétique est un produit plan manufacturé à partir de matériaux polymères utilisés en contact avec du sol, de la roche, de la terre ou tout autre matériau de géotechnique comme partie intégrante d'un ouvrage, d'une structure ou d'un système ».

L'objectif de l'utilisation des GM est ainsi d'apporter l'imperméabilité à un ouvrage, une structure ou un système pour limiter les flux de fluides (liquides et/ou gaz) et pour contenir les différents contaminants (Rollin et al., 2002; Rowe et al., 2004; Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012).

Dans cette section, la composition, la structure, les différents types ainsi que l'utilisation des GM seront traités.

2.2.1 Composition des géomembranes

Les GM sont formées de la résine constituant le squelette du matériau et des additifs chimiques tels que le noir de carbone et les antioxydants (AO) pour apporter des propriétés spécifiques et pour protéger le matériau (Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Scheirs, 2000; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012).

2.2.1.1 Résine

La résine (polymère) est un produit synthétique organique qui résulte de la polymérisation d'un monomère[1] avec des α-oléfines[2] (co-monomère). Elle constitue ainsi le squelette de la GM (Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). La Figure 2.4 constitue un exemple de la polymérisation de l'éthylène d'où dérivent les différents GM en polyéthylène qui seront particulièrement traités dans la section 2.6. Dans cette figure : les molécules d'éthylène sont polymérisées afin de donner des chaines carbonées de polyéthylènes (Figure 2.4.a), ces chaines

[1] Monomère : substance organique utilisée pour la synthèse des polymères au cours d'une réaction de polymérisation

[2] α-oléfines : alcènes dont la double liaison se situe en position primaire ou alpha (α)

(Figure 2.4.b) s'agglomèrent par la suite afin de donner des chaines multiples (Figure 2.4.c) (Scheirs, 2009).

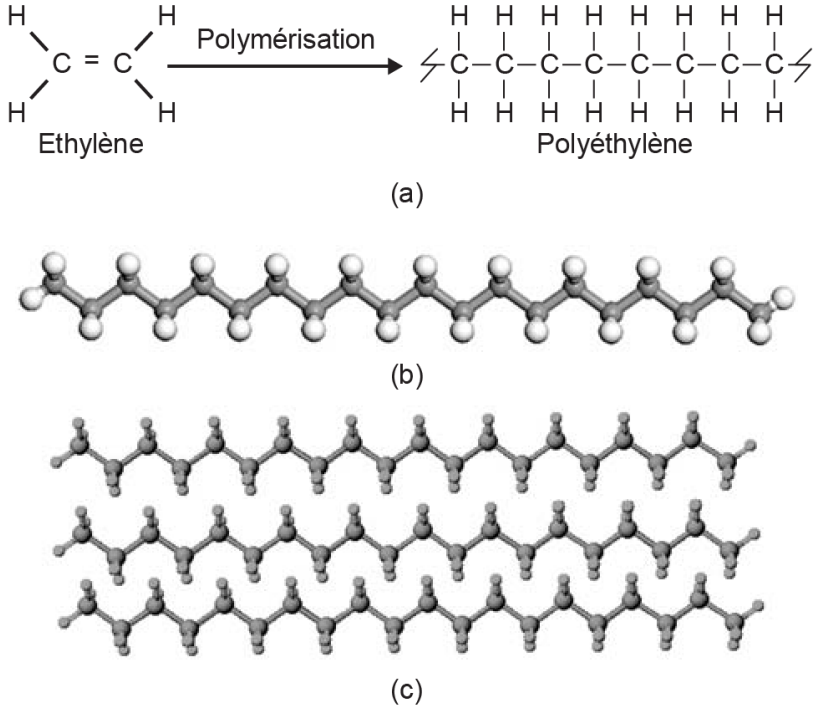


Figure 2.4 : Schématisation de la polymérisation de l'éthylène (a), illustrations d'une chaine de polyéthylène (b) et des chaines multiples (c) (adaptée de Scheirs, 2009)

Il existe deux modes de polymérisation : la polymérisation radicalaire et la polymérisation catalytique. La polymérisation radicalaire est la plus ancienne des procédés de fabrication de matériaux plastiques (utilisée depuis les années 30) aussi appelée polymérisation à haute pression. Dans ce procédé, l'oxygène ou un autre générateur de radical libre déclenche la polymérisation de la résine à haute température (supérieure à 275 °C) et à haute pression (supérieure à 280 MPa). Le polymère résultant de ce procédé présente une structure entrelacée formée de courtes chaines carbonées, ce qui leur confère une plus faible densité (Müller, 2007). Quant à la polymérisation catalytique, impliquant l'utilisation d'un catalyseur métallique, elle permet la polymérisation de la résine à plus basse température (inférieure à 200 °C) et à faible pression (inférieure à 10 MPa). Le polymère produit à partir de ce type de procédé a ainsi une structure linéaire avec des chaines carbonées plus longues. La résine a ainsi une plus grande densité et une plus grande cristallinité comme les résines en polyéthylène haute densité par exemple (Müller, 2007).

La Figure 2.5 est une illustration des résines des GM les plus utilisées : il s'agit du polyéthylène (PE), du chlorure de polyvinyle (CPV), du polyéthylène sulfuro-chloré (PESC), du polypropylène (PP) et de l'éthylène-propylène-diène monomère (EPDM). Les molécules, par exemple l'éthylène pour les GM en PE, se répètent n fois pour constituer la chaine carbonée formant la GM. Les éléments différenciant les résines sont entourés de cercle gris. Par exemple, la différence entre les résines de PE et de CPV est le remplacement d'un atome d'hydrogène par un atome de chlore. La différence entre les résines de PE et de PP est que l'atome d'hydrogène est remplacé par une molécule de méthylène.

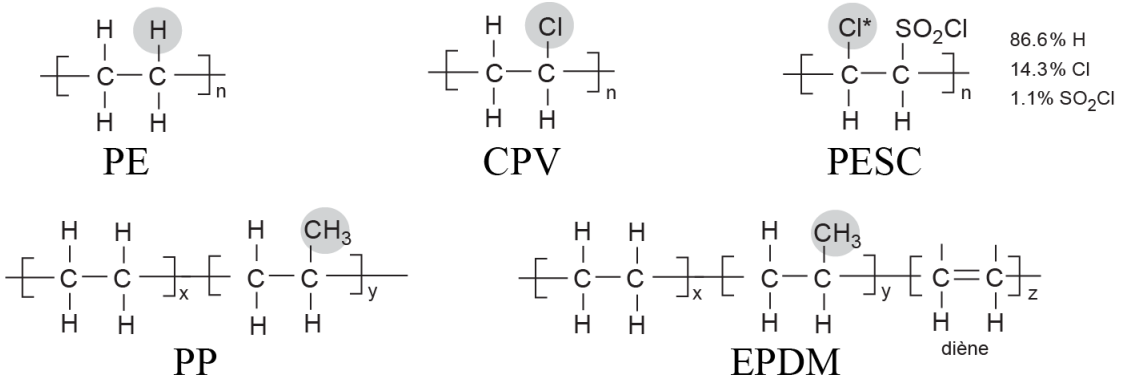


Figure 2.5 : Résines des principaux GM (adaptée de Scheirs, 2009)

Cependant, les différentes résines sont sensibles 1) aux rayons solaires et surtout les rayons ultraviolets (UV) (Hsuan & Koerner, 1998; Scheirs, 2000, 2009) provoquant la décoloration, la fragilité, voire la fissuration des GM (Rowe & Sangam, 2002) et 2) à l'oxydation conduisant à la dégradation du matériau (Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Scheirs, 2000; Rowe & Sangam, 2002; Scheirs, 2009). Différents additifs sont ainsi ajoutés à la résine pour apporter des protections au matériau : le noir de carbone protège des rayons UV et les AO retardent l'oxydation du matériau.

2.2.1.2 Noir de carbone

Comme il a été vu plus haut, le noir de carbone apporte à la GM une protection contre les rayons UV qui peuvent affaiblir la résine, surtout lors de l'installation (Accorsi & Romero, 1995). Le noir de carbone apporte ainsi l'opacité à la GM qui empêche les rayons UV de pénétrer dans la structure du polymère. Plus l'opacité est élevée, plus la GM sera stable vis-à-vis des rayons UV (Hsuan & Koerner, 1998). La Figure 2.6 illustre la structure du noir de carbone.

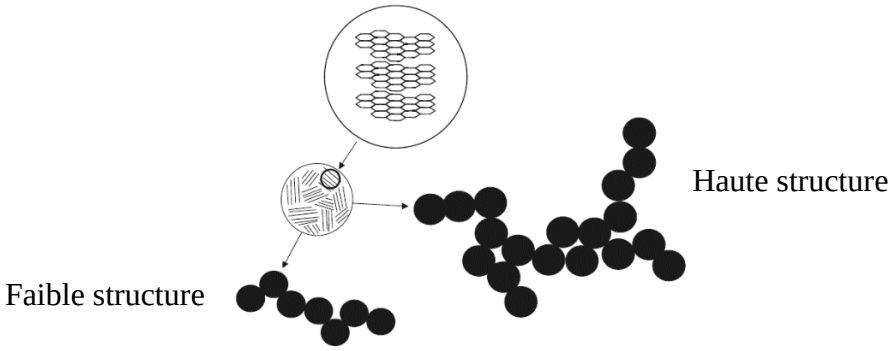


Figure 2.6 : Illustration de la structure du noir de carbone (adaptée de Müller, 2007)

Les particules primaires de noir de carbone (cercles noirs sur la Figure 2.6) sont constituées par l'empilement de couches dans lesquelles les atomes de carbones sont disposés en réseau hexagonal. La distance entre les couches est d'environ 3,5 Å et la taille des empilements est d'environ 2 nm donnant naissance à des particules primaires de 10 à 100 nm de diamètre. Les particules primaires s'agglomèrent dans des agrégats primaires (les noirs de carbone) qui peuvent également s'agglomérer. Suivant la taille et la complexité des agglomérats, on distingue les noirs de carbone de faible et de haute structure telles que montrées respectivement sur les schémas de gauche et de droite haute sur la Figure 2.6. La Figure 2.7 donne une idée de la quantité de noir de carbone introduite dans la résine pour la fabrication de GM en polyéthylène haute densité (PEHD) qui est la variété de GM la plus utilisée au monde (Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012).

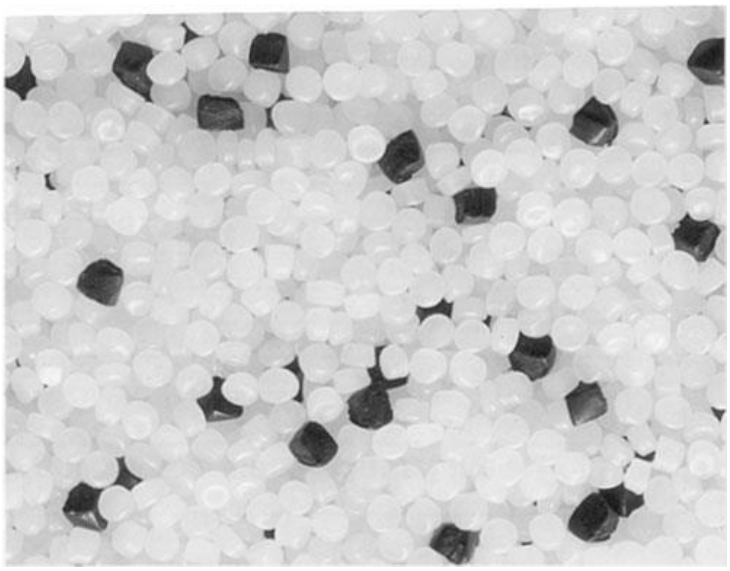


Figure 2.7 : Mélange de granules de résine de PEHD (en blanc) avec du noir de carbone (Daniel & Koerner, 2007)

2.2.1.3 Antioxydants

Les antioxydants (AO) sont des additifs de la GM dont le rôle est de retarder l'oxydation de la GM autant lors de sa fabrication que pendant sa durée de service. L'oxydation des GM est une réaction en chaine qui peut être représentée en deux cycles A et B illustrés sur la Figure 2.8. Le cycle A correspond à la réaction d'oxydation en chaine du polymère RH alors que le cycle B présente la réaction en chaine d'homolyse des hydroperoxydes $ROOH$. Ces réactions en chaine seront revues plus en détail à la section 5.2.

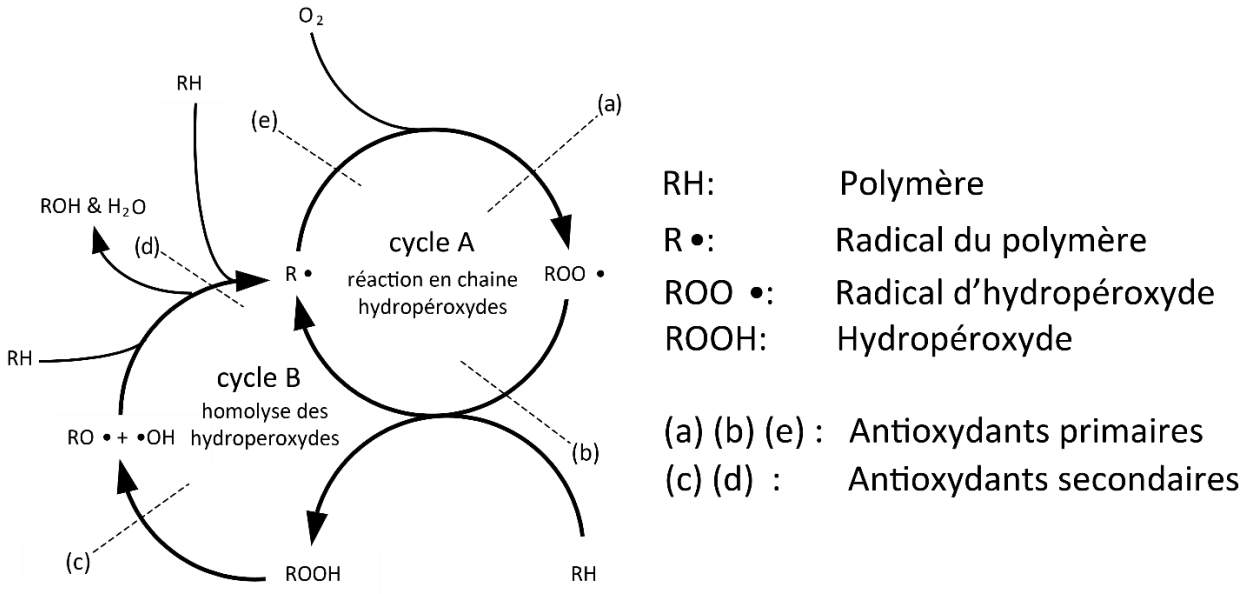


Figure 2.8 : Réaction d'oxydation en chaine de la résine en polyéthylène et le rôle des AO (adaptée de Grassie & Scott, 1985 et Rowe & Sangam, 2002)

Il existe deux types d'AO : les AO primaires (traits a, b et e sur la Figure 2.8) et les AO secondaires (traits c et d sur la Figure 2.8). Les AO primaires, comme les phénols encombrés et les amines encombrées, ont pour rôle de désactiver les radicaux libres : $ROO\cdot$, $RO\cdot$ et $OH\cdot$ en les stabilisant en $ROOH$, ROH et H_2O. Ces radicaux libres sont produits lors de l'oxydation de la résine constituant la GM. Quant aux AO secondaires, comme les phosphites et les thiosynergistes, ils ont pour rôle de décomposer les hydroperoxydes ($ROOH$) en alcool stable (ROH) afin d'éviter la formation d'autres radicaux libres (Hsuan et al., 2008). Ces deux types d'AO sont actifs à des plages de températures différentes selon le produit utilisé comme illustré à la Figure 2.9. Par exemple, les phénols encombrés sont actifs pour toutes les températures de 0 à 300 °C. Lors de la fabrication des GM avec des plages de températures supérieures à 150 °C, ce sont les phosphites

et les phénols encombrés qui sont sollicités. Les thiosynergistes, les phénols et amines encombrés seront sollicités à partir de la phase de refroidissement après la fabrication des feuilles et aussi lors de l'installation et de la mise en service des GM (Hsuan et al., 2008). Il est à noter que les AO sollicités lors de la mise en service (particulièrement les thiosynergistes et les amines encombrés) sont susceptibles de s'évaporer à partir d'une température de 95 °C (Abdelaal & Rowe, 2014). Cette température ne peut être dépassée lors des installations et de la mise en service des GM, mais elle constitue une limite à ne pas dépasser dans les essais de dégradation réalisés au laboratoire pour accélérer le vieillissement des GM (voir section 2.6.5.2 et Chapitre 5) afin de ne pas modifier la composition de la GM (Hsuan et al., 2008).

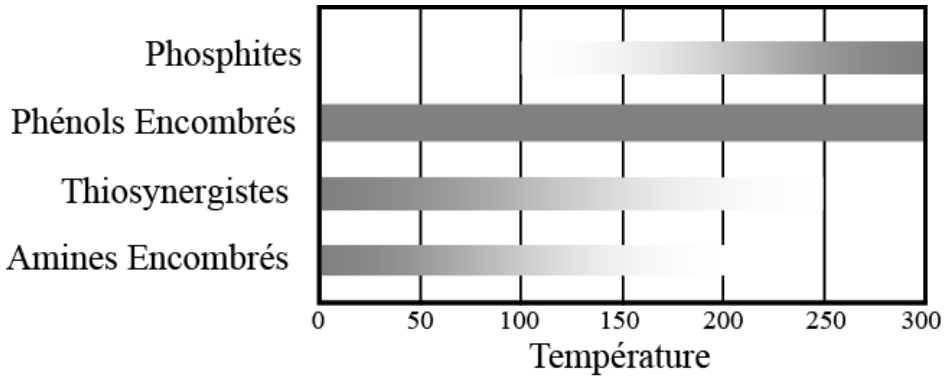


Figure 2.9 : Plage de température d'activité des quatre types d'AO (adaptée de Hsuan et al., 2008)

2.2.2 Structure des géomembranes

Les différentes méthodes de polymérisation conduisent à des longueurs de chaines carbonées et à des agencements différents (Müller, 2007). Il existe ainsi deux modes d'agencement : les agencements ordonnés où les chaines carbonées se regroupent et forment ainsi la zone cristalline (cristallite), et les agencements aléatoires où les chaines carbonées s'enroulent et s'enchevêtrent et forment ainsi la zone amorphe (Scheirs, 2000, 2009). La Figure 2.10 montre cette structure des GM avec les cristallites et les molécules liantes constituant un pont entre les cristallites.

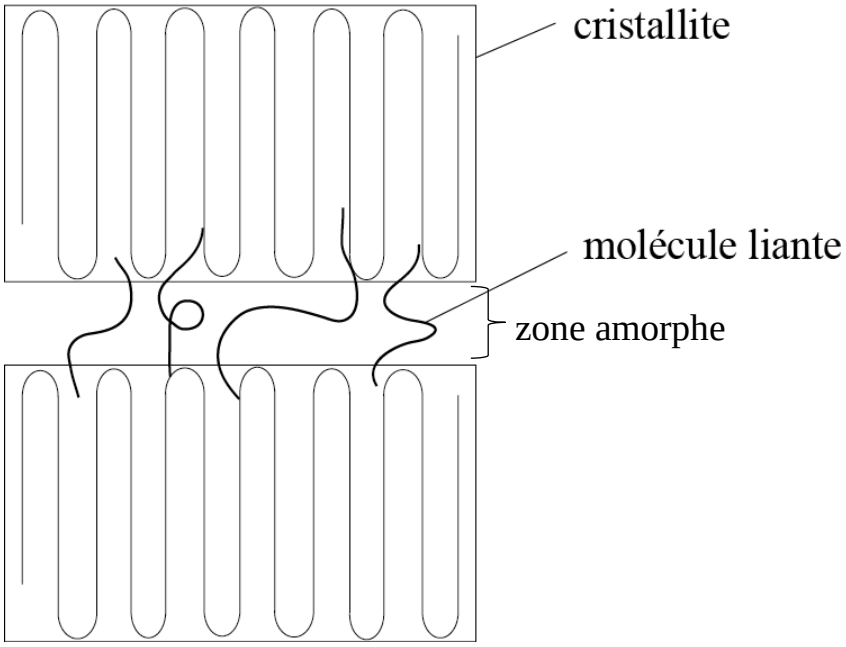


Figure 2.10 : Structure générale des GM (adaptée de Scheirs, 2009)

La proportion massique entre la zone cristalline et la zone amorphe est appelée cristallinité. La détermination de ce paramètre est faite indirectement par analyse enthalpique différentielle (voir section 2.3.2.3). Ce paramètre est très important, car plus la cristallinité est élevée, plus la GM aura une meilleure résistance chimique (Scheirs, 2000; Müller, 2007; Scheirs, 2009) et une meilleure imperméabilité tant à l'eau qu'aux différents gaz et polluants (Sangam & Rowe, 2001; Scheirs, 2009). Cependant, plus la cristallinité est élevée, plus la GM sera sensible à la fissuration sous contrainte (voir section 2.3.3.7). Le Tableau 2.3 montre les valeurs moyennes de la cristallinité de quelques polymères. Ces valeurs indiquent également la corrélation entre la densité et la cristallinité, notamment avec les différents polymères en PE avec des cristallinités à 55 % pour le PEHD (appelée ainsi polymère semi-cristallin), à 40 % pour les polyéthylènes de moyenne densité (PEMD) et à 15 % pour les polyéthylènes de basse densité linéaire (PEBDL). Ces trois types de polyéthylène sont définis ci-après à la section 2.2.3.

Tableau 2.3 : Cristallinité des polymères constituants les GM (adaptée de Scheirs, 2009)

Type de polymère	**Cristallinité (%)**
PEHD	55
PEMD	40
PEBDL	15
PPf	5
CPV	0

2.2.3 Différents types de géomembranes

Il existe plusieurs variétés de GM, suivant la nature de la résine utilisée pour leur fabrication (voir Figure 2.5) (Rollin et al., 2002; Scheirs, 2009). Il peut également y avoir un classement des GM fabriquées à partir de la même résine, mais avec des densités (ρ) différentes. Par exemple pour les GM en polyéthylènes, il y a : les GM en PEHD avec $\rho > 0{,}940$ g/cm^3, les GM en PEMD avec $0{,}926$ g/cm$^3 \leq \rho \leq 0{,}940$ g/cm^3 et les GM en PEBDL avec $0{,}919$ g/cm$^3 \leq \rho \leq 0{,}926$ g/cm^3 (ASTM, 2005a). La différence de densité conduit également à différentes propriétés montrées à la Figure 2.11. Avec l'augmentation de la densité, il y a un gain de rigidité du matériau, une augmentation de la résistance à la traction et de la résistance chimique; tandis qu'il y aura une perte de flexibilité, une baisse de la résistance à la fissuration sous contrainte ainsi qu'une baisse de la perméabilité.

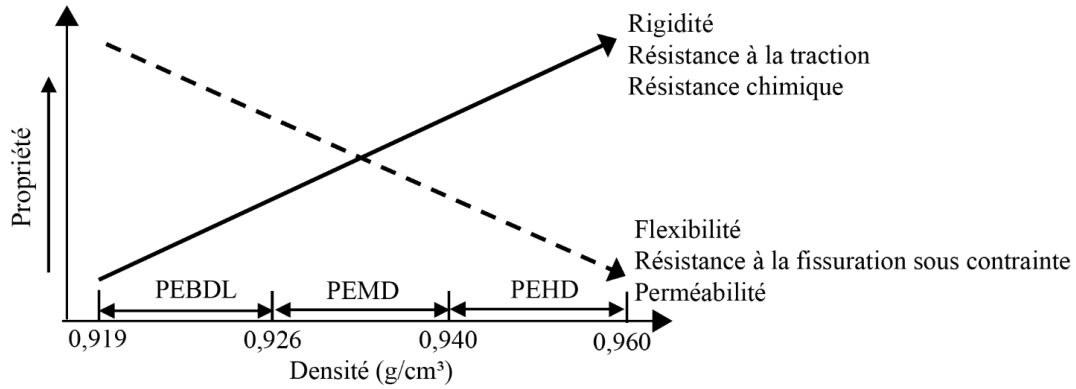


Figure 2.11 : Évolution des propriétés des GM en polyéthylène avec la variation de la densité (adaptée de Hsuan et al., 2008)

Il existe également un classement des GM fabriquées à partir de la même résine suivant leur rigidité : les GM flexibles faites de polypropylène flexible (PPf), les GM souples obtenues à partir du polypropylène souple (PPs) (Scheirs, 2009). Les GM peuvent également être renforcées à l'aide d'insertion d'un système de grille tissée entre deux couches de GM comme l'EPDM renforcé (EPDM-R) et le PESC renforcé (PESC-R) par exemple (Daniel & Koerner, 2007; Koerner, 2012). Les GM, généralement fabriquées avec des faces lisses, peuvent également être texturées afin d'apporter une meilleure résistance au cisaillement et ainsi une meilleure stabilité dans les pentes (Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Le Tableau 2.4 montre des exemples de valeurs de l'angle de frottement entre les GM (texturée et lisse) et différents sables de référence. Par exemple pour les GM en PEHD, avec le sable à béton, l'angle de frottement passe de 18° pour une GM lisse à 30° pour une GM texturée.

Tableau 2.4 : Valeurs de l'angle de frottement GM-sable (Koerner, 2012)

Géomembrane		**Type de sol**		
		Sable à béton $\phi = 30°$	**Sable d'Ottawa** $\phi = 28°$	**Sable de micaschiste** $\phi = 26°$
PEHD	texturée	30°	26°	22°
	lisse	18°	18°	17°
CPV	texturée	27°	-	25°
	lisse	25°	-	21°

La texture de la GM peut être obtenue soit par laminage pour obtenir une texture régulière soit par soufflage conduisant à une texture irrégulière comme illustrées sur la Figure 2.12. Toutefois, les GM texturées ont une plus faible résistance en traction et au poinçonnement que les GM lisses fabriquées à partir de la même résine (Scheirs, 2009) et une durée de vie plus faible (Morsy & Rowe, 2019).

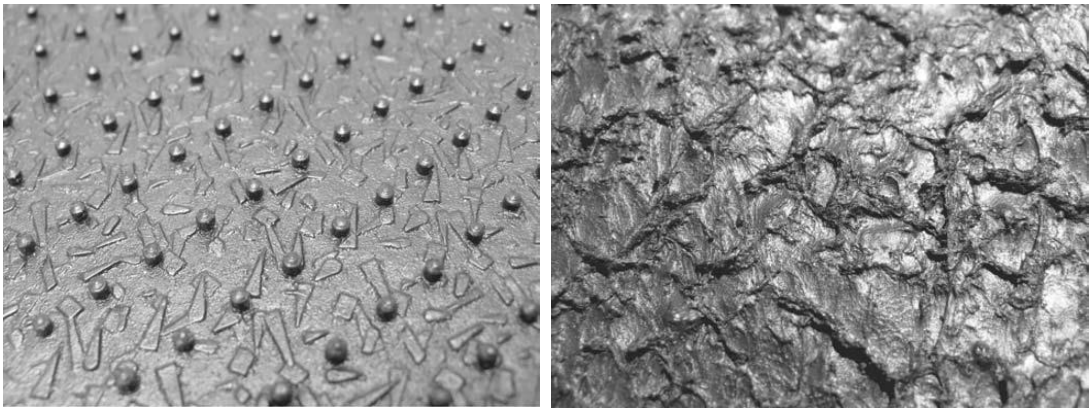


Figure 2.12 : Géomembranes texturées par laminage (à gauche) et par soufflage (à droite) (Scheirs, 2009)

Les fabricants de GM proposent ainsi une large gamme de produits suivant le besoin des utilisateurs. Le Tableau 2.5 montre un comparatif entre différentes GM par ordre d'utilisation. La bonne résistance chimique, la bonne résistance des soudures ainsi que la bonne résistance mécanique des GM en PEHD expliquent notamment le fait qu'elles soient les plus populaires (Rollin et al., 2002; Scheirs, 2009) malgré les différents inconvénients comme la sensibilité à fissuration sous contrainte. La balance entre avantages et inconvénients pourrait justifier les choix du matériau. Par exemple, les GM en PEBDL, qui ne sont pas sensibles à la fissuration sous contrainte, ont une faible résistance chimique. Ces deux types de GM (PEHD et PEBDL) feront l'objet d'une compréhension et d'une comparaison détaillées à la section 2.6.

Tableau 2.5 : Avantages et inconvénients des GM les plus utilisées (modifié à partir de Scheirs, 2009)

Géomembrane	Avantages	Inconvénients
PEHD	Bonne résistance chimique Bonne résistance des soudures Bonne résistance mécanique à basse température	Sensible à la fissuration sous contrainte Coefficient d'extension thermique élevé Faible résistance au poinçonnement Faibles résistances multiaxiales
CPV	Facilité d'installation Bonne résistance au cisaillement Bonne résistance au poinçonnement Bonne résistance à la fissuration sous contrainte	Faible résistance chimique Faible résistance aux UV et à l'ozone Sensible aux intempéries
PEBDL	Meilleure flexibilité que le PEHD Facilité d'installation par rapport au PEHD Bonne résistance à la fissuration sous contrainte Bonnes résistances multiaxiales	Faible résistance aux UV Faible résistance chimique
PESC	Résistance à l'UV et à l'ozone Bonne performance en climat froid Bonne résistance aux acides	Difficulté de soudure
PPf	Facilité d'installation Excellentes résistances multiaxiales	Faible résistance aux hydrocarbures et à l'eau chlorée
EPDM-R	Bonne résistance aux UV et à l'ozone Bonne résistance mécanique Bonne performance en climat froid	Faible résistance aux huiles, aux hydrocarbures et aux solvants Faible résistance des soudures

2.2.4 Sélection des géomembranes

Le choix de la GM à utiliser se base sur trois principaux critères suivant l'objectif de l'utilisation : la résistance chimique, la résistance mécanique et la capacité de transfert de masse.

2.2.4.1 Résistance chimique

Le premier critère de sélection est de savoir si la GM est compatible avec la substance face à laquelle elle pourrait être exposée. Les tests sur la résistance chimique seront vus à la section 2.3.2. Le Tableau 2.6 montre des exemples de compatibilité de différentes GM avec plusieurs éléments chimiques avec lesquels les GM peuvent être exposées. Dans ce tableau, deux cas ont été étudiés par Vandervoort (1992) : le premier cas (à 38 °C) où les déchets stockés sont inertes et ne dégagent

pas de chaleur et le second cas (à 70 °C) où les déchets stockés peuvent se décomposer et produire de la chaleur. Ces conditions de températures (suivant la réactivité des déchets) pourraient ainsi influencer la compatibilité chimique des GM. Dans ce tableau, le chiffre «1» indique une compatibilité et inversement pour le chiffre «0». La compatibilité de la GM en PEHD avec un grand nombre d'éléments chimiques, quelle que soit la réactivité des déchets, peut ainsi expliquer le fait qu'elle soit la plus utilisée (Rollin et al., 2002). La réactivité des déchets ne permet pas, par exemple d'utiliser, les GM en EPDM-R avec les solvants chlorés alors que cela aurait été possible avec des déchets inertes; ou encore les GM en PESC-R qui étaient compatibles avec des acides organiques et inorganiques ainsi que les métaux lourds et les sels si les déchets étaient inertes, mais qui ne conviennent plus si les déchets étaient réactifs.

Tableau 2.6 : Compatibilité chimique de quelques géomembranes (Vandervoort, 1992)

Éléments chimiques	**Type de GM**							
	PEHD		**CPV**		**PESC-R**		**EPDM-R**	
	38°C	70°C	38°C	70°C	38°C	70°C	38°C	70°C
Hydrocarbures aliphatiques	1	1	0	0	0	0	0	0
Hydrocarbures aromatiques	1	1	0	0	0	0	0	0
Solvants chlorés	1	1	0	0	0	0	1	0
Solvants oxygénés	1	1	0	0	0	0	0	0
Solvants de pétrole brut	1	1	0	0	0	0	1	1
Alcools	1	1	1	1	0	0	0	0
Acides organiques	1	1	1	1	1	0	1	1
Acides inorganiques	1	1	1	1	1	0	1	1
Métaux lourds	1	1	1	1	1	0	1	1
Sels	1	1	1	1	1	0	0	0

2.2.4.2 Résistance mécanique

Le second critère de sélection est de savoir si la GM a les résistances mécaniques (ces différentes propriétés mécaniques seront vues à la section 2.3.3) nécessaires pour résister aux différentes contraintes mécaniques. Ces contraintes peuvent provenir du poids des terres sus-jacentes ou encore des tassements par exemple. Plus particulièrement, les tassements induisent des contraintes en traction dans la GM et peuvent conduire à la fissuration de la GM même à des contraintes inférieures à la résistance en traction du matériau. En effet, des fissurations peuvent être générées même en étant dans le domaine élastique du matériau si la GM est soumise à une contrainte de traction constante : c'est la fissuration sous contrainte (Hsuan et al., 1993; Müller, 2007). Les GM

en PEHD (qui sont les plus utilisées) sont notamment connues pour être susceptibles à cette fissuration sous contrainte (Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012).

La Figure 2.13 montre par exemple la relation proportionnelle entre la résistance à la traction et la résistance à la déchirure. Cette figure illustre également que le renforcement des GM accroît grandement les résistances mécaniques des GM. Par exemple, la résistance à la traction du PPf est d'environ de 16 MPa (soit 24 N/mm si la GM avait une épaisseur de 1,5 mm) et une résistance à la déchirure d'environ 60 N alors que la résistance à la traction du PPf-R est d'environ 36 MPa (ou 54 N/mm si la GM avait une épaisseur de 1,5 mm) et une résistance à la déchirure d'environ 240 N.

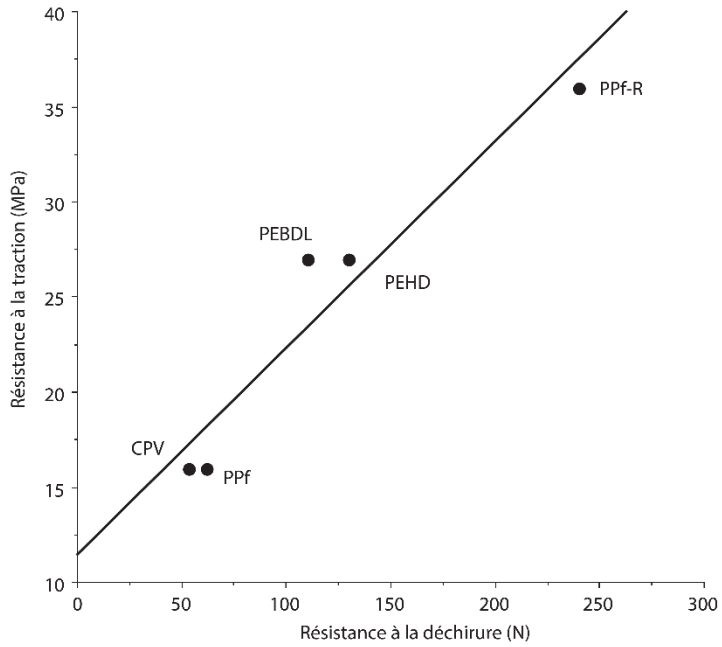


Figure 2.13 : Relation entre la résistance à la déchirure en fonction de la résistance à la traction de quelques GM (adaptée de Scheirs, 2009)

2.2.4.3 Capacité de transfert de masse

Le troisième critère de sélection est de savoir si la GM arrive à contenir les polluants ou à contrôler les flux de fluides dépendamment de sa capacité de transfert de masse : la perméabilité aux liquides et les propriétés de sorption/diffusion des différents éléments. Ces propriétés seront vues à la section 2.3.4. La capacité de transfert de masse est une fonction de la cristallinité (cf. Tableau 2.3), car moins il y aura de zones amorphes, plus les zones de transfert de masse seront réduites (Müller, 2007; Scheirs, 2009), et de la densité, notamment car la perméabilité diminue au fur et à mesure que la densité augmente telle qu'illustrée sur la Figure 2.11.

2.3 Caractéristiques des géomembranes

Cette section a pour but de définir les différentes propriétés des GM couramment utilisées pour les caractériser (propriétés physiques, chimiques, mécaniques et de transfert de masse) ainsi que les différents essais pour les déterminer.

2.3.1 Propriétés physiques

Différentes propriétés (ou paramètres) permettent de caractériser l'aspect physique de la GM : son épaisseur, son coefficient de dilatation thermique et sa densité.

2.3.1.1 Épaisseur

Suivant le type de GM, une large gamme d'épaisseurs nominales peuvent être retrouvées sur le marché : de 0,75, 1,00, 1,25, 1,50, 2,00, 2,50 et de 3,00 mm pour les GM en PE (GRI GM13, 2021a; GM17 2021b) et de 0,91, 1,14 et de 1,52 mm pour les GM renforcées en PPf (GRI GM18, 2015) et en EPDM (GRI GM28, 2013). L'épaisseur influence non seulement les propriétés mécaniques (GRI GM13, 2021a; GM17 2021b), mais également la durabilité des GM comme il sera vu dans la section 2.6.5.3. Les mesures des épaisseurs sont faites en utilisant des jauges pouvant appliquer une certaine contrainte définie par-dessus la GM. Cette contrainte est définie par les différentes normes dépendamment de type de GM (ASTM D1593, 1999a; D751, 2006a; D5994, 2015f; D5199, 2019c). Les différentes méthodes sont résumées dans le Tableau 2.7.

Tableau 2.7 : Méthode de mesure de l'épaisseur des GM (modifié de Scheirs, 2009)

Norme	Méthode	Utilisation
ASTM D1593 (1999a)	L'épaisseur est considérée comme étant le résultat de la division de la masse d'un échantillon carré de 100 mm de côté divisée par sa densité volumique et son aire.	GM en PVC
ASTM D751 (2006a)	L'épaisseur est mesurée avec une presse de 9,52 mm de diamètre appliquant une pression de 23,5 kPa sur l'échantillon.	GM renforcées
ASTM D5199 (2019c)	L'épaisseur est mesurée avec une jauge dont le pied a un diamètre de 6,35 mm appliquant une pression de 20 kPa (pour les GM plus flexibles comme les PEDBL) ou 200 kPa (pour les GM plus rigides comme les GM en PEHD).	GM lisses
ASTM D5994 (2015f)	L'épaisseur est mesurée avec une jauge ayant des pointes coniques avec un angle d'ouverture de 60° appliquant une charge de 0,56 N	GM texturées

2.3.1.2 Coefficient de dilatation thermique

La dilatation thermique des GM est la propriété de la GM de se détendre quand la température augmente et de se contracter quand la température diminue. Le coefficient de dilatation thermique (CDT) est déterminé suivant les normes ASTM D1042 (2017a) (en tenant compte de l'humidité) ou D1204 (2020b) (à humidité relative fixe de 50 %). Au cours de l'essai, la longueur initiale de l'échantillon L_0 est notée à une température donnée T_0. La longueur L est par la suite remesurée après avoir soumis la GM à une température différente T. Le coefficient de dilatation thermique est le coefficient de proportionnalité entre la déformation unitaire $((L-L_0)/L_0)$ et la différence de température $(T-T_0)$ et est défini par l'équation (2.7) :

$$CDT = \frac{\frac{L - L_0}{L_0}}{T - T_0} \tag{2.7}$$

CDT est donné en unité de longueur par unité de longueur par unité de température (par exemple en $cm \times cm^{-1} \times °C^{-1}$).

La Figure 2.14 montre les CDT de différents types de GM en fonction de la température. Par exemple à 20 °C, les CDT des GM en PEDL, PEHD, PPf, CPV et en PPf-R sont respectivement d'environ 19×10^{-5}, 15×10^{-5}, $9{,}5 \times 10^{-5}$, $9{,}5 \times 10^{-5}$ et 2×10^{-5} $cm \times cm^{-1} \times °C^{-1}$. Le renforcement des GM permettrait ainsi de réduire le CDT. Plus le coefficient est bas, moins la GM est susceptible de se dilater et de générer de plis, ce qui représente un avantage. Cet aspect sur les plis sera vu à la section 2.6.3.

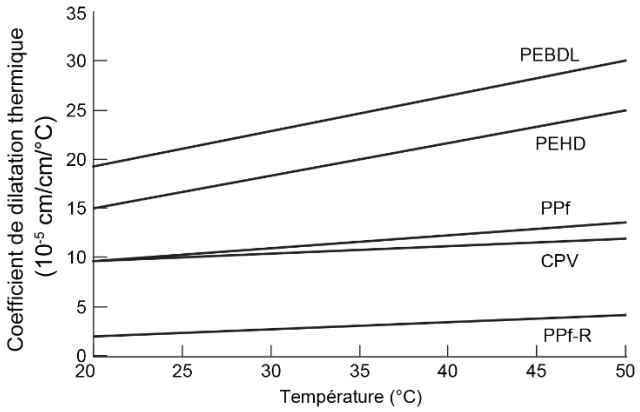


Figure 2.14 : Coefficients de dilatation de quelques GM en fonction de la température (adaptée de Scheirs, 2009)

2.3.1.3 Densité volumique

La densité des GM est un paramètre très important. Certains paramètres comme la perméabilité, les résistances mécaniques et la résistance chimique s'améliorent avec l'augmentation de la densité telle que montrée sur la Figure 2.11 (Hsuan et al., 2008). Il existe deux méthodes permettant la mesure de la densité volumique des GM : la méthode de déplacement et la technique de gradient.

La mesure de la densité volumique avec la méthode de déplacement suivant la norme ASTM D792 (2020a). La densité est calculée en divisant la masse d'un échantillon de 10 à 50 g dans l'air par son volume déterminé à partir de la perte de masse quand l'échantillon est immergé dans de l'eau à 23 °C selon le principe d'Archimède. La densité est alors obtenue avec l'équation (2.8) :

$$\rho = \frac{a \times \rho_w}{a + w - b} \tag{2.8}$$

où ρ est la densité de la GM (g/cm^3), a est la masse de l'échantillon dans l'air (g), b est la masse de l'échantillon immergée (incluant le système d'accrochage de l'échantillon) (g) , ρ_w est la densité de l'eau à 23°C et w est la masse du système d'accrochage de l'échantillon (g).

La mesure de la densité par la technique de gradient suivant la norme ASTM D1505 (2003) est basée sur l'utilisation d'une liqueur dense de densité connue dans une colonne usuellement de 1 m de hauteur et de flotteurs calibrés. La densité est déterminée suivant la position de l'échantillon dans la colonne par apport à la position de deux flotteurs (1 et 2) calibrés suivant l'équation (2.9) :

$$\rho = \rho_1 + \frac{(x - y_1)(\rho_2 - \rho_1)}{y_2 - y_1} \tag{2.9}$$

où ρ est la densité de la GM (g/cm^3), ρ_1 et ρ_2 sont les densités respectives des deux flotteurs 1 et 2 (g/cm^3), y_1 et y_2 sont les positions respectives des deux flotteurs 1 et 2 (à partir d'un repère préalablement choisi) (cm) et x est la position de l'échantillon (cm).

2.3.2 Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques qui seront présentées dans cette section sont la résistance chimique, l'indice de carbonyle et la cristallinité des GM, ainsi que la quantité des additifs dans les GM.

2.3.2.1 Résistance chimique

La résistance chimique d'une GM définit sa compatibilité avec le milieu dans lequel elle est utilisée, ce qui permet de faire un choix crucial sur le type de GM. Il existe différents essais normés pour déterminer ce paramètre : par immersion dans les conditions de laboratoire suivant la norme ASTM D5322 (2017d), par immersion dans les conditions de terrain selon l'ASTM D5496 (2020c) et par immersion dans les conditions de laboratoire et/ou de terrain tout en spécifiant la liste des propriétés à mesurer comme la variation d'épaisseur et de masse selon l'ASTM D5747 (2021). Le liquide d'immersion doit contenir l'élément chimique avec lequel la résistance doit être déterminée. Les propriétés de la GM (par exemple : épaisseur, densité et propriétés en traction) seront par la suite mesurées pour évaluer l'effet de l'immersion et ainsi définir la compatibilité. Une température plus élevée permettra d'accélérer l'effet de l'élément chimique suivant le principe d'Arrhenius (Scheirs, 2000; Müller, 2007; Hsuan et al., 2008; Scheirs, 2009; Koerner, 2012) qui est décrit plus en détail à la section 2.6.5.2. La compatibilité de différents types de GM avec certains éléments chimiques a été vue précédemment dans le Tableau 2.6.

2.3.2.2 Indice carbonyle

L'oxydation des GM (voir Figure 2.8) conduit à la formation de groupe carbonyle (hydroperoxydes) initialement absent dans la GM. La quantification de ce groupe permet ainsi d'évaluer l'état de l'oxydation de la GM. Cette mesure se fait par spectrométrie infrarouge avec transformée de Fourier par réflectance totale atténuée (IRTF-RTA ou *FTIR-ATR*) suivant les normes ASTM E1252 (2013b) pour l'identification de la présence d'un élément chimique et E168 (2016g) pour la quantification. L'indice carbonyle (IC) est ainsi défini comme étant le rapport entre l'absorption du groupe carbonyle entre 1710 et 1742 cm^{-1} et celui du polyéthylène entre 1462 et 1464 cm (Scheirs, 2009). De nombreux chercheurs utilisent cette méthode pour évaluer l'oxydation des composés de PE comme Peggs et al. (2002) et Stark et Matuana (2004). Une méthode similaire est utilisée dans le domaine médical pour évaluer l'oxydation des implants en PE selon la norme ASTM F2102 (2017e). La Figure 2.15 montre un exemple de l'évolution du pic du groupe carbonyle après exposition d'un composé contenant du PEHD par *FTIR-ATR*. Dans cet exemple, Stark et Matuana (2004) ont accéléré l'oxydation d'un matériau composite PEHD/bois avec une exposition cyclique de 120 min (2h) composée d'une exposition de 108 min sous une lampe à arc au xénon et de 12 min sous la lampe avec des pulvérisations d'eau déionisée. Ils ont ainsi mis en

évidence l'oxydation du composite avec l'augmentation du pic d'absorbance des carbonyles de 0,03 pour le composite neuf à 0,12 après 2000 heures d'exposition (1000 cycles).

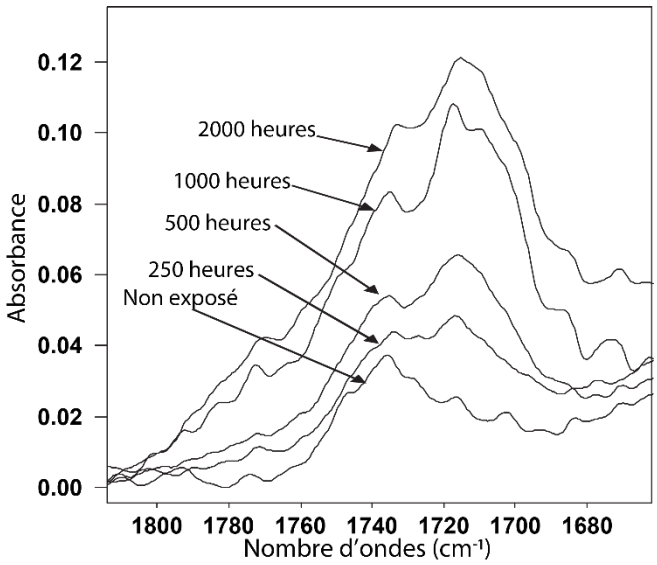


Figure 2.15 : Évolution du pic du groupe carbonyle après différentes périodes d'oxydation (adaptée de Stark & Matuana, 2004)

2.3.2.3 Cristallinité des géomembranes

La cristallinité des GM telle que définie à la section 2.2.2 est la fraction massique que représente la zone cristalline dans la GM. Elle est calculée comme étant le rapport entre l'enthalpie de fusion de la GM (ΔH_f^{GM}) et celle de la résine pure cristalline (pour les GM en PE, ΔH_f^0 = 290 J/g d'après Scheirs, 2000) suivant l'équation (2.10) :

$$\%\ cristallinité = \frac{\Delta H_f^{GM}}{\Delta H_f^0} \times 100\% \qquad (2.10)$$

L'enthalpie de fusion de la GM est obtenue par analyse enthalpique différentielle (AED) suivant la norme ASTM D3418 (2015b) et la température à laquelle la fusion se produit est déterminée selon la norme ASTM E794 (2018d).

2.3.2.4 Quantité d'additifs

La quantification des additifs dans la GM a pour but de définir les quantités de noir de carbone et d'AO qui la composent (voir section 2.2.1).

La quantité de noir de carbone est le pourcentage massique de noir de carbone dans la GM. Pour cela, il faut procéder à l'extraction du noir de carbone par pyrolyse dans un four tubulaire suivant la norme ASTM D1603 (2014b) ou dans un four à moufle suivant la norme ASTM D4218 (2001b) puis d'en déterminer la masse.

La quantité d'AO est communément déduite à partir du temps nécessaire pour que l'oxydation de la GM se produise : temps d'induction oxydative (TIO). Plus le TIO sera élevé, plus il y aurait d'AO dans la GM. Un TIO de 0,5 min est admis comme étant la valeur résiduelle à laquelle la quantité d'AO est considérée comme nulle (Hsuan & Koerner, 1998; Sangam & Rowe, 2002; Gulec et al., 2004). La mesure du TIO s'effectue par AED suivant les normes ASTM D3895 (2019b) pour la mesure standard et ASTM D5885 (2020d) pour la mesure à haute pression. La mesure à haute pression permet de détecter des types d'AO qui ne peuvent pas être détectés avec la mesure standard comme les stabilisateurs de lumière à amine encombrée. Les AO peuvent également être quantifiés par extraction de fluide supercritique couplée à une chromatographie liquide à haute performance (Thilén & Shishoo, 2000), mais cette technique demeure difficile à mettre en œuvre.

2.3.3 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques présentées ci-après sont les propriétés en traction, à la déchirure, à l'adhésion des couches, à l'impact, au cisaillement et la résistance à la fissuration sous contrainte.

2.3.3.1 Propriétés en traction

Quatre propriétés peuvent être obtenues à partir d'un essai de traction : la limite élastique (LE) et l'élongation correspondante (ELE) et la résistance à la rupture (RT) et l'élongation correspondante (ER). À ces quatre paramètres s'ajoute le module de Young si un extensomètre est utilisé conformément à la norme ASTM D638 (2014a). Ces propriétés sont utilisées pour examiner le comportement mécanique des GM.

Il existe deux principaux types d'essais de traction sur les GM : les essais de traction uniaxiale suivant les normes ASTM D882 (2002a) pour les GM minces (épaisseurs $\leq$ 1,00 mm), D751 (2006a) pour les GM renforcées, D412 (2007a) pour les GM en EPDM, D638 (2014a) pour tout type de GM renforcées ou non-renforcées et avec détermination du module de Young à l'aide d'extensomètre, D4885 (2018a) avec des échantillons rectangulaires (à la différence de tous les autres tests avec des échantillons en forme d'haltère) et D6693 (2020e) pour les GM non-renforcées

(sans utilisation d'extensomètre); et l'essai de traction multiaxiale suivant la norme ASTM D5617 (2015d).

Les essais de traction uniaxiale sont effectués en étirant un échantillon entre deux prises à partir d'un appareil de traction avec une vitesse de déplacement contrôlée. Les essais sur échantillon en forme d'haltère suivant les normes ASTM D882, D412, D638 et D6693 sont les essais les plus communs et sont acceptés par tous les constructeurs et utilisateurs (Rollin et al., 2002; Müller, 2007). La forme générale des échantillons en haltère est illustrée sur la Figure 2.16 et les spécifications des dimensions sont données dans le Tableau 2.8. Dans ce tableau, les différents types (I, II, III, IV et V) dépendent des caractéristiques des matériaux à tester. Par exemple, les matériaux plastiques ayant une épaisseur de 7 à 14 mm seront testés sur des échantillons de types III (ASTM D638, 2014a) et les GM (PEHD, PEBDL et PP) sur des échantillons de type IV (ASTM D6693, 2020e). Ces formes en haltère sont obtenues à partir de matrices de découpes.

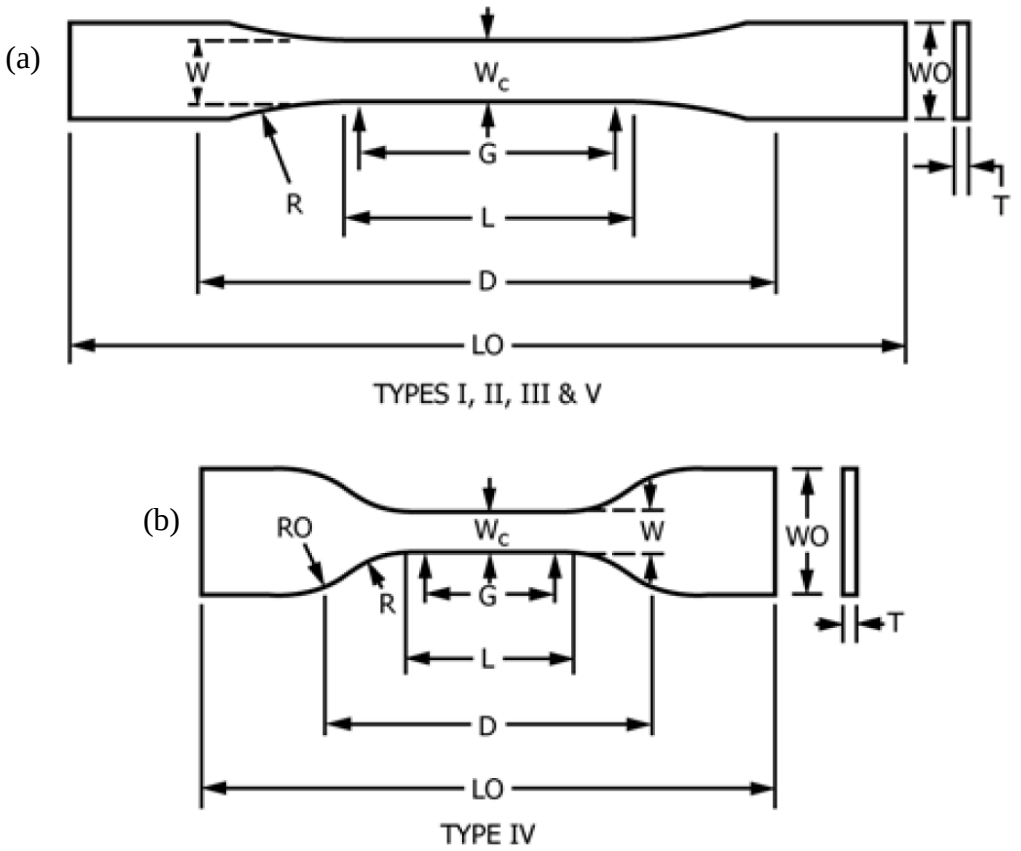


Figure 2.16 : Forme générale des éprouvettes de types I, II, III et V avec bords angulaires (a) et de type IV avec bords arrondis (b) selon la norme ASTM D638 (2014a)

Tableau 2.8 : Dimensions des échantillons en haltère suivant la norme ASTM D638 (2014a)

Dimensions (mm)	**Type I**	**Type II**	**Type III**	**Type IV**	**Type V**	**Tolérances**
Wc - largeur centrale	13	6	19	6	3,18	± 0,5
L - longueur	57	57	57	33	9,53	± 0,5
WO - largeur globale	19	19	29	19	-	+ 6,4
	-	-	-	-	9,53	+ 3,18
LO - longueur globale	165	183	246	115	63,5	sans max.
G - longueur de jauge	50	50	50	-	7,62	± 0,25
	-	-	-	25	-	± 0,13
D - longueur entre prises	115	135	115	65	25,4	± 5
R - rayon du filet	76	76	76	14	12,7	± 1
RO - rayon global	-	-	-	-	25	± 1

Cependant, la forme en haltère de l'échantillon induit une striction au milieu de l'échantillon (de plus faible largeur) et ne donne ainsi qu'une interprétation quasi ponctuelle. L'essai n'est donc pas représentatif de ce qui peut se passer sur le terrain.

L'essai en bande large avec des éprouvettes carrées de 200 mm de côté suivant la norme ASTM D4885 (2018a) pallie ce problème de striction. Cet essai serait ainsi plus représentatif pour simuler les performances sur le terrain (Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Toutefois, cet essai nécessite d'avoir un banc de traction plus performante (en termes de force) ainsi que des mâchoires plus larges capables de maintenir les éprouvettes de 200 mm de côté.

Les résultats obtenus suivant les différentes formes (en haltère vs. bande large) ne sont pas similaires tel que le montre les courbes de contrainte-déformation de la Figure 2.17 obtenues avec des GM en PEHD de 1,5 mm, PEBDL de 1,0 mm, CPV de 0,75 mm et PPf-R de 0,91 mm d'épaisseur suivant les études de Koerner (2012). Par exemple pour la GM en PEHD, on obtient une contrainte maximale de 18600 kPa avec un allongement à 17 % et un module de Young de 330 MPa avec l'éprouvette en forme d'haltère, alors que la contrainte maximale n'est que de 15900 kPa avec un allongement de 15 % et un module de Young de 450 MPa avec l'éprouvette en bande large.

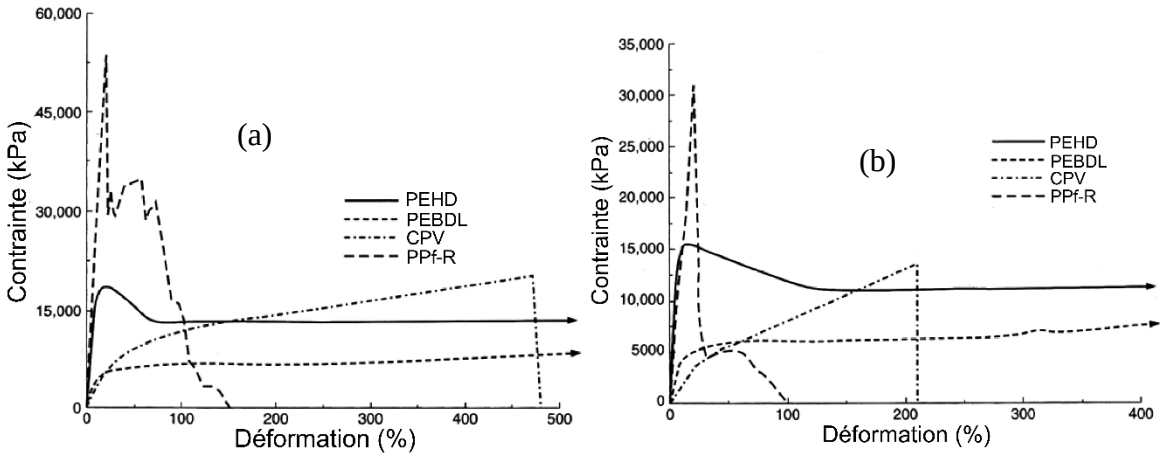


Figure 2.17 : Courbes de contrainte-déformation obtenues avec des éprouvettes en forme d'haltère (a) vs les éprouvettes en bandes larges (b) pour différents types de GM (adaptée de Koerner, 2012)

Quant à l'essai de traction multiaxiale suivant la norme ASTM D5617 (2015d), il a été conçu afin de simuler les contraintes subies par la GM sur le terrain (Scheirs, 2009). L'essai est effectué sur un large échantillon d'au moins 1 m de diamètre. L'échantillon est soumis à une pression (par gonflage) avec de l'eau ou de l'air. La Figure 2.18 illustre un échantillon de GM durant l'essai de traction multiaxiale.

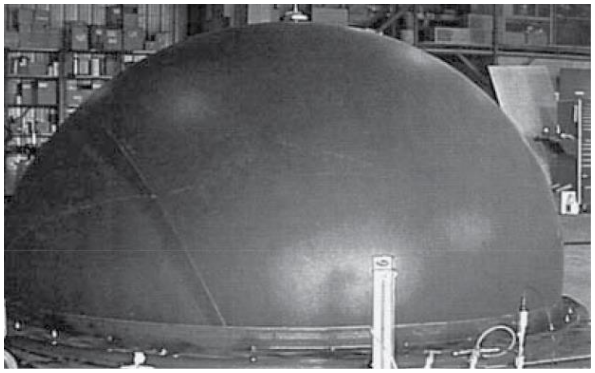


Figure 2.18 : Photographie d'un échantillon de GM subissant un essai de traction multiaxiale (Koerner, 2012)

Les contraintes appliquées sur la GM sont calculées à partir de la pression de gonflage et de la géométrie de la GM testée pendant le gonflage. Les résultats obtenus avec cette méthode, tels qu'illustrés sur la Figure 2.19, sont largement supérieurs à ceux obtenus avec les échantillons en bande large et en haltère. En prenant le même exemple que précédemment pour la GM en PEHD

de 1,5 mm d'épaisseur (cf. Figure 2.17), la contrainte maximale est de 23500 kPa avec un allongement de 12 % et un module de Young de 720 MPa.

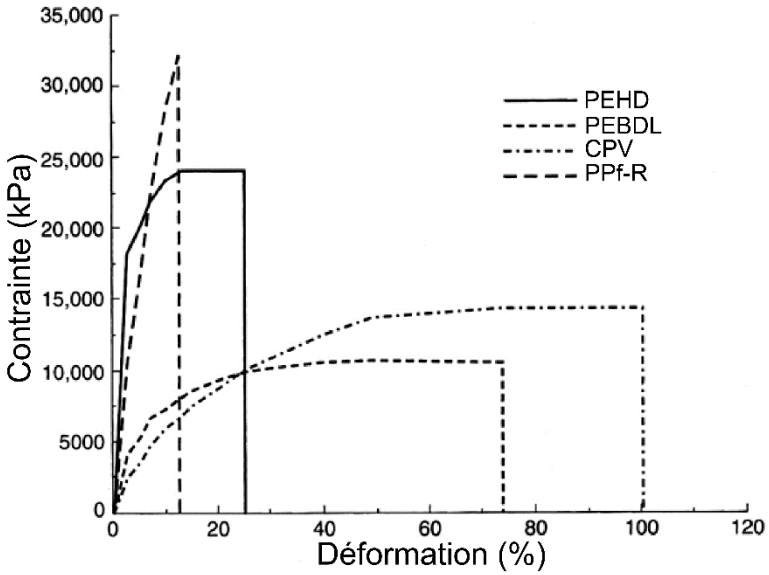


Figure 2.19 : Courbe de contrainte-déformation en essai de traction multiaxiale (adaptée de Koerner, 2012)

Les essais avec les formes en haltère sous-estiment donc la vraie performance des GM et permettent ainsi de définir une valeur plus faible (conservatrice). C'est pour cette raison que les essais avec les échantillons en haltère sont les plus utilisés tant par les fabricants que les chercheurs sur les GM (Scheirs, 2009).

2.3.3.2 Résistance à la déchirure

Les essais de déchirure permettent d'apprécier la résistance des GM lors de leurs installations (Scheirs, 2009). Il existe ainsi deux types d'essais : l'essai avec échantillon en forme d'aile suivant la norme ASTM D1004 (2013a) (voir Figure 2.20) et les essais de propagation d'une déchirure. Ces essais de propagation de déchirure peuvent être effectués sur des échantillons de différentes formes. Par exemple, les essais de déchirure des GM renforcées sont effectués sur des échantillons de forme carrée (voir Figure 2.21) suivant la norme ASTM D5884 (2015e). Les essais de déchirure sur les GM de faibles épaisseurs (≤ 1 mm) sont quant à eux réalisés sur des échantillons rectangulaires de 75 mm de long et de 25 mm de large entaillés au milieu sur 50 mm suivant la longueur suivant la norme ASTM D1938 (2019a). Pour les autres types de GM (non renforcées et

d'épaisseur > 1 mm), le test de déchirure est effectué sur des échantillons rectangulaires de 200 mm de long et de 75 mm de large entaillés au milieu sur 75 mm suivant la longueur de suivant la norme ASTM D2261 (2017b). Les essais de déchirure peuvent également être réalisés sur des échantillons de forme trapézoïdale suivant la norme ASTM D4533 (2015c) (voir Figure 2.21). Ces essais sont réalisés avec un appareil de traction et donnent la force (la résistance) nécessaire pour que la déchirure préalablement effectuée se développe. Pour les GM non-renforcées, leurs résistances à la déchirure se situent entre 18 et 130 N alors que pour les GM renforcées, leurs résistances se situent entre 90 et 450 N (Koerner, 2012).

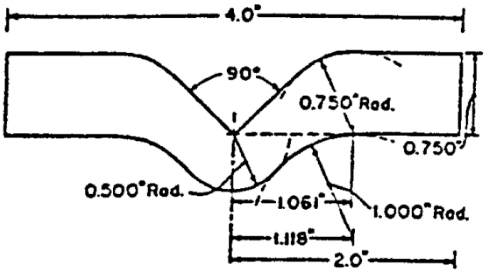


Table des équivalences entre pouce et millimètre

in.	mm
4.0	101.60
0.750	19.05
1.061	26.95
1.000	25.40
1.118	28.40
2.0	50.80
0.002	0.051
0.500	12.70

Tolérance 0,002 pouce

Figure 2.20 : Forme en aile des GM utilisées pour les essais de déchirure (adaptée d'ASTM D1004, 2013a)

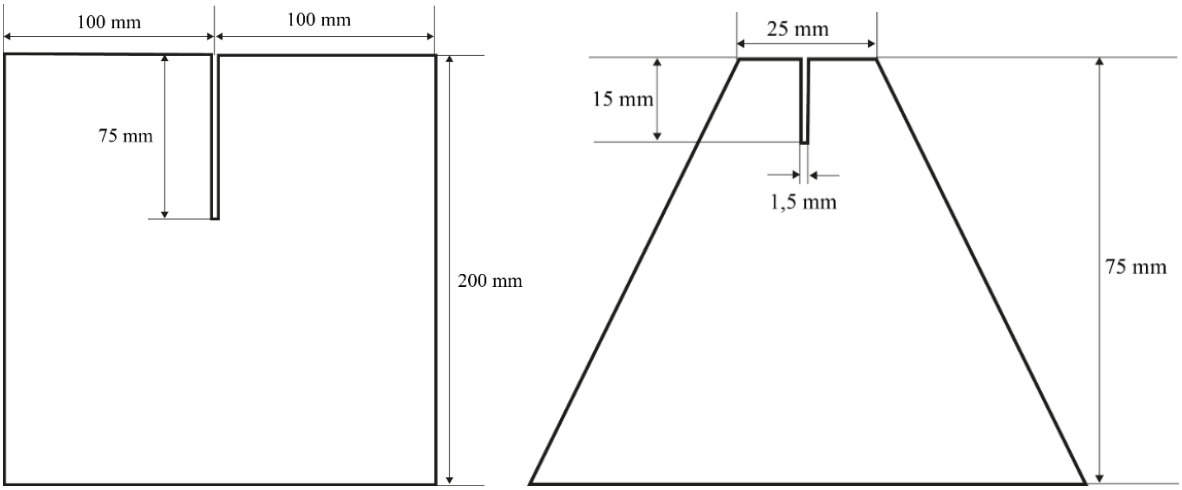


Figure 2.21 : Formes carrée et trapézoïdale des éprouvettes utilisées pour les essais de déchirure

2.3.3.3 Adhésion des couches

Pour les GM renforcées et les GM composées de plusieurs couches, il primordial de caractériser l'adhésion des couches. L'essai d'adhésion des couches est effectué suivant la norme ASTM

D6636 (2001c) en effeuillant les couches formant la GM avec un appareil de traction pour obtenir la résistance d'adhésion des couches. Cet essai permet ainsi de s'assurer que les couches formant la GM ne risquent pas de s'effeuiller lors des différentes manutentions et surtout en service.

2.3.3.4 Résistance à l'impact

Différents impacts (à court terme) peuvent survenir pendant l'installation de la GM, d'où la nécessité d'évaluer la résistance de la GM à l'impact (Scheirs, 2009). Il y a les essais par chute de dard suivant la norme ASTM D1709 (2016a) ou par chute de poids suivant la norme ASTM D3029 (1995) et les essais utilisant des pendules suivant les normes ASTM D1822 (1999b) ou D746 (2007b). Cette dernière norme ASTM D746 permet de déterminer la résistance à l'impact en fonction de la température. La résistance à l'impact est l'énergie (en J) nécessaire pour percer la GM. Cette résistance est par exemple de 19 J pour une GM en CPV de 0,75 mm d'épaisseur et de 11 J pour une GM en PEHD de 1,00 mm d'épaisseur (Scheirs, 2009).

2.3.3.5 Résistance au poinçonnement

Les GM peuvent être poinçonnées (à long terme) si l'assise et/ou la couche protectrice ne sont pas bien choisies (Rollin et al., 2002; Blond et al., 2003; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Les défauts compromettraient ainsi l'intégrité du système. La Figure 2.22 illustre le mécanisme du poinçonnement de la GM. Dans l'illustration, la forme angulaire de la roche tend la GM, provoquant ainsi une élongation localisée et une réduction d'épaisseur qui peuvent conduire au poinçonnement. La résistance au poinçonnement est d'autant plus grande que l'épaisseur de la GM augmente (Rollin et al., 2002; Koerner, 2012). Par exemple, elle varie de 300 à 1100 N pour les GM en PEHD (Rollin et al., 2002).

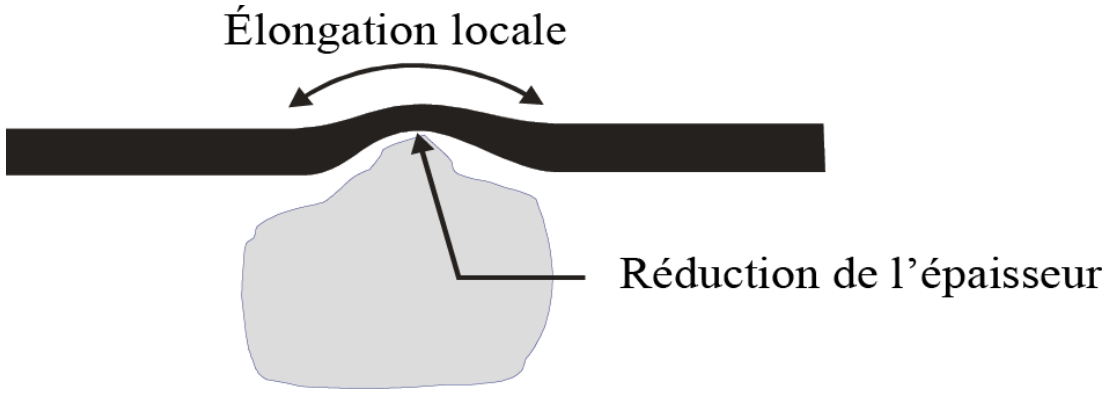


Figure 2.22 : Poinçonnement d'une GM (adaptée de Blond et al., 2003)

Il existe deux grands types d'essais normés permettant d'évaluer la résistance des GM au poinçonnement : les essais par perçage et l'essai de poinçonnement hydrostatique. Les essais de perçage sont faits partir d'une tête pointue (*pin*) suivant la norme ASTM D4833 (2007c) ou avec une tête large (*CBR*) suivant la norme ASTM D6241 (2014c). La Figure 2.23 montre les deux têtes utilisées pour ces essais. L'essai avec tête large est surtout utilisé sur les géotextiles, mais il peut également être utilisé sur les GM renforcées (Scheirs, 2009).

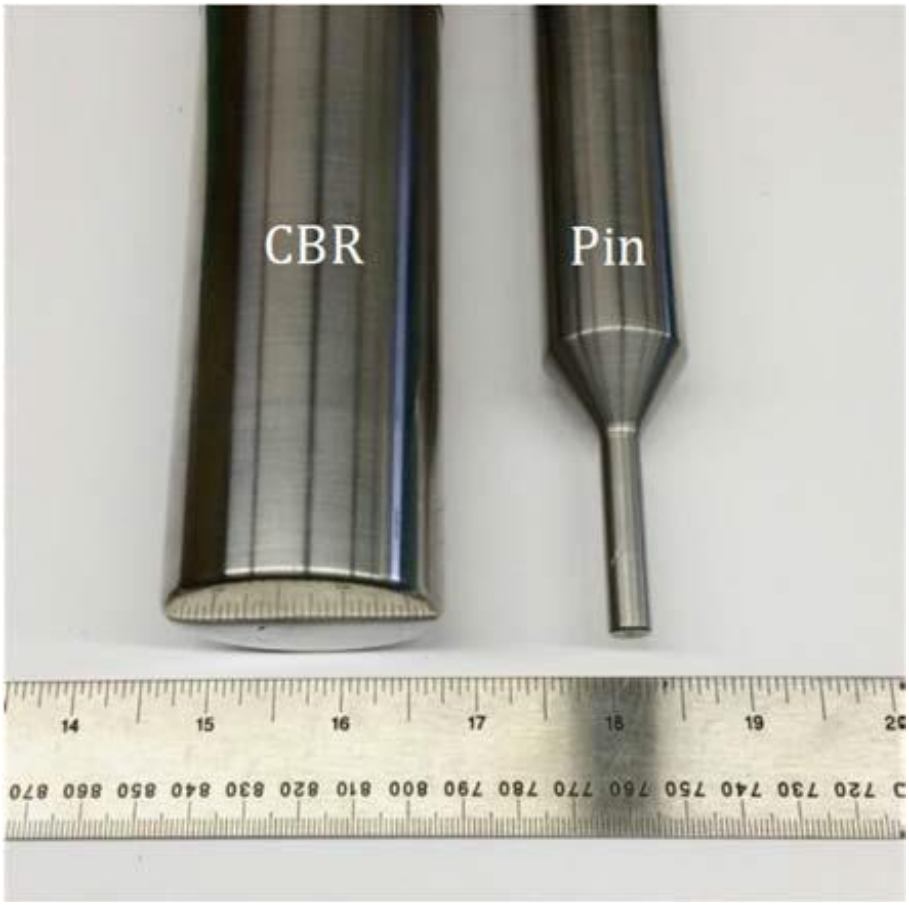


Figure 2.23 : Têtes de poinçonnement large (*CBR*) et pointue (*pin*) utilisées pour les essais de poinçonnement par perçage (Elhajjar et al., 2017)

Les résultats obtenus par ces deux essais ne sont pas comparables comme le montrent les études de Hsieh et Wang (2008) sur des GM en PP et en PET-PP illustrées sur la Figure 2.24. Par exemple, pour la GM en PET-PP la résistance au poinçonnement est d'environ 1 300 kN avec la norme ASTM D4833 (avec l'utilisation d'une tête pointue) alors qu'elle est supérieure à 7 000 kN avec la norme ASTM D6241 (avec l'utilisation d'une tête large). On en conclut que plus la surface de contact est grande, plus la résistance au poinçonnement sera élevée.

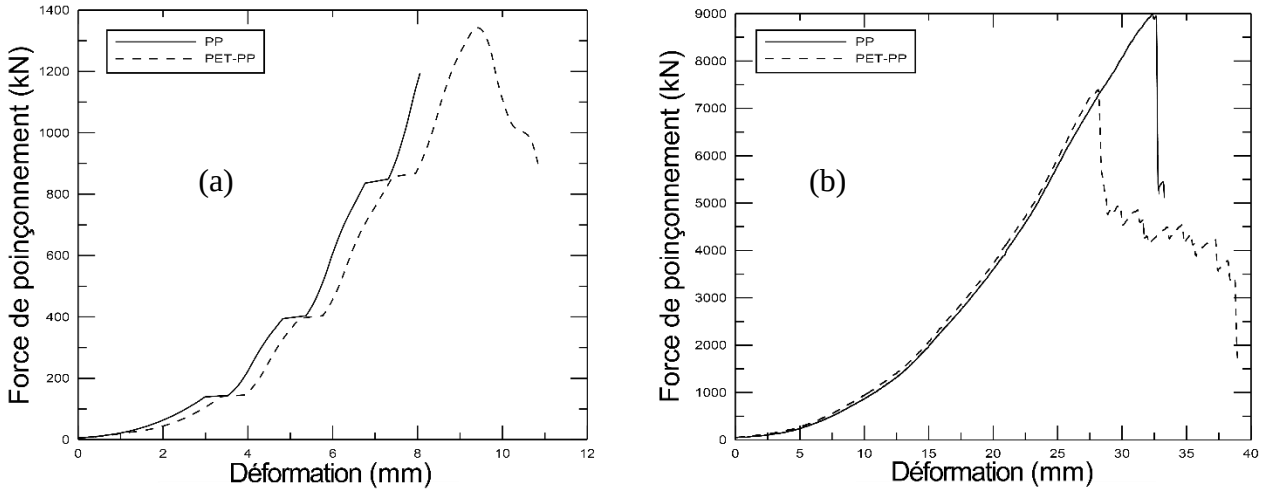


Figure 2.24 : Résultats des essais de poinçonnement faits avec une tête pointue (a) et avec une tête large (b) (adaptée de Hsieh & Wang, 2008)

Il existe également des essais de poinçonnement hydrostatique (ou essai de poinçonnement à grande échelle) réalisés suivant l'ASTM D5514 (2018b). L'ensemble de l'appareillage est montré sur la Figure 2.25.

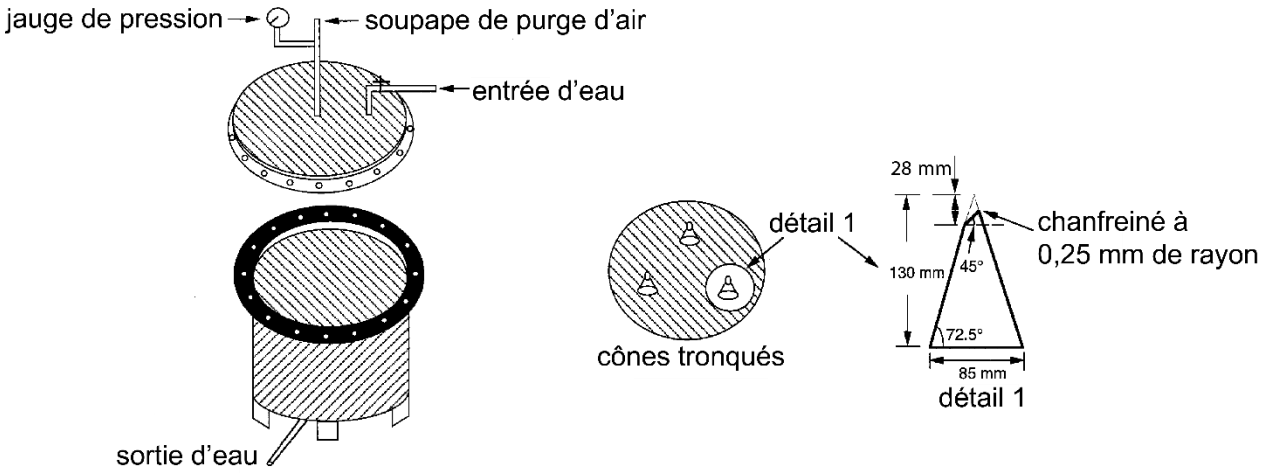


Figure 2.25 : Appareillage pour l'essai de poinçonnement hydraulique : (a) cellule de pression et (b) cônes tronqués (adaptée de Narejo et al., 1996)

L'objectif de l'essai est de représenter ce que la GM subirait sur le terrain. L'appareillage est constitué d'une cellule cylindrique dont la base est munie de trois cônes tronqués au-dessus desquels est placée la GM. Le cylindre est rempli d'eau puis une pression contrôlée est appliquée sur la GM. Les cônes tronqués vont alors poinçonner la GM. Le résultat obtenu à partir de cet essai

est la hauteur critique de cônes (HCC) ou la déformation que la GM peut supporter avant la rupture. Le Tableau 2.9 montre différentes valeurs de la HCC. Dans ce tableau, la HCC de 12 mm pour la GM en PEHD de 1,5 mm d'épaisseur indique qu'elle serait plus susceptible au poinçonnement que la GM en CPV de 0,5 mm d'épaisseur (HCC = 70 mm). La valeur de la HCC est plus élevée avec les matériaux flexibles (Stark et al., 2008; Scheirs, 2009).

Tableau 2.9 : Hauteurs de pénétration de cônes de quelques GM (Hullings & Koerner, 1991)

Type de GM	Épaisseur (mm)	HCC (mm)
PEHD	1,5	12
PESC-R	0,91	18
CPV	0,5	70

Blond et al. (2003) ont développé une cellule expérimentale permettant de tester dans quelle mesure différents types de matériaux sont susceptibles de poinçonner la GM. Avec cette cellule, la pression appliquée sur la géomembrane peut être contrôlée et différentes configurations peuvent également être considérées comme la présence ou non de couche de protection par-dessus la GM. La cellule est schématisée sur la Figure 2.26.

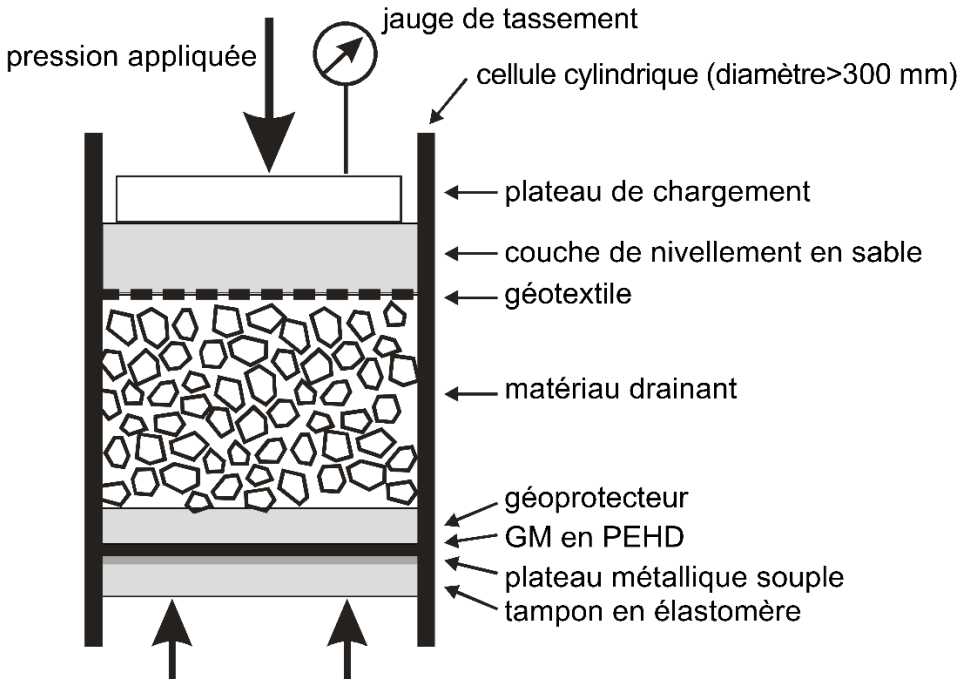


Figure 2.26 : Cellule de poinçonnement (adaptée de Blond et al., 2003)

2.3.3.6 Résistance au cisaillement

La résistance au cisaillement au contact des GM avec différents matériaux, tant sus- que sous-jacents, est un paramètre primordial pour le design. De nombreux glissements de terrain ont été recensés sur les pentes de cellule de confinement comportant des GM. Le premier exemple est le glissement de terrain sur site d'enfouissement de déchet municipal de Cincinnati (Ohio, É.-U.) le 9 mars 1996. Ce glissement a été considéré comme le plus important à l'époque, provoquant l'épanchement de plus de 1,2 Mt de déchets à cause des faibles résistances au cisaillement entre les déchets et le système d'étanchéité avec GM (Eid et al., 2000). Il y a eu également le cas avec le glissement des pentes de la cellule de confinement de déchets dangereux de la ville de Kettleman (Californie, É.-U.) survenu le 15 mars 1988 à cause de faible résistance au cisaillement entre la GM lisse en PEHD et les matériaux avec lesquelles elle était en contact (Mitchell et al., 1990; Seed et al., 1990). De nombreux travaux ont ainsi été menés sur base de la norme ASTM D5321 (2017c) par cisaillement direct afin de déterminer l'angle de frottement entre les GM et différents matériaux (sol et/ou géotextiles) (Martin et al., 1984; Negussey et al., 1989; Rinne, 1989; Koerner & Hwu, 1991; Thiel & Stewart, 1993; Stark & Poeppel, 1994; Soong & Koerner, 1996; Koerner & Soong, 1998; Twede, 1999; Fleming et al., 2006; Sharma et al., 2007). Il existe ainsi une règle de pouce stipulant que les GM lisses et rigides ont un plus faible angle de frottement que les GM texturées/rugueuses et souples (Scheirs, 2009). Des exemples d'angle de frottement sont donnés dans le Tableau 2.4.

2.3.3.7 Résistance à la fissuration sous contrainte

La fissuration sous contrainte (*stress cracking*) des GM est définie comme étant la rupture graduelle des GM sous l'effet à long terme d'une contrainte inférieure à sa résistance en traction (Müller, 2007). Ces contraintes peuvent être générées par des tassements différentiels ou à des glissements sur les pentes. La susceptibilité des GM à la fissuration sous contrainte augmente avec la densité et la cristallinité (Scheirs, 2009). Les GM en PEHD sont ainsi plus susceptibles à fissuration sous contrainte. C'est un paramètre important dans le design dans la mesure où la fissuration sous contrainte compromettra d'intégrité du système. Il existe deux essais permettant d'évaluer la susceptibilité à la fissuration : la fissuration sous contrainte environnementale (*Environmental Stress Cracking ESC*) suivant l'essais en bande courbée avec la norme ASTM D1693 (2001a) et la fissuration sous contrainte avec le test de charge de traction constante sur une GM entaillée

(*Notched Constant Tensile Load NCTL*) avec la norme ASTM D5397 (2005b). Les GM sont entaillées dans les deux essais (suivant la longueur de l'échantillon pour l'essai *ESC* et suivant la largeur de l'échantillon pour l'essai *NCTL*) et immergées dans un bain surfactant composé de 10 % de Igepal CO-630 et de 90 % d'eau à 50 °C (afin d'abaisser la tension de surface entre l'eau et la GM pour assurer le mouillage de la GM). L'essai de fissuration sous contrainte est réalisé en 6 points, c'est-à-dire qu'il faut appliquer 6 contraintes différentes de 20 à 65% de la valeur de la limite élastique. Pour chaque valeur de contrainte appliquée, au moins 5 éprouvettes sont testées pour obtenir la valeur moyenne de la résistance à la fissuration sous contrainte. Les normes exigent ainsi de faire les essais sur au moins 30 éprouvettes, ce qui nécessite beaucoup de temps. Hsuan et Koerner (1995b) ont ainsi introduit un essai avec un seul point (*Single Point-NCTL*) où cinq éprouvettes sont soumises à une seule valeur traction à 30 % de la limite élastique. Les résultats de ces essais sont exprimés en termes de temps T_t nécessaire pour que la rupture (fissuration) se produise. La Figure 2.27 montre les différents types de résultats obtenus avec les essais de fissuration sous contrainte. Dépendamment de la forme de la courbe obtenue avec l'essai, le temps T_t peut correspondre au changement de pente (genoux) (Figure 2.27.a), à la valeur après une courbure (nez) (Figure 2.27.b), ou encore à la valeur après un passage de palier (marche) (Figure 2.27.c).

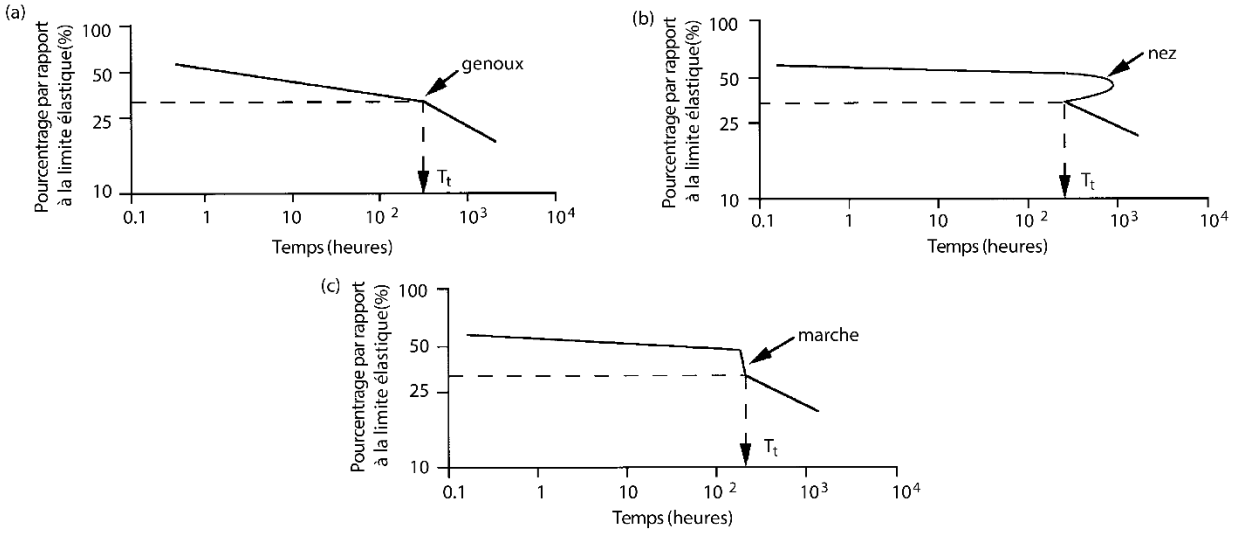


Figure 2.27 : Exemples de résultats des essais de fissuration sous contrainte à 30 % de la valeur de la limite élastique : T_t déterminé a) au changement de pente, b) à la valeur après une courbure et c) à la valeur après un passage de palier (adaptée de Hsuan & Koerner, 1995b)

2.3.4 Propriétés de transfert de masse

La GM est par définition un matériau synthétique considéré comme imperméable. Cependant, les éléments chimiques peuvent circuler à travers la GM par advection et par percolation (en cas de présence de défauts dans la GM) sous l'effet d'un gradient de pression ou par diffusion moléculaire induite par un gradient de concentration.

2.3.4.1 Advection de gaz à travers une GM intacte

Il existe différentes méthodes permettant d'évaluer la circulation de différents gaz à travers la GM suivant la norme ASTM E96 (2016f) pour la vapeur d'eau (eau à l'état gazeux), suivant la norme ASTM D3985 (2002b) pour l'oxygène ou suivant la norme ASTM D1434 (2015a) pour un gaz quelconque.

Pour l'essai de circulation de vapeur d'eau suivant la norme ASTM E96, l'essai consiste à mesurer la variation de masse (par pesée) du dispositif de mesure. Ce dispositif (illustré sur la Figure 2.28) est composé d'un plateau rectangulaire qui sera rempli de vapeur d'eau (ou d'eau) et recouvert par la GM à tester. Les pressions et les humidités relatives dans et en dehors du dispositif peuvent également être mesurées afin de pouvoir déterminer la perméance et la perméabilité de la GM. Il existe 6 procédures pour la réalisation de l'essai : suivant la méthode par dessiccation ou avec de l'eau et suivant la température à 23 °C (73,4 °F), 32,2 °C (90 °F) ou 37,8 °C (100 °F).

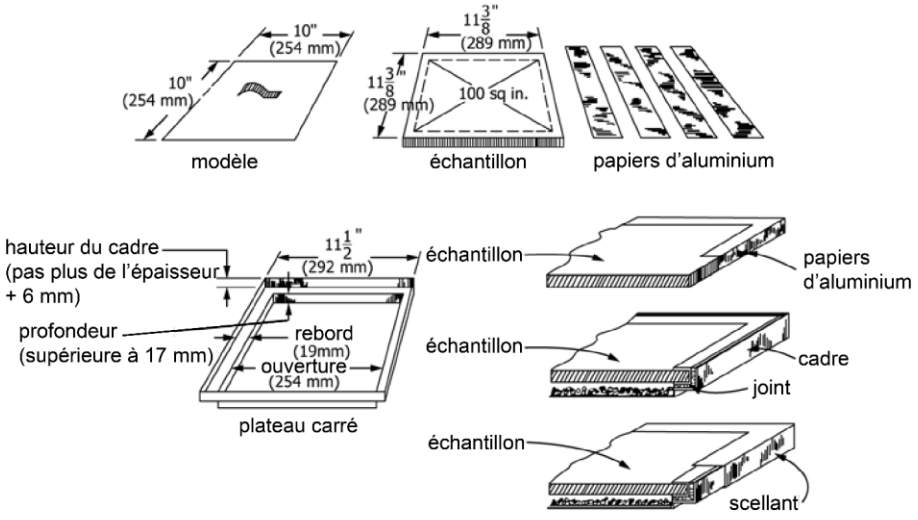


Figure 2.28 : Dispositif de mesure de la transmission de vapeur d'eau modifié d'après la norme ASTM E96 (2016f)

La détermination de la transmission de vapeur d'eau (TVE), de la perméance et de la perméabilité de la GM sont respectivement définies par les équations (2.11), (2.12) et (2.13).

$$TVE = \frac{\Delta m}{t \times A_{GM}} \tag{2.11}$$

où TVE est la transmission de vapeur d'eau (g/m^2/j), Δm est la variation de la masse du dispositif au cours de l'essai (g), t la durée de l'essai (j) et A_{GM} l'aire de l'échantillon (m^2).

$$Perméance = \frac{TVE}{\Delta P} = \frac{TVE}{S_w(R_1 - R_2)} \tag{2.12}$$

où ΔP est la différence de pression de part et d'autre de la GM (Pa), S_w est la pression de saturation de la vapeur d'eau (Pa), R_1 l'humidité relative dans la demi-chambre et R_2 l'humidité relative en dehors de la demi-chambre. La perméance est exprimée en perm métrique, 1 perm métrique équivaut à 1,00 × 10^{-12} g/m^2/j/Pa (Koerner, 2012).

$$Perméabilité = Perméance \times épaisseur \tag{2.13}$$

La perméabilité est ainsi exprimée en perm métrique m, 1 perm métrique m équivaut à 1,00 × 10^{-12} g/m/j/Pa.

Le Tableau 2.10 montre des exemples de valeurs de la TVE et de la perméabilité de quelques GM et permet de mettre en évidence la diminution de la perméabilité avec l'augmentation de l'épaisseur et de la cristallinité.

Tableau 2.10 : Exemples de valeurs de la TVE et de la perméabilité des GM avec leurs cristallinités (données combinées de Koerner (2012) et de Scheirs (2009))

Type de GM	**Cristallinité**	**Épaisseur**	**TVE**	**Perméabilité**
Unité	%	mm	g/m^2/j	10^{-2} perm cm
CPV	0	0,28	4,4	1,2
		0,52	2,9	1,4
		0,76	1,8	1,3
PESC-R	-	0,89	0,44	0,84
EPDM-R	40	0,51	0,27	0,13
		1,23	0,31	0,37
PEHD	55	0,82	0,017	0,013
		2,44	0,06	0,014

Des études menées par Müller (2007) ont montré que la TVE augmente avec l'augmentation la température : passant de 0,034 g/m^2/j à 20 °C à 0,324 g/m^2/j à 50 °C pour une GM en PEHD.

2.3.4.2 Diffusion de gaz à travers une GM intacte

La diffusion de gaz suit la première loi de Fick (Crank, 1975) suivant l'équation :

$$f = -D_e \frac{dC}{dz} \tag{2.14}$$

où f est le flux massique ou la quantité de matière par unité de surface par unité de temps, D_e est le coefficient de diffusion effective dans la GM, exprimé en unité de surface par unité de temps et $\frac{dC}{dz}$ est le gradient de concentration.

Ce phénomène s'effectue dans la zone amorphe de la GM en trois étapes selon Sangam et Rowe (2001) : i) l'adsorption de l'élément puis ii) la diffusion de l'élément à travers la GM et iii) la désorption. Cela signifie que plus la cristallinité est élevée, moins la GM sera « perméable » au gaz par diffusion.

Dans le cas de l'oxygène qui est le gaz à contrôler pour limiter l'oxydation de rejets miniers sulfureux, la diffusion est quantifiée en utilisant le taux de transmission d'oxygène (OTR, mol/m^2/s) avec la norme ASTM D3985 (2002b). L'essai est effectué à l'aide du dispositif illustré sur la Figure 2.29. Lors du test, de l'oxygène est circulé dans une demi-chambre et de l'azote dans l'autre demi-chambre séparée par l'éprouvette de GM (sans induire de gradient de pression). L'interprétation est alors faite par rapport à la quantité d'oxygène ayant diffusé vers la demi-chambre contenant de l'azote pendant l'essai.

Il existe également d'autres appareils expérimentaux permettant de déterminer le coefficient de diffusion de l'oxygène avec une demi-chambre fermée (Trefry & Patterson, 2001) ou avec deux demi-chambres fermées (Sangam & Rowe, 2001; Khoe et al., 2010).

Il est à noter que la circulation de polluants dissous dans l'eau à travers une GM est assimilée à la circulation de polluants à l'état gazeux (Sangam & Rowe, 2001).

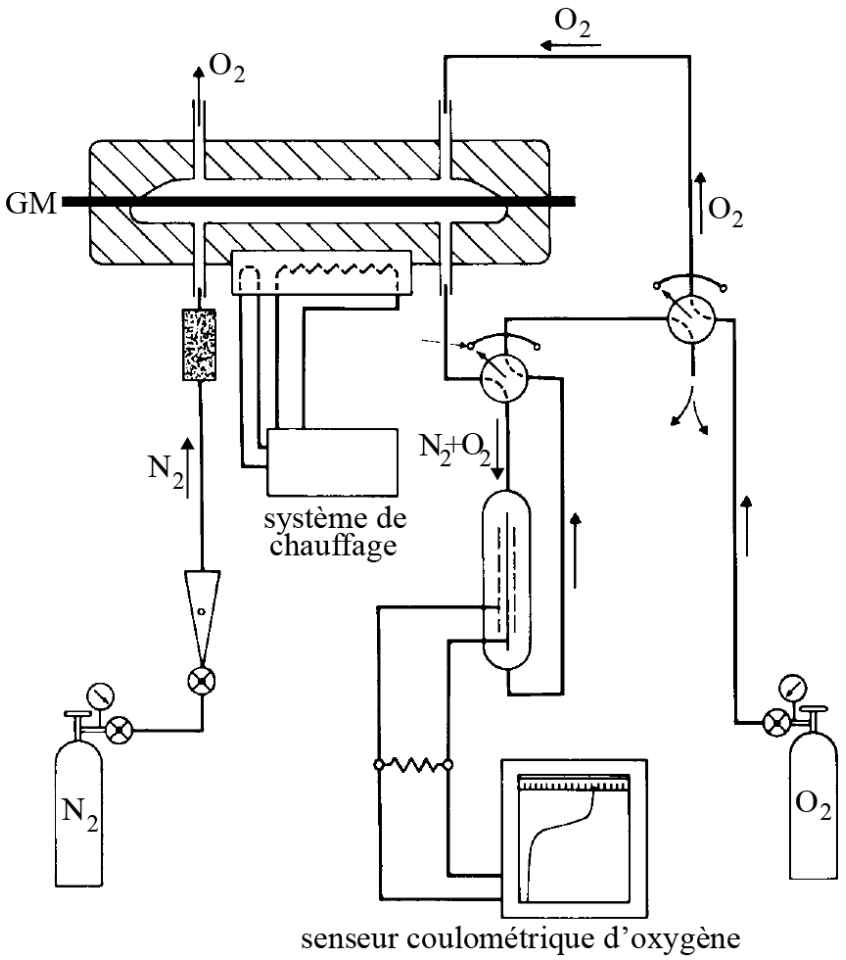


Figure 2.29 : Dispositif de mesure de l'OTR (adaptée d'ASTM D3985, 2002b)

2.3.4.3 Advection de liquide à travers une GM intacte

Il existe un essai de perméabilité de l'eau liquide développé en France par Lambert et Touze-Foltz (2000) aboutissant à la norme française NF EN 14150 (AFNOR, 2006). Ce dispositif est schématisé sur la Figure 2.30. Le dispositif est composé de deux demi-chambres cylindriques (amont et aval) séparées par la feuille de GM et de deux contrôleurs de pression-volume pour appliquer une pression d'eau de 150 kPa dans la demi-chambre amont et une pression d'eau de 50 kPa dans la demi-cambre aval. Sous l'effet de cette différence de pression de 100 kPa de part et d'autre de la GM, et il y aura advection de l'eau de l'amont vers l'aval. Les contrôleurs de pression/volume permettront de mesurer le flux d'eau traversant la GM. La perméabilité à l'eau est alors définie comme étant la quantité d'eau traversant la GM par unité de temps sous une différence de pression de 100 kPa.

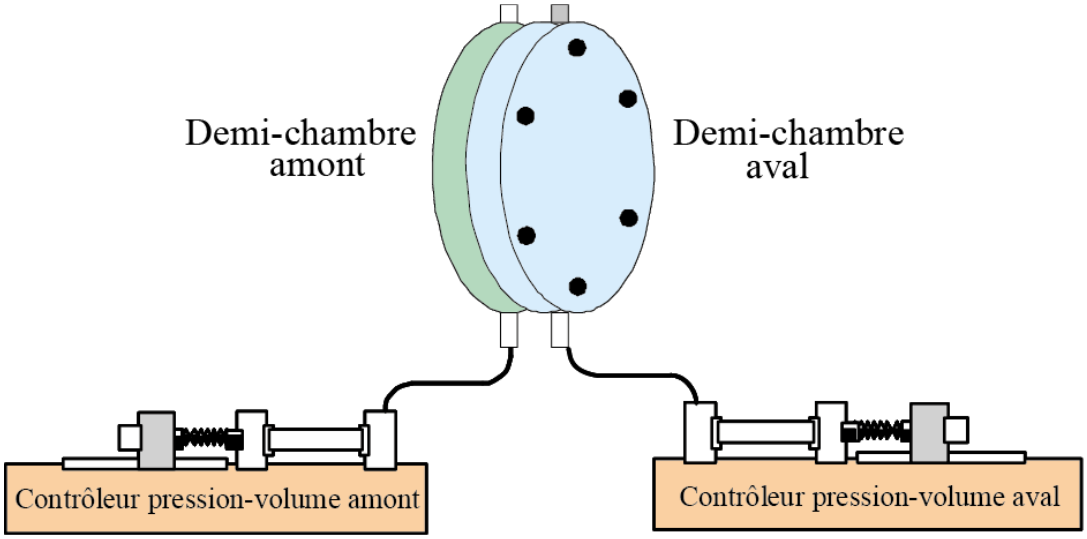


Figure 2.30 : Dispositif de mesure de la perméabilité selon la norme NF EN 14150 (Touze-Foltz et al., 2013)

Giroud et Bonaparte (1989a) ont également étudié la faisabilité d'effectuer l'essai avec un perméamètre à paroi rigide (cf. Figure 2.31).

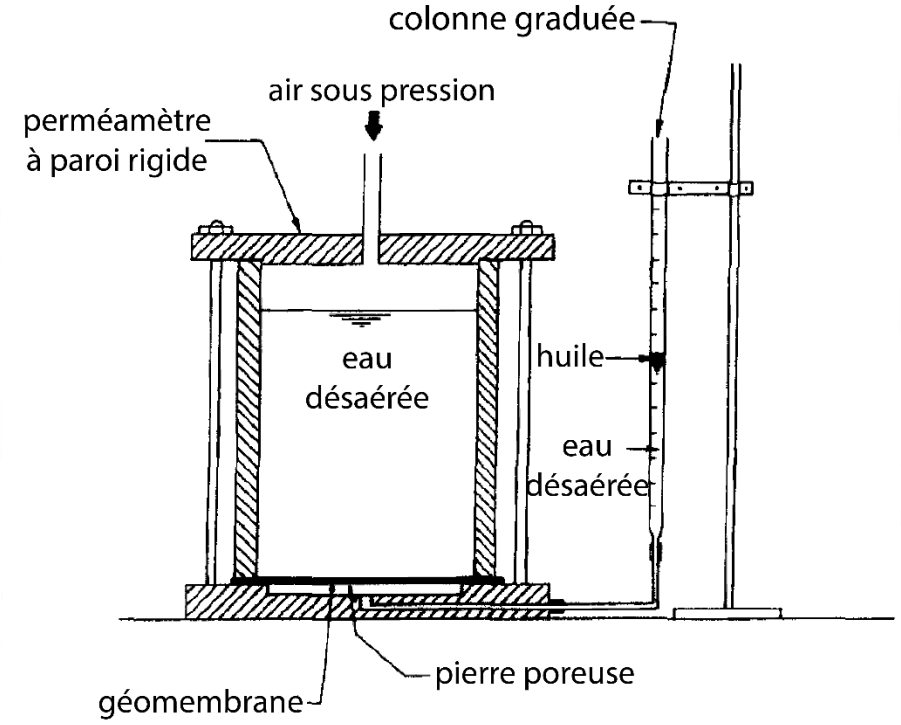


Figure 2.31 : Mesure de la perméabilité d'une GM avec un perméamètre à paroi rigide (adaptée de Giroud & Bonaparte, 1989a)

L'interprétation des résultats est effectuée avec l'équation de Darcy (2.15) :

$$q_g = \frac{Q_g}{A_{GM}} = k_g \times i = \frac{K_g \times \Delta h}{T_g} \quad (2.15)$$

où q_g est le taux de circulation d'eau par unité de temps (m/s), Q_g est le débit volumique ou le volume d'eau ayant traversée la GM par unité de temps (m^3/s), A_{GM} l'aire de la GM (m^2), K_g la conductivité hydraulique équivalente (m/s), i le gradient hydraulique, Δh la différence de charge (m) et T_g l'épaisseur de la GM en (m). Giroud et Bonaparte (1989a) ont ainsi introduit le coefficient de migration (m_g, m^2/s) tel que :

$$q_g = \frac{Q_g}{A_{GM}} = \frac{m_g}{T_g} \quad (2.16)$$

Les équations (2.15) et (2.16) donnent ainsi :

$$m_g = K_g \times \Delta h \quad (2.17)$$

La conductivité hydraulique équivalente des géomembranes est cependant plus parlante en géotechnique d'où l'intérêt de l'obtention de ce paramètre au lieu des paramètres comme le TVE, la perméance, la perméabilité et le coefficient de migration des GM.

2.3.4.4 Percolation de fluide pour une GM défectueuse

Il est quasiment impossible d'avoir un recouvrement parfaitement intact malgré les différentes précautions prises lors de l'installation (Bouazza et al., 2002; Needham et al., 2006) et les réparations effectuées après localisation des fuites à l'aide des différentes techniques de détection (Touze-Foltz, 2002; CFG, 2003; Gilson-Beck, 2019; Gilson-Beck & Ferreira, 2020). Des défauts peuvent ainsi persister lors de l'installation (poinçonnement, roulement des différentes machineries, mise en place de matériaux de protection). De plus, des défauts occasionnant des fuites peuvent apparaître pendant la période de service (fissuration sous contrainte, trous creusés par des animaux fouisseurs, pénétrations des racines) (Giroud, 1984; Rollin et al., 2002; Needham et al., 2004; Müller, 2007; Koerner, 2012). Les retours d'expérience ont ainsi permis d'assumer la présence d'un défaut par acre (4 000 m^2) et avec deux variantes de dimension pour le calcul de la performance des GM : le cas le plus défavorable avec un trou de 1 cm^2 et le cas optimiste avec un

trou de 3,1 mm^2 (Giroud & Bonaparte, 1989a). Le flux d'eau traversant la GM ou la percolation nette (PNette) est ainsi la somme du flux d'eau traversant la GM intacte (par migration) et le flux d'eau qui percole (par advection) à travers le défaut. Il existe différentes méthodes permettant de mesurer PNette. Elle peut être évaluée *in-situ* ou estimée avec des modèles empiriques.

La méthode d'évaluation *in-situ* est une méthode analytique développée se basant sur le bilan hydrique suivant les équations (2.18) et (2.19) (Rowe et al., 2004; Meiers et al., 2009):

$$PPT = R + ETA + \Delta S + PL + PNette \tag{2.18}$$

$$PNette = PPT - (R + ETA + \Delta S + PL) \tag{2.19}$$

où PPT est la précipitation (mm), R est le ruissellement de surface (mm), ETA est l'évapotranspiration actuelle (mm), ΔS est la variation de la quantité d'eau stockée (mm), PL est la percolation latérale (mm) et PNette la percolation nette passant à travers le recouvrement (mm).

La précipitation totale est obtenue à partir d'une station météorologique proche ou idéalement installée sur le site. Le ruissellement de surface est mesuré par l'intermédiaire de déversoirs en V permettant de mesurer le débit d'eau à la surface (Lefebvre, 1986; Bennis, 2007). La variation de la quantité d'eau stockée peut être mesurée à l'aide de lysimètres installés à l'interface entre le recouvrement et les résidus. La percolation latérale est mesurée à l'aide de déversoir en V pouvant mesurer le débit au-dessus de la GM sortant des drains. Quant à l'évapotranspiration, elle peut par exemple être estimée avec la méthode de Penman-Monteith (ASCE, 2005) avec les paramètres obtenus à partir de station météorologique, ou à l'aide d'une tour à covariance des turbulences (Bussière et al., 2020).

De nombreux travaux ont été réalisés afin de pouvoir estimer la percolation nette à travers les défauts. Il existe ainsi différentes méthodes se basant sur le type de recouvrement : GM seule (Giroud & Bonaparte, 1989a) ou recouvrement composite (Giroud & Bonaparte, 1989b; Giroud et al., 1992; Giroud, 1997; Touze-Foltz et al., 1999; Foose et al., 2001; Katsumi et al., 2001; Touze-Foltz & Giroud, 2003; Giroud & Touze-Foltz, 2005; Touze-Foltz & Giroud, 2005; Rowe, 2012). Ces notions de GM seule et de recouvrement composite seront revues plus tard dans la section 2.5.1.

Le système est considéré comme une GM seule quand la couche sous la GM ne participe pas dans la limitation de la circulation de l'eau (sol ayant une conductivité supérieure à 10^{-3} m/s d'après les travaux de Brown et al. (1987)). La performance du recouvrement dépend entièrement de la GM. Le calcul du flux d'eau dépend ainsi des dimensions du défaut en distinguant les picots des trous quelconques. Le défaut dans une GM est considéré comme étant un picot si le diamètre du trou est inférieur à l'épaisseur de la GM (Giroud, 1984). Le flux d'eau traversant ce défaut est calculé comme étant le flux d'eau à travers un cylindre et donné par l'équation de Poiseuille comme suit (Giroud & Bonaparte, 1989a) :

$$Q = \frac{\pi \times \rho_w \times g \times h_w \times d^4}{128 \times \eta \times T_g} \tag{2.20}$$

où Q est le flux de percolation (m^3/s), ρ_w est la masse volumique de l'eau (kg/m^3), g est l'accélération de la pesanteur (9,81 m/s^2), h_w la hauteur d'eau (m), d le diamètre du trou (m), η la viscosité dynamique de l'eau (kg/(m s) ou Pa s) et T_g l'épaisseur de la GM (m). Pour l'eau à 20 °C : ρ_w = 1000 kg/m^3 et $\eta = 10^{-3}$ kg/(m s) (Giroud & Bonaparte, 1989a).

Dans le cas où les dimensions du défaut sont supérieures à l'épaisseur de la GM, le défaut est considéré comme un trou quelconque (Giroud, 1984). Le flux d'eau traversant le trou dans ce cas est calculé à partir de l'équation de Bernouilli (Giroud & Bonaparte, 1989a) :

$$Q = 0{,}6 \times a_{GM}\sqrt{2 \times g \times h_w} \tag{2.21}$$

où a_{GM} est la surface du trou (m^2), g l'accélération de la pesanteur (9,81 m/s^2) et h_w la hauteur d'eau (m).

Le Tableau 2.11 montre les différents flux d'eau (l/ha/j) traversant une GM défectueuse en PEHD de 1 mm d'épaisseur par migration, à travers un picot, à travers un trou dans le cas optimiste (petit trou) et dans le cas défavorable (grand trou). Ce tableau montre ainsi l'intérêt des bonnes pratiques de construction afin de ne pas avoir de trous dans la GM ou au pire avoir des trous de petite dimension.

Tableau 2.11 : Flux d'eau traversant une GM défectueuse en PEHD de 1 mm d'épaisseur (litre/hectare/jour) (Giroud & Bonaparte, 1989a)

Charge hydraulique (m)	**Flux d'eau (l/ha/j)**			
	Migration	**Picot (d=0,1 mm)**	**Petit trou (3,1 mm^2)**	**Grand trou (1 cm^2)**
0,003	8×10^{-5}	0,01	100	3000
0,03	0,008	0,1	300	10000
0,3	0,8	1	1000	30000
3	80	10	3000	100000
30	260	100	10000	300000

D'un autre côté, le système de recouvrement est considéré comme recouvrement composite si la couche sous la GM participe à la limitation du flux d'eau. La couche sous-jacente devrait ainsi avoir une conductivité hydraulique inférieure à 10^{-6} m/s (Brown et al., 1987; Lupo & Morrison, 2007). La première considération dans les modèles empiriques est la forme du défaut dans la GM. Les défauts sont souvent assimilés à des défauts circulaires quand les trous ont des diamètres de 2 à 11,28 mm (Touze-Foltz & Giroud, 2003); ou à des défauts circulaires larges quand les trous ont des diamètres de 100 à 600 mm (Touze-Foltz & Giroud, 2005) ; ou à des fentes de longueur infinie dues à des défauts de soudure ou bien des fissurations sous contrainte (Giroud et al., 1992; Giroud & Touze-Foltz, 2005); ou à des fentes étroites dues à la fissuration générée à partir des plis (Giroud & Morel, 1992; Touze-Foltz et al., 1999; Touze-Foltz & Giroud, 2003). La seconde considération dans l'estimation du flux est la qualité du contact entre la GM et la couche sous-jacente. Giroud et Bonaparte (1989b) définissent ainsi deux types de contact : bon et mauvais. Le contact est considéré comme bon si l'installation est faite correctement et que l'assise est bien compactée. Le contact est considéré comme étant mauvais si la GM présente un grand nombre de plis et/ou que l'assise est mal-compactée. Une troisième qualité de contact, excellent contact, a été introduite par Touze-Foltz et Giroud (2003) compte tenu des avancées techniques notamment dans l'installation des GM. Les tableaux ci-dessous résument les modèles d'estimation empirique de flux traversant les défauts circulaires et les défauts en fente (Tableau 2.12).

Tableau 2.12 : Modèles empiriques de prédiction des flux de percolation à travers les défauts circulaires et les fentes dans les recouvrements composites

Type de défaut	Qualité du contact	Modèle	Référence
Circulaire	Excellent	$Q = 0{,}096 \times h_w^{0,9} \times b_g^{0,1} \times K_s^{0,74} \left[1 + 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,95}\right]$	(Touze-Foltz & Giroud, 2003)
	Bon	$Q = 0{,}21 \times h_w^{0,9} \times b_g^{0,1} \times K_s^{0,74} \left[1 + 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,95}\right]$	(Giroud, 1997)
	Mauvais	$Q = 1{,}15 \times h_w^{0,9} \times b_g^{0,1} \times K_s^{0,74} \left[1 + 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,95}\right]$	
Circulaire large	Excellent	$Q = 0{,}33 \times h_w^{0,84} \times b_g^{0,18} \times K_s^{0,77} \left[1 - 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,027}\right]$	(Touze-Foltz & Giroud, 2005)
	Bon	$Q = 0{,}64 \times h_w^{0,84} \times b_g^{0,18} \times K_s^{0,77} \left[1 - 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,027}\right]$	
	Mauvais	$Q = 2{,}60 \times h_w^{0,84} \times b_g^{0,18} \times K_s^{0,77} \left[1 - 0{,}1 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,027}\right]$	
Fente infinie	Excellent	$Q_L = 0{,}42 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,004} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}52 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,59}\right]$	(Touze-Foltz & Giroud, 2003)
	Bon	$Q_L = 0{,}65 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,004} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}52 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,59}\right]$	
	Mauvais	$Q_L = 1{,}64 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,004} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}52 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,59}\right]$	
Fente étroite	Excellent	$Q_L = 0{,}63 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,1} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}28 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,82}\right]$	
	Bon	$Q_L = 0{,}89 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,1} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}28 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,82}\right]$	
	Mauvais	$Q_L = 1{,}98 \times h_w^{0,45} \times c_g^{0,1} \times K_s^{0,87} \left[1 + 0{,}28 \left(\frac{h_w}{H_s}\right)^{0,82}\right]$	

où Q est le flux de percolation (m^3/s), Q_L le flux de percolation par unité de longueur du défaut ($m^3/s/m$), h_w la charge hydraulique totale par-dessus la GM (m), b_g l'aire du défaut circulaire (m^2), c_g largeur de la fente (m), K_s la conductivité hydraulique de la couche sous-jacente (m/s) et H_s l'épaisseur de la couche sous-jacente (m).

2.4 Utilisation des géomembranes

L'imperméabilité apportée par les géomembranes est utilisée dans différents domaines qui se ramènent aux ouvrages et aux structures (domaine du génie civil), à la gestion de différents déchets (génie de l'environnement) et au domaine minier.

2.4.1 Utilisations dans le domaine du génie civil

Les GM sont utilisées dans le domaine du génie civil afin d'apporter l'étanchéité à différents ouvrages (Lambert, 1997; Koerner, 2000; Rollin et al., 2002; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Par exemple, dans les digues en terre (voir Figure 2.32.a) ou en béton (voir Figure 2.32.b), la GM assure l'étanchéité du côté amont de la digue.

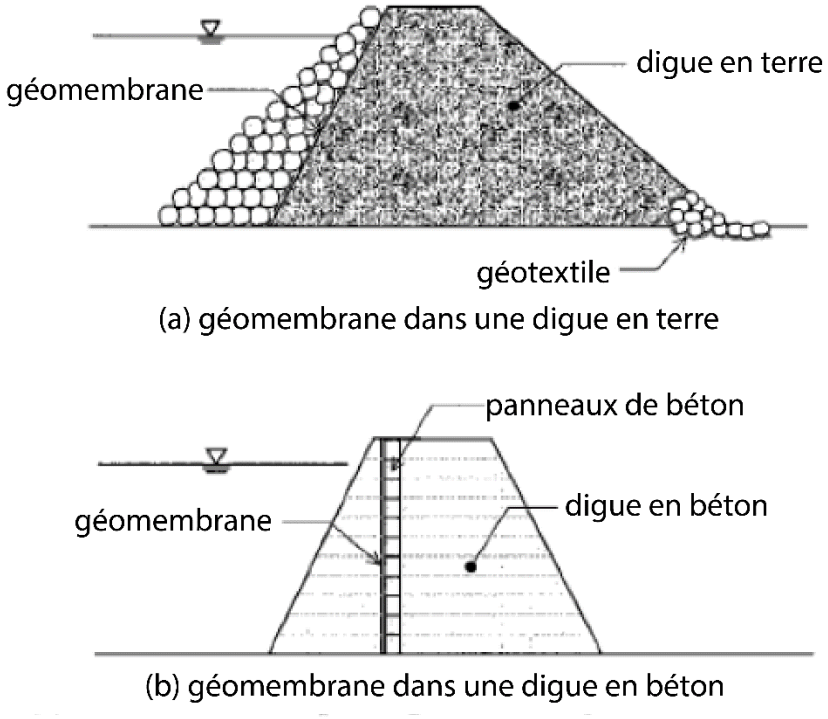


Figure 2.32 : Utilisation de GM dans les digues (adaptée de Koerner, 2000)

Les GM sont aussi utilisées pour le revêtement des canaux afin de constituer l'étanchéité (Koerner, 2000) (voir Figure 2.33). Elles peuvent également être utilisées pour réparer des défauts dans les canaux en béton par exemple (Comer et al., 1996). La très faible perméabilité des GM favorise ainsi la circulation latérale des eaux par-dessus de la GM réduisant ainsi l'infiltration. Les GM sont également utilisées pour les différents bassins de rétention d'eau (Lambert, 1997; Lambert et al., 1999; Rollin et al., 2002; Noval et al., 2014). Outre ces exemples, les GM sont aussi utilisées pour le revêtement afin d'éviter les venues d'eau dans tunnels (Koerner, 2000), les fondations des habitations (Daniel & Koerner, 2000), et les couches d'assises des routes et des voies ferrées (Rollin et al., 2002).

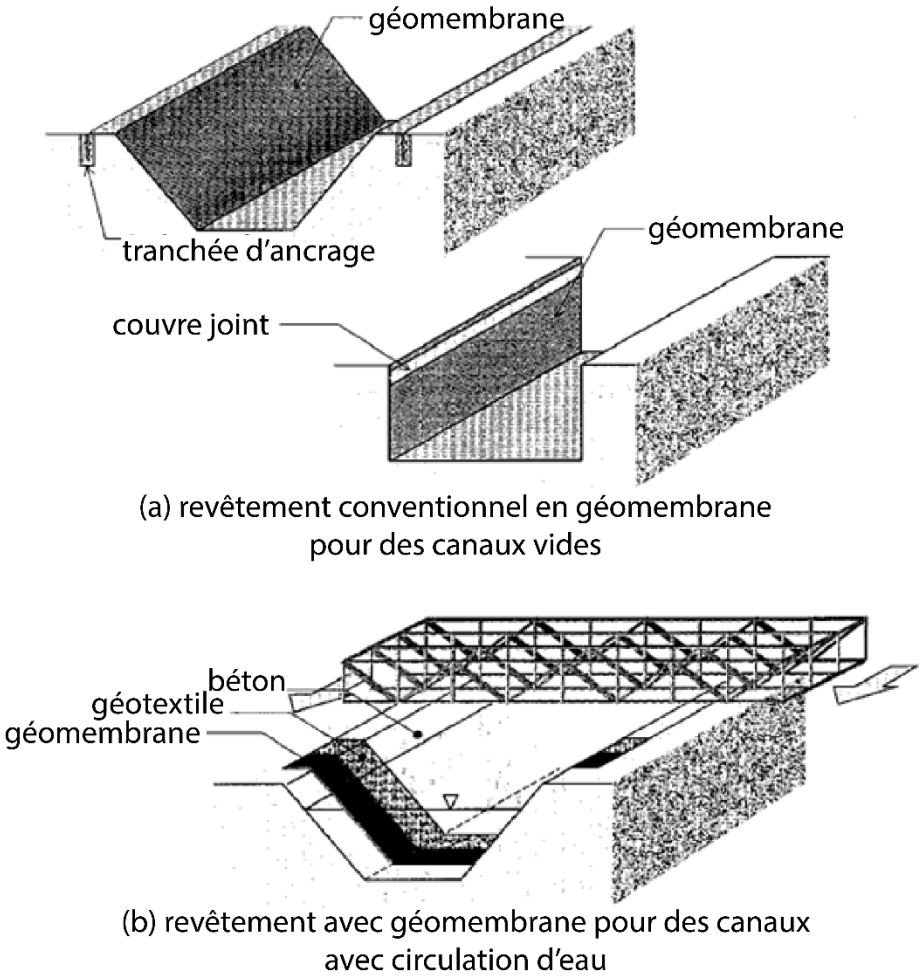


Figure 2.33 : Utilisation des GM dans les canaux (adaptée de Koerner, 2000)

2.4.2 Utilisations dans le domaine du génie de l'environnement

Dans le domaine du génie de l'environnement, les GM sont utilisées pour leur imperméabilité afin de contenir différents contaminants. Elles peuvent être utilisées pour contenir des déchets tant solides (voir Figure 2.34) que liquides (voir Figure 2.35) (Gerber, 1984; Thiel & Stewart, 1993; Koerner, 2000; Rollin et al., 2002; Rowe et al., 2004; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). L'exemple le plus souvent rencontré de confinement de déchets solides est le confinement des déchets domestiques municipaux (*MSW*). Les déchets sont déposés sur une base de GM (*GM liner*) pour constituer un tapis d'étanchéité dans le but de protéger les sols et les nappes sous-jacents. Ces déchets peuvent par la suite être recouverts d'une autre couche de GM (voir Figure 2.34) pour encapsuler les déchets. Ce type de système de recouvrement permet de limiter les flux d'eau qui pourraient venir lixivier les déchets (Rollin et al., 2002; Rowe et al., 2004; Daniel & Koerner, 2007;

Koerner, 2012). Il faut noter que certains déchets comme les *MSW* se décomposent et génèrent des gaz comme du méthane. Ces émanations peuvent ainsi faire gonfler la cellule d'encapsulation et ainsi provoquer des éclatements de la GM (Koerner, 2012). Des évents (voir Figure 2.34.b) peuvent ainsi être installés afin de laisser passer les émanations de gaz et ainsi prévenir les surpressions ainsi que ces éclatements (Koerner, 2000; Daniel & Koerner, 2007; Koerner, 2012).

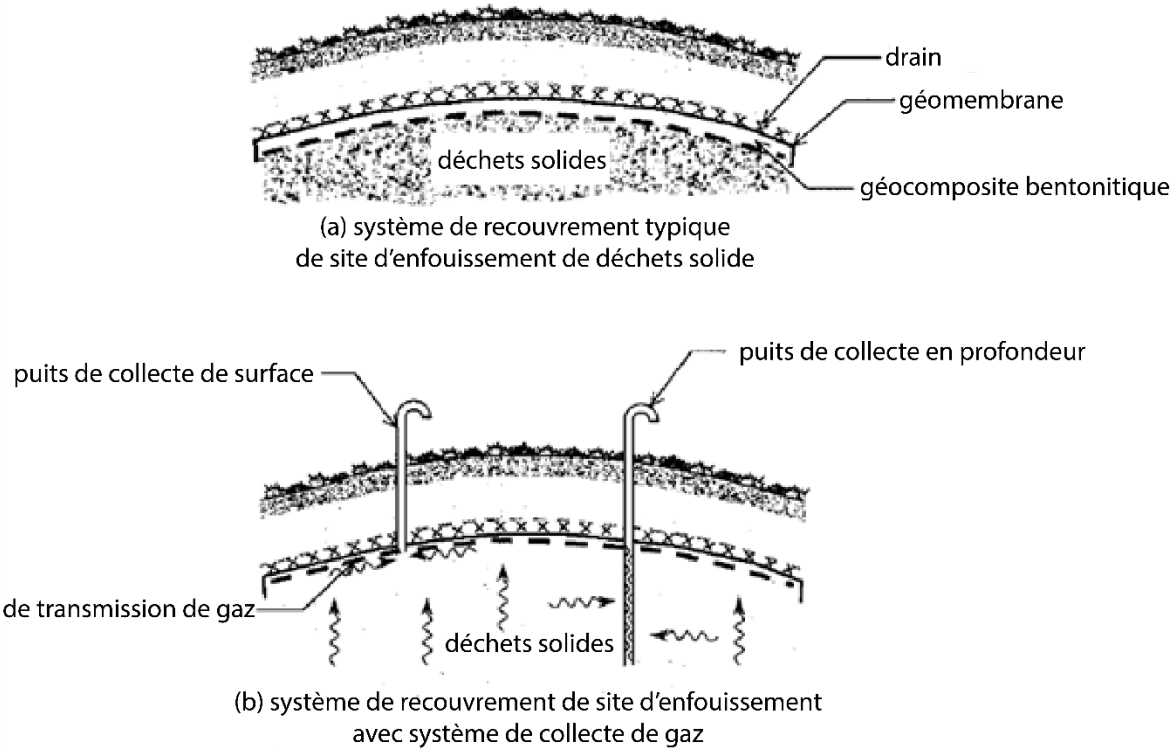


Figure 2.34 : Utilisation des GM pour contenir des déchets solides (adatée de Koerner, 2000)

Pour pouvoir contenir des déchets liquides, les GM sont utilisées pour constituer des cellules d'encapsulation. Ces cellules sont composées d'une base de GM pour constituer un tapis d'étanchéité combinée à une feuille de GM flottant par-dessus le liquide (voir Figure 2.35). Les déchets liquides seront par la suite injectés entre les deux feuilles de GM (Daniel & Koerner, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Ce système permet ainsi d'isoler les déchets liquides de l'air et de les protéger du vent qui peut les perturber. Ce type de cellule est également utilisé comme réservoir d'eau potable pour en garantir la qualité (Rowe et al., 2004; Koerner, 2012).

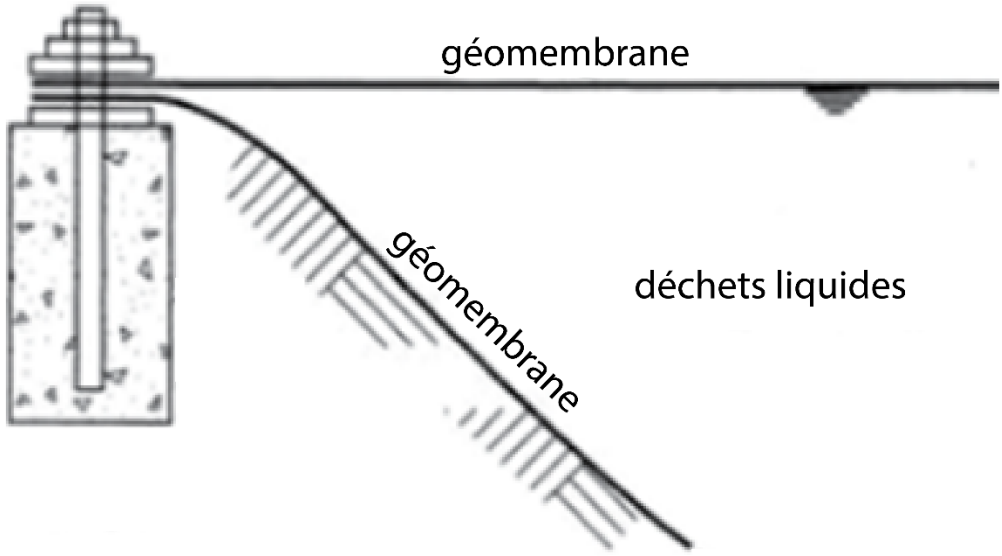


Figure 2.35 : Utilisation des GM pour contenir des déchets liquides (adaptée de Scheirs, 2009)

2.4.3 Utilisations dans le domaine minier

Dans le domaine minier, les GM sont présentes tant dans la phase d'exploitation (tapis d'étanchéité des aires de lixiviation) que pour la gestion des différents rejets solides et liquides.

2.4.3.1 Tapis d'étanchéité des tas de lixiviation

Une des méthodes les plus répandues pour l'extraction de l'or est la cyanuration. Dans les pays en voie de développement, la cyanuration se fait en tas afin de mettre l'or en solution dans le lixiviat. Un traitement du lixiviat (contenant l'or) sur de charbon actif permettra par la suite d'extraire l'or sous forme de métal. Cependant, le cyanure est un produit dangereux pour l'environnement et il faut ainsi éviter de le répandre, d'où l'utilisation de GM pour constituer la base d'étanchéité du système de lixiviation en tas (voir Figure 2.36) (Thiel & Smith, 2004; Lupo & Morrison, 2007; Scheirs, 2009; Touze-Foltz & Lupo, 2009; Lupo, 2010). La GM constitue ainsi une protection des sols et des nappes d'eau sous-jacents.

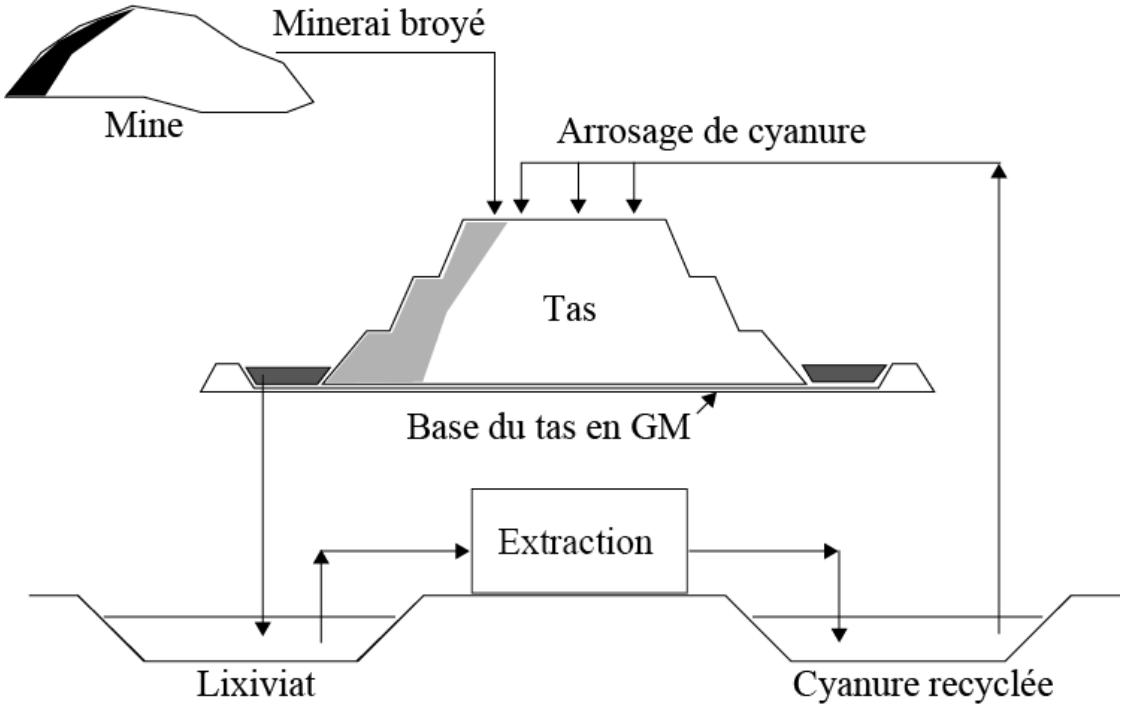


Figure 2.36 : Utilisation de la GM pour la lixiviation en tas (adaptée de Scheirs, 2009)

2.4.3.2 Gestion des rejets

L'imperméabilité apportée par les GM sert aussi à contenir les contaminations provenant des différents rejets miniers tant liquide de solides. Elles peuvent ainsi être utilisées dans les digues de confinement afin d'assurer l'étanchéité en étant installées sur le talus amont comme illustré sur la Figure 2.37 (Eigenbrod et al., 1984; Koerner & Hsuan, 2003; Lupo & Morrison, 2007). Les GM peuvent aussi servir de tapis d'étanchéité (*liner*) sur laquelle vont reposer les rejets miniers afin d'éviter la pollution des sols et des nappes (Patterson et al., 2006; Lupo & Morrison, 2007; MDDEP, 2012).

Les GM sont également utilisées comme composante des systèmes de recouvrement visant à contrôler la génération de DMA comme présenté à la section 2.1.3. Cette utilisation des GM constitue le sujet de cette thèse et est traitée particulièrement dans la section 2.5.

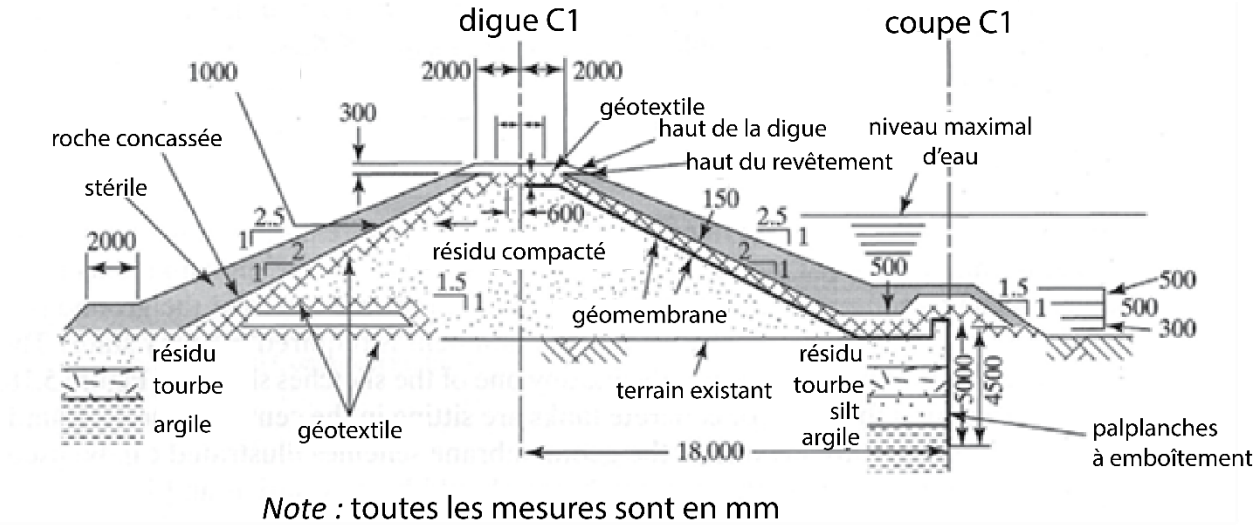


Figure 2.37 : Utilisation des GM pour l'imperméabilisation des digues de confinement des résidus (adaptée d'Eigenbrod et al., 1984)

2.5 Utilisation des géomembranes dans les systèmes de recouvrement pour la restauration des sites miniers

Il a été vu dans la section 2.1.3 que les GM sont utilisées dans les systèmes de recouvrement pour la restauration de sites miniers afin de contrôler la génération de DMA en limitant les flux d'eau et d'oxygène. Cette partie de la revue de littérature vise à présenter la configuration des systèmes de recouvrements avec GM et leur utilisation à travers le monde.

2.5.1 Configuration des systèmes de recouvrement

Il existerait trois types de recouvrement avec GM : le système de recouvrement avec GM seule, le système de recouvrement composite et le système recouvrement double composite (Rollin et al., 2002; Rowe et al., 2004; Lupo & Morrison, 2007; Müller, 2007). Il est à noter que ce dernier n'est actuellement pas utilisé à la connaissance de l'auteur, mais pourrait constituer une option de configuration.

Le système de recouvrement avec GM seule installée par-dessus des résidus ou des stériles et schématisée à la Figure 2.38.a. Le système est composé de l'assise, de la GM et de la couche de protection. Le rôle principal de l'assise est de préparer la mise en place de la GM et d'éviter son poinçonnement. L'assise doit également être plan le plus possible afin d'éviter des concentrations

de contraintes dans la GM qui va épouser la forme de cette surface. L'assise peut être constituée de sol granulaire (grande conductivité hydraulique) (Lupo & Morrison, 2007). L'assise constitue également une couche qui permet d'éviter le contact de la GM avec les résidus (et notamment éviter l'exposition de la GM au DMA) qui pourrait diminuer la durée de vie de la GM (Gulec et al., 2004). Le rôle principal de la couche de protection est de protéger la GM des rayons UV qui peuvent la dégrader (Scheirs, 2000; Müller, 2007; Scheirs, 2009). Elle peut contenir une sous-couche protectrice afin de protéger la GM du poinçonnement (géotextile, sable). Elle peut également contenir une couche drainante afin de favoriser l'écoulement horizontal des eaux d'infiltration, limitant ainsi les eaux qui peuvent percoler à travers la GM (Giroud & Bonaparte, 1989b, 1989a; Meiers et al., 2009; Power et al., 2017). La présence d'une couche drainante dans la couche protectrice constitue également une protection contre l'érosion. La couche sus-jacente sera ainsi drainée et il n'y aura pas de pression capillaire positive qui aurait favorisé l'érosion par suintement (Meiers et al., 2014; Power et al., 2017). Une végétation peut aussi être établie à la surface de cette couche dans le but de retenir le sol et aussi de faciliter l'acceptabilité sociale compte tenu de l'amélioration visuelle qu'elle procure. L'efficacité de ce système repose entièrement sur la GM.

La différence entre le système de recouvrement avec GM seule et le système de recouvrement composite (voir Figure 2.38.b) est la nature de l'assise. En effet, dans le système de recouvrement composite, l'assise est constituée par une couche de faible perméabilité (conductivité hydraulique saturée inférieure à 10^{-6} cm/s selon Lupo et Morrison, 2007). Cette couche constitue ainsi une balise limitant la percolation à travers le recouvrement, surtout dans le cas où la GM présenterait des défauts (Giroud & Bonaparte, 1989b; Lupo & Morrison, 2007), assurant ainsi l'intégrité du système de recouvrement.

Le système de recouvrement double composite (voir Figure 2.38.c) est caractérisé par le fait qu'il y a deux GM dans le système, séparées par une couche de grande conductivité hydraulique (couche collectrice) afin de favoriser la circulation horizontale des eaux qui auraient percolé à travers les défauts de la GM du haut. Ce système de drainage permet ainsi de réduire la quantité d'eau qui pourrait percoler à travers la GM du bas. Dans ce type de système de recouvrement, la GM du bas repose sur une couche de faible perméabilité comme dans le cas des recouvrements composites. Ce système offre ainsi une plus grande sécurité par rapport au recouvrement composite « simple » d'après Lupo et Morrison (2007).

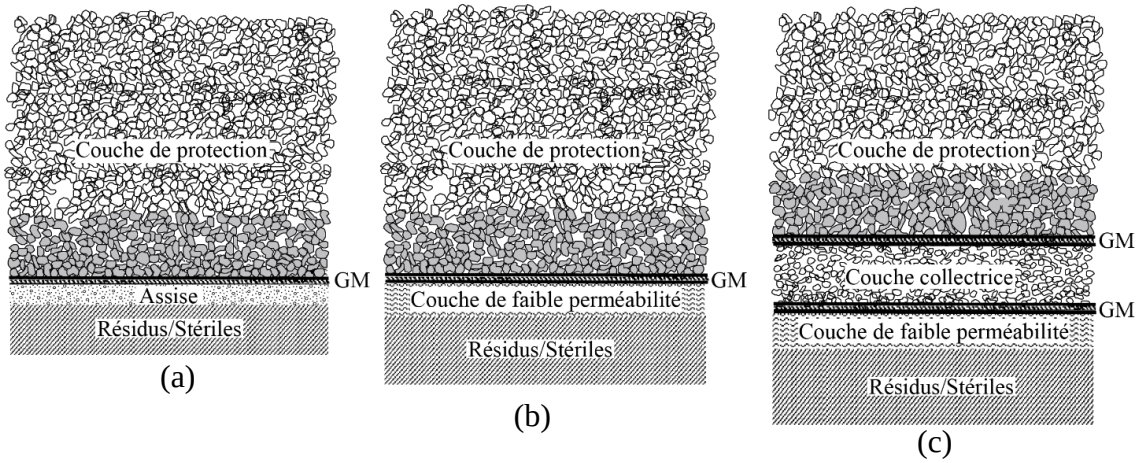


Figure 2.38 : Trois types de configuration de systèmes de recouvrement : a) GM seule, b) composite et c) double composite (adaptée de Lupo & Morrison, 2007)

2.5.2 Systèmes de recouvrement avec géomembrane pour la restauration des sites miniers à travers le monde

La revue de la littérature a permis de retrouver une douzaine de sites miniers actuellement restaurés avec des systèmes de recouvrement avec GM à travers le monde. Un des sites, le site Kwinana, se trouve en Australie (Figure 2.39) et les 11 autres au Canada (Figure 2.40). Seul le site Kwinana présente un système de recouvrement composite. Tous les autres sites ont été restaurés avec des systèmes de recouvrement de type GM seule. Quasiment tous les sites ont été restaurés avec une GM en PEHD de 1,5 mm d'épaisseur à l'exception du site Kwinana où la GM en PEHD a une épaisseur de 0,75 mm (Patterson et al., 2006) et le site Suffield où la GM est en PEBDL de 1,00 mm d'épaisseur (Turcotte et al., 2021). Une grande majorité des GM utilisées sont lisses exceptées sur les sites Eustis (MRNF, 2009; Landry & Senay, 2010; Turcotte et al., 2021) et Aldermac (Cyr, 2008; Cyr et al., 2011). Différents types de matériaux peuvent également être utilisés pour la construction des systèmes de recouvrements avec GM : i) des matériaux géologiques, ii) des matériaux synthétiques comme les géotextiles et les géodrains utilisés sur les sites Scotchtown Summit et Franklin (Meiers, 2015) par exemple, ou iii) des matériaux de récupération comme la boue de désencrage sur les sites Eustis (Turcotte et al., 2021).

Malgré les bonnes performances en climat froid des GM en PESC ou en EPDM-R, ces dernières n'ont probablement pas été utilisées en raison des inconvénients qu'elles pourraient présenter : difficultés d'assemblage (de soudure) des GM en PESC et faible résistance chimique des EPDM-R (voir Tableau 2.5).

L'évolution des conceptions au cours des années peut également être remarquée avec des systèmes simplistes où les GM sont en contact directement avec les résidus oxydés et protégés par une seule couche de sol comme sur les sites Poirier (Maurice, 2002) et Normétal (Maurice, 2012) dans les années 2000; à des systèmes plus complexes où les GM sont installées entre deux couches de sable et en intégrant des couches de protection au gel et à la bio intrusion comme sur les plus récents sites Barvue (Zetchi & Fouquet, 2017) et Suffield (Turcotte et al., 2021). Il est également à noter que les GM sont à une profondeur inférieure à la profondeur de pénétration potentielle du gel pour les différents sites au Canada (voir Figure 2.40). Par exemple pour les sites en Estrie (Weedon, Eustis et Suffield), les GM sont tout au plus à 1,2 m de profondeur alors que le gel peut potentiellement atteindre 1,4 m; ou pour les sites en Abitibi-Témiscamingue (Normétal et Aldermac) où les GM se situent tout au plus à 1 m alors que le gel pourrait atteindre 2,2 m (Lacasse & Amiri, 1988). Les GM pourraient ainsi subir des cycles de gel-dégel.

Les différents paramètres et les références des différents sites sont donnés dans la Table 6.1. Mbonimpa et al. (2021) ont également documenté les paramètres suivis pour évaluer la performance de certains de ces systèmes de recouvrements.

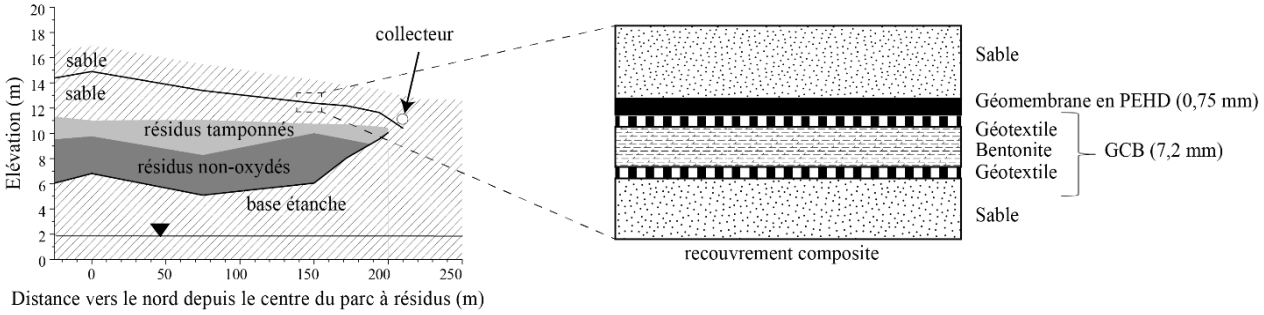


Figure 2.39 : Système de recouvrement avec GM en PEHD pour la restauration du site Kwinana, Australie (adaptée de Patterson et al., 2006)

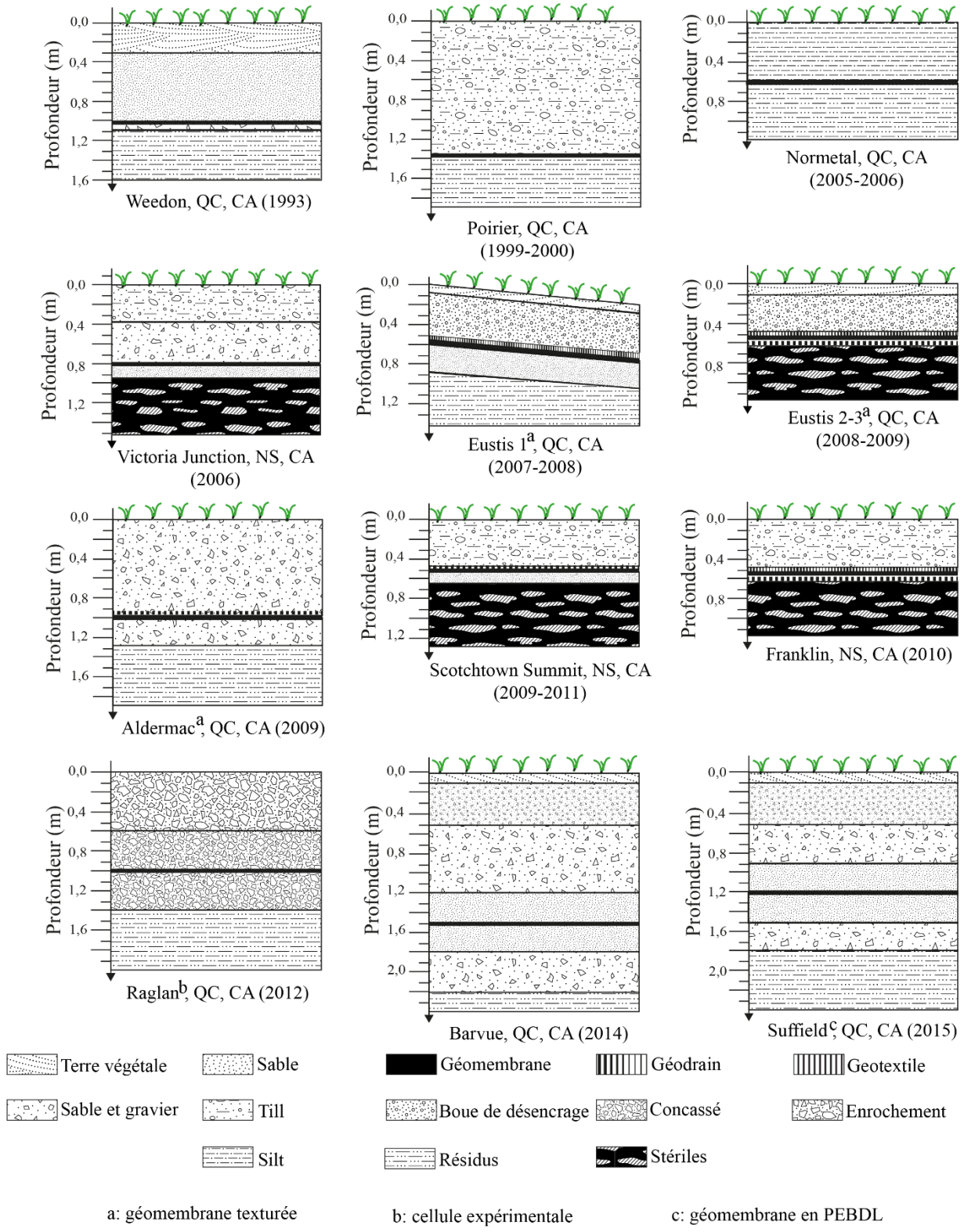


Figure 2.40 : Systèmes de recouvrement avec GM pour la restauration de différents sites miniers au Canada

2.6 Géomembranes en polyéthylène

Comme il a été vu dans la section 2.5.2 : les GM en PEHD sont les plus utilisées dans les systèmes de recouvrements miniers et il existe un site utilisant une GM en PEBDL. Compte tenu de la sensibilité des GM en PEHD à la fissuration sous contrainte (voir Tableau 2.5), les GM en PEBDL pourraient ainsi constituer une alternative. Cette partie vise ainsi à connaître ces deux matériaux en termes de compositions, fabrications, propriétés, installations et de durabilités.

2.6.1 Composition des géomembranes en PEHD et en PEBDL

Les GM en PE sont obtenues à partir de la polymérisation catalytique de l'éthylène qui constitue le monomère avec des alpha-oléfines qui constituent les co-monomères (Müller, 2007; Scheirs, 2009). La résine en PE, sans les co-monomères, est sous forme cristalline (cristallinité proche de 95%). Cette très forte cristallinité donnerait un matériau rigide qui serait difficile à manufacturer et à installer, car il serait cassant (Scheirs, 2000, 2009). Les producteurs de géomembranes ajoutent ainsi des co-monomères pour abaisser la cristallinité des matériaux afin d'atteindre une cristallinité autour de 55% pour les PEHD et autour de 15% pour les PEBDL (voir Tableau 2.3). La nature et les proportions des co-monomères sont ainsi différentes pour atteindre les cristallinités spécifiques des résines constituant les GM (Müller, 2007; Scheirs, 2009; Islam et al., 2011). À cette résine sont rajoutés des additifs pour apporter des propriétés spécifiques au matériau comme il a été vu dans la section 2.2.1. Ainsi le noir de carbone dans les PEHD et les PEBDL sont de l'ordre de 2 à 3%; et les AO de 0,25 à 1% pour les PEHD et de 0,25 à 3% pour les PEBDL (Koerner et al., 2011). Une plus grande quantité d'AO est ajoutée aux résines en PEBDL à cause de leur faible résistance chimique (voir Tableau 2.5). Les compositions de ces deux GM en PEHD et en PEBDL sont résumées dans le Tableau 2.13).

Tableau 2.13 : Compositions des GM en PEHD et en PEBDL (compilé à partir des données de Müller, 2007; Scheirs, 2009; Islam et al., 2011; Koerner et al., 2011)

Compositions	**PEHD**	**PEBDL**
Monomère	éthylène	
Co-monomère	butène, hexane, octène	butane, hexène, octane
Résine (% massique)	95-98	94-96
Noir de carbone (% massique)	2-3	
AO (% massique)	0,25-1	0,25-3

2.6.2 Fabrication des géomembranes en PEHD et en PEBDL

Les différentes GM (incluant les GM en PEHD et en PEBDL) sont produites en panneau ou feuille. Ces panneaux peuvent être obtenus suivant deux procédés : le premier par extrusion suivie de laminage et le second par extrusion suivie de soufflage (Rollin et al., 2002; Müller, 2007; Scheirs, 2009). L'extrudeuse est illustrée sur la Figure 2.41. Dans le processus d'extrusion pour obtenir le mélange (résine et additifs) en fusion : les composants de la GM (résine, noir de carbone et AO) sont d'abord acheminés dans la trémie d'alimentation (a) où se fera le mélange qui alimentera l'extrudeuse. Le mélange sera distribué alors par une vis sans fin (b), entouré d'un tube (c). La vis est entraînée par un système d'engrenage (d) à partir d'un moteur (e). Les points de connexion pour le chauffage de la vis et les conduits de refroidissement sont respectivement indiqués aux points (g) et (h) sur la figure. Le canon d'extrusion est entouré de système de chauffage et de refroidissement (f) pour maintenir la température entre 200 à 230 °C. Le mélange en fusion sort par la suite au bout du canon (i) (Müller, 2007).

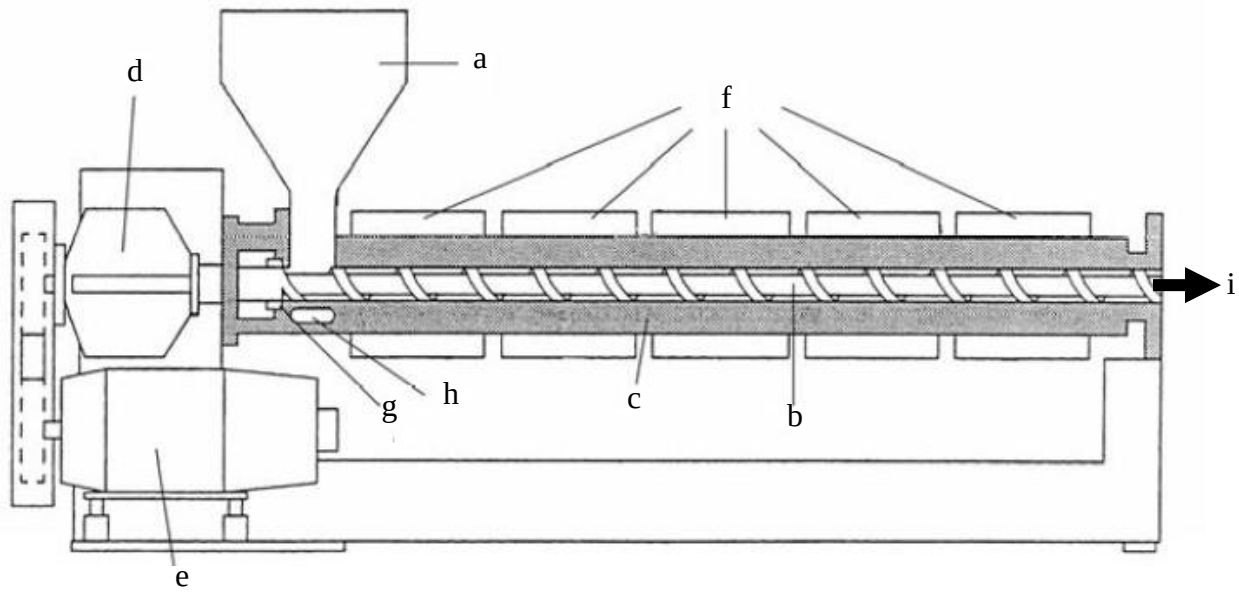


Figure 2.41 : Représentation d'une extrudeuse (Müller, 2007)

A la sortie de l'extrudeuse, la GM peut être obtenue par laminage à l'aide de rouleaux (voir Figure 2.42.a) ou par soufflage (voir Figure 2.42.b). Les deux procédés mènent à la production de matériaux de différentes propriétés même avec une même formulation de GM. Le procédé par laminage permet par exemple d'obtenir une GM moins rigide, avec une épaisseur mieux contrôlée et une meilleure stabilité physique (c'est-à-dire un plus faible CDT) (Scheirs, 2009).

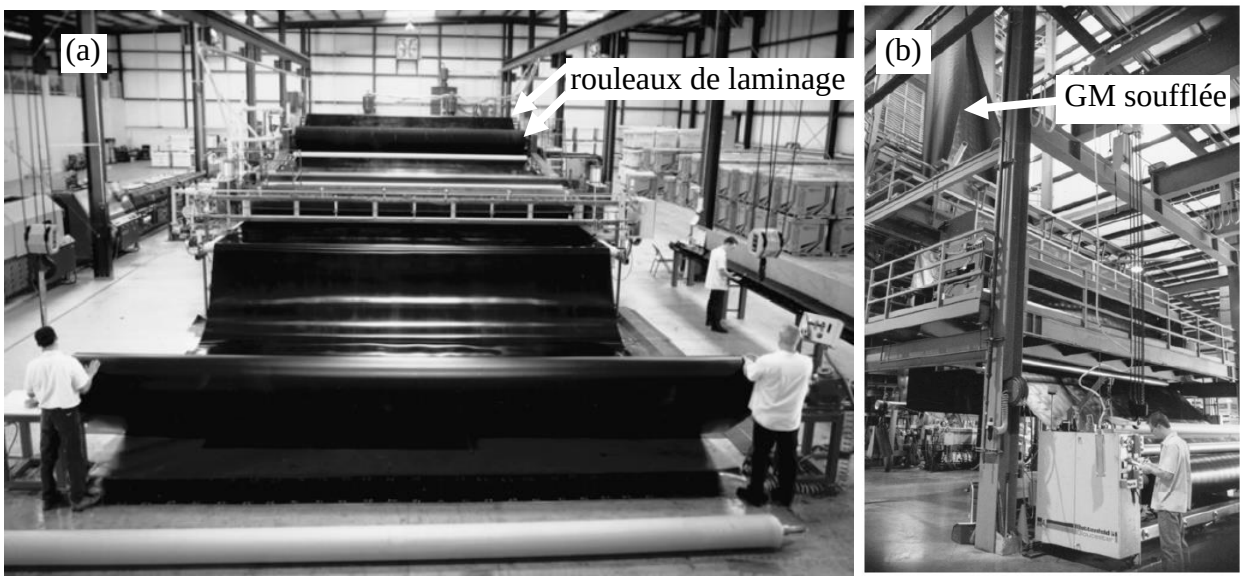


Figure 2.42 : Photographie d'une feuille de GM en PEHD à la sortie des rouleaux de laminage (a) et après soufflage (b) l'extrudeuse (Müller, 2007)

Les GM sont livrées en rouleau contenant 100 m de GM avec des largeurs variables de 5, 7, 9 et 10 m suivant les dimensions voulues (Müller, 2007). À titre indicatif, un rouleau de GM en PEHD de 2,5 mm d'épaisseur et de 10 m de large a une masse de 2,5 tonnes (légèrement en dessous pour la GM en PEBDL), ce qui montre la difficulté dans la manutention surtout lors de l'installation. Des systèmes de levages sont ainsi nécessaires.

Plusieurs extrudeuses peuvent également être utilisées afin d'obtenir une GM composée de différentes couches : c'est la coextrusion (illustrée sur la Figure 2.43). La coextrusion permet d'obtenir, par exemple, une couche de PEBD (A) entourée par deux couches de PEHD, dont une couche de PEHD blanche (B) d'un côté et une couche de PEHD noire (C) de l'autre côté. Cette combinaison de couches s'effectue dans l'anneau de distribution (voir Figure 2.43). L'avantage de cette méthode est d'apporter des propriétés spécifiques supplémentaires à la feuille de GM. Par exemple, une couche de PEHD blanche apporte une protection supplémentaire face aux rayons UV avec un plus grand albédo[3].

[3] Albédo : pouvoir réfléchissant d'une surface

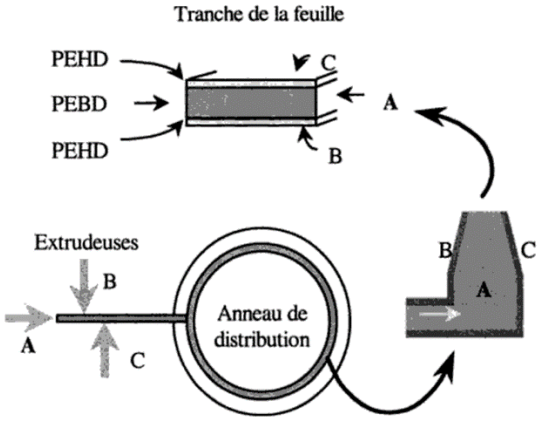


Figure 2.43 : Schéma de production d'une feuille coextrudée par extrusion par soufflage (Rollin et al., 2002)

2.6.3 Installation des géomembranes en PEHD et en PEBDL

Comme il a été vu plus haut, les GM sont produites en rouleau de largeur maximale de 10 m alors qu'elles doivent recouvrir une surface pouvant aller jusqu'à plusieurs dizaines d'hectares (Zetchi & Fouquet, 2017; Turcotte et al., 2021). Les panneaux de GM doivent ainsi être soudés entre elles afin d'assurer l'étanchéité du système. La Figure 2.44 montre les différentes techniques de soudure de GM qui peuvent être réalisées sur les GM en PE : a) par extrusion et b) par fusion thermique (Koerner, 2012).

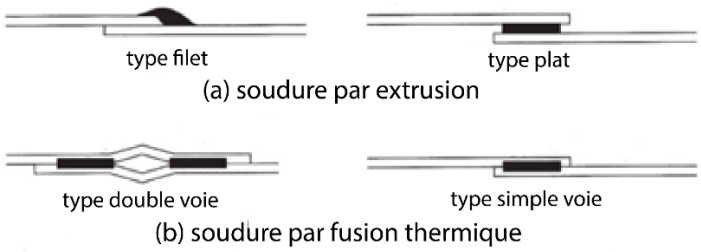


Figure 2.44 : Différentes techniques de soudure de GM en PE (adaptée de Koerner, 2012)

Pour la soudure par extrusion, une extrudeuse à chaud est utilisée pour obtenir du matériau en fusion. Le matériau en fusion est ensuite appliqué en filet par-dessus le lé supérieur et le lé inférieur ou entre les deux lés (Koerner, 2012). Pour la soudure par fusion thermique, un robot (voir Figure 2.45) est utilisé pour générer de la chaleur afin de pouvoir mettre en fusion les GM et les souder entre elles à l'aide des deux rouleaux compresseurs. La soudure peut être réalisée en simple ou

double bande dépendamment de la tête de fusion utilisée. La soudure en double bande est souvent privilégiée, car elle permet d'avoir un canal de test entre les deux bandes afin d'assurer l'étanchéité des soudures (Scheirs, 2009).

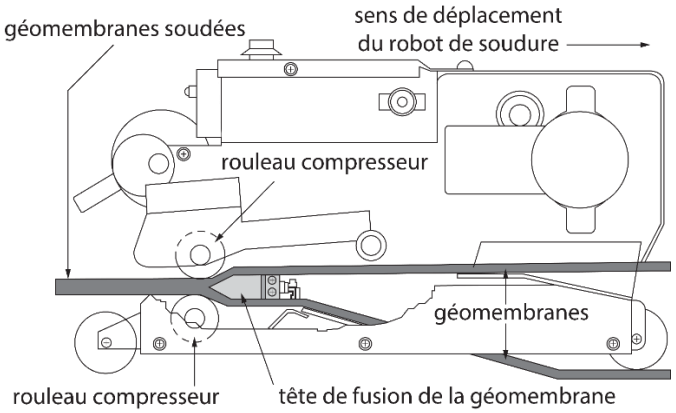


Figure 2.45 : Représentation schématique d'un robot de soudure (adapée de Scheirs, 2009)

L'installation de la GM peut être généralement décrite en 5 étapes (Müller, 2007; IAGI, 2015) : 1) la planification, 2) la construction et la mise en place de l'assise, 3) le déroulement, la mise en place et le découpage des panneaux de GM suivant la planification, 4) la soudure des GM, et 5) la mise en place de la ou des couche(s) de protection de la GM. À ces étapes s'ajoutent les processus d'assurance qualité (QA) et de contrôle qualité (QC) pour que l'installation soit faite dans les règles de l'art (Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). En effet, lors de l'installation des GM, différents défauts (fissures, poinçonnement, trous…) peuvent être générés (Giroud & Bonaparte, 1989b, 1989a; Rowe et al., 2004; Needham et al., 2006). Les bonnes pratiques de QA/QC permettent ainsi de les détecter et de les réparer afin d'assurer l'intégrité des systèmes avec GM lors de l'installation (Needham et al., 2006; Gilson-Beck, 2019; Müller & Wöhlecke, 2019; Gilson-Beck & Ferreira, 2020). Il existe différentes techniques de détection de défauts dont les méthodes électriques qui sont les plus répandues autant pour les GM nues suivant les normes ASTM D7002 (2016c) pour la méthode de la flaque d'eau, D7240 (2018c) pour la méthode du test avec étincelle, D7703 (2016e) pour la méthode du jet d'eau et D7953 (2020f) pour la méthode de l'arc électrique; que pour les GM recouvertes suivant la norme ASTM D7007 (2016d) en utilisant des dipôles électriques. À part ces méthodes électriques, il existe également d'autres techniques par exemple acoustiques avec des ultrasons, ou par thermographie infrarouge ou avec des traceurs fluides (Touze-Foltz, 2002; CFG, 2003). Néanmoins, l'intégrité assurée lors de l'installation n'est pas permanente, car au cours de la durée de service des GM, des défauts

peuvent être générés par fissuration sous contrainte des GM en PEHD (Hsuan et al., 1993; Needham et al., 2004; Rowe et al., 2004; Needham et al., 2006; Scheirs, 2009) ou par poinçonnement à cause de la perte de résistance des GM par oxydation (Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Rowe & Sangam, 2002; Needham et al., 2006).

Compte tenu de la dilatation thermique des GM, la GM se dilate lorsqu'elle est exposée au soleil et que la température augmente et se contracte quand la température diminue ou une fois que le soleil est couché. Toutefois, la GM ne revient pas forcément à son état initial et laisse ainsi des vagues (ou plis) qui constituent des zones où la GM n'est pas en contact avec la couche sous-jacente (Giroud & Morel, 1992; Pelte et al., 1994; Rowe et al., 2004; Chappel et al., 2011; Rowe et al., 2012; Rentz et al., 2017). Ces vagues sont problématiques, car elles pourraient augmenter significativement les taux de percolation à travers la GM en cas de défaut, car la qualité du contact entre la GM et la couche sous-jacente serait mauvaise (voir Tableau 2.12). De plus, les vagues pourraient être à l'origine de fissuration lors de l'installation de la couche qui va venir la recouvrir (Rowe et al., 2004; Scheirs, 2009; Koerner, 2012). D'où l'intérêt des GM à face blanche qui développeraient moins de vagues (Rentz et al., 2017).

2.6.4 Propriétés initiales des géomembranes en PEHD et en PEBDL

Il a été vu dans le Tableau 2.13 que la composition des deux GM en PEHD et en PEBDL sont différente. La présente section vise à faire un comparatif de ce que cette différence de composition implique sur les différentes propriétés des deux GM. Ce comparatif est résumé au Tableau 2.14. Certaines de ces propriétés sont normées par le GRI (*Geosynthic Research Institute*), une branche du GSI (*Geosynthetic Institue*) basée à Folsom (Pennsylvanie, É.-U.) (GSI, 2021). Les données de référence du GRI constituent ainsi les propriétés minimales qu'une GM devrait avoir initialement. Il existe ainsi le GRI GM13 (2021a) pour les GM en PEHD et le GRI GM17 (2021b) pour les GM en PEBDL. Les autres propriétés (non normées) sont tirées de la littérature.

La première différence entre les deux GM, comme vue dans la section 2.2.3, se situe au niveau de leurs densités menant à leurs appellations. Il a également été vu plus haut que les compositions des deux GM mènent à des cristallinités différentes à l'origine de l'avantage principal des GM en PEBDL sur les PEHD : la non-sensibilité à la fissuration sous contrainte. En effet, les GM en PEHD devraient au moins avoir une résistance à la fissuration sous contrainte en termes de temps T_t (voir section 2.3.3.7) de 500 h (GRI, 2021a) alors que ce paramètre n'est pas normé pour les GM en

PEBDL (GRI, 2021b). Des ordres de grandeur de la résistance à la fissuration peuvent être retrouvés dans la littérature, et seraient aux environs de 20000 h (Rowe et al., 2019b) ce qui est 40 fois plus élevé que pour les GM en PEHD.

Tableau 2.14 : Tableau comparatif des propriétés des géomembranes en PEHD et en PEBDL

Propriétés (unités)		**PEHD**		**PEBDL**	
		Lisse	**Texturée**	**Lisse**	**Texturée**
Coefficient de dilatation thermique (10^{-5} cm×cm^{-1}×°C^{-1})		10-13[a]	-	15-25[a]	-
Densité (g/cm^3)		> 0,940[b]		0,919-0,926[b]	
IC (-)		0[b]			
Cristallinité (%)		≈ 55[b]		≈ 15[b]	
TIO standard (min)		> 100[c]		> 100[c]	
TIO haute pression (min)		> 400[d]		> 400[d]	
Pour une GM de 1,5 mm d'épaisseur	LE (N/mm)	> 22[c]	> 22[c]	-	-
	ELE (%)	> 12[c]	> 12[c]	-	-
	RT (N/mm)	> 40[c]	> 16[c]	> 40[d]	> 16[d]
	ER (%)	> 700[c]	> 100[c]	> 800[d]	> 250[d]
	Résistance à la déchirure (N)	> 187[c]	> 187[c]	> 150[d]	> 150[d]
	Résistance au poinçonnement (N)	> 480[c]	> 400[c]	> 370[d]	> 300[d]
	Élongation à la rupture axisymétrique (%)	12[a]	-	30[d]	
	Résistance à la fissuration sous-contrainte (h)	> 500[c]		≈ 20000[e]	
Conductivité hydraulique équivalente K_g (m/s)		[10^{-14} ;10^{-15}][f]	-	≈ 10^{-15}[f]	-
Coefficient de diffusion d'oxygène D_g (m^2/s)		≈ 10^{-11}[g]	-	≈ 10^{-10}[h]	-

a Koerner (2012)

b Scheirs (2009)

c GRI GM13 (2021a)

d GRI GM17 (2021b)

e Rowe et al. (2019b)

f Haxo Jr et al. (1984) et Giroud et Bonaparte (1989a)

g Epacher et al. (2000), Massey (2003) et Wagner Jr (2016)

h Patel et al. (1999), Massey (2003) et Wagner Jr (2016)

La seconde différence marquante entre les deux GM se situe au niveau des coefficients de dilatation thermique des deux matériaux. Celui des GM en PEBDL serait ainsi 2 fois supérieur à celui des GM en PEHD (Koerner, 2012), ce qui signifie que les GM en PEBDL pourraient développer beaucoup plus de plis (Giroud & Morel, 1992; Yang et al., 2017).

Au regard des propriétés mécaniques, il est à remarquer que les propriétés élastiques des GM en PEBDL ne sont pas normées dans le GRI GM17 à l'opposé de celles des GM en PEHD dans le GRI GM13. En effet, les comportements mécaniques des deux matériaux ne sont pas les mêmes comme il a été vu sur la Figure 2.17 : les GM en PEHD présentent une phase élastique suivie d'une phase plastique avec une plage ductile alors que le comportement mécanique des GM en PEBDL semble composé d'une première phase élastique suivie d'un écrouissage positif. Les exigences par rapport aux résistances en traction RT sont identiques, mais l'élongation à la rupture ER des GM en PEBDL devrait être supérieure à celle des GM en PEHD. Par ailleurs, la texturation des GM diminuerait leurs propriétés à la rupture. Les GM texturées auraient des propriétés à la rupture inférieures à celles des GM lisses. Par exemple, l'exigence de la RT pour une GM lisse en PEHD est de 40 N/mm alors qu'elle n'est que de 16 N/mm pour une GM texturée en PEHD. Il en est de même pour l'ER : ER(PEHD lisse) = 700% > ER(PEHD texturée) = 100%. Quant aux résistances à la déchirure et au poinçonnement, elles seraient plus élevées pour les GM en PEHD (respectivement égales à 187 et 480 N pour une GM lisse de 1,5 mm d'épaisseur) que pour les GM en PEBDL (respectivement égales à 150 et 370 N pour une GM lisse de 1,5 mm d'épaisseur). La texturation des GM n'impacterait pas la résistance à la déchirure, mais elle diminuerait la résistance au poinçonnement. En effet, à titre d'exemple, les résistances au poinçonnement seraient respectivement de 480 N et 400 N pour des GM lisses et texturées en PEHD de 1,5 mm d'épaisseur. Certes, la texturation des GM améliore la résistance au cisaillement des GM (voir Tableau 2.4), mais elle a également ses inconvénients comme ce qui vient d'être vu par rapport à la baisse de l'ER et de la résistance au poinçonnement. Il serait alors judicieux de n'utiliser les GM que sur les pentes et utiliser les GM lisses pour les autres parties des systèmes de recouvrement. Dans le Tableau 2.14, une seule épaisseur de 1,5 mm a été considérée pour les propriétés mécaniques, car c'est celle qui est la plus utilisée (voir section 2.5.2). Toutefois, les exigences des GRI GM13 (2021a) montrent que plus la GM en PEHD serait épaisse, plus les valeurs de la limite élastique LE, de RT ainsi que les résistances à la déchirure et au poinçonnement seraient plus élevées. Il en

serait également de même pour les GM en PEBDL pour les valeurs de RT, les résistances à la déchirure et au poinçonnement d'après le GRI GM17 (2021b).

D'un point de vue chimique, les deux GM devraient avoir les mêmes propriétés initiales en termes d'IC, de TIO standard et de TIO haute pression. Pour les propriétés de transfert de masse (K_g et D_g), les valeurs sont très faibles et elles se situeraient à un ordre de grandeur de différence au maximum entre les deux GM en PE. Les deux types de GM seraient donc capables de contrôler les flux de fluides dans les systèmes de recouvrement lors de l'installation. La problématique se situerait donc sur le long terme pendant la période de service.

2.6.5 Durabilité des géomembranes en PE

Il a été vu dans la section 2.6.4 précédente que les GM en PE pourraient accomplir leurs rôles de barrière à l'eau et à l'oxygène. Cependant, ce sont des matériaux synthétiques dont la durée de vie est limitée dans le temps. En effet, il a été vu plus haut que la résine constituant la GM peut s'oxyder et l'ajout d'AO ne fait que retarder cette oxydation (voir section 2.6.1). En effet, les AO vont subir une déplétion dans le temps au fur et à mesure qu'ils seront utilisés (Hsuan & Koerner, 1995a). De plus, leur quantité est limitée et non renouvelable : de 0,25 à 1% en pourcentage massique par exemple pour une GM en PEHD et de 0,25 à 3% pour une GM en PEBDL (voir Tableau 2.13). Une fois les AO épuisés, la GM va s'oxyder et ses différentes propriétés vont se dégrader dans le temps (Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Rowe & Sangam, 2002).

La performance à long terme du matériau demeure ainsi une grande préoccupation depuis les trente dernières années (Koerner et al., 1990; Koerner et al., 1992; Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Scheirs, 2000; Rowe & Sangam, 2002; Koerner & Hsuan, 2003; Rowe et al., 2004; Daniel & Koerner, 2007; Müller, 2007; Scheirs, 2009; Koerner, 2012; Ewais et al., 2018).

Cependant, les GM sont des matériaux assez jeunes. Il a été vu par exemple que dans le contexte des systèmes de recouvrements utilisés pour la restauration des sites miniers (voir section 2.5.2), le plus vieux site répertorié au Québec où une GM a été utilisée (le site Weedon) ne date que d'une trentaine d'années. Cela ne permettrait donc pas de statuer sur les performances à long terme du matériau.

Différentes techniques ont ainsi été développées pour accélérer la dégradation des GM (voir section 2.6.5.2). Ces techniques s'appuient sur le fait que le phénomène de dégradation des GM suive la

loi d'Arrhenius (Koerner et al., 1992) qui sera détaillé dans la section 2.6.5.1. La durée de service d'une GM est ainsi considérée comme le temps pour que la propriété étudiée (usuellement la RT) diminue de 50% par rapport à sa valeur initiale suivant le modèle de Hsuan et Koerner (1998). Ce modèle sera revu en détail à la section 5.5.1. Cependant, afin de mieux comprendre les paramètres qui régissent de la dégradation des GM, le modèle d'Arrhenius, les essais de vieillissement et les paramètres qui influencent la dégradation de la GM seront présentés ci-après.

2.6.5.1 Modèle d'Arrhenius

Le modèle d'Arrhenius (Koerner et al., 1992) se base sur le fait que les réactions chimiques se produisent plus rapidement à haute température qu'à basse température. L'équation d'Arrhenius est donnée par l'équation suivante :

$$R_r = A \times e^{-\left(\frac{E_{act}}{R \times T}\right)} \tag{2.22}$$

où R_r est la vitesse ou le taux d'une réaction chimique (généralement en mois^{-1} pour les GM) , A est le coefficient d'Arrhenius, appelé aussi facteur préexponentiel ou facteur de fréquence (du fait qu'il tient compte de la fréquence des collisions) (mois^{-1}), E_{act} est l'énergie d'activation qui est déterminée expérimentalement, et est constante (J/mol), R est la constante des gaz parfaits (R=8,314 J/mol K) et T la température absolue (K).

En considérant deux températures T_1 et T_2, où T_1 représente la température à laquelle l'expérimentation (vieillissement) a été faite et T_2 la température sur le site d'utilisation de la GM, le rapport entre les taux de réaction est donné par l'équation suivante :

$$\frac{R_{r1}}{R_{r2}} = e^{-\left(\frac{E_{act}}{R}\right)\left(\frac{1}{T_1}-\frac{1}{T_2}\right)} \tag{2.23}$$

Cette équation permettrait de déterminer le taux de réaction sur le site (R_{r2}) en fonction du taux de réaction au laboratoire (R_{r1}).

D'autre part, le logarithme népérien de l'équation (2.22), permet d'obtenir :

$$\ln(R_r) = \ln(A) - \frac{E_{act}}{R \times T} \tag{2.24}$$

Ainsi, en traçant sur un graphique ln (R_r) en fonction de l'inverse de la température $\frac{1}{T}$, on obtient le graphique d'Arrhenius illustré sur la Figure 2.46, dont la pente de la droite est $-\frac{E_{act}}{R}$ et $\ln(A)$ la valeur à l'origine. Ce graphique est par exemple utilisé pour estimer la durée de vie des GM dans le cadre de cette thèse (voir Chapitre 4).

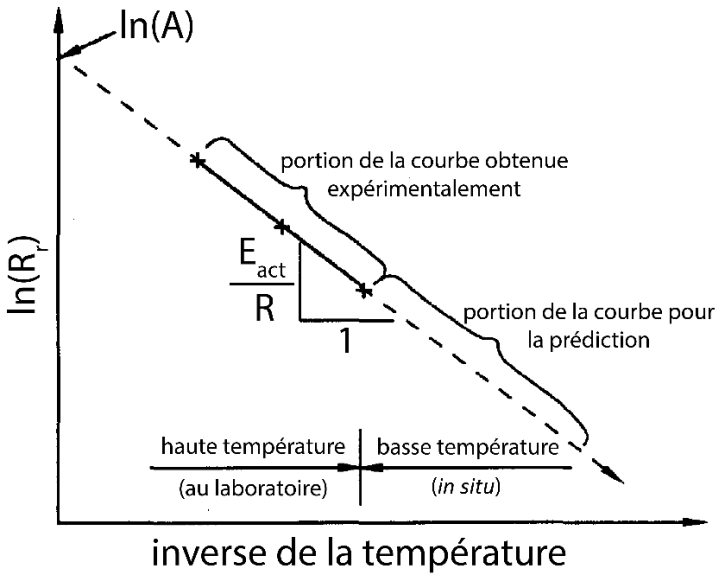


Figure 2.46 : Forme générale d'un graphique d'Arrhenius (adaptée de Koerner et al., 1992)

2.6.5.2 Essais de vieillissement

Comme il a été dit plus haut, les essais de vieillissement se basent sur le modèle d'Arrhenius. Il existe ainsi différents types dont les essais avec rayon UV, en étuve, par immersion, en autoclave ou en incubateur.

a) Essai d'oxydation avec rayons UV

Les essais d'oxydation avec rayons UV suivant la norme ASTM D7238 (2006b) permettent de simuler l'exposition de la GM à l'air libre et dans un climat chaud et sec. Pour ces essais, une exposition de 1200 heures à 70°C permet de simuler l'exposition d'une GM aux conditions atmosphériques sous un climat chaud et sec sur le terrain durant 1 an (Koerner, 2012). Une GM en PEHD aurait ainsi une durée de vie supérieure à 45 ans si elle est exposée au soleil et avec un climat chaud et sec alors qu'elle ne serait que d'environ 40 ans pour une GM en PEBDL dans les mêmes conditions (Koerner, 2012).

b) Essais d'oxydation par immersion

Les essais d'oxydation par immersion des GM sont effectués dans des bains chauffés ou dans des jarres installées dans des étuves suivant les quantités et les dimensions des échantillons voulues. Ces essais sont effectués avec le milieu le plus défavorable face auquel la GM serait confrontée (Hsuan & Koerner, 1995a, 1998; Rowe & Sangam, 2002; Sangam & Rowe, 2002; Gulec, 2003; Gulec et al., 2003; Gulec et al., 2004; Gulec et al., 2005; Jeon et al., 2008; Rowe & Abdelaal, 2016; ASTM, 2017d; Koerner et al., 2017; Ewais et al., 2018; Zhang et al., 2018; Abdelaal & Rowe, 2019; ASTM, 2021).

Dans le domaine minier, le milieu le plus défavorable serait le DMA. Gulec et al. (2004; 2005) ont ainsi étudié la durabilité de différents géosynthétiques, dont les GM en PEHD utilisées au niveau des tapis d'étanchéité pour les parcs à résidus. Pour cela, des échantillons de GM en PEHD ont été immergés dans trois bains d'immersion remplis d'un DMA synthétique et maintenus à 20, 40 et 60 °C pendant 22 mois. Les variations de la déplétion des AO, l'évolution de la structure des GM et des propriétés mécaniques (RT en large bande, résistance au poinçonnement et à la déchirure) ont été évaluées. À la fin de ces essais, les GM étaient dans la phase de déplétion des AO. La structure ne présentait pas de changement significatif (Gulec et al., 2004) et il n'y avait pas de changement significatif des propriétés mécaniques (Gulec et al., 2005). La durée de la phase de déplétion des AO a aussi été estimée en utilisant le modèle d'Arrhenius. L'estimation de la durée de la phase de déplétion des AO dans du DMA en fonction de la température est présentée dans la Figure 2.47. Cette figure présente également, pour des fins de comparaison, la durée de la phase de déplétion des AO pour une GM en contact avec l'eau et avec le lixiviat des déchets municipaux. Ainsi, une GM immergée dans du DMA à 10 °C aurait un temps de déplétion des AO d'environ 165 ans et ce temps serait de plus en plus court au fur et à mesure que la température augmente (suivant la loi d'Arrhenius). Il ne serait que d'environ une vingtaine d'années à 35 °C. Les études menées par Gulec permettent ainsi d'avoir une idée de la durabilité des GM dans le domaine minier. Cependant dans le contexte des systèmes de recouvrements, il manquerait les informations sur les propriétés de transfert de masse par exemple (voir section 2.3.4).

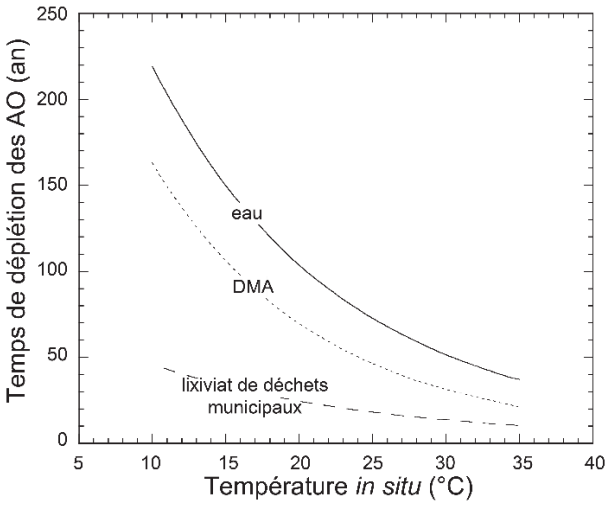


Figure 2.47 : Temps de déplétion des AO dans de l'eau, dans du DMA et dans le lixiviat des déchets municipaux (adaptée de Gulec et al., 2004)

c) Essais d'oxydation en autoclave

Le vieillissement en autoclave, présenté à la Figure 2.48, est une variante de l'essai de vieillissement par immersion. Dans cette méthode, du gaz à haute pression (en l'occurrence, de l'oxygène) est introduit dans l'espace entre le niveau de remplissage du liquide et le couvercle du dispositif. Cette méthode a été développée par Schröder et al. (2000) afin d'accélérer encore plus vite le vieillissement.

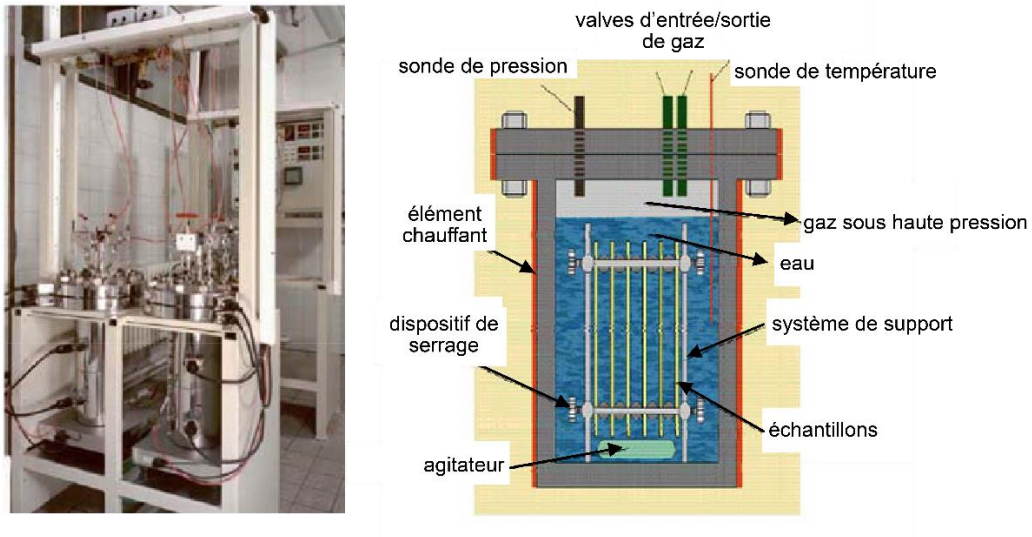


Figure 2.48 : Photographie et représentation schématique d'autoclaves (adaptée de Hsuan et al., 2008)

Dans cette méthode, des paramètres reliés à la pression d'oxygène sont ajoutés au modèle d'Arrhenius de l'équation (2.22), et devient ainsi :

$$R_r = B \times e^{-\left(\frac{E_{act}+\alpha\times P}{R\times T}+\beta\times P\right)} \quad (2.25)$$

où B un autre facteur préexponentiel, P la pression de l'oxygène et α et β des constantes.

Schröder et al. (2000) ont défini le facteur d'accélération de vieillissement comme le rapport entre le temps nécessaire pour qu'un état de dégradation de la GM se produise sur le terrain et le temps nécessaire pour que cet état de dégradation soit obtenu au laboratoire avec l'autoclave. Le Tableau 2.15 montre les facteurs d'accélération de vieillissement obtenus pour des matériaux en PP. Pour une dégradation en autoclave à 45 °C et avec une pression d'oxygène de 0,02 MPa par exemple, le facteur d'accélération est de 4,7, c'est-à-dire qu'une dégradation de 1 mois dans l'autoclave à 45 °C et avec une pression d'oxygène représente 4,7 mois de dégradation sur le terrain; et avec une pression d'oxygène de 6 MPa, ce facteur d'accélération est de 95.

Tableau 2.15 : Facteurs d'accélération pour différentes pressions d'oxygène pur et températures pour des matériaux en PP (Schröder et al., 2000)

Pression d'oxygène pur (MPa)	**Température d'incubation (°C)**		
	45	**55**	**65**
0,02	4,7	6,8	9,7
2	12,6	20,6	32,5
4	34,7	62,9	110,1
6	95	192	372,5

d) Essais d'oxydation en incubateur

Cette méthode consiste à soumettre une GM utilisée comme tapis d'étanchéité aux conditions auxquelles elle serait soumise sur le terrain et à utiliser la loi d'Arrhenius pour accélérer la dégradation de la GM. Dans l'incubateur, la structure prévue sur le terrain est reproduite : la GM est installée sur l'assise et recouverte par la couche protectrice. Le tout est par la suite recouvert d'eau. L'ensemble est alors chauffé afin d'accélérer la dégradation de la GM. Le premier modèle (présentée sur la Figure 2.49) a été développé par (Hsuan & Koerner, 1998), il permet de prendre en considération les contraintes mécaniques appliquées sur la GM.

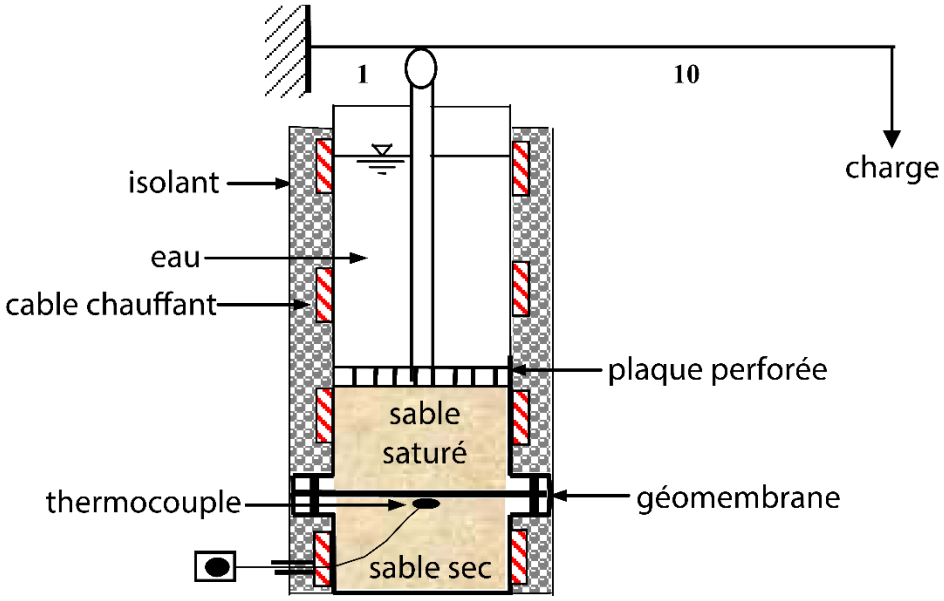


Figure 2.49 : Incubateur de vieillissement (adaptée de Hsuan & Koerner, 1998)

Cette méthode a été par la suite améliorée par Brachman et al. (2008) en ajoutant des expositions à différents agents chimiques (Figure 2.50) qui pourraient interagir avec la GM. Cette amélioration devient ainsi plus pertinente, car elle permet de simuler les conditions réelles d'utilisation de la GM en tant que tapis d'étanchéité.

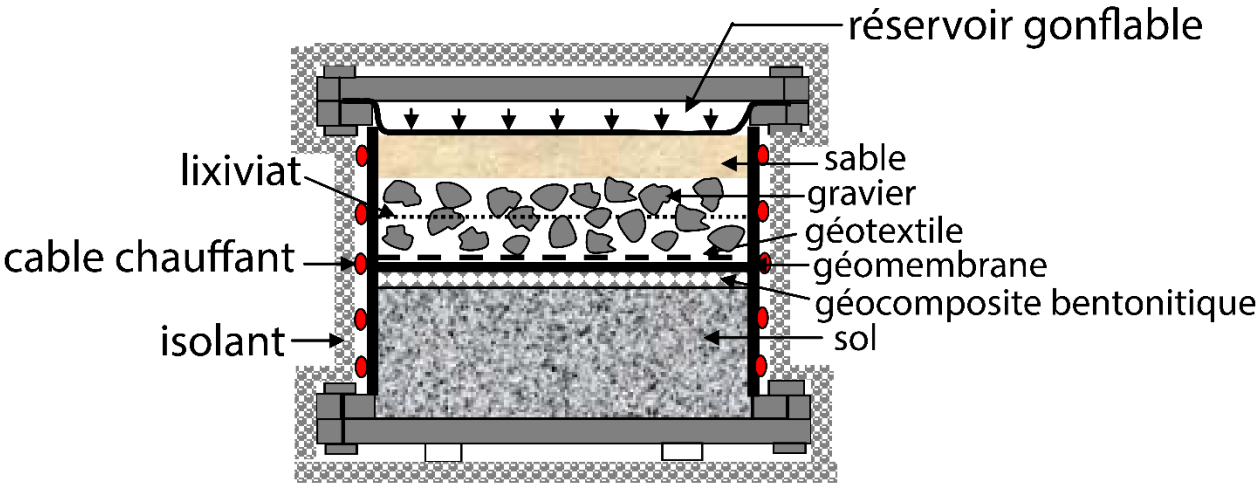


Figure 2.50 : Incubateur de vieillissement GLLS (*Geosynthetic Liner Longevity Simulator*) (adaptée de Brachman et al., 2008)

Le vieillissement en incubateur est moins rapide qu'un vieillissement par immersion. En effet, les études effectuées par Ewais (2014) ont montré que la fin de la déplétion des AO d'une GM en PEHD de 1,5 mm d'épaisseur est atteinte après 9 mois en incubateur à 85 °C alors qu'elle est atteinte après seulement 4,5 mois à 85 °C par immersion avec le même lixiviat synthétique de déchets municipaux.

2.6.5.3 Paramètres influençant la dégradation des GM

Plusieurs paramètres peuvent influencer le vieillissement des GM comme la température, la pression ainsi que la nature du milieu auquel la GM est exposée. Il y a également d'autres paramètres liés à la GM comme son type, son épaisseur et sa texturation.

a) Température

L'effet de la température peut être déduit de la loi d'Arrhenius vu plus haut : plus la température d'utilisation de la GM est faible, plus sa durée de service prédite sera élevée. Cependant, les limites de l'utilisation du modèle d'Arrhenius en milieu froid ne sont pas définies, en plus des effets méconnus des cycles de gel-dégel. Budiman (1994) a par exemple montré qu'il n'y aurait pas de dégradation des propriétés mécaniques en traction des GM en PEHD après 150 cycles de gel-dégel. Comer et Hsuan (1996) ont également trouvé des résultats similaires pour des GM en PEHD et en PEBDL après 200 cycles. McWatters et al. (2016) ont également étudié l'effet des cycles de gel-dégel sur les propriétés de migration des hydrocarbures à travers des GM en PEHD et PEBDL et ont trouvé qu'il n'y avait pas de changement significatif des propriétés après 50 cycles. Ainsi, à court terme, les cycles de gel-dégel seuls n'auraient pas d'effet négatif sur les GM. La durabilité à long terme avec les cycles de gel-dégel reste inconnue. Il en est de même pour les propriétés de transfert de masse nécessaires dans le contexte des systèmes de recouvrement miniers. Il faut néanmoins mentionner que dans la vraie vie, les cycles de gel-dégel agissent sur la GM en service simultanément avec d'autres sollicitations.

b) Pression

Le Tableau 2.15 a montré l'accélération des réactions, donc du vieillissement, en fonction de la pression d'oxygène. Hsuan et Li (2005) ont aussi étudié l'effet de la pression sur la dégradation d'une géogrille en PEHD (voir Figure 2.51). Dans cette figure, la rétention du TIO est d'autant plus faible avec l'augmentation de la pression d'oxygène. Par exemple, le TIO retenu (la valeur relative

du TIO par rapport à la valeur initiale) après 24 mois, avec une pression de 6,3 MPa n'est que d'environ 5 % alors qu'avec une pression de 1,3 MPa, le TIO retenu est d'environ 15 %. Leur étude a ainsi démontré que l'augmentation de la pression (ici avec de l'oxygène pur à des pressions de 1,3; 2,8; 4,9 et 6,3 MPa) accélérait la dégradation de la géogrille en PEHD.

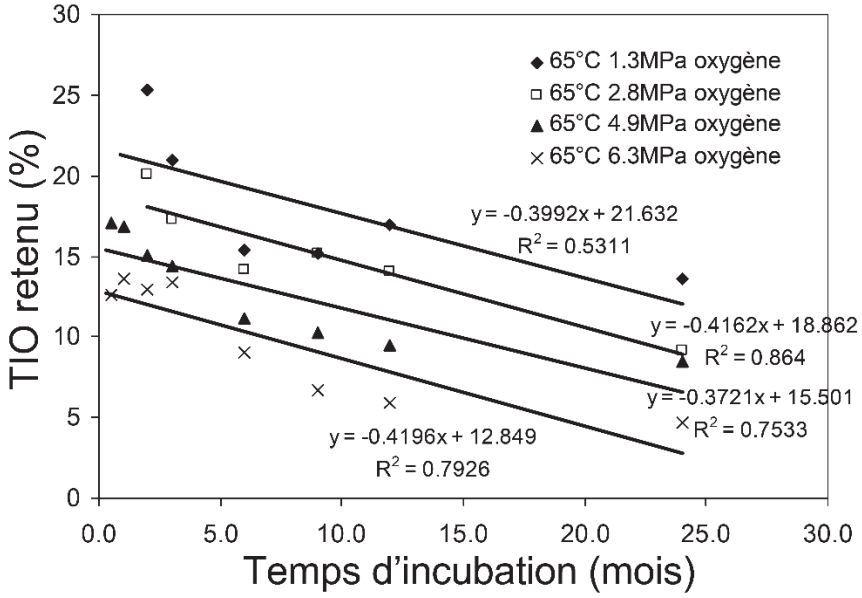


Figure 2.51 : Évolution du TIO d'une géogrille en PEHD soumise à différentes pressions et à une température de 65°C (adaptée de Hsuan & Li, 2005)

c) Milieux d'exposition

Divers chercheurs ont étudié les effets de différents milieux d'exposition sur la durée de vie des GM. Ils ont ainsi démontré que les expositions chimiques (par exemple, des lixiviats synthétiques de déchets municipaux) diminuassent la durée de vie des GM (Brachman et al., 2008). De plus une exposition à l'eau (eau déionisée) accélérait l'épuisement d'antioxydants de la GM de 1,6 à 2,4 fois par rapport à l'exposition à l'air (Sangam & Rowe, 2002). Ces observations sont illustrées sur la Figure 2.52 avec les graphiques d'Arrhenius de l'épuisement des antioxydants d'une GM en PEHD de 2 mm d'épaisseur avec une exposition à l'air, à l'eau et au lixiviat synthétique de déchets municipaux (exposition chimique). Cette figure montre que la déplétion des AO est plus rapide (taux de déplétion élevé) dans le lixiviat de déchets municipaux que dans l'eau, et la déplétion des AO est plus rapide dans l'eau que dans l'air. Cela met en évidence que la durée de vie de la GM en PEHD est plus élevée dans l'air (état sec), sera réduite dans l'eau (état humide) et encore plus réduite avec des actions chimiques.

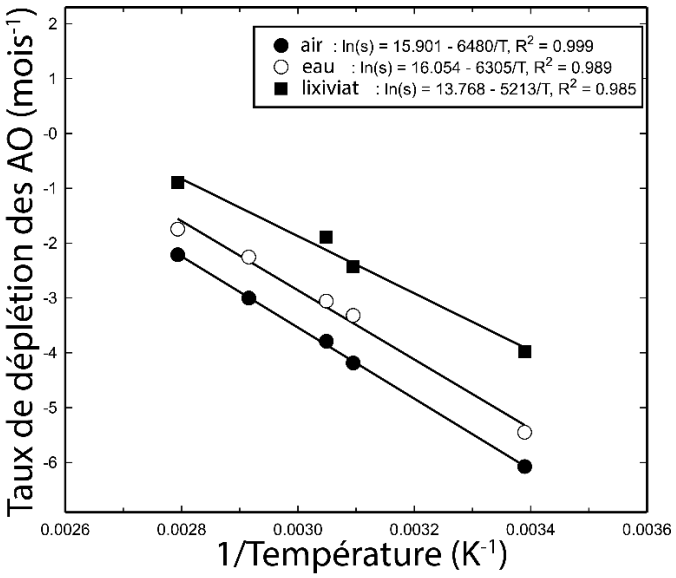


Figure 2.52 : Graphiques d'Arrhenius de l'épuisement des AO d'une GM en PEHD de 2 mm d'épaisseur avec différentes expositions (adaptée de Sangam & Rowe, 2002)

L'acidité du lixiviat et les métaux accélèrent également la dégradation de la GM comme l'ont indiqué les travaux de Gulec et al. (2004) montrant les évolutions du TIO obtenues avec un vieillissement d'une GM en PEHD de 1,5 mm d'épaisseur dans l'eau déionisée, dans de l'eau acide (pH de 2,1) et dans du DMA (pH de 2,1 avec des métaux) (Figure 2.53). Le TIO standard diminue plus rapidement dans l'eau acide que dans l'eau déionisée et encore plus rapidement avec la présence de métaux (dans le DMA).

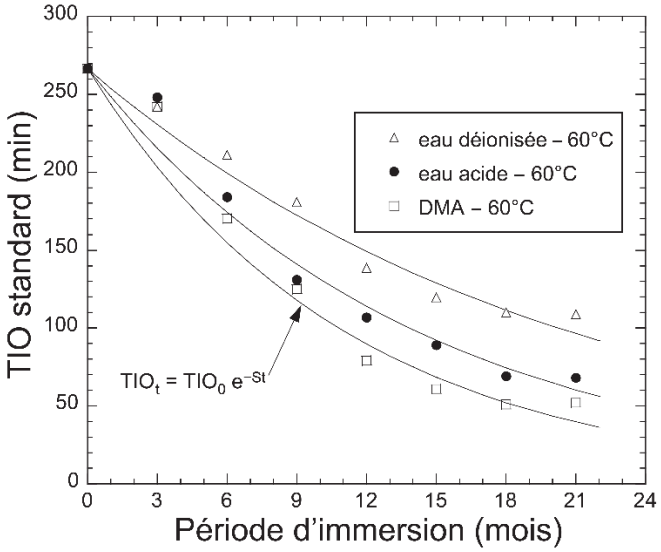


Figure 2.53 : Évolutions des TIO avec la nature du lixiviat (adaptée de Gulec et al., 2004)

d) Type de GM

Il a été vu dans la section 2.2.4 que les divers types de GM avaient des résistances chimiques différentes. Elles auraient ainsi des durabilités différentes. Cependant, la quasi-totalité des études porte sur les GM en PEHD (Hsuan & Koerner, 1995a; Rowe & Sangam, 2002; Sangam & Rowe, 2002; Islam & Rowe, 2007; Rowe et al., 2008; Rowe & Rimal, 2008a, 2008b; Rowe et al., 2009a; Rowe et al., 2009b; Zhang et al., 2018; Rowe et al., 2019a). Des études devraient être menées pour voir la durabilité des GM en PEBDL qui pourraient être une alternative aux GM en PEHD sensibles à la fissuration sous contrainte.

e) Épaisseur des GM

Islam et Rowe (2007), Rowe et al. (2009a) et Rowe et Ewais (2014) ont étudié la durabilité des GM en PEHD d'épaisseurs nominales différentes. Ces études ont montré que la durée de vie de la GM est proportionnelle avec son épaisseur. Les graphiques d'Arrhenius obtenus par Rowe et al. (2009a) (voir Figure 2.54) montrent l'épuisement des antioxydants en fonction de l'inverse de la température. Les pentes des droites obtenues sont quasi similaires à cause de leurs énergies d'activation qui sont très proches. Mais ce sont les valeurs à l'origine qui diffèrent. Une valeur à l'origine plus grande signifie une plus grande réactivité donc une plus grande fragilité (plus courte durée de vie). Ainsi, plus l'épaisseur est élevée, plus la durée de vie de la GM est élevée.

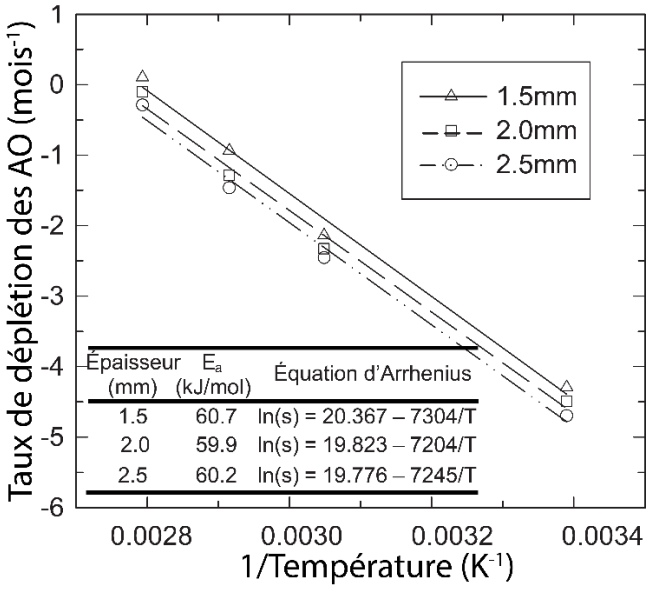


Figure 2.54 : Graphiques d'Arrhenius de l'épuisement des AO de GM en PEHD de différentes épaisseurs (adaptée de Rowe et al., 2009a)

f) Texturation des GM

La texturation a des effets négatifs sur les propriétés mécaniques initiales des GM comme il a été vu dans la section 2.6.4. En plus de cela, la texturation aurait également un effet négatif sur la durabilité de GM d'après les études de Morsy et Rowe (2019). La Figure 2.55 montre que les TIO standards des GM texturées en PEHD diminuent plus rapidement que ceux des GM lisses.

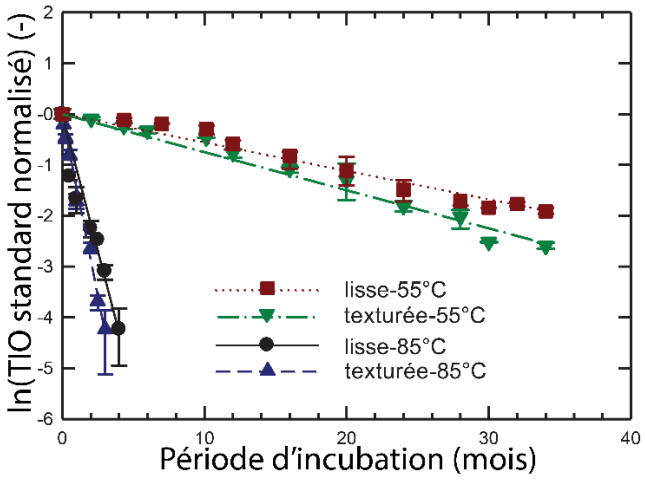


Figure 2.55 : Déplétion des TIO standard des GM en PEHD lisses et texturées avec le temps à 55 et 85 °C (Morsy & Rowe, 2019)

2.7 Besoins en recherche

Sur base de cette revue de la littérature, il peut être conclu qu'il y a des besoins de recherches sur la durabilité des GM utilisées dans les systèmes de recouvrements utilisés pour la restauration de site minier en milieu froid. Il s'agirait notamment de connaître l'évolution des paramètres clés comme les propriétés en traction, la perméabilité et les propriétés de sorption et de diffusion d'oxygène.

C'est dans cette optique que se situe la présente thèse en considérant : 1) la dégradation physique provoquée par les cycles de gel dégel (Chapitre 4), 2) la dégradation chimique due à l'exposition potentielle des GM au DMA (Chapitre 5) et la combinaison potentielle des deux effets sur le terrain et d'autres contraintes qui agissent sur les GM en service (Chapitre 6).

L'originalité des travaux réalisés ici demeure dans l'étude combinée de l'évolution des trois paramètres clés susmentionnés pour des GM exposées au DMA et aux cycles de gel-dégel dans le contexte des GM dans les systèmes de recouvrements.

CHAPITRE 3 MATÉRIELS ET MÉTHODES

Ce chapitre présente les matériaux étudiés ainsi que les approches méthodologiques utilisées pour la réalisation des différents objectifs de la thèse. Ce chapitre apportera de plus amples informations que dans les articles (chapitres 4, 5 et 6). Des renvois seront également faits afin d'éviter les redondances.

3.1 Matériaux étudiés

Les matériaux étudiés dans le cadre de ce projet peuvent être classés en deux principaux groupes : i) les GM neuves qui ont été dégradées artificiellement au laboratoire pour la réalisation de l'OS1 et de l'OS2 et ii) les GM exhumées qui ont été dégradées naturellement sur le terrain après des années de service pour la réalisation de l'OS3.

3.1.1 Géomembranes neuves

Les GM neuves utilisées dans cette étude sont des GM à face blanche de 1,5 mm d'épaisseur nominale. Deux types de GM ont été étudiés : i) les GM en PEHD (Solmax 460W-2000) et ii) les GM en PEBDL (Solmax 860W-2000). Ces GM de Solmax International (Varennes, QC, CA) ont été achetées auprès de FC Liners, Boucherville, QC, CA, revendeur et fournisseur de service sur les GM. Le passage par ce fournisseur assurait ainsi que les GM soient conformes à ce qui se trouverait sur le marché. La thèse se place ainsi du côté d'un utilisateur quelconque qui souhaite évaluer la durabilité des matériaux dans le contexte de recouvrements pour la restauration des sites miniers.

Les GM neuves ont été débitées en panneaux de 0,70 m sur 0,70 m. Ces panneaux ont par la suite été installés sur des systèmes de supports afin d'en faciliter la manutention pour les différentes dégradations physique (voir Chapitre 4) et chimique (voir Chapitre 5). La photographie de la Figure 3.1 montre les GM en PEHD et en PEBDL installées sur un système de support pour la dégradation physique des GM. La photographie de la Figure 3.2 montre les GM en PEHD installées sur trois systèmes de supports pour la dégradation chimique des GM.



Figure 3.1 : Photographie des géomembranes en PEHD et en PEBDL installées sur le système de support pour la dégradation physique des GM neuves

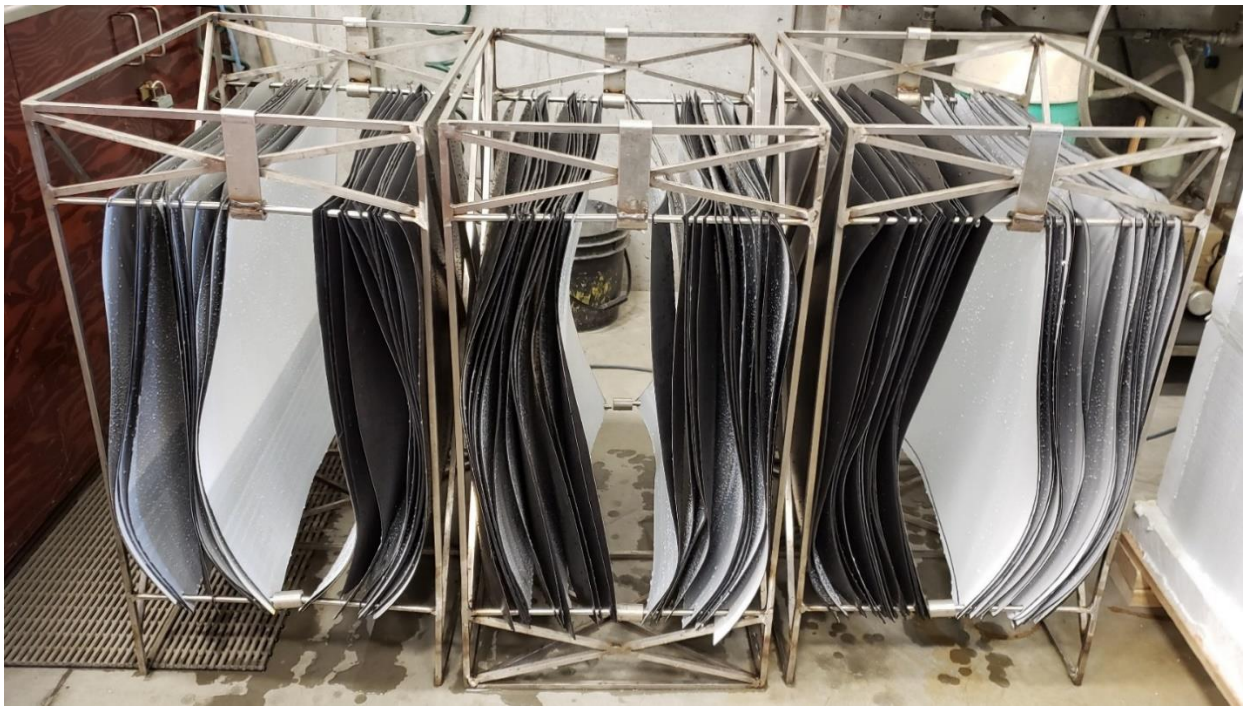


Figure 3.2 : Photographie des géomembranes en PEHD installées sur les systèmes de support pour la dégradation chimique des géomembranes neuves

3.1.2 Géomembranes exhumées

Les GM dégradées naturellement étudiées dans cette étude ont été exhumées sur deux zones (une zone stable et une zone où un affaissement local a été distingué) des sites Aldermac, Normétal et Moyen-Nord[4] après respectivement 10, 13 et 20 ans de service. Les exhumations ont été réalisées en deux campagnes : une première campagne à l'été 2019 pour l'exhumation des GM des sites Aldermac et Normétal, et une deuxième campagne à l'été 2020 pour l'exhumation des GM du site Moyen-Nord. Lors de la campagne de 2019, des échantillons carrés de 2 m de côté ont été exhumés. Les dimensions de l'échantillon ont été réduites à 1 m sur 1 m lors de la campagne de 2020. La méthodologie d'exhumation est présentée dans le Chapitre 6 ainsi que dans les articles rédigés pour les conférences GéoNiagara 2021 et EuroGeo7 2020 (ANNEXES A et B, respectivement). La conférence EuroGeo7 2020 a finalement été reporté à 2022 après acceptation des articles à cause des conditions sanitaires.

L'exhumation peut se résumer en 4 étapes : i) le décapage, ii) l'échantillonnage et iii) le remplacement de la GM; et iv) la remise en état des zones impactées. Le décapage (i) est effectué par pelle mécanique pour atteindre la profondeur à laquelle se situe la GM, puis à la pelle manuelle afin d'éviter l'endommagement de la GM. L'échantillonnage (ii) de la GM se fait en découpant GM suivant un patron de découpe en bois avec un coupeur à lame incurvée. Le remplacement de la GM (iii) est ensuite effectué par une personne certifiée par l'Association Internationale des Installateurs de Géosynthétiques (IAGI) afin d'assurer l'étanchéité du système. La soudure de la GM de remplacement par-dessus la GM installée est réalisée préalablement par chauffage à l'aide d'un pistolet à air chaud puis par extrusion de polyéthylène à l'aide d'une extrudeuse suivant la norme GRI GM9 (2013). La série de photographies de la Figure 3.3 montre ces différentes étapes pour l'exhumation de GM sur le site Normétal.

Une visite a été effectuée au mois de juillet 2020, approximativement un an après les travaux d'exhumation, sur les sites Aldermac et Normetal afin de voir l'état visuel des zones impactées par les travaux d'exhumation. Aucun problème n'a été constaté lors de la visite et les zones impactées étaient dans un état similaire d'avant les travaux. La végétation a repris sur le site Normétal. Des

[4] Pour des raisons de confidentialité, l'appellation de ce site a été modifiée.

photographies sont présentées dans le rapport de visite rédigé pour le MERN présenté à l'ANNEXE D.



Figure 3.3 : Processus d'exhumation de GM sur le site Normétal au mois d'août 2019

3.2 Dégradations des géomembranes neuves

Deux types de dégradation des GM neuves ont été réalisés dans le cadre de cette étude : 1) la dégradation physique pour la réalisation de l'OS1 qui fait l'objet du Chapitre 4 et 2) la dégradation chimique pour la réalisation de l'OS2 qui fait l'objet du Chapitre 5.

3.2.1 Dégradation physique des GM neuves

La dégradation physique des GM neuves est présentée au Chapitre 4 (voir section 4.2.1). Cette dégradation consiste à faire subir jusqu'à 300 cycles de gel-dégel aux GM neuves en PEHD et en PEBDL. Les composantes (températures et durée) cycles de gel-dégel (voir Figure 3.4) ont été inspirées des travaux de Comer et Hsuan (1996). Le gel est réalisé en introduisant le système de support avec les GM dans un congélateur commercial réglé à -20 °C pour 16 h. Le dégel est obtenu

en laissant les GM à la température ambiante du laboratoire (environ +20 °C) pour 8 h. Des échantillons sont alors retirés périodiquement et utilisés pour étudier l'effet des cycles de gel dégel sur les propriétés des deux GM en polyéthylène.

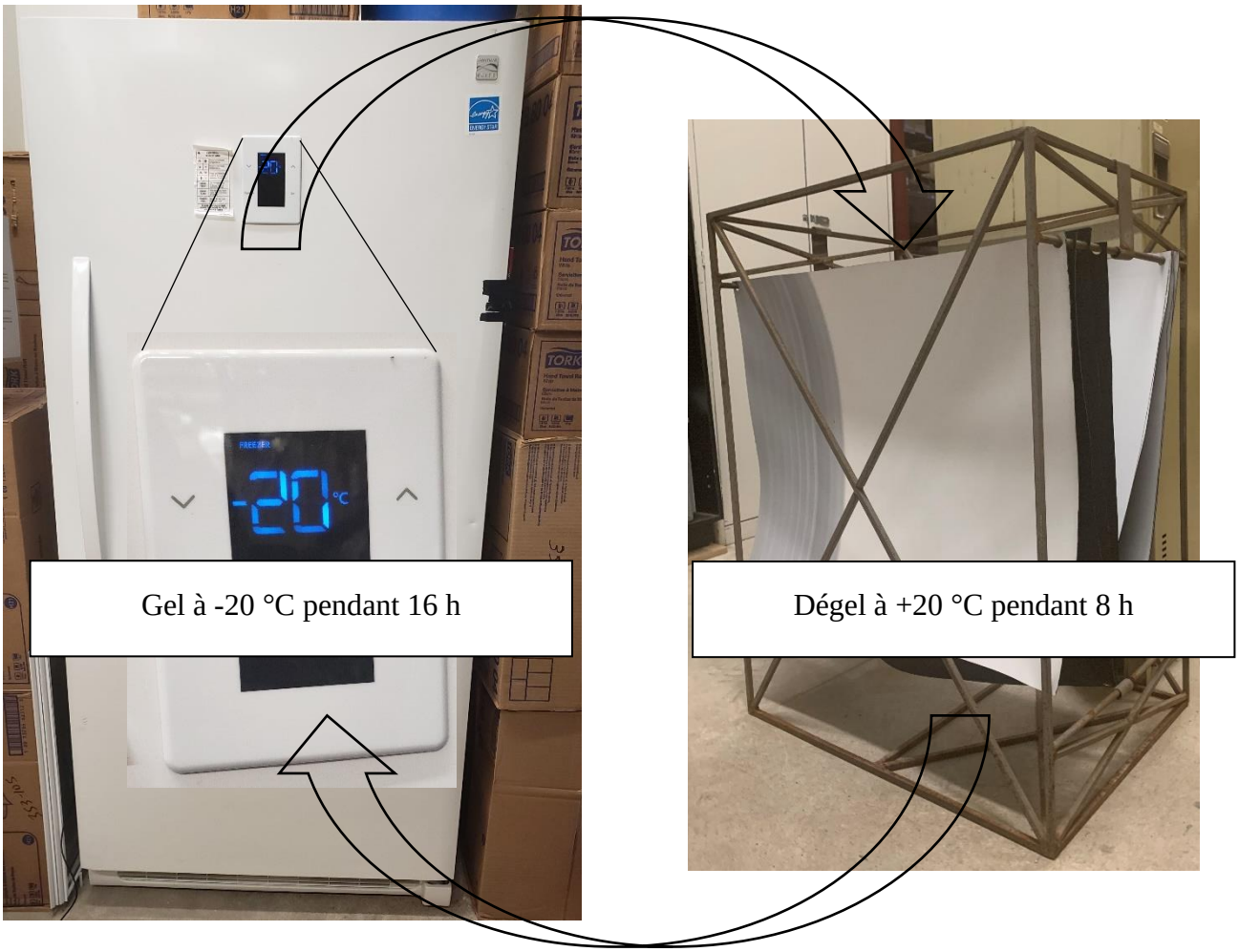


Figure 3.4 : Dégradation physique des GM neuves

3.2.2 Dégradation chimique des GM neuves

La dégradation chimique accélérée des GM neuves en PEHD a été réalisée dans trois bains d'immersion contenant du DMA synthétique à 65, 75 et 85 °C. La dégradation chimique des GM en PEBDL n'a pas été étudiée dans le cadre de cette thèse en raison de la limitation du nombre de bains d'immersion. Les détails de la méthode de dégradation chimique sont présentés dans la section 5.2 du Chapitre 5. Pour compléter les informations données au Chapitre 5, cette section présente la fabrication et la neutralisation ainsi que le suivi des propriétés électrochimiques et de la composition du DMA synthétique dans les trois bains d'immersion.

3.2.2.1 Fabrication du DMA synthétique

Le DMA synthétique utilisé a été inspiré des travaux de Gulec (2003). Différents sels ont été utilisés afin d'atteindre les différentes concentrations en différents éléments telles que définies par Gulec (2003). Les calculs stœchiométriques ont permis d'obtenir la recette présentée dans le Tableau 3.1 pour 250 L de DMA synthétique. La cuvée de 250 L correspond à la quantité nécessaire au remplissage d'un bain d'immersion. Le pH du DMA synthétique a été ajusté à 2,1 par ajout de 1 L d'acide sulfurique à 10 %.

Tableau 3.1 : Recette pour 250 L de DMA synthétique

Élément visé	Concentration visée (mg/L)	Sel utilisé	Quantité de sel pour 250 L (g)
Fe	1500	$Fe(SO_4)7H_2O$	1866,9
Zn	350	$Zn(SO_4)7H_2O$	384,8
Ca	200	$Ca(SO_4)2H_2O$	214,8
Cu	35	$Cu(SO_4)5H_2O$	34,4

Les cristaux de sels, notamment le sulfate de fer heptahydraté ($Fe(SO_4)7H_2O$) pour le fer, le sulfate de zinc heptahydraté ($Zn(SO_4)7H_2O$) pour le zinc et le sulfate de cuivre pentahydraté ($Cu(SO_4)5H_2O$) pour le cuivre, sont préalablement dissous. La dissolution se fait successivement dans un bain à ultrasons avec de l'eau courante afin d'en assurer la dissolution complète. Une étude préliminaire a pu montrer que l'utilisation d'eau courante ou d'eau déionisée n'avait pas d'impact sur la composition des éléments visés pour le DMA synthétique. La Figure 3.5.a montre l'erlenmeyer de 4 L contenant les sels de sulfate de fer non dissous dans l'eau et la Figure 3.5.b montre le mélange miscible après 5 min dans le bain à ultrasons.

Le sulfate de calcium, étant en poudre et donc de grande solubilité, est introduit directement dans le réacteur de fabrication avec les autres réactifs (prédissous) et l'acide sulfurique. De l'eau est par la suite rajoutée jusqu'au niveau cible de 250 L pour la cuvée. La Figure 3.6 montre la photographie du réacteur de fabrication de DMA synthétique en remplissage. Une fois le niveau de remplissage atteint, une pompe submersible est introduite dans le réacteur pour une durée de 1 h. Le système de pompage permet d'assurer l'homogénéité du DMA synthétique avant le transfert vers le bain d'immersion.

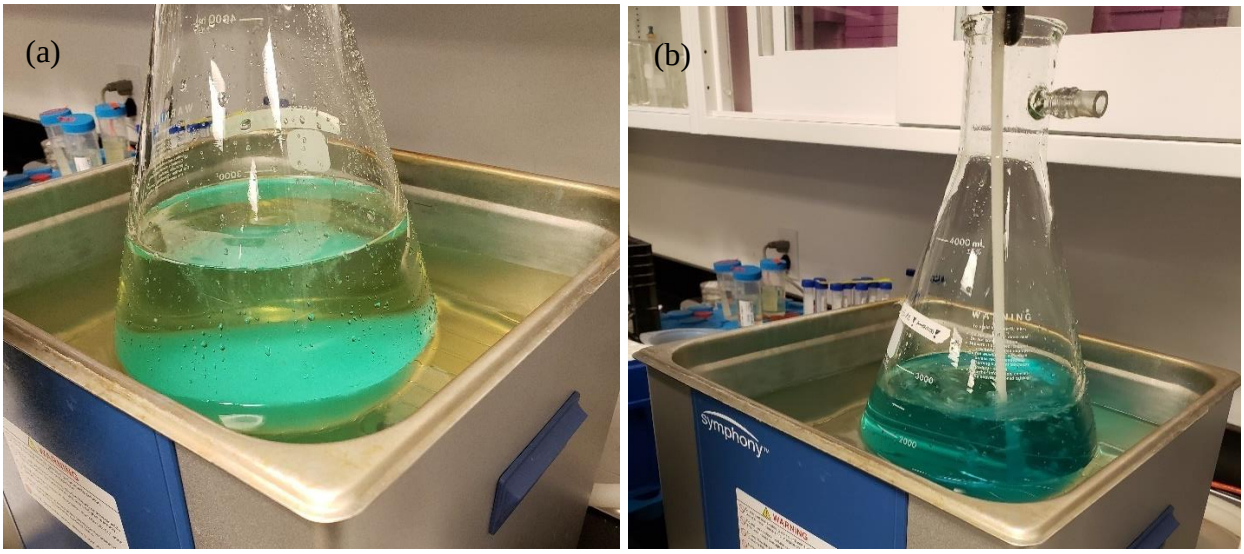


Figure 3.5 : Dissolution du sulfate de fer dans le bain à ultrasons : (a) avant dissolution et (b) après dissolution

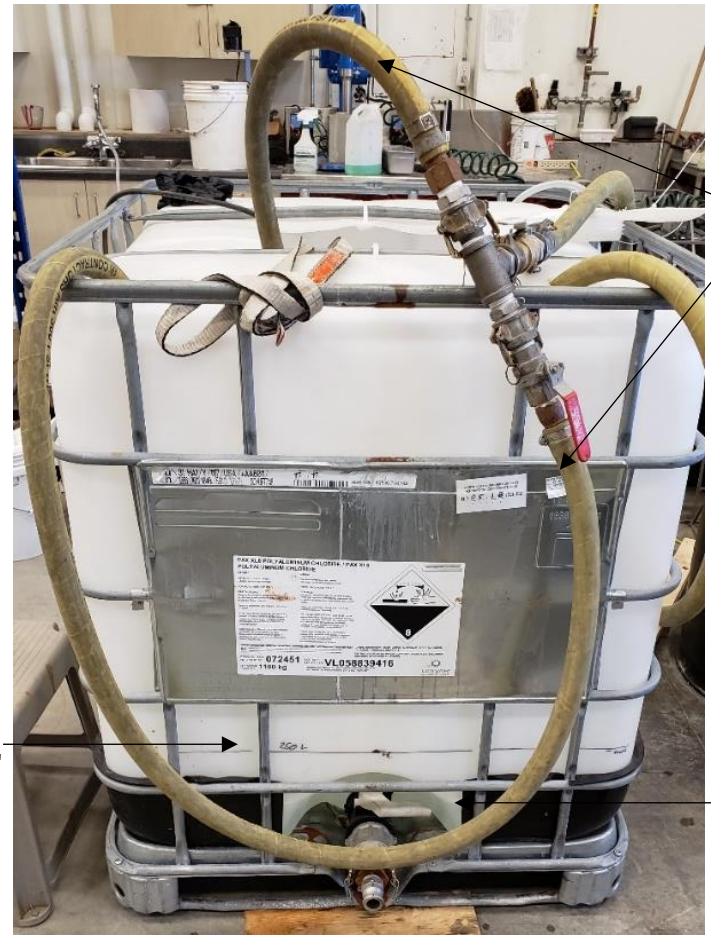


Figure 3.6 : Photographie du réacteur de fabrication de DMA synthétique en remplissage

3.2.2.2 Dégradation chimique des GM

Une fois que la cuvée de DMA synthétique est préparée, elle est transférée par système de pompage vers le bain d'immersion (développé dans le cadre de cette thèse). Le système de support avec les GM y est alors introduit à l'aide d'un pont roulant tel que montré par les photographies de la Figure 3.7. Le bain est par la suite fermé avec un couvercle. Le système d'antiretour d'air est ensuite mis en place pour permettre d'évacuer la pression dans le bain et pour éviter que de l'air rentre dans le bain.



Figure 3.7 : Immersion des GM dans le bain de dégradation chimique

Un panneau de GM est retiré mensuellement de chacun des trois bains d'immersion pour caractériser l'effet du DMA synthétique sur les propriétés de la GM. L'extraction est effectuée à l'aide de pont roulant tel qu'illustré avec la Figure 3.8. La GM dégradée dans le DMA synthétique est recouverte par un dépôt de précipité de couleur ocre (précipités de fer). Les GM extraites des bains sont alors nettoyées avec de l'eau fraîche et sont par la suite utilisées pour préparer les échantillons pour les différents essais résumés dans le Tableau 3.2.



Figure 3.8 : Extraction des GM du bain d'immersion

3.2.2.3 Suivi des propriétés électrochimiques et de la composition du DMA synthétique

Les propriétés électrochimiques des DMA synthétiques des trois bains, à savoir le potentiel hydrogène (pH, -), le potentiel d'oxydoréduction (Eh, mV) et la conductivité électrique (σ, mS/cm), ont été suivi hebdomadairement, respectivement avec un pH-mètre et une sonde redox couplés à l'unité de mesure Accumet Excel XL60 de Fisher Scientific (É.-U.) et un conductivimètre TDS 6+ de Oakton Instruments (É.-U.), sur des échantillons extraits des bains (voir Figure 3.9). Le suivi a montré que les propriétés de ces DMA synthétiques évoluaient dans le temps et avaient tendance à s'éloigner des propriétés initiales au cours du temps. Cette déviation des propriétés initiales du DMA était plus rapide pour la température de 85°C que celle de 65°C. Pour cela, les DMA ont ainsi été respectivement rafraîchis mensuellement, bimestriellement et trimestriellement pour les bains à 85, 75 et 65 °C en s'inspirant des travaux des différents auteurs (Rowe et al., 2009b; Zhang et al., 2017). Les propriétés moyennes des DMA synthétiques des trois bains ont été : pH = 2 ,01 ± 0,17, Eh = 570 ± 23 mV et σ = 8,97 ± 1,25 mS/cm.

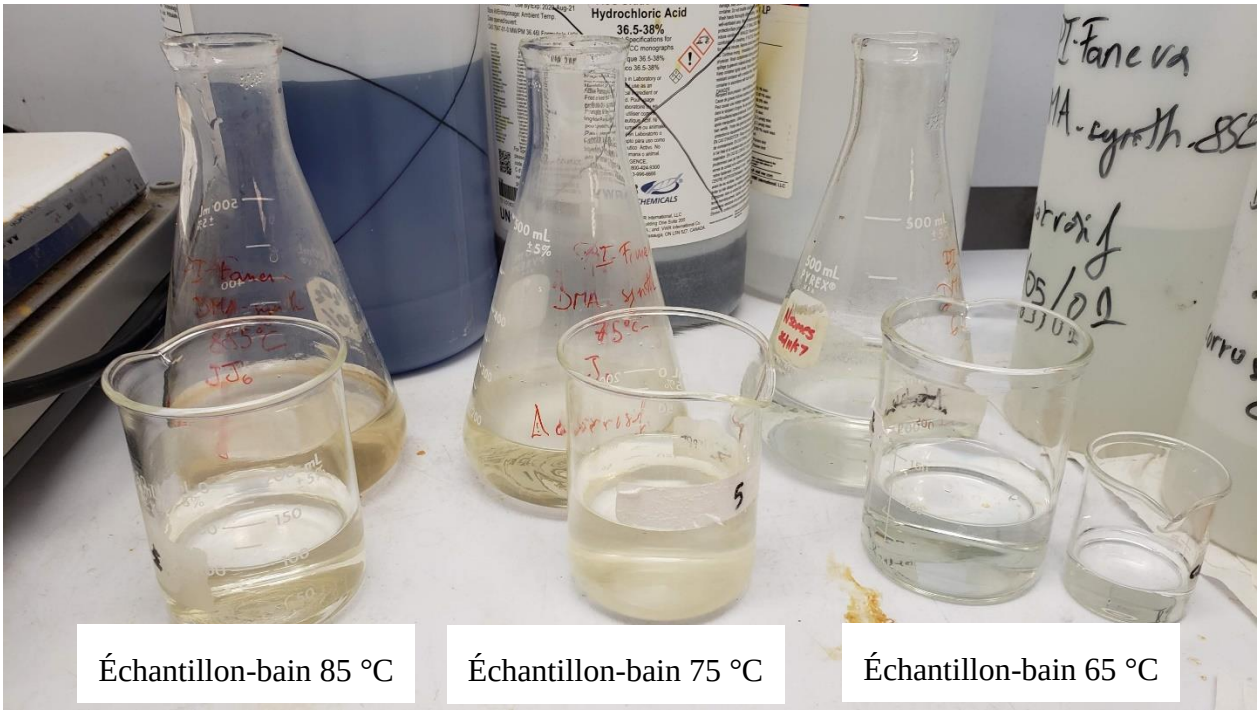


Figure 3.9 : Échantillons de DMA synthétique pour la mesure des propriétés électrochimiques et pour analyse de composition

Les évolutions des propriétés des trois bains peuvent être visualisées sur les Figure 3.10. Les séquences de remplacement, qui permettent de revenir aux propriétés moyennes visées du DMA, peuvent être visualisées sur ces figures. On observe une dégradation plus lente du DMA pour le bain à plus faible température (à 65 °C) et une dégradation de plus en plus rapide avec l'augmentation de la température. Les compositions chimiques des DMA des différents bains ont également été analysées au début de l'utilisation et avant le rafraîchissement. Les concentrations en métaux ont été analysées par spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (ICP-AES) et les concentrations en sulfates par chromatographie ionique (IC). Le résultat des suivis pendant la période d'immersion jusqu'à 16 mois est présenté au Chapitre 5. Des analyses statistiques (voir Chapitre 5) ont montré que les propriétés des trois bains sont similaires au cours des périodes d'incubation. Le seul paramètre qui différencie les bains est ainsi leurs températures. L'extrapolation d'Arrhenius (Koerner et al., 1992) a ainsi été utilisée pour transposer les évolutions de propriétés à haute température (avec les bains d'immersion) vers des températures plus réalistes pour des GM en service. Ces températures correspondraient aux températures moyennes annuelles au niveau des GM dans les systèmes de recouvrement utilisés pour la restauration des sites miniers.

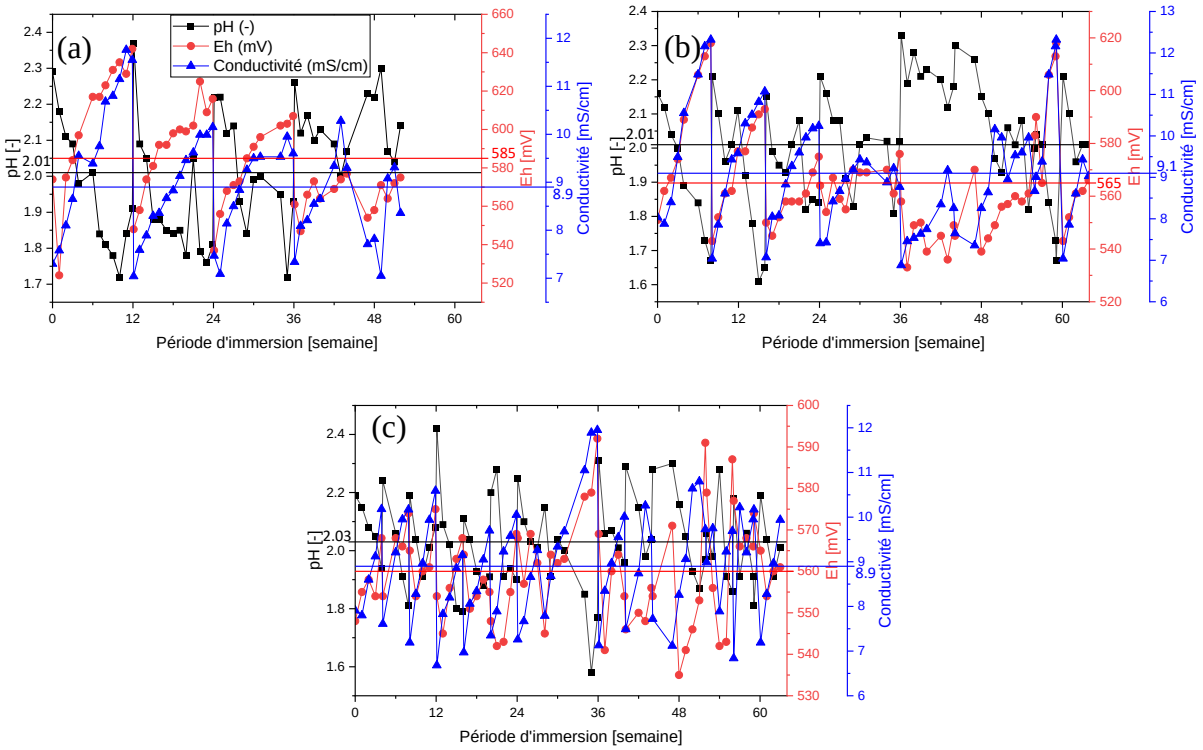


Figure 3.10 : Évolutions des propriétés des DMA synthétiques dans les bains à 65 (a), 75 (b) et 85 °C (c)

3.2.2.4 Neutralisation du DMA synthétique

Avant le rafraîchissement des DMA des bains, les DMA usés sont pompés vers un réservoir de récupération. Ces DMA usés sont par la suite neutralisés par chaulage dans des barils disponibles au laboratoire afin de faire précipiter les différents métaux suivant les diagrammes de Pourbaix. Pour la neutralisation, le DMA usé est transvasé du réservoir de récupération vers le baril de traitement. Le DMA est agité et du lait de chaux y est ajouté pour atteindre un pH de 6. De l'air comprimé est par la suite introduit à l'aide d'un tuyau d'aération équipé d'un bulleur. Après environ une heure d'agitation et d'aération, le pH est vérifié et ajusté à la neutralité par ajout de lait de chaux le cas échéant. Le système de neutralisation est présenté sur la Figure 3.11. Un changement de couleur verdâtre vers l'ocre peut être constaté indiquant la précipitation du fer ferreux. Le fer dissous est alors analysé à l'aide d'indicateur coloré. Lorsque cette quantité de fer dissous est nulle, l'agitation et l'aération sont arrêtées pour laisser décanter les métaux précipités. La composition du surnageant est alors analysée avant de l'évacuer vers le drain. La boue est quant à elle réutilisée

et recirculée dans les barils de traitement. La boue finale densifiée à la fin du projet de doctorat a été envoyée à un sous-traitant spécialisé pour être stockée convenablement.

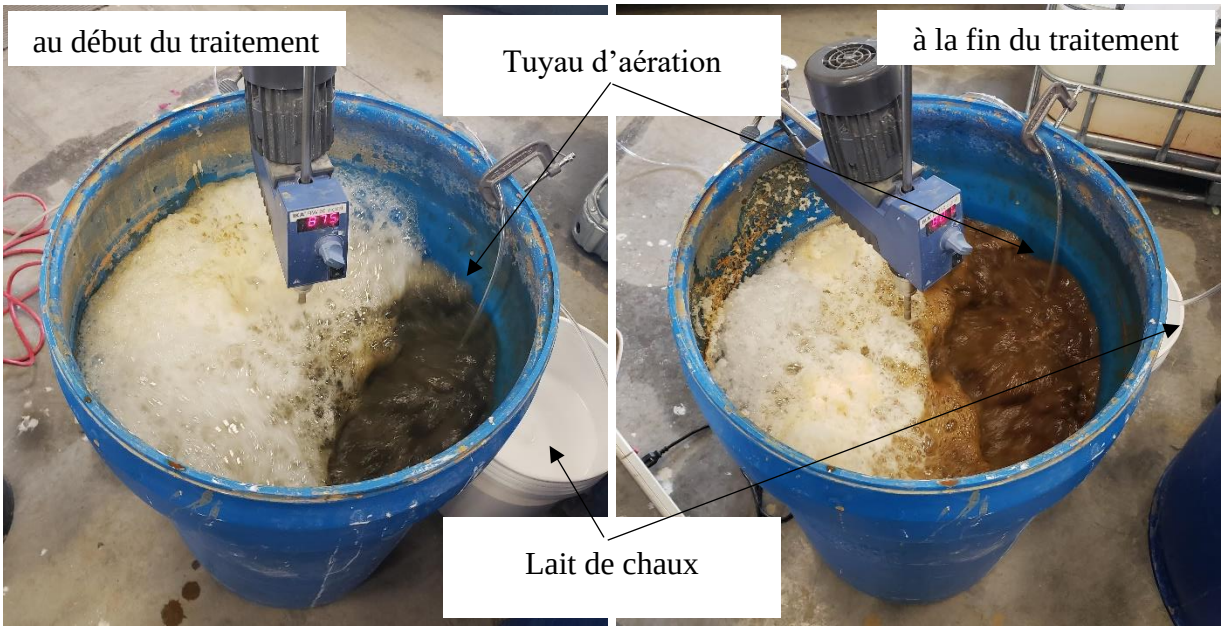


Figure 3.11 : Neutralisation du DMA par chaulage avec aération et agitation

3.3 Caractérisation des GM

Les essais de caractérisation sont détaillés dans les articles (Chapitres 4, 5 et 6). Le Tableau 3.2 résume les différents essais réalisés, les équipements utilisés et les références des méthodologies suivies. Les plans des différents équipements conçus dans le cadre de cette thèse sont présentés dans le cahier de charge de fabrication présenté à l'ANNEXE C.

Tableau 3.2 : Tableau récapitulatif des essais de caractérisation des GM physiquement dégradées (gel-dégel), chimiquement dégradées dans du DMA à différentes températures (65, 75 et 85°C) et des GM exhumées

Propriétés	**Techniques**	**Paramètres obtenus**	**Équipements**	**Références**
Chimiques	Analyse Enthalpique Différentielle[b,c]	Temps d'induction oxydative (TIO)	- presse chaude (Fontjine, P.-B.) - poinçons de 5 et 10 mm de diamètre - analyseur enthalpique différentiel STD Q600 (T.A. Instruments, É.-U.)	ASTM D4703 (2016b) ASTM D3895 (2019b)
	Spectrométrie infrarouge[c] (côté du haut et côté du bas)	Indice carbonyle (IC)	- poinçon de 10 mm de diamètre - spectromètre à infrarouge (Shimadzu IRTracer-100, JP)	Scheirs (2009) ASTM E1252 (2013b) ASTM E168 (2016g)
Physique	Mesure d'épaisseur[a,b,c]	Épaisseur (T_g)	- matrice de découpe de 80 mm de diamètre - jauge d'épaisseur MTG-DX2 (Checkline, É.-U.)	ASTM D5199 (2019c)
Mécaniques	Essai de traction simple[a,b,c] (direction d'enroulement ou de la machine MD et direction perpendiculaire CD)	Limite élastique (TYS) Élongation à la limite (PYE) Résistance à la traction (TBS) Élongation à la rupture (PBE)	- presse mécanique - matrice de découpe ASTM D638 Type IV (ODC Toolings and Molds, CA) - banc de traction BT1-FR020TN (Zwick Roell GmbH, All.)	ASTM D6693 (2020e)
Hydraulique	Essai de perméabilité[a,b,c]	Conductivité hydraulique équivalente	- cellule de perméabilité - double contrôleur de pression/volume VJT2267 (VJ Tech, R.-U.)	NF EN 14150 (AFNOR, 2006)
Sorption et diffusion d'oxygène	Essais de sorption et de diffusion d'oxygène[a,b,c]	Coefficient de sorption d'oxygène (S_{gf}) Coefficient de diffusion d'oxygène (D_g) Coefficient de perméation d'oxygène (P_g)	- cellules de sorption et de diffusion - chambre à température contrôlée - sondes à oxygène (ODP Pst3, PreSens GmbH, All.) - analyseur à oxygène (OXY-10, PreSens GmbH, All.)	Sangam et Rowe (2001)

a sur les GM dégradées physiquement
b sur les GM dégradées chimiquement
c sur les GM exhumées

3.4 Traitement statistique des données

Différentes analyses statistiques ont été réalisées dans le cadre de cette thèse pour interpréter les différents résultats des spectrométries infrarouges, des mesures de l'épaisseur et des essais de traction simple avec un p-value de 0,05. Les traitements statistiques de données ont été réalisés avec le logiciel OriginPro de OriginLab (É.-U.).

Des tests de Student (Student, 1908) ont été réalisés pour comparer les résultats provenant de deux groupes différents. Par exemple, pour comparer les résultats mécaniques obtenus suivant la direction de la machine (MD) et suivant la direction perpendiculaire (CD); pour comparer les résultats des deux zones d'exhumation (voir Chapitre 6); pour comparer les résultats de spectrométrie infrarouge des deux côtés de la GM. Des tests de normalité de Kolmogorov-Smirnov (Lilliefors, 1967) ont été réalisés au préalable.

Des analyses de la variance (ANOVA) (Barr et al., 1976) avec comparaisons de la moyenne de Dunnett (Dunnett, 1955) en utilisant les propriétés initiales comme niveau de référence ont été réalisées afin de comparer l'évolution des différentes propriétés mécaniques avec les dégradations chimiques ou physiques par rapport aux propriétés initiales. La normalité et l'homoscédasticité ont été respectivement vérifiées avec le test de Kolmogorov-Smirnov (Lilliefors, 1967) et de Levene (Levene, 1961).

Les résultats des traitements de données sont respectivement présentés aux ANNEXES E, F et G pour les Chapitres 4, 5 et 6.

CHAPITRE 4 ARTICLE 1: EFFECTS OF FREEZE-THAW CYCLES ON THE PROPERTIES OF POLYETHYLENE GEOMEMBRANES

Ce chapitre présente les travaux réalisés dans le cadre de l'étude de la durabilité des GM en PEHD et en PEBDL avec les cycles de gel-dégel pour la réalisation de l'OS1. Il constitue le deuxième article rédigé par Rarison, R. F. M., Mbonimpa, M. et Bussière, B.. Cet article est tel qu'il a été soumis à la revue *Geosynthetics International* de l'«International Geosynthetics Society» ou IGS en date du 16 juillet 2021.

Abstract

High-density polyethylene (HDPE) geomembranes (GMs) are frequently used as fluid barrier components of cover systems for mine site reclamation in regions that are prone to freeze–thaw cycles (FTCs). However, HDPE GMs are susceptible to stress cracking, unlike low linear density polyethylene (LLDPE) GMs. Hence, LLDPE GMs are increasingly considered as alternatives to HDPE GMs in cover systems. Nevertheless, little information is available on LLDPE GMs compared to HDPE GMs. Moreover, little is known about the changes in the fluid barrier properties (the equivalent hydraulic conductivity and the oxygen sorption and diffusion coefficients) for these two materials with FTCs. The purpose of this study is therefore to compare the effects of FTCs on the tensile, hydraulic, and oxygen sorption and diffusion properties of HDPE and LLDPE GMs. To do so, GM sheets were subjected to 300 FTCs. Mechanically, both GMs got stiffer and their tensile break properties increased with increasing number of FTCs. However, although the GM fluid barrier properties changed with FTCs, the equivalent hydraulic conductivity, and the oxygen permeation coefficient remained within an order of magnitude of 10^{-14} m/s and 10^{-13} m^2/s, respectively. Up to 300 FTCs would therefore have no adverse effects on HDPE and LLDPE GMs.

Keywords

Geosynthetics, geomembranes, HDPE, LLDPE, freeze–thaw cycles, mine site reclamation, cover system

4.1 Introduction

The mining industry generates a significant amount of wastes (tailings and waste rocks), which must be managed and/or treated properly in order to limit the environmental impacts (Bussière and Guittonny 2020). Mine waste management becomes more problematic in the presence of sulfide minerals in the tailings or waste rocks, which, when in contact with water and oxygen and in the absence or low presence of acid neutralizing minerals, generate acid mine drainage (AMD) (Plante et al. 2020). AMD is characterized by an acidic pH (typically from 2 to 5), with high concentrations of dissolved metals and sulfates that result in substantial adverse environmental impacts (Aubertin et al. 2002; Lottermoser 2010; Blowes et al. 2014; Plante et al. 2020).

In recent decades, various techniques have been developed to control AMD generation. These techniques aim to control the presence of water and oxygen, two of the main reactants in AMD generation, by applying water and/or oxygen barrier covers (Aubertin et al. 2000; Bouazza 2002; Bussière 2010; Demers et al. 2010; Aubertin et al. 2016; Bussière and Guittonny 2020). For mine site reclamation, these covers are generally constructed with natural soils, but may include geosynthetic materials such as geomembranes (GMs) (Maurice 2002; Patterson et al. 2006; Lupo and Morrison 2007; Touze-Foltz and Lupo 2009; Meiers et al. 2014; Power et al. 2017; Maqsoud et al. 2020). The most commonly used GM in cover systems for mine site reclamation in Canada remains high-density polyethylene (HDPE) (Maurice 2002; Cyr 2011; Cyr et al. 2011; Maurice 2012; Maqsoud et al. 2013; Meiers et al. 2014; Power et al. 2017; Zetchi and Fouquet 2017; Mbonimpa et al. 2021; Turcotte et al. 2021).

However, HDPE GMs are susceptible to environmental stress cracking, unlike low linear density polyethylene (LLDPE) GMs. This susceptibility to stress cracking is due to the high crystallinity of the GMs, at about 50% for HDPE compared to 15% for LLDPE (Rollin et al. 2002; Müller 2007; Scheirs 2009; Koerner 2012). The cracking results from tensile stresses, even when lower than the material yield stress, that the material undergoes over a long period (Hsuan et al. 1993; Müller 2007; Scheirs 2009). Stress cracking could therefore induce failures of cover systems made with HDPE GMs. Hence, LLDPE GMs offer a practical alternative to HDPE GMs when stress cracking is a potential risk at a given site.

The Abitibi-Témiscamingue region in western Québec (Canada) is a cold region with seasonal soil freezing. If the GM is installed at less than the frost depth, it undergoes freeze–thaw cycles (FTCs)

that could affect its properties. The frost depth can be measured in situ using temperature probes (Benson and Bosscher 1999), predicted using numerical codes based on heat transfer equations within the soil while taking into account the snow cover (Lin and McCool 2006; Hanson et al. 2008; Thorsen et al. 2010), or estimated using freezing index-based empirical equations such as the Stefan, modified Berggren, or Chisholm and Phang prediction models (Aldrich Jr 1956; Chisholm and Phang 1983; Rajaei and Baladi 2015). The mean frost depth in the Abitibi-Témiscamingue region was estimated at approximately 2.2 m by Lacasse and Amiri (1988). This value remains relevant thirty years later, according to calculations based on Natural Resources Canada data compiled at meteorological station 7086716 in Rouyn-Noranda over five years from 2015 to 2019 (NRCan 2020) and calibrated with the Chisholm and Phang model. Figure 4.1 presents the configurations of three GM covers used for mine site reclamation in the Abitibi-Témiscamingue region, showing the thickness of the cover layers. The Normetal site, the south zone of the Aldermac site, and the Barvue site were reclaimed in 2006 (Maurice 2012), 2009 (Cyr et al. 2011), and 2016 (Zetchi and Fouquet 2017), respectively. In all three cases, the GMs were installed at depths lower than the above-mentioned frost depth for the Abitibi-Témiscamingue region, and they therefore undergo FTCs.

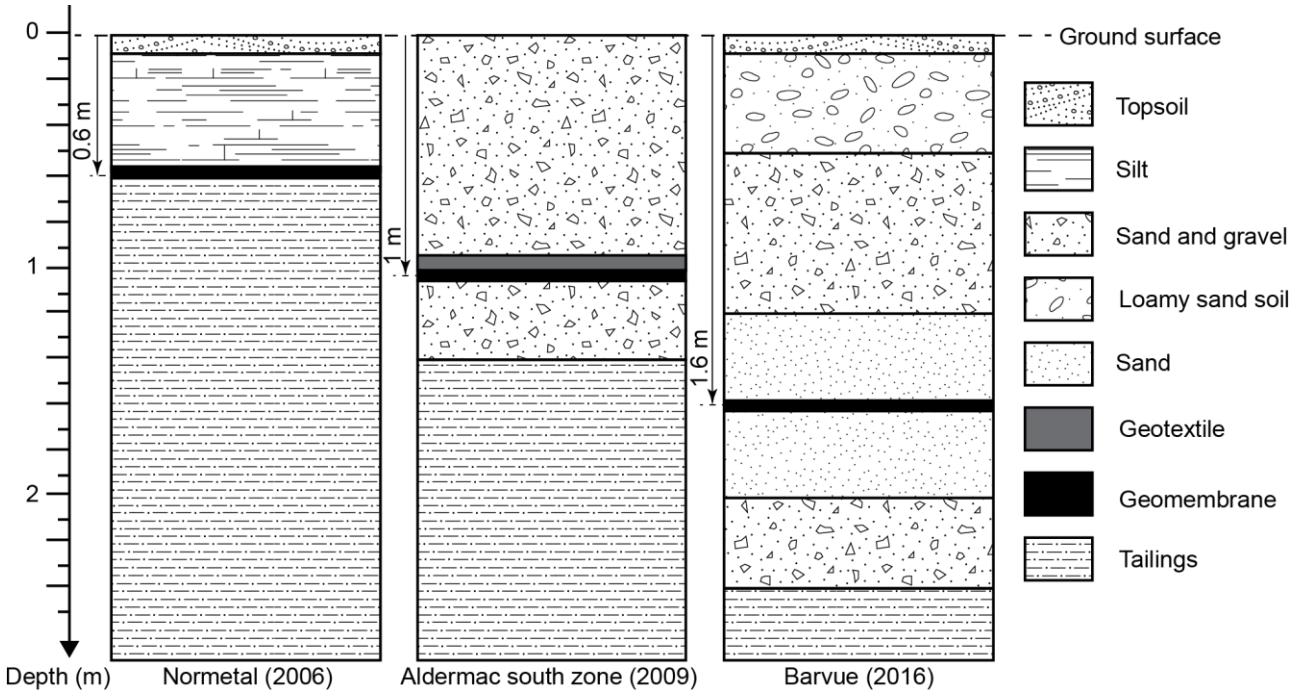


Figure 4.1.Configuration of three GM covers used for mine site reclamation in the Abitibi-Témiscamingue region

The effects of FTCs on the tensile properties of GMs were assessed and reported by Budiman (1994), Comer and Hsuan (1996), Scheirs (2009), and Hsuan et al. (2013), among others. In Budiman's study (1994), HDPE GM sheets were conditioned up to 150 FTCs and tensile tests were conducted after 1, 5, 30, 60, and 150 cycles. It was found that FTCs caused no degradation in the tensile properties of HDPE GMs after 150 cycles. Similar results were obtained by Comer and Hsuan (1996), even after 200 FTCs with 7 different GM types, including HDPE and LLDPE. The GMs became stiffer, yield strength increased, and yield elongation decreased with increasing FTCs (Scheirs 2009). McWatters et al. (2016) and McWatters et al. (2020) assessed the petroleum hydrocarbon diffusion properties of GMs (containing HDPE and LLDPE) submitted to laboratory FTCs. They found no effects on GM diffusion properties after 50 controlled FTCs.

To the authors' knowledge, no study to date has investigated the impact of FTCs on changes in the hydraulic and oxygen diffusion (sorption and diffusion) properties of the two GM types to establish their ability to limit AMD generation in cold regions. Hence, the objective of this study was to compare the effects of up to 300 FTCs on three key parameters of HDPE and LLDPE GMs, i.e., tensile, hydraulic, and oxygen diffusion properties, which determine GM performance in cover systems. Preliminary tensile tests were performed to select the best testing standard and to determine the sampling direction of the testing specimens and the anisotropy of the GM tensile properties.

4.2 Materials and methods

4.2.1 Geomembrane samples preparation

Two types of GMs manufactured by Solmax International Inc. were examined: Solmax 460W-2000 for HDPE and Solmax 860W-2000 for LLDPE, both 60 mil thick (1.5 mm), which is the most commonly used GM thickness for mine site reclamation (Yesiller et al. 2018; Rarison 2021). For each GM type, a 6 m × 6.80 m roll was purchased. Each roll was subsequently cut into 0.70 m × 0.70 m sheets to undergo FTCs. Each sheet was identified and marked to indicate the direction of the roll (machine direction MD). The sheets were mounted on a support system (rack) for easy handling and then submitted to FTCs. The FTC conditions were adapted from Comer and Hsuan (1996): 16 hours of freezing in a classic freezer at -20 ± 1 °C followed by 8 hours of thawing at laboratory temperature (~20 ± 1 °C). McWatters et al. (2016) found no significant difference in the

change in mass transfer properties of GMs if the FTCs were conducted in air or water. This supports the choice in this study to condition the GMs in air for the FTCs. A total of 300 cycles were performed, and samples of both GM types were extracted after 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250, and 300 cycles. In this way, the test specimens were prepared from the extracted sheets. All tests described hereafter were performed at laboratory temperature.

The thickness of the GM sheets required for the experimental data interpretation was measured using an MTG-DX2 thickness gauge (Checkline, USA), which has an accuracy of ±4 μm. The GM thickness was determined according to ASTM D5199 (2019). The mean thickness (T_g) and standard deviation (SD) for the two GM types after 0, 100, 200, and 300 FTCs are given in Table 4.1. All thickness values are higher than the nominal thickness of 1.5 mm. Significant data were drawn from a normally distributed population (using the Kolmogorov–Smirnov test at 0.05 significance). Analyses of variance (ANOVA) were then conducted at 0.05 significance. ANOVA results for HDPE GM thickness show no significant differences between initially measured (0 FTCs) and post-FTC thickness, indicating that FTCs do not significantly affect HDPE GM thickness. However, ANOVA results for LLDPE GM thickness show significant differences between the measurements, indicating that FTCs impact LLDPE GM thickness.

Table 4.1. Thickness T_g and standard error (SE) for the studied geomembranes

GM type	**HDPE**				**LLDPE**			
FTC	0	100	200	300	0	100	200	300
Thickness T_g (mm)	1.513	1.527	1.524	1.510	1.512	1.563	1.584	1.565
SD (mm)	0.022	0.012	0.018	0.020	0.021	0.022	0.010	0.010

4.2.2 Tensile testing

Type IV GM specimens were used for the tensile tests performed after 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250, and 300 FTCs. These specimens were cut with a die cutter (ODC Tooling and Molds, Ontario, Canada) according to ASTM D6693 (2020) while mounted on a mechanical press. Three characteristics of the specimens were used to determine the tensile properties, as shown in Figure 4.2.a: the width of the narrow section (W = 6 mm), the gauge length for yield (GL_Y = 33 mm), and the gauge length for break (GL_B = 50 mm). The tensile testing procedure is as follows: specimens are placed between the grips of a BT1-FR020TN traction bench (Zwick Roell, Germany). The traction bench then stretches the specimen at a constant speed of 50 mm/min for HDPE GM and 500 mm/min for LLDPE GM, according to ASTM D6693 (2020). The

program then reports the force–displacement as raw data. A typical force–displacement curve measured by the traction bench is presented in Figure 4.2.b. The curve can be divided into three behavior zones (Rösler et al. 2007): 1) an elastic zone up to the yield point, where a necking region is formed in the specimen; 2) a plastic zone, which begins with the necking region and continues with the development of its ductile behaviour; and 3) a strain hardening region up to the break. The calculation of the force–displacement curve gives four parameters: the yield force (YF), the yield displacement (YD), the break force (BF), and the break displacement (BD).

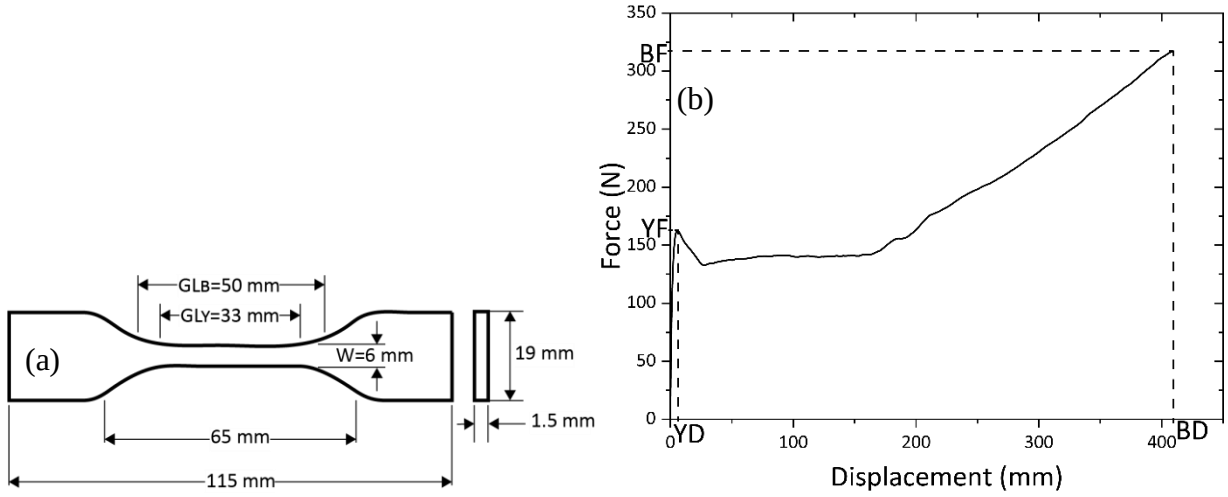


Figure 4.2. Dog bone shaped specimen (a) and typical force–displacement curve from the tensile test with the four tensile characteristic parameters (b)

Four tensile properties were then calculated: the tensile yield strength (TYS, N/mm) and percent yield elongation at yield (PYE, %), and the tensile break strength (TBS, N/mm) and percent break elongation at break (PBE, %). The parameters were calculated according to ASTM D6693 (2020), as follows:

$$\mathrm{TYS} = \frac{\mathrm{YF}}{\mathrm{W}} \tag{4.1}$$

$$\mathrm{PYE} = \frac{\mathrm{YD}}{\mathrm{GL_Y}} \times 100 \tag{4.2}$$

$$\mathrm{TBS} = \frac{\mathrm{BF}}{\mathrm{W}} \tag{4.3}$$

$$\text{PBE} = \frac{\text{BD}}{\text{GL}_\text{B}} \times 100 \tag{4.4}$$

where W, GL_Y, and GL_B are defined in Figure 4.2.a.

Preliminary investigations were conducted on the impact of the sampling direction of the testing specimens when the HDPE and LLDPE GMs were anisotropic materials (Rarison 2021). For this purpose, GM specimens were prepared in three directions: machine direction (MD), crossmachine direction (CD), and diagonal direction (DD). Results indicated that the DD provides no supplementary information for both GM types (Rarison 2021). Accordingly, the specimens in the present study were prepared in the two principal GM directions (MD and CD). Approximately 640 tensile tests were performed for the FTC effect assessment.

4.2.3 Permeability test setup and procedure

The in-house permeability cell presented in Figure 4.3 was used to assess the equivalent hydraulic conductivity of the GM. The setup is inspired by NF EN 14150 standard (AFNOR 2006). It consists of two cylindrical stainless steel half cells (upstream and downstream) with an internal diameter of 200 mm. Each half cell has water entry and exit lines fitted with manually controlled ball valves. The GM specimen (240 mm diameter) is placed between the two half cells with gaskets in contact with the cells to prevent puncturing and leakage. A perforated plate is placed in the downstream cell to prevent GM deformation during testing. The permeability cell is assembled with fixing bolts.

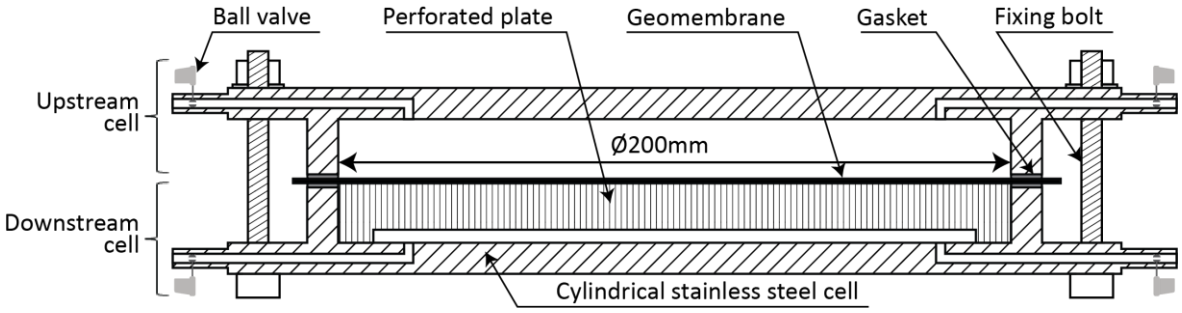


Figure 4.3. Permeability cell inspired by NF EN 14150 (AFNOR 2006)

After the permeability cell is mounted, it is placed on a support and connected to filling lines leading from a deaerated and deionised water supply tank and to purge flow lines leading to a water recovery tank. The system is connected to a VJT2267 dual automatic hydraulic pressure controller (VJ Tech, United Kingdom) for the test lines. The controller generates pressures up to 1,000 kPa

with a control within ± 0.5 kPa and a capacity of 200 cm^3 readable to 0.001 cm^3. This is consistent with the type B setup presented in NF EN 14 150 (AFNOR 2006), where the minimal precision requirements are a pressure of 2 kPa and a volume of 0.01 cm^3. The controller is connected to a computer for logging and control. The setup is illustrated in Figure 4.4.

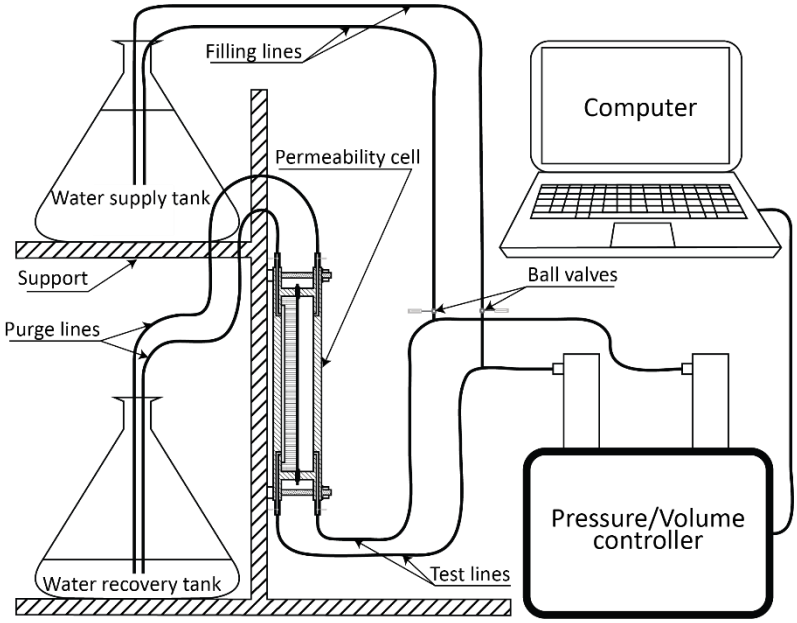


Figure 4.4. Type B setup for GM permeability tests inspired by NF EN 14150 (AFNOR 2006)

In the first step of the permeability test, a pressure of 60 kPa is applied upstream and 50 kPa downstream. After the volume is stabilized, the upstream inlet valve is closed, and the cell is left to stand for 3 days to allow detecting any leakage. In the second step, 150 kPa is applied upstream and 140 kPa downstream. After volume stabilization, the downstream inlet valve is closed, and the cell is left to stand for 3 more days. The permeability test is then conducted by applying 150 kPa upstream and 50 kPa downstream for 10 days. The change in volume over time from the upstream to the downstream cell is recorded through the GM by the pressure/volume controller. The slope of the linear part of the curve volume (cm^3) vs. time thus gives the volumetric water flux (Q, cm^3/s) that ingresses from the upstream to the downstream cell through the GM. To validate the test, the volumetric water fluxes obtained upstream and downstream should be the same. These fluxes are assumed to be the same when the relative difference is less than 10% according to AFNOR (2006).

The equivalent hydraulic conductivity of the GM (K_g, m/s) can be obtained from the following equation (Giroud and Bonaparte 1989):

$$K_g = \frac{Q \times \rho_w \times g \times T_g}{\Delta p \times A} \quad (4.5)$$

where ρ_w is the density of the deaerated water used with ρ_w = 995.67 kg/m^3 at 30 °C (Tanaka et al. 2001), g is the acceleration due to gravity (9.81 m/s^2), T_g is the thickness of the GM (m) as determined with ASTM D5199 (2019) in section 4.2.1 (see Table 4.1), Δp is the pressure difference (100,000 Pa), and A is the surface area (m^2) of the GM specimen. The area A corresponds to a disc surface for the internal diameter (20 cm) of the cell (Figure 4.3), which corresponds to A = 0.0314 m^2. The water temperature recorded by the pressure/volume controller was 30 °C.

A total of 12 tests were conducted for this study. Triplicate tests (a series of 6 tests) were first performed to assess the initial properties of the HDPE and LLDPE GMs. Another series of 6 tests was then conducted after 100, 200, and 300 FTCs for both GM types. The first test series gave the standard error (SE) for the measurements for each GM type. The SE is then reported proportionally to each single test result after 100, 200, and 300 FTCs.

4.2.4 Oxygen sorption/diffusion test setup and procedure

The sorption and diffusion cells are composed of two cylindrical steel half cells (source and receptor). Each half cell has a gas entry and an evacuation pipe equipped with ball valves. Each half cell is equipped with a DP PST3 optical oxygen dipping probe (PreSens GmbH, Germany) with an accuracy of ± 0.4% O_2 at 20.9% O_2 to monitor the oxygen concentration. The GM specimen is placed between the two half cells, with a gasket to prevent puncturing and gas leakage. The system is assembled with fixing bolts, as presented in Figure 4.5.

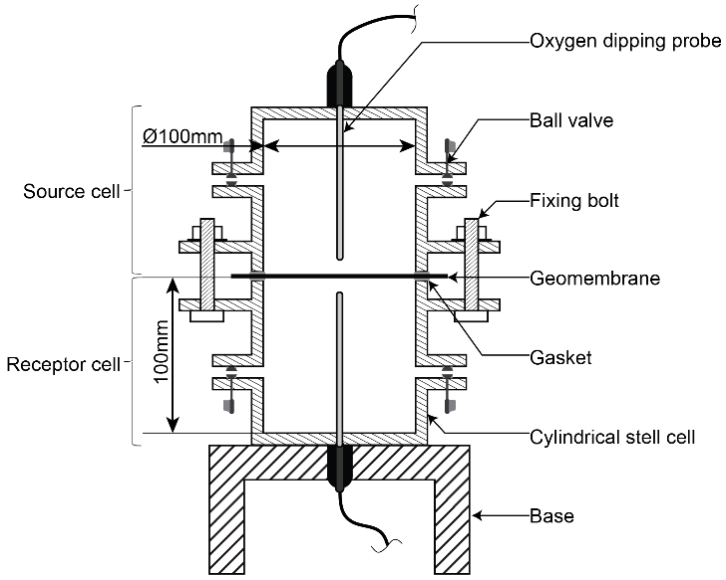


Figure 4.5. Oxygen sorption/diffusion cell inspired by Sangam and Rowe (2001)

First, the cells are purged with pure nitrogen. The source cell is then filled with pure oxygen and the receptor cell with pure nitrogen for the diffusion tests. Both half cells are filled with pure oxygen for the sorption tests. The two cells are then placed into a temperature-controlled chamber at 20 °C so as not to interfere with the oxygen concentration measurement. The oxygen dipping probes are connected to an OXY-10 oxygen analyzer (PreSens GmbH, Germany) to measure the oxygen concentration. The oxygen analyzer is connected to a computer to log changes in oxygen concentration with time. The setup is presented in Figure 4.6.

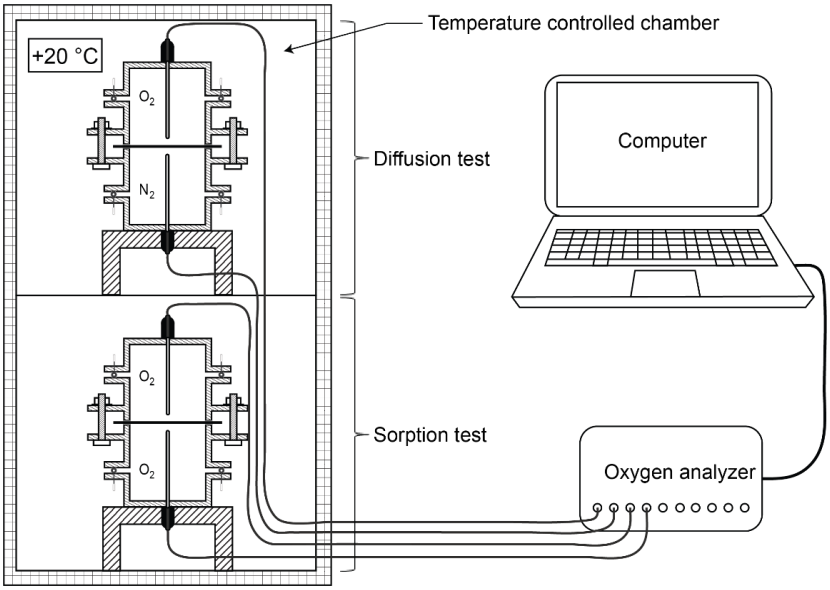


Figure 4.6. Oxygen sorption and diffusion testing setups

The migration of oxygen through the GM is analogous to the migration of a pollutant. Some authors have defined the migration as a three-step process (Felder and Huvard 1980; Haxo Jr and Lahey 1988; Park and Nibras 1993; Prasad et al. 1994; Flaconneche et al. 2001; Sangam and Rowe 2001): 1) oxygen adsorption into the GM, 2) oxygen diffusion in the GM, and 3) oxygen desorption from the GM, as illustrated in Figure 4.7.

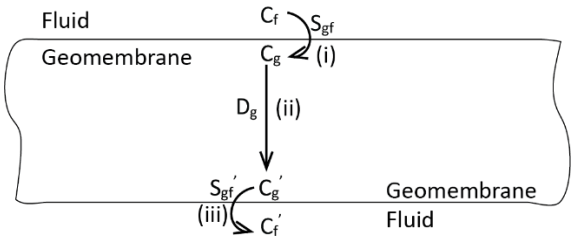


Figure 4.7. Migration through the geomembrane

In the first step, the oxygen must be adsorbed into the GM, as expressed by Henry's law (Rogers 1985; Sangam and Rowe 2001):

$$C_g = S_{gf} \times C_f \tag{4.6}$$

where C_g is the oxygen concentration in the GM (kg/m^3), S_{gf} is the oxygen partition coefficient (-), and C_f is the oxygen concentration in the fluid (kg/m^3). During the second step, the adsorbed oxygen diffuses within the GM, as represented by Fick's first law:

$$f = -D_g \frac{dC_g}{dz} \tag{4.7}$$

where f is the oxygen mass flux (kg/m^2/s), D_g is the oxygen diffusion coefficient (m^2/s), and z is the oxygen diffusion direction (m). In the last step, the oxygen desorbed from the GM is represented by the following eq. (4.8):

$$C_g{}' = S_{gf}{}' \times C_f{}' \tag{4.8}$$

The two partition coefficients are assumed to be the same, $S_{gf}=S_{gf}'$ (Sangam and Rowe 2001).

The oxygen mass flux defined in eq. (4.7) can be rewritten as (Sangam and Rowe 2001; McWatters and Rowe 2009):

$$f = -D_g \frac{dC_g}{dz} = -S_{gf} \times D_g \frac{dC_f}{dz} = -P_g \frac{dC_f}{dz} \quad (4.9)$$

where P_g is the oxygen permeation coefficient (m^2/s) with:

$$P_g = S_{gf} \times D_g \quad (4.10)$$

In equation (4.9), the partition coefficient (S_{gf}) is applied to describe the partitioning of the oxygen concentration in the GM (which cannot be measured) to the oxygen concentration in the fluid (which can be measured, here with the PreSens ODP). S_{gf} is determined at equilibrium using the cell described in Figure 4.5 with pure oxygen (100% O_2) on both sides of the GM. S_{gf} is then given by (Sangam and Rowe 2001):

$$S_{gf} = \frac{\left(C_{f0} \times V_{f0} - C_{fF} \times V_{fF} - \sum C_i \times V_i\right)\rho_g}{M_g \times C_{fF}} \quad (4.11)$$

where C_{f0} and V_{f0} are the initial oxygen concentration in the fluid (kg/m^3) and the initial fluid volume (m^3), C_{fF} and V_{fF} are the final oxygen concentration in the fluid and the final fluid volume at equilibrium, C_i and V_i are the oxygen concentration in the fluid and the extracted volume at each sampling extraction ($\Sigma C_i V_i$ represents the mass removed by sampling), ρ_g is the GM density (kg/m^3), and M_g is the GM mass (kg).

Because the fluid used in this study is oxygen gas, the volume remains the same as the volume for the half cell:

$$V_{f0} = V_{fF} = V_{cell} = \pi \times \frac{d^2}{4} \times H_{cell} \quad (4.12)$$

where d is the internal diameter of the cell (m) and H_{cell} is the height of the half cell (m), as shown in Figure 4.5. The oxygen concentration is measured with an optical sensor without sampling, $\Sigma C_i V_i = 0$. The geomembrane mass is given by:

$$M_g = V_g \times \rho_g \quad (4.13)$$

where V_g is the volume of the geomembrane corresponding to the internal diameter of the cell:

$$V_g = \pi \times \frac{d^2}{4} \times T_g \tag{4.14}$$

where T_g is the geomembrane thickness (m). The expression of the partition coefficient is then simplified as:

$$S_{gf} = \frac{(C_{f0} - C_{fF})H_{cell}}{C_{fF} \times T_g} \tag{4.15}$$

Because the S_{gf} from the top (for adsorption) and the $S_{gf}^{'}$ at the bottom (for desorption) should be the same, both coefficients were determined, and the mean value was considered as the oxygen partition coefficient for the GM.

The oxygen diffusion tests were performed with pure oxygen (100% O_2) in the source cell and pure nitrogen (0% O_2) in the receptor cell. Each test was conducted until reaching equilibrium for the sorption test, which took more than 20 days.

During the diffusion test, the oxygen concentration in the source cell at time t ($C_{ss}(t)$) decreased and the oxygen concentration in the receptor cell at time t ($C_{rs}(t)$) increased. The change in oxygen concentration in the two half cells can be expressed with solutions of Fick's second law using the following equations (4.16) and (4.17) (McWatters and Rowe 2009):

$$C_{ss}(t) = C_{s0} - \frac{1}{H_{cell}} \int_0^t f_{ss}(\tau)\, d\tau \tag{4.16}$$

where C_{s0} is the initial oxygen concentration in the source cell, $f_{ss}(\tau)$ is the oxygen mass flux into the GM with time τ, and τ is a dummy variable representing time (s) (the integral gives the total oxygen mass that has diffused from the source cell into the GM per unit area up to time t).

$$C_{rs}(t) = C_{r0} + \frac{1}{H_{cell}} \int_0^t f_{rs}(\tau)\, d\tau \tag{4.17}$$

where C_{r0} is the initial oxygen concentration in the receptor cell, and $f_{rs}(\tau)$ is the oxygen mass flux out of the GM with time τ (the integral gives the oxygen total mass that has diffused out of the GM into the receptor cell per unit area up to time t).

The oxygen diffusion coefficient D_g was determined iteratively with POLLUTE V. 7 software (Rowe and Booker 2004), which solves equations (4.16) and (4.17) by fitting theoretical curves to the experimental data. The vertical migration model in POLLUTE V. 7 was used with GM parameters such as the measured thickness T_g and the partition coefficient S_{gf}, as described above. The permeation coefficient is then calculated according to equation 10.

A total of 12 tests were conducted for this study: 5 tests for the initial HDPE GM to determine the standard error (SE) for the measurements, one test for the initial LLDPE GM, and one test for the HDPE and LLDPE GMs after 100, 200, and 300 FTCs. It took more than one year to perform all the tests.

4.3 Results on the effect of FTCs on the tensile properties

4.3.1 Tensile properties of the pristine GMs

Figure 4.8 shows typical raw data as force–displacement curves obtained from the HDPE and LLDPE GMs before freeze–thaw cycling. The two GM types show almost the same viscoplastic behavior in the two directions. Note that the yield points are higher for HDPE than LLDPE GMs. Thus, TYS(HDPE) > TYS(LLDPE) but the LLDPE yield points arrive sooner: PYE(HDPE) < PYE(LLDPE). The plastic zone is larger for LLDPE than HDPE GMs, but with a higher force (and consequently strength) for the HDPE. The strain hardening zone is also larger for LLDPE than HDPE GMs, and the break points are higher for LLDPE than HDPE GMs: TBS(HDPE) < TBS(LLDPE). Break points are also higher in the CD than the MD: TBS(MD) < TBS(CD). The average initial properties for the two GM types are summarized in Table 4.2 along with the standard deviations. The HDPE GM is stiffer than the LLDPE GM, with higher tensile yield strength (TYS) and lower percent yield elongation (PYE). The two GMs have a similar tensile break strength (TBS) at around 49 N/mm, but the LLDPE has a higher percent break elongation (PBE): the LLDPE GM withstands a longer extension before breaking. These findings are consistent with the literature (e.g., Comer and Hsuan 1996).

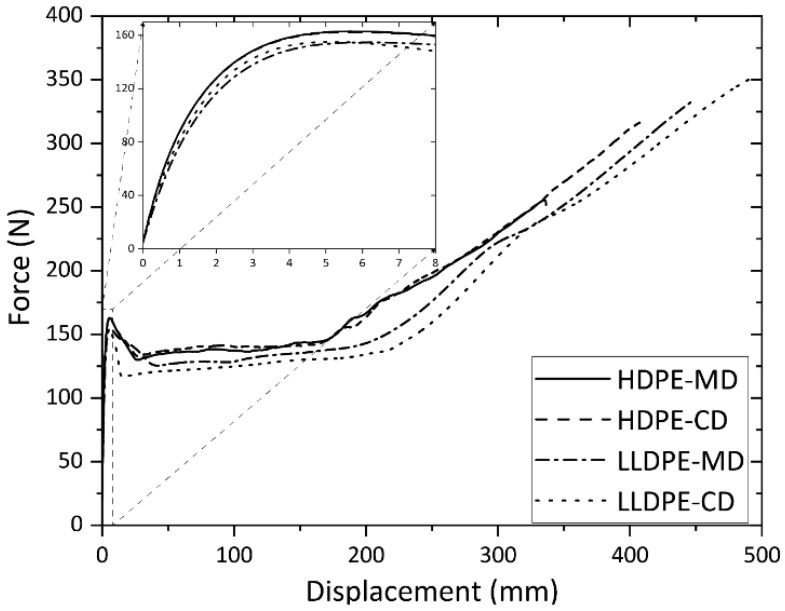


Figure 4.8. Typical standard force–displacement curves for HDPE and LLDPE GMs

Table 4.2. Initial tensile properties for HDPE and LLDPE GMs

Properties (units)	HDPE_MD	HDPE_CD	LLDPE_MD	LLDPE_CD
TYS (N/mm)	27.5 ± 0.8	28.9 ± 0.7	24.6 ± 0.6	25.5 ± 0.6
PYE (%)	17.3 ± 0.3	15.3 ± 0.4	18.2 ± 0.44	16.0 ± 0.4
TBS (N/mm)	49.6 ± 5.0	49.4 ± 4.9	47.4 ± 6.8	50.9 ± 6.7
PBE (%)	775 ± 69	825 ± 72	810 ± 114	880 ± 109

4.3.2 Change in tensile properties with FTCs

4.3.2.1 Change in yield properties

Figure 4.9 shows the changes in yield properties (TYS and PYE) with FTCs for HDPE and LLDPE GMs in the MD and CD. For HDPE GM in the MD, the mean TYS increases from initial 27.5 ± 0.7 N/mm to 28.6 ± 0.3 N/mm after 200 FTCs and decreases thereafter to 27.3 ± 0.7 N/mm after 300 FTCs. The mean PYE decreases from initial 17.3 ± 0.3% to 16.7 ± 0.2% after 300 FTCs. For LLDPE GM in the CD, the mean TYS increases from initial 25.5 ± 0.6 N/mm to 26.7 ± 0.7 N/mm after 300 FTCs, and the mean PYE decreases from initial 16.0 ± 0.4% to 15.8 ± 0.5% after 300 FTCs. As the number of FTCs increases, the TYS for both GM types shows an increasing trend, in contrast to the PYE, which shows a decreasing trend. These trends are consistent with the literature (Comer and Hsuan 1996; Scheirs 2009): HDPE and LLDPE GMs become stiffer with increasing FTCs. The HDPE GM remains stiffer than the LLDPE GM after FTCs, as observed for the pristine

GM samples (see Table 4.2). One-way repeated measures ANOVA with Dunnett means comparison using the results from pristine GMs as control levels (p-value of 0.05) were performed to assess the significance of the trends. The TYS results show that the increasing trends are not significant, except for LLDPE CD. However, the PYE results show significant decreasing trends for HDPE but not LLDPE GM.

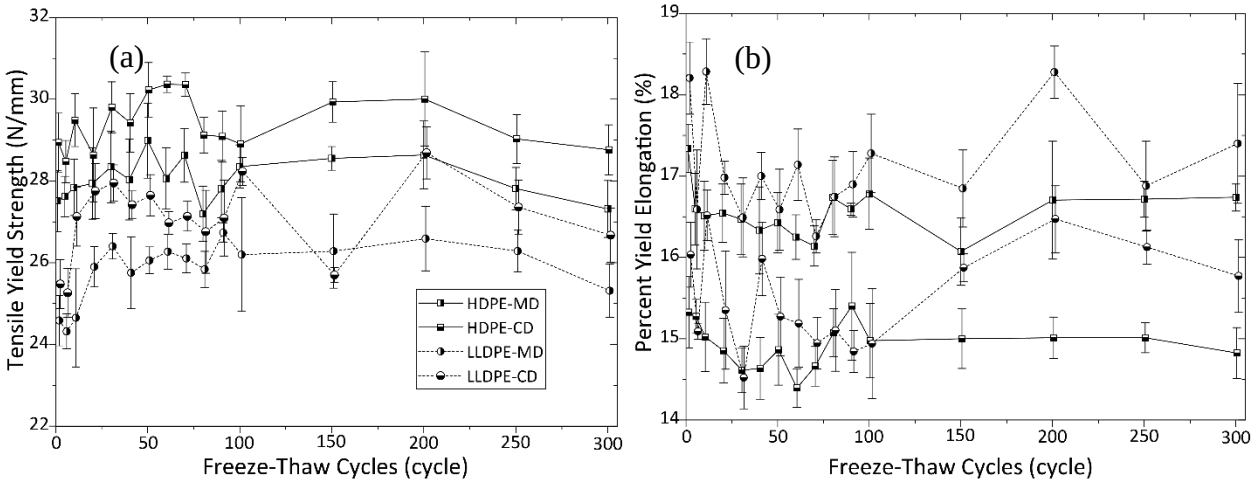


Figure 4.9. Change in GM yield properties with FTCs: (a) TYS and (b) PYE

4.3.2.2 Change in break properties

Figure 4.10 shows the change in TBS and PBE with FTCs for HDPE and LLDPE GMs in the MD and CD. For HDPE GM in the MD, the mean TBS varies from initial 49.6 ± 5.1 N/mm to 52.6 ± 2.1 N/mm after 300 FTCs, and the mean PBE increases from initial 775 ± 69% to 829 ± 28% after 300 FTCs. For LLDPE GMs in the CD, the mean TBS increases from initial 50.9 ± 6.7 N/mm to 54.7 ± 4.5 N/mm after 300 FTCs and the PBE from initial 880 ± 109% to 923 ± 67% after 300 FTCs. These results indicate an increasing trend for tensile break strength and percent break elongation for both GM types. Statistical analyses, including one-way repeated measures ANOVA with Dunnett's mean comparison using initial values as control levels (at p-value = 0.05), were performed to assess the significance of the variation from initial values. Results show that the increasing trends for TBS and PBE are not significant for HDPE and LLDPE GM, except for HDPE specimens in the CD. Therefore, the FTCs would not adversely affect the GM break properties, which is consistent with the literature (Budiman 1994; Comer and Hsuan 1996; Hsuan et al. 2013).

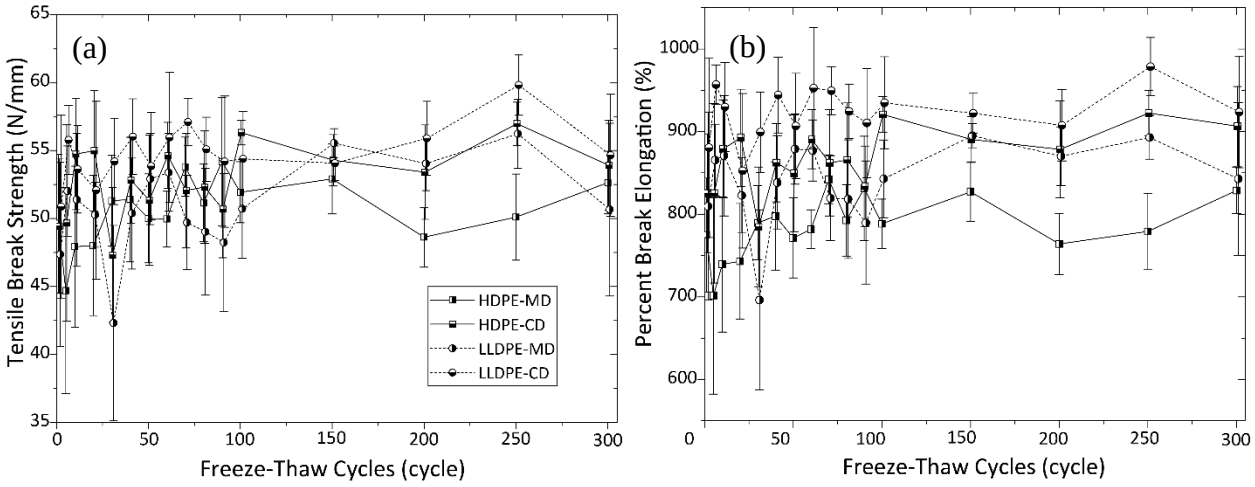


Figure 4.10. Change in GM break properties with FTCs: (a) TBS and (b) PBE

4.4 Results for the effect of FTCs on the equivalent hydraulic conductivity

Figure 4.11 presents typical raw data for the changes in water volume in the upstream and downstream cell recorded over time.

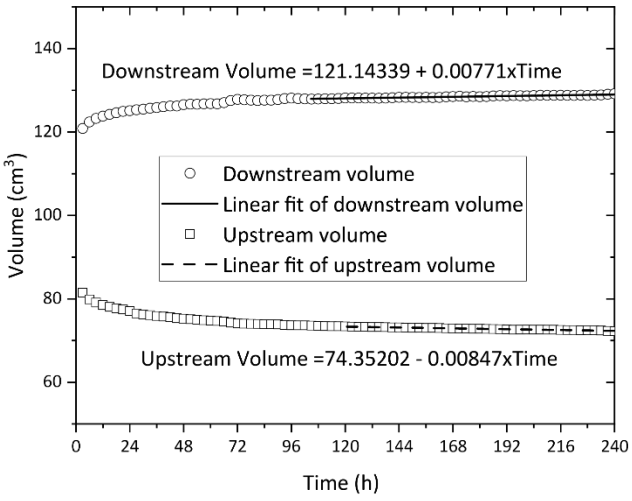


Figure 4.11. Typical results for a pristine HDPE GM (test #1, 0 FTCs)

In this case, the water volumetric flux (Q) that ingresses from the upstream to the downstream cell through the GM are 0.00847 cm^3/h and 0.00771 cm^3/h, respectively, for a relative difference of about 9%, indicating similar flux (relative difference < 10%). The mean volumetric flux Q is then 0.00809 cm^3/h. From equation (6), the equivalent hydraulic conductivity K_g for the initial HDPE GM with thickness T_g = 1.513 mm (see Table 4.2) becomes 10.6×10^{-15} m/s. Figure 4.12 shows the change in K_g and the standard error (SE) with FTCs. Results for LLDPE GMs are shifted

horizontally by 5 FTCs for better visualization in this figure. The initial K_g values (0 FTCs) for the two GMs are very low and within the same order of magnitude as in the literature (Haxo Jr et al. 1984; Giroud and Bonaparte 1989): 1.1×10^{-15} to 11.2×10^{-15} m/s and 3.5×10^{-15} m/s for pristine HDPE and LLDPE GMs, respectively. This indicates that the two materials have similar water flow capacity, with a relative difference of 21%. Results presented below show that K_g tends to decrease with increasing number of FTCs up to 200 FTCs and tends to increase thereafter up to 300 FTCs. The K_g values for HDPE and LLDPE increase by 58% and 20%, respectively, over their initial values but remain within an order of magnitude of 10^{-14} m/s. The relative difference in K_g for the HDPE and LLDPE GMs after 200 FTCs is about 2%, which increases to 59% after 300 FTCs.

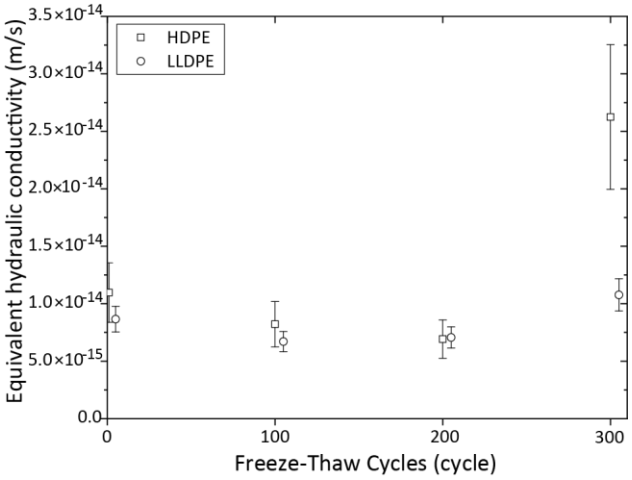


Figure 4.12. Change in equivalent hydraulic conductivity for HDPE and LLDPE GMs with FTCs

4.5 Results for the effect of FTCs on the oxygen sorption and diffusion properties

Figure 4.13 shows an example of the change in the oxygen concentration (C_f) with time in the two reservoirs located on either side of the GM, as gathered from the sorption test. The initial oxygen concentration C_{f0} =100% and the final oxygen concentration C_{fF} are 77.19% and 66.01% for the top and bottom side, respectively. Based on eq. 16, the sorption coefficient S_{gf} for the top and bottom side are 19.53 and 34.02, respectively. Their mean value gives the partition coefficient, i.e., S_{gf} = 26.77.

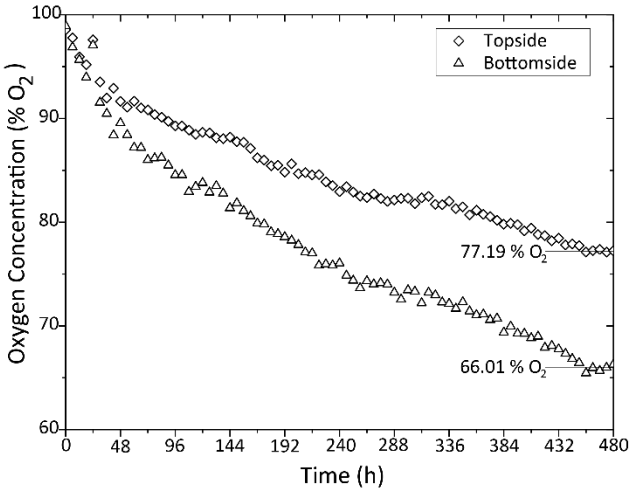


Figure 4.13. Example of S_{gf} determination for a pristine HDPE GM (test #1; 0 FTCs)

Figure 4.14 presents an example of the oxygen diffusion results for test #1 (0 FTCs) on pristine HDPE GM. Analyses were then performed with POLLUTE V.7 to determine the optimal D_g value required to match calculated and experimental data as closely as possible. In the example in Figure 4.14, the best fit was obtained for $D_g = 8.3 \times 10^{-13}$ m^2/s. The permeation coefficient P_g is then 2.22×10^{-11} m^2/s.

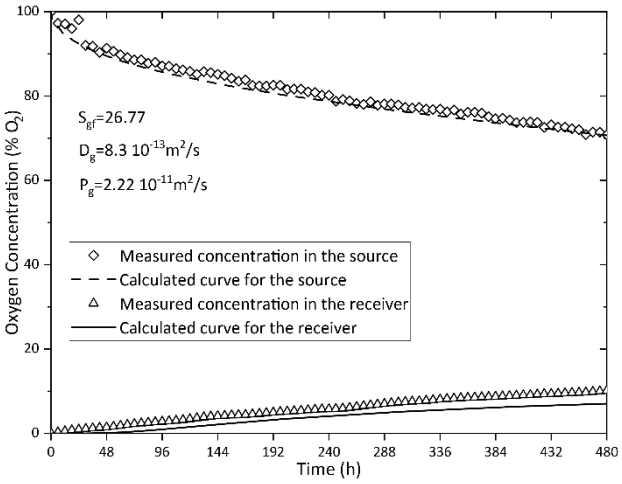


Figure 4.14. Example of D_g and P_g determination for pristine HDPE GM (test #1, 0 FTCs)

The 5 tests performed on HDPE GM gave mean values of S_{gf}, D_g, and P_g and standard errors for each parameter, expressed in percentage as 18% for S_{gf}, 37% for D_g, and 39% for P_g. These errors are assumed to apply to the LLDPE. The errors were reported proportionally to the results of all the single tests performed on HDPE and LLDPE GMs to appraise the accuracy. Means and standard errors for the initial properties are given in Table 4.3.

Table 4.3. Initial oxygen sorption and diffusion properties for HDPE and LLDPE GMs

Properties (unit)	$HDPE_0$	$LLDPE_0$
S_{gf} (-)	24.51±4.39	12.29±2.21
D_g (10^{-13} m^2/s)	5.75±2.13	1.50±0.55
P_g (10^{-12} m^2/s)	11.80±4.56	1.84±0.72

Figure 4.15 summarizes the change in the oxygen sorption and diffusion properties for HDPE and LLDPE GMs with FTCs. The LLDPE GM results are shifted horizontally by 5 FTCs to allow better visualization. The partition coefficient S_{gf} changes with increasing FTCs. S_{gf} increases up to the 200th cycle and then decreases at the 300th cycle for HDPE and LLDPE GMs. For example, for HDPE GM, S_{gf} increases from initial 24.5 to 34.9 at the 200th cycle and then decreases to 15.1 at the 300th cycle. In contrast, the oxygen diffusion properties for both GMs (D_g and P_g) decrease by approximately one order of magnitude and balance the variation in sorption properties (cf. eq. 11). For example, for the tested HDPE GM, $D_{g\text{-}0FTC} = 5.8\times10^{-13}$ m^2/s > $D_{g\text{-}300FTC} = 5.7\times10^{-14}$ m^2/s and $P_{g\text{-}0FTC} = 1.2\times10^{-11}$ m^2/s > $P_{g\text{-}300FTC} = 8.6\times10^{-13}$ m^2/s.

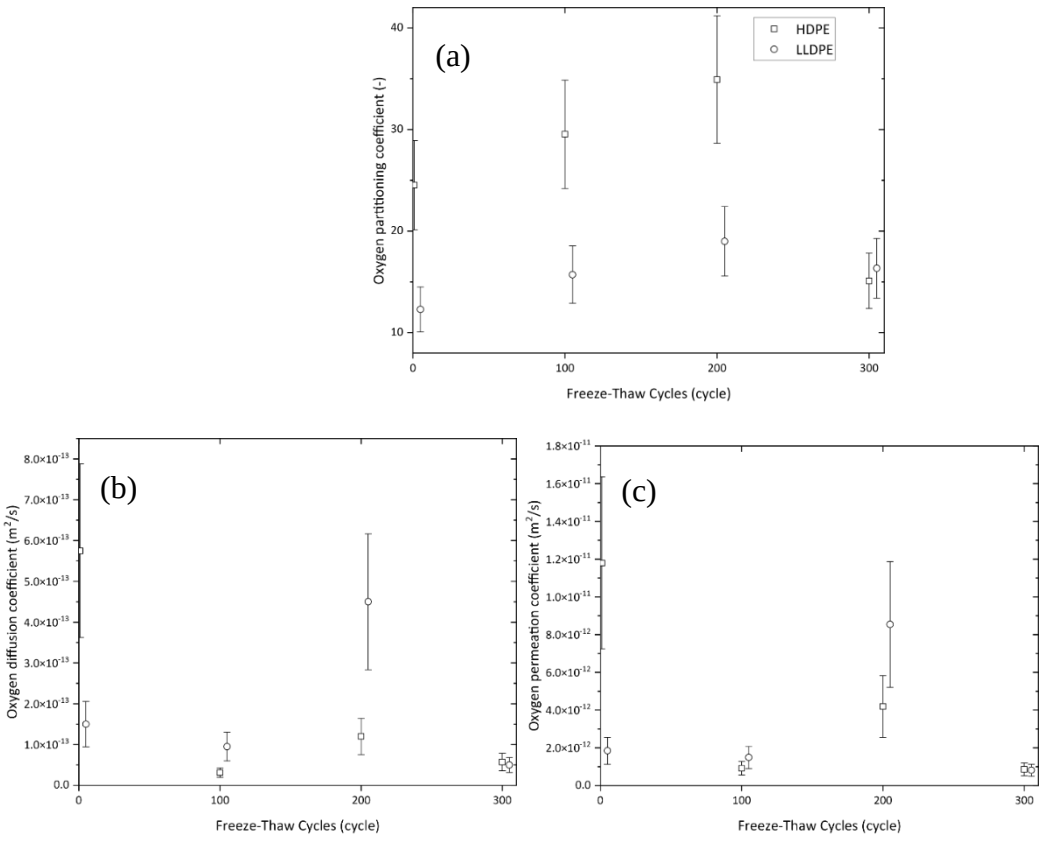


Figure 4.15. Change in the oxygen partition coefficient S_{gf} (a), oxygen diffusion coefficient D_g (b), and oxygen permeation coefficient P_g (c) with FTCs for HDPE and LLDPE GMs

4.6 Discussions

4.6.1 Change in the maximum allowable strain and stress with FTCs

The order of magnitude for the measured percent break elongation (PBE) is impossible to achieve in practice, and the GM could fail before reaching the PBE. However, the PBE is commonly used as a key performance parameter to assess GM durability (Scheirs 2009; Koerner 2012). The yield point is also considered as an instability point where the GM is expected to fail (Peggs et al. 2005). On the other hand, the GM could also break under a constant load, even in the elastic zone, due to stress cracking, particularly for HDPE GMs owing to their high crystallinity (Hsuan et al. 1993; Müller 2007; Scheirs 2009). Hence, some authors use the maximum allowable strain (MAS) as the strain that should not be exceeded to ensure the durability of the material (Dixon and von Maubeuge 1992; Jones et al. 2000; Peggs et al. 2005; Eldesouky and Brachman 2018; Rowe et al. 2019; Rowe and Yu 2019; Rowe et al. 2020). Some MAS values have been proposed in the literature. Initially, a MAS of 6% was proposed for GMs (Dixon and von Maubeuge 1992; Jones et al. 2000). Different MAS values were subsequently proposed, depending on the GM use, for example, from 4 to 5% for GMs used as a cover with a safety factor of 1.2 to 1.5, respectively, compared to the initially proposed 6% (Rowe et al. 2019; Rowe and Yu 2019), and 3% for GMs used as a liner with a safety factor of 2 and considering 6% MAS (Jones et al. 2000; Rowe and Yu 2019; Rowe et al. 2020). The safety factor for covers is lower than that for liners because a defective GM is presumed to be easier to repair or replace in covers than in liners (Rowe et al. 2019). Another parameter should also be considered: the stress corresponding to the MAS as the maximum allowable strength (MAStrength). The MAStrength would then represent the stress that should not be exceeded to ensure long-term GM performance. Knowing that LLDPE GMs are less prone to stress cracking, MAS and MAStrength would not apply to these materials. However, these parameters were determined in this study for comparison purposes. The MAStrength corresponding to a MAS of 3, 4, and 5% was then determined from the stress–strain curve for pristine HDPE and LLDPE GMs. Means and standard deviations are summarized in Table 4.4, showing that the MAStrength is proportional to the MAS and is correlated with the material stiffness. For a stiffer material, the MAStrength is higher. For example, considering a MAS of 3%, because HDPE GM is stiffer than LLDPE GM: MAStrength-HDPE_MD = 14.9 ± 06 N/mm > MAStrength-LLDPE_MD = 12.2 ± 0.4 N/mm.

Table 4.4. Maximum allowable strength for pristine HDPE and LLDPE GMs corresponding to different MAS

MAStrength (N/mm)	HDPE_MD	HDPE_CD	LLDPE_MD	LLDPE_CD
MAS = 3%	14.9±0.6	15.3±0.8	12.2±0.4	12.9±0.7
MAS = 4%	17.7±0.7	18.1±0.9	14.7±0.4	15.5±0.7
MAS = 5%	20.0±0.8	20.3±1.0	16.7±0.5	17.5±0.8

The change in MAStrength corresponding to the three usual MAS values with FTCs is presented in Figure 4.16. The MAStrength increases over the first 100 FTCs and decreases thereafter to reach a plateau higher than the initial value. The experimental data were then fit with the Levenberg–Marquardt algorithm and showed exponential growth followed by decay leading to a plateau. For example, for a MAS of 4%, the MAStrength in the MD increases from initial 17.4 ± 1.3 N/mm to a maximum at 19.2 ± 0.7 N/mm after 60 FTCs and decreases thereafter to 18.3 ± 0.5 N/mm for HDPE GM after 300 FTCs, and from initial 14.7 ± 0.4 N/mm to a maximum at 18.4 ± 0.5 after 90 FTCs and decreases thereafter to 15.7 ± 0.4 N/mm for LLDPE GM after 300 FTCs.

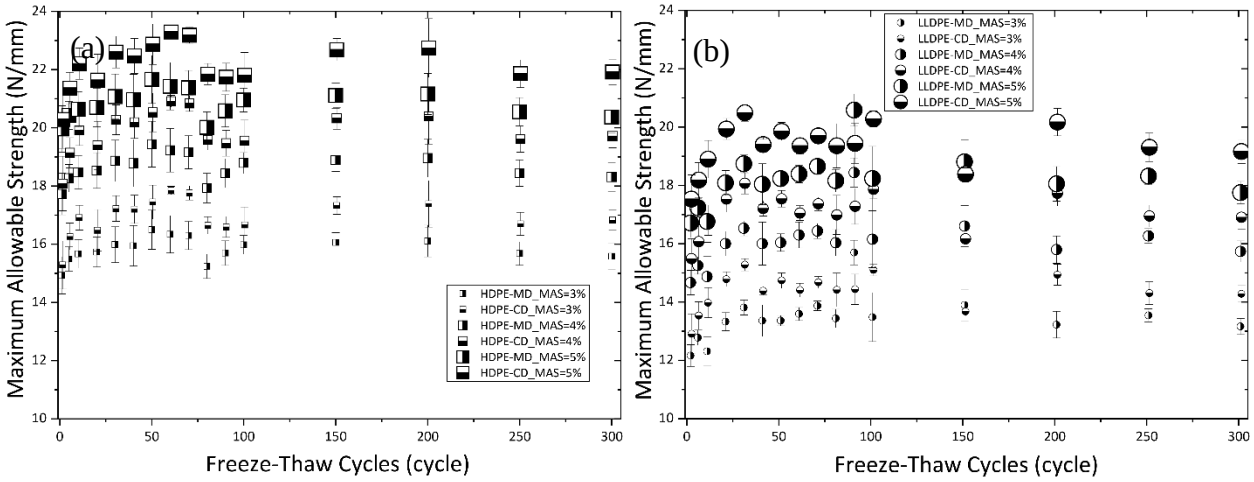


Figure 4.16. Change in the maximum allowable strength corresponding to MAS of 3, 4, and 5% for HDPE (a) and LLDPE (b) GMs with FTCs

In addition, it is useful to assess the change in the maximum allowable strain corresponding to the initial MAStrength (0 FTCs) with increasing FTCs. This would represent the change in the strain for an installed GM under a constant strength ($MAStrength_{0FTC}$). These strains are determined with the strength–strain curve. Results are presented in Figure 4.17 for the three MAS values of 3, 4, and 5%, respectively. The strains decrease and tend to stabilize with increasing number of FTCs. For example, for HDPE GM, the initial 5% MAS decreases to 4%, the initial 4% MAS to 3.4%,

and the initial 3% MAS to 2.5%. The initial MAStrength considered for the cover system design would therefore be reached earlier with increasing number of FTCs.

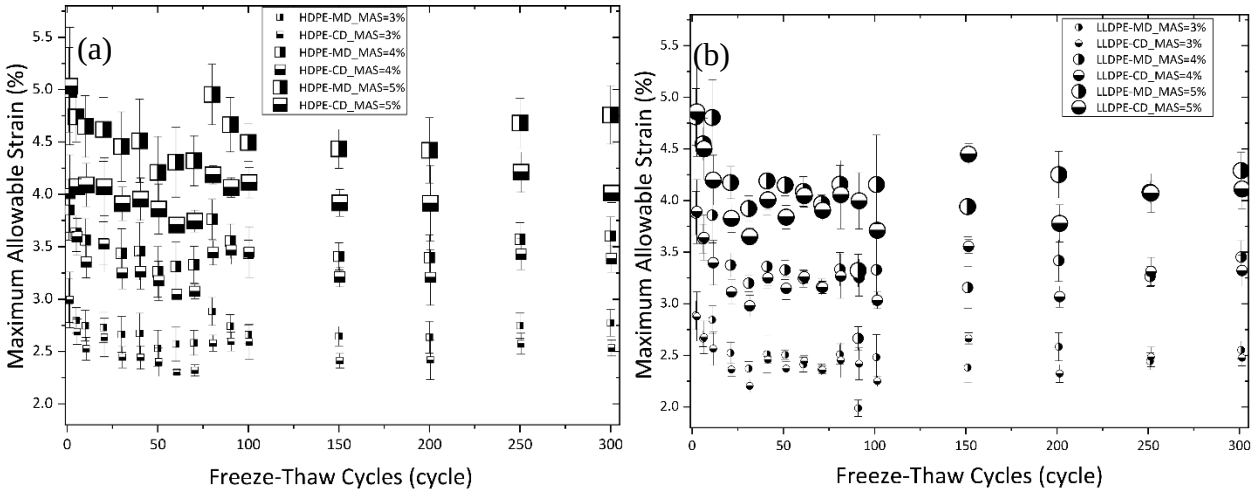


Figure 4.17. Change in the maximum allowable strain range for HDPE (a) and LLDPE (b) GMs

4.6.2 Comparison of initial and final properties after 300 FTCs

Table 4.5 summarizes the GM properties from the initial state (0 FTCs) to the final state (300 FTCs) for comparison purposes.

Regarding the thickness, no significant differences (tested with two-sample t-test) are observed for the HDPE GM: $T_{g\_HDPE\_0FTC} = 1.513 \pm 0.022$ mm and $T_{g\_HDPE\_300FTC} = 1.510 \pm 0.020$ mm. However, a significant difference (tested with two-sample t-test) is found for the LLDPE GM: $T_{g\_LLDPE\_0FTC} = 1.510 \pm 0.020$ mm and $T_{g\_LLDPE\_300FTC} = 1.565 \pm 0.010$ mm. Because the FTCs did not affect the thickness of the HDPE GM, they would be assumed to not affect the LLDPE GM thickness. The observed thickness difference for the LLDPE GM specimens after 300 FTCs would therefore be due to the GM thickness variability during production. The FTCs alone would not impact the GM thickness.

Regarding the yield properties, no significant difference is seen in the TYS, but the PYE (tested with two-sample t-tests) for HDPE and LLDPE GMs is significantly lower in both directions. For example, $TYS_{HDPE\_MD\_0FTC} = 27.51 \pm 0.70$ N/mm $\approx TYS_{HDPE\_MD\_300FTC} = 27.32 \pm 0.70$ N/mm; $PYE_{HDPE\_MD\_0FTC} = 17.34 \pm 0.30\% > PYE_{HDPE\_MD\_300FTC} = 16.74 \pm 0.17\%$. These findings would be related to a displacement of the strength–strain curve to the left, i.e., an increase in the slope and therefore in the Young modulus. The materials would then become stiffer. For the break properties,

TBS and PBE increase after 300 cycles for both materials in both directions. For example, $TBS_{HDPE\_MD\_0FTC}$ = 49.64 ± 5.09 N/mm < $TBS_{HDPE\_MD\_300FTC}$ = 52.64 ± 2.30 N/mm and $PBE_{HDPE\_MD\_0FTC}$ = 775 ± 69% < $PBE_{HDPE\_MD\_300FTC}$ = 829 ± 28%. FTCs therefore appear to improve the break properties. Accordingly, FTCs alone would not have adverse effects on the polyethylene GM tensile properties.

Regarding the hydraulic properties, the equivalent hydraulic conductivities K_g for HDPE and LLDPE GMs increase but remain within the same order of magnitude, for example, from $K_{g\_HDPE\_0FTC} = (10.97 \pm 4.48) \times 10^{-15}$ m/s to $K_{g\_HDPE\_300FTC} = (26.25 \pm 6.30) \times 10^{-15}$ m/s for HDPE GM.

As for the oxygen diffusion coefficients D_g, the oxygen mass transfer coefficients P_g for HDPE and LLDPE GMs decrease by approximately one order of magnitude. For example, the oxygen permeation coefficient decreases from $P_{g\_HDPE\_0FTC} = (11.80 \pm 4.56) \times 10^{-12}$ m^2/s to $P_{g\_HDPE\_300FTC} = (0.86 \pm 0.34) \times 10^{-12}$ m^2/s for HDPE GM.

4.6.3 Testing conditions and the effects of cold temperature on GM properties

The purpose of this study was to assess the effects of freeze–thaw cycles on GM properties. All the presented tests were performed with thawed specimens at laboratory temperature (20 °C ± 1 °C). It would be relevant to know, based on literature data, what property values would have been obtained if the tests were carried out at another temperature or on frozen samples (under controlled freezing temperature).

Some authors showed that GM is stiffer at temperatures below 20 °C (Thornton and Blackall 1976; Rollin et al. 1984; Richards et al. 1985; Budiman 1994; Comer and Hsuan 1996; Scheirs 2009; Hsuan et al. 2013): the yield strength and elongation would be higher and lower, respectively, at temperatures colder than 20 °C. Furthermore, Comer and Hsuan (1996), who compared the tensile properties of thawed and frozen specimens after FTCs, reached the same conclusions as those of the present study.

Table 4.5. Comparison of initial and final properties of HDPE and LLDPE GMs

Properties (units)		Initial				After 300 cycles			
		HDPE		LLDPE		HDPE		LLDPE	
		MD	CD	MD	CD	MD	CD	MD	CD
Thickness (mm)		1.513±0.022		1.512±0.021		1.510±0.020		1.565±0.010	
Mechanical properties	Tensile Yield Strength (N/mm)	27.51 ±0.70	28.94 ±0.72	24.59 ±0.62	25.48 ±0.60	27.32 ±0.70	28.76 ±0.61	25.31 ±0.65	26.67 ±0.66
	Percent Yield Elongation (%)	17.34 ±0.30	15.32 ±0.44	18.21 ±0.44	16.03 ±0.40	16.74 ±0.17	14.82 ±0.31	17.40 ±0.74	15.77 ±0.45
	Tensile Break Strength (N/mm)	49.64 ±5.09	49.44 ±4.94	47.36 ±6.78	50.87 ±6.73	52.64 ±2.30	53.91 ±3.31	50.67 ±6.33	54.66 ±4.49
	Percent Break Elongation (%)	775±69	825±71	810±114	880±109	829±28	906±48	843±92	923±67
Equivalent Permeability (m/s)		$(10.97\pm4.48)\ 10^{-15}$		$(8.66\pm1.94)\ 10^{-15}$		$(26.25\pm6.30)\ 10^{-15}$		$(10.77\pm1.40)\ 10^{-15}$	
Partition coefficient (-)		24.51±9.81		12.29±2.21		15.10±2.72		16.34±2.94	
Diffusion coefficient (m^2/s)		$(5.75\pm4.76)\ 10^{-13}$		$(1.50\pm0.55)\ 10^{-13}$		$(0.57\pm0.21)\ 10^{-13}$		$(0.50\pm0.18)\ 10^{-13}$	
Permeation coefficient (m^2/s)		$(11.80\pm4.56)\ 10^{-12}$		$(1.84\pm0.72)\ 10^{-12}$		$(0.86\pm0.34)\ 10^{-12}$		$(0.82\pm0.32)\ 10^{-12}$	

Thus, FTCs induced material stiffening for both specimens when tested in thawed and frozen conditions: the yield strength increased and yield elongation decreased with increasing FTCs, whereas no significant changes in tensile beak properties were observed compared to initial values before freeze–thaw cycling. Furthermore, these authors demonstrated the same results when the freeze–thaw cycling was performed in both constrained and unconstrained condition. This explains the choice in this study to conduct the tests with thawed specimens after unconstrained FTCs.

Regarding the impact of the testing temperature on the mass transfer properties (hydraulic and oxygen diffusion properties), the values for the different properties (K_g, S_{gf}, D_g, and P_g) would be lower at lower temperatures (Chainey 1989; Naylor 1989; McWatters et al. 2016). Furthermore, cold temperatures induce stresses resulting from GM contraction (Comer and Hsuan 1996). The mass transfer through the contracted GMs would then be lower compared to uncontracted material.

4.7 Conclusions

Geomembranes (GMs) are used as fluid barrier components in cover systems to limit the generation of acid mine drainage (AMD). Although HDPE GMs are the most commonly used materials, they are prone to stress cracking. Therefore, LLDPE GMs offer a promising alternative. Because GMs can undergo freeze–thaw cycling in cold regions, this paper assessed the impact of up to 300 freeze–thaw cycles (FTCs) on three key performance indicators: tensile, hydraulic, and oxygen sorption/diffusion properties. The properties of both GM types were compared.

The tensile properties of HDPE and LLDPE GM changed over the 300 FTCs, but FTCs alone did not negatively impact the tensile properties of either GM type. Both GMs became stiffer, and the maximum allowable strength increased. The material tensile strength also improved. The advantages of LLDPE GMs (greater flexibility and higher tensile resistance) over HDPE GMs remained after FTCs. The hydraulic properties of both GMs deteriorated after 300 FTCs, but their equivalent hydraulic conductivities remained within an order of magnitude of 10^{-14} m/s. The LLDPE GM permeability degraded less quickly. The oxygen sorption and diffusion properties of the HDPE and LLDPE GMS were similar and tended to decrease with increasing FTCs (up to 300). The oxygen diffusion and permeation coefficients for both GMs decreased by approximately one order of magnitude, from 10^{-13} to 10^{-14} m^2/s and 10^{-12} to 10^{-13} m^2/s, respectively, after 300 FTCs.

Over the 300 freeze–thaw cycles, the GM properties improved in terms of the tensile break properties and the oxygen sorption and diffusion properties, whereas the permeability deteriorated. Hence, it would be informative to perform a higher number of FTCs (500, 1,000, or more) to confirm these trends. Moreover, the effects of FTCs on the stress cracking resistance of the HDPE GMs were not assessed in this study, and this parameter should be considered in future studies. The change in LLDPE GM stress cracking resistance with FTCs also merits further investigation. LLDPE GMs are known to be resistant to stress cracking before FTCs, but this could change after exposure to FTCs.

Furthermore, when in service, GMs undergo chemical degradation and other stresses over time, which was not considered in this paper. It would therefore be relevant to include field representative conditions to advance the knowledge on the performance of polyethylene GMs.

Laboratory studies such as this one provide information on the material performance, constituting a first step toward a deeper understanding of the effects of FTCs on GMs. Going forward, considering GMs throughout the entire cover system and conducting large-scale studies would enable a broader comprehension of cover system performance and its effectiveness in limiting the generation of acid mine drainage.

Acknowledgements

This study was funded by the NSERC and the industrial partners of the Research Institute on Mine and Environment (RIME UQAT-Polytechnique: https://irme.ca/en/) through the Industrial NSERC-UQAT Chair on Mine Site Reclamation. The authors would like to acknowledge Professor Ahmed Koubaa for allowing the researchers to use the Laboratoire de BIOMATÉRIAUX (Biomaterials laboratory) at UQAT. The authors would also like to acknowledge the contribution of the copy editor, Margaret McKyes.

Notations

Basic SI units are given in parentheses.

A = internal diameter of the permeability cell (m^2)

BD = break displacement (mm)

BF = break force (N)

C_f = oxygen concentration in the fluid (kg/m^3)

C_{f0} = initial oxygen concentration in the fluid (kg/m^3)

C_{fF} = final oxygen concentration in the fluid (kg/m^3)

C_g = oxygen concentration in the geomembrane (kg/m^3)

C_i = oxygen concentration in the fluid at sampling extraction i (kg/m^3)

C_{r0} = initial oxygen concentration in the receptor cell (kg/m^3)

C_{rs} = oxygen concentration in the receptor cell at a time t (kg/m^3)

C_{s0} = initial oxygen concentration in the source cell (kg/m^3)

C_{ss} = oxygen concentration in the source cell at a time t (kg/m^3)

d = internal diameter of the sorption/diffusion cell (m)

D_g = oxygen diffusion coefficient (m^2/s)

f = oxygen mass flux ($kg/m^2/s$)

f_{rs} = oxygen mass flux into the GM ($kg/m^2/s$)

f_{ss} = oxygen mass flux out of the GM ($kg/m^2/s$)

g = acceleration due to gravity (m/s^2)

GL_B = gauge length for break (mm)

GL_Y = gauge length for yield (mm)

H_{cell} = height of the sorption/diffusion half cell (m)

K_g = equivalent hydraulic conductivity of the geomembrane (m/s)

MAS = Maximum allowable strain (%)

MAStrength = Maximum allowable strength (N/mm)

M_g = geomembrane mass (kg)

PBE = percent break elongation (%)

P_g = oxygen permeation coefficient (m^2/s)

PYE = percent yield elongation (%)

Q = volumetric water flux (cm^3/s)

S_{gf} = oxygen partition coefficient (dimensionless)

TBS = tensile break strength (N/mm)

t = time (s)

T_g = geomembrane thickness (mm)

TYS = tensile yield strength (N/mm)

V_{cell} = sorption/diffusion half cell volume (m^3)

V_{f0} = initial fluid volume (m^3)

V_{fF} = final fluid volume (m^3)

V_g = geomembrane volume (m^3)

W = width of the narrow section (mm)

YD = yield displacement (mm)

YF = yield force (N)

z = oxygen diffusion direction (m)

Δp = pressure difference (Pa)

ρ_g = density of the geomembrane (kg/m^3)

ρ_w = density of the deaerated water (kg/m^3)

τ = dummy variable representing time (s)

Φ = diameter (mm)

Abbreviations

AMD	Acid mine drainage
ANOVA	Analysis of variance
CD	Crossmachine direction

FTC	Freeze–thaw cycle
GM	Geomembrane
HDPE	High-density polyethylene
LLDPE	Low linear density polyethylene
MD	Machine direction
O_2	dioxygen
SD	Standard deviation
SE	Standard error

References

AFNOR. (2006). NF EN 14150 détermination de la perméabilité aux liquides. Association Française de Normalisation, www.afnor.org, La Plaine Saint-Denis, France. (in French)

Aldrich Jr, H.P. (1956). Frost penetration below highway and airfield pavements. *Highway Research Board Bulletin*,(135).

ASTM. (2019). D5199-12 Standard test method for measuring the nominal thickness of geosynthetics. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. (2020). D6693/D6693M - 20 Standard test method for determining tensile properties of nonreinforced polyethylene and nonreinforced flexible polypropylene geomembranes. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

Aubertin, M., Aachib, M. & Authier, K. (2000). Evaluation of diffusive gas flux through covers with a GCL. *Geotextiles and Geomembranes*, 18(2-4): 215-233.

Aubertin, M., Bussière, B. & Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers.[CD-ROM]. *Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec*. (in French)

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M. & Mbonimpa, M. (2016). Review of the reclamation techniques for acid-generating mine wastes upon closure of disposal sites. *Geo-Chicago 2016*, Chicago, Illinois, USA. pp. 343-358.

Benson, C.H. & Bosscher, P.J. (1999). Remote field methods to measure frost depth. *In Field Instrumentation for Soil and Rock*. ASTM International.

Blowes, D.W., Ptacek, C., Jambor, J.L., Weisener, C., Paktunc, D., Gould, W.D. & Johnson, D. (2014). The geochemistry of acid mine drainage. *In Treatise on Geochemistry,* 2nd Edition. Elsevier. pp. 131-190

Bouazza, A. (2002). Geosynthetic clay liners. *Geotextiles and Geomembranes*, 20(1): 3-17.

Budiman, J. (1994). Effects of temperature on physical behavior of geomembranes. *Proceedings of the Fifth International Conference on Geotextiles, Geomembranes, and Related Products. International Geosynthetics Society, Easley, SC, USA*. pp. 1093-1096.

Bussière, B. (2010). Acid Mine Drainage from Abandoned Mine Sites: Problematic and Reclamation Approaches. *Advances in Environmental Geotechnics*. Springer. pp. 111-125.

Bussière, B. & Guittonny, M. (2020). *Hard rock mine reclamation: from prediction to management of acid mine drainage*. CRC Press.

Chainey, M. (1989). Transport phenomena in polymer films. *Handbook of Polymer Science and Technology, Marcel Dekker, Inc., New York*: 499.

Chisholm, R. & Phang, W. (1983). Measurement and prediction of frost penetration in highways. *Transportation Research Record*,(918).

Comer, A.I. & Hsuan, Y.G. (1996). *Freeze-thaw cycling and cold temperature effects on geomembrane sheets and seams*. US Department of the Interior, Bureau of Reclamation, Materials Engineering and Research Laboratory Group, Civil Engineering Services, Technical Service Center.

Cyr, J. (2011). Restauration des sites miniers-présentation du 22 Septembre 2011. *MRNF, Québec*. (in French)

Cyr, J., Maurice, R. & Isabelle, D. (2011) Restauration du site minier Aldermac. *Symposium 2011 sur l'Environnement et les Mines*. Rouyn-Noranda, QC, CA. (in French)

Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., & Blier, A. (2010). Preliminary optimization of a single-layer cover made of desulfurized tailings: application to the Doyon mine tailings impoundment. *Society for Mining, Metallurgy, and Exploration Annual Transactions*, 326: 21-33.

Dixon, J. & von Maubeuge, K. (1992). Geosynthetic protection layers for the lining systems of landfills. *Ground Engineering:* 28-30.

Eldesouky, H.M.G. & Brachman, R.W.I. (2018). Calculating local geomembrane strains from a single gravel particle with thin plate theory. *Geotextiles and Geomembranes*, 46(1): 101-110. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.10.007.

Felder, R.M. & Huvard, G.S. (1980). 17. Permeation, diffusion, and sorption of gases and vapors. *In Methods in Experimental Physics*. *Edited by* R.A. Fava. Academic Press. pp. 315-377.

Flaconneche, B., Martin, J. & Klopffer, M. (2001). Transport properties of gases in polymers: experimental methods. *Oil & Gas Science and Technology*, 56(3): 245-259.

Giroud, J. & Bonaparte, R. (1989). Leakage through liners constructed with geomembranes—Part I. Geomembrane liners. *Geotextiles and Geomembranes*, 8(1): 27-67.

Hanson, J.L., Liu, W.-L. & Yesiller, N. (2008). Analytical and numerical methodology for modeling temperatures in landfills. *In GeoCongress 2008: Geotechnics of Waste Management and Remediation*. pp. 24-31.

Haxo Jr, H. & Lahey, T. (1988). Transport of dissolved organics from dilute aqueous solutions through flexible membrane liners. *Hazardous Waste and Hazardous Materials*, 5(4): 275-294. doi:10.1089/hwm.1988.5.275.

Haxo Jr, H., Miedema, J. & Nelson, N. (1984). *Permeability of polymeric membrane lining materials. Technical paper.* Matrecon, Inc., Oakland, CA (USA).

Hsuan, Y., Koerner, R. & Comer, A. (2013). Cold temperature and freeethaw cycling behavior of geomembranes and their seams (GSI White Paper 28). *Geosynthetic Institute*.

Hsuan, Y.G., Koerner, R.M. & Lord, A.E. (1993). Stress-cracking resistance of high-density polyethylene geomembranes. *Journal of Geotechnical Engineering*, 119(11): 1840-1855. doi:10.1061/(ASCE)0733-9410(1993)119:11(1840).

Jones, D., Shercliff, D. & Dixon, N. (2000) Difficulties associated with the specification of protection geotextiles using only unit weight. *Proceedings of the Second European Geosynthetics Conference*, Bologna, Italy. pp. 551-555.

Koerner, R.M. (2012). *Designing with geosynthetics*. Xlibris Corporation.

Lacasse, A. & Amiri, A. (1988). *Etude de l'action du gel sur les routes.* Ministère des Transports du Québec, Québec, Canada. (in French)

Lin, C.-h. & McCool, D. (2006). Simulating snowmelt and soil frost depth by an energy budget approach. *Transactions of the ASABE*, 49(5): 1383-1394.

Lottermoser, B.G. (2010). *Mine wastes: characterization, treatment and environmental impacts*, 3rd Edition. Springer, Berlin, Heidelberg.

Lupo, J. & Morrison, K. (2007). Geosynthetic design and construction approaches in the mining industry. *Geotextiles and Geomembranes*, 25(2): 96-108.

Maqsoud, A., Bussière, B. & Mbonimpa, M. (2020). Low saturated hydraulic conductivity covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*, CRC Press: 93-114.

Maqsoud, A., Mbonimpa, M., Bussière, B. & Dionne, J. (2013). Réhabilitation du site minier abandonné Aldermac, résultats préliminaires du suivi de la nappe surélevée. *66th Canadian Geotechnical Conference*, Montréal, QC, CA. (in French)

Maurice, R. (2002). Restauration du site minier Poirier (Joutel) – expériences acquises et suivi des travaux. *Défis & Perspectives: Symposium 2002 sur l'Environnement et les Mines*. Rouyn-Noranda, QC, CA. Développement Économique Canada/Ministère des Ressources Naturelles du Québec/CIM. (in French)

Maurice, R. (2012). Normétal mine tailings storage facility HDPE cover: design considerations and performance monitoring. *9th International Conference on Acid Rock Drainage*. Ottawa, ON, CA. *Edited by* W.A. Price. Mine Environment Neutral Drainage (MEND).

Mbonimpa, M., Rarison, F., Bussière, B. & Pouliot, S. (2021). Utilisation et longevité des géomembranes en restauration des sites miniers. *Symposium 2021 Mines et Environnement*, Rouyn-Noranda, QC, CA. (in French)

McWatters, R. & Rowe, R. (2009). Transport of volatile organic compounds through PVC and LLDPE geomembranes from both aqueous and vapour phases. *Geosynthetics International*, 16(6): 468-481. doi:https://doi.org/10.1680/gein.2009.16.6.468.

McWatters, R.S., Rutter, A. & Rowe, R.K. (2016). Geomembrane applications for controlling diffusive migration of petroleum hydrocarbons in cold region environments. *Journal of Environmental Management*, 181: 80-94. doi:https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.05.065.

McWatters, R.S., Rowe, R.K., Battista, V.D., Sfiligoj, B., Wilkins, D. & Spedding, T. (2020). Exhumation and performance of an Antarctic composite barrier system after 4 years exposure. *Canadian Geotechnical Journal*, 57(8): 1130-1152. doi:10.1139/cgj-2018-0715.

Meiers, G., O'Kane, M., Mayich, D., Shea, J. & Barteaux, M. (2014). Evaluation of in service performance of cover systems that utilize a geosynthetic layer. *O'Kane Consulting*.

Müller, W.W. (2007). *HDPE geomembranes in geotechnics*. Springer.

Naylor, T.d. (1989). 20 - Permeation properties. *In Comprehensive Polymer Science and Supplements*. *Edited by* G. Allen and J.C. Bevington. Pergamon, Amsterdam. pp. 643-668.

NRCan. (2020). Historical data, https://climate.weather.gc.ca/historical_data/search_historic_data_e.html, [accessed March 9 2020].

Park, J.K. & Nibras, M. (1993). Mass flux of organic chemicals through polyethylene geomembranes. *Water Environment Research*, 65(3): 227-237. doi:10.2175/wer.65.3.6.

Patterson, B., Robertson, B., Woodbury, R., Talbot, B. & Davis, G. (2006). long-term evaluation of a composite cover overlaying a sulfidic tailings facility. *Mine Water and the Environment*, 25(3): 137-145.

Peggs, I.D., Schmucker, B. & Carey, P. (2005). Assessment of maximum allowable strains in polyethylene and polypropylene geomembranes. *In Waste Containment and Remediation*. pp. 1-16.

Plante, B., Schudel, G. & Benzaazoua, M. (2020). Generation of acid mine drainage. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*, CRC Press: 1-20.

Power, C., Ramasamy, M., MacAskill, D., Shea, J., MacPhee, J., Mayich, D., Baechler, F. & Mkandawire, M. (2017). Five-year performance monitoring of a high-density polyethylene (HDPE) cover system at a reclaimed mine waste rock pile in the Sydney coalfield (Nova Scotia, Canada). *Environmental Science and Pollution Research*, 24(34): 26744-26762. doi:10.1007/s11356-017-0288-4.

Prasad, T.V., Brown, K.W. & Thomas, J.C. (1994). Diffusion coefficients of organics in high-density polyethylene (HDPE). *Waste Management & Research*, 12(1): 61-71. doi:https://doi.org/10.1016/S0734-242X(94)90021-3.

Rajaei, P. & Baladi, G.Y. (2015). Frost depth: general prediction model. *Transportation Research Record*, 2510(1): 74-80. doi:10.3141/2510-09.

Rarison, R.F.M. (2021). *Évaluation de la performance des géomembranes à contrôler les flux de fluides dans les recouvrements miniers en milieu froid.* Thèse de doctorat. Département des génies civil, géologiques et des mines, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal - Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue. (in French)

Richards, E., Scott, J. & Chalaturnk, R. (1985). Cold temperature properties of geomembranes. *Second canadian symposium on geotextiles and geomembranes, Edmonton, AB, CA*.

Rogers, C. (1985). Permeation of gases and vapours in polymers. *In Polymer permeability*. Springer. pp. 11-73.

Rollin, A., Lafleur, J., Marcotte, M., Dascal, O. & Akber, Z. (1984). Selection criteria for the use of geomembranes in dams and dykes in northern climate. *Conference on Geomembranes Proceedings*. pp. 493-500.

Rollin, A.L., Lambert, S. & Pierson, P. (2002). *Géomembranes: guide de choix sous l'angle des matériaux*. Presses Inter Polytechnique. (in French)

Rösler, J., Harders, H. & Bäker, M. (2007). *Mechanical behaviour of engineering materials: metals, ceramics, polymers, and composites*. Springer Science & Business Media.

Rowe, R., Priyanto, D. & Poonan, R. (2019). Factors affecting the design life of HDPE geomembranes in an LLW disposal facility. *45th Annual Waste Management Conference (WM2019): Encouraging Young Men & Women to Achieve Their Goals in Radwaste Management*, Phoenix, AZ, USA.

Rowe, R.K. & Booker, J.R. (2004). *POLLUTE V. 7 - 1D pollutant migration through a non-homogeneous soil*, Whitby, Ontatrio, Canada.

Rowe, R.K. & Yu, Y. (2019). Magnitude and significance of tensile strains in geomembrane landfill liners. *Geotextiles and Geomembranes*, 47(3): 439-458. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2019.01.001.

Rowe, R.K., Abdelaal, F.B., Zafari, M., Morsy, M.S. & Priyanto, D.G. (2020). An approach to high-density polyethylene (HDPE) geomembrane selection for challenging design requirements. *Canadian Geotechnical Journal*, 57(10): 1550-1565. doi:10.1139/cgj-2019-0572.

Sangam, H.P. & Rowe, R.K. (2001). Migration of dilute aqueous organic pollutants through HDPE geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes*, 19(6): 329-357.

Scheirs, J. (2009). *A guide to polymeric geomembranes: a practical approach*. John Wiley & Sons.

Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A. & Bignell, N. (2001). recommended table for the density of water between 0 C and 40 C based on recent experimental reports. *Metrologia*, 38(4): 301.

Thornton, D. & Blackall, P. (1976). *field evaluation of plastic film liners for petroleum storage areas in the Mackenzie delta*. Environment Canada, Environmental Protection Service = Environnement Canada.

Thorsen, S.M., Roer, A.-G. & Oijen, M.v. (2010). Modelling the dynamics of snow cover, soil frost and surface ice in Norwegian grasslands. *Polar Research*, 29(1): 110-126.

Touze-Foltz, N. & Lupo, J. (2009). Utilisation des géosynthétiques dans les applications minières : synthèse bibliographique et état des connaissances. *Ingénieries*, N° Spécial: 101-118. (in French)

Turcotte, S., Trépanier, S. & Bussière, B. (2021). Restauration des sites miniers abandonnés au québec : un état de la situation et revue des solutions appliquées. *Symposium 2021 Mines et Environnement*, Rouyn-Noranda, QC, CA. (in French)

Yesiller, N., Hanson, J.L., Bussière, B., Pabst, T. & Aubertin, M. (2018). Use of geomembranes in reclamation covers for reactive mining waste disposal sites. *71st Canadian Geotechnical Conference*. Edmonton, AB, CA.

Zetchi, M. & Fouquet, G. (2017). Restauration du site minier abandonné Barvue. *QuébecMines 2018*. Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles, Québec, QC, CA. (in French)

CHAPITRE 5 ARTICLE 2: EFFECTS OF ACID MINE DRAINAGE ON THE ANTIOXIDANT DEPLETION, TENSILE AND FLUID MIGRATION CONTROLLING PROPERTIES OF AN HDPE GEOMEMBRANE

Le présent chapitre est composé de l'article soumis à la revue *Geotextiles and Geomembranes* de «International Geosynthetics Society» ou IGS en date du 28 juillet 2021. Il a été rédigé par R. F. M. Rarison, M. Mbonimpa, A. Maqsoud et B. Bussière. Il comporte les travaux réalisés dans le cadre de l'OS2 pour étudier l'effet du DMA sur les propriétés des GM en PEHD.

Abstract

High-density polyethylene (HDPE) geomembranes (GMs) are used as components of cover systems for the reclamation of sulfide mine waste disposal sites. GMs act as a fluid barrier layer to limit the generation of acid mine drainage (AMD). Because HDPE GMs are synthetic materials, their lifespans are limited and their long-term durability remains a major concern. To assess this durability, GM degradation was accelerated using immersion baths filled with synthetic AMD and heated to three different temperatures (65, 75, and 85 °C) for up to 16 months. The results show that the GMs remain in the antioxidant depletion stage. Arrhenius modeling was used to extrapolate measured rates of antioxidant depletion to the typical service temperature of the GM in situ. Mechanically, the GM became more elastic, but no significant changes were noted in the break properties. The GMs' ability to act as a fluid barrier was not degraded during the testing period. Therefore, no adverse effects on the GM performance is expected during the antioxidant depletion stage. This first stage could last for decades or possibly centuries depending on the service temperature of the GM. GM durability can be enhanced using a support layer, which could prevent direct contact with AMD.

Keywords

HDPE geomembrane, durability, mine site reclamation, cover system

List of abbreviations and notations

A	Arrhenius constant

A_{GM}	cross-sectional area of the GM specimen (m^2)
AMD	acid mine drainage
ANOVA	analysis of variance
AO(s)	antioxidant(s)
AO/S	antioxidant(s) and stabilizer(s)
CD	crossmachine direction
C_f	oxygen concentration in the fluid (kg/m^3)
C_{f0}	initial oxygen concentration during the sorption test (kg/m^3)
C_{fF}	final oxygen concentration during the sorption test (kg/m^3)
C_g	oxygen concentration in the geomembrane (kg/m^3)
C_{r0}	initial oxygen concentration in the receptor half-cell (kg/m^3)
C_{rs}	oxygen concentration in the receptor half-cell (kg/m^3)
C_{s0}	initial oxygen concentration in the source half-cell (kg/m^3)
C_{ss}	oxygen concentration in the source half-cell (kg/m^3)
D_g	oxygen diffusion coefficient (m^2/s)
DSC	differential scanning calorimetry
E_a	activation energy (kJ/mol)
Eh	oxidation-reduction potential (mV)
f	oxygen mass flux ($kg/m^2/s$)
f_{rs}	oxygen mass flux out of the GM ($kg/m^2/s$)
f_{ss}	oxygen mass flux into the GM ($kg/m^2/s$)
FTIR	Fourier transform infrared spectrometry
g	acceleration due to gravity (9.81 m/s^2)
GM	geomembrane

H_{cell}	oxygen sorption/diffusion half-cell height (m)
HDPE	high-density polyethylene
IC	ion chromatography
ICP-AES	inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy
K_g	equivalent hydraulic conductivity (m/s)
OIT	oxidative-induction time (min)
OIT_0	initial oxidative-induction time (min)
OIT_r	residual oxidative induction time (min)
MD	machine direction
MFI	melt flow index
MSW	municipal solid waste
P_g	oxygen permeation coefficient (m^2/s)
pH	potential of hydrogen (-)
PBE	percent break elongation (%)
PYE	percent yield elongation (%)
Q	volumetric water flux (m^3/s)
s	reaction rate (min/month)
S(s)	stabilizer(s)
S_{gf}	oxygen partition coefficient (-)
SD	standard deviation
SE	standard error
T	temperature in Kelvin (K)
t	time
$t_{medium1}$	AO depletion time in medium 1 (year)

$t_{medium1+2}$	average AO depletion time for two different contact media (1 and 2) (year)
$t_{medium2}$	AO depletion time in the medium 2 (year)
T_g	geomembrane thickness (mm)
TBS	tensile break strength (N/mm)
TYS	tensile yield strength (N/mm)
z	diffusion direction (m)
Δp	pressure difference between the upstream and the downstream cells (Pa)
ρ_w	water density (kg/m^3)
σ	electrical conductivity (mS/cm)
τ	time (s)

5.1 Introduction

Geomembranes (GMs) are synthetic materials used in a wide variety of applications, primarily for their sealing ability. For example, GMs are frequently used as liners for water reservoirs (Noval et al., 2014), in composite barrier systems for remediating hydrocarbon-contaminated soils (McWatters et al., 2020; McWatters et al., 2016), and as components of both liners and cover systems for municipal solid waste landfills (Eithe and Koerner, 1997; Koerner et al., 1999). In the mining industry, GMs are used during operation as liners for heap leach pads (Lupo, 2010; Rowe and Abdelaal, 2016; Thiel and Smith, 2004; Touze-Foltz and Lupo, 2009) and tailings storage facilities (Gulec et al., 2005; Gulec et al., 2003; Gulec et al., 2004; Joshi and Mcleod, 2018; Joshi et al., 2016; Rowe et al., 2016; Tuomela et al., 2021), and during the reclamation stage as low saturated hydraulic conductivity materials in cover systems (Cyr et al., 2011; Maqsoud et al., 2020; Maurice, 2002, 2012; Rarison, 2021; Yesiller et al., 2018).

For applications in mine site reclamation, GMs act as a fluid (water and oxygen) barrier to limit acid mine drainage (AMD) generation from reactive mine wastes (Aubertin et al., 2016; Maqsoud et al., 2020; Rarison, 2021; Yesiller et al., 2018). AMD is generated by the oxidation of sulfide minerals contained in mine wastes when exposed to atmospheric oxygen and water (Blowes et al., 2014; Nordstrom et al., 2015; Plante et al., 2020). When the acid-neutralizing capacity of a waste

material is insufficient, sulfide oxidation reactions lead to a reduction in porewater pH, as well as the release of metals and sulfate (Cravotta III, 2008; Plante et al., 2020). Therefore, AMD discharge can lead to harmful impacts to the environment (Aubertin et al., 2002; Aubertin et al., 2016; Bussière and Guittonny, 2020; Ledin and Pedersen, 1996; Lottermoser, 2010; Shu et al., 2018). By controlling water and oxygen fluxes with a cover system, one can control AMD generation and the associated environmental impacts.

Several different cover configurations using GMs have been described in the literature (Maqsoud et al., 2020; Rarison, 2021; Yesiller et al., 2018). However, in an investigation of eleven Canadian mine sites with GM cover systems, Rarison (2021) found that ten of the covers used 1.5-mm-thick high-density polyethylene (HDPE). Because HDPE GMs are synthetic materials, their long-term durability is a major concern (Hsuan and Koerner, 1995, 1998; Hsuan et al., 2008; Rowe and Sangam, 2002). One way to assess the durability of GMs in the laboratory is to accelerate their degradation through immersion testing at elevated temperatures. After determining the antioxidant (AO) depletion rate at each immersion temperature, the AO depletion time can be estimated. Then, Arrhenius modeling can be used to extrapolate laboratory results to the typical service temperature of the GM when placed in situ (Koerner et al., 1992).

In some cases, such as the Poirier and Normetal sites in Northwestern Québec (Canada), GMs are in contact with oxidized tailings (Maurice, 2002, 2012), which often results in direct contact with AMD. Previous work by Gulec (2003) and Gulec et al. (2003; 2004; 2005) examined the accelerated degradation of a GM exposed to AMD in the context of a tailings storage facility. The degradation of 1.5-mm-thick HDPE GMs was accelerated with immersion baths containing synthetic AMD at 20, 40, and 60 °C for up to 22 months. Chemical degradation of the GMs was monitored with the standard oxidative-induction time (OIT) test (ASTM D3895 (2019a)) and the high-pressure OIT (ASTM D5885 (2020a)) which assess the quantity of AOs that are still present in the GM. The latter procedure is for highly stabilized materials and indicates the quantity of hindered amine light stabilizers in the GM. Gulec et al. (2004) indicated that AO did not entirely deplete at the end of the immersion period, and thus, the GM remained in the AO depletion period according to Hsuan and Koerner's GM degradation model Hsuan and Koerner (1998). Gulec et al. (2004) also performed: 1) the melt flow index (MFI) test according to ASTM D1238 (2004) as an index for chemical compatibility; 2) Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) analyses to detect structural changes; and 3) wide-strip tensile tests (ASTM D4885 (2018)), puncture tests

(ASTM D4833 (2007)), and trapezoidal tear tests (ASTM D4533 (2015)), to assess the tensile strength, puncture resistance, and tear resistance, respectively. The MFI and FTIR tests showed that, during the AO depletion period, the GM's exposure to AMD did not induce consistent changes in the GM's structure (Gulec et al., 2004) or mechanical resistance (Gulec et al., 2005).

However, the change of the parameters that control the fluid migration (equivalent hydraulic conductivity, oxygen sorption, and diffusion coefficients) through GMs exposed to AMD remains unknown; these are crucial properties for cover systems used to reclaim mine sites. The change in HDPE GM yield properties and the break elongation in the context of mine environments also remains unknown. Therefore, the objective of the present study was to assess changes in AO levels, the mechanical behavior (tensile yield and break properties), and the fluid migration controlling properties of a 1.5-mm-thick HDPE GM subjected to accelerated degradation. This was accomplished using immersion baths containing synthetic AMD at high temperatures (65, 75 and 85 °C). The GM degradation level was monitored using the standard OIT test. The mechanical behavior of the GM was assessed using a tensile test and by evaluating hydrogeological properties (equivalent hydraulic conductivity and oxygen sorption/diffusion properties). The duration of the AO depletion at different temperatures was estimated with Arrhenius modeling.

5.2 Background

HDPE GMs are composed of 97% polyethylene (PE) resin and 3% additives by mass (Hsuan and Koerner, 1998; Müller, 2007; Scheirs, 2009). The PE resin is prone to chemical degradation over time, with oxidative degradation constituting the most harmful factor for HDPE GMs (Rowe and Sangam, 2002). Therefore, additives such as antioxidants and stabilizers (AO/S) are added to the PE resin to delay oxidation reactions (Hsuan and Koerner 1995, 1998, Rowe and Sangam 2002). PE oxidation occurs as a chain reaction with two cycles (Grassie and Scott, 1985). In the first cycle, the PE polymer chain, RH, decomposes into the reactive free radical, R•, and a hydrogen ion, H•, in the presence of thermal or radiant energy or residual catalysts (equation 5.1). Next, R• reacts with oxygen to form the hydroperoxyl radical, ROO• (equation 5.2). Finally, ROO• reacts with another RH molecule to form hydroperoxide, ROOH, and another R• (equation 5.3), which could initiate another chain reaction (beginning with equation 5.2).

$$RH \rightarrow R\bullet + H\bullet \quad (5.1)$$

$$R\bullet + O_2 \rightarrow ROO\bullet \quad (5.2)$$

$$R\bullet + O_2 \rightarrow ROO\bullet \quad (5.3)$$

In the second cycle, thermal or radiant energy cause ROOH to decompose into the free radicals RO• and •OH (equation 5.4). RO• then reacts with another RH to form ROH and another free radical, R• (equation 5.5). This radical would react with oxygen (equation 5.2) and initiate another reaction chain. The •OH produced through the initial decomposition of ROOH (equation 5.4) would also react with RH to form H_2O and generate another free radical, R•, (equation 5.6) which could also initiate another reaction chain.

$$\mathrm{ROOH} \rightarrow \mathrm{RO}\bullet + \bullet\mathrm{OH} \quad (5.4)$$

$$RO\bullet + RH \rightarrow ROH + R\bullet \quad (5.5)$$

$$OH\bullet + RH \rightarrow H_2O + R\bullet \quad (5.6)$$

Antioxidants are classified into two groups: primary and secondary AOs. Primary AOs trap or deactivate free radicals to stabilize the polymer (from equations 5.2, 5.3, and 5.5) (Hsuan and Koerner, 1998; Rowe and Sangam, 2002). Secondary AOs reduce hydroperoxide to alcohol and then stop equations 5.4 and 5.6 (Rowe and Sangam, 2002; Yachigo, 1992). The reaction chain can then be broken, thus preventing the oxidative degradation of the PE polymer (Hsuan and Koerner, 1998; Rowe and Sangam, 2002). However, this process results in a reduction of the quantity of antioxidants over time.

Figure 5.1 presents the GM degradation stages resulting from the equations above. The first degradation stage (a) is AO depletion (Hsuan and Koerner, 1998; Viebke et al., 1994). AO levels can be assessed using the standard OIT (expressed in terms of minutes), which is described in more detail in Materials and methods. In stage a, the OIT drops from its initial value (OIT_0) to its residual value (OIT_r), which usually corresponds with an OIT of 0.5 min (Gulec et al., 2004; Hsuan and Koerner, 1998; Sangam and Rowe, 2002). The GM's properties (e.g., tensile strength) are not

affected, and the GM does not consume any oxygen. After the complete depletion of the AOs, the second stage (b) of GM degradation begins. In stage b, the induction stage, GM oxidation is initiated according to equations 5.1 to 5.3, and the GM begins to consume oxygen. As the GM starts to oxidize, its performance slowly degrades until a significant level, the beginning of the third stage (c). In stage c, the GM degradation stage, GM oxidation becomes more rapid (equations 5.1 to 5.6), oxygen consumption increases, and the GM's properties also degrade faster. Stage c ends when the studied property (e.g., tensile strength) drops to 50% of its initial value, which denotes the nominal failure (Hsuan and Koerner, 1998; Rowe and Sangam, 2002).

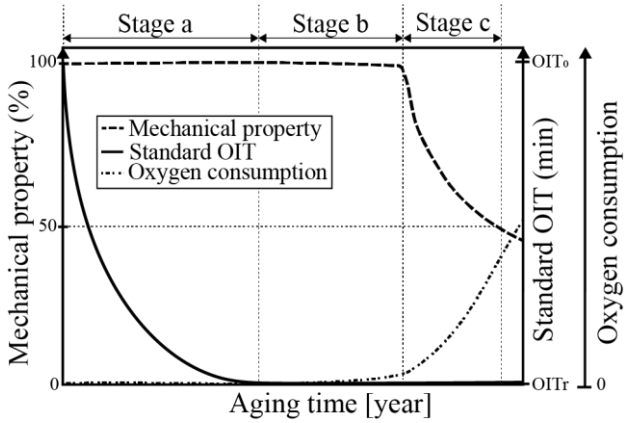


Figure 5.1. Geomembrane degradation stages showing changes in the standard OIT, oxygen consumption, and mechanical properties (adapted from Hsuan and Koerner 1998).

The GM service lifetime is the sum of the times of the three stages. In the literature, the AO depletion time (duration of stage a) is the most commonly used parameter for evaluating GM durability (Hsuan and Koerner, 1995; Jeon et al., 2008; Sangam and Rowe, 2002; Zhang et al., 2018). Even when using accelerated degradation tests, it could take up to 17 years to reach stages b and c (Ewais et al., 2018).

GM properties, exposure medium, exposure conditions, and field stress are the main factors that affect the oxidative degradation of HDPE GMs (Koerner, 2012; Rowe and Sangam, 2002; Sangam and Rowe, 2002; Scheirs, 2009). Degradation can be accelerated by increasing the temperature, as defined by Arrhenius' law (Koerner et al., 1992). This GM degradation approach at high temperatures is the most commonly used in the literature (Abdelaal and Rowe, 2019; ASTM, 2017, 2021; Ewais et al., 2018; Hsuan and Koerner, 1995, 1998; Jeon et al., 2008; Koerner et al., 2017;

Rowe and Abdelaal, 2016; Rowe and Sangam, 2002; Sangam and Rowe, 2002; Zhang et al., 2018). However, temperatures must remain lower than 95 °C to avoid the evaporation of AO (Abdelaal and Rowe, 2014). Thus, temperatures ranging from 65 to 85 °C are the most commonly used in accelerated degradation tests (Abdelaal and Rowe, 2019; Ewais et al., 2018; Rowe et al., 2009; Sangam and Rowe, 2002; Zhang et al., 2018).

Modifying the exposure medium properties is another way to accelerate GM degradation. AMD would represent the most harmful substances that a GM could be exposed to in a cover system for mine site reclamation. Metal salts (e.g., iron, copper, and zinc), which are usually found in AMD from metal mines (Aubertin et al., 2002; Plante et al., 2020), can function as catalysts during polymer oxidation (Osawa and Ishizuka, 1973). Low pH values would also accelerate GM degradation (Jeon et al., 2008; Rowe and Abdelaal, 2016; Zhang et al., 2018). To simulate the context of GMs used in cover systems to control AMD, immersion baths with synthetic AMD at high temperatures are used to accelerate GM degradation.

5.3 Materials and methods

5.3.1 Geomembrane samples and immersion testing

The pristine GM used in this study was a 1.5-mm-thick HDPE GM with a white face manufactured by Solmax International Inc. as Solmax 460W-2000. A 9.0 m × 6.8 m roll was cut into 0.70 m × 0.70 m sheets. The sheets were mounted on three stainless steel (to prevent corrosion by AMD) support systems for safe handling during the GMs' degradation in the immersion baths. The in-house immersion baths consisted of stainless-steel, air-tight boxes (0.71 m long, 0.51 m wide, and 0.91 m high). This design prevented increases in pressure in the boxes and the influence of atmospheric oxygen. These precautions were necessary because: 1) increased pressure would affect the collision frequency of the different reactions occurring in the box and positively affect degradation rates (Hsuan et al., 2008; Koerner et al., 1992); 2) the presence of atmospheric oxygen would favor the iron precipitation in the synthetic AMD, thus modifying its properties (Gulec et al., 2004); and 3) atmospheric oxygen would directly accelerate GM degradation (Hsuan et al., 2008; Schröder et al., 2000).

A total of three immersion baths were set up, with one each at 65, 75, and 85 °C (Koerner et al., 1992). Each box was equipped with a temperature probe and a heater that were coupled to a

temperature controller to monitor and moderate the bath's temperature. After placing the GM sheets mounted on the support racks into the boxes, the boxes were filled with synthetic AMD until the GM sheets were fully immersed. Approximately 250 L of AMD was needed to fill of each bath. The 65 °C bath was stopped after 12 months due to a defect in the heating element. The 75 and 85 °C baths were stopped, as planned, after 16 months of immersion.

The target composition for the synthetic AMD used in the present study was modeled after work performed by Gulec et al. (2003; 2004) and is summarized in Table 5.1. Iron was added as $Fe(SO_4) \cdot 7H_2O$, zinc as $Zn(SO_4) \cdot 7H_2O$, calcium as $Ca(SO_4) \cdot 2H_2O$, and copper as $Cu(SO_4) \cdot 5H_2O$; the final solution was pH adjusted to ~ 2.1 using H_2SO_4. Visual observation of precipitation suggested that the synthetic AMD solution was not stable over time. Therefore, the synthetic AMD was refreshed approximately every month for the 85 °C bath, every two months for the 75 °C bath, and every three months for the 65°C bath. This refresh sequence was modeled after prior studies by Rowe et al. (2009) and Zhang et al. (2018). The AMD's electrochemical properties, including pH, Eh, and electrical conductivity (σ), were measured each week to monitor changes in the composition of the AMD. Both fresh and used leachate compositions were analyzed for metal concentrations using inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES) and ion chromatography (IC) was used to determine sulfate concentrations. Mean metal and sulfate concentrations in the AMD from the three immersion bath values (over the entire immersion period) are presented in Table 5.1. Measured concentrations were generally close to target values.

Table 5.1. Target values (Gulec, 2003) vs. mean measured values (± 1SD) for the synthetic AMD.

Properties	**pH**	**Fe (mg/L)**	**Zn (mg/L)**	**Ca (mg/L)**	**Cu (mg/L)**	**SO_4 (mg/L)**
Target	2.1	1500	350	200	35	4500
Measured	2.0±0.2	1268±235	338±48	206±18	29±11	4374±144

In order to extrapolate the results of the degradation testing using the Arrhenius modeling, temperature must be the only differentiating variable between the three immersion baths. Therefore, the electrochemical properties and compositions of the AMD in the baths were compared using analysis of variance (ANOVA) tests at the 0.05 level. The normality of the data was evaluated using Kolmogorov-Smirnov test and the homoscedasticity was evaluated using Levene test. All statistical analyses were performed with OriginPro 2021 (OriginLab USA). The ANOVA tests showed no significant differences in the AMD compositions from the three baths

throughout the entire the immersion period (Figure 5.2). The refresh sequence of the three baths would thus allow maintaining stable and similar synthetic AMD properties in the three different immersion baths.

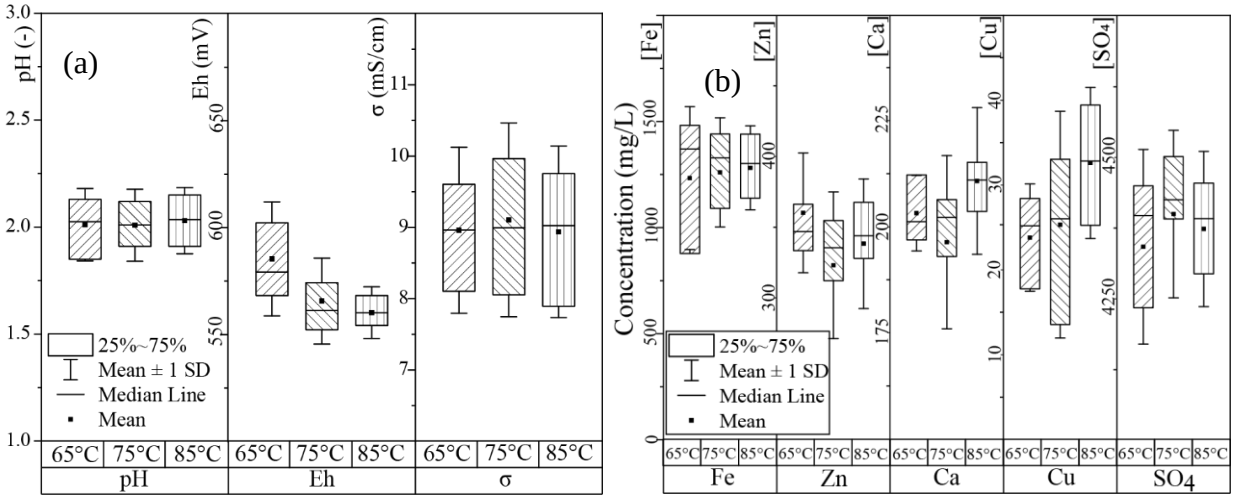


Figure 5.2. Electrochemical(a) and chemical composition (b) box plots with 1SD as error bars

To assess the effect of AMD on the properties of the degraded HDPE GMs (e.g., thickness, OIT, tensile, permeability, and oxygen sorption/diffusion), GM sheets were extracted from the immersion bath every month and cleaned with fresh water.

It should be noted that the immersion tests were interrupted for six months (from March to September 2020) due to a laboratory shutdown during the COVID-19 pandemic. Since lower temperatures limit GM degradation (Koerner et al., 1992), the GM samples were maintained at -16 °C (the temperature of the cold chamber where different tests were already running) to limit their degradation. The AO/S levels of the samples were assessed before and after the freezing, with no changes observed (Rarison, 2021).

5.3.2 Thickness measurement

GM thickness (T_g) is a physical property which could indicate the general condition of the GM and is necessary to calculate properties that relate to its ability to control fluid migration (see details below). T_g was measured according to ASTM D5199-12 (2019b) with an MTG-DX2 thickness gauge (Checkline, USA). This gauge has an accuracy of ±4 μm. Reported T_g values represent the mean of measurements performed on ten disk specimens with a diameter of 80 mm. For this study,

a total of 270 measurements were taken to assess the change in thickness over the immersion period.

5.3.3 Antioxidant/stabilizer level

AO/S level was determined with the standard OIT test using differential scanning calorimetry (DSC) according to ASTM D3895-19 (2019a). Test protocols required 250-µm-thick GM samples to be prepared by compression molding 1.5-mm-thick samples according to ASTM D4703 (2016) with a hydraulic press from Fontijne Presses (Netherlands). The DSC analyses were performed using an SDT Q600 from TA Instruments (USA). Samples of each GM were prepared and analyzed after each month of degradation. The standard OIT tests were performed in duplicate for each GM until the end of the immersion period. A total of 70 OIT measurements were performed for this study.

5.3.4 Tensile tests

Tensile tests were performed with a BT1-FR20TN traction bench from Zwick Roell (Germany) according to ASTM D6693-20 (2020b) on dog-bone-shaped specimens obtained with a die cutter (ODC Tooling and Molds, Ontario, Canada) mounted on a mechanical press (Rarison 2021). For each GM sample, tensile tests were performed on five specimens cut through the machine (roll) direction (MD) and five specimens cut through the cross-machine direction (CD); approximately 1410 tensile tests were performed in total. Each tensile test yielded a force-displacement curve. Interpretation of these curves provided four tensile properties: tensile yield strength (TYS, N/mm), percent yield elongation (PYE, %), tensile break strength (TBS, N/mm), and percent break elongation (PBE, %). By performing tensile tests in two directions, the anisotropy of the GM could be assessed.

5.3.5 Comparative statistical analyses for thickness and tensile properties

To assess the significance of variations in thickness and tensile properties, one-way repeated ANOVA with Dunnett mean comparisons using the initial values as a level were performed with a p-value of 5%. Classic ANOVAs were also performed to compare the tensile properties between the three immersion baths. The normality and the homoscedasticity, prerequisites for performing ANOVA, were verified with Kolmogorov-Smirnov and Levene tests, respectively. For the

anisotropy assessment, results from the MD and CD were compared by performing two sample t-tests. Statistical analyses were performed with OriginPro 2021 (OriginLab USA).

5.3.6 Permeability tests

Permeability tests were used to determine the geomembranes' equivalent hydraulic conductivities (K_g, m/s), which served as an indicator of their ability to act as a water barrier. The tests were performed with an in-house setup inspired by the European standard NF EN 14150 (AFNOR, 2006) using deionized, deaerated water. A detailed description of the in-house setup and testing can be found in Rarison (2021). Briefly, the setup was composed of a permeability cell (with an upstream and a downstream cell) coupled with a dual pressure/volume controller VJT2267 (from VJ Tech, United Kingdom), that was connected to a computer. With a GM placed between the cells (and under a pressure difference of 100 kPa), changes in the water content (by volume) of the upstream and downstream cells were recorded as a function of time. The volumetric water flux (Q, m^3/s) was determined as the slope of the linear part of the curve of volume vs. time. The equivalent hydraulic conductivity was obtained using equation 5.7 (Giroud and Bonaparte, 1989):

$$K_g = \frac{Q \times \rho_w \times g \times T_g}{\Delta p \times A_{GM}} \tag{5.7}$$

where ρ_w is the density of the deaerated water (ρ_w = 995.67 kg/m^3 at 30 °C (Tanaka et al., 2001), 30°C is the temperature of the water recorded by the controller), g = 9.81 m/s^2 is the acceleration due to gravity, T_g is the GM thickness (m), $\Delta p = 10^5$ Pa is the pressure difference between the upstream and the downstream cells, and A_{GM} = 0.0314 m^2 is the cross-sectional area of the GM specimen (= area of the permeability cell with an internal diameter of 20 cm).

Six permeability tests were performed for this study: a triplicated test for the initial value of the pristine GM and for the standard error (SE) determination, and one test for each sample at the end of the immersion period.

5.3.7 Oxygen sorption/diffusion tests

Oxygen migration through geomembranes occurs in three stages: 1) oxygen adsorption into the GM, 2) oxygen diffusion through the GM, and 3) oxygen desorption from the GM (Felder and Huvard, 1980; Flaconneche et al., 2001; Haxo Jr and Lahey, 1988; Park and Nibras, 1993; Prasad

et al., 1994; Sangam and Rowe, 2001). The oxygen mass flux through a GM can be expressed using Fick's first law (McWatters and Rowe, 2009; Sangam and Rowe, 2001):

$$f = -D_g \frac{dC_g}{dz} = -S_{gf} \times D_g \frac{dC_f}{dz} = -P_g \frac{dC_f}{dz} \tag{5.8}$$

where f is the oxygen mass flux (kg/m^2/s), D_g is the oxygen diffusion coefficient (m^2/s), C_g is the oxygen concentration in the GM (kg/m^3), z is the diffusion direction (m), S_{gf} is the oxygen partition (sorption) coefficient (-), C_f is the oxygen concentration in the fluid (kg/m^3), and P_g is the oxygen permeation coefficient (m^2/s).

Using equation 5.8, S_{gf} allows for a conversion from C_g, which cannot be measured, to C_f, which can be measured with oxygen probes. S_{gf} and D_g were obtained with parallel sorption and diffusion tests using two-chamber cells, each equipped with oxygen probes. The oxygen probes used in this study were oxygen dipping probes, DP-PSt3 (PreSens GmbH Germany), coupled with an oxygen meter, OXY-10 (PreSens GmbH Germany). More details on the setup and the procedure are provided in Rarison (2021). For the sorption test, the two half-cells were filled with pure oxygen (100% O_2 = 1.33 kg/m^3), with S_{gf} determined at equilibrium as:

$$S_{gf} = \frac{(C_{f0} - C_{fF})H_{cell}}{C_{fF} \times T_g} \tag{5.9}$$

where C_{f0} is the initial oxygen concentration (1.33 kg/m^3), C_{fF} is the oxygen concentration at equilibrium (kg/m^3), H_{cell} is the half-cell height (0.10 m), and T_g is the GM thickness (m).

For the diffusion test, the top half-cell, or source cell, was filled with pure oxygen (100% O_2), and the bottom half-cell, or receptor cell, was filled with pure nitrogen (0% O_2). Over the test, oxygen concentrations in the source cell, $C_{ss}(t)$, at a time t decrease, while oxygen concentrations in the receptor cell, $C_{rs}(t)$, at a time t increase. Changes in the oxygen concentrations in the two half-cells can be expressed using Fick's second law, where equation 5.10 represents the source cell and equation 5.11 represents the receptor cell (McWatters and Rowe, 2009).

$$C_{ss}(t) = C_{s0} - \frac{1}{H_{cell}} \int_0^t f_{ss}(\tau)\, d\tau \tag{5.10}$$

where C_{s0} is the initial oxygen concentration in the source cell (kg/m^3), and f_{ss} is the oxygen mass flux into the GM at a time τ.

$$C_{rs}(t) = C_{r0} + \frac{1}{H_{cell}} \int_0^t f_{rs}(\tau)\, d\tau \tag{5.11}$$

where C_{r0} is the initial oxygen concentration in the receptor cell (kg/m^3), and f_{rs} is the oxygen mass flux out of the GM at a time τ.

D_g was determined using POLLUTE V.7 (Rowe and Booker, 2004), which solves equations 5.10 and 5.11. For this study, a total of eight oxygen sorption and diffusion tests were performed. 5 tests were used to determine the initial value of D_g and the standard error SE, and one test was performed for each GM sample at the end of the immersion periods.

5.4 Results

5.4.1 Thickness

Changes in the thickness of the three tested GMs over the immersion period are presented in Figure 5.3. For the GM samples immersed at 65 °C (AMD refreshed every three months), significant increases in the mean T_g values were observed after 4 months (1.543 ± 0.018 mm) and 12 months (1.538 ± 0.022 mm) of immersion.

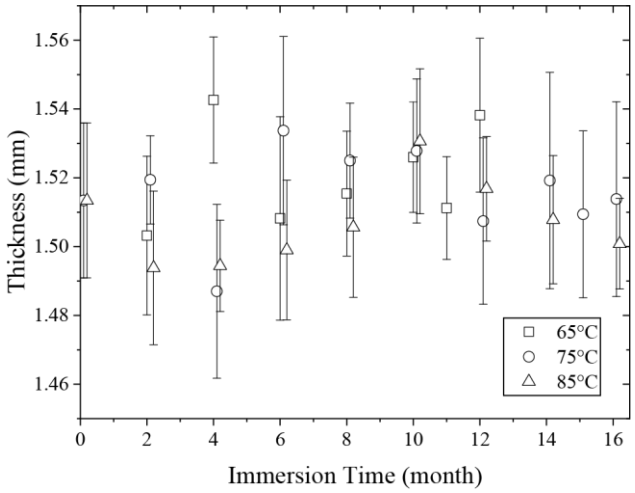


Figure 5.3. Changes in thickness over the immersion period with 1SD error bars.

Increases in thickness could be due to swelling with metal sorption, whereas decreases in thickness could be caused by the desorption of absorbed elements (Rowe and Sangam, 2002). As previously discussed, the composition of the synthetic AMD degrades over time and the solution must be refreshed. Therefore, sorption and desorption would be caused by concentration gradients developing between the GM and synthetic AMD, which vary over time. However, the GM samples immersed at 75 and 85 °C, with AMD refreshment every two months and every month, respectively, showed no significant variations in T_g. This could be due to the shorter refreshment period.

5.4.2 Antioxidant/stabilizer level and depletion rate

Figure 5.4 shows changes in the OIT over the immersion period for the three temperatures. From an initial OIT value of 195.1 min, the OIT showed a decreasing trend over the immersion period. At a given immersion time, the lower the temperature, the higher the OIT value. The lowest OIT value of 85 min was observed for the GM immersed in the 85 °C leachate after 16 months. Because the OIT values remained higher than 0.5 min, all of the tested GMs are still in the first stage of degradation (AO depletion stage).

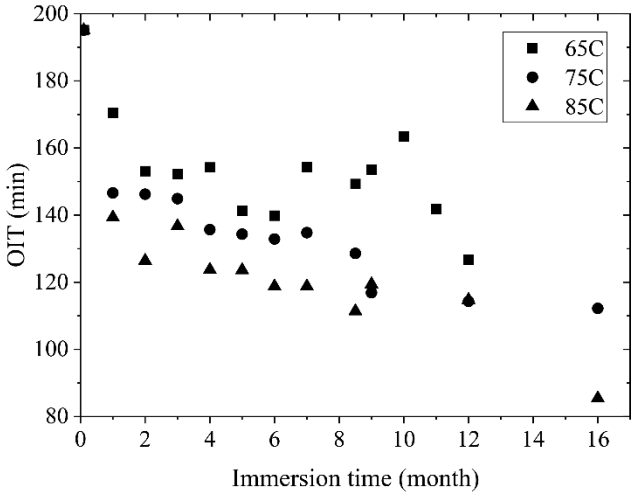


Figure 5.4.Changes in oxidative-induction time over the immersion period.

Decreases in the OIT occurred in two stages: a first stage in the initial months which were characterized by rapid OIT decrease, and a second stage which was characterized by a slower OIT decrease. For example, for the 75 °C immersion bath, the OIT dropped from 195 min to 147 min after one month. Subsequently, the OIT dropped from to 146, 129, and 112 min after the two, eight,

and sixteen months, respectively. Similar OIT depletion behavior has been observed in the prior studies (Gulec et al., 2004; Pons, 2012; Rowe and Ewais, 2014; Sangam and Rowe, 2002).

According to the literature, AO/S depletion monitored through OIT can be described using a first-order exponential decay function (Abdelaal et al., 2019; Hsuan and Koerner, 1998; Sangam and Rowe, 2002; Zhang et al., 2018):

$$\mathrm{OIT}(t) = OIT_0 \times e^{(-s \times t)} \tag{5.12}$$

where OIT(t) is the OIT at a time t (min), OIT_0 is the initial OIT (min), s is the OIT depletion rate or reaction rate ($month^{-1}$), and t is the time (month).

However, since the decreases in the OIT observed in this study occurred in two stages, the first-order exponential decay function does not fit all results throughout the immersion periods. Similar observations were made by Gulec et al. (2004); Pons (2012) and Rowe and Ewais (2014). Nonetheless, this function could be used in the first decrease stage and would then represent the worst-case scenario (the fastest AO/S depletion) (Gulec et al., 2004; Pons, 2012; Rowe and Ewais, 2014). The worst-case OIT depletion rates in the synthetic AMD are: 0.1353 $month^{-1}$, 0.2858 $month^{-1}$, and 0.3367 $month^{-1}$ for the baths at 65 °C, 75°C, and 85 °C, respectively ($R^2 \geq 0.99$). As expected with the Arrhenius law, higher temperatures led to higher reaction rates. The use of the Arrhenius law to estimate the AO depletion time at a given temperature is discussed in section 5.5.1.

5.4.3 Tensile properties

Changes in the TYS, PYE, TBS, and PBE of the GMs are presented in Figure 5.5 for the three immersion temperatures in the MD and CD directions. There were no significant changes in the TYS in the MD and CD directions over the immersion period (Figure 5.5a). For example, for the GMs immersed in the leachate at 85 °C, the TYS = 27.5 ± 0.7 N/mm initially and the TYS = 27.8 ± 0.9 N/mm in MD after 16 immersion months, and the TYS = 28.9 ± 0.7 N/mm initially and the TYS = 29.6 ± 0.7 N/mm in CD after 16 immersion months. However, TYS values were significantly lower in the MD than in the CD over the immersion period for a given immersion temperature. PYE increased significantly in both directions over the immersion period for all GMs (Figure 5.5b). However, PYE in the MD was significantly higher than in the CD throughout the

tests. For GM samples immersed in the leachate at 85 °C, the PYE in MD increased from 17.3 ± 0.3% initially to 19.2 ± 0.5% after 16 immersion months, while the PYE in the CD increased from 15.3 ± 0.4% initially to 17.1 ± 0.4% after 16 immersion months. This suggests that the elasticity of the GM increased and that the yield properties are anisotropic during the AO/S depletion period. It should be noted that the increasing trends observed at the different temperatures were not significantly different between them. For example, in MD, after 12 immersion months, the PYE increased from 17.3 ± 0.3% initially to 18.4 ± 0.4%, 17.7 ± 0.6% and 18.4 ± 0.3% in the leachates at 65, 75 and 85 °C, respectively.

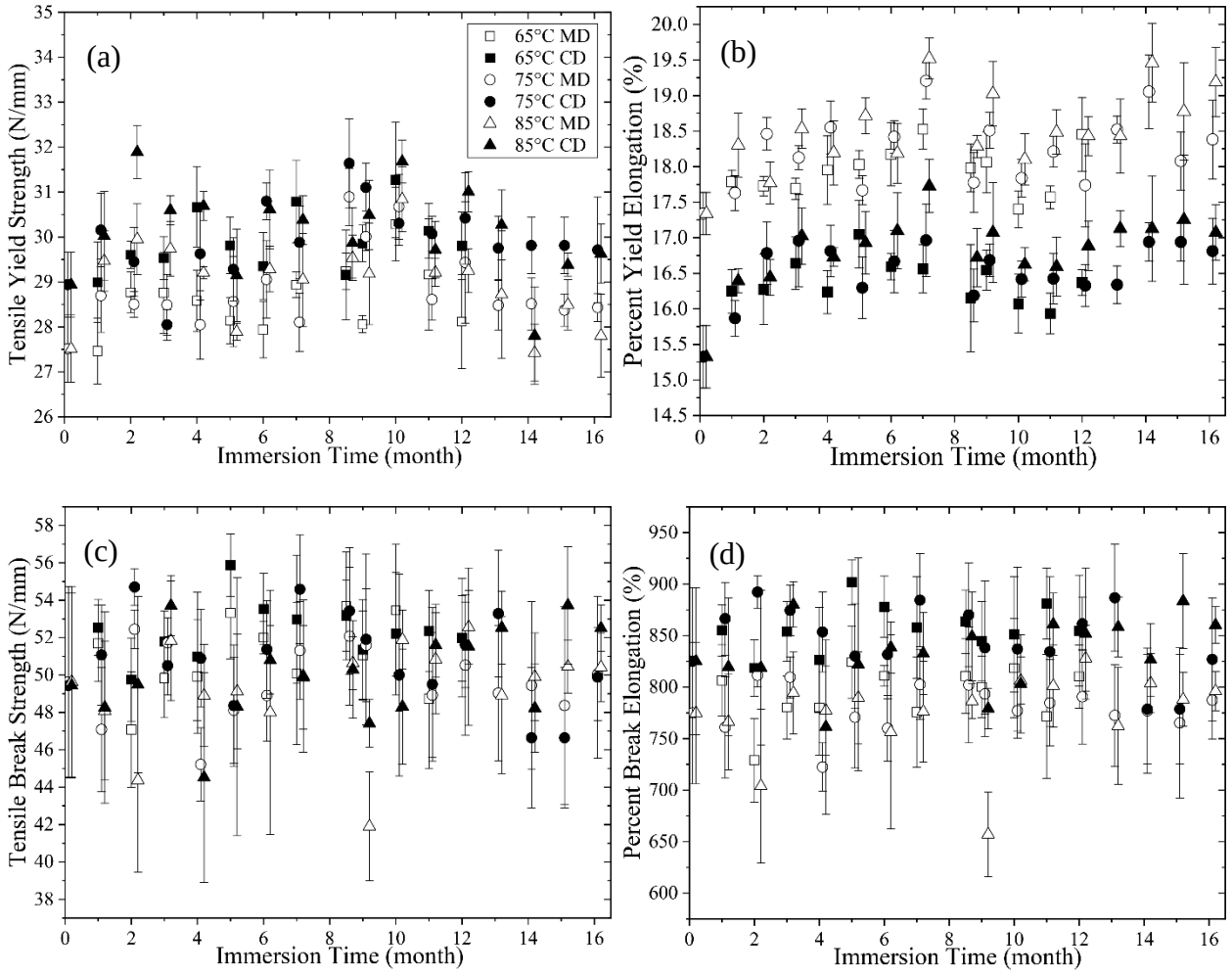


Figure 5.5. Measured (a) TYS, (b) PYE, (c) TBS, and (d) PBE values over up to 16-month-long immersion period with 1SD error bars

No significant changes in the TBS (see Figure 5.5c) or PBE (see Figure 5.5d) were observed over the 16-month-long tests, and no significant differences were noticed between the results in the MD and CD. That is, the break properties of the GMs were isotropic. As expected, at the observed AO/S depletion levels, the GMs' tensile properties were not affected. This finding is also consistent with other works examining AMD and other media (e.g., air, water, MSW leachates, very low pH solutions) (Gulec et al., 2003; Hsuan and Koerner, 1998; Sangam and Rowe, 2002; Zhang et al., 2018).

5.4.4 Permeability

Table 5.2 summarizes the GMs' equivalent hydraulic conductivities before and after the immersion periods. The K_g remained on the 10^{-15} m/s order of magnitude throughout the duration of the tests. The K_g of the pristine GM was 11.0×10^{-15} m/s. At the end of the tests, the K_g of the GM samples dropped to 5.1, 5.8, and 8.5×10^{-15} m/s for the 65, 75, and 85 °C tests, respectively. These data suggest that the AO depletion level had no adverse effects on the GMs' ability to act as a water barrier. This is consistent with observations made by Gulec et al. (2004) which showed no changes in GM structure during the AO depletion stage of degradation.

Table 5.2. Equivalent K_g of the GMs before and after the immersion periods.

GM sample	Initial	65 °C	75 °C	85 °C
Immersion time (month)	0	12	15	16
K_g ($\times 10^{-15}$ m/s)	11.0	5.1	5.8	8.5
SE ($\times 10^{-15}$ m/s)	2.6	1.2	1.4	2.0

5.4.5 Oxygen sorption/diffusion properties

Table 5.3 summarizes the GMs' oxygen sorption and diffusion properties (S_{gf}, D_g, and P_g) at the beginning and the end of the immersion periods. All tested properties remained in the same order of magnitude after the immersion periods. For example, for the GMs immersed in the 85 °C bath, the oxygen sorption coefficients (S_{gf}) are 24.5 and 13.5, the oxygen diffusion coefficients (D_g) are 5.8×10^{-13} and 3.6×10^{-13} m^2/s, and the oxygen permeation coefficients (P_g) are 11.8×10^{-12} and 4.8×10^{-12} m^2/s initially and after 16 immersion months, respectively. Therefore, at the observed AO depletion level, there was no adverse effect on the GMs' oxygen migration properties.

Table 5.3. Oxygen sorption and diffusion properties of GM before and after immersion periods (± 1SE).

GM sample	Initial	65 °C	75 °C	85 °C
Time point (month)	0	12	15	16
S_{gf} (-)	24.5 ± 4.4	9.3 ± 1.7	21.2 ± 3.8	13.5 ± 2.4
D_g ($\times 10^{-13}$ m^2/s)	5.8 ± 2.1	3.2 ± 1.2	0.6 ± 0.2	3.6 ± 1.3
P_g ($\times 10^{-12}$ m^2/s)	11.8 ± 4.6	3.0 ± 1.2	1.2 ± 0.5	4.8 ± 1.9

5.5 Discussion

5.5.1 Estimation of the antioxidant depletion time

No significant adverse effects were observed for the three key GM performance indicators assessed in this study (i.e., tensile properties, permeability, oxygen sorption/diffusion properties). This is most likely due to the GMs remaining in the AO depletion stage over up to 16-month-long immersion period. Therefore, to assess the time until the performance of the GM would decline, the complete length of the AO depletion stage must be estimated. Equation 5.13, which is based on equation 5.12, provides the time until AO depletion for a given immersion temperature:

$$t = \frac{\ln(OIT_0) - \ln(OIT_r)}{s} \tag{5.13}$$

where OIT_0 is the initial OIT value of the studied GM (195.1 min for the GM used in this study), OIT_r is the residual OIT value after the AO depletion (0.5 min) (Hsuan and Koerner, 1998), and s is the AO depletion rate (0.1353, 0.2858, and 0.3367 $month^{-1}$ for the baths at 65, 75, and 85 °C, respectively).

Using equation 5.13, AO depletion times of 44.1, 20.9, and 17.7 months were calculated for the at 65, 75 and 85 °C, respectively. However, GM service temperatures in realistic mine site cover systems are not this high. Arrhenius equation (equation 5.14) was applied to determine reaction rates at lower temperatures based on the reaction rates calculated from the experimental data at higher temperatures. Arrhenius equation defines the relationship s(T) with an exponential function that is expressed as follows (Hsuan and Koerner, 1998):

$$s(T) = A \times e^{\left(-\frac{E_a}{R \times T}\right)} \tag{5.14}$$

where A is the Arrhenius constant (-), E_a is the activation energy of the AO depletion reaction (J/mol), R is the gas constant (8.314 J/mol/K), and T is the temperature (K). Arrhenius constant ($A \approx 2\times10^6$) and activation energy ($E_a/R = 5553.04$ or $E_a = 46168$ J/mol; $R^2 = 0.89$) were obtained by fitting the plot of s vs. 1/T with an exponential function.

Table 5.4 shows AO depletion rates and times for synthetic AMD at temperatures ranging from 0 to 20 °C. These values represent an extrapolation limited to the HDPE GM used in this study and the composition of the synthetic AMD; deviations from these conditions could affect the depletion rates and times. These temperatures would represent typical mean annual ground temperatures at the GM level in most cover systems in Canada. As expected, as temperature decreases, AO depletion rate decreases and AO depletion time increases.

Table 5.4. AO depletion rate and depletion time in synthetic AMD at different temperatures.

Immersion temperature (°C)	**0**	**5**	**10**	**15**	**20**
AO depletion rate ($month^{-1}$)	0.00297	0.00429	0.0061	0.00857	0.0119
AO depletion time (year)	167	116	81	58	42

The AO depletion stage is only the first stage of GM degradation. GM service lifetime would be longer than the AO depletion time mentioned in Table 5.4 if the induction and degradation stages are considered.

AO depletion rate and time also depend on the nature of the immersion medium (Sangam and Rowe, 2002). Table 5.5 compares AO depletion parameters for various media (at different temperatures) from the literature with this study. Based on these data, AO depletion rates were recalculated for 10 °C. In ascending order: $s = 9.26 \times 10^{-4}$ $month^{-1}$ in air (Sangam and Rowe, 2002); $s = 0.002$ $month^{-1}$ in water (Gulec et al., 2004; Sangam and Rowe, 2002); $s = 0.00271$ $month^{-1}$ in AMD (Gulec et al., 2004); $s = 0.0061$ $month^{-1}$ in AMD (present study); and $s = 0.00963$ $month^{-1}$ in municipal solid waste (MSW) leachates (Sangam and Rowe, 2002). Therefore, AMD represents a less favorable medium than air and water, but a more favorable medium than MSW leachates.

Differences in the AO depletion rates were noted when comparing the results of this study with those of Gulec et al. (2004) despite the media being, theoretically, the same. Both studies use HDPE geomembranes, but differences in the GM formulations are the most likely explanation for discrepancies in the results. Gulec et al. (2004) measured an initial OIT of about 265 min, while

the initial OIT of the GM in the present study was 195 min. The AO depletion rate and time also depend on the GM formulation.

Table 5.5. Literature review comparing AO depletion rates (s) and Arrhenius parameters for HDPE GMs in different media with the present study.

Immersion medium	**Immersion temperature (°C)**	**OIT_0 (min)**	**s ($month^{-1}$)**	**Arrhenius parameters**	**Reference**
air	85 70 55	133	0.1094 0.0497 0.0226	$A = 8.05\times10^6$ $E_a = 53.9\times10^3$ J/mol	Sangam and Rowe 2002
water	85 70 55		0.1746 0.1050 0.0470	$A = 9.38\times10^6$ $E_a = 52.4\times10^3$ J/mol	
MSW	85 75 55		0.4074 - 0.1504	$A = 9.54\times10^5$ $E_a = 43.3\times10^3$ J/mol	
AMD	80 60 40	265	1.2056 0.0906 0.0480	$A = 2.01\times10^8$ $E_a = 58.9\times10^3$ J/mol	Gulec et al. 2004
water*	60		0.0514	$A = 7.20\times10^6$ $E_a = 51.75\times10^3$ J/mol	
AMD	85 75 65	195	0.3367 0.2858 0.1353	$A = 2.01\times10^6$ $E_a = 46.17\times10^3$ J/mol	Present study

*The Arrhenius parameters were obtained with Sangam and Rowe's (2002) results.

5.5.2 Estimated antioxidant depletion time for geomembrane applications in cover systems built on reactive mine waste disposal sites

While in the immersion tests both sides of the GMs were exposed to the same medium, in practice, the two sides of a GM would be exposed to different media. Therefore, when considering one-sided exposure, the AO depletion time for GMs could be even longer than values calculated for and extrapolated from the immersion tests (Gulec et al., 2004; Hsuan and Koerner, 1995; Sangam and Rowe, 2002). For more realistic predictions of AO depletion time, the media on each side of the GM must be considered. To this end, six exposure configurations for mine site reclamation cover systems with GMs were considered (Table 5.6). Oxidized tailings, materials with a high degree of saturation, and well-drained materials could expose a GM to AMD, water, and air,

respectively. Configurations 1 and 2 represent a GM installed over oxidized tailings. Configurations 3 to 6 represent a GM installed over a support layer, thus avoiding exposure to AMD. In configurations 3 and 4, the materials below the GM are considered saturated despite the likelihood that a GM would lower the water table, thus rendering these materials unsaturated. These configurations (3 and 4) are considered here for comparison purposes.

Table 5.6.Geomembrane exposure configurations in mine site reclamation cover systems.

Exposure configuration	Above the GM	Below the GM	Media (above/below)
1	Saturated material	Oxidized tailings	Water/AMD
2	Well-drained material	Oxidized tailings	Air/AMD
3	Saturated material	Saturated material	Water/Water
4	Well-drained material	Saturated material	Air/Water
5	Saturated material	Well-drained material	Water/Air
6	Well-drained material	Well-drained material	Air/Air

Sangam and Rowe (2002) developed a method to determine the time to AO depletion for geomembranes exposed to two different mediums (equation 5.15), whereby the AO depletion time is calculated as the arithmetic mean of the AO depletion times of each individual media. Using this method, the AO depletion time for configurations 4 (air/water) and 5 (water/air) would be the same, as the order of the media (i.e., whether they are above or below the GM) does not affect the calculation.

$$t_{medium1+2} = \frac{t_{medium1} + t_{medium2}}{2} \tag{5.15}$$

where $t_{medium1+2}$ is the AO depletion time in a GM in contact with two different media (years); $t_{medium1}$ is the AO depletion time in medium 1, above the GM (years); and $t_{medium2}$ is the AO depletion time in medium 2, below the GM (years).

AO depletion times for the different configurations presented in Table 5.6 were performed at temperatures ranging from 0 to 20 °C (Table 5.7). For the purposes of these calculations, a GM with a low initial OIT (OIT_0 = 100 min) was considered; this ensures compliance with the GRI GM13 (2021) standard Reaction rates were determined for the different media using the data presented in Table 5.5. For the configurations involving AMD, data from the present study were used because they gave lower AO depletion times than those from Gulec et al. (2004). The results of these calculations represent minimum AO depletion times and highlight the importance of

having a support layer to prevent AMD exposure at the base of the GM. For example, for a GM covered with saturated material at 10 °C, the AO depletion time would be 146 years without a support layer (configuration 1), 219 years with a saturated support layer (configuration 3), and 348 years with a well-drained support layer (configuration 5). The benefits of having well-drained materials (e.g., a drainage layer) above the GM are highlighted when comparing configuration 1 with configuration 2, configuration 3 with configurations 4 and 5, or configurations 4 and 5 with configuration 6. These results suggest that using well-drained materials in cover systems could be the most effective means to control AMD in the context of covers that include an HDPE geomembrane layer.

Table 5.7. Estimation of the AO depletion time for various configurations of mine site reclamation cover systems at temperatures from 0 to 20 °C.

AO depletion time (year)	**0 °C**	**5 °C**	**10 °C**	**15 °C**	**20 °C**
Configuration 1 (water/AMD)	319	214	146	100	70
Configuration 2 (air/AMD)	625	411	275	186	128
Configuration 3 (water/water)	489	325	219	149	103
Configurations 4-5 (air/water)	796	522	348	235	161
Configuration 6 (air/air)	1102	719	477	320	218

5.6 Conclusions

The present study assesses changes in three key performance indicators (tensile properties, hydraulic properties, and oxygen migration properties) of a 1.5-mm-thick HDPE GM exposed to synthetic AMD. Pristine GM samples were immersed in the baths at three different temperatures (65, 75, and 85 °C) for 12 to 16 months. The synthetic AMD was refreshed every three, two and, one month(s) for the immersion baths at 65, 75, and 85 °C, respectively. Samples were extracted from the immersion baths each month and subjected to a series of tests to determine the AO/S levels and follow changes in the tensile properties. Permeability and oxygen sorption and diffusion properties were assessed at the beginning and the end of the immersion tests. For the tested HDPE GMs and given the immersion conditions of this study, the following conclusions were drawn:

1) The immersion baths accelerated the GM degradation, but after 16 immersion months the GMs' OITs remained higher than 0.5 min. This suggests that the GMs were still in the AO depletion stage.

2) OIT decreases occurred in two stages: a rapid stage (during the first months of immersion), and a slow stage. Decreases in the OIT over the 12- to 16-month-long tests did not fit an exponential decay model. However, this model was used to interpret the results of the rapid stage and taken to represent a worst-case scenario. AO depletion rates were 0.1353, 0.2858, and 0.3367 $month^{-1}$ for the immersion baths at 65, 75, and 85 °C, respectively. Using Arrhenius equation, AO depletion rates of 0.00297, 0.0061, and 0.0119 $months^{-1}$ were extrapolated for a GM exposed to AMD on both sides at 0, 10, and 20 °C, respectively. These rates correspond to AO depletion times of 167, 81, and 42 years, respectively.

3) Realistic predictions of AO depletion time should account for differing media on each side of the GM. The worst-case scenario in the context of a mine site cover system is a GM in direct contact with oxidized tailings. Under these conditions, the AO depletion time would still be longer than if a GM were exposed to AMD on both sides. Antioxidant depletion time can be extended by adding a support layer beneath a geomembrane. Further increases in depletion time would result from using well-drained materials in the support layer, as well as in the layer above the GM.

4) There were no significant changes in the TYS, but there was a significant increase in the PYE, indicating an increase in elasticity. Furthermore, there were no significant changes in the TBS and PBE. Evaluating tensile properties in the MD and CD indicated anisotropic yield properties; i.e., the TYS was significantly lower in the MD than in the CD, and the PYE significantly higher in the MD than in the CD. In contrast, the break properties were isotropic over the tested period.

5) The equivalent hydraulic conductivity, K_g, and the oxygen sorption and diffusion properties, D_g and P_g remained close to their initial values at the end of the immersion period (on the same order of magnitude of 10^{-15} m/s, 10^{-13} m^2/s, and 10^{-12} m^2/s for K_g, D_g, and P_g, respectively). The GMs' hydrogeological and oxygen migration properties did not degrade during the experiments, likely because the GMs remained in the AO depletion stage.

As expected, exposure of the GM to synthetic AMD at high temperatures (65, 75, and 85 °C) for up to 12 to 16 months had no significant adverse effects on the selected performance indicators because the GM is still in the AO depletion stage. However, other key performance indicators, such as stress cracking resistances, were not investigated in the present study. Further work could examine the influence of the increased elasticity of the GM on stress cracking resistance.

The AO depletion stage is only the first step of GM degradation. Future work should assess key GM performance indicators during and after the oxidation induction stage and the GM degradation stage. For this, longer immersion periods or increased pressures would be required to accelerate reaction rates.

Acknowledgements

This study was funded by the NSERC and the industrial partners of the Research Institute on Mines and Environment (RIME UQAT-Polytechnique, https://irme.ca/en/) through the Industrial NSERC-UQAT Chair on Mine Site Reclamation. The authors would like to acknowledge Professor Ahmed Koubaa for enabling access to the Laboratoire de BIOMATÉRIAUX (Biomaterials laboratory) at UQAT. The authors would also like to acknowledge the contribution of the copy editor, Gary Schudel.

References

Abdelaal, F.B., Morsy, M.S., Rowe, R.K., 2019. Long-term performance of a HDPE geomembrane stabilized with HALS in chlorinated water. Geotext. Geomemb. 47, 815-830.

Abdelaal, F.B., Rowe, R.K., 2014. Effect of high temperatures on antioxidant depletion from different HDPE geomembranes. Geotext. Geomemb. 42, 284-301.

Abdelaal, F.B., Rowe, R.K., 2019. Degradation of an HDPE geomembrane without HALS in chlorinated water. Geosynth. Int. 26, 354-370.

AFNOR, 2006. NF EN 14150 détermination de la perméabilité aux liquides. Association Française de Normalisation, www.afnor.org, La Plaine Saint-Denis, France.

ASTM, 2004. D1238-04 Standard test method for melt flow rates of thermoplastics by extrusion plastometer. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2007. D4833-07 Standard test method for index puncture resistance of geomembranes and related products. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2015. D4533 / D4533M - 15 Standard test method for trapezoid tearing strength of geotextiles. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2016. D4703-16 Standard practice for compression molding thermoplastic materials into test specimens, plaques, or sheets. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2017. D5322-17 Standard practice for laboratory immersion procedures for evaluating the chemical resistance of geosynthetics to liquids. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2018. D4885-01 (2018) Standard test method for determining performance strength of geomembranes by the wide strip tensile method. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2019a. D3895-19 Standard test method for oxidative-induction time of polyolefins by differential scanning calorimetry. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2019b. D5199-12 Standard test method for measuring the nominal thickness of geosynthetics. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2020a. D5885 / D5885M - 20 Standard test method for oxidative induction time of polyolefin geosynthetics by high-pressure differential scanning calorimetry. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2020b. D6693/D6693M - 20 Standard test method for determining tensile properties of nonreinforced polyethylene and nonreinforced flexible polypropylene geomembranes. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM, 2021. D5747 / D5747M - 21 Standard practice for tests to evaluate the chemical resistance of geomembranes to liquids. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

Aubertin, M., Bussière, B., Bernier, L., 2002. Environnement et gestion des résidus miniers.[CD-ROM]. Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec.

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M., Mbonimpa, M., 2016. Review of the reclamation techniques for acid-generating mine wastes upon closure of disposal sites, Geo-chicago 2016, Chicago, Illinois, USA, pp. 343-358.

Blowes, D.W., Ptacek, C., Jambor, J.L., Weisener, C., Paktunc, D., Gould, W.D., Johnson, D., 2014. The geochemistry of acid mine drainage, in: Elsevier (Ed.), Treatise on geochemistry, 2nd ed, pp. 131-190.

Bussière, B., Guittonny, M., 2020. Hard rock mine reclamation: From prediction to management of acid mine drainage. CRC Press.

Cravotta III, C.A., 2008. Dissolved metals and associated constituents in abandoned coal-mine discharges, pennsylvania, USA. Part 2: Geochemical controls on constituent concentrations. App. Geochem. 23, 203-226.

Cyr, J., Maurice, R., Isabelle, D., 2011. Restauration du site minier aldermac, Symposium 2011 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, QC.

Eithe, A.W., Koerner, G.R., 1997. Assessment of HDPE geomembrane performance in a municipal waste landfill double liner system after eight years of service. Geotext. Geomemb. 15, 277-287.

Ewais, A.M.R., Rowe, R.K., Rimal, S., Sangam, H.P., 2018. 17-year elevated temperature study of HDPE geomembrane longevity in air, water and leachate. Geosynth. Int. 25, 525-544.

Felder, R.M., Huvard, G.S., 1980. 17. Permeation, diffusion, and sorption of gases and vapors, in: Fava, R.A. (Ed.), Methods in experimental physics. Academic Press, pp. 315-377.

Flaconneche, B., Martin, J., Klopffer, M., 2001. Transport properties of gases in polymers: Experimental methods. Oil Gas Sci. Technol. 56, 245-259.

Giroud, J., Bonaparte, R., 1989. Leakage through liners constructed with geomembranes—Part I. Geomembrane liners. Geotext. Geomemb. 8, 27-67.

Grassie, N., Scott, G., 1985. Polymer degradation and stabilization. Cambridge University Press, New York, USA.

GRI, 2021. GM13 Standard specification for test methods, test properties and testing frequency for high-density polyethylene (HDPE) smooth and textured geomembranes. Geosynthetic Institute (GSI), Folsom, PA, United States.

Gulec, S., 2003. Effect of acid mine drainage on the properties of geosynthetics. Madison, Wis.: Univ. of Wisconsin-Madison.

Gulec, S., Benson, C., Edil, T., 2005. Effect of acidic mine drainage on the mechanical and hydraulic properties of three geosynthetics. J. Geotech. Geoenviron. Eng. 131, 937-950.

Gulec, S., Benson, C.H., Edil, T., 2003. Effect of acid mine drainage (AMD) on the engineering properties of geosynthetics, Tailings and Mine Waste 2003: Proceedings of the 10th International Conference, Vail, Colorado.

Gulec, S., Edil, T., Benson, C., 2004. Effect of acidic mine drainage on the polymer properties of an HDPE geomembrane. Geosynth. Int. 11, 60-72.

Haxo Jr, H., Lahey, T., 1988. Transport of dissolved organics from dilute aqueous solutions through flexible membrane liners. Hazard. Waste Hazard. Mater. 5, 275-294.

Hsuan, Y., Koerner, R., 1995. Long term durability of HDPE geomembrane: Part I—depletion of antioxidant. GRI Report 16, 35.

Hsuan, Y., Koerner, R., 1998. Antioxidant depletion lifetime in high-density polyethylene geomembranes. J. Geotech. Geoenviron. Eng. 124, 532-541.

Hsuan, Y., Schroeder, H., Rowe, K., Müller, W., Greenwood, J., Cazzuffi, D., Koerner, R., 2008. Long-term performance and lifetime prediction of geosynthetics, Proceedings of the 4th European Conference on Geosynthetics, Edinburgh, September. Keynote paper.

Jeon, H.-Y., Bouazza, A., Lee, K.-Y., 2008. Depletion of antioxidants from an HDPE geomembrane upon exposure to acidic and alkaline solutions. Polym. Test. 27, 434-440.

Joshi, P., Mcleod, H., 2018. Effectiveness of geomembrane liners in minimizing seepage in tailings storage facilities–new knowledge, Twenty-Sixth International Congress on Large Dams: Vingt-Sixième Congrès International des Grands Barrages. CRC Press, pp. 368-381.

Joshi, P., Rowe, R.K., Brachman, R.W.I., 2016. Physical and hydraulic response of geomembrane wrinkles underlying saturated fine tailings. Geosynth. Int. 24, 82-94.

Koerner, G.R., Eith, A.W., Tanese, M., 1999. Properties of exhumed HDPE field waves. Geotext. Geomemb. 17, 247-261.

Koerner, R.M., 2012. Designing with geosynthetics. Xlibris Corporation.

Koerner, R.M., Hsuan, Y.G., Koerner, G.R., 2017. Lifetime predictions of exposed geotextiles and geomembranes. Geosynth. Int. 24, 198-212.

Koerner, R.M., Lord, A.E., Hsuan, Y.H., 1992. Arrhenius modeling to predict geosynthetic degradation. Geotext. Geomemb. 11, 151-183.

Ledin, M., Pedersen, K., 1996. The environmental impact of mine wastes — roles of microorganisms and their significance in treatment of mine wastes. Earth-Sci. Rev. 41, 67-108.

Lottermoser, B.G., 2010. Mine wastes: Characterization, treatment and environmental impacts, 3rd edition. Springer, Berlin, Heidelberg.

Lupo, J.F., 2010. Liner system design for heap leach pads. Geotext. Geomemb. 28, 163-173.

Maqsoud, A., Bussière, B., Mbonimpa, M., 2020. Low saturated hydraulic conductivity covers. in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage CRC Press, 93-114.

Maurice, R., 2002. Restauration du site minier Poirier (Joutel) – expériences acquises et suivi des travaux, Défis & Perspectives: Symposium 2002 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, 3-5 novembre 2002. Développement Économique Canada/Ministère des Ressources Naturelles du Québec/CIM, Rouyn-Noranda, QC.

Maurice, R., 2012. Normétal mine tailings storage facility HDPE cover: Design considerations and performance monitoring, in: Price, W.A. (Ed.), 9th International Conference on Acid Rock Drainage. Mine Environment Neutral Drainage (MEND), Ontario, ON.

McWatters, R., Rowe, R., 2009. Transport of volatile organic compounds through PVC and LLDPE geomembranes from both aqueous and vapour phases. Geosynth. Int. 16, 468-481.

McWatters, R.S., Rowe, R.K., Battista, V.D., Sfiligoj, B., Wilkins, D., Spedding, T., 2020. Exhumation and performance of an Antarctic composite barrier system after 4 years exposure. Can. Geotech. J. 57, 1130-1152.

McWatters, R.S., Rowe, R.K., Wilkins, D., Spedding, T., Jones, D., Wise, L., Mets, J., Terry, D., Hince, G., Gates, W.P., Di Battista, V., Shoaib, M., Bouazza, A., Snape, I., 2016. Geosynthetics in Antarctica: Performance of a composite barrier system to contain hydrocarbon-contaminated soil after three years in the field. Geotext. Geomemb. 44, 673-685.

Müller, W.W., 2007. HDPE geomembranes in geotechnics. Springer.

Nordstrom, D.K., Blowes, D.W., Ptacek, C.J., 2015. Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: An update. App. Geochem. 57, 3-16.

Noval, A., Blanco, M., Castillo, F., Leiro, A., Mateo, B., Zornberg, J., Aguiar, E., Torregrosa, J., Redón, M., 2014. Long-term performance of the HDPE geomembrane at the "San Isidro" reservoir, 10th International Conference on Geosynthetics, pp. 427-440.

Osawa, Z., Ishizuka, T., 1973. Catalytic action of metal salts in autoxidation and polymerization. X. The effect of various metal stearates on the thermal oxidation of 2,6,10,14-tetramethylpentadecane. J. Appl. Polym. Sci. 17, 2897-2907.

Park, J.K., Nibras, M., 1993. Mass flux of organic chemicals through polyethylene geomembranes. Water Environ. Res. 65, 227-237.

Plante, B., Schudel, G., Benzaazoua, M., 2020. Generation of acid mine drainage. in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage CRC Press, 1-20.

Pons, C., 2012. Durabilité des géomembranes en polyéthylène haute densité utilisées dans les installations de stockage de déchets non dangereux., Thèse de doctorat - Université Paris Est.

Prasad, T.V., Brown, K.W., Thomas, J.C., 1994. Diffusion coefficients of organics in high-density polyethylene (HDPE). Waste Manag. Res. 12, 61-71.

Rarison, R.F.M., 2021. Évaluation de la performance des géomembranes à contrôler les flux de fluides dans les recouvrements miniers en milieu froid., Thèse de doctorat. Département des génies civil, géologiques et des mines. École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal - Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

Rowe, R.K., Abdelaal, F.B., 2016. Antioxidant depletion in high-density polyethylene (HDPE) geomembrane with hindered amine light stabilizers (HALS) in low-pH heap leach environment. Can. Geotech. J. 53, 1612-1627.

Rowe, R.K., Booker, J.R., 2004. Pollute V. 7 - 1D pollutant migration through a non-homogeneous soil, Whitby, Ontatrio, Canada.

Rowe, R.K., Ewais, A.M.R., 2014. Antioxidant depletion from five geomembranes of same resin but of different thicknesses immersed in leachate. Geotext. Geomemb. 42, 540-554.

Rowe, R.K., Joshi, P., Brachman, R.W.I., McLeod, H., 2016. Leakage through holes in geomembranes below saturated tailings. J. Geotech. Geoenviron. Eng. 143.

Rowe, R.K., Rimal, S., Sangam, H., 2009. Ageing of HDPE geomembrane exposed to air, water and leachate at different temperatures. Geotext. Geomemb. 27, 137-151.

Rowe, R.K., Sangam, H.P., 2002. Durability of HDPE geomembranes. Geotext. Geomemb. 20, 77-95.

Sangam, H.P., Rowe, R.K., 2001. Migration of dilute aqueous organic pollutants through HDPE geomembranes. Geotext. Geomemb. 19, 329-357.

Sangam, H.P., Rowe, R.K., 2002. Effects of exposure conditions on the depletion of antioxidants from high-density polyethylene (HDPE) geomembranes. Can. Geotech. J. 39, 1221-1230.

Scheirs, J., 2009. A guide to polymeric geomembranes: A practical approach. John Wiley & Sons.

Schröder, H., Bahr, H., Herrmann, P., Kneip, G., Lorenz, E., Kunze, I., 2000. Durability of polyolefine geosynthetics under elevated oxygen pressure in aqueous liquids, in: EuroGeo (Ed.), 2nd European Geosynthetics Conference, Bologna, Italy.

Shu, X.-H., Zhang, Q., Lu, G.-N., Yi, X.-Y., Dang, Z., 2018. Pollution characteristics and assessment of sulfide tailings from the dabaoshan mine, china. Int. Biodeterior. Biodegr. 128, 122-128.

Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A., Bignell, N., 2001. Recommended table for the density of water between 0 C and 40 C based on recent experimental reports. Metrologia 38, 301.

Thiel, R., Smith, M.E., 2004. State of the practice review of heap leach pad design issues. Geotext. Geomemb. 22, 555-568.

Touze-Foltz, N., Lupo, J., 2009. Utilisation des géosynthétiques dans les applications minières : Synthèse bibliographique et état des connaissances. Ingénieries N° Spécial, 101-118.

Tuomela, A., Ronkanen, A.-K., Rossi, P.M., Rauhala, A., Haapasalo, H., Kujala, K., 2021. Using geomembrane liners to reduce seepage through the base of tailings ponds—a review and a framework for design guidelines. Geosciences 11, 93.

Viebke, J., Elble, E., Ifwarson, M., Gedde, U.W., 1994. Degradation of unstabilized medium-density polyethylene pipes in hot-water applications. Polym. Eng. Sci. 34, 1354-1361.

Yachigo, S.-i., 1992. Synergetic stabilization of polymers, in: AH Hamid, M.A., and AG Maadhah (Ed.), Handbook of polymer degradation, Marcel Dekker Inc., New York, USA, pp. 305-331.

Yesiller, N., Hanson, J.L., Bussière, B., Pabst, T., Aubertin, M., 2018. Use of geomembranes in reclamation covers for reactive mining waste disposal sites, 71st Canadian Geotechnical Conference, Edmonton, AB, CA.

Zhang, L., Bouazza, A., Rowe, R.K., Scheirs, J., 2018. Effects of a very low pH solution on the properties of an HDPE geomembrane. Geosynth. Int. 25, 118-131.

CHAPITRE 6 ARTICLE 3: PROPERTIES OF THREE HDPE GEOMEMBRANES INSTALLED 10, 13, AND 20 YEARS PREVIOUSLY IN MINE SITE RECLAMATION COVER SYSTEMS IN QUÉBEC

Ce chapitre vise à présenter les travaux réalisés dans le cadre de l'étude de la durabilité des GM exhumées sur les sites Aldermac, Normétal et Moyen-Nord. C'est le troisième article rédigé par Rarison, R. F. M., Mbonimpa, M., Bussière, B., Turcotte, S. et Pouliot, S. pour la réalisation de l'OS3. Il est tel qu'il a été soumis à la *Revue Canadienne de Géotechnique* en date du 26 juillet 2021.

Abstract

High-density polyethylene (HDPE) geomembranes (GM) are used in mine site reclamation cover systems to limit water and oxygen ingress into the tailings or waste rock, thereby reducing acid mine drainage generation. The objective of this study was to assess GM performance in cover systems with different years of service. To do so, samples were exhumed from the Aldermac, Normetal, and Mid-North mine sites. The sites were reclaimed 10, 13, and 20 years previously, respectively, using cover systems containing HDPE GM as a fluid barrier layer. Samples were laboratory tested to determine the standard oxidative-induction time (Std-OIT), carbonyl index, tensile strength, and hydraulic and oxygen sorption / diffusion properties. Results showed Std-OIT values exceeding the minimum requirement of 100 min for pristine GM, tensile properties exceeding the requirements for pristine GM, equivalent hydraulic conductivities at an order of magnitude of 10^{-14} m/s, and oxygen diffusion and permeation coefficients at orders of magnitude of 10^{-13} and 10^{-12} m^2/s, respectively. The GMs therefore show acceptable performance to date. Further studies are needed to determine more long-term GM behavior.

Keywords

Mine site reclamation, cover system, geomembrane, exhumation, durability

Résumé

Les géomembranes (GM) en polyéthylène haute densité (PEHD) sont utilisées dans les systèmes de recouvrements pour la restauration de sites miniers pour limiter l'accessibilité à l'eau et à

l'oxygène afin de limiter la génération de drainage minier acide. Cette étude a pour objectif d'évaluer la performance des GM dans les systèmes de recouvrements après différentes années de service. Des campagnes d'exhumation ont ainsi été menées sur trois sites miniers : les sites Aldermac, Normétal et Moyen-Nord. Ces sites ont été restaurés il y a respectivement 10, 13 et 20 ans, avec des systèmes de recouvrement avec GM en PEHD. Les échantillons de GM ont alors été soumis à différents tests en laboratoire pour déterminer le temps d'induction à l'oxydation (TIO), l'indice carbonyle, les propriétés à la traction, les propriétés hydrauliques et de sorption/diffusion d'oxygène. Les résultats ont montré que les TIO des GM exhumées excèdent l'exigence de 100 min pour une GM neuve, leurs conductivités hydrauliques sont à un ordre de grandeur de 10^{-14} m/s, et leurs coefficients de diffusion et de perméation d'oxygène sont à des ordres de grandeur de 10^{-13} et 10^{-12} m^2/s respectivement. Les GM rempliraient ainsi leur rôle. Des études similaires devraient être menées à l'avenir pour pouvoir évaluer le comportement à long terme des GM.

Mots clés

Restauration de site minier, système de recouvrement, géomembrane, exhumation, durabilité

6.1 Introduction

Mine sites generate substantial amounts of wastes. These must be carefully managed and/or treated to prevent environmental harm. When sulfide tailings and waste rocks are stored in surface impoundments, this challenge becomes greater. When sulfide wastes are in contact with water and oxygen, acid mine drainage (AMD) is generated. AMD is characterized by acidic pH (typically from 2 to 5) with high concentrations of dissolved metals and sulfates (Aubertin et al. 2002), which are environmentally damaging (Lottermoser 2010). In recent decades, various techniques have been developed to control AMD production in surface waste impoundments (Bussière and Guittonny 2020).

One solution for acid-generating tailings is to apply a multilayered cover system, as illustrated in Figure 6.1, to limit the ingress of water and/or oxygen to the tailings beneath (Bussière et al. 2003; Aubertin et al. 2016; Demers and Pabst 2020; Maqsoud et al. 2020). A typical multilayered cover may contain up to five layers. From top to bottom, it includes: 1) a surface layer (A) to allow transition between the atmosphere and the underlying layers and to provide support for vegetation, thereby preventing erosion; 2) a protection layer (B) to prevent bio-intrusion; 3) a drainage layer

(C) to control lateral and vertical water inflow and prevent water evaporation from the layer (D); 4) a fluid barrier layer (D), which is critical for controlling water and/or oxygen ingress; and 5) a support layer (E) placed directly on the tailings to bear the overlying layers.

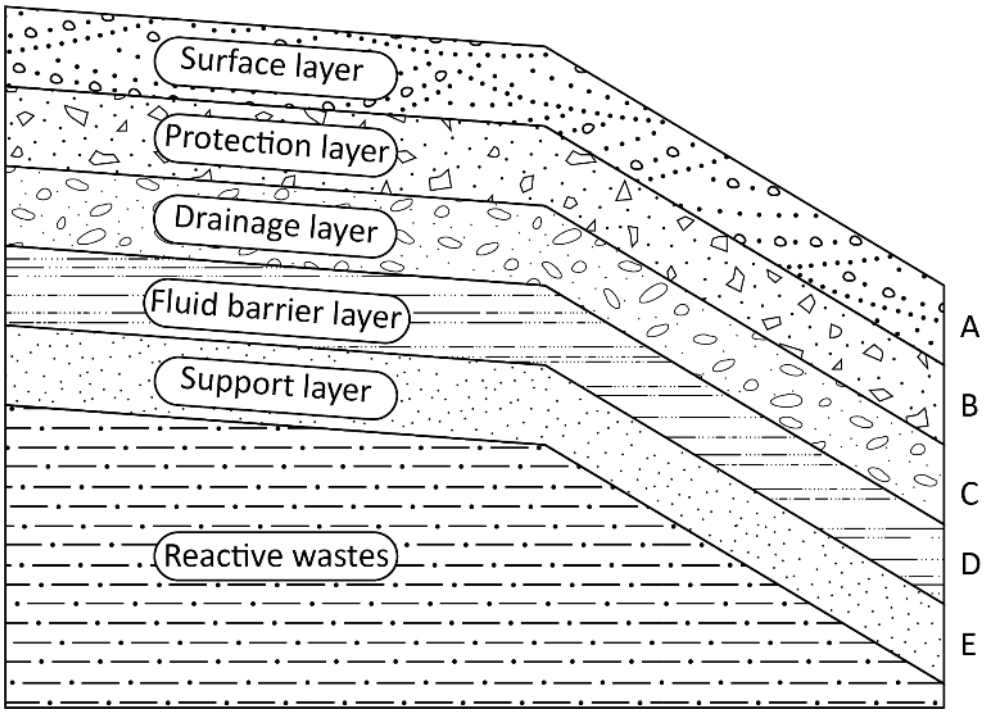


Figure 6.1. Configuration of a typical multilayered cover system [adapted from Aubertin et al. (2016)]

The different layers can be composed of natural soil and/or alternative materials, depending on the cover's main function (oxygen or water/hydraulic barrier). In the case of low saturated hydraulic conductivity covers (LSHCC), layer D consists of materials with low saturated hydraulic conductivity (k_{sat}) such as fine-grained soils (clay or fine silt), geomembranes (GMs), geosynthetic clay liners (GCL), soil-bentonite mixes, or a combination of these (Aubertin et al. 2016; Yesiller et al. 2018; Maqsoud et al. 2020). Typical k_{sat} values for layer D are below 10^{-9} m/s (Aubertin et al. 2016).

GMs are synthetic materials composed of resin, used as a matrix, and additives to provide protection and specific properties (Müller 2007; Scheirs 2009). Resin is prone to oxidation, leading to material degradation and photodegradation. Oxidation causes carbonyl group formation, which indicates the GM degradation stage. Hence, GMs need added antioxidants and stabilizers to protect against oxidation and carbon black to protect against ultraviolet (UV) exposure (Grassie and Scott

1985; Scheirs 2000, 2009). Because antioxidants and stabilizers (AO/S) deplete over time, AO/S levels are determined to indicate the GM degradation stages, as conceptualized by Hsuan and Koerner (1998). In Hsuan and Koerner's conceptual degradation model (1998), the GM aging process is considered as a three-stage process: depletion of antioxidants and stabilizers (stage 1); induction time (stage 2) up to a significant drop in the GM properties, indicating the onset of stage 3; and polymer degradation (stage 3) up to a 50% drop in GM properties (based on GM initial properties).

Among a variety of GM types, high-density polyethylene (HDPE) GM is the most widely used worldwide (Rollin et al. 2002; Müller 2007; Scheirs 2009; Koerner 2012), and particularly for mine site reclamation covers, including at 11 of 12 sites found in the literature (Rarison 2021). The 12 cover configurations are summarized in Table 6.1. For all 12 sites, 8 smooth 1.5 mm-thick HDPE GMs, 1 smooth 0.75 mm-thick HDPE GM, 2 textured 1.5 mm-thick HDPE GMs, and one smooth 1 mm-thick linear low-density polyethylene (LLDPE) GM were used. Textured GMs were installed on the slopes to ensure slope stability, as they have better friction properties compared to smooth GMs (Rollin et al. 2002; Müller 2007; Scheirs 2009; Koerner 2012). Textured GMs would have shorter service life than smooth ones, according to Morsy (2019). This is due to surface corrugations that allow greater exposure to the surrounding media, resulting in faster AO evaporation/dissolution from the GM surface. In two cases (Normetal and Mid-North sites), GMs were also in direct contact with acid generating wastes, which could reduce the GM lifetime: GMs degrade faster due to exposure to AMD-contaminated interstitial water. Accordingly, Gulec *et al.* (2003; 2004; 2005) and Rarison (2021) estimated faster degradation when the GM was in contact with AMD than non-contaminated water. For instance, for an annual average temperature of 10 °C at the GM depth, the antioxidant depletion time, or the first degradation stage duration according to Hsuan and Koerner (1998), for a GM with a low initial Std-OIT of 100 min corresponding to the GRI GM13 (2021) requirement would be about 219 years in non-contaminated water (Gulec et al. 2004) and about 81 years in AMD (Rarison 2021).

Table 6.1. Mine sites reclaimed with cover systems that include GMs (presented chronologically by reclamation year)

Site (location)	Type of waste	Reclamation year	Downward cover structure	References
Weedon (Québec, Canada)	Tailings	1993	• 0.3 m-thick topsoil • 0.7 m-thick sand • 1.5 mm-thick HDPE GM • Sand and gravel	(Landry and Senay 2010; Zetchi 2017)
Kwinana (Australia)	Tailings	1998	• 2-4 m-thick sand • 0.75 mm-thick HDPE GM • 7.2 mm-thick bentonite geocomposite • 2 m-thick sand	(Patterson et al. 2006)
Mid-North (Québec, Canada)[a]	Tailings	1999–2000	• 1.35 m-thick till • 1.5 mm-thick HDPE GM	(Maurice 2002)
Normetal (Québec, Canada)	Tailings	2005–2006	• 0.6 m-thick silt • 1.5 mm-thick HDPE GM	(Maurice 2012)
Victoria Junction (Nova Scotia, Canada)	Waste rock	2006	• 0.4 m-thick till • 0.4 m-thick granular drain layer • 1.5 mm-thick HDPE GM • 0.15 mm-thick sand	(Meiers et al. 2014; Meiers 2015; Meiers et al. 2015; Bradley et al. 2016)
Eustis (Québec, Canada)	Tailings	2007–2008	• 0.10 m-thick topsoil • 0.50 m-thick deinking residues • Geodrain • 1.5 mm-thick textured HDPE GM • 0.3 m-thick sand	(MRNF 2009; Cyr 2011; Zetchi 2017; Turcotte et al. 2021)
	Waste rock	2008–2009	• 0.10 m-thick topsoil • 0.50 m-thick deinking residues • Geodrain • 1.5 mm-thick textured HDPE GM • Geotextile	
Aldermac, south sector (Québec, Canada)	Tailings	2008–2009	• 1 m thick sand and gravel • Geotextile • 1.5 mm-thick textured HDPE GM • 0.30 m-thick sand and grave	(Cyr 2008; Turcotte et al. 2021)
Scotchtown Summit (Nova Scotia, Canada)	Waste rock	2009–2011	• 0.5 m-thick till • Geotextile • 1.5 mm-thick HDPE GM • 0.15 m-thick sand	(Meiers et al. 2014; Power et al. 2017)
Franklin (Nova Scotia, Canada)	Waste rock	2010	• 0.6 m-thick till • Drainage-net • 1.5 mm-thick HDPE GM • Geofabric	(Meiers et al. 2012; ECBC 2014; Meiers et al. 2014)

(Table 6.1 continued)

Site (location)	Type of waste	Reclamation year	• Downward cover structure	References
Barvue (Québec, Canada)	Tailings	2014	• 0.12 m-thick topsoil • 0.40 m-thick loamy sand soil • 0.70 m-thick sand and gravel • 0.30 m-thick sand • 1.5 mm thick HDPE GM • 0.30 m-thick sand • 0.40 m-thick sand and gravel	(Zetchi 2017; Zetchi and Fouquet 2017; Turcotte et al. 2021)
Suffield (Québec, Canada)	Tailings	2015	• 0.12 m-thick topsoil • 0.40 m-thick loamy sand and soil • 0.40 m-thick sand and gravel • 0.30 m-thick sand • 1.0 mm-thick LLDPE GM • 0.30 m-thick sand • 0.30 m-thick sand and gravel	(Turcotte et al. 2021)
Site (location)	**Type of waste**	**Reclamation year**	• **Downward cover structure**	**References**
Raglan experimental cell (Québec, Canada)	Tailings	2012	• 0.60 m-thick riprap • 0.40 m-thick crushed rock • 1.5 mm-thick HDPE GM • 0.40 m-thick crushed rock	(Mine Raglan 2015)

a The name of this site has been changed for confidentiality reasons

The majority of the sites listed in Table 6.1 are located in cold regions of Canada. Here, cold region is defined as an area where the permafrost is continuous or discontinuous (causing seasonal thawing in the active layer) or where the frost depth exceeds at least 300 mm (causing seasonal freezing in layers having thickness less than the frost depth) (Andersland and Ladanyi 2004; MEND 2009, 2010, 2012). In the Abitibi-Témiscamingue region where two sites were reclaimed with HDPE GMs (cf. Table 6.1), the frost depth is approximately 2000 mm (Lacasse and Amiri 1988; Rarison 2021). Given the thicknesses of the overlying cover layers, GMs are prone to seasonal thawing in the summer when permafrost is present (e.g., at the Raglan experimental cell) or seasonal freezing in the winter when frost penetrates (e.g., at the Weedon, Eustis, and Victoria Junction sites). The cold temperature slows the oxidation reaction according to Arrhenius' law, and consequently the GM degradation rate (Martin and Gardner 1985; Koerner et al. 1992; Hsuan et al. 2008). Previous results on laboratory tested specimens (Rarison 2021) show that freeze–thaw cycling (up to 300 cycles) alone would have no significant adverse effect on the GM mechanical, hydraulic, or oxygen sorption and diffusion properties, as found by others for mechanical (Budiman 1994; Comer and Hsuan 1996; Scheirs 2009; Hsuan et al. 2013) and diffusion properties (McWatters et al. 2016a).

The GM properties would change during freeze–thaw cycling but remain close to initial values (Rarison 2021).

Nevertheless, little is known about the in-situ behavior of GMs. For example, the adverse effects of AMD and cold temperature (with seasonal freezing) on GMs used in real mining cover systems remain to be investigated. One way to assess these effects is to exhume GMs from mining cover systems. GM exhumation is commonly used for in-service performance assessment. For example, exhumed GMs were used to assess: 1) the stress-cracking resistance of 7 HDPE GMs exhumed from bottom liners with different exposure times ranging from less than a year up to 10 years (Hsuan et al. 1993); 2) the tensile properties of HDPE GM field waves exhumed from a municipal solid waste landfill after 8 years of service (Koerner et al. 1999); 3) the durability of fluorinated HDPE GMs exhumed from a composite barrier constructed for hydrocarbon spill containment based on samplings after 1, 3, 6, and 7 years of service (Rowe et al. 2010); 4) the properties of geosynthetics (HDPE geocomposite drain, LLDPE GM, and geosynthetic clay liner) in landfill covers after 4.7 to 5.8 years of service (Benson et al. 2010); 5) the long-term performance of an HDPE GM liner in a water reservoir (Noval et al. 2014); and 6) the long-term performance of geosynthetics (geosynthetic clay liners, HDPE GMs, and geotextiles) in composite barrier systems for hydrocarbon-contaminated soil remediation (McWatters et al. 2016b; McWatters et al. 2020). The properties of exhumed GMs are then compared to initial values, if available, or to literature values such as the GRI GM13 (2021) requirements for HDPE GM, depending on the properties of interest. In addition, the antioxidant/stabilizer level is usually assessed to characterize the GM degradation stage according to Hsuan and Koerner (1998) oxidation degradation model.

This article assesses the properties of 10-, 13-, and 20-year-old HDPE GMs used in three mine site reclamation LSHCCs applied to limit water and oxygen ingress into tailings. In addition to chemical analyses to determine the GM degradation stage, three key parameters were determined on exhumed GMs: tensile properties to assess the mechanical properties, permeability to assess the sealing capacity, and oxygen sorption and diffusion properties to assess the ability to limit oxygen flux. In the absence of the initial properties of the pristine GMs at installation, the properties obtained in this study are compared to literature data or to GRI GM13 (2021) requirements for new HDPE GMs.

6.2 Exhumation of GM samples

The GMs were exhumed from three mining sites in Québec, Canada: the Aldermac site (site A), which was reclaimed in 2009 with a cover including a textured 1.5 mm-thick HDPE GM; the Normetal site (site N), reclaimed in 2006 with a cover including a smooth 1.5 mm-thick HDPE GM; and a site in the Mid-North region (site MN), reclaimed in 2000 with a cover including a smooth 1.5 mm-thick HDPE GM. Figure 6.2 illustrates the configuration of the reclamation covers installed at the 3 sites. The GMs are located at depths of 1, 0.6, and 1.35 m for sites A, N, and MN, respectively. Knowing that the potential frost depth could reach 2.0 m in the regions where the sites are located (Lacasse and Amiri 1988; Rarison 2021), the GMs would undergo seasonal freezing. The GMs at sites N and MN are in direct contact with oxidized tailings (see Table 6.1 and Figure 6.2). This represents the worst-case scenario due to AMD effects on GM degradation (Gulec et al. 2003; Gulec et al. 2004; Gulec et al. 2005; Rarison 2021). At site A, the support and drainage layers are composed of sand and gravel. The GM is protected against puncturing by a geotextile placed on top, but not underneath. There is therefore a potential risk of puncturing by the gravel in the support layer (Koerner et al. 1996; Narejo et al. 1996; Tognon et al. 2000; Blond et al. 2003; Scheirs 2009; Koerner 2012).

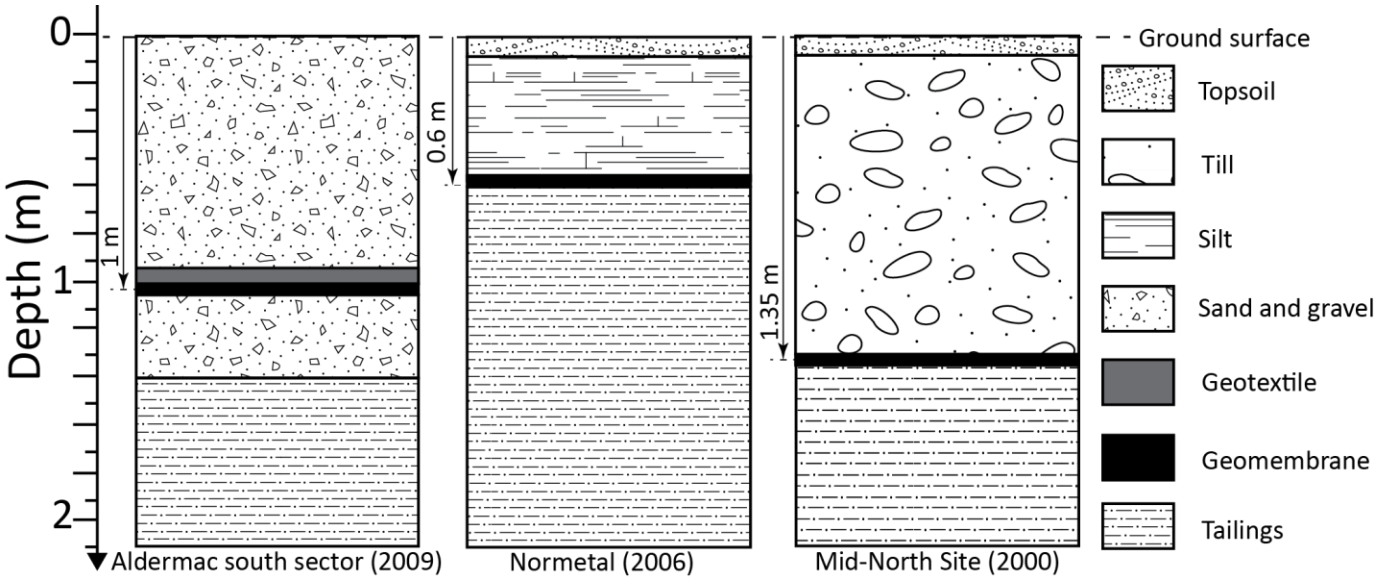


Figure 6.2. Configuration of the cover systems at the three studied sites

The GM exhumation was performed in two campaigns. The first was carried out in August 2019 to sample GMs from sites A and N. The lessons learned were subsequently applied to optimize the

second campaign, performed at the MN site in August 2020. The exhumation can be summarized in four steps: 1) stripping, 2) excavation and GM cleaning, 3) GM sampling, and 4) material replacement and rehabilitation.

More specifically, the exhumation campaign began with a delimitation of the work area to obtain a work surface of 4 m × 4 m at the depth of the GM. Because vegetation was present on the surface of sites N and MN, particular attention was paid during stripping to preserve the excavated soil in the form of vegetation-covered tiles. The tiles were replaced after exhumation to facilitate vegetation recovery. Once the protective layer was laid bare, excavation was performed using a mechanical shovel, with attention paid when approaching the GM. Closer to the GM, clearing was performed with a manual shovel to prevent damage to the GM. The GM was then cleaned with fresh water to reveal its general state. On visual inspection, some waves were observed at all three sites, but no major defects were noted, as shown in the photographs in Figure 6.3. The water on the GM at site A (Figure 6.3.a) is due to rain the previous day.

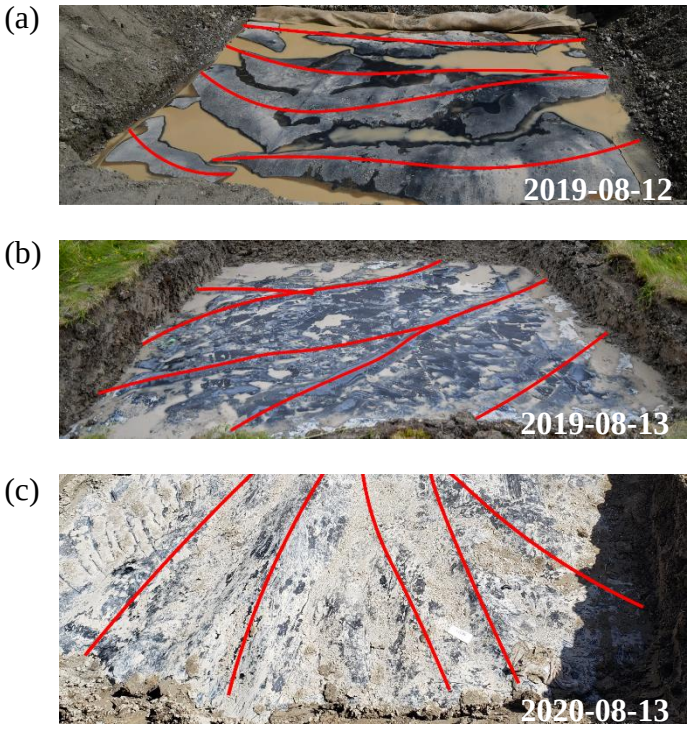


Figure 6.3. GM waves (red lines) seen in photographs at the Aldermac (a), Normetal (b), and Mid-North (c) sites

GM sampling was then performed. Samples were taken from the installed GMs using a cutter with a frame to obtain square 2 m × 2 m sheets of GM at sites A and N and 1 m × 1 m sheets at site MN.

The GM samples were then cleaned with fresh water on site and transported to the laboratory where they were stored and protected from UV rays to prevent degradation. The sheet samples were then used to perform physical, chemical, mechanical, hydrogeological, and oxygen diffusion characterization tests. The GM side in contact with the tailings was identified to assess the impact on GM degradation. The direction in which the GM roll was installed (machine direction, MD) was also marked to allow assessing potential GM anisotropy by comparing tensile properties in MD and crossmachine direction (CD) perpendicular to the MD. Once the sampling was completed, the GMs were replaced by a contractor certified by the International Association of Geosynthetics Installers to ensure the integrity of the covers. The protective layers were then immediately replaced along with the vegetation-covered topsoil tiles.

Local depressions were observed at the sites, indicating settlement, which would induce strains in the GMs (Peggs et al. 2005; Yu and Rowe 2018b, 2018a). To assess the effect of settlement, exhumations were performed in two areas at each site: an unsettled area (U) where the GM would not have undergone differential deformations and a settled area (S) where a depression was observed from the surface and where the GM would have been strained. The samples from unsettled and settled areas are noted as U and S, respectively. Six samples were then studied: A-U and A-S from the Aldermac site, N-U and N-S from the Normetal site, and MN-U and MN-S from the Mid-North site.

6.3 Property assessments

6.3.1 GM thickness

The thickness of smooth GM samples was measured according to ASTM D5199 (2006) using an MTG-DX2 thickness gauge (Checkline, USA). Specimen disks 80 mm in diameter were subjected to a pressure of 200 kPa for 5 s. The GM thickness T_g was defined as the mean of 10 thickness measurements. Forty measurements were performed: 10 for each area (S and U) for sites N and MN. However, the thickness of textured GM from site A could not be measured according to ASTM D5994 (2015) because the required presser and base points were unavailable in the laboratory. Therefore, a nominal thickness of 1.5 mm is considered for GM from site A.

6.3.2 Antioxidant/stabilizer levels

The antioxidant and stabilizer levels were assessed by differential scanning calorimetry (DSC) according to the standard oxidative-induction time (Std-OIT) described in ASTM D3895 (ASTM 2019a). Specimens were prepared from 1 cm-diameter disks that were die cut from the exhumed GMs. The thickness was reduced from 1.5 mm to 250 µm by compression molding using a hydraulic press (Fontijne Presses, Netherlands) at 160 °C. The specimen disks were then cut with a punch having 5 mm internal diameter corresponding to the internal diameter of the alumina pan. The alumina pan containing the sample was then placed inside an STD Q600 DSC analyzer (T.A. Instruments, US) for the Std-OIT test. A three-stage analysis was performed according to ASTM D3895 (2019a). First, in the heating and purging stage, the sample is heated at a rate of 20 °C/min from ambient temperature to 200 °C followed by an isotherm at 200 °C for 5 minutes under a constant flow of high-purity nitrogen (50 mL/min). Next, in the measurement stage, the gas is switched to high-purity oxygen at a flow rate of 50 mL/min with an isotherm of 200 °C until reaching an exothermic peak of oxidation. In the closing stage, the gas is switched to high-purity nitrogen and the instrument is cooled to ambient temperature. The analyses were performed in duplicate for each exhumation area of the three sites, for a total of 12 analyses. Higher Std-OIT indicates higher amounts of antioxidants and stabilizers in the GM. For a pristine GM, the minimum Std-OIT value is 100 min according to GRI GM13 (2021). When the Std-OIT reaches a plateau corresponding to its residual value (usually near 0 min), the antioxidants and stabilizers would be completely depleted (Hsuan and Koerner 1998; Ewais and Rowe 2014).

6.3.3 Carbonyl index

To assess the carbonyl index (CI), Scheirs' method (2009) was used. The GM infrared spectra were obtained using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy in attenuated total reflectance (ATR) according to ASTM E1252 (2013). The specimen (a disk 1 cm in diameter, 1.5 mm thick) was placed inside the spectrometer (Shimadzu IRTracer-100, Japan) and scanned for spectra acquisition at the specimen surface. The CI was determined as the ratio of the absorbance of the carbonyl group (C=O) generally observed at wavenumbers ranging from 1715 to 1740 cm^{-1} to the absorbance of the polyethylene (C-H) generally observed at wavenumbers ranging from 1462 to 1464 cm^{-1}. A total of 60 specimens were prepared: 10 specimens for each area (U and S) for each site (A, N, and MN). Of the 10 specimens, 5 were used for downside (D) scanning and the 5 others

for topside (T) scanning. The 5 scans from each side for each area of each site were then subjected to statistical analysis. The results were noted using symbols representing the site-area-side. For example, MN-U-D denotes the results of the downside scans for the unsettled area of GM from the Mid-North site. The T and D scans provide information about the degradation stage of the GM surface due to the effects of AMD exposure or photodegradation. Figure 6.2 shows that the D side was in contact with oxidized tailings for sites N and MN, whereas the T side could have been exposed to atmospheric conditions before the protective layer was installed. A comparison of the D and T scan results highlights the impact of AMD exposure on the GM surface degradation. For a pristine GM, CI should be equal to 0. CI increases with increasing amounts of carbonyl groups and decreasing amounts of polyethylene in the GM, indicating GM surface degradation.

6.3.4 Tensile tests

The tensile properties of the exhumed GMs were assessed by tensile testing according to ASTM D6693 (2020) at a test speed of 50 mm/min. For each area (U and S) for each site, 10 specimens were prepared in the two principal directions: 5 in machine direction (MD) and 5 in crossmachine direction (CD). Tests were performed with a BT1-FR020TN tensile bench (Zwick Roell GmbH, Germany). Each test gives the stress-strain curves for the determination of four parameters: the tensile yield strength (TYS), the percent yield elongation (PYE), the tensile break strength (TBS), and the percent break elongation (PBE) (ASTM 2020). In this study, 60 tensile tests were performed: 5 in each principal direction (MD and CD) for each area (U and S) for each site (A, N, and MN). The results are presented as site-area-direction. For example, A-U-MD denotes the tensile test results for specimens from the unsettled area of the Aldermac site in machine direction.

6.3.5 Permeability test

Permeability tests were performed using an in-house setup according to European standard NF EN 14150 (AFNOR 2006). Details of the setup and method are presented in Rarison (2021). The GM specimen (24 cm in diameter) is placed between two half cells, one upstream and one downstream, which are then filled with deaerated water keeping a pressure difference Δp of 100,000 Pa between the upstream and downstream side of the GM. The pressure and volume in the two half cells are monitored by a VJT2267 dual automatic hydraulic pressure/volume controller (VJ Tech, United Kingdom). The test provides the volumetric flux of deaerated water (Q) through the GM per unit

of time. The equivalent hydraulic conductivity K_g (m/s) can be then determined from Q (m^3/s) with mathematical transformations of the equation developed by Giroud and Bonaparte (1989) (see Eq. (6.1)):

$$K_g = \frac{Q \times \rho_w \times g \times T_g}{\Delta p \times A} \quad (6.1)$$

where ρ_w is the density of the deaerated water used with ρ_w = 995.67 kg/m^3 at 30 °C (Tanaka et al. 2001) (where 30 °C is the water temperature recorded by the pressure/volume controller), g is the acceleration due to gravity (9.81 m/s^2), T_g is the GM thickness (m) as determined with ASTM D5199 (2019b), Δp is the pressure difference (100,000 Pa), and A is the surface area (m^2) of the GM specimen. The area A corresponds to a disc surface for the internal diameter (20 cm) of the cell, where A = 0.0314 m^2.

For this study, 6 permeability tests were performed: one test for each area (S and U) for the three sites.

6.3.6 Oxygen sorption and diffusion tests

The oxygen mass flux through a GM sheet can be given by equation (6.2) (Sangam and Rowe 2001):

$$f = -D_g \frac{dC_g}{dz} = -S_{gf} \times D_g \frac{dC_f}{dz} = -P_g \frac{dC_f}{dz} \quad (6.2)$$

where f is the oxygen flux (kg/m^2/s), D_g is the oxygen diffusion coefficient (m^2/s), C_g is the oxygen concentration in the geomembrane (kg/m^3), z is the oxygen diffusion direction (m), S_{gf} is the oxygen partition coefficient (-), C_f is the oxygen concentration in the fluid, and P_g is the oxygen permeation coefficient (m^2/s).

The oxygen sorption and diffusion properties of the GM are determined using an -in-house sorption and diffusion testing setup (Rarison 2021) to obtain S_{gf} and D_g, respectively. P_g is then determined with Eq. (6.2). The sorption tests were performed using a sorption cell in which the two half-chambers were filled with pure oxygen. S_{gf} is then determined at equilibrium with the following mathematical transformation of the equation developed by Sangam and Rowe (2001):

$$S_{gf} = \frac{(C_{f0} - C_{fF})H_{cell}}{C_{fF} \times T_g} \quad (6.3)$$

where C_{f0} is the initial oxygen concentration, C_{fF} is the oxygen concentration at equilibrium, H_{cell} is the half-cell height(m), and T_g is the GM thickness (m).

The diffusion test is performed with a diffusion cell in which the source chamber is filled with pure oxygen and the receptor chamber is filled with pure nitrogen. During the test, the oxygen concentration in the source chamber decreases while the oxygen concentration in the receptor chamber increases. POLLUTE V. 7 software (Rowe and Booker 2004) is then used to interpret the test results to obtain D_g. The test is described in greater detail in Rarison (2021). Six tests were performed for GMs from each area (S and U) of the three sites.

6.4 Results

Table 6.2 summarizes the different properties of pristine GM (from the literature) and the measured properties of the GM exhumed from the three sites.

6.4.1 GM Thickness

Figure 6.4 shows the GM thicknesses (T_g) measured on GMs sampled from the unsettled (U) and settled (S) areas of the two sites (N and MN) with smooth GMs. Table 6.2 presents the results. All values exceed the nominal thickness of 1.5 mm, and GM thicknesses are lower for S than U. For example, for site M, T_g = 1.547 mm and 1.507 mm for U and S, respectively. The same finding is observed for site MN: $T_{g\text{-}U}$ = 1.566 mm > $T_{g\text{-}S}$ = 1.539 mm. Data were significantly drawn from a normally distributed population (using the Kolmogorov–Smirnov normality test at 0.05 significance). Two-sample t-tests were then conducted to compare GM thicknesses between U and S for same sites. Two-sample t-tests confirmed significant differences in the mean thickness between U and S at a 0.05 level. As expected, settlement appears to induce GM thinning.

Table 6.2. Properties of pristine GM versus GM exhumed from the three sites

Properties (units)		Pristine		Aldermac site[a]				Normetal site[b]				Mid-North site[b]			
		Smooth[a]	Textured[b]	Unsettled[c]		Settled[c]		Unsettled		Settled		Unsettled		Settled	
				MD[d]	CD[d]	MD	CD	MD	CD	MD	CD	MD	CD	MD	CD
Age (years)		0		10				13				20			
Geographical coordinates		-		N48°19'09.9" W79°13'58.5"		N48°13'09.6" W79°13'59.6"		N49°00'14.6" W79°21'38.8"		N49°00'12.1" W79°21'29.4"		N49°26'43" W78°23'53.5"		N49°26'37.7" W78°24'10.2"	
Physical	Tg (mm)	1.5[e]		1.5[e]				1.547		1.507		1.566		1.539	
Chemical	OIT (min)	>100[f]		134		135		221		201		102		120	
	CI (-)	0[g]		0.326		0.288		0.256		0.266		0.218		0.210	
Tensile	TYS (N/mm)	>22[f]		33.0	32.9	30.1	31.9	29.0	31.3	29.4	31.8	28.3	28.6	27.9	28.4
	PYE (%)	>12[f]		15.1	13.7	15.4	13.7	17.5	14.7	17.5	14.6	17.4	17.4	17.7	16.4
	TBS (N/mm)	>40[f]	>16[f]	37.5	36.6	38.7	36.9	47.6	53.2	51.2	50.9	66.0	64.8	60.6	60.3
	PBE (N/mm)	>700[f]	>100[f]	556	574	581	589	794	931	843	898	1008	998	910	940
Hydraulic	K_g (m/s)	$[1.10\times10^{-15};1.12\times10^{-14}]$[h]		1.3×10^{-14}		1.9×10^{-14}		5.5×10^{-15}		1.6×10^{-14}		2.9×10^{-14}		1.3×10^{-14}	
Oxygen partition coefficient S_g (-)		-		9.12		6.82		27.96		48.06		13.38		13.19	
Oxygen diffusion coefficient D_g (m^2/s)		$[1.79\times10^{-11};3.59\times10^{-11}]$[i]		3.10×10^{-13}		4.00×10^{-13}		2.20×10^{-13}		0.97×10^{-13}		1.50×10^{-13}		1.40×10^{-13}	
Oxygen permeation coefficient P_g (m^2/s)		-		2.83×10^{-12}		2.73×10^{-12}		6.15×10^{-12}		4.66×10^{-12}		2.01×10^{-12}		1.85×10^{-12}	

a Textured geomembrane

b Smooth geomembrane

c State of the exhumed area

d Sampling direction

e Nominal thickness

f Minimum values according to GRI GM13(2021)

g According to Scheirs (2009)

h According to Haxo Jr et al. (1984) and Giroud and Bonaparte (1989)

i According to Massey (2003) and Wagner Jr (2009) (for HDPE films)

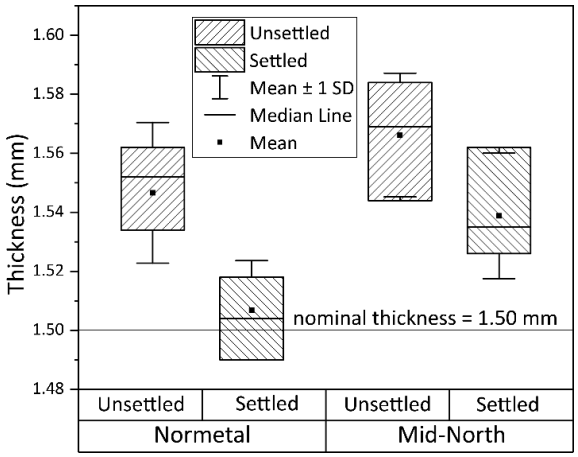


Figure 6.4. Box plots (with error bars) of the thickness for each area (unsettled and settled) of the Normetal and Mid-North sites

6.4.2 Antioxidant/stabilizer levels

Figure 6.5 shows an example of the standard oxidative-induction time (Std-OIT) determination for a sample from the unsettled (U) area of site MN according to ASTM D3895 (2019a), as described above. The heat flow remains stable after the gas switch to pure oxygen up to the exothermic peak, which began after 120 minutes of testing. The onset of the exothermic peak is obtained using the tangent method. The Std-OIT here is then determined as the origin of the exothermic peak (120 min) minus the time of the gas switch from N_2 to O_2 (19 min), in this case: Std-OIT = 101 min.

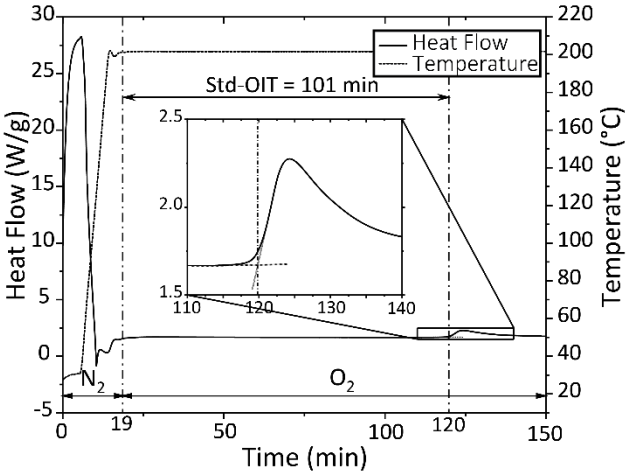


Figure 6.5. Example of Std-OIT measurement for a sample from the unsettled area of the Mid-North site

The Std-OIT results for all the exhumed GMs in this study are shown in Figure 6.6 and presented in Table 6.2. All values exceed the minimum requirement of 100 min for HDPE GMs according to GRI GM13 (2021). As expected, the lowest Std-OIT values are obtained for the oldest site (site MN, 20 years old), with mean values of 102 min and 120 min for GM exhumed from U and S areas, respectively. Thus, the oldest site shows the most advanced degradation stage. The highest Std-OIT values are observed for the 13-year-old site (N), with mean values of 221 min and 201 min for GM exhumed from U and S areas, respectively. The Std-OIT values for textured GM exhumed at the youngest site (site A, 10 years old) are about 134 min and 135 min for U and S areas, respectively. These values are lower than those for site N, which is 3 years older. This concurs with the literature, where degradation is faster for textured than smooth GMs (Morsy 2019; Morsy and Rowe 2019).

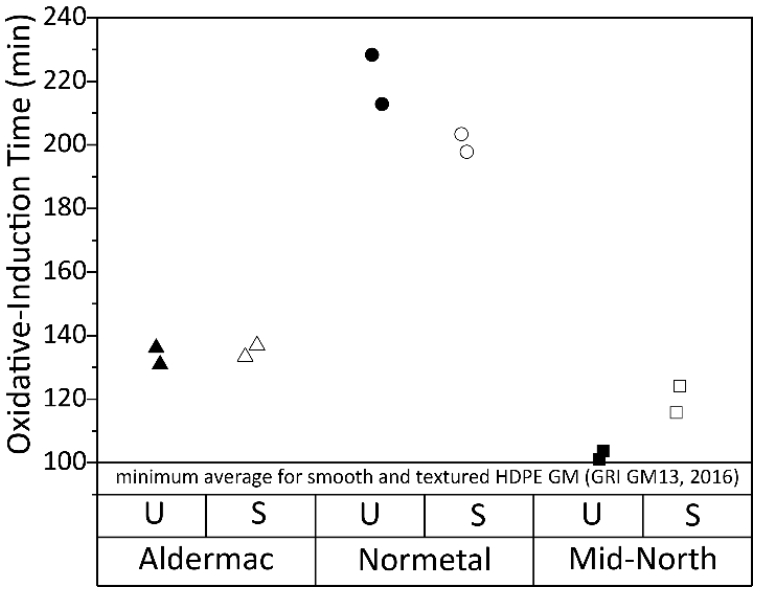


Figure 6.6. OIT of the GMs from each area of the three sites with the minimum requirement according to GRI GM13

6.4.3 Carbonyl index

Figure 6.7 shows an example of the carbonyl index determination by Fourier-transform infrared spectroscopy on the topside (T) of one of the 5 samples from the unsettled (U) area of site MN (MN-U-T). The absorbance of the polyethylene (C-H) is approximately 0.13355 and the absorbance of the carbonyl group (C=O) is approximately 0.03236, for a carbonyl index of 0.2423. A carbonyl index that exceeds zero indicates that degradation of the GM surface is underway.

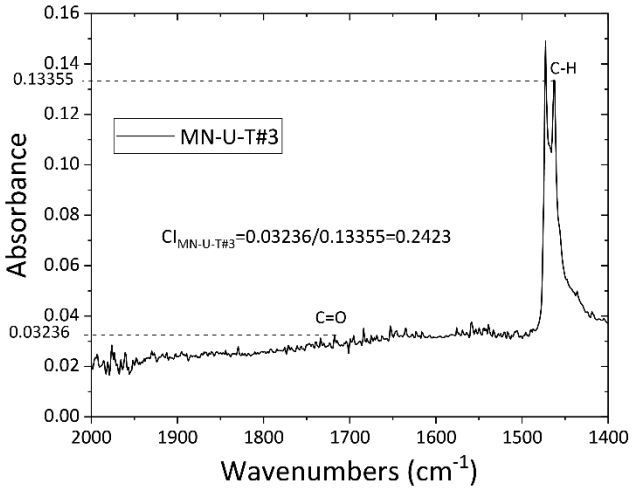


Figure 6.7. Example of CI determination for the topside of one of five samples from the unsettled area of the Mid-North site

The results for all the exhumed GMs are presented in Table 6.2 and data distributions are visualized as a box plot in Figure 6.8. Figure 6.2 shows that the GMs are installed directly above reactive tailings at sites MN and N. A comparison of the carbonyl index between the downside (D) and topside (T) for each area of each site allows assessing the effect of contact with reactive tailings. The CI was expected to be higher for D than T areas because the AMD from the tailings would accelerate GM degradation, as demonstrated by Gulec *et al.* (2003; 2004; 2005) and Rarison (2021). The results for site N are consistent with this hypothesis. Thus, for the U area, CI is 0.26 and 0.25 for D and T, respectively, and 0.28 and 0.26 for the S area. A significant difference in CI was found between D and T (using two-sample t-tests at 0.05 level). However, for the S area of site MN, no significant difference in CI is seen between D and T. For the U area, the CI for D (CI = 0.21) is significantly lower than for T (CI = 0.24), according to two-sample t-test at 0.05 level. The same is seen for site A: CI = 0.33 and 0.30 for T for U and S areas, respectively, compared to CI = 0.32 and 0.28 for D for U and S areas. Thus, contact with oxidized tailings shows an effect for the Normetal but not the Mid-North site.

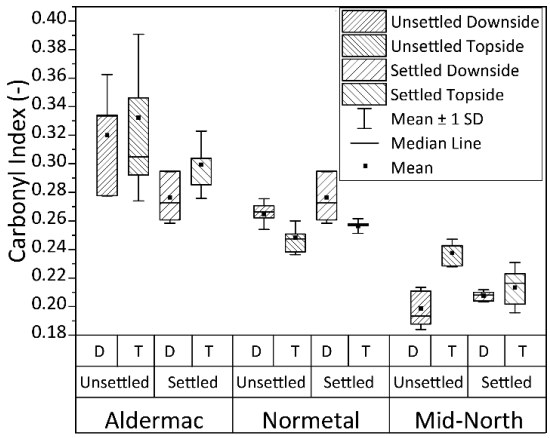


Figure 6.8. Carbonyl index box plots (with standard deviation as error bars) for the topside and downside of GMs from each area of the three sites

6.4.4 Tensile properties

The results for the tensile properties in machine direction (MD) and crossmachine direction (CD) are presented as box plots in Figure 6.9, depicting the yield properties (TYS and PYE) and break properties (TBS and PBE). The obtained tensile properties are compared to the minimum requirements for pristine HDPE GM according to GRI GM13 (2021) (see Table 6.2). The first observation is that, in the short term, all the tensile properties exceed the minimum requirements for smooth and textured HDPE GM (GRI 2021).

Regarding the tensile yield strengths (TYS) presented in Figure 6.9.a, the lowest and highest values are obtained for the oldest (site MN) and youngest (site A) GMs, respectively. Two-sample t-tests with a p-value of 0.05 showed that the results between the two directions (MD and CD) do not differ significantly for site MN, but anisotropy is present for the two other sites. This suggests that anisotropy could dissipate over time. However, a comparison of the results for unsettled (U) and settled (S) areas indicates no significant differences (using two-sample t-tests with a p-value of 0.05) across the three sites. Regarding the percent yield elongations (PYE), Figure 6.9.b shows a shorter PYE for textured than smooth GM from site A. Anisotropy is also present: PYE in MD is longer than PYE in CD for all three sites. No significant differences are seen between U and S areas, except for site MN. Thus, settlement appears to impact the yield properties. Regarding the tensile break strength (TBS) and percent break elongation (PBE), Figure 6.9.c and Figure 6.9.d show lower break properties for textured GM (site A) than smooth GM (sites N and MN),

respectively. The break properties for GM from site N, where contact with oxidized tailings wielded an effect, are lower than those for GM from the MN site, which is 7 years older. Hence, contact with oxidized tailings appears to reduce the break properties. The break properties appear to be isotropic: using two-sample t-tests with a p-value of 0.05, no significant differences were observed between the results in MD and CD. Furthermore, no significant differences were observed between the results for U and S areas, except for site MN, where the break properties are significantly superior for U compared to S. Hence, settlement would reduce the GM break properties.

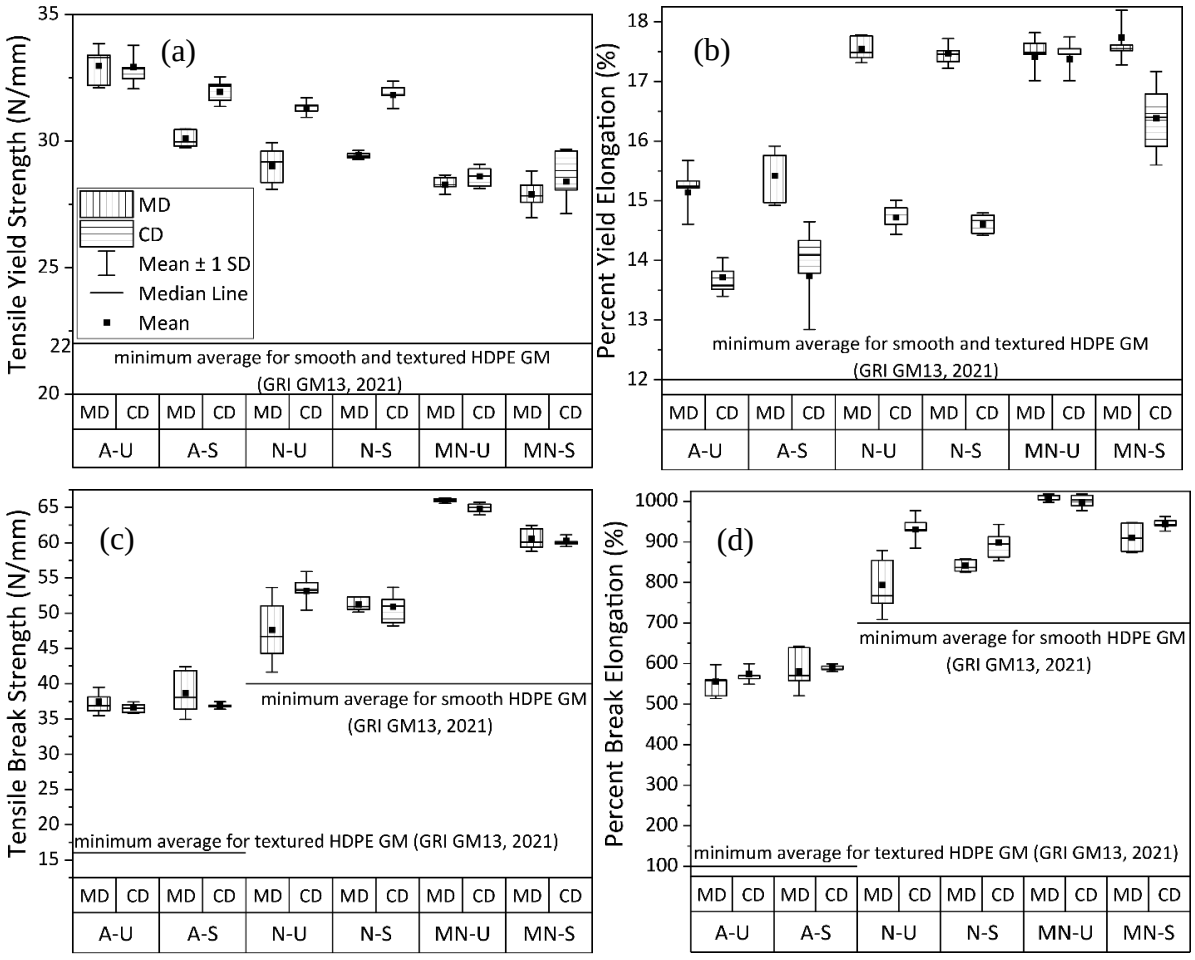


Figure 6.9. Tensile properties box plots (with standard deviations as error bars) in machine and crossmachine direction for each area of the three sites with GRI GM13 (2021) minimum requirement: a) tensile yield stress, b) percent yield elongation, c) tensile break strength, and d) percent break elongation

6.4.5 Permeability

Figure 6.10 presents the equivalent hydraulic conductivity (K_g) for all the exhumed GMs with the standard error of measurement (SEM) determined from preliminary tests as presented in Rarison (2021). The typical value range for pristine HDPE GMs is also presented in Figure 6.10 (1.15×10^{-15} m/s $\leq K_g \leq 1.12\times10^{-14}$ m/s) (Haxo Jr et al. 1984; Giroud and Bonaparte 1989). Most of the measured K_g values exceed the range for pristine GM except for GM exhumed from the U area of site N, at within one order of magnitude of these typical values. For sites A and N, K_g tends to be lower for GMs from the U compared to the S area, as expected. As seen with the thickness result, the strain induced by the differential settlement could reduce GM thickness and hence weaken the GM, thereby decreasing the water barrier ability (increased Kg). However, the opposite finding was obtained for site MN.

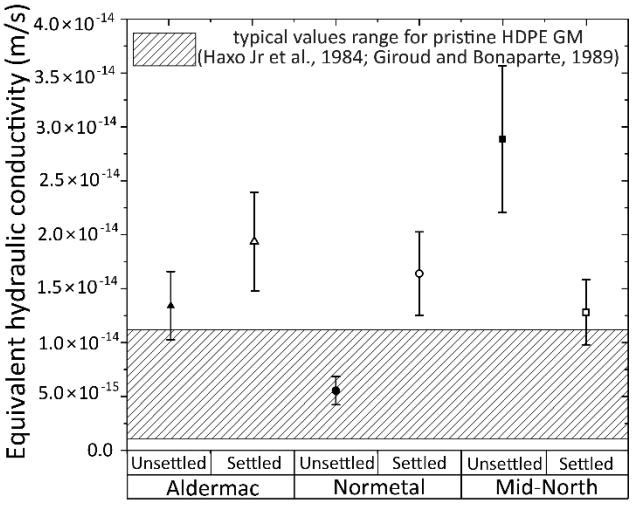


Figure 6.10. Equivalent hydraulic conductivity (with error bars) for GMs exhumed from the unsettled (U) and settled (S) areas of the Aldermac, Normetal, and Mid-North sites with the typical results range for pristine HDPE GMs

6.4.6 Oxygen sorption and diffusion properties

Table 6.2 presents the oxygen sorption and diffusion properties, i.e., the partitioning coefficient (S_{gf}), diffusion coefficient (D_g), and permeation coefficient (P_g), for the GMs exhumed from the three sites. Figure 6.11 presents the D_g values (with error bars for the measurements as determined by Rarison (2021)) for the GMs from each area (S and U) of the three sites. Figure 6.11 also presents the typical range of D_g values (1.79×10^{-11} m^2/s $\leq D_g \leq 3.59\times10^{-11}$ m^2/s) for pristine HDPE

films (thickness < 0.250 mm) (according to Massey 2003; and Wagner Jr. 2009). The D_g order of magnitude for the exhumed GMs is about 10^{-13} m^2/s. The D_g experimental values are lower than typical for pristine HDPE films. However, the D_g experimental values are within the same order of magnitude as for the pristine HDPE GM examined by the authors in the previous study, where D_g = (5.8±4.8) $\times 10^{-13}$ m^2/s (Rarison 2021). Moreover, the GM service life would not impact the oxygen diffusion properties because the GMs are at the same degradation stage. The D_g for the textured GM also appears to slightly exceed those for smooth GMs. This could be due to the corrugation of textured GMs, resulting in a larger exposure area, which would promote diffusion (Morsy and Rowe 2019).

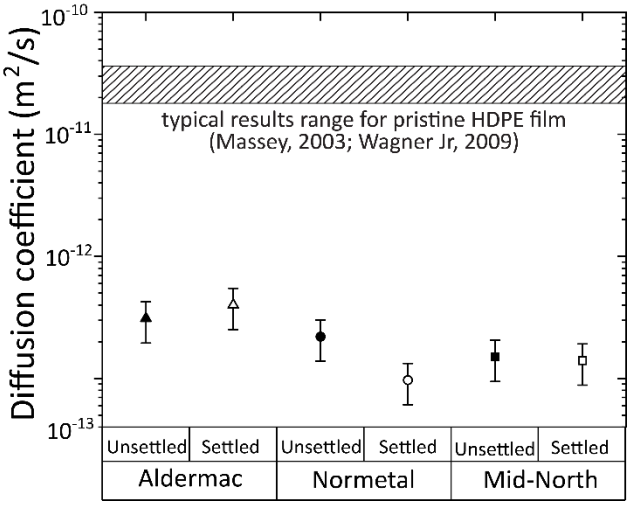


Figure 6.11. Oxygen diffusion coefficient D_g (with error bars) for GMs exhumed from the unsettled (U) and settled (S) areas of the Aldermac, Normetal, and Mid-North sites with the typical values range for pristine HDPE material

6.5 Discussion

Although the geomembranes (GMs) examined in this study were exhumed from unsettled and settled areas of mine reclamation sites, the settlement was not quantified. The settled area was defined as an area where a local depression was observed. Therefore, the settlement intensity could differ significantly among the three sites. However, the effect of settlement could be assessed by comparing the results between samples exhumed from unsettled (U) and settled (S) areas (see Table 6.2). In terms of GM thickness, settlement would induce GM thinning, which could form a problematic weakness zone. Mechanically, the thinned GM could provide a zone for the initiation

of environmental stress cracking, to which HDPE GM is susceptible, as well as a low mechanical resistance zone. Thinning would also reduce the GM durability, because thinner material would degrade faster (Scheirs 2009; Rowe and Ewais 2014). Hence, lower Std-OIT results were expected for the settled area (with thinner GM) than the unsettled area (with thicker GM). This proved to be true for site N but not for sites A or MN. Given the similar Std-OIT for the samples from the U and S areas of site A, the settlement intensity would not impact GM degradation at this site. For site MN, however, another parameter would have caused the more advanced degradation (lower Std-OIT) for MN-U compared to MN-S. Settlement could also impact the GM mechanical properties: lower PYE, TBS, and PBE were observed for GMs from site MN. Notably, no effect was observed on the GM fluid barrier ability, with K_g, D_g, and P_g for the GMs from unsettled and settled areas within the same order of magnitude.

The effect of AMD exposure on the GM properties was assessed using the results from sites MN and N, where the GMs were in direct contact with oxidized tailings (see Figure 6.2). The superficial degradation was compared using the CI obtained from the GM topside (T: in contact with inert material) and from the GM downside (D: in contact with oxidized tailings). The effect of the exposure was observed only at site N. This could be due to the differences in tailings properties between the two sites. The impact of this exposure was reflected in the lower break properties of the GMs from site N compared to site MN, which is 7 years older and where the effect of AMD exposure was not observed. AMD exposure would reduce the GM mechanical resistance. However, no effect was observed on the fluid barrier ability for the GM, given the actual degradation stage. Because the GM at the Aldermac site is not in contact with oxidized tailings, there was a possible effect of photodegradation. The accelerated degradation at the topside could be caused by lengthy exposure to atmospheric conditions, with GM surface photodegradation due to UV rays prior to installation of the protection layer (Scheirs 2000; Müller 2007; Scheirs 2009).

In the present study, no clear change trends were found in any of the properties with respect to service life. This may be due to the two HDPE GM types examined: textured versus smooth (Morsy and Rowe 2019). Even for 1.5 mm-thick smooth HDPE GM at sites MN and N, no clear trends were observed. The difficulty in identifying clear trends may be due to: 1) the different compositions of the two GMs; and 2) the different in-situ conditions (e.g., temperature, exposure, and strain) (Müller 2007; Scheirs 2009; Koerner 2012). Hence, the importance of considering results site by site. To further assess the effects of service life, the different characterizations

performed in the present study should be repeated in future studies. Moreover, a broad range of GM compositions and in-situ conditions should be considered.

Due to their limited size, the exhumed GM samples used in this study are not representative of the whole installed GMs in the cover systems. Thus, the samples were of the order of m^2 whereas the sites are of the order of several hectares. It is noteworthy that no defects were observed visually during exhumation, whereas defects (e.g., holes and cracks) could be generated during installation or service. Accordingly, the results obtained in this study provide information on the properties of GMs without apparent defects. To improve the representativeness of the results, the number and/or the dimensions of the sampling areas should be increased to raise the chances of locating defects, and samples with defects should be included in the testing.

6.6 Conclusions

For the geomembranes (GMs) exhumed from the Aldermac, Normetal, and Mid-North mining sites 10, 13, and 20 years after installation, respectively, it can be concluded that:

- The tested GM specimens remain in the first degradation stage of antioxidant depletion, even after 20 years at the Mid-North site.
- The GMs meet all GRI GM13 requirements in terms of chemical and tensile properties.
- The equivalent hydraulic conductivity values are within the order of magnitude of 10^{-14} m/s.
- The oxygen diffusion and permeation coefficients are within the order of magnitude of 10^{-13} m^2/s and 10^{-12} m^2/s, respectively.

At the scale of the tested samples, HDPE GMs do not present defects, and they appear to have retained their chemical, mechanical, and hydrogeological properties. However, further in-service quality controls would be required (e.g., every 10 years) to monitor changes in GM properties. In the absence of the properties of pristine GM, the results presented here provide reference values for future works. Moreover, the localization of the exhumation areas in this study serves to prevent future samplings from GMs that replaced the exhumed GMs.

The results of this study do not support the posited accelerated degradation of GM when in contact with oxidized tailings. Nevertheless, it is recommended to prevent such contact with an appropriate (inert) support layer. This would reduce the chemical attack risk on the GM. It was seen that settlement induced thinning, resulting in lower sealing performance. It is therefore recommended to install GM cover systems at mine sites where substantial settlement is not expected.

Although this study was performed on small-scale samples, it is well known that the performance of a GM cover system is significantly affected by the scale. Therefore, fieldwork at a larger scale should also be performed to obtain a better understanding of the real short- and long-term performance of GMs used as low permeability layers in cover systems. Further investigations should include assessments of the influence of temperature and settlement on GM stress states as well as the GM water percolation control performance using in situ data and large-scale infiltration tests.

Acknowledgments

This study was funded by the NSERC and the industrial partners of the Research Institute on Mine and Environment (RIME UQAT-Polytechnique: https://irme.ca/en/) through the Industrial NSERC-UQAT Chair on Mine Site Reclamation. The authors would like to acknowledge the Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles du Québec (Québec's Ministry of Natural Resources) for granting access to the sites and Professor Ahmed Koubaa for use of the Laboratoire de BIOMATÉRIAUX (Biomaterials Lab) at UQAT. The authors would also like to acknowledge the owner of the Mid-North site for authorizing the use of data. The authors would also like to acknowledge the contribution of the copy editor, Margaret McKyes.

References

AFNOR. 2006. NF EN 14150 Détermination de la perméabilité aux liquides. Association Française de Normalisation, www.afnor.org, La Plaine Saint-Denis, France.

Andersland, O.B., and Ladanyi, B. 2004. Frozen ground engineering. John Wiley & Sons.

ASTM. 2006. D5199-01 Standard test method for measuring the nominal thickness of geosynthetics. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2013. E1252-98(2013)E1 Standard practice for general techniques for obtaining infrared spectra for qualitative analysis. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2015. D5994 / D5994M - 10(2015)E1 Standard test method for measuring core thickness of textured geomembranes. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2019a. D3895-19 Standard test method for oxidative-induction time of polyolefins by differential scanning calorimetry. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2019b. D5199-12 Standard test method for measuring the nominal thickness of geosynthetics. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2020. D6693/D6693M - 20 Standard test method for determining tensile properties of nonreinforced polyethylene and nonreinforced flexible polypropylene geomembranes. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

Aubertin, M., Bussière, B., and Bernier, L. 2002. Environnement et gestion des résidus miniers.[Cd-Rom]. Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec.

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M., and Mbonimpa, M. 2016. Review of the reclamation techniques for acid-generating mine wastes upon closure of disposal sites. *In* Geo-Chicago 2016. pp. 343-358.

Benson, C.H., Kucukkirca, I.E., and Scalia, J. 2010. Properties of geosynthetics exhumed from a final cover at a solid waste landfill. Geotextiles and Geomembranes, 28(6): 536-546. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2010.03.001.

Blond, E., Bouthot, M., Vermeersch, O., and Mlynarek, J. 2003. Selection of protective cushions for geomembranes puncture protection. *In* Proceedings of the 56th annual conference of the Canadian Geotechnical Society, Winnipeg, Canada.

Bradley, C., Meiers, G., Mayich, D., O'Kane, M., and Shea, J. 2016. Use of a conceptual model in advance of numerical simulations to demonstrate an understanding of loading from a reclaimed wate rock pile. *In* 41st CLRA National Annual General Meeting and Conference

(2016). Conference Proceedings, MCIntyre Arena, Timmins, Ontario, June 26-29. *Edited by* CLRA, Timmins, ON. pp. 9-23.

Budiman, J. 1994 Effects of temperature on physical behavior of geomembranes. *In* Proceedings of the Fifth International Conference on Geotextiles, Geomembranes, and Related Products. International Geosynthetics Society, Easley, SC, USA. pp. 1093-1096.

Bussière, B., and Guittonny, M. 2020. Hard rock mine reclamation: from prediction to management of acid mine drainage. CRC Press.

Bussière, B., Aubertin, M., and Chapuis, R.P. 2003. The behavior of inclined covers used as oxygen barriers. Canadian Geotechnical Journal, 40(3): 512-535. doi:10.1139/t03-001.

Comer, A.I., and Hsuan, Y.G. 1996. Freeze-thaw cycling and cold temperature effects on geomembrane sheets and seams. US Department of the Interior, Bureau of Reclamation, Materials Engineering and Research Laboratory Group, Civil Engineering Services, Technical Service Center.

Cyr, J. 2008. La restauration du site minier aldermac : un projet de 16,5m$. *In* QuébecMines, Bulletin d'information minière. *Edited by* Q. MRNF, Québec.

Cyr, J. 2011. Restauration des sites miniers-présentation du 22 septembre 2011. MRNF, Québec.

Demers, I., and Pabst, T. 2020. Covers with capillary barrier effects. *In* Hard rock mine reclamation: from prediction to management of acid mine drainage, CRC Press: 167-186.

ECBC. 2014. Former mine site closure program – update 2013-2014. Enterprise Cape Breton Corporation.

Ewais, A., and Rowe, R.K. 2014. Degradation of 2.4 mm-HDPE geomembrane with high residual HP-OIT. *In* 10th International Conference on Geosynthetics (10th ICG).

Giroud, J., and Bonaparte, R. 1989. Leakage through liners constructed with geomembranes—Part I. Geomembrane liners. Geotextiles and Geomembranes, 8(1): 27-67.

Grassie, N., and Scott, G. 1985. Polymer degradation and stabilization. Cambridge University Press, New York, USA. pp. 222.

GRI. 2021. GM13 Standard specification for test methods, test properties and testing frequency for high-density polyethylene (HDPE) smooth and textured geomembranes. Geosynthetic Institute (GSI), Folsom, PA, United States.

Gulec, S., Benson, C.H., and Edil, T. 2003. Effect of acid mine drainage (AMD) on the engineering properties of geosynthetics. *In* Tailings and Mine Waste 2003: Proceedings of the 10th International Conference, Vail, Colorado.

Gulec, S., Edil, T., and Benson, C. 2004. Effect of acidic mine drainage on the polymer properties of an HDPE geomembrane. Geosynthetics International, 11(2): 60-72.

Gulec, S., Benson, C., and Edil, T. 2005. Effect of acidic mine drainage on the mechanical and hydraulic properties of three geosynthetics. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 131(8): 937-950.

Haxo Jr, H., Miedema, J., and Nelson, N. 1984. permeability of polymeric membrane lining materials. Technical Paper. Matrecon, Inc., Oakland, CA (USA).

Hsuan, Y., and Koerner, R. 1998. antioxidant depletion lifetime in high-density polyethylene geomembranes. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 124(6): 532-541.

Hsuan, Y., Koerner, R., and Comer, A. 2013. Cold temperature and freeethaw cycling behavior of geomembranes and their seams (GSI White Paper 28). Geosynthetic Institute.

Hsuan, Y., Schroeder, H., Rowe, K., Müller, W., Greenwood, J., Cazzuffi, D., and Koerner, R. 2008. Long-term performance and lifetime prediction of geosynthetics. *In* Proceedings of the 4th European Conference on Geosynthetics, Edinburgh, Scotland. Keynote paper.

Hsuan, Y.G., Koerner, R.M., and Lord, A.E. 1993. stress-cracking resistance of high-density polyethylene geomembranes. Journal of Geotechnical Engineering, 119(11): 1840-1855. doi:10.1061/(ASCE)0733-9410(1993)119:11(1840).

Koerner, G.R., Eith, A.W., and Tanese, M. 1999. Properties of exhumed HDPE field waves. Geotextiles and Geomembranes, 17(4): 247-261. doi:https://doi.org/10.1016/S0266-1144(98)00024-7.

Koerner, R.M. 2012. Designing with geosynthetics. Xlibris Corporation.

Koerner, R.M., Lord, A.E., and Hsuan, Y.H. 1992. Arrhenius modeling to predict geosynthetic degradation. Geotextiles and Geomembranes, 11(2): 151-183. doi:https://doi.org/10.1016/0266-1144(92)90042-9.

Koerner, R.M., Wilson-Fahmy, R.F., and Narejo, D. 1996. Puncture protection of geomembranes Part III: Examples. Geosynthetics International, 3(5): 655-675. doi:10.1680/gein.3.0079.

Lacasse, A., and Amiri, A. 1988. Etude de l'action du gel sur les routes. ministère des transports du Québec. Rapport d'étude. Gouvernement du Québec. Ministère des Transport. Québec, Canada.

Landry, B., and Senay, D. 2010. Portrait et enjeux miniers de l'Estrie-version préliminaire du 20 mai 2010. Commission régionale sur les ressources naturelles et le territoire - PRDIRT.

Lottermoser, B.G. 2010. Mine wastes: characterization, treatment and environmental impacts, 3rd Edition. Springer, Berlin, Heidelberg.

Maqsoud, A., Bussière, B., and Mbonimpa, M. 2020. Low saturated hydraulic conductivity covers. *In* Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press: 93-114.

Martin, J., and Gardner, R. 1985. Use of plastics in corrosion resistant instrumentation. National Association of Corrosion Engineers, Managing Corrosion With Plastics., 6: 126-132.

Massey, L.K. 2003. Permeability properties of plastics and elastomers: a guide to packaging and barrier materials. William Andrew.

Maurice, R. 2002. Restauration du site minier Poirier (Joutel) – Expériences acquises et suivi des travaux. *In* Défis & Perspectives: Symposium 2002 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, 3-5 novembre 2002. Rouyn-Noranda, QC, CA. Développement Économique Canada/Ministère des Ressources Naturelles du Québec/CIM.

Maurice, R. 2012. Normétal mine tailings storage facility HDPE cover: design considerations and performance monitoring. *In* 9th International Conference on Acid Rock Drainage. Ontario, ON, CA. *Edited by* W.A. Price. Mine Environment Neutral Drainage (MEND).

McWatters, R.S., Rutter, A., and Rowe, R.K. 2016a. Geomembrane applications for controlling diffusive migration of petroleum hydrocarbons in cold region environments. Journal of

Environmental Management, 181: 80-94. doi:https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.05.065.

McWatters, R.S., Rowe, R.K., Battista, V.D., Sfiligoj, B., Wilkins, D., and Spedding, T. 2020. Exhumation and performance of an antarctic composite barrier system after 4 years exposure. Canadian Geotechnical Journal, 57(8): 1130-1152. doi:10.1139/cgj-2018-0715.

McWatters, R.S., Rowe, R.K., Wilkins, D., Spedding, T., Jones, D., Wise, L., Mets, J., Terry, D., Hince, G., Gates, W.P., Di Battista, V., Shoaib, M., Bouazza, A., and Snape, I. 2016b. Geosynthetics in Antarctica: performance of a composite barrier system to contain hydrocarbon-contaminated soil after three years in the field. Geotextiles and Geomembranes, 44(5): 673-685. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2016.06.001.

Meiers, G. 2015. Use of analytical estimates and water balance components to estimate leakage rates through cover systems utilizing a geomembrane. *In* ACR 2015 October 21-22, 2015. Fredericton, New Brunswick, Canada.

Meiers, G., O'Kane, M., and Mayich, D. 2012. field performance monitoring of a cover system with geosynthetic layers, case study–Franklin waste rock pile, Sydney NS. O'Kane Consulting.

Meiers, G., O'Kane, M., Mayich, D., Shea, J., and Barteaux, M. 2014. Evaluation of in service performance of cover systems that utilize a geosynthetic layer. O'Kane Consulting.

Meiers, G., O'Kane, M., Mayich, D., Weber, P., Bradley, C., and Shea, J. 2015. Closure of legacy waste rock piles: can we achieve passive treatment to manage residual seepage in the short term? *In* 10th International Conference on Mine Closure, June 1-3, 2015, Vancouver, Canada.

MEND. 2009. Mine waste covers in cold regions, Report 1.61.5a. MEND.

MEND. 2010. Cold regions cover research, Report 1.61.5b. MEND.

MEND. 2012. Cold regions cover system design technical guidance document, Report 1.61.5c. MEND.

Mine Raglan. 2015. Étude d'impact sur l'environnement et le milieu social. Volume 1. Décembre 2015. SNC-Lavalin.

Morsy, M. 2019. Effect of chemical and physical ageing on the longevity of smooth and textured geomembranes in geoenvironmental applications. PhD Thesis. Department of Civil Engineering. Queen's University. Kingston, Ontario, Canada

Morsy, M., and Rowe, R.K. 2019. Effect of texturing on the longevity of high-density polyethylene (HDPE) geomembranes in municipal solid waste landfills. Canadian Geotechnical Journal, 57(1): 61-72.

MRNF. 2009. Rehabilitation of site No.1 at the Eustis mining complex (municipalité du canton de Hatley). Québec Mines, Bulletin d'Information Minière, Juin 2009, Ministère des Ressources Naturelles et Faune, Québec.

Müller, W.W. 2007. HDPE Geomembranes in Geotechnics. Springer.

Narejo, D., Koerner, R., and Wilson-Fahmy, R. 1996. Puncture protection of geomembranes Part II: Experimental. Geosynthetics International, 3(5): 629-653.

Noval, A., Blanco, M., Castillo, F., Leiro, A., Mateo, B., Zornberg, J., Aguiar, E., Torregrosa, J., and Redón, M. 2014. Long-term performance of the HDPE geomembrane at the "San Isidro" reservoir. *In* 10th International Conference on Geosynthetics. pp. 427-440.

Patterson, B., Robertson, B., Woodbury, R., Talbot, B., and Davis, G. 2006. Long-term evaluation of a composite cover overlaying a sulfidic tailings facility. Mine Water and the Environment, 25(3): 137-145.

Peggs, I.D., Schmucker, B., and Carey, P. 2005. Assessment of maximum allowable strains in polyethylene and polypropylene geomembranes. *In* Waste Containment and Remediation. pp. 1-16.

Power, C., Ramasamy, M., MacAskill, D., Shea, J., MacPhee, J., Mayich, D., Baechler, F., and Mkandawire, M. 2017. Five-year performance monitoring of a high-density polyethylene (HDPE) cover system at a reclaimed mine waste rock pile in the Sydney Coalfield (Nova Scotia, Canada). Environmental Science and Pollution Research, 24(34): 26744-26762. doi:10.1007/s11356-017-0288-4.

Rarison, R.F.M. 2021. Évaluation de la performance des géomembranes à contrôler les flux de fluides dans les recouvrements miniers en milieu froid. Thèse de doctorat. Département des

génies civil, géologiques et des mines, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal - Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

Rollin, A.L., Lambert, S., and Pierson, P. 2002. Géomembranes: guide de choix sous l'angle des matériaux. Presses Inter Polytechnique.

Rowe, R.K., and Booker, J.R. 2004. Pollute V. 7 – 1D pollutant migration through a non-homogeneous soil, Whitby, Ontatrio, Canada.

Rowe, R.K., and Ewais, A.M.R. 2014. Antioxidant depletion from five geomembranes of same resin but of different thicknesses immersed in leachate. Geotextiles and Geomembranes, 42(5): 540-554. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2014.08.001.

Rowe, R.K., Rimal, S., Arnepalli, D.N., and Bathurst, R.J. 2010. Durability of fluorinated high-density polyethylene geomembrane in the Arctic. Geotextiles and Geomembranes, 28(1): 100-107. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2009.10.012.

Sangam, H.P., and Rowe, R.K. 2001. Migration of dilute aqueous organic pollutants through HDPE Geomembranes. Geotextiles and Geomembranes, 19(6): 329-357.

Scheirs, J. 2000. Compositional and failure analysis of polymers: a practical approach. John Wiley & Sons.

Scheirs, J. 2009. A guide to polymeric geomembranes: a practical approach. John Wiley & Sons.

Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A., and Bignell, N. 2001. Recommended table for the density of water between 0 C and 40 C based on recent experimental reports. Metrologia, 38(4): 301.

Tognon, A.R., Rowe, R.K., and Moore, I.D. 2000. Geomembrane strain observed in large-scale testing of protection layers. Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 126(12): 1194-1208. doi:doi:10.1061/(ASCE)1090-0241(2000)126:12(1194).

Turcotte, S., Trépanier, S., and Bussière, B. 2021. Restauration des sites miniers abandonnés au Québec : un état de la situation et revue des solutions appliquées. *In* Symposium 2021 Mines et Environnement, Rouyn-Noranda, Québec, Canada. 14-15 juin 2021.

Wagner Jr, J.R. 2009. Multilayer flexible packaging: technology and applications for the food, personal care, and over-the-counter pharmaceutical industries. Elsevier Science.

Yesiller, N., Hanson, J.L., Bussière, B., Pabst, T., and Aubertin, M. 2018. Use of geomembranes in reclamation covers for reactive mining waste disposal sites. *In* 71st Canadian Geotechnical Conference. Edmonton, AB, CA.

Yu, Y., and Rowe, R.K. 2018a. Development of geomembrane strains in waste containment facility liners with waste settlement. Geotextiles and Geomembranes, 46(2): 226-242. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.11.004.

Yu, Y., and Rowe, R.K. 2018b. Modelling deformation and strains induced by waste settlement in a centrifuge test. Canadian Geotechnical Journal, 55(8): 1116-1129.

Zetchi, M. 2017. Utilisation des géomembranes au québec. MRNF.

Zetchi, M., and Fouquet, G. 2017. Restauration du site minier abandonné Barvue. *In* QuébecMines 2017, 20-23 Novembre 2017, Québec. *Edited by* Q. Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles.

CHAPITRE 7 DISCUSSION GÉNÉRALE

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont porté sur l'étude des propriétés chimiques, mécaniques, hydrauliques et de sorption/diffusion d'oxygène des GM dans le contexte des systèmes de recouvrement pour la restauration de sites miniers en milieu froid et acide. En premier lieu, l'effet des cycles de gel-dégel contrôlés a été étudié au Chapitre 4. Par la suite, l'effet de l'exposition au drainage minier acide dans des bains d'immersion a été traité au Chapitre 5. Finalement, propriétés de GM installées dans des systèmes de recouvrement existants ont été examinées au Chapitre 6.

Dans ces chapitres, les différents aspects spécifiques ont été discutés, notamment :

- L'influence des cycles de gel-dégel sur les contraintes et déformations admissibles des GM (Chapitre 4).
- L'estimation du temps de déplétion des antioxydants et l'influence de la configuration sur ce temps de déplétion des antioxydants (Chapitre 5).
- Les paramètres qui influencent la durabilité des GM sur le terrain (Chapitre 6).

Ces sujets ne seront plus abordés dans le présent chapitre qui discute des méthodes de caractérisation et de dégradation au laboratoire ainsi que de leurs limites. Un point sera également discuté en lien avec l'efficacité des géomembranes comme barrière aux fluides.

7.1 Méthodes de caractérisation

7.1.1 Essais de traction

Des essais préliminaires ont été menés afin de déterminer la direction de préparation des échantillons pour les essais mécaniques et définir la méthode à suivre.

7.1.1.1 Anisotropie des propriétés mécaniques des GM

Une étude de l'anisotropie des propriétés mécaniques des GM a été menée afin de déterminer les directions suivant lesquelles les échantillons pour les essais de traction devraient être découpés. Pour ce faire, des échantillons de GM en PEHD et en PEBDL ont été découpés suivant trois directions : la direction d'enroulement de la GM notée MD, la direction perpendiculaire notée CD

et la direction diagonale notée DD. Les propriétés mécaniques dans chaque direction ont par la suite été déterminées avec des essais de traction suivant la norme ASTM D638 (2014a) pour obtenir 5 paramètres : le module de Young E avec un extensomètre, la limite élastique LE, l'élongation à la limite élastique ELE, la résistance à la traction RT et l'élongation à la rupture ER. Dix essais de traction ont été réalisés suivant chaque direction et pour chaque type de GM. Ainsi pour les essais préliminaires sur l'étude de l'anisotropie, une soixantaine d'essais de traction ont été effectués.

Les résultats de ces essais sont présentés sur la Figure 7.1 sous forme de boîte à moustache avec un écart-type en barre d'erreur. Cette figure montre qu'il y a une variabilité des données pour chacune des propriétés suivant les trois directions. Des analyses de la variance (ANOVA) (Barr et al., 1976) ont ainsi été réalisées afin de voir si les différences des résultats obtenus suivant chaque direction étaient significatives. La normalité et l'homoscédasticité des données ont respectivement été vérifiées avec des tests de Kolmogorov-Smirnov (Lilliefors, 1967; Razali & Wah, 2011) et de Levene (Levene, 1961). Les tests ont été réalisés avec un seuil de 5%.

Le Tableau 7.1 montre un exemple de résultats du test de normalité de Kolmogorov-Smirnov effectué pour les E des GM en PEBDL. Pour que la normalité soit vérifiée, il faut que la valeur p soit supérieure au seuil de 5%. Ainsi les valeurs p obtenues en utilisant données recueillies suivant les trois directions indiquent que les distributions des données suivent une loi normale.

Tableau 7.1 : Résultats du test de normalité de Kolmogorov-Smirnov pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions

Direction	Degré de liberté	Statistique	p	Indication
MD	10	0,12	1,00	Distribution normale
CD	10	0,14	1,00	Distribution normale
DD	10	0,21	0,71	Distribution normale

Le tableau du test de Levene pour la vérification de l'homoscédasticité est présenté au Tableau 7.2 pour le même exemple des E des GM en PEBDL suivant les trois directions. Pour que l'homoscédasticité soit vérifiée, il faut que la valeur p soit supérieure au seuil de 5%, ce qui a été vérifié ici.

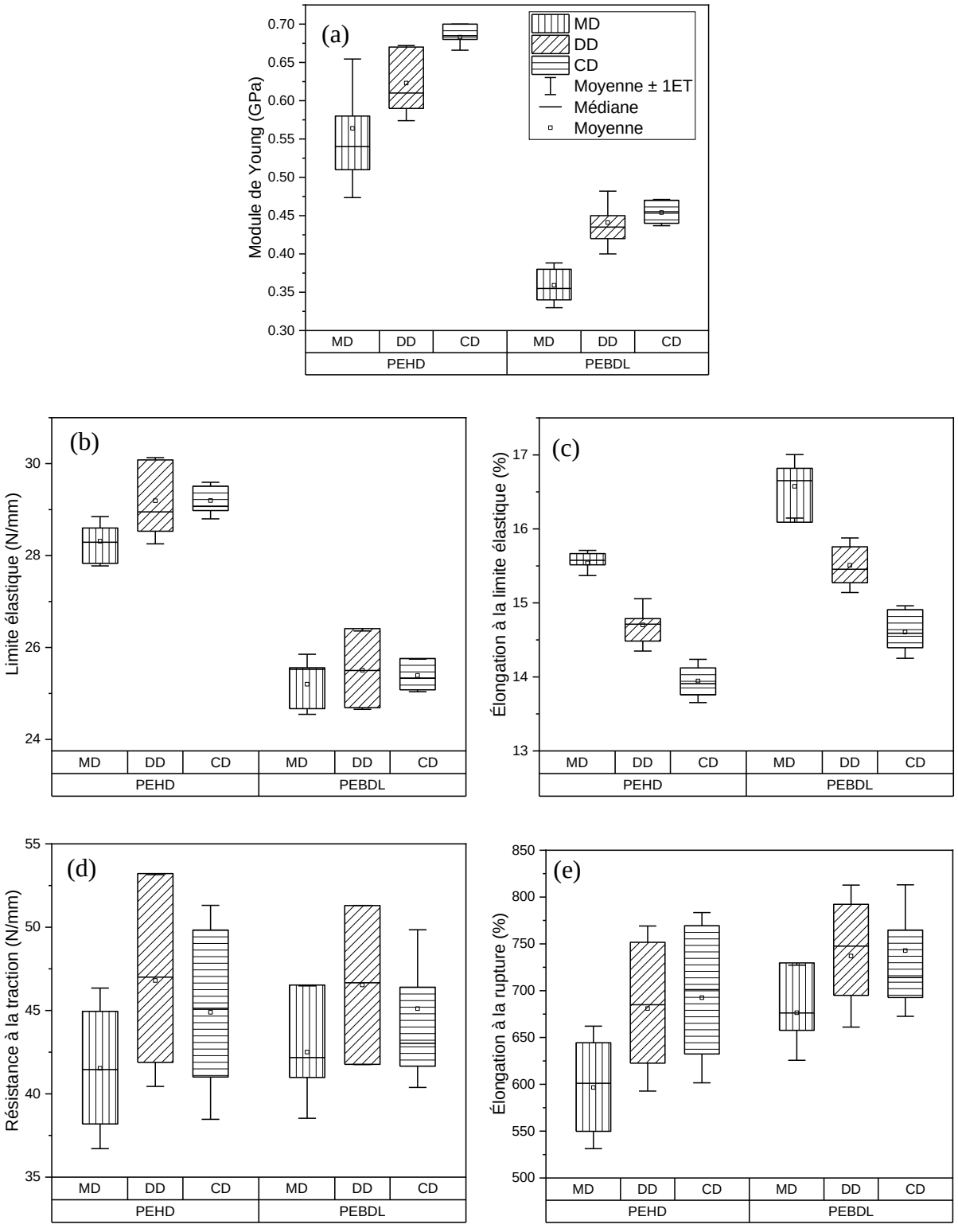


Figure 7.1 : Propriétés mécaniques en traction des GM en PEHD et en PEBDL suivant les trois directions MD, CD et DD: a) E, b) LE, c) ELE, d) RT et e) ER

Tableau 7.2 : Résultats du test d'homoscédasticité de Levene pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions

Source de la variance	Degré de liberté	Somme des carrés des écarts	Variance	F	p
Inter-classes	2	$1{,}20\times10^{-3}$	$5{,}99\times10^{-4}$	1,70	0,20
Intra-classes	27	$9{,}53\times10^{-3}$	$3{,}53\times10^{-4}$		

Une fois la normalité et l'homoscédasticité vérifiées, l'ANOVA a été réalisée. Le Tableau 7.3 montre un exemple de résultats de l'ANOVA effectuée pour les E des GM en PEBDL. Dans ce tableau, la valeur de F de Fisher est de 28,18 et la valeur p est de $2{,}46 \times 10^{-7}$. Pour qu'il n'y ait pas de différences significatives entre les données, il faut que p soit supérieur au seuil de 5%. Puisque p est inférieur au seuil de 5%, le test indique ainsi que les données sont significativement différentes suivant les trois directions.

Tableau 7.3 : Résultats de l'ANOVA pour les modules de Young des GM en PEBDL suivant les trois directions

Source de la variance	Degré de liberté	Somme des carrés des écarts	Variance	F	p
Inter-classes	2	0,05	0,03	28,18	$2{,}46\times10^{-7}$
Intra-classes	27	0,03	0,00		
Total	29	0,08			

Ces différents tests ont été réalisés sur les données obtenues pour les deux types de GM (PEHD et PEBDL) et pour les cinq propriétés (E, LE, ELE, RT et ER). Ces tests ont montré qu'il y avait des différences significatives entre les propriétés mécaniques en traction obtenues suivant les différentes directions, particulièrement entre les données obtenues suivant MD et CD.

Des analyses statistiques ont ainsi été menées afin de voir si les résultats obtenus suivant DD apportaient des informations utiles. Pour ce faire, les données ont été arrangées en deux séries : une première série «2-directions» comportant les données suivant MD et CD et une deuxième série «3-directions» comportant les données suivant MD, DD et CD. L'assemblage de ces données est présenté à la Figure 7.2. Cette figure montre notamment que les données de la série comportant que MD et CD sont quasiment similaire aux données de la série comportant MD, DD et CD. Des tests de Student avec un seuil de 5% (Student, 1908) ont également été menés et ont montré qu'effectivement, il n'y avait pas de différence significative entre les deux séries de données. Les résultats de ces tests de Student sont présentés dans le Tableau 7.4. Dans ce tableau, pour vérifier

qu'il n'y a pas de différence significative entre les deux séries de données, il faut que la valeur p soit supérieure au seuil de 5%, ce qui correspond à la valeur différence significative = 0 dans le tableau. Des tests de normalité de Kolmogorov-Smirnov ont également été réalisés au préalable des tests de Student.

De ce fait, les essais mécaniques ont par la suite été réalisés avec les échantillons découpés suivant deux directions : la direction d'enroulement de la GM (MD) et la direction perpendiculaire (CD).

Tableau 7.4 : Résultats des tests de Student pour la comparaison des deux séries de données (MD-CD et MD-DD-CD) suivant les différentes propriétés en traction et les types de GM

Propriétés	Type de GM	Statistique t	Degré de liberté	p	Différence significative
E	PEHD	0,01	48	0,99	0
	PEBDL	-0,75	48	0,45	0
LE	PEHD	-0,70	48	0,49	0
	PEBDL	-0,41	48	0,69	0
ELE	PEHD	0,06	48	0,95	0
	PEBDL	0,10	48	0,92	0
ER	PEHD	-0,69	48	0,49	0
	PEBDL	-0,69	48	0,50	0
RT	PEHD	-0,46	48	0,65	0
	PEBDL	-0,45	48	0,66	0

7.1.1.2 ASTM D638 vs D6693

Le choix des essais mécaniques pour l'étude du comportement mécanique des GM a porté sur les essais en traction simple avec des échantillons en forme d'haltère. Cet essai est le plus utilisé dans la littérature et il permet d'obtenir des valeurs conservatives (Scheirs, 2009; Koerner, 2012). Cependant, il existe deux normes qui peuvent être utilisées : la norme ASTM D638 (2014a) qui permet d'obtenir 5 paramètres : E, LE, ELE, RT et ER; et la norme ASTM D6693 (2020e) qui permet d'obtenir 4 paramètres : LE, ELE, RT et ER. Une étude préliminaire a ainsi été effectuée afin de déterminer quelle serait la norme la plus convenable. Une étude comparative a ainsi été menée à partir d'essais de tractions réalisés suivant les deux normes avec les GM en PEHD et en PEBDL suivant les deux directions MD et CD. Dix essais de tractions ont été réalisés par type de GM, dans chaque direction et pour chaque norme. Un total de 80 essais a ainsi été réalisé pour cette étude comparative.

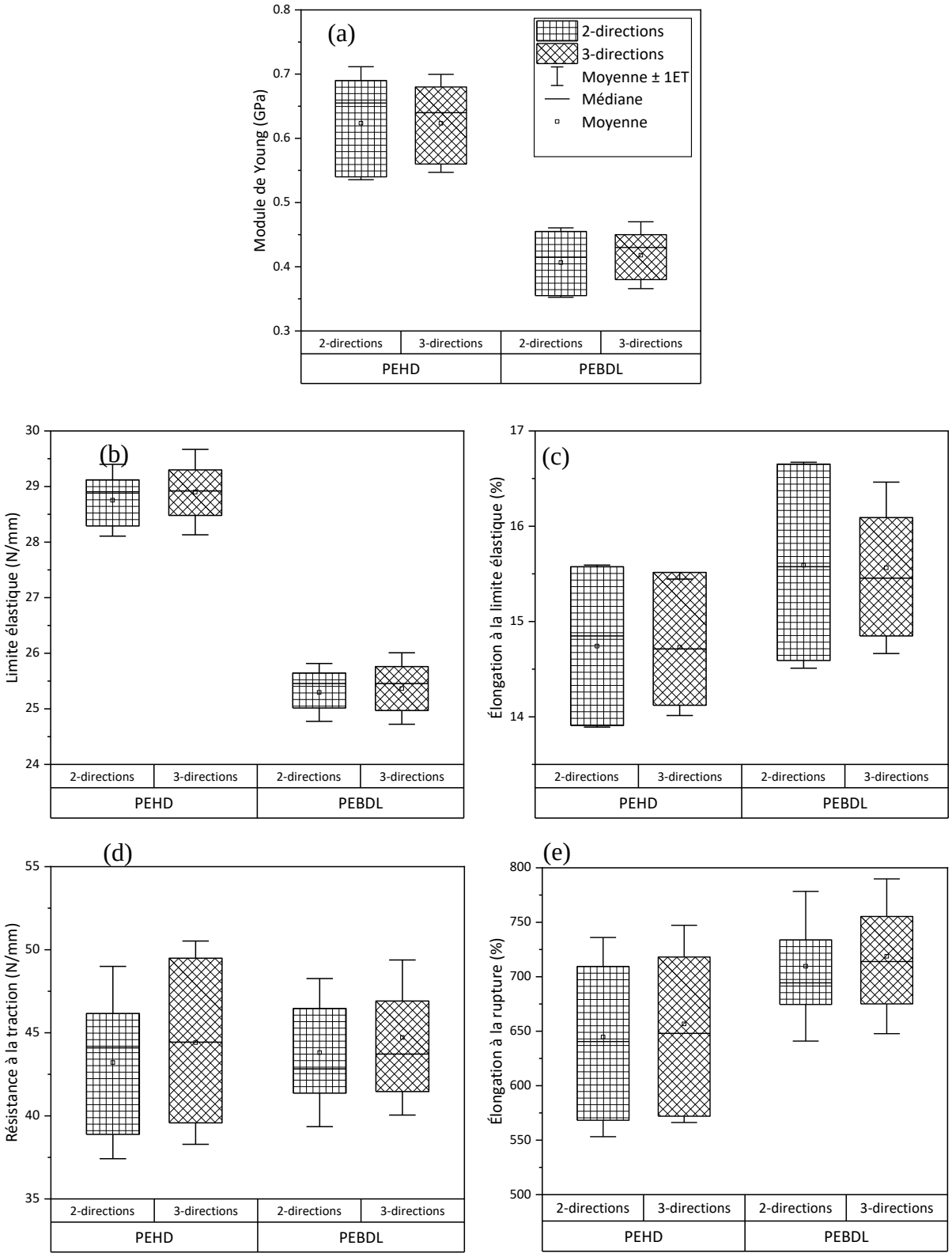


Figure 7.2 : Comparaisons des propriétés mécaniques des GM en PEHD et en PEBDL suivant 2 directions vs. 3 directions : a) E, b) LE, c) ELE, d) RT et e) ER

Les résultats de l'étude comparative entre les deux normes sont présentés à la Figure 7.3. Des différences entre les résultats obtenus avec les deux normes peuvent être constatées. Ces différences sont d'autant plus remarquables pour les ELE (voir Figure 7.3.b), RT (voir Figure 7.3.c) et ER (voir Figure 7.3.d) où les valeurs obtenues avec la norme ASTM D638 paraissent inférieures à celles obtenues avec la norme ASTM D6693. Des tests de Student avec un seuil de 5% ont ainsi été effectués afin de déterminer la significativité des observations tirées de la Figure 7.3. Les normalités des séries de données ont préalablement été vérifiées avec des tests de Kolmogorov-Smirnov. Les résultats des tests de Student sont présentés dans le Tableau 7.5. La différence entre les résultats obtenus avec les deux normes est significative quand la valeur p est inférieure au seuil de 5%. Ainsi, dans ce tableau, les valeurs 0 et 1 utilisées dans la dernière colonne du tableau pour la différence significative indiquent respectivement que la différence entre les résultats obtenus avec les deux normes est non significative et significative. Les tests de Student ont ainsi montré qu'il y avait des différences significatives pour presque toutes les propriétés et particulièrement en termes de déformation (élongation). Les LE et les ER obtenues avec la norme ASTM D638 sont significativement inférieures à celles obtenues avec la norme ASTM D6693.

Il est à noter que la différence entre les deux normes est l'utilisation d'extensomètre dans la norme ASTM D638 pour la détermination du module de Young. Celui utilisé dans le cadre de cette étude était un extensomètre à lames (*clip-on extensometer*) de Zwick Roell (Allemagne). Ces lames peuvent créer des entailles dans l'éprouvette testée à l'origine du biais sur la sous-estimation des ELE et des ER.

Ainsi, afin d'éviter ce biais, les essais de traction réalisés dans le cadre de cette thèse ont été effectués suivant la norme ASTM D6693 afin d'obtenir les 4 propriétés mentionnées ci-dessus (LE, ELE, RT et ER).

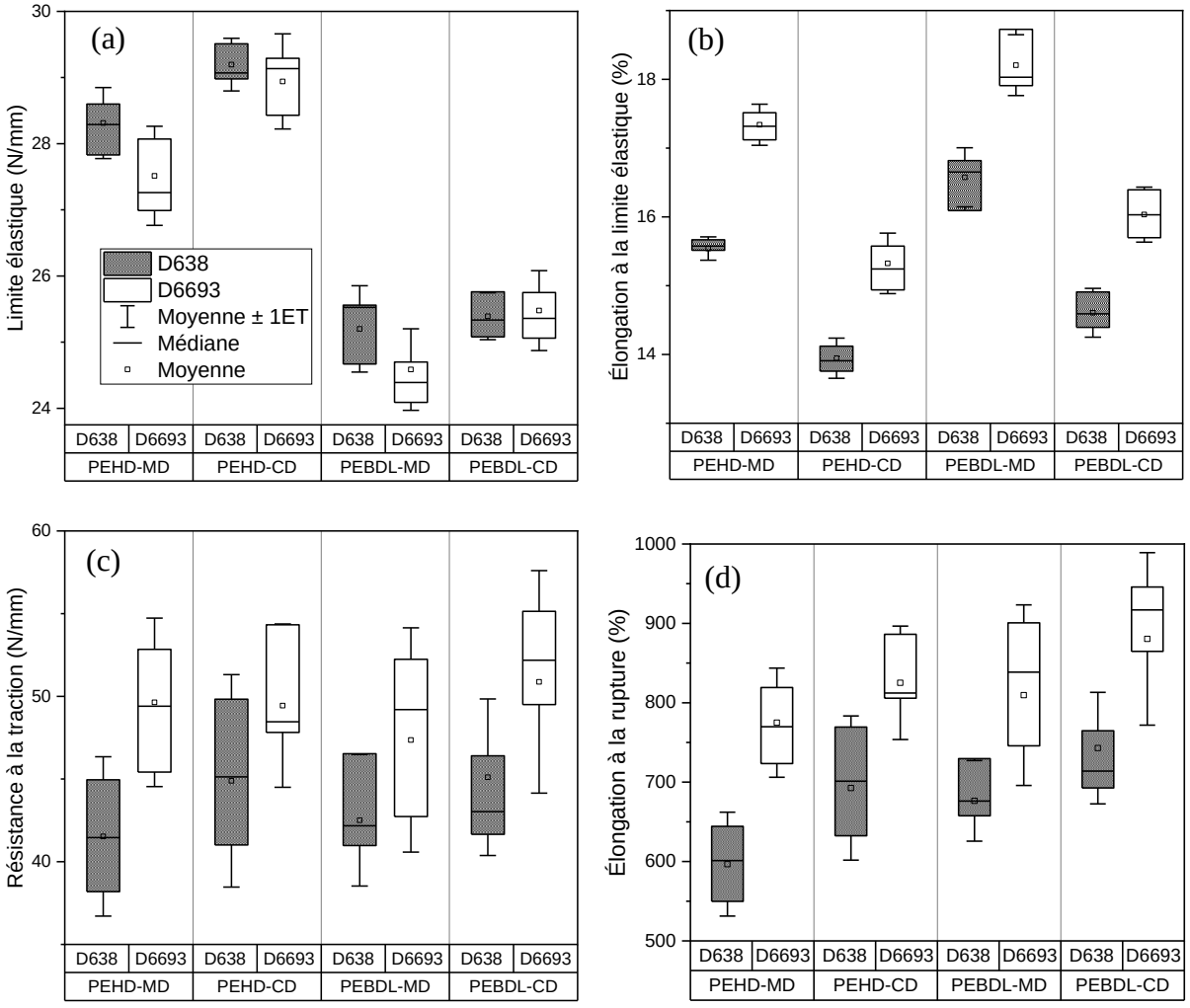


Figure 7.3 : Comparaisons des propriétés mécaniques des GM en PEHD et en PEBDL obtenues suivant les normes ASTM D638 et D6693 : a) LE, b) ELE, c) RT et d) ER

Tableau 7.5 : Résultats des tests de Student pour la comparaison des résultats obtenus avec les normes ASTM D638 et D6693 pour les GM en PEHD et en PEBDL dans les directions MD et CD

Propriétés	Type de GM	Direction	Statistique t	Degré de liberté	p	Différence significative
LE	PEHD	MD	2,74	18	$1,35\times10^{-2}$	1
		CD	0,98	18	$3,39\times10^{-1}$	0
	PEBDL	MD	2,16	18	$4,43\times10^{-2}$	1
		CD	-0,38	18	$7,05\times10^{-1}$	0
ELE	PEHD	MD	-16,58	18	$2,39\times10^{-12}$	1
		CD	-8,27	18	$1,54\times10^{-7}$	1
	PEBDL	MD	-8,36	18	$1,30\times10^{-7}$	1
		CD	-8,44	18	$1,13\times10^{-7}$	1
RT	PEHD	MD	-3,66	18	$1,81\times10^{-3}$	1
		CD	-1,78	18	$9,29\times10^{-2}$	0
	PEBDL	MD	-1,96	18	$6,63\times10^{-2}$	0
		CD	-2,22	18	$3,98\times10^{-2}$	1
ER	PEHD	MD	-5,94	18	$1,29\times10^{-5}$	1
		CD	-3,63	18	$1,94\times10^{-3}$	1
	PEBDL	MD	-3,38	18	$3,33\times10^{-3}$	1
		CD	-3,36	18	$3,46\times10^{-3}$	1

7.1.1.3 Détermination graphique du module de Young

Il vient d'être vu que l'utilisation de l'extensomètre pour la détermination du module de Young (E) suivant la norme ASTM D638 (2014a) induit une sous-estimation des ELE et des ER. Pourtant, le module de Young est un paramètre d'entrée nécessaire pour la modélisation numérique de la stabilité mécanique d'un système de recouvrement par exemple. Une étude a ainsi été menée afin de définir s'il était possible de retrouver graphiquement E à partir de la courbe de contrainte-déformation obtenue avec l'essai de traction sans utilisation d'extensomètre suivant la norme ASTM D6693 (2020e).

Pour ce faire, les valeurs E de 10 échantillons de GM en PEHD suivant MD obtenues avec l'extensomètre ont été comparées avec celles déterminées graphiquement avec les résultats de 10 échantillons de GM en PEHD suivant MD.

Par définition, E ou module d'élasticité est la pente de la courbe de contrainte (en MPa) - déformation (en %) dans le domaine élastique. La détermination graphique de E a ainsi été faite en fixant l'ordonnée à l'origine à 0. La Figure 7.4 montre un exemple de détermination de E. Dans cet

exemple, la pente de la courbe est de 5,73 MPa/% (avec un coefficient de détermination R^2 de 0,98), ce qui équivaut à E = 573 MPa = 0,573 GPa.

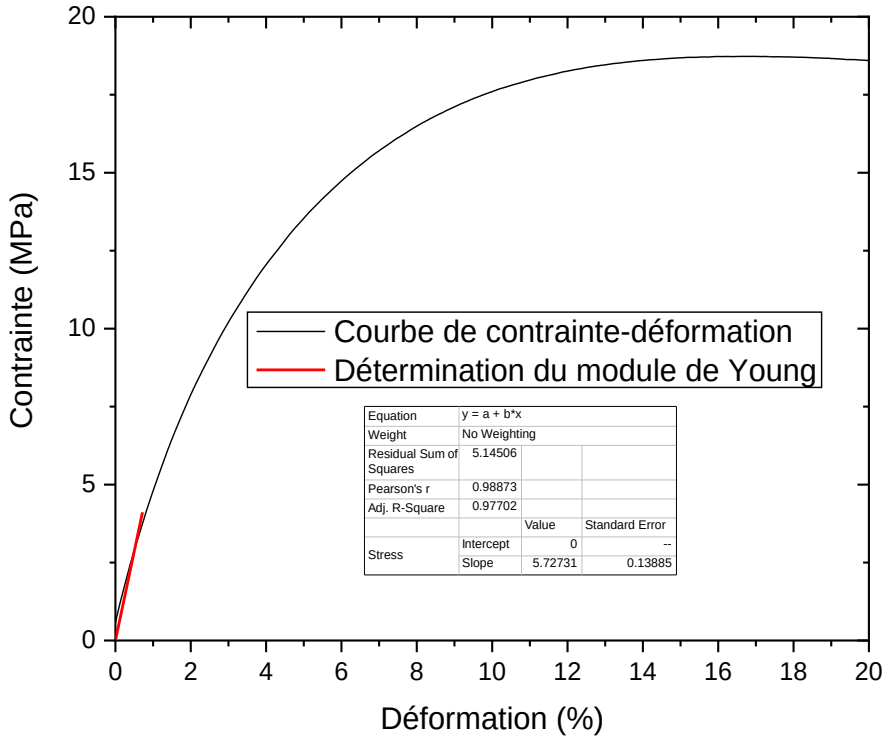


Figure 7.4 : Exemple de détermination graphique du module de Young

Avec l'extensomètre, la moyenne ± 1 écart-type de E est de (0,539 ± 0,046) GPa, tandis qu'avec la détermination graphique, la valeur retrouvée est de (0,531 ± 0,028) GPa. Un test de Student a ainsi été réalisé afin de vérifier s'il y avait une différence significative entre les moyennes des valeurs obtenues avec les deux méthodes. Le test de Student (avec un seuil à 5%) a montré qu'il n'y avait pas de différence significative (avec une statistique t de 0,455 et une probabilité de 0,655 > 0,05). La normalité des distributions des données a été vérifiée avec le test de Kolmogorov-Smirnov où des valeurs p de 0,986 et 0,997 ont respectivement été obtenues pour les données avec et sans extensomètres.

Il est ainsi possible de déterminer graphiquement le module de Young, au besoin, à partir des courbes de contrainte-déformation obtenues avec les essais réalisés suivant la norme ASTM D6693 (2020e).

7.1.2 Mesure du TIO

Les mesures du temps d'induction oxydative effectuées dans le cadre de cette thèse ont été réalisées suivant la méthode standard définie par l'ASTM D3895 (2019b) afin d'estimer la quantité d'antioxydants (AO) dans la GM. Toutefois, l'homogénéisation des échantillons à 160 °C pendant 10 min n'a pas été intégrée dans la procédure de préparation des échantillons par crainte de détériorer les propriétés de la GM. La préparation des échantillons s'est ainsi limitée à la réduction de l'épaisseur par compression à chaud suivant la norme ASTM D4703 (2016b). Des essais réalisés à l'externe ont permis de distinguer l'effet de la différence de procédure. Le Tableau 7.6 montre les résultats et les différences relatives entre les mesures effectuées à l'interne (sans homogénéisation) et à l'externe (avec homogénéisation). Ces résultats ont ainsi montré que la procédure suivie dans le cadre de cette thèse induisait une sous-estimation d'en moyenne 24% et permet d'avoir des valeurs conservatives du TIO.

Tableau 7.6 : Différences relatives entre les mesures de TIO effectuées à l'interne et à l'externe

Échantillons	**TIO (min)**		**Différence relative (%)**
	En interne	**En externe**	
#1	101,16	138,11	-37%
#2	103,73	136,99	-32%
#3	124,08	135,13	-9%
#4	115,73	136	-18%

Par ailleurs, le TIO à haute pression (3,4 MPa) avec une température de 150 °C suivant la norme ASTM D5885 (2020d) n'a pas été considéré dans cette thèse faute d'équipement pour déterminer ce paramètre. Le TIO à haute pression aurait permis d'apprécier la quantité de stabilisants. En effet, ces derniers ne peuvent pas être détectés avec la méthode standard à cause de la température de 200°C, utilisée lors de l'analyse standard, qui entraine l'évaporation des stabilisants. Il aurait été pertinent d'étudier le TIO à haute pression en parallèle avec le TIO standard, comme ce qui se fait dans la littérature à l'exemple des travaux de Ewais et al. (2018), Zhang et al. (2018) et Abdelaal et al. (2019). Il avait aussi été envisagé de quantifier directement les différents AO par extraction de fluide supercritique couplée à la chromatographie liquide à haute performance (Thilén & Shishoo, 2000) pour étudier leur déplétion réelle. Cependant, à cause de bris matériel et de manque d'expertise, cet aspect n'a pas pu être traité au cours de la thèse.

7.1.3 Spectrométrie infrarouge sur les GM

La spectrométrie infrarouge a été utilisée dans le cadre des travaux de cette thèse afin de déterminer l'indice carbonyle (IC) pour examiner la dégradation superficielle des GM exhumées. Les IC ont été déterminés avec la méthode définie par Scheirs (2009). L'objectif était d'obtenir les absorbances du polyéthylène (localisé entre 1462 et 1464 cm^{-1} nombres d'ondes) et du groupe carbonyle (localisé entre 1715 et 1740 cm^{-1} nombres d'ondes). Les balayages ont ainsi été limités sur une plage de nombre d'ondes entre 1000 et 2000 cm^{-1}. Il aurait été intéressant de réaliser les balayages sur une plus large plage (par exemple entre 500 et 4000 cm^{-1}) afin de voir ce qui se passait qualitativement (présence d'élément) et quantitativement (quantité d'éléments) à la surface des GM.

7.1.4 Détermination de la perméabilité des GM

Il a été vu à la section 2.3.4.1 que la perméabilité de la GM pouvait être déterminée avec la norme ASTM E96 (2016f). Toutefois, dans cette méthode, l'eau est en phase gazeuse. Or, dans le contexte des recouvrements miniers, le but de l'utilisation de la GM est de limiter les flux d'eau qui pourraient traverser la GM. L'eau serait ainsi en phase liquide. D'où le choix de la méthode de détermination suivant la norme NF EN 14150 (AFNOR, 2006) avec de l'eau en phase liquide.

7.1.5 Détermination des propriétés de sorption et de diffusion des GM

Le phénomène de migration de l'oxygène à travers la GM consiste en sorption et diffusion (voir section 4.2.4). Il faut ainsi déterminer deux paramètres, le premier lié à la sorption : le coefficient de sorption (S_{gf}), et le deuxième lié à la diffusion : le coefficient de diffusion (D_g).

Il existe deux principales méthodes de détermination de S_{gf} et D_g : la méthode analytique et la méthode numérique. La méthode analytique (Groß & Heintz, 2000) nécessite que les concentrations de part et d'autre de la GM soient à l'équilibre. Cet équilibre est atteint environ après une trentaine de jours pour l'essai de sorption qui permet de déterminer S_{gf} avec la méthode de Sangam et Rowe (2001) telle qu'utilisée dans cette thèse. Cependant l'équilibre n'a pas été atteint même après environ 500 jours d'essai de diffusion telle que montrée par l'évolution de la concentration en oxygène dans la chambre source d'une cellule de diffusion témoin présentée sur la Figure 7.5. En raison de cela, il n'a pas été possible de déterminer analytiquement le coefficient

de diffusion d'oxygène (D_g) avec la méthode de Groß et Heintz (2000). D'où, dans le cadre de cette thèse, D_g a été déterminé numériquement avec le logiciel Pollute V.7 (Rowe & Booker, 2004) en utilisant comme facteur limitant la détermination analytique de S_{gf}.

Dans le cadre des essais de diffusion et de sorption d'oxygène, c'est de l'oxygène pur (100% O_2) qui a été utilisé au lieu de l'air (≈21% O_2) afin d'accélérer la cinétique. Cependant, vu que l'oxygène est un gaz simple, peu importe les concentrations d'oxygène utilisées, les différentes propriétés de sorption et de diffusion d'oxygène obtenues auraient été les mêmes. Cela est dû aux dimensions moléculaires de l'oxygène qui sont plus petites que celles du PE. L'oxygène peu ainsi librement diffuser à travers la GM sans interagir avec le PE, tant qu'il y a encore d'AO dans la GM (Fujita, 1968; Stannet, 1968; Chainey, 1990; McWatters & Rowe, 2009).

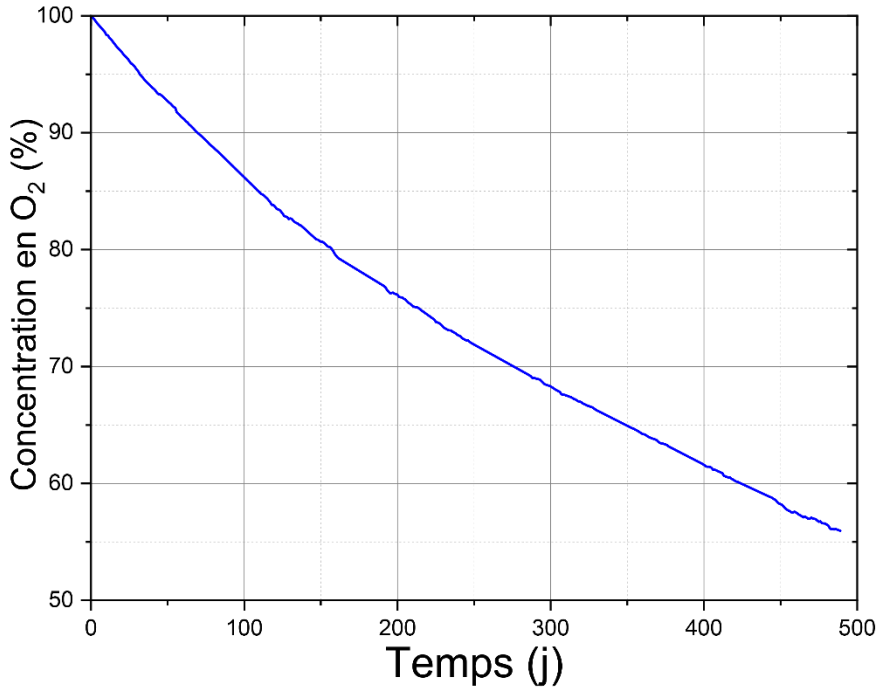


Figure 7.5 : Évolution de la concentration en oxygène dans la chambre source d'un test de diffusion témoin

7.2 Propriétés initiales des GM

Lors de l'achat des GM en PEHD et en PEBDL auprès de FC Liner en juillet 2018, une demande des propriétés initiales de ces GM a été effectuée. Les fiches techniques des GM (voir ANNEXE H) ont ainsi été fournies. Les propriétés des GM en PEHD dataient d'avril 2015 et celles des GM en PEBDL de mai 2018. Le Tableau 7.7 présente un extrait des valeurs moyennes de ces propriétés.

Toutefois, les valeurs fournies semblent être très proches des exigences des GRI GM13 et GM17 (GRI GM13, 2021a; GM17, 2021b) illustrées précédemment dans le Tableau 2.14. De plus, ces propriétés initiales fournies ne permettent pas d'effectuer des analyses statistiques, car seules les valeurs moyennes sont présentées alors qu'on aurait besoin au moins de la moyenne ± l'écart type. Les analyses statistiques sont cependant nécessaires afin d'évaluer la significativité des différentes variations après dégradations (physique ou chimique) par rapport à l'état initial. C'est pour cette raison que des investigations ont ainsi été menées dans le cadre des travaux de cette thèse afin de déterminer au laboratoire les propriétés initiales des GM qui serviraient de base de référence pour les différentes dégradations. Les mesures obtenues sont présentées dans la Table 4.5. Les mesures des épaisseurs ont ainsi montré que les épaisseurs des GM sont légèrement au-dessus des épaisseurs nominales de 1,50 mm. Les mesures des TIO ont quant à elles indiqué que les valeurs fournies (100 min) sous-estiment largement les valeurs des TIO autant pour les GM en PEHD que pour les GM en PEBDL qui sont respectivement de 195 et de 160 min. Concernant les propriétés mécaniques, pour les GM en PEHD et en PEBDL, les propriétés mesurées sur des échantillons préparés dans la direction d'enroulement des GM et dans la direction perpendiculaire sont plus élevées que les propriétés fournies et ont permis d'apprécier l'anisotropie des propriétés mécaniques des GM. Pour les GM en PEBDL, les essais de caractérisation des propriétés mécaniques initiales ont permis de connaître les propriétés élastiques des GM en PEBDL qui ne figurent ni dans les propriétés fournies ni dans les exigences du GRI GM17 (2021b).

Tableau 7.7 : Extraits des propriétés initiales des GM en PE utilisées telles que fournies par SOLMAX

Propriété	**Unité**	**Méthode**	**PEHD 460W-2000**	**PEBDL 860W-2000**
Épaisseur	mm	ASTM D5199	1,50	1,50
TIO	min	ASTM D3895	100	100
LE	N/mm	ASTM D6693	22	-
ELE	%		13	-
RT	N/mm		42	44
ER	%		700	800

7.3 Méthodes de dégradation des GM

7.3.1 Dégradation physique des GM

L'étude de la dégradation physique des GM par le phénomène de gel et dégel découle du constat que les GM étaient situées à des profondeurs relativement faibles dans les différentes configurations répertoriées au Canada (voir section 2.5.2).

Les données sur les profondeurs de pénétration du gel dataient de plus d'une trentaine d'années (Lacasse & Amiri, 1988). L'auteur a ainsi voulu actualiser la valeur de la profondeur de pénétration du gel en Abitibi-Témiscamingue où deux sites restaurés avec des systèmes de recouvrement incluant une GM étaient recensés (Aldermac et Normétal). Pour ce faire, des calculs ont été faits à partir des données climatiques de la station météorologique #7087616 de la ville de Rouyn-Noranda (Québec, Canada) durant cinq années de 2015 à 2019. Ces données ont été extraites de la base de données météorologiques historiques de Ressources Naturelles Canada (NRCan, 2020). Ces données sont présentées sur la Figure 7.6. Durant ces 5 ans, les températures moyennes quotidiennes allaient jusqu'à environ -30 °C pendant l'hiver et environ +25 °C pendant l'été.

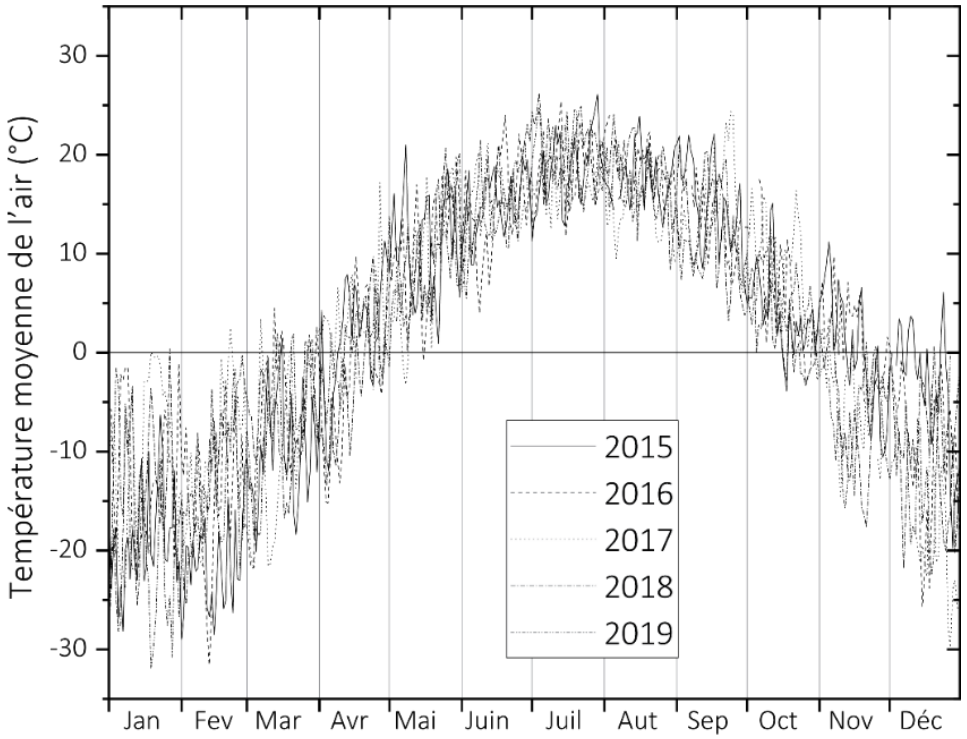


Figure 7.6 : Température moyenne de l'air à la station #787616 de Rouyn-Noranda de 2015 à 2019

Les profondeurs de pénétration potentielle du gel (PG) ont ainsi être déterminés avec le modèle empirique que Chisholm et Phang (1983) a suggéré pour la province de l'Ontario (Canada), mais qui serait également applicable pour la province voisine du Québec (Canada). Ce modèle est défini par l'équation :

$$\mathrm{PG} = 1{,}6968\sqrt{\mathrm{IG}} - 12{,}91 \qquad (7.1)$$

où PG est la profondeur de pénétration du gel (m) et IG l'indice de gel (°F j).

L'indice de gel est défini comme étant la somme des températures inférieures ou égales à 0 °C (Chisholm & Phang, 1983). Les résultats des calculs sont présentés dans le Tableau 7.8. Ces résultats montrent ainsi que le gel pouvait atteindre 2 m en moyenne au cours entre 2015 et 2016 et indiquent que l'estimation de 2,2 m de Lacasse et Amiri (1988) était encore d'actualité. Les GM pourraient alors effectivement subir des cycles de gel-dégel.

Tableau 7.8 : Profondeurs de pénétration potentielle du gel en Abitibi-Témiscamingue calculées à partir des données climatiques de la station #7087616 de la ville de Rouyn-Noranda

Année (Unités)	**Nombre de jours où T≤0°C (j)**	**Indice de gel (°F j)**	**Profondeur de pénétration du gel (m)**
2015	139	3704	2,3
2016	153	2398	1,8
2017	152	2271	1,7
2018	170	3289	2,1
2019	163	3231	2,1

Pour tout ce qui concerne l'étude de l'effet des cycles de gel-dégel sur les GM, il a été supposé qu'il n'y aurait pas de dégradation des propriétés chimiques des GM. Toutefois, dans le but de vérifier cette hypothèse, les TIO des GM ont été mesurées après les 300 cycles. Ces mesures ont montré que le TIO des GM en PEHD passait de 195 min initialement à 187 min après les 300 cycles; et de 160 min à 159 min pour les GM en PEBDL. Des diminutions respectives de 4 et 1% ont ainsi été observées pour les GM en PEHD et en PEBDL. Ces différences relatives sont très faibles et suggèrent donc qu'il n'y a pas eu de variation des propriétés chimiques des GM jusqu'au 300e cycle de gel-dégel.

7.3.2 Dégradation chimique des GM

Trois bains d'immersion ont été conçus dans le cadre de cette thèse pour l'étude de la dégradation chimique des GM avec l'exposition au drainage minier acide (DMA). L'objectif était de pouvoir effectuer une extrapolation d'Arrhenius à partir de 3 températures de dégradation à 65, 75 et 85 °C.

D'après la norme ASTM D5322 (2017d), un seul type de matériau doit être immergé dans le même bain afin d'éviter toute interaction. Il a ainsi fallu choisir entre les GM en PEHD et les GM en PEBDL. Le choix s'est alors porté sur les GM en PEHD qui sont présentement les plus utilisées dans les systèmes de recouvrement pour la restauration de sites miniers (voir section 2.5.2).

Il aurait également été intéressant d'avoir un bain témoin avec de l'eau déionisée par exemple afin de mettre en évidence l'influence de l'exposition au DMA. Des résultats de comparaison des effets du DMA et de l'eau sont cependant disponibles dans la littérature (Gulec et al., 2004). D'où cet aspect de comparaison avec l'eau n'a pas été traité dans le cadre de cette thèse. Il est à noter que les résultats trouvés dans le cadre de cette étude et ceux de Gulec et al. (2004) diffèrent. Une estimation des temps de déplétion d'AO a été effectuée avec la modélisation d'Arrhenius (voir section 5.5.1) en compilant des données trouvées dans la littérature avec différents milieux d'exposition : eau, air, déchet municipal et DMA (Sangam & Rowe, 2002; Gulec et al., 2004). Pour des fins de comparaison, l'estimation a été faite pour une GM qui aurait un temps d'induction d'oxydation initial à 100 min, à la limite des exigences du GRI GM13 (2021a). Les résultats de ces estimations suivant la variation des températures sont présentés à la Figure 7.7. On peut distinguer sur cette figure que d'après les travaux de Gulec et al. (2004), le DMA serait à peine plus dégradant que l'eau malgré le bas pH et les concentrations en métaux. Alors que le bas pH (Jeon et al., 2008; Abdelaal et al., 2011; Zhang et al., 2018) et les concentrations en métaux (Osawa & Ishizuka, 1973) devraient accélérer beaucoup plus rapidement la dégradation des GM. Tandis que les résultats de la présente étude montrent que le DMA serait nettement plus agressif sur la GM. Ainsi, pour une température donnée, le temps de déplétion des AO des GM exposées au DMA serait ainsi plus proche de celui des GM exposées aux lixiviats de déchets municipaux (la présente étude) que de celui des GM exposées à l'eau (Gulec et al., 2004).

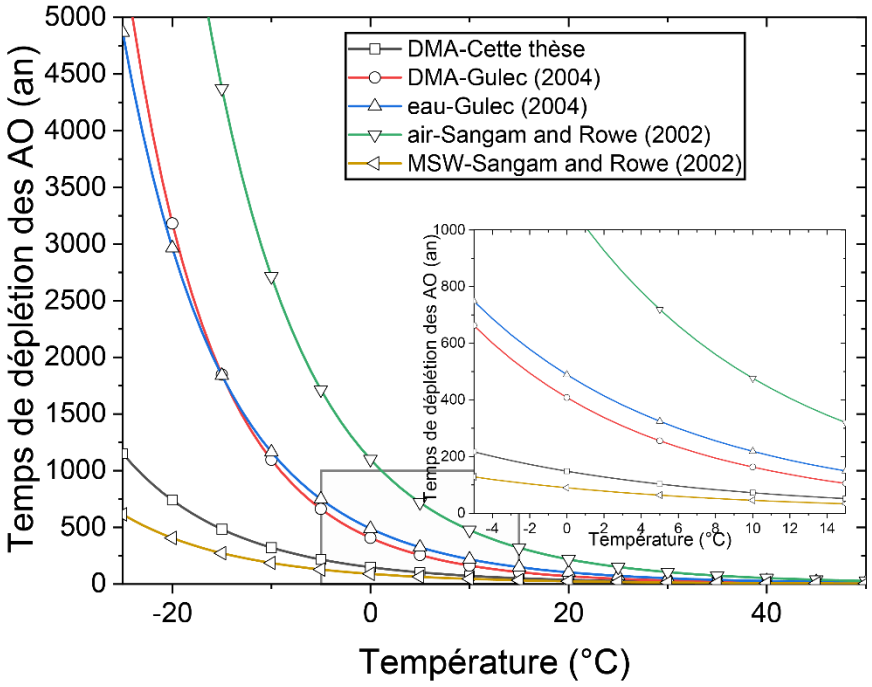


Figure 7.7 : Temps de déplétion des AO pour une GM en PEHD avec un TIO initial de 100 min exposée à différents milieux

Il a été mentionné à la section 3.2.2.3 que les propriétés du DMA synthétique se dégradaient dans le temps (diminution du pH, de Eh et de σ). Cette dégradation du DMA a alors mené à un processus de rafraîchissements réguliers afin de maintenir les propriétés du DMA autour de valeurs moyennes similaires dans les trois bains. Lors des rafraîchissements, des précipités ont été remarqués au fond des bains et à la surface des GM. De la microscopie optique (voir Figure 7.8) a alors été effectuée sur ces précipités afin de tenter de les reconnaître. Les images au microscope semblent indiquer la formation de précipité de fer (de couleur ocre sur la Figure 7.8). Ces précipités qui forment une croûte à la surface des GM pourraient ainsi être (au moins en partie) à l'origine de la phase de ralentissement de la dégradation des GM. Ce ralentissement a été illustré sur la Figure 5.4 avec l'évolution des TIO (en absolu). La Figure 7.9 montre les mêmes informations mais en relatif par rapport à la valeur initiale (c'est-à-dire TIO/TIO_0). Cette représentation en relatif permet ainsi de mettre en évidence la quantité d'AO présente dans la GM à un instant t dans la période d'immersion par rapport à la quantité initiale à 100 %. Ainsi, à la fin de la période de dégradation de 16 mois effectuée au cours de cette thèse, il resterait encore au moins 40 % d'AO avant l'épuisement total pour le bain le plus agressif à 85 °C.

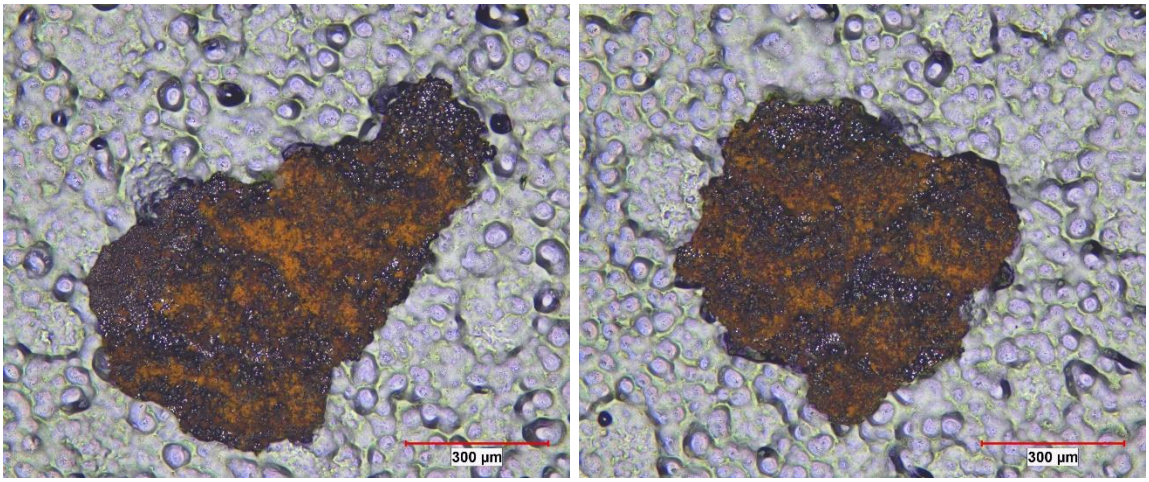


Figure 7.8 : Images au microscope optique des précipités formés lors de la dégradation chimique des GM

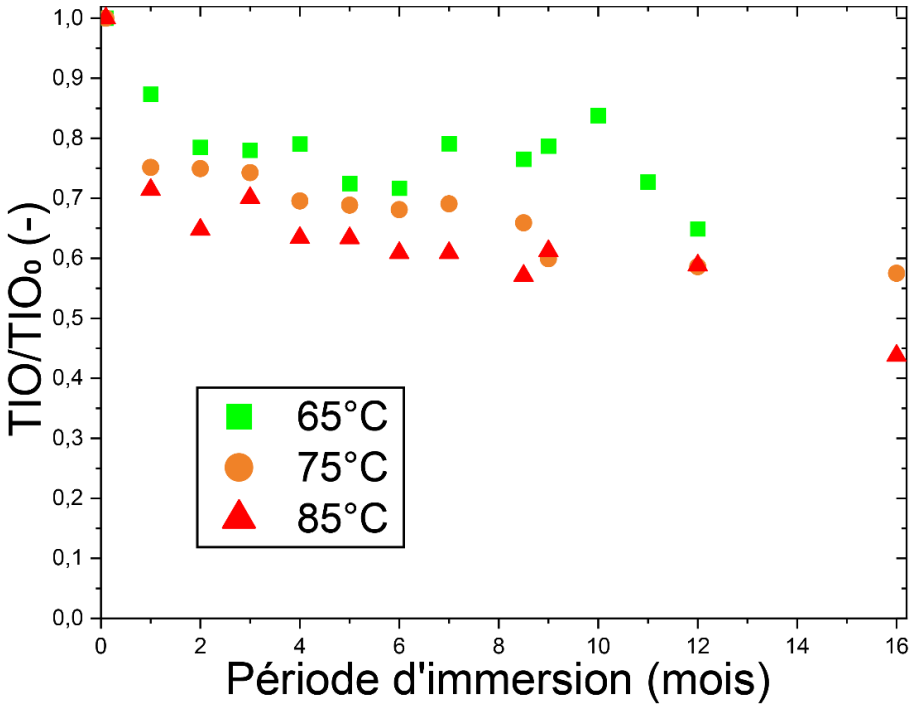


Figure 7.9 : Évolution des TIO dans les trois bains d'immersion par rapport à la valeur initiale (TIO_0)

Par ailleurs, il est à noter que les travaux de dégradation chimique des GM ont été arrêtés pour une durée de 6 mois de mars à septembre 2020 avec la fermeture des laboratoires en raison de la pandémie de la Covid-19. Pendant cette période, les GM ont été retirées des bains d'immersion et placées dans une chambre froide où d'autres essais étaient déjà en cours à -16 °C. Ainsi, avant la

reprise des travaux, une comparaison des TIO des GM au moment de l'arrêt et avant la reprise des travaux a été menée. Les résultats de ces investigations sont présentés dans le Tableau 7.8. La différence relative moyenne entre les TIO de l'ordre de 4%, ce qui indique que la dégradation des GM a été figée pendant la phase d'arrêt. Les travaux ont ainsi pu reprendre.

Tableau 7.9 : TIO des GM à l'arrêt et avant la reprise des essais de dégradation chimique

Bain	**Échantillons**	**TIO (min)**		**Différence relative (%)**
		Arrêt	**Reprise**	
65 °C	#1	141,21	142,32	-1%
	#2	139,81	142,45	-2%
75 °C	#3	120,18	114,8	4%
	#4	120,45	115,6	4%
85 °C	#5	108,60	121,48	-12%
	#6	105,96	113,7	1%

7.3.3 Exhumation des GM

Lors de l'exhumation des GM sur les trois sites d'études, outre l'étude de l'effet combiné de l'exposition potentielle au DMA et des cycles de gel-dégel qu'auraient subis les GM, l'analyse des effets des contraintes mécaniques *in situ* était également visée. Pour ce faire, il a été admis que les zones de dépression locales correspondraient à des zones de tassement où la GM serait tendue. Toutefois, il n'y a pas eu de quantification ou de détermination de l'intensité des dépressions qui auraient permis de remonter à l'état de contrainte *in situ* de la GM.

Les tests statistiques menés sur les résultats des épaisseurs des GM extraites des zones stables et affaissées ont montré qu'il y avait des différences significatives entre les résultats, indiquant l'amincissement des GM au niveau des zones affaissées. Cependant, les différences des moyennes des épaisseurs (respectivement de l'ordre de 2% et 3% pour les GM exhumées des sites Normétal et Moyen-Nord) sont en dessous de la variabilité de l'épaisseur des GM qui peuvent atteindre jusqu'à 15% pour une GM d'un même rouleau (Scheirs, 2009). Toutefois compte tenu de la méthode de mesure des épaisseurs suivant la norme ASTM D5199 (2019c) à partir de 10 échantillons choisis aléatoirement pour chaque zone d'exhumation, les résultats des tests statistiques élimineraient les notions de variabilité intra-groupe et permettraient ainsi de tirer des conclusions inter-groupes.

Des difficultés ont également été éprouvées lors de l'interprétation des résultats, particulièrement sur les indices carbonyles pour la caractérisation de la dégradation superficielle des GM. Il aurait fallu connaître les historiques de l'installation de la GM et de la séquence de recouvrement. Ces historiques auraient permis de comparer les durées d'exposition des GM avant la mise en place du recouvrement et ainsi tirer des conclusions sur la dégradation superficielle des GM.

7.4 Efficacité des géomembranes comme barrière à l'eau et à l'oxygène

Il a été vu dans les résultats des travaux réalisés dans le cadre de cette thèse que les propriétés de transfert de masse (conductivité hydraulique équivalente (K_g), coefficient de diffusion (Dg) et de perméation (P_g) d'oxygène) demeuraient à des ordres de grandeur très faibles respectivement de 10^{-14} m/s, 10^{-13} m^2/s et de 10^{-12} m^2/s. À court terme, la GM en tant que telle est présumée accomplir son rôle de barrière à l'eau et à l'oxygène, malgré l'exposition au DMA et les cycles de gel-dégel, à condition qu'elle ne présente pas de défauts.

Toutefois, malgré des standards élevés d'assurance et de contrôle qualité lors de l'installation, le nombre de défauts est réduit, mais un certain nombre pourrait demeurer (Bouazza et al., 2002; Needham et al., 2006; Gilson-Beck, 2019). Des défauts peuvent également se créer par perte de résistance de la GM à cause de la fissuration sous contrainte dans le cas des GM en PEHD (Rowe & Sangam, 2002; Peggs, 2003; Needham et al., 2004; Müller & Wöhlecke, 2019). Ces défauts constitueraient ainsi des zones d'écoulement préférentiel qui limiteraient l'efficacité des GM dans les systèmes de recouvrement. Cet aspect d'écoulement de fluides à travers les défauts n'a pas été traité dans le cadre de cette thèse, mais doit être pris en considération lors de l'évaluation globale de la performance d'un système de recouvrement avec GM. De nombreux travaux sur ces écoulements dans les défauts existent dans la littérature autant pour l'eau (Giroud & Bonaparte, 1989a, 1989b; Giroud et al., 1992; Touze-Foltz & Giroud, 2003; Giroud & Touze-Foltz, 2005; Touze-Foltz & Giroud, 2005; Rowe et al., 2016) que pour les gaz comme l'oxygène (Bouazza & Vangpaisal, 2006; Bouazza et al., 2008; Abuel-Naga & Bouazza, 2009).

CHAPITRE 8 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Au cours des trente dernières années, divers systèmes de recouvrement avec géomembrane (GM), principalement en polyéthylène haute densité (PEHD), ont été utilisés pour la restauration de sites miniers. Dans ces systèmes de recouvrement, les GM jouent le rôle de barrière aux fluides (à l'eau et à l'oxygène) afin de limiter la génération de drainage minier acide (DMA). Cependant, les GM sont des matériaux synthétiques et ont ainsi une durée de vie limitée. La durabilité du matériau est donc une préoccupation majeure et fait l'objet de cette thèse dans le contexte des systèmes de recouvrement miniers.

Diverses configurations de systèmes de recouvrement avec GM ont été recensées allant des systèmes avec une couche de protection de GM unique (à l'exemple du site Normétal, au Québec) à ceux avec des couches de protection multiples (à l'exemple du site Barvue, également au Québec). D'une part, les profondeurs où se situent les GM dans les divers systèmes de recouvrement répertoriés sont inférieures aux profondeurs potentielles de pénétration du gel. Les GM pourraient ainsi subir des cycles de gel-dégel. D'autre part, dans deux cas (Poirier et Normétal), les GM étaient installées directement par-dessus les résidus oxydés. Ainsi, sur ces sites, les GM seront potentiellement exposées au DMA. Cette exposition peut être problématique dans la mesure où le DMA (pH acide, forte concentration en métaux et en sulfate) accélère la dégradation des GM.

Ces constats ont ainsi mené à la formulation des trois objectifs spécifiques (OS) afin d'évaluer la performance des GM à contrôler les flux d'eau et d'oxygène dans le contexte des systèmes de recouvrement utilisés pour la restauration de sites miniers :

OS1 : Déterminer l'effet des cycles de gel-dégel sur les propriétés des GM, traité au Chapitre 4;

OS2 : Caractériser l'influence de l'exposition au DMA sur la durabilité des GM, vu au Chapitre 5;

OS3 : Définir l'état de dégradation et la performance des GM en service, examiné au Chapitre 6.

Trois indices de performance ont été utilisés : 1) les propriétés mécaniques en traction, 2) la perméabilité et 3) les propriétés de sorption et de diffusion d'oxygène. Des caractérisations chimiques ont également été utilisées pour l'OS2 et l'OS3 pour suivre et examiner la dégradation des GM.

Les prochaines sections exposeront ainsi les principales conclusions tirées de ces trois chapitres qui constituent le cœur de cette thèse, suivies des dernières remarques et finalement des recommandations sur l'utilisation des GM dans les systèmes de recouvrements pour la restauration de site minier et sur l'étude des GM dans ce contexte seront formulées.

8.1 Influence des cycles de gel-dégel sur les propriétés des GM

Dans le Chapitre 4, l'objectif a été de voir l'effet de la dégradation physique apportée par les cycles de gel-dégel (CGD) sur les trois indices de performance des géomembranes (GM) en polyéthylène haute densité (PEHD) et en polyéthylène basse densité (PEBDL). Les GM en PEBDL ont été étudiées dans cette partie du projet de doctorat, car elles pourraient être une alternative aux GM en PEHD qui sont susceptibles à la fissuration sous contrainte. Des échantillons de GM des deux types ont alors été soumis à des CDG quotidiens allant jusqu'à 300 cycles. Les propriétés mécaniques des GM ont été examinées après 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200, 250 et 300 cycles. Quant à la perméabilité et les propriétés de sorption/diffusion d'oxygène, elles ont été évaluées après 100, 200 et 300 cycles. Les conclusions tirées des travaux réalisés sont les suivantes :

- Initialement, d'un point de vue mécanique, les GM en PEHD sont plus rigides que celles en PEBDL et ont des propriétés à la rupture inférieures à ces dernières. Au cours des 300 CDG, les propriétés mécaniques des deux types de GM ont évolué. Les limites élastiques des deux types de GM ont augmenté tandis que leurs élongations à limite élastique ont diminué. Il y aurait ainsi une augmentation de la pente de la courbe de contrainte-déformation, dans le domaine élastique, c'est-à-dire une rigidification des deux GM. Cette rigidification implique que la contrainte maximale à ne pas dépasser afin d'éviter la fissuration sous contrainte serait plus élevée. Cependant, les déformations admissibles seraient plus faibles. Ces paramètres (contrainte maximale et déformation admissibles) devraient ainsi être ajustés avec les effets des cycles de gel-dégel dans les critères de conception des systèmes de recouvrements miniers. Pour les propriétés à la rupture (résistances en traction et élongation à la rupture), elles ont augmenté avec les cycles de gel-dégel. Les avantages des GM en PEBDL (meilleure élasticité et plus grande résistance à la traction) sur les GM en PEBDL sont maintenus.

- Les propriétés de transfert de masse (perméabilité et propriétés de sorption/diffusion d'oxygène) des deux types de GM étaient similaires avant les CDG. Au cours des cycles de gel-dégel, elles ont évolué. Les conductivités hydrauliques équivalentes (K_g) des deux GM ont eu tendance à baisser jusqu'au 200e cycle puis ont augmenté d'un ordre de grandeur au 300e cycle. Quant aux propriétés de sorption/diffusion d'oxygène (coefficient de diffusion D_g et de perméation d'oxygène P_g), elles oscillaient et présentaient des tendances vers une diminution d'un ordre de grandeur par rapport aux propriétés initiales. À la fin des 300 cycles les K_g, D_g et P_g étaient respectivement à des ordres de grandeur de 10^{-14} m/s, 10^{-14} m^2/s et de 10^{-13} m^2/s indiquant que les matériaux maintiennent de bonnes propriétés hydrogéologiques et de sorption/diffusion.

8.2 Influence de l'exposition au DMA sur les propriétés des GM

L'effet de l'exposition des GM au DMA sur les trois indices de performance a été traité au Chapitre 5. Il traite ainsi la dégradation chimique de la GM. Pour ce faire, la dégradation de GM en PEHD a été accélérée en utilisant des bains d'immersion à trois températures différentes (65, 75 et 85 °C) avec du DMA synthétique pour une durée allant jusqu'à 16 mois. Des échantillons de GM ont ainsi été extraits mensuellement des trois bains afin de suivre la dégradation de la GM par analyse enthalpique différentielle pour déterminer le temps d'induction oxydative (TIO) et évaluer les propriétés mécaniques des GM. Des essais de perméabilité et de sorption/diffusion d'oxygène ont également été réalisés à la fin des périodes d'immersion afin d'évaluer la variation par rapport aux propriétés initiales. Pour les travaux réalisés dans le cadre du Chapitre 5, il peut être conclu que :

- La dégradation des GM a été accélérée dans les trois bains d'immersion. Après les 16 mois de dégradation, les GM sont toujours dans la première phase de dégradation ou la phase de déplétion des antioxydants (AO) comme les TIO sont toujours largement au-dessus de 0,5 min. Cette valeur de 0,5 min correspond à la valeur résiduelle du TIO d'une GM en polyéthylène (PE) quand les AO seraient complètement épuisées.
- Concernant les indices de performance des GM, pour les propriétés mécaniques, il n'y a pas eu de changement significatif de la limite élastique (LE) des GM, mais une augmentation de l'élongation à la limite élastique a été constatée (ELE). Il y aurait alors une diminution de la pente de la courbe de contrainte-déformation, dans le domaine élastique, qui se traduit par un gain d'élasticité du matériau. Aucun changement significatif

n'a été constaté pour les propriétés à rupture. Concernant la perméabilité et les propriétés de sorption/diffusion d'oxygène, elles sont restées dans les mêmes ordres de grandeur que les propriétés initiales c'est-à-dire respectivement à 10^{-15} m/s, 10^{-13} m^2/s et 10^{-12} m^2/s pour la conductivité hydraulique équivalente, le coefficient de diffusion et le coefficient de perméation d'oxygène des GM. À l'échelle du matériau, il n'y aurait ainsi pas encore d'effet négatif sur les indices de performance de la GM pendant la phase de déplétion des AO. Il est alors d'intérêt d'avoir une estimation du temps que représenterait cette période de déplétion avant l'épuisement complet des AO afin de pouvoir apprécier la durabilité des GM.

- Au cours des essais de dégradation, il a été constaté que la décroissance des TIO se produisait en deux phases : une première phase décroissance rapide au cours des premiers mois d'immersion, suivie d'une deuxième phase plus lente. L'ensemble des données ne correspondaient pas ainsi au modèle de décroissance exponentielle tel que suggéré dans la littérature. Le modèle de décroissance exponentielle a tout de même été utilisé pour interpréter les résultats dans la première phase de décroissance rapide afin d'estimer le cas le plus défavorable. Des taux de déplétions d'AO de 0,1353, 0,2858 et de 0,3367 $mois^{-1}$ ont ainsi été respectivement obtenus pour les bains à 65, 75 et 85 °C. Il aurait ainsi fallu au moins 44, 21 et 18 mois respectivement pour les bains à 65, 75 et 85 °C pour atteindre l'épuisement complet des AO. Toutefois, ces températures de dégradation sont élevées par rapport à celles au niveau des GM dans les systèmes de recouvrement et particulièrement au Canada. Une extrapolation d'Arrhenius a ainsi été utilisée afin d'obtenir les taux de déplétions des AO à des températures plus faibles. Ainsi pour des températures de 0, 10 et 20 °C, par exemple, ces taux seraient respectivement de 0,00297, 0,0061 et de 0,0119 $mois^{-1}$, menant à des temps d'épuisement des AO respectifs d'environ 170, 80 et 40 ans.
- Les ordres de grandeur de temps d'épuisement des AO mentionnés plus haut ont été obtenus avec les essais d'immersion où la GM est exposée au DM des deux côtés. Or, dans les systèmes de recouvrement, la GM ne serait exposée au DMA que d'un seul côté dans le pire des cas. Les temps d'épuisement des AO seraient alors plus élevés dans la réalité : respectivement de l'ordre d'environ 600, 275 et 130 ans pour des températures de 0, 10 et 20 °C dans le cas où la serait recouverte par une couche drainante. Ces temps d'épuisement des AO seraient encore plus élevés si l'exposition au DMA était évitée avec l'installation

d'une assise. Les temps d'épuisement des AO pourraient respectivement atteindre 1000, 480 et 220 ans pour des températures de 0, 10 et 20 °C avec une assise en sable par exemple. La configuration du système de recouvrement peut ainsi avoir un impact important sur la durée de vie de la GM en contrôlant le contact avec le DMA.

- La phase de déplétion des AO n'est que la première étape de dégradation des GM, il y a encore la phase d'induction d'oxydation et la phase de dégradation proprement dite. La durée de vie de la GM serait alors encore plus longue que les ordres de grandeur de temps mentionnés ci-dessus. Toutefois il est à préciser que ces résultats sont à l'échelle du matériau intact et que sur le terrain, d'autres paramètres pourraient venir affecter la performance à long terme du système de recouvrement comme la présence de défauts et les contraintes mécaniques dans la GM menant à des fissurations sous contraintes.

8.3 Propriétés des GM exhumées

Les travaux réalisés dans le cadre du chapitre 6 se voulaient être un passage des études de laboratoire vers une application sur le terrain avec la combinaison des effets de la dégradation physique (cycles de gel-dégel vu au Chapitre 4), des effets de la dégradation chimique (exposition au drainage minier acide (DMA) vu au Chapitre 5), mais également des contraintes mécaniques in situ sur les trois indices de performance (propriétés mécaniques, perméabilités et propriétés de sorption/diffusion d'oxygène).

Des campagnes d'exhumation ont ainsi été réalisées sur trois sites miniers, Aldermac, Normétal (situés dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue, Québec) et Moyen-Nord[5] (situé dans le Moyen-Nord du Québec), où des systèmes de recouvrement avec des géomembranes (GM) en polyéthylène haute densité (PEHD) ont été installées respectivement en 2009, 2006 et 2000. D'une part, il est à noter que sur les sites Normétal et Moyen-Nord, les GM ont été installées directement par-dessus les résidus oxydés ce qui permettrait d'apprécier l'effet de l'exposition au DMA. D'autre part, dans les trois configurations, les GM se trouvent à une profondeur maximale de 1,35 m alors que le gel pourrait atteindre une profondeur d'au moins 2 m pour ces régions faisant ainsi subir des cycles de gel-dégel aux GM. Les trois sites permettraient ainsi d'apprécier l'effet de l'exposition à des

[5] Le non de ce site a été modifié pour des raisons de confidentialité.

conditions réelles, à court terme, sur les propriétés des GM en considérant les trois indices de performance. Des analyses enthalpiques différentielles ont également été réalisées pour la détermination des temps d'induction oxydative (TIO) afin d'obtenir une caractérisation globale de la dégradation chimique des GM. Des spectrométries infrarouges ont également été réalisées pour obtenir l'indice carbonyle (IC) permettant d'avoir une caractérisation de la dégradation chimique superficielle des GM. Les IC permettraient ainsi de mettre en évidence l'effet de l'exposition au DMA.

La première campagne d'exhumation a été réalisée à l'été 2019 pour récupérer des GM des sites Aldermac et Normétal et la deuxième campagne à l'été 2020 pour récupérer des GM du site Moyen-Nord. Pour chacun des sites, les exhumations ont été réalisées sur deux zones : une zone stable et une zone affaissée (où une dépression locale a été observée). Les données des deux zones permettraient ainsi d'examiner l'effet potentiel des contraintes mécaniques (en traction dans le cas des tassements) sur les trois indices de performance des GM.

Ainsi, pour les GM exhumées respectivement âgées de 10, 13 et 20 ans, il peut être conclu que :

- Les GM sont encore dans la première phase de dégradation des GM, appelée phase de déplétion des antioxydants (AO), comme les TIO sont encore largement au-dessus de la valeur limite de 0,5 min pour une GM exempte d'AO.
- Même après des années de services, les différentes GM demeurent conformes aux valeurs de références pour les GM neuves en PEHD définis dans le GRI GM13 pour les propriétés chimiques et mécaniques.
- Les conductivités hydrauliques équivalentes des GM sont à un ordre de grandeur de 10^{-14} m/s. Ces valeurs sont d'un ordre de grandeur plus élevé que les valeurs qui peuvent être retrouvées dans la littérature pour une GM neuve.
- Les coefficients de sorption et de perméation d'oxygène des différentes GM demeurent respectivement à des ordres de grandeur de 10^{-13} et 10^{-12} m^2/s comme pour les GM neuves testées dans cette thèse.
- Les contraintes de traction ont entraîné un amincissement des GM ce qui pourrait mener à une dégradation plus rapide des GM et à une légère diminution de leurs propriétés de transfert de masse.

- D’un point de vue du matériau, même si tous les GM sont en PEHD de 1.5 mm d’épaisseur nominale, celle qui est installée sur le site Aldermac est texturée. Malgré le fait qu’elle ait quelques années de moins que la GM de Normétal et qu’elle ne soit pas exposée au DMA, la GM texturée du site Aldermac a un état de dégradation plus avancée (TIO largement inférieur) et aurait ainsi une durabilité plus courte. Les GM texturées ne devraient alors être utilisées que dans le but d’avoir une meilleure stabilité dans les pentes.

8.4 Dernières remarques

Il est à rappeler que les différents travaux réalisés dans le cadre de cette thèse sont exclusivement à l’échelle des GM en tant que matériau ne prenant en considération que des effets isolés comme l’effet de la dégradation chimique (avec le drainage minier acide DMA) ou l’effet de la dégradation physique (avec les cycles de gel-dégel); ou des cas réels avec les GM exhumées.

Les GM testées ne présentaient pas de défaut alors qu’il est connu que lors de l’installation, des défauts peuvent être générés. Ces défauts, s’ils ne sont pas détectés et réparés, constitueront des zones d’écoulement préférentiel. Des défauts peuvent également se développer par perte de résistances mécaniques avec l’oxydation des GM ou encore par fissuration sous contrainte à cause des tassements. De plus, aucun aspect des assemblages (ou soudures) n’a été traité dans cette thèse. Tout ce qui a été vu dans cette thèse devrait ainsi être remis dans son contexte, c’est-à-dire limité à l’échelle du matériau. D’autres études seront ainsi nécessaires pour explorer ces différents aspects.

Cette thèse se veut ainsi être une première étape pour une meilleure compréhension des GM en tant que matériau pour créer une barrière à l’eau et au gaz, mais d’autres études seront nécessaires afin de considérer le système de recouvrement en entier.

8.5 Recommandations

Les recommandations seront formulées en deux sous-sections : la première sur l’étude de la durabilité des géomembranes et la deuxième sur l’utilisation des GM dans le contexte des systèmes de recouvrements pour la restauration de sites miniers.

8.5.1 Concernant l'étude de la durabilité des géomembranes

La dégradation en trois étapes des GM est admise par la communauté scientifique. Cependant, il est ardu d'atteindre les deux autres étapes dans un délai raisonnable. Cependant, étant donné que ces états de dégradation vont apparaître un jour ou l'autre, il serait judicieux d'étudier les propriétés chimiques, mécaniques et hydrogéologiques des GM aux autres étapes de dégradation c'est-à-dire au début de la phase d'induction de l'oxydation, au début de la phase de dégradation et de suivre leurs évolutions dans cette phase de dégradation. Pour arriver plus rapidement à ces stades de dégradation, il existe par exemple des essais de dégradation en autoclave. Dans la dégradation en autoclave, l'application de pression d'oxygène permet d'augmenter le facteur de collision des réactions d'oxydation et accélère ainsi la dégradation des GM.

Peu d'études sont réalisées sur la durabilité des GM en PEBDL qui sont pourtant présentées comme une alternative aux GM en PEHD. Il faudrait les inclure dans les essais de dégradation chimique. Comme les formulations des GM (même de type identique) peuvent différer, il faudrait en étudier différentes sortes provenant de divers fournisseurs pour pouvoir mieux connaître les différents matériaux disponibles sur le marché. Des travaux devront également être menés sur les GM texturées qui ont théoriquement une durée de service inférieure.

Pour l'étude des effets des cycles de gel-dégel, il faudrait atteindre des nombres plus élevés (400, 500 voire 1000) afin de confirmer (ou infirmer) les différentes tendances qui ont été trouvées jusqu'au 300e cycle.

Il faudrait également évaluer l'effet combiné de l'exposition au DMA et des cycles de gel-dégel. Une combinaison de ces deux conditionnements devrait ainsi être mis en œuvre par exemple une exposition cyclique au DMA et au gel composée d'une immersion dans un bain de DMA pendant 6 jours suivi d'une période de gel de 1 jour.

Il faudrait également étudier l'effet des contraintes sur la durabilité des GM au laboratoire. Pour cela des systèmes de tendeurs pourraient être développés. L'ensemble (GM et tendeur) serait alors par la suite intégré dans les essais de dégradation.

D'autres indicateurs de performance tant chimiques (comme la cristallinité et l'indice de fluidité) que mécaniques (comme la résistance à la fissuration sous contrainte et la résistance au

cisaillement) devraient également être examinés pour améliorer nos connaissances sur ces matériaux.

Étant donné qu'il y a différentes composantes autour de la GM pour constituer les systèmes de recouvrement, il faudrait faire des caractérisations mécaniques et hydrogéologiques de chacune des composantes. Il faudrait également voir les interactions entre ces différentes composantes.

Tout ce qui est suggéré ici est à petite échelle (échelle du matériau). Il faudrait mener des études prenant en considération les GM dans le système de recouvrement en entier. Pour cela, des tests en incubateurs peuvent être réalisés.

Il faudrait également réaliser des essais in situ comme des essais d'infiltration et des essais de sorption et de diffusion d'oxygène à différentes échelles.

Une instrumentation des systèmes de recouvrement serait également nécessaire pour pouvoir en apprécier la performance réelle :

- Des arbres à sondes devraient être installés afin de suivre les profils de température, de teneur en eau, de concentration d'oxygène.
- Des systèmes d'extraction de fluides (gaz et liquides) multiniveau pourraient également être installés. Ces systèmes permettront de déterminer les compositions des gaz et la qualité de l'eau à différentes profondeurs.
- Des systèmes de mesure des déformations devront également être installés au niveau des GM afin de pouvoir suivre la stabilité physique des systèmes de recouvrement.

8.5.2 Concernant l'utilisation des géomembranes

Les GM sont des matériaux qui doivent accomplir un rôle de barrière à l'eau et à l'oxygène dans les systèmes de recouvrement afin de limiter la génération de DMA. Pour qu'elles puissent accomplir ce rôle, quelques recommandations sont formulées :

- La première recommandation revient sur ce qui a été dit plus haut : ne pas utiliser les GM sur les sites où d'importantes déformations (comme des tassements par consolidation par exemple) sont attendues afin d'éviter la génération de fissuration sous contrainte.

- Dans la conception des systèmes de recouvrement, il est important d'éviter d'installer les GM directement par-dessus les résidus qui pourraient en accélérer la dégradation. L'assise est ainsi primordiale. Il faudrait également installer une couche de protection drainante afin d'éviter les accumulations d'eau, mais également pour améliorer la durabilité des GM.
- Lors de la mise en place, les GM devraient être installées dans les règles de l'art avec les bonnes pratiques d'assurance et de contrôle qualité en construction.
- Une bonne documentation chronologique des différentes étapes de l'installation des GM devrait également être faite. Cela permettra de distinguer les paramètres qui pourraient influencer la stabilité physique des GM. Par exemple la durée d'exposition des GM aux conditions atmosphériques, la quantification des plis à différents moments de la journée et les températures qui auraient pu favoriser la génération de plis.
- Les différentes propriétés des GM choisies devraient également être étudiées en plus des propriétés procurées par les fournisseurs. Ces diverses propriétés permettront ainsi de constituer un état initial pour permettre de faire un suivi régulier (tous les 10 ans par exemple) et ainsi constituer une pratique de contrôle qualité en service qui n'existe pas encore pour le moment dans n'importe quel domaine de l'utilisation des GM afin d'en évaluer la durabilité réelle.

RÉFÉRENCES

Abdelaal, F. B., Morsy, M. S., & Rowe, R. K. (2019). Long-term performance of a HDPE geomembrane stabilized with HALS in chlorinated water. *Geotextiles and Geomembranes, 47*(6), 815-830. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2019.103497

Abdelaal, F. B., & Rowe, R. K. (2014). Effect of high temperatures on antioxidant depletion from different HDPE geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes, 42*(4), 284-301. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2014.05.002

Abdelaal, F. B., & Rowe, R. K. (2019). Degradation of an HDPE geomembrane without HALS in chlorinated water. *Geosynthetics International, 26*(4), 354-370. https://doi.org/10.1680/jgein.19.00016

Abdelaal, F. B., Rowe, R. K., Smith, M., & Thiel, R. (2011). *OIT depletion in HDPE geomembranes used in contact with solutions having very high and low pH*. Proceedings of the 14th Pan-American Conference of Soil Mechanics and Geotechnical Engineering, Toronto, Ont (p. 2-6).

Abuel-Naga, H. M., & Bouazza, A. (2009). Numerical characterization of advective gas flow through GM/GCL composite liners having a circular defect in the geomembrane. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering, 135*(11), 1661-1671.

Accorsi, J., & Romero, E. (1995). Additives: special carbon blacks for plastics. *Plastics engineering, 51*(4), 29-32.

AFNOR. (2006). *NF EN 14150 Détermination de la perméabilité aux liquides*. Association Française de Normalisation, www.afnor.org.

Andersland, O. B., & Ladanyi, B. (2004). *Frozen ground engineering*. John Wiley & Sons.

ASCE. (2005). The ASCE standardized reference evapotranspiration equation. *Environmental and Water Resources Institute of The American Society of Civil Engineers*.

ASTM. (1995). *D3029-95 Test Methods for Impact Resistance of Flat Rigid Plastic Specimens by Means of a Tup (Falling Weight)*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (1999a). *D1593-99 Standard Specification for Nonrigid Vinyl Chloride Plastic Film and Sheeting*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (1999b). *D1822-99 Standard Test Method for Tensile-Impact Energy to Break Plastics and Electrical Insulating Materials*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2001a). *D1693-01 Standard Test Method for Environmental Stress-Cracking of Ethylene Plastics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2001b). *D4218-96 Standard Test Method for Determination of Carbon Black Content in Polyethylene Compounds By the Muffle-Furnace Technique*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2001c). *D6636 - 01 Standard Test Method for Determination of Ply Adhesion Strength of Reinforced Geomembranes*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2002a). *D882-02 Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2002b). *D3985-02 Standard Test Method for Oxygen Gas Transmission Rate Through Plastic Film and Sheeting Using a Coulometric Sensor*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2003). *D1505-03 Standard Test Method for Density of Plastics by the Density-Gradient Technique*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2005a). *D883-05 Standard Terminology Relating to Plastics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2005b). *D5397-99 Standard Test Method for Evaluation of Stress Crack Resistance of Polyolefin Geomembranes Using Notched Constant Tensile Load Test*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2006a). *D751-06 Standard Test Methods for Coated Fabrics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2006b). *D7238-06 Standard Test Method for Effect of Exposure of Unreinforced Polyolefin Geomembrane Using Fluorescent UV Condensation Apparatus*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2007a). *D412-06a Standard Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers-Tension*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2007b). *D746-07 Standard Test Method for Brittleness Temperature of Plastics and Elastomers by Impact*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2007c). *D4833-07 Standard Test Method for Index Puncture Resistance of Geomembranes and Related Products*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2013a). *D1004-13 Standard Test Method for Tear Resistance (Graves Tear) of Plastic Film and Sheeting*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2013b). *E1252-98(2013)e1 Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2014a). *D638-14 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2014b). *D1603-14 Standard Test Method for Carbon Black Content in Olefin Plastics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2014c). *D6241 - 14 Standard Test Method for Static Puncture Strength of Geotextiles and Geotextile-Related Products Using a 50-mm Probe*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015a). *D1434-82(2015)e1 Standard Test Method for Determining Gas Permeability Characteristics of Plastic Film and Sheeting*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015b). *D3418-15 Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015c). *D4533 / D4533M - 15 Standard Test Method for Trapezoid Tearing Strength of Geotextiles*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015d). *D5617-04 Standard Test Method for Multi-Axial Tension Test for Geosynthetics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015e). *D5884 / D5884M - 04A(2015)e1 Standard Test Method for Determining Tearing Strength of Internally Reinforced Geomembranes*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015f). *D5994 / D5994M - 10(2015)e1 Standard Test Method for Measuring Core Thickness of Textured Geomembranes*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016a). *D1709 - 16ae1 Standard Test Methods for Impact Resistance of Plastic Film by the Free-Falling Dart Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016b). *D4703-16 Standard Practice for Compression Molding Thermoplastic Materials into Test Specimens, Plaques, or Sheets*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016c). *D7002 -16 Standard Practices for Electrical Leak Location on Exposed Geomembranes Using the Water Puddle Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016d). *D7007 -16 Standard Practices for Electrical Methods for Locating Leaks in Geomembranes Covered with Water or Earthen Materials*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016e). *D7703 -16 Standard Practices for Electrical Leak Location on Exposed Geomembranes Using the Water Lance Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016f). *E96/E96M-16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016g). *E168-16 Standard Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2017a). *D1042 - 12 Standard Test Method for Linear Dimensional Changes of Plastics Caused by Exposure to Heat and Moisture*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2017b). *D2261 - 13(2017)e1 Standard Test Method for Tearing Strength of Fabrics by the Tongue (Single Rip) Procedure (Constant-Rate-of-Extension Tensile Testing Machine)*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2017c). *D5321 / D5321M - 17 Standard Test Method for Determining the Shear Strength of Soil-Geosynthetic and Geosynthetic-Geosynthetic Interfaces by Direct Shear*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2017d). *D5322-17 Standard Practice for Laboratory Immersion Procedures for Evaluating the Chemical Resistance of Geosynthetics to Liquids*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2017e). *F2102 -17 Standard Guide for Evaluating the Extent of Oxidation in Polyethylene Fabricated Forms Intended for Surgical Implants*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2018a). *D4885-01 (2018) Standard Test Method for Determining Performance Strength of Geomembranes by the Wide Strip Tensile Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2018b). *D5514 / D5514M - 18 Standard Test Method for Large-Scale Hydrostatic Puncture Testing of Geosynthetics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2018c). *D7240 -18 Standard Practices for Electrical Leak Location Using Geomembranes with an Insulating Layer in Intimate Contact with a Conductive Layer via Electrical Capacitance Technique (Conductive-Backed Geomembrane Spark Test)*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2018d). *E794-06 Standard Test Method for Melting And Crystallization Temperatures By Thermal Analysis*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2019a). *D1938 - 19 Standard Test Method for Tear-Propagation Resistance (Trouser Tear) of Plastic Film and Thin Sheeting by a Single-Tear Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2019b). *D3895-19 Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry*. ASTM International, www.astm.org. https://doi.org/https://doi.org/10.1520/D3895-19

ASTM. (2019c). *D5199-12 Standard Test Method for Measuring the Nominal Thickness of Geosynthetics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020a). *D792 - 20 Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020b). *D1204 - 14 Standard Test Method for Linear Dimensional Changes of Nonrigid Thermoplastic Sheeting or Film at Elevated Temperature*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020c). *D5496-15 Standard Practice for In Field Immersion Testing of Geosynthetics*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020d). *D5885 / D5885M - 20 Standard Test Method for Oxidative Induction Time of Polyolefin Geosynthetics by High-Pressure Differential Scanning Calorimetry*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020e). *D6693/D6693M - 20 Standard Test Method for Determining Tensile Properties of Nonreinforced Polyethylene and Nonreinforced Flexible Polypropylene Geomembranes*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2020f). *D7953 -20 Standard Practice for Electrical Leak Location on Exposed Geomembranes Using the Arc Testing Method*. ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2021). *D5747 / D5747M - 21 Standard Practice for Tests to Evaluate the Chemical Resistance of Geomembranes to Liquids*. ASTM International, www.astm.org.

Aubertin, M., Aachib, M., & Authier, K. (2000). Evaluation of diffusive gas flux through covers with a GCL. *Geotextiles and Geomembranes, 18*(2-4), 215-233.

Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers.[CD-ROM]. *Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec*.

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M., & Mbonimpa, M. (2016). Review of the Reclamation Techniques for Acid-Generating Mine Wastes upon Closure of Disposal Sites. Dans *Geo-Chicago 2016* (p. 343-358).

Awoh, A. S., Mbonimpa, M., & Bussière, B. (2013). Field study of the chemical and physical stability of highly sulphide-rich tailings stored under a shallow water cover. *Mine Water and the Environment, 32*(1), 42-55.

Awoh, A. S., Mbonimpa, M., & Bussière, B. (2020). Water Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 135-166.

Barr, A., Goodnight, J., Sail, J., & Helwig, J. (1976). *Analysis of variance.*

Bennis, S. (2007). *Hydraulique et hydrologie*. Presse de l'Université du Québec.

Benson, C., Tinjum, J., & Hussin, C. (1995). *Leakage rates from geomembrane liners containing holes.* Proc. Geosynthetics (vol. 95, p. 745-758).

Benzaazoua, M., Bussière, B., Demers, I., Aubertin, M., Fried, É., & Blier, A. (2008). Integrated mine tailings management by combining environmental desulphurization and cemented paste backfill: Application to mine Doyon, Quebec, Canada. *Minerals engineering, 21*(4), 330-340.

Benzaazoua, M., Bussière, B., Kongolo, M., McLaughlin, J., & Marion, P. (2000). Environmental desulphurization of four Canadian mine tailings using froth flotation. *International journal of mineral processing, 60*(1), 57-74.

Benzaazoua, M., & Kongolo, M. (2003). Physico-chemical properties of tailing slurries during environmental desulphurization by froth flotation. *International Journal of Mineral Processing, 69*(1-4), 221-234.

Blond, E., Bouthot, M., Vermeersch, O., & Mlynarek, J. (2003). *Selection of protective cushions for geomembranes puncture protection.* Proceedings of the 56th annual conference of the Canadian Geotechnical Society, Winnipeg, Canada.

Blowes, D. W., Ptacek, C., Jambor, J. L., Weisener, C., Paktunc, D., Gould, W. D., & Johnson, D. (2014). The Geochemistry of Acid Mine Drainage. Dans Elsevier (édit.), *Treatise on Geochemistry* (2nd^{e} éd., vol. 11, p. 131-190).

Bois, D., Poirier, P., Benzaazoua, M., Bussière, B., & Kongolo, M. (2005). A feasibility study on the use of desulphurized tailings to control acid mine drainage. *CIM Bulletin, 98*(1087), 361-380.

Bouazza, A. (2002). Geosynthetic clay liners. *Geotextiles and Geomembranes, 20*(1), 3-17.

Bouazza, A., & Bowders, J. J. (2010). *Geosynthetic clay liners for waste containment facilities* (vol. 254). CRC Press London.

Bouazza, A., & Vangpaisal, T. (2004). Effect of straining on gas advective flow of a needle-punched GCL. *Geosynthetics International, 11*(4), 287-295.

Bouazza, A., & Vangpaisal, T. (2006). Laboratory investigation of gas leakage rate through a GM/GCL composite liner due to a circular defect in the geomembrane. *Geotextiles and Geomembranes, 24*(2), 110-115. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2005.11.007

Bouazza, A., Vangpaisal, T., Abuel-Naga, H., & Kodikara, J. (2008). Analytical modelling of gas leakage rate through a geosynthetic clay liner–geomembrane composite liner due to a

circular defect in the geomembrane. *Geotextiles and Geomembranes, 26*(2), 122-129. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2007.09.001

Bouazza, A., Zornberg, J., & Adam, D. (2002). *Geosynthetics in waste containment facilities: recent advances.* Proceedings of the Seventh International Conference on Geosynthetics, Nice, France (vol. 2, p. 445-507).

Boulanger-Martel, V. (2019). *Évaluation de la performance de recouvrements miniers pour contrôler le drainage minier acide en climat arctique*, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal].

Boulanger-Martel, V., Bussière, B., & Côté, J. (2020). Insulation Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 203-224.

Brachman, R., Rowe, R., Arnepalli, D., Dickinson, S., Islam, M., & Sabir, A. (2008). Development of an apparatus to simulate the ageing of geomembranes under chemical exposure, elevated temperatures and applied stresses. *Proceedings GeoAmericas*, 444-451.

Brown, K. W., Thomas, J. C., Lyhon, R. L., Jayawickrama, P., & Bahrt, S. (1987). *Quantification of leak rates through holes in landfill liners*. US EPA Report CR 810940.

Brown, M., Barley, B., & Wood, H. (2002). *Minewater treatment*. IWA Publishing.

Budiman, J. (1994). *Effects of temperature on physical behavior of geomembranes.* Proceedings of the Fifth International Conference on Geotextiles, Geomembranes, and Related Products. International Geosynthetics Society, Easley, SC, USA (p. 1093-1096).

Bussiere, B. (2007). Colloquium 2004: Hydrogeotechnical properties of hard rock tailings from metal mines and emerging geoenvironmental disposal approaches. *Canadian Geotechnical Journal, 44*(9), 1019-1052.

Bussière, B., Aubertin, M., & Julien, M. (2001). Couvertures avec effets de barrière capillaire pour limiter le drainage minier acide: aspects théoriques et pratiques. *Vecteur environnement, 34*(3), 37-50.

Bussière, B., Aubertin, M., Mbonimpa, M., Molson, J. W., & Chapuis, R. P. (2007). Field experimental cells to evaluate the hydrogeological behaviour of oxygen barriers made of silty materials. *Canadian Geotechnical Journal, 44*(3), 245-265.

Bussière, B., & Guittonny, M. (2020a). *Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*. CRC Press.

Bussière, B., & Guittonny, M. (2020b). Long-Term Evolution of Reclamation Performance. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 351-378.

Bussiére, B., & Hayley, D. W. (2010). Effects of Climate Change on Mine Waste Disposal in the Arctic. *Geo-Strata—Geo Institute of ASCE, 14*(5).

Bussière, B., Pabst, T., Boulanger-Martel, V., Guittonny, M., Plante, B., Neculita, C.-M., . . . Labonté-Raymond, P.-L. (2020). Monitoring the Performance of Mine Site Reclamation. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 225-270.

CFG. (2003). Présentation de méthodes de détection et de localisation de défauts dans les dispositifs d'étanchéité par géomembranes. *Comité Français des Géosynthétiques, Version 6, Reuil-Malmaison, France*.

Chainey, M. (1990). Transport phenomena in polymer films. Dans I. Marcel Dekker (édit.), *Handbook of Polymer Science and Technology Composites andSpecialty Applications* (vol. 4, p. 499-540).

Chappel, M., Brachman, R., Take, W., & Rowe, R. (2011). Large-scale quantification of wrinkles in a smooth black HDPE geomembrane. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 138*(6), 671-679. https://doi.org/https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0000643

Chisholm, R., & Phang, W. (1983). Measurement and Prediction of Frost Penetration in highways. *Transportation Research Record*(918).

Comer, A., Kube, M., & Sayer, K. (1996). Remediation of existing canal linings. *Geotextiles and Geomembranes, 14*(5-6), 313-325.

Comer, A. I., & Hsuan, Y. G. (1996). *Freeze-Thaw Cycling and Cold Temperature Effects on Geomembrane Sheets and Seams*. US Department of the Interior, Bureau of Reclamation, Materials Engineering and Research Laboratory Group, Civil Engineering Services, Technical Service Center.

Coulombe, V., Bussière, B., Côté, J., & Garneau, P. (2012). Performance of Insulation Covers to Control Acid Mine Drainage in Cold Environments. Dans *Cold Regions Engineering 2012: Sustainable Infrastructure Development in a Changing Cold Environment* (p. 789-799).

Crank, J. (1975). *The Mathematics of Diffusion: 2d Ed*. Clarendon Press.

Cravotta III, C. A. (2008). Dissolved metals and associated constituents in abandoned coal-mine discharges, Pennsylvania, USA. Part 2: geochemical controls on constituent concentrations. *Applied Geochemistry, 23*(2), 203-226.

Cyr, J. (2008). *La restauration du site minier Aldermac : un projet de 16,5M$* QuébecMines 2008, Bulletin d'information minière, Québec.

Cyr, J., Maurice, R., & Isabelle, D. (2011). *Restauration du site minier Aldermac.* Symposium 2011 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, QC.

Daniel, D. E., & Koerner, R. M. (2000). On the use of geomembranes in vertical barriers. Dans *Advances in Transportation and Geoenvironmental Systems Using Geosynthetics* (p. 81-93).

Daniel, D. E., & Koerner, R. M. (2007). *Waste containment facilities: guidance for construction quality assurance and construction quality control of liner and cover systems*. American Society of Civil Engineers.

Demers, I., Bussière, B., Benzaazoua, M., Mbonimpa, M., & Blier, A. (2010). Preliminary optimization of a single-layer cover made of desulfurized tailings: application to the Doyon Mine tailings impoundment. *Society for Mining, Metallurgy, and Exploration Annual Transactions, 326*, 21-33.

Demers, I., & Pabst, T. (2020a). Alternative and Innovative Integrated Mine Waste Management Approaches. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 321-350.

Demers, I., & Pabst, T. (2020b). Covers with Capillary Barrier Effects. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 167-186.

Dunnett, C. W. (1955). A multiple comparison procedure for comparing several treatments with a control. *Journal of the American Statistical Association, 50*(272), 1096-1121.

Dysli, M. (1991). *Le gel et son action sur les sols et les fondations*. PPUR presses polytechniques.

Eid, H. T., Stark, T. D., Evans, W. D., & Sherry, P. E. (2000). Municipal solid waste slope failure. I: Waste and foundation soil properties. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 126*(5), 397-407.

Eigenbrod, K., Irwin, W., & Ruggensach, W. (1984). *Upstream Geomembrane Liner for a Dam on a Compressible Foundation.* Proc. Intl. Conf. on Geomembrane, IFAI, St. Paul, MN (p. 99-103).

Elberling, B. (2005). Temperature and oxygen control on pyrite oxidation in frozen mine tailings. *Cold Regions Science and Technology, 41*(2), 121-133.

Elhajjar, R., Tati, H., Van Dyke, S., & Erfanian, H. (2017). *Correlation of ASTM D4833 and D6241 Geotextile Puncture Test Methods and Results for Use on WisDOT Projects*. Wisconsin Highway Research Program.

Epacher, E., Tolvéth, J., Kröhnke, C., & Pukánszky, B. (2000). Processing stability of high density polyethylene: effect of adsorbed and dissolved oxygen. *Polymer, 41*(23), 8401-8408. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0032-3861(00)00191-9

Evangelou, V., & Zhang, Y. (1995). A review: pyrite oxidation mechanisms and acid mine drainage prevention. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 25*(2), 141-199.

Ewais, A. (2014). *Longevity of HDPE geomembranes in geoenvironmental applications*, Queen's University].

Ewais, A. M. R., Rowe, R. K., Rimal, S., & Sangam, H. P. (2018). 17-year elevated temperature study of HDPE geomembrane longevity in air, water and leachate. *Geosynthetics International, 25*(5), 525-544. https://doi.org/10.1680/jgein.18.00016

Fleming, I., Sharma, J., & Jogi, M. (2006). Shear strength of geomembrane–soil interface under unsaturated conditions. *Geotextiles and Geomembranes, 24*(5), 274-284.

Foose, G. J., Benson, C. H., & Edil, T. B. (2001). Predicting leakage through composite landfill liners. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 127*(6), 510-520.

Fujita, H. (1968). Organic vapors above the glass transition temperature. Dans J. P. Crank, G. S. (édit.), *Diffusion in polymers* (p. 75-105). Academic Press Inc.

Gerber, D. (1984). *Floating reservoir cover designs.* Proceedings of International Conference on Geomembranes, IFAI (p. 79-84).

Gilson-Beck, A. (2019). Controlling leakage through installed geomembranes using electrical leak location. *Geotextiles and Geomembranes, 47*(5), 697-710. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2019.103501

Gilson-Beck, A., & Ferreira, J. (2020). *New Standard Practice for Electrical Leak Location of Covered Geomembranes* 4th Pan American Conference on Geosynthetics GeoAmerica2020, Rio de Janeiro, Brazil.

Giroud, J. (1984). *Impermeability: The myth and a rational approach.* Proceedings of the International Conference on Geomembranes (vol. 1, p. 157-162).

Giroud, J. (1997). Equations for calculating the rate of liquid migration through composite liners due to geomembrane defects. *Geosynthetics International, 4*(3-4), 335-348.

Giroud, J., & Bonaparte, R. (1989a). Leakage through liners constructed with geomembranes—Part I. Geomembrane liners. *Geotextiles and Geomembranes, 8*(1), 27-67.

Giroud, J., & Bonaparte, R. (1989b). Leakage through liners constructed with geomembranes—Part II. Composite liners. *Geotextiles and Geomembranes, 8*(2), 71-111.

Giroud, J., Khatami, A., & Badu-Tweneboah, K. (1989). Evaluation of the rate of leakage through composite liners. *Geotextiles and Geomembranes, 8*(4), 337-340.

Giroud, J., & Touze-Foltz, N. (2005). Equations for calculating the rate of liquid flow through geomembrane defects of uniform width and finite or infinite length. *Geosynthetics International, 12*(4), 191-204.

Giroud, J. P., Badu-Tweneboah, K., & Bonaparte, R. (1992). Rate of leakage through a composite liner due to geomembrane defects. *Geotextiles and Geomembranes, 11*(1), 1-28. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0266-1144(92)90010-8

Giroud, J. P., & Morel, N. (1992). Analysis of geomembrane wrinkles. *Geotextiles and Geomembranes, 11*(3), 255-276. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0266-1144(92)90003-S

Gleason, M. H., Daniel, D. E., & Eykholt, G. R. (1997). Calcium and sodium bentonite for hydraulic containment applications. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 123*(5), 438-445.

Grassie, N., & Scott, G. (1985). *Polymer Degradation and Stabilization*. Cambridge University Press.

GRI. (2013). *GM9 Standard Practice for Cold Weather Seaming of Geomembranes*. Geosynthetic Institute (GSI).

GRI. (2015). *GM18 Standard Specification for Test Methods, Test Properties and Testing Frequencies for Flexible Polypropylene (fPP and fPP-R) Nonreinforced and Reinforced Geomembranes*. Geosynthetic Institute (GSI).

GRI. (2021a). *GM13 Standard Specification for Test Methods, Test Properties and Testing Frequency for High Density Polyethylene (HDPE) Smooth and Textured Geomembranes*. Geosynthetic Institute (GSI).

GRI. (2021b). *GM17 Standard Specification for Test Methods, Test Properties and Testing Frequency for Linear Low Density Polyethylene (LLDPE) Smooth and Textured Geomembranes*. Geosynthetic Institute (GSI).

Groß, A., & Heintz, A. (2000). Diffusion coefficients of aromatics in nonporous PEBA membranes. *Journal of Membrane Science, 168*(1), 233-242. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0376-7388(99)00322-1

GSI. (2021). What is the Geosynthetic Institute (GSI)? , *[https://geosynthetic-institute.org/index.html] (2021-07-23)*.

Gulec, S. (2003). Effect of acid mine drainage on the properties of geosynthetics. *Madison, Wis.: Univ. of Wisconsin-Madison*.

Gulec, S., Benson, C., & Edil, T. (2005). Effect of acidic mine drainage on the mechanical and hydraulic properties of three geosynthetics. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 131*(8), 937-950.

Gulec, S., Benson, C. H., & Edil, T. (12-15 October 2003 2003). *Effect of acid mine drainage (AMD) on the engineering properties of geosynthetics* Tailings and Mine Waste 2003: Proceedings of the 10th International Conference, Vail, Colorado.

Gulec, S., Edil, T., & Benson, C. (2004). Effect of acidic mine drainage on the polymer properties of an HDPE geomembrane. *Geosynthetics International, 11*(2), 60-72.

Haxo Jr, H., Miedema, J., & Nelson, N. (1984). *Permeability of polymeric membrane lining materials. Technical paper*. Matrecon, Inc., Oakland, CA (USA).

Holubec, I. (2004). *Covers for Reactive Tailings Located in Permafrost Regions Review, MEND Report 1.61. 6*. Natural Resources Canada, Minerals and Metals Sector: Ottawa, ON, Canada.

Hsieh, C.-W., & Wang, J.-B. (2008). Clamping mechanism effects on the puncture resistance tests of high strength geotextiles. *Journal of GeoEngineering, 3*(2), 47-53.

Hsuan, Y., & Koerner, R. (1995a). Long term durability of HDPE geomembrane: Part I—Depletion of antioxidant. *GRI Report, 16*, 35.

Hsuan, Y., & Koerner, R. (1998). Antioxidant depletion lifetime in high density polyethylene geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 124*(6), 532-541.

Hsuan, Y., & Koerner, R. M. (1995b). The Single Point-Notched Constant Load Test: A Quality Control Test for Assessing Stress Crack Resistance. *Geosynthetics International, 2*(5), 831-843.

Hsuan, Y., Schroeder, H., Rowe, K., Müller, W., Greenwood, J., Cazzuffi, D., & Koerner, R. (2008). *Long-term performance and lifetime prediction of geosynthetics.* Proceedings of the 4th European Conference on Geosynthetics, Edinburgh, September. Keynote paper.

Hsuan, Y. G., Koerner, R. M., & Lord, A. E. (1993). Stress-Cracking Resistance of High-Density Polyethylene Geomembranes. *Journal of Geotechnical Engineering, 119*(11), 1840-1855. https://doi.org/10.1061/(ASCE)0733-9410(1993)119:11(1840)

Hsuan, Y. G., & Li, M. (2005). Temperature and pressure effects on the oxidation of high-density polyethylene geogrids. *Geotextiles and Geomembranes, 23*(1), 55-75. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2004.07.001

Hullings, D., & Koerner, R. (1991). *Puncture resistance of geomembranes using a truncated cone test.* Geosynthetics' 91Industrial Fabrics Association; North American Geosynthetics Society; International Geotextile Society.

IAGI. (2015). *HDPE and LLDPE Geomembrane Installation Specification*.

Islam, M. Z., Gross, B. A., & Rowe, R. K. (2011). Degradation of Exposed LLDPE and HDPE Geomembranes: A Review. Dans *Geo-Frontiers 2011* (p. 2065-2072).

Islam, M. Z., & Rowe, R. K. (2007). *Effect of HDPE geomembrane thickness on the depletion of antioxidants.* 60th Canadian Geotechnical Conference (p. 2129-2134).

Jébrak, M. (2015). *Quels métaux pour demain? Les enjeux des ressources minérales*. Dunod.

Jeon, H.-Y., Bouazza, A., & Lee, K.-Y. (2008). Depletion of antioxidants from an HDPE geomembrane upon exposure to acidic and alkaline solutions. *Polymer Testing, 27*(4), 434-440. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2008.01.003

Johnson, D. B., & Hallberg, K. B. (2005). Acid mine drainage remediation options: a review. *Science of the total environment, 338*(1-2), 3-14.

Katsumi, T., Benson, C., Foose, G., & Kamon, M. (2001). Performance-based design of landfill liners. *Engineering Geology, 60*(1-4), 139-148.

Kefeni, K. K., Msagati, T. A., & Mamba, B. B. (2017). Acid mine drainage: prevention, treatment options, and resource recovery: a review. *Journal of cleaner production, 151*, 475-493.

Khoe, C., Sen, R., & Bhethanabotla, V. R. (2010). Oxygen permeability of fiber-reinforced polymers. *Journal of Composites for Construction, 15*(4), 513-521.

Koerner, R. M. (2000). Emerging and future developments of selected geosynthetic applications. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 126*(4), 293-306.

Koerner, R. M. (2012). *Designing with geosynthetics* (vol. 2). Xlibris Corporation.

Koerner, R. M., Halse, Y. H., & Lord, A. E. (1990). Long-term durability and aging of geomembranes. *Geotechnical Special Publication No. 26, American Society of Engineers, New York, pp. 106- 134.*, 106-134.

Koerner, R. M., & Hsuan, Y. G. (2003). *Lifetime prediction of polymeric geomembranes used in new dam construction and dam rehabilitation.* Proceedings of State Dam Safety, Officials Conference, Lake Harmony, Pa (p. 4-6).

Koerner, R. M., Hsuan, Y. G., & Koerner, G. R. (2011). Geomembrane Lifetime Prediction: Unexposed and Exposed Conditions. *In: GRI White Paper No. 6. Geosynthetic Institute (Updated February 2011, 27 pp.).*

Koerner, R. M., Hsuan, Y. G., & Koerner, G. R. (2017). Lifetime predictions of exposed geotextiles and geomembranes. *Geosynthetics International, 24*(2), 198-212. https://doi.org/10.1680/jgein.16.00026

Koerner, R. M., & Hwu, B.-L. (1991). Stability and tension considerations regarding cover soils on geomembrane lined slopes. *Geotextiles and Geomembranes, 10*(4), 335-355. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0266-1144(91)90010-T

Koerner, R. M., Lord, A. E., & Hsuan, Y. H. (1992). Arrhenius modeling to predict geosynthetic degradation. *Geotextiles and Geomembranes, 11*(2), 151-183. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0266-1144(92)90042-9

Koerner, R. M., & Soong, T.-Y. (1998). *Analysis and design of veneer cover soils.* proceedings of the Sixth international Conference on geosynthetics (p. 1-26).

Kuyucak, N. (2002). Acid mine drainage prevention and control options. *CIM bulletin*, 96-102.

Kyhn, C., & Elberling, B. (2001). Frozen cover actions limiting AMD from mine waste deposited on land in Arctic Canada. *Cold Regions Science and Technology, 32*(2-3), 133-142.

Lacasse, A., & Amiri, A. (1988). *Etude de l'action du gel sur les routes*. Ministère des Transports du Québec.

Lambert, S. (1997). Les géomembranes. *Ingénieries Eau-Agriculture-Territoires, AN1997-PUB00002712*(hal-00461031), p. 27-40.

Lambert, S., Duquennoi, C., & Tcharkhchi, A. (1999). Utilisation des géomembranes en altitude. *Ingénieries – EAT-Géosynthétiques - Matériaux et applications*, p. 89 - 95.

Lambert, S., & Touze-Foltz, N. (2000). *A test for measuring permeability of geomembranes.* Proceedings Eurogeo (vol. 2, p. 15-18).

Landry, B., & Senay, D. (2010). *Portrait et enjeux miniers de l'Estrie-Version préliminaire du 20 mai 2010*. Commission régionale sur les ressources naturelles et le territoire - PRDIRT.

Lefebvre, J. (1986). *Mesure des débits et des vitesses des fluides*. Masson.

Levene, H. (1961). Robust tests for equality of variances. *Contributions to probability and statistics. Essays in honor of Harold Hotelling*, 279-292.

Lilliefors, H. W. (1967). On the Kolmogorov-Smirnov test for normality with mean and variance unknown. *Journal of the American statistical Association, 62*(318), 399-402.

Lottermoser, B. G. (2010). *Mine Wastes: Characterization, Treatment and Environmental Impacts, 3rd Edition.* Springer, Berlin, Heidelberg.

Lowson, R. T. (1982). Aqueous oxidation of pyrite by molecular oxygen. *Chemical reviews, 82*(5), 461-497.

Lupo, J., & Morrison, K. (2007). Geosynthetic design and construction approaches in the mining industry. *Geotextiles and Geomembranes, 25*(2), 96-108.

Lupo, J. F. (2010). Liner system design for heap leach pads. *Geotextiles and Geomembranes, 28*(2), 163-173. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2009.10.006

Maqsoud, A., Bussière, B., & Mbonimpa, M. (2020). Low Saturated Hydraulic Conductivity Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 93-114.

Maqsoud, A., Bussière, B., Mbonimpa, M., Aubertin, M., & Wilson, W. (2007). *Instrumentation and monitoring techniques for oxygen barrier covers used to control acid mine drainage.* Mining Industry Conference, CIM, Montréal.[CD-ROM].

Martin, J., Koerner, R., & Whitty, J. (1984). *Experimental friction evaluation of slippage between geomembranes, geotextiles and soils.* Proceedings of the International Conference on Geomembranes (vol. 1, p. 191-196).

Massey, L. K. (2003). *Permeability properties of plastics and elastomers: a guide to packaging and barrier materials*. William Andrew.

Maurice, R. (2002). *Restauration du site minier Poirier (Joutel) – expériences acquises et suivi des travaux.* Défis & Perspectives: Symposium 2002 sur l'Environnement et les Mines, Rouyn-Noranda, 3-5 novembre 2002, Rouyn-Noranda, QC (vol. papier s32 a1021 p545).

Maurice, R. (2012). *Normétal mine tailings storage facility HDPE cover: Design considerations and performance monitoring.* 9th International Conference on Acid Rock Drainage, Ontario, ON.

Mbonimpa, M., Aubertin, M., Aachib, M., & Bussière, B. (2003). Diffusion and consumption of oxygen in unsaturated cover materials. *Canadian Geotechnical Journal*, *40*(5), 916-932.

Mbonimpa, M., Rarison, F., Bussière, B., & Pouliot, S. (2021). *Utilisation et longevité des géomembranes en restauration des sites miniers* Symposium 2021 Mines et Environnement, Rouyn-Noranda, Québec, Canada. 14-15 juin 2021.

McWatters, R., & Rowe, R. (2009). Transport of volatile organic compounds through PVC and LLDPE geomembranes from both aqueous and vapour phases. *Geosynthetics International, 16*(6), 468-481. https://doi.org/https://doi.org/10.1680/gein.2009.16.6.468

McWatters, R. S., Rutter, A., & Rowe, R. K. (2016). Geomembrane applications for controlling diffusive migration of petroleum hydrocarbons in cold region environments. *Journal of Environmental Management, 181,* 80-94. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2016.05.065

MDDEP. (2012). Directive 019 sur l'industrie minière. *Ministère du développement durable, environement et parcs, Gouvernement du Québec*, 105.

Meer, S. R., & Benson, C. H. (2007). Hydraulic conductivity of geosynthetic clay liners exhumed from landfill final covers. *Journal of geotechnical and geoenvironmental engineering, 133*(5), 550-563.

Meiers, G. (2015). *Use of Analytical Estimates and Water Balance Components to Estimate Leakage Rates Through Cover Systems Utilizing a Geomembrane* ACR 2015 October 21-22, 2015. Fredericton, New Brunswick, Canada.

Meiers, G., O'Kane, M., & Barbour, S. (2009). *Measuring net percolation rates for waste storage facility cover systems.* Canadian Geotehnical Society. Proceedings of 62 nd Canadian Geotechnical Conference (p. 20-24).

Meiers, G., O'Kane, M., Mayich, D., Shea, J., & Barteaux, M. (2014). Evaluation of in Service Performance of Cover Systems that Utilize a Geosynthetic Layer. *O'Kane Consulting*.

MEND. (1997). *Roles of Ice, in the Water Cover Option, and Permafrost in Controlling Acid Generation from Sulphide Tailings, Report 1.61.1*. MEND.

MEND. (2009). *Mine Waste Covers in Cold Regions, Report 1.61.5a*. MEND.

MEND. (2010). *Cold Regions Cover Research, Report 1.61.5b*. MEND.

MEND. (2012). *Cold Regions Cover System Design Technical Guidance Document, Report 1.61.5c*. MEND.

Mine Raglan. (2015). *Étude d'impact sur l'environnement et le milieu social*.

Mitchell, J. K., Seed, R. B., & Seed, H. B. (1990). Kettleman Hills waste landfill slope failure. I: Liner-system properties. *Journal of Geotechnical Engineering, 116*(4), 647-668.

Morsy, M., & Rowe, R. K. (2019). Effect of texturing on the longevity of high-density polyethylene (HDPE) geomembranes in municipal solid waste landfills. *Canadian Geotechnical Journal, 57*(1), 61-72.

MRNF. (2009). Rehabilitation of Site No.1 at the Eustis Mining Complex (Municipalité du Canton de Hatley). *Québec mines, Bulletin d'Information Minière, Juin 2009, Ministère des Ressources Naturelles et Faune, Québec*.

Müller, W. W. (2007). *HDPE geomembranes in geotechnics*. Springer.

Müller, W. W., & Wöhlecke, A. (2019). Zero leakage? Landfill liner and capping systems in Germany. *Environmental Geotechnics, 6*(3), 162-170. https://doi.org/https://doi.org/10.1680/jenge.16.00031

Narejo, D., Koerner, R., & Wilson-Fahmy, R. (1996). Puncture protection of geomembranes Part II: Experimental. *Geosynthetics International, 3*(5), 629-653.

Neculita, C.-M., Zagury, G. J., & Bussière, B. (2007). Passive treatment of acid mine drainage in bioreactors using sulfate-reducing bacteria. *Journal of Environmental Quality, 36*(1), 1-16.

Neculita, C.-M., Zagury, G. J., & Bussière, B. (2020). Passive Treatment of Acid Mine Drainage at the Reclamation Stage. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 271-296.

Needham, A., Gallagher, E., Peggs, I., Howe, G., & Norris, J. (2004). The likely medium to long term generation of defects in geomembrane liners. R&D Technical Report.

Needham, A., Smith, J., & Gallagher, E. (2006). The service life of polyethylene geomembrane barriers. *Engineering geology, 85*(1-2), 82-90.

Negussey, D., Wijewickreme, W., & Vaid, Y. (1989). Geomembrane interface friction. *Canadian Geotechnical Journal, 26*(1), 165-169.

Nordstrom, D. K., Alpers, C. N., Ptacek, C. J., & Blowes, D. W. (2000). Negative pH and extremely acidic mine waters from Iron Mountain, California. *Environmental Science & Technology, 34*(2), 254-258.

Nordstrom, D. K., Blowes, D. W., & Ptacek, C. J. (2015). Hydrogeochemistry and microbiology of mine drainage: an update. *Applied Geochemistry, 57*, 3-16.

Noval, A., Blanco, M., Castillo, F., Leiro, A., Mateo, B., Zornberg, J., . . . Redón, M. (2014). *Long-term performance of the HDPE geomembrane at the "San Isidro" reservoir.* 10th International Conference on Geosynthetics (p. 427-440).

NRCan. (2020). *Historical Data, https://climate.weather.gc.ca/historical_data/search_historic_data_e.html, (March 9, 2020)*.

Osawa, Z., & Ishizuka, T. (1973). Catalytic action of metal salts in autoxidation and polymerization. X. The effect of various metal stearates on the thermal oxidation of 2,6,10,14-tetramethylpentadecane. *Journal of Applied Polymer Science, 17*(9), 2897-2907. https://doi.org/10.1002/app.1973.070170926. https://doi.org/https://doi.org/10.1002/app.1973.070170926

Ouangrawa, M., Aubertin, M., Molson, J. W., Bussière, B., & Zagury, G. J. (2010). Preventing acid mine drainage with an elevated water table: Long-term column experiments and parameter analysis. *Water, Air, & Soil Pollution, 213*(1-4), 437-458.

Pabst, T. (2020). Elevated Water Table with Monolayer Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 187-202.

Pabst, T., & Demers, I. (2020). Alternative and Innovative Integrated Mine Waste Management Approaches. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 321-350.

Patel, V., Mehta, S., Orroth, S., & McCarthy, S. (1999). "Single-Site" Catalyzed Polyolefin for Fresh-Cut Produce Packaging. A Comparison Between Monoextruded Blends and Coextruded Film. *in Commercial Applications*, 85.

Patterson, B., Robertson, B., Woodbury, R., Talbot, B., & Davis, G. (2006). Long-term evaluation of a composite cover overlaying a sulfidic tailings facility. *Mine Water and the Environment, 25*(3), 137-145.

Pearce, T. D., Ford, J. D., Prno, J., Duerden, F., Pittman, J., Beaumier, M., . . . Smit, B. (2011). Climate change and mining in Canada. *Mitigation and adaptation strategies for global change, 16*(3), 347-368.

Peggs, D. I., Lawrence, C., & Thomas, R. (2002). The oxidation and mechanical performance of HDPE geomembranes: a more practical durability parameter. *Proceedings of Geosynthetics State of the Art Recent Developments, 2*, 779-782.

Peggs, I. D. (2003). Geomembrane liner durability: contributing factors and the status quo. *Geosynthetics: protecting the environment, Thomas Telford, London, 31p*.

Pelte, T., Pierson, P., & Gourc, J. (1994). Thermal analysis of geomembrane exposed to solar radiation. *Geosynthetics International, 1*(1), 21-44.

Plante, B., Schudel, G., & Benzaazoua, M. (2020a). Generation of Acid Mine Drainage. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 1-20.

Plante, B., Schudel, G., & Benzaazoua, M. (2020b). Prediction of Acid Mine Drainage. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage, CRC Press*, 21-46.

Power, C., Ramasamy, M., MacAskill, D., Shea, J., MacPhee, J., Mayich, D., . . . Mkandawire, M. (2017). Five-year performance monitoring of a high-density polyethylene (HDPE) cover system at a reclaimed mine waste rock pile in the Sydney Coalfield (Nova Scotia, Canada).

Environmental Science and Pollution Research, 24(34), 26744-26762. https://doi.org/10.1007/s11356-017-0288-4

Rakotonimaro, T., Lacroix, R., Trudel, S., Roy, T., & Neculita, C.-M. (2015). *East Sullivan mine site restoration: Current success and perspectives* Goldschmidt 2015, August 21st, Prague.

Razali, N. M., & Wah, Y. B. (2011). Power comparisons of shapiro-wilk, kolmogorov-smirnov, lilliefors and anderson-darling tests. *Journal of statistical modeling and analytics, 2*(1), 21-33.

Rentz, A. K., Brachman, R. W. I., Take, W. A., & Rowe, R. K. (2017). Comparison of Wrinkles in White and Black HDPE Geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 143*(8), 04017033. https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0001715

Rimstidt, J. D., & Vaughan, D. J. (2003). Pyrite oxidation: a state-of-the-art assessment of the reaction mechanism. *Geochimica et Cosmochimica acta, 67*(5), 873-880.

Rinne, N. F. (1989). *Evaluation of interface friction between cohesionless soil and common construction materials*, University of British Columbia].

Rollin, A. L., Lambert, S., & Pierson, P. (2002). *Géomembranes: guide de choix sous l'angle des matériaux*. Presses Inter Polytechnique.

Rowe, R., Priyanto, D., & Poonan, R. (2019a). *Factors affecting the design life of HDPE geomembranes in an LLW disposal facility.* 45th Annual Waste Management Conference (WM2019): Encouraging Young Men & Women to Achieve Their Goals in Radwaste Management, Phoenix, AZ, USA.

Rowe, R. K. (2012). Short-and long-term leakage through composite liners. The 7th Arthur Casagrande Lecture. *Canadian Geotechnical Journal, 49*(2), 141-169.

Rowe, R. K., & Abdelaal, F. B. (2016). Antioxidant depletion in high-density polyethylene (HDPE) geomembrane with hindered amine light stabilizers (HALS) in low-pH heap leach environment. *Canadian Geotechnical Journal, 53*(10), 1612-1627. https://doi.org/10.1139/cgj-2016-0026

Rowe, R. K., & Booker, J. R. (2004). *POLLUTE V. 7 - 1D pollutant migration through a non-homogeneous soil*.

Rowe, R. K., Chappel, M., Brachman, R., & Take, W. (2012). Field study of wrinkles in a geomembrane at a composite liner test site. *Canadian Geotechnical Journal, 49*(10), 1196-1211.

Rowe, R. K., & Ewais, A. M. R. (2014). Antioxidant depletion from five geomembranes of same resin but of different thicknesses immersed in leachate. *Geotextiles and Geomembranes, 42*(5), 540-554. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2014.08.001

Rowe, R. K., Islam, M., & Hsuan, Y. (2008). Leachate chemical composition effects on OIT depletion in an HDPE geomembrane. *Geosynthetics International, 15*(2), 136-151.

Rowe, R. K., Islam, M., & Hsuan, Y. (2009a). Effects of thickness on the aging of HDPE geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 136*(2), 299-309.

Rowe, R. K., Joshi, P., Brachman, R. W. I., & McLeod, H. (2016). Leakage through Holes in Geomembranes below Saturated Tailings. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 143*(2). https://doi.org/doi:10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0001606

Rowe, R. K., Morsy, M. S., & Ewais, A. M. R. (2019b). Representative stress crack resistance of polyolefin geomembranes used in waste management. *Waste Management, 100*, 18-27. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.08.028

Rowe, R. K., Quigley, R. M., Brachman, R. W., & Booker, J. R. (2004). *Barrier systems for waste disposal facilities*. Spon Press.

Rowe, R. K., & Rimal, S. (2008a). Aging of HDPE geomembrane in three composite landfill liner configurations. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 134*(7), 906-916.

Rowe, R. K., & Rimal, S. (2008b). Depletion of antioxidants from a HDPE geomembrane in a composite liner. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 134*(1), 68-78.

Rowe, R. K., Rimal, S., & Sangam, H. (2009b). Ageing of HDPE geomembrane exposed to air, water and leachate at different temperatures. *Geotextiles and Geomembranes, 27*(2), 137-151.

Rowe, R. K., & Sangam, H. P. (2002). Durability of HDPE geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes, 20*(2), 77-95.

Rykaart, M., & Hockley, D. (2009). Mine waste covers in cold regions. *MEND REPORT, 1.61.5a*.

Sánchez-Andrea, I., Sanz, J. L., Bijmans, M. F., & Stams, A. J. (2014). Sulfate reduction at low pH to remediate acid mine drainage. *Journal of hazardous materials, 269*, 98-109.

Sangam, H. P., & Rowe, R. K. (2001). Migration of dilute aqueous organic pollutants through HDPE geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes, 19*(6), 329-357.

Sangam, H. P., & Rowe, R. K. (2002). Effects of exposure conditions on the depletion of antioxidants from high-density polyethylene (HDPE) geomembranes. *Canadian Geotechnical Journal, 39*(6), 1221-1230.

Scalia, J., & Benson, C. H. (2010). Effect of permeant water on the hydraulic conductivity of exhumed GCLs. *Geotechnical Testing Journal, 33*(3), 201-211.

Scheirs, J. (2000). *Compositional and failure analysis of polymers: a practical approach*. John Wiley & Sons.

Scheirs, J. (2009). *A guide to polymeric geomembranes: a practical approach*. John Wiley & Sons.

Schröder, H., Bahr, H., Herrmann, P., Kneip, G., Lorenz, E., & Kunze, I. (15-18 october 2000 2000). *Durability of polyolefine geosynthetics under elevated oxygen pressure in aqueous liquids.* 2nd European Geosynthetics Conference, Bologna, Italy.

Seed, R. B., Mitchell, J. K., & Seed, H. B. (1990). Kettleman hills waste landfill slope failure. II: stability analyses. *Journal of Geotechnical Engineering, 116*(4), 669-690.

Sharma, J., Fleming, I., & Jogi, M. (2007). Measurement of unsaturated soil–geomembrane interface shear-strength parameters. *Canadian Geotechnical Journal, 44*(1), 78-88.

Simate, G. S., & Ndlovu, S. (2014). Acid mine drainage: Challenges and opportunities. *Journal of Environmental Chemical Engineering, 2*(3), 1785-1803.

Skousen, J., Rose, A., Geidel, G., Foreman, J., Evans, R., & Hellier, W. (1998). Handbook of technologies for avoidance and remediation of acid mine drainage. *National Mine Land Reclamation Center, Morgantown, 131*.

Skousen, J., Zipper, C. E., Rose, A., Ziemkiewicz, P. F., Nairn, R., McDonald, L. M., & Kleinmann, R. L. (2017). Review of passive systems for acid mine drainage treatment. *Mine Water and the Environment, 36*(1), 133-153.

Soong, T.-Y., & Koerner, R. M. (1996). Seepage induced slope instability. *Geotextiles and Geomembranes, 14*(7), 425-445. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/0266-1144(96)00026-X

Stannet, V. (1968). Simple gases. Dans J. P. Crank, G. S. (édit.), *Diffusion in polymers* (p. 75-105). Academic Press Inc.

Stark, N. M., & Matuana, L. M. (2004). Surface chemistry changes of weathered HDPE/wood-flour composites studied by XPS and FTIR spectroscopy. *Polymer Degradation and Stability, 86*(1), 1-9.

Stark, T., Boerman, T., & Connor, C. (2008). Puncture resistance of PVC geomembranes using the truncated cone test. *Geosynthetics International, 15*(6), 480-486.

Stark, T. D., & Poeppel, A. R. (1994). Landfill liner interface strengths from torsional-ring-shear tests. *Journal of Geotechnical Engineering, 120*(3), 597-615.

Student. (1908). The probable error of a mean. *Biometrika, 6*(1), 1-25.

Tassé, N., & Germain, D. (2004). *The East-Sullivan mine site: from abandonment to restoration.* Proc. of the 57th Canadian Geotechnical Conference and 5th joint CGS/IAH-CNC Conference, Québec, Session D (vol. 8).

Taylor, J., Pape, S., & Murphy, N. (2005). *A summary of passive and active treatment technologies for acid and metalliferous drainage (AMD).* Proceedings of the in Fifth Australian workshop on Acid Mine Drainage.

Thiel, R., & Smith, M. E. (2004). State of the practice review of heap leach pad design issues. *Geotextiles and Geomembranes, 22*(6), 555-568. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2004.05.002

Thiel, R., & Stewart, M. (1993). *Geosynthetic landfill cover design methodology and construction experience in the pacific northwest.* Proceedings Geosynthetics (vol. 93, p. 1131-1144).

Thilén, M., & Shishoo, R. (2000). Optimization of experimental parameters for the quantification of polymer additives using SFE/HPLC. *Journal of Applied Polymer Science, 76*(6), 938-946. https://doi.org/https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(20000509)76:6<938::AID-APP21>3.0.CO;2-A

Touze-Foltz, N. (2002). Méthodes de détection et de localisation de défauts dans les géomembranes. *Ingénieries, N°31*, 17-25.

Touze-Foltz, N., Croissant, D., & Gisbert, T. (2013). Evaluation de la performance d'une géomembrane bitumineuse après 26 ans en service. *Proceedings 9ème Rencontres Géosynthétiques*, 431-436.

Touze-Foltz, N., & Giroud, J. (2003). Empirical equations for calculating the rate of liquid flow through composite liners due to geomembrane defects. *Geosynthetics International, 10*(6), 215-233.

Touze-Foltz, N., & Giroud, J. (2005). Empirical equations for calculating the rate of liquid flow through composite liners due to large circular defects in the geomembrane. *Geosynthetics International, 12*(4), 205-207.

Touze-Foltz, N., & Lupo, J. (2009). Utilisation des géosynthétiques dans les applications minières : synthèse bibliographique et état des connaissances. *Ingénieries, N° Spécial*, 101-118.

Touze-Foltz, N., Rowe, R., & Duquennoi, C. (1999). Liquid flow through composite liners due to geomembrane defects: analytical solutions for axi-symmetric and two-dimensional problems. *Geosynthetics International, 6*(6), 455-479.

Trefry, M. G., & Patterson, B. M. (2001). *An experimental determination of the effective oxygen diffusion coefficient for a high density polypropylene geomembrane*. CSIRO Land and Water.

Turcotte, S., Trépanier, S., & Bussière, B. (2021). *Restauration des sites miniers abandonnés au Québec : un état de la situation et revue des solutions appliquées* Symposium 2021 Mines et Environnement, Rouyn-Noranda, Québec, Canada. 14-15 juin 2021.

Twede, M. R. (1999). *Stability of reclaimed ore heaps with geomembrane lining systems*. Vector Engineering, Inc., Grass Valley, CA (US).

U.S.EPA. (1994). *Design and evaluation of tailings dams. Technical report*. U.S. Environmental Protection Agency Office of Solid Waste.

Vandervoort, J. (1992). The Use of Extruded Polymers in the Containment of Hazardous Wastes; Schlegel Lining Technology. *Inc.: The Woodlands, TX*.

Wagner Jr, J. R. (2016). *Multilayer flexible packaging*. William Andrew.

Yang, P., Xue, S.-B., Song, L., & Zhu, X.-w. (2017). Numerical simulation of geomembrane wrinkle formation. *Geotextiles and Geomembranes*, *45*(6), 697-701. https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2017.08.001

Yesiller, N., Hanson, J. L., Bussière, B., Pabst, T., & Aubertin, M. (2018). *Use of Geomembranes in Reclamation Covers for Reactive Mining Waste Disposal Sites.* 71st Canadian Geotechnical Conference, Edmonton, AB, CA.

Zetchi, M. (2017). *Utilisation des Géomembranes au Québec* [Interview]. MRNF.

Zetchi, M., & Fouquet, G. (2017). *Restauration du site minier abandonné Barvue* QuébecMines 2017, 20-23 Novembre 2017, Québec.

Zhang, L., Bouazza, A., Rowe, R., & Scheirs, J. (2017). Effects of a Very Low pH Solution on the Properties of an HDPE Geomembrane. *Geosynthetics International*, 1-38.

Zhang, L., Bouazza, A., Rowe, R. K., & Scheirs, J. (2018). Effects of a very low pH solution on the properties of an HDPE geomembrane. *Geosynthetics International, 25*(2), 118-131. https://doi.org/10.1680/jgein.17.00037

ANNEXE A ARTICLE 4: DEGRADATION STATE OF A TEXTURED HDPE GEOMEMBRANE EXHUMED TEN YEARS AFTER THEIR INSTALLATION ON THE ALDERMAC SITE, QC, CANADA

GeoNiagara 2021

Faneva Rarison, Mamert Mbonimpa, Bruno Bussière & Abdelkabir Maqsoud

Research Institute of Mines and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Rouyn-Noranda, Quebec, Canada

Sophie Turcotte

Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles (MERN) du Québec, Canada

Degradation state of a textured HDPE geomembrane exhumed ten years after their installation on the Aldermac site, QC, Canada

Faneva Rarison, Mamert Mbonimpa, Bruno Bussière & Abdelkabir Maqsoud
Research Institute of Mines and Environment (RIME), Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue (UQAT), Rouyn-Noranda, Quebec, Canada
Sophie Turcotte
Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles (MERN) du Québec, Canada

ABSTRACT
The southern sector of the Aldermac site, located in the Abitibi-Temiscaminque region (north-west of Quebec, Canada), was reclaimed in 2009 with a cover including a textured high-density polyethylene geomembrane (HDPE GM) constituting a barrier to water and oxygen to limit acid mine drainage generation. An exhumation campaign was carried out in summer 2019 to assess the GMs degradation state, with oxidative-induction time (OIT) measurements, and to determine the GM permeability and tensile properties. The OIT measurements showed that GM samples were still in the antioxidant depletion stage and still meet the GRI GM13 requirement. Permeability tests showed that the equivalent hydraulic conductivities of the GM samples remain very low at order of magnitude of 10^{-14} m/s. The tensile properties meet the requirement for a pristine textured HDPE GM with a nominal thickness of 1.5 mm. The GMs thus seem to fulfil locally their role ten years after their installation.

RÉSUMÉ
Le secteur sud du site Aldermac, situé dans la région de l'Abitibi-Témiscamingue (au nord-ouest du Québec, Canada) a été restauré en 2009 avec un recouvrement incluant une géomembrane (GM) texturée en polyéthylène haute densité (PEHD) pour constituer une barrière à l'eau et à l'oxygène pour limiter la génération de drainage minier acide. Une campagne d'exhumation a été menée à l'été 2019 pour évaluer l'état de dégradation des GMs, avec la mesure des temps d'induction oxydative (TIO), leur perméabilité et leurs propriétés mécaniques en traction. Les mesures de TIO et les essais de traction ont montré que les GMs respectaient les exigences du GRI GM13 pour une GM texturée neuve en PEHD de 1.5 mm d'épaisseur. Les essais de perméabilités ont montré que la conductivité équivalente des GMs demeurait très faible : de l'ordre de 10^{-14} m/s. Les GM semblent ainsi remplir localement leur rôle dix ans après leur installation.

1 INTRODUCTION

The Aldermac mine site is located 15 km west of Rouyn-Noranda, in the Abitibi-Temiscamingue region, QC, CA. The mine was discovered in 1925 by two prospectors W. Alderson and A. A. Mackay hence the name Aldermac. The mine was operated from 1932 to 1943 by Aldermac Mines Limited and Aldermac Copper Corporation with a total production of 28,041 metric tons of copper, 10,675 ounces of gold, 389,100 ounces of silver, 63,753 metric tons of silica and approximately 505,600 tons of pyrite. After the last operator was put into liquidation in January 1946, the site was abandoned, thus leaving exposed to the atmospheric conditions about 1.5 million metric tons of tailings composed of about 50% of sulfide minerals (acid generator) out of about 76 ha (Bedard 2000; Cyr 2008; Cyr et al. 2011). This exposure to atmospheric conditions led to the acid mine drainage (AMD) generation caused by the oxidation of the sulfide minerals in contact with water and oxygen (Plante et al. 2020). This site was one of the most problematic abandoned mine sites in Abitibi-Temiscamingue region (Cyr 2008; Cyr et al. 2011).

A first mitigation attempt was carried out in 1982. A dike was built in the southeast sector to prevent the migration of pollutants, and a bypass channel to the east to divert uncontaminated water to limit the environment contamination. However, the generated AMD still had a great impact on the environment, particularly the acidification and metal pollution of the Arnoux River and thus the contamination of the Arnoux Lake. A second mitigation attempt was then undertaken in 1995. The work consisted of building dikes around the tailings to contain them. Excavations and clean-ups were also carried out and the tailings were brought back from the surrounding area. However, analyzes carried out in the surrounding waters indicate that there has been no significant change (Bedard 2000). A third mitigation was then carried out from 2008 to 2010 thus dividing the Aldermac mining site into four sectors (Cyr et al. 2011; Maqsoud et al. 2013; Maqsoud et al. 2015): i) the northern sector, which represents the major part of the surface, has been reclaimed with a monolayer cover combined with an elevated water table in order to keep the tailings almost saturated, thus limiting the availability of oxygen and thus limiting the AMD generation (Pabst 2020); ii) Stream 1 has been cleaned up and the accumulated tailings has been sent to the northern sector; iii) the intermediate sector where the tailings were excavated and transported to the northern sector; and iv) the southern sector characterized by a rugged relief with a rocky outcrop, and where arsenopyrite concentrates have

been deposited, has been reclaimed in 2009 with a cover system that includes a geomembrane (GM) (see Figure 1) to constitute a containment cell. The objective of the multilayered cover is to limit the water and oxygen fluxes to limit AMD generation (Aubertin et al. 2016; Yesiller et al. 2018; Maqsoud et al. 2020). The Aldermac cover system in the south sector is composed by i) a support layer made of 0.30 m-thick well graded sand with gravel placed on the wastes, ii) a fluid barrier layer made of 1.5 mm-thick textured high-density polyethylene HDPE GM, iii) a protection layer made of 3.5 mm-thick geotextile and iv) a surface layer made of 1 m-thick well-graded sand with gravel (Cyr et al. 2011; Rarison 2021). The performance of the cover system to limit AMD generation is controlled by the GM.

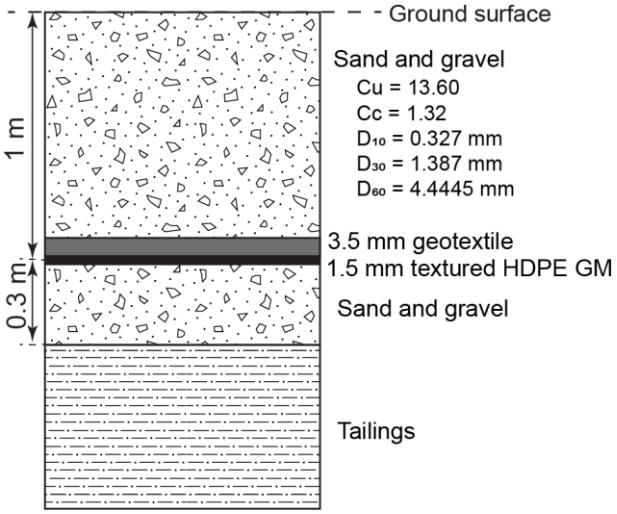


Figure 1. Configuration of the cover system including a textured GM at the Aldermac south sector

To assess the containment cell effectiveness, two piezometers have been installed around the cell: CP1 in the North and CP2 in the West of the cell, in 2011 to monitor the groundwater quality and four settlement plates were installed at the top of the cell in 2012 to monitor the containment cell physical movement. The quality of water leaching from the cell was also monitored at three drains placed at the base of the cell. Triangular weirs were also installed into the drains to measure the exfiltration outflow rate from the cell. Settlements have been noticed with the settlement plates (Maqsoud et al. 2013; Maqsoud et al. 2015). These settlements subject the GM to tensile stresses that could induce stress cracking of the GM (Scheirs 2009; Koerner 2012).

GMs are synthetic materials and their service life are limited so their long-term behavior remains a major concern (Hsuan and Koerner 1998; Rowe and Sangam 2002), particularly in the mine site reclamation context where the structures have to maintain their efficiency for hundreds of years (Aubertin et al. 2016). GMs are composed by resin, to constitute the matrix, and additives to protect and bring specific properties (Müller 2007; Scheirs 2009). The resin is prone to oxidation leading to the material degradation. Additives such as antioxidants and stabilizers (AO/S) are needed to protect the resin from oxidation and carbon black to protect against UV degradation (Grassie and Scott 1985; Scheirs 2000, 2009). Nevertheless, the AO/S deplete over time as they protect the GM from oxidation. The AO/S amount, quantified in terms of oxidative induction time OIT (see section 3.1), is then used as an indicator of the GMs degradation stage. In the concept developed by Hsuan and Koerner (1998), the GM aging process would occur in three stages as illustrated in Figure 2:

- the stage A for the AO/S depletion stage where the standard OIT drops from its initial value (100%) to its residual value of 0.5 min (≈ 0%); during this stage the GM performance would be maintained;
- the stage B for the oxidation induction stage until a significant drop in GM studied properties indicating the beginning of stage C;
- the stage C for the polymer degradation stage that lasts up to 50% drop of the GM studied property (tensile break strength for example) (Ewais et al. 2018). The drop is determined from the GM initial property.

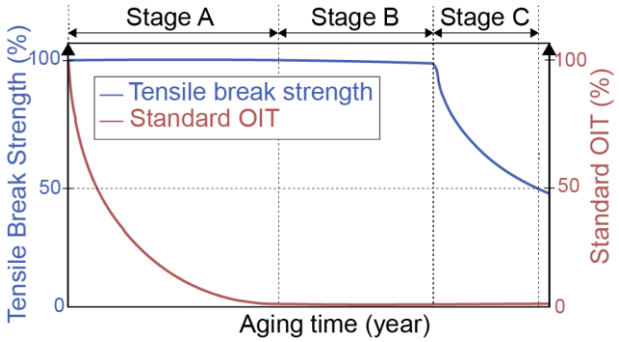


Figure 2. GM degradation stages (adapted from Hsuan and Koerner (1998) and Ewais et al. (2018))

Concerns related to the service life of GMs is even amplified in mining industry because there is poor documentation on the subject and the service life needed of mine site reclamation methods (Yesiller et al. 2018; Rarison 2021). There is thus a need for research to provide information on the GM durability when integrated in mine cover systems. Exhumation is a way to assess the actual performance of in-service GMs to appreciate their durability. The objective of this study is to assess the GM properties used in the cover system at the Aldermac south sector ten years after the GM installation. For that purpose, the exhumation methodology, and the preliminary results on the GM degradation state, permeability and tensile properties are presented and discussed.

2 GEOMEMBRANE EXHUMATION

The objective was to exhume a 2-m side square sample of the GM. As the replacement GM had to overlap about 0.50 m-large and the reparation operator needed about 0.50 m-large workspace, an unobstructed surface of 4 m-side had

been necessary as schematized in Figure 3. Considering the well-graded sand with gravel in the cover, a slope of 1:3 was adopted for the excavation to ensure the safety. A 10 m-side right-of-way has thus been anticipated at the ground surface level as it can be seen in Figure 3.

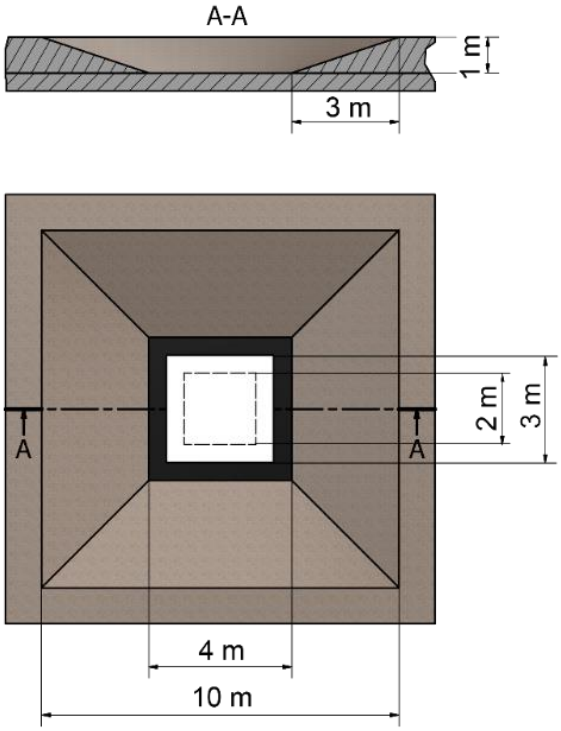


Figure 3. GM replacement (in white) and the workspace at the GM level (in black) and the right-of-way at the surface

The Aldermac site GM exhumation was carried out in the summer of 2019 for two days, about 10 years after the GM installation. The GM exhumation could be summarized in the four following steps: i) location and marking out and ii) excavation and GM cleaning during day 1, iii) GM sampling and replacement and iv) reclamation during day 2.

The exhumation program began with the location of the two zones on the top of the containment cell: an unsettled zone (UZ) where the GM would have not undergone differential deformations and a settled zone (SZ) where a localized depression was noticed from the surface. The localization of the two selected zones is presented in Figure 4.

The excavation was then carried out with a mechanical shovel as illustrated in Figure 5 to reach the depth of 1 m at which the geotextile and the GM are located. When approaching the geotextile, the excavation was performed with manual shovels to avoid any damage as it can be seen in Figure 6. The geotextile was then cut with a cutter to uncover the GM (see Figure 7). The GM was subsequently washed with clean water to appreciate its visual aspect. The geotextile was then replaced and recovered with a plastic film to protect it from the atmospheric conditions while waiting for the next step.

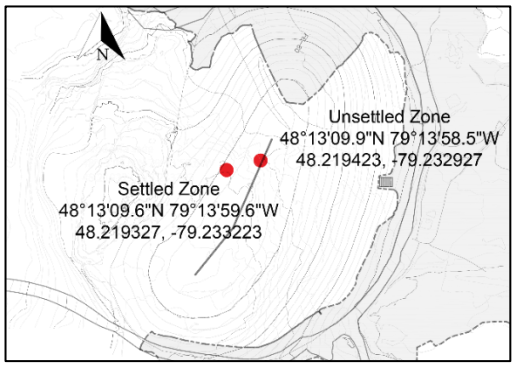


Figure 4. Localization of the exhumed zones on the Aldermac south sector



Figure 5. Excavation with the mechanical shovel



Figure 6. Excavation with manual shovels

Day 2 began with GM sampling using a 2 m-side square frame to guide the GM cutting with a cutter. The exhumed GM was subsequently replaced with a new 3 m-side square GM patch to ensure the 0.50-m large overlap. The new GM welding to the installed GM was performed by extrusion fillet seaming according to GRI GM9 (2013) as illustrated in Figure 8. The GM repair was made by a welding technician certified by the International Association of Geosynthetic Installers from INNOVEX (Levis, QC, CA).



Figure 7. Geotextile cut and GM uncover



Figure 8. New GM seaming with the installed GM by extrusion fillet

After one hour, the geotextile and the surface layer made of well-graded sand with gravel have been put back in place to reclaim the site. A visit was also carried out in summer 2020 to ensure that the exhumation program did not impact the Aldermac site condition.

The exhumed GM was then transported to the laboratory and prepared for the different characterization tests. In this paper, only a few tests and results will be presented: the AO/S depletion level, the permeability, and the tensile properties.

3 ASSESSMENT OF THE PROPERTIES

3.1 Antioxidant and stabilizer level measurement

The GM degradation state can be assessed with a differential scanning calorimetry (DSC) analysis to monitor the antioxidant and stabilizer level. The method is performed according to ASTM D3895-19 (2019) to measure the standard oxidative-induction time (OIT) that indicates the amount of AO/S still present in the GM. The GM samples were prepared by compression molding following the ASTM D4703-16 (2016) method. Hydraulic heat press from Fontijne Presses (Netherlands) was used to reduce the GM thickness from 1.5 mm to 250 µm required for the analysis. GM samples are then die-cut to obtain 5 mm-diameter specimens. The specimen is then introduced into an alumina pan, which is then installed inside the DSC analyzer STD Q600, from T.A. Instruments (USA). The measurement is then performed according to ASTM D3895-19 (2019). At the beginning of the test, the specimen is heated at a constant rate of 20 °C/min from the ambient temperature to 200 °C under a constant flux of ultra-high-purity nitrogen. The temperature is maintained for 5 min and the gas is then switched to ultra-high-purity oxygen. The temperature is maintained at 200 °C until an exotherm occurs, evidence of sample oxidation. The tangent method is then used to determine the oxidation onset. The OIT is then calculated as the time from the gas switch (from nitrogen to oxygen) to the oxidation onset. Tests were performed on two samples of each zone (UZ and SZ).

3.2 Permeability test

The GM ability to control water flow can be assessed with permeability tests to determine the GM equivalent hydraulic conductivity K_g (m/s). The tests are performed with a home-made setup (see Figure 9) inspired from European standard NF EN 14150 (AFNOR 2006). The permeability test setup is composed by a permeability cell connected to a VJT2267 dual pressure/volume controller (from VJ Tech, United Kingdom). The setup consists of two cylindrical stainless steel half cells (upstream and downstream cells) separated by the GM to be tested with an internal diameter of 200 mm. The controller is connected to a computer for recording the downstream and upstream volumes of water over testing time. Deionized and deaerated water are used for the permeability test.

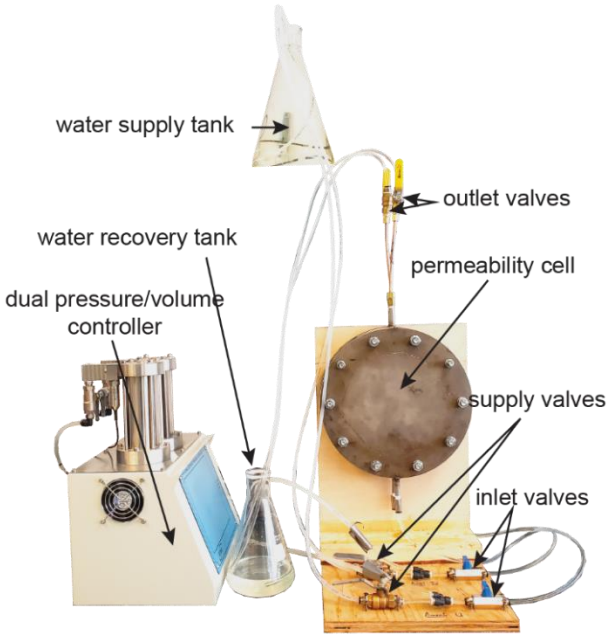


Figure 9. Home-made permeability test setup

The test consists of three stages: two preparation stages and the permeability test. In the first preparation stage, the outlet valves (see Figure 9) are closed and pressures of 60 kPa is applied in the upstream cell and 50 kPa in the downstream cell. After volumes stabilizations, the upstream inlet valve (see Figure 9) is closed, and the pressures are maintained for 3 days. Then in the second preparation stage, the upstream inlet valve is opened and the pressures are increased to 150 kPa and 140 kPa in the upstream and downstream cell, respectively. After volumes stabilizations, the downstream inlet valve is closed and the pressures are maintained for another 3 days. During the preparation stages, the temperature, and the volume of the water in each half cell are monitored. The temperature monitoring let see if there is temperature fluctuation to make eventual correction on the measured volume in each half cell. The preparation stages also allow to see if there are leaks in the setup. The permeability test is then carried out: the inlet valves are open and the pressure in the upstream cell is maintained at 150 kPa and the pressure in the downstream cell is decreased to 50 kPa. Temperatures, pressures, and volumes of the water in the two cells are logged every 15 min for 10 days. The volumetric water flux Q (m^3/s) can then be determined from the raw data. K_g is obtained from the following equation (Giroud and Bonaparte 1989):

$$K_g = \frac{Q \times \rho_w \times g \times T_g}{\Delta p \times A} \quad [1]$$

where ρ_w = 995.67 kg/m^3 is the density of the de-aerated water used at 30 °C (Tanaka et al. 2001), 30°C is the mean water temperature recorded by the controller, g = 9.81 m/s^2 is the acceleration due to gravity, $T_g = 1.5 \times 10^{-3}$ m is the GM nominal thickness, Δp = 100,000 Pa is the pressure difference applied on either GM side, and A = 0.0314 m^2 is the internal area of the permeability cell.

Setup details and procedure are presented elsewhere (Rarison 2021). For this study one permeability test was performed for each zone (UZ and SZ).

3.3 Tensile test

Tensile tests are performed to appreciate the exhumed GMs mechanical behavior. The tests are performed according to ASTM D6693-20 (2020) with a traction bench: BT1-FR20TN from Zwick Roell (Germany). The dog-bone shaped specimens (Type IV, ASTM D638 (2014)) are prepared with a die cutter from ODC Toolings and Molds mounted upon a mechanical press. For each zone, five tensile tests are performed on specimens cut through the machine direction (MD) and another five tensile tests on specimens cut through the cross-machine direction (CD). A total of 20 tensile tests were performed for this study. Each test gives a force-displacement curve as raw data that is treated to obtain four tensile properties: the tensile yield strength (TYS, N/mm) and the percent yield elongation (PYE, %), the tensile break strength (TBS, N/mm) and the percent break elongation (PBE, %).

Two-sample t-tests (with a p-value of 5%) have been performed to assess the GM anisotropy from the comparison of the results from each zone but through different directions (UZ-MD vs UZ-CD and SZ-MD vs SZ-CD) and to assess the effect of the settlement from the comparison of the results from the same direction but from different zones (UZ- MD vs SZ-MD and UZ-CD vs SZ-CD). 16 two-sample t-tests have been performed. Prior to the two-sample t-tests, Kolmogorov-Smirnov normality tests (with a p-value of 5%) have been performed on the 16 data sets: 2 zones (UZ and SZ) with 2 directions (MD and CD) and 4 tensile properties (TYS, PYE, TBS and PBE).

4 RESULTS AND DISCUSSION

4.1 Antioxidant and stabilizer level

Figure 10 shows an example of OIT measurement for a sample exhumed at the UZ. The sample melts as it can be seen with the endotherm during the heating period from the ambient temperature to 200 °C. The gas switch to ultra-high-purity oxygen was carried out at time t = 19 min for this example. The temperature was maintained at 200 °C until a time t = 210 min. During this period, an exotherm was observed, evidence of the sample oxidation. The oxidation onset was then determined at a time t = 152 min with the tangent method. The OIT of this sample is then: OIT = 133 min.

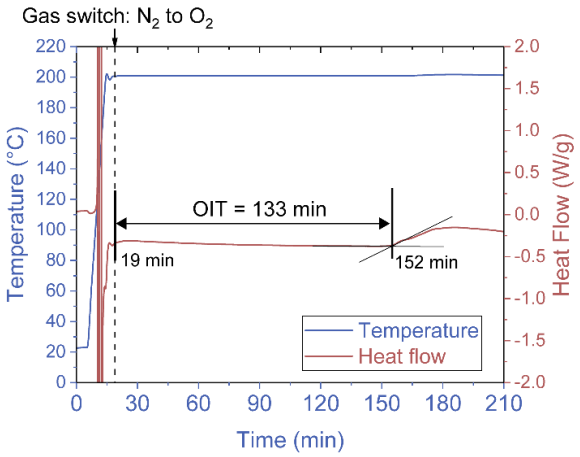


Figure 10. OIT measurement for an UZ sample

The mean OIT of the samples exhumed from the UZ and SZ areas are 134 min and 135 min, respectively. The results from the two zones are very close with a relative difference less than 1 %. The localized settlement seems to have no effect on the GM degradation. The OIT results also indicate that the AO/S are not yet depleted, as the measured OITs are largely over the OIT value of 0.5 min for a pure unstabilized (without any AO/S) HDPE resin (Hsuan and Koerner 1998). That also means that the locally exhumed GMs from the Aldermac mine site remain in the first degradation stage or AO depletion stage according to the Hsuan and Koerner (1998) model. After the 10 years of GM service, the OIT results also match the minimum requirement of the GRI GM13 (2021): OIT ≥ 100 min for a new textured HDPE GM with a nominal thickness of 1.5 mm.

4.2 Permeability

Figure 11 presents the permeability test result for the UZ specimen. For a better results presentation, in this figure, data are plotted every 6 hours. At the beginning of the test, the volumes drop faster and then tend to stabilize after 36 hours. The volumetric water fluxes for the upstream and downstream cells are then determined after the stabilization until 10 days of testing. For this example, the upstream Q = 0.00992 cm^3/h and the downstream Q = 0.0108 cm^3/h so the mean Q = 0.01036 $cm^3/h = 2.88 \times 10^{-12}$ m^3/s. Then with equation (1), a value of $K_g = 1.3 \times 10^{-14}$ m/s is obtained for the UZ specimen.

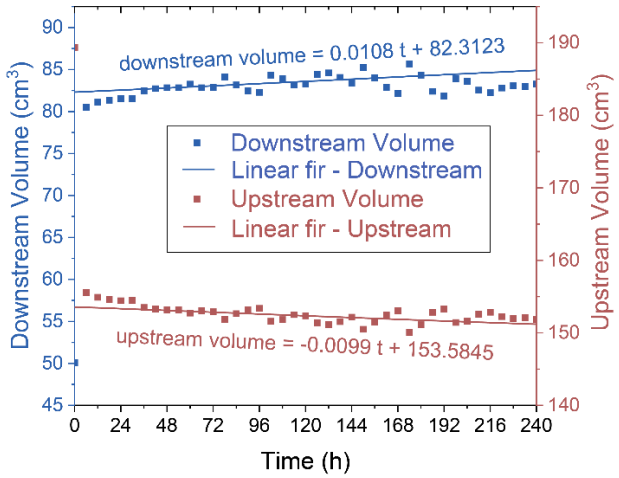


Figure 11. Typical permeability test results for the UZ specimen

Permeability test was also carried out on the SZ specimen and the obtained equivalent hydraulic conductivity is $K_g = 1.9 \times 10^{-14}$ m/s. The K_g values are with the same order of magnitude. The localized settlement would then also have no effect on the GM water barrier ability. Compared to the typical range of K_g values for pristine HDPE GM from literature (1.1×10^{-15} m/s $\leq K_g \leq$ 1.1×10^{-14} m/s) (Haxo Jr et al. 1984; Giroud and Bonaparte 1989), the measured K_g of the exhumed GMs are slightly outside the range. However, with an order of magnitude of 10^{-14} m/s, the measured K_g are very low compared to the typical value of 10^{-9} m/s required for fluid soil barrier layer in covers (Aubertin et al. 2016).

4.3 Tensile properties

Figure 12 and Figure 13 present a comparison of the tensile properties (mean ± standard deviation), yield and break properties, respectively, of the exhumed GMs to the requirements of the GRI GM13 (2021) for a pristine textured HDPE GM with a nominal thickness of 1.5 mm. All the values meet the requirements. The exhumed GMs are thus compliant even ten years after their installation.

The Kolmogorov-Smirnov normality tests have shown that at the 0.05 level, all the data were significantly drawn from a normally distributed population. The two-sample t-tests could thus be carried out.

The anisotropy assessment has shown that anisotropy is present for the tensile yield properties but not for the break properties. Indeed, the PYE is significantly lower in CD than in MD which means that the GM is stiffer in CD than in MD as it can be seen in Figure 12.b. For example, for the GM exhumed at UZ, PYE(MD) = 15.1 ± 0.5 % > PYE(CD) = 13.7 ± 0.3 %. No significant differences have been noticed for TYS, TBS and PBE data sets obtained in MD compared to data sets obtained in CD as it can be observed in Figure 12 and Figure 13.

The settlement effect assessment has shown that no significant differences have been noticed between the data sets from UZ compared to SZ for the four tensile properties and the two directions, except for the TYS in MD: TYS(UZ) = 33.0 ± 0.9 N/mm and TYS(SZ) = 30.1 ± 0.4 N/mm (see Figure 13.a). However, the relative difference between the TYSs of UZ and SZ in MD is about 8.8 %. The settlement would then have no significant effect on the GM mechanical behavior.

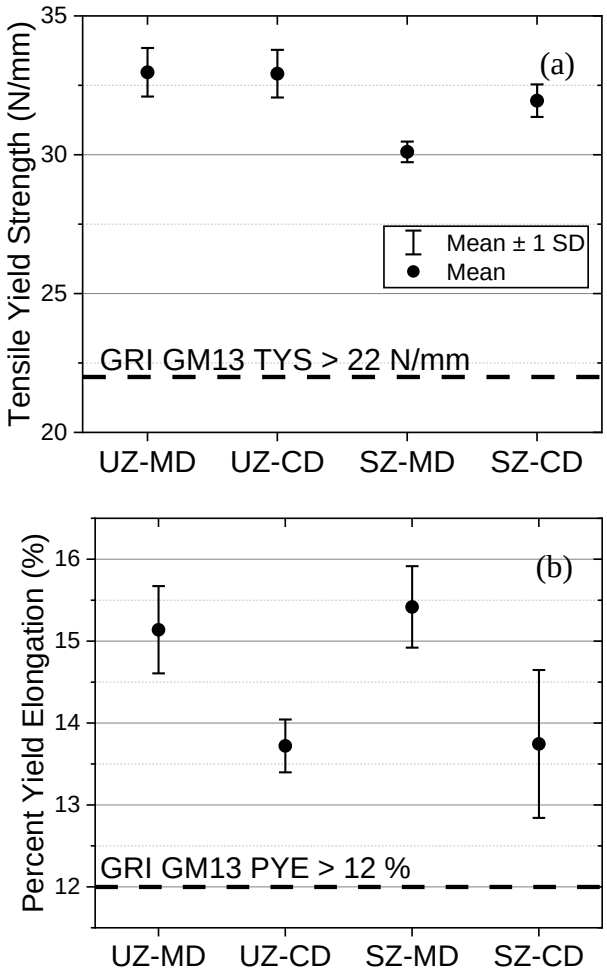


Figure 12. Comparison of tensile yield properties with the GRI GM13 requirements: (a) TYS and (b) PYE

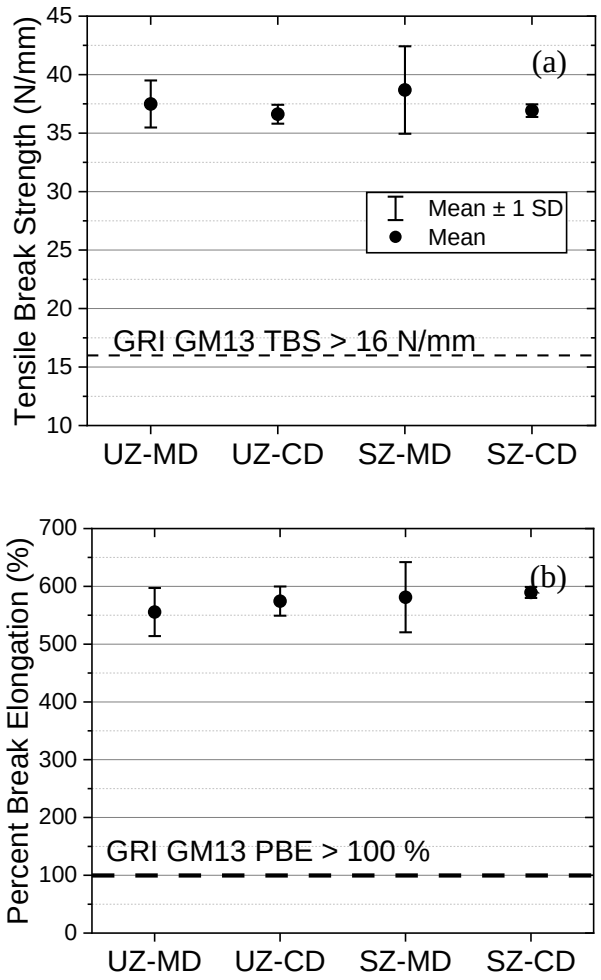


Figure 13. Comparison of tensile break properties with the GRI GM13 requirements: (a) TBS and (b) PBE

5 CONCLUSION

For the textured HDPE GM specimens exhumed locally from the unsettled zone (UZ) and settled zone (SZ) located at the top of the Aldermac south cell, it can be concluded that:

- The settlement has no significant effect on the GM properties at date: The values of the oxidative-induction time (OIT), equivalent hydraulic conductivity (K_g) and tensile properties (TYS, PYE, TBS and PBE) are almost similar for the specimen from the UZ and SZ areas.
- The OITs are around 135 min for the four specimens from the UZ and SZ areas. The GM remains in the first degradation stage (OIT > 0.5 min) and match the minimum requirements for a pristine GM (OIT> 100 min).
- With K_g around 10^{-14} m/s, the GM would, at the small scale, play its role of water barrier.
- All the tensile properties (TYS, PYE, TBS and PBE) meet the requirement for a pristine textured HDPE GM with a nominal thickness of 1.5 mm.

Nevertheless, the exhumed GM samples in this study could not be representative of the whole installed GM due to the limited number of specimens. It could be then interesting to increase the number of samples to be tested. Since the performance of cover systems with a GMs is mainly influenced by the defaults, that could be eventually undetected and unrepaired during GM installation, and the defaults that could develop during the service, it is recommended to perform large-scale tests to overcome the representativeness concern in future works.

ACKNOWLEDGMENT

This study was funded by the NSERC and the industrial partners of the Research Institute on Mine and Environment (RIME UQAT-Polytechnique: https://irme.ca/en/) through the Industrial NSERC-UQAT Chair on Mine Site Reclamation. The authors would like to acknowledge the «Ministère de l'Énergie et des Ressources Naturelles du Québec» for granting authorization for access to the site and Professor Ahmed Koubaa for having allowed to use the « Laboratoire de BIOMATÉRIAUX » of UQAT.

REFERENCES

AFNOR. 2006. NF EN 14150 Détermination de la Perméabilité aux Liquides. Association Française de Normalisation, www.afnor.org, La Plaine Saint-Denis, France.

ASTM. 2014. D638-14 Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2016. D4703-16 Standard Practice for Compression Molding Thermoplastic Materials into Test Specimens, Plaques, or Sheets. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2019. D3895-19 Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

ASTM. 2020. D6693/D6693M - 20 Standard Test Method for Determining Tensile Properties of Nonreinforced Polyethylene and Nonreinforced Flexible Polypropylene Geomembranes. ASTM International, www.astm.org, West Conshohocken, PA, United States.

Aubertin, M., Bussière, B., Pabst, T., James, M., and Mbonimpa, M. 2016. Review of the Reclamation Techniques for Acid-Generating Mine Wastes Upon Closure of Disposal Sites. *Geo-Chicago 2016*, ASCE, Chicago, IL, USA.

Bedard, I. 2000. *Téchniques de Réhabilitation des Zones d'epanchement du Parc à Résidus Miniers Aldermac*. Mémoire de maitrise. Département des génies civil, géologiques et des mines, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal.

Cyr, J. 2008. La Restauration du Site Minier Aldermac : un Projet de 16,5M$. *QuébecMines 2008*, MRNF, Québec, QC, CA.

Cyr, J., Maurice, R., and Isabelle, D. 2011. Restauration du Site Minier Aldermac. *Symposium 2011 sur l'Environnement et les Mines*. Rouyn-Noranda, QC, CA.

Ewais, A.M.R., Rowe, R.K., Rimal, S., and Sangam, H.P. 2018. 17-Year Elevated Temperature Study of HDPE Geomembrane Longevity in Air, Water and Leachate. *Geosynthetics International*, 25(5): 525-544. doi:10.1680/jgein.18.00016.

Giroud, J., and Bonaparte, R. 1989. Leakage through Liners Constructed with Geomembranes - Part I. Geomembrane Liners. *Geotextiles and Geomembranes*, 8(1): 27-67.

Grassie, N., and Scott, G. 1985. *Polymer Degradation and Stabilization*. Cambridge University Press, New York, USA.

GRI. 2013. GM9 Standard Practice for Cold Weather Seaming of Geomembranes. Geosynthetic Institute (GSI), Folsom, PA, United States.

GRI. 2021. GM13 Standard Specification for Test Methods, Test Properties and Testing Frequency for High Density Polyethylene (HDPE) Smooth and Textured Geomembranes. Geosynthetic Institute (GSI), Folsom, PA, United States.

Haxo Jr, H., Miedema, J., and Nelson, N. 1984. *Permeability of Polymeric Membrane Lining Materials. Technical Paper.* Matrecon, Inc., Oakland, CA (USA).

Hsuan, Y., and Koerner, R. 1998. Antioxidant Depletion Lifetime in High Density Polyethylene Geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering*, 124(6): 532-541.

Koerner, R.M. 2012. *Designing with Geosynthetics*. Xlibris Corporation.

Maqsoud, A., Bussière, B., and Mbonimpa, M. 2020. Low Saturated Hydraulic Conductivity Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*, CRC Press: 93-114.

Maqsoud, A., Mbonimpa, M., Bussière, B., and Dionne, J. 2013. Réhabilitation du Site Minier Abandonné Aldermac, Résultats Préliminaires Du Suivi De La Nappe Surélevée. *66th Canadian Geotechnical Conference*, Montréal, QC, CA.

Maqsoud, A., Mbonimpa, M., Bussière, B., Benzaazoua, M., and Dionne, J. 2015. The Hydrochemical Behaviour of the Aldermac Abandoned Mine Site after its Rehabilitation. *68th Canadian Geotechnical Conference*, Québec, QC, CA.

Müller, W.W. 2007. *HDPE Geomembranes in Geotechnics*. Springer.

Pabst, T. 2020. Elevated Water Table with Monolayer Covers. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*, CRC Press: 187-202.

Plante, B., Schudel, G., and Benzaazoua, M. 2020. Generation of Acid Mine Drainage. *in Hard Rock Mine Reclamation: From Prediction to Management of Acid Mine Drainage*, CRC Press: 1-20.

Rarison, F. 2021. *Évaluation de la Performance des Géomembranes à Contrôler les Flux De Fluides dans les Recouvrements Miniers en Milieu Froid.* Thèse de doctorat. Département des génies civil, géologiques et des mines, École Polytechnique de Montréal, Université de Montréal - Université du Québec en Abitibi-Témiscamingue.

Rowe, R.K., and Sangam, H.P. 2002. Durability of HDPE Geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes*, 20(2): 77-95.

Scheirs, J. 2000. *Compositional and Failure Analysis of Polymers: A Practical Approach*. John Wiley & Sons.

Scheirs, J. 2009. *A Guide to Polymeric Geomembranes: A Practical Approach*. John Wiley & Sons.

Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A., and Bignell, N. 2001. Recommended Table for the Density of Water between 0 C and 40 C Based on Recent Experimental Reports. *Metrologia*, 38(4): 301.

Yesiller, N., Hanson, J.L., Bussière, B., Pabst, T., and Aubertin, M. 2018. Use of Geomembranes in Reclamation Covers for Reactive Mining Waste Disposal Sites. *71st Canadian Geotechnical Conference*, Edmonton, AB, CA.

ANNEXE B ARTICLE 5: PROPERTIES OF AN HPDE GEOMEMBRANE USED FOR MINE SITE RECLAMATION: PRELIMINARY RESULTS 13 YEARS AFTER INSTALLATION

EuroGeo7 2022

R. F. M. Rarison

Research Institute on Mines and Environment (RIME) UQAT-Polytechnique, Rouyn-Noranda, Quebec, Canada (ramanambelinafaneva.rarison@uqat.ca)

M. Mbonimpa, B. Bussière & A. Maqsoud

Research Institute on Mines and Environment (RIME) UQAT-Polytechnique, Rouyn-Noranda, Quebec, Canada

S. Turcotte

Ministry of Energy and Natural Resources (MENR) of Quebec, Canada

Properties of an HPDE geomembrane used for mine site reclamation: preliminary results 13 years after installation

R. F. M. Rarison
Research Institute on Mines and Environment (RIME) UQAT-Polytechnique, Rouyn-Noranda, Quebec, Canada (ramanambelinafaneva.rarison@uqat.ca)

M. Mbonimpa, B. Bussière & A. Maqsoud
Research Institute on Mines and Environment (RIME) UQAT-Polytechnique, Rouyn-Noranda, Quebec, Canada

S. Turcotte
Ministry of Energy and Natural Resources (MENR) of Quebec, Canada

ABSTRACT: Acid mine drainage (AMD) from mine tailings is a major environmental problem in the mining industry. It is generated by the natural oxidation of sulfide minerals that are contained in mine tailings when exposed to water and atmospheric oxygen. AMD is characterized by low pH and high concentrations of dissolved metals and sulfates. One option to control AMD production is limiting water infiltration to the AMD tailings using low saturated hydraulic conductivity covers. This method was used in 2005-2006 to reclaim a tailings impoundment in western Quebec, where the tailings were exposed to atmospheric conditions for decades, leading to oxidation. A high-density polyethylene (HDPE) geomembrane (GM) was used as low saturated hydraulic conductivity material, which was installed directly over the oxidized tailings and covered by a 0.5 m-thick layer of silty materials. The tailings' interstitial water was contaminated by AMD, which could affect the GM properties. In 2019, 13 years after the GM installation, exhumation was carried out to assess the current state of the GM degradation. A small portion of the site was exhumed and GM samples were taken for laboratory testing (antioxidant/stabilizer levels, carbonyl index, tensile properties, water permeability, oxygen diffusion, and sorption coefficient). The results show that the GM is still in the antioxidant depletion stage and has similar properties to those of a pristine GM. The GM cover was also visually evaluated in situ to detect waves, wrinkles, cracks, and holes. Some waves were observed but no major defect was noticed.

Keywords: mine site reclamation, geomembrane, degradation, exhumation

1. INTRODUCTION

The mining industry generates a large amount of wastes, which must be managed and/or treated properly in order to limit its impact on the environment. This management becomes more problematic in the presence of sulfide tailings which, in contact with water and oxygen, generate acid mine drainage (AMD). The AMD is characterized by an acidic pH (typically between 2 and 5), with high concentrations of dissolved metals and sulfates (Aubertin et al., 2002) that are harmful to the environment. In the last decades, different techniques were developed to control the AMD production. They act on the reactants of the oxidation reaction of the sulfides oxidation reaction. One of these techniques consists in the placement of a multi-layered covers such as covers with one (or more) of the layers having a low saturated hydraulic conductivity (a geomembrane GM, a geosynthetic clay liner GCL, or a compacted clay layer) which limits the ingress of water and oxygen to the tailings (Cunningham, 2018; Müller, 2007;

Rollin et al., 2002; Rowe et al., 2004; Scheirs, 2009; Touze-Foltz & Lupo, 2009; Touze & Bannour, 2019).

However, GMs are synthetic materials that can deteriorate over time. The degradation is caused by the atmospheric oxygen oxidation of the polymer resin (Grassie & Scott, 1985; Hsuan & Koerner, 1998; Müller, 2007; Scheirs, 2000). This oxidation leads to the formation of the carbonyl group (Scheirs, 2000, 2009). So, the intensity of this group in the GM would determine its state of degradation (Scheirs, 2009; Stark & Matuana, 2004). Nevertheless, additives and stabilizers are added to the polymer resin to bring protection and supplementary properties like color (Müller, 2007; Scheirs, 2000, 2009). The most important additives are antioxidants (AOs) that prevent the oxidation (Hsuan & Koerner, 1998; Hsuan et al., 2008). These AOs deplete with time depending on the exposure and climatic conditions (Koerner et al., 2011; Rowe & Ewais, 2014; Rowe et al., 2009; Sangam & Rowe, 2002). The level of these AOs allows to appreciate the stage of degradation of the GM (Hsuan & Koerner, 1998). Hsuan and Koerner (1998) defined three stages of degradation of GM (A, B and C). In the Stage A (depletion of AOs), the properties of GM are maintained so the GM is near to a pristine one. In the Stage B (induction time), the AOs are depleted so GM properties begin to fall until a significate difference. After that, Stage C (polymer degradation), where the GM properties drop to 50% of their initial values. These 50% values are defined as the nominal failure. The three stages characterize the service life of the GM (Ewais et al., 2014; Hsuan & Koerner, 1998; Rowe & Sangam, 2002).

A multilayered cover with GM were installed to reclaim three impoundments in the cold region of Abitibi-Témiscamingue in western Québec (Canada) over the last two decades (Cyr, 2011; Zetchi & Fouquet, 2017). The GM exhumation was performed at one of these three sites. The reclamation was carried out in 2005 and 2006. A high-density polyethylene (HDPE) GM was installed directly over the oxidized tailings and then covered with a 0.5m-thick layer of silt that was vegetated (Figure 1). The purpose of the cover is to limit the flow of water and oxygen to the tailings.

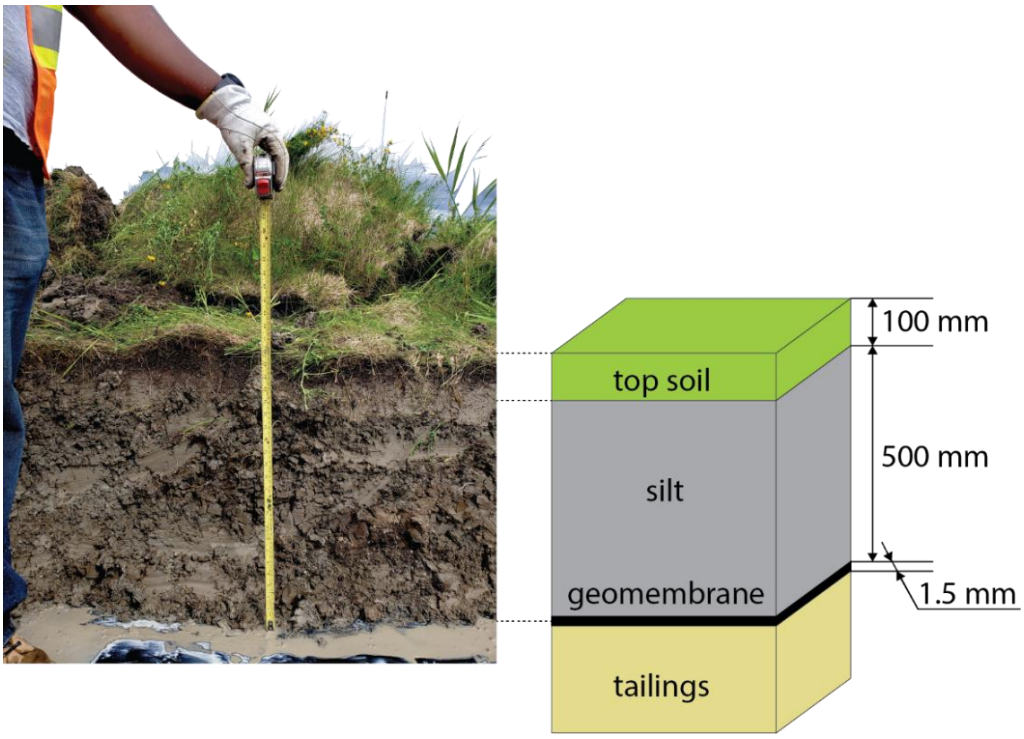


Figure 1: Multilayered cover with HDPE GM at the site study

The thickness of the protective layer is less than the frost depth in the Abitibi region. This frost depth is estimated to be more than 2 m by using the Chisholm and Phang (1983) equation with a freezing index approximately 3500 (Armstrong & Csathy, 1963). The GMs thus undergo seasonal freeze/thaw cycles. Furthermore, the tailings interstitial water that was contaminated by AMD, which could accelerate the degradation of the GM properties (Gulec et al., 2005; Gulec et al., 2003; Gulec et al., 2004). The real durability (impact of time on the performance) of this cover is thus unknown because of the combined effect of physical degradation caused by freeze/thaw cycles and chemical degradation caused by AMD. An exhumation campaign was performed during August 2019 in order to evaluate the state of degradation of the GM used as component of the cover after 13 years of service. In order to evaluate the state of the GM after 13 years, tensile, hydrogeological and chemical properties of the GM were assessed. The assessment of the oxygen diffusion properties is in progress and is not presented in this paper.

2. EXHUMATION

As mentioned above, the GM was exhumed during August 2019 to be sure that the GM and its overlying material layer were thawed. This exhumation was made in four steps: i) stripping, ii) excavation and GM cleaning, iii) GM sampling, and iv) replacement and reclamation.

i) The exhumation campaign started with the delimitation of the work area to obtain a work surface of 4 m × 4 m at the depth of the GM. There was vegetation above the silt layer that had to be preserved. So, particular attention was paid during stripping by keeping the soil with the vegetation.

ii) Once the delimitation was carried out, tiles made of the top soil with vegetation were formed with a manual shovel and removed using a mechanical shovel. These tiles were placed back at the end of the exhumation work to facilitate the vegetation recovery. Once the silt layer was bare, excavation work was done with a mechanical shovel, paying attention to the approach of the GM so as not to damage it. The GM was then cleaned to look at its general state. Some waves were observed but no major defects were noticed. The GM was subsequently protected from the sun and rain with a plastic film until the GM sampling and replacement work.

iii) GM sampling and replacement were carried out on the same day in order to reduce the GM exposure time to atmospheric conditions that could degrade it. Sampling was done by cutting the installed GM with a cutter from a frame in order to obtain a square surface of 2 m × 2 m. The sampled GM sheet will be used to perform the chemical, physical and hydrogeological characterization tests. The silt contact side of the GM was identified to distinguish it from the tailings contact side. This identification aimed to evaluate the impact of the tailings contact on the GM degradation. The direction in which the GM roll was installed (machine direction, MD) was also marked to allow the study of potential anisotropy in the GM by comparing tensile properties in the MD and in the cross machine direction (CMD) perpendicular to the MD.

iv) The GM sample was then cleaned with fresh water, transported and stored in the laboratory away from UV rays to keep the state of degradation of the GM as it was in the field. Once the sampling was completed, the GM replacement was performed by a contractor certified by the International Association of Geosynthetics Installers to ensure the integrity of the cover. After that, the silt layer was immediately put back in place as the tiles of top soil with vegetation. After the exhumation campaign ended, the sampled GM was taken out of storage to prepare the different test specimens for the different characterization tests.

3. PROPERTIES ASSESSMENTS

3.1. Antioxidant/stabilizer level

The antioxidant and stabilizer level was assessed by Differential Scanning Calorimetry according to the standard Oxidative Induction Time (std-OIT) described in the ASTM D3895 (2019). The sample was prepared from a 1 cm-diameter disk that was die cut from the exhumed GM. Its thickness was reduced from 1.5 mm to 250 µm by compression molding with a press from Fontjine Presses (Netherlands) at 160°C under 100 kN during 15 seconds. Then, the specimen disk was cut with a borehole of 5 mm in diameter, corresponding to the internal diameter of the alumina pan. The alumina pan containing the sample was then placed inside the T.A. Instruments STD Q600 analyzer to perform the std-OIT test. During the measurement, the sample was kept under a constant flux of high purity oxygen (50 mL/min) with an isotherm of 200°C until an exothermal peak of oxidation. Two specimens were analyzed.

3.2. Carbonyl index

The method used to assess the carbonyl index (CI) was developed by Scheirs (2009) by measuring the GM infrared spectra using a Fourier-transform infrared (FTIR) in attenuated total reflectance (ATR) according to ASTM E1252 (2013). The specimen (disk of 1 cm-diameter, 1.5 mm-thick) was placed inside the spectrometer (Shimadzu IRTracer-100) during the spectra acquisition. The CI was determined as the ratio of the absorbance of the carbonyl group (C=O: 1715-1740 cm^{-1}) to the absorbance of the polyethylene (C-H: 1462-1464 cm^{-1}). Five specimens were analyzed and the spectra of the two sides of the GM were assessed to see if the contact with the oxidized tailings has an impact on the degradation of the GM.

3.3. Tensile properties

The tensile properties of the exhumed GM were assessed by tensile testing according to ASTM D6693 (2015) with a test speed of 50 mm/min. Five specimen were prepared through each direction (MD and CMD). Tests were performed with a traction bench BT1-FR020TN from Zwick Roell (Germany). Each test gives the stress-strain curves for the determination of four parameters: the yield strength (YS) and elongation (YE), and the break strength (BS) and elongation (BE).

3.4. Permeability test

The permeability of the GM was determined with the French standard NF EN 14150 method (AFNOR, 2006). This method for measuring water permeability was chosen instead of the method for water vapor transmission according to ASTM E96 (2016). The reason is that the first one better represents the real case where the water will ingress into the tailings.
The test provides the volumetric flux of water (Q) through the GM per unit of time. From this volumetric flux, the mass flow (q) could be obtained using the density of water (Eq. 1). The equivalent hydraulic conductivity (K_g) could be then determined from q with mathematical transformations developed by Giroud and Bonaparte (1989) (see Eq. 2).

$$q = d_{DAW} \times Q \quad (1)$$

where d_{DAW} = relative density of de-aerated water.

$$q = K_g \times \frac{\Delta p}{g \times T_g} \times A \quad (2)$$

where q: mass flow of water (kg/s), K_g: equivalent hydraulic conductivity of the GM (m/s), Δp: pressure difference (100,000 Pa), g: acceleration due to gravity (9.81 m^2/s). T_g: thickness of the GM (m), and A: GM surface area (m^2).

To use this equation, the GM thickness was measured according to ASTM D5199 (2006). T_g is defined as the mean of 10 measures of the thickness of ten specimen disk after 5 seconds under 200 kPa with the thickness gauge (Figure 2). The obtained T_g is about 1.547 (±0.024) $\times 10^{-3}$ m.

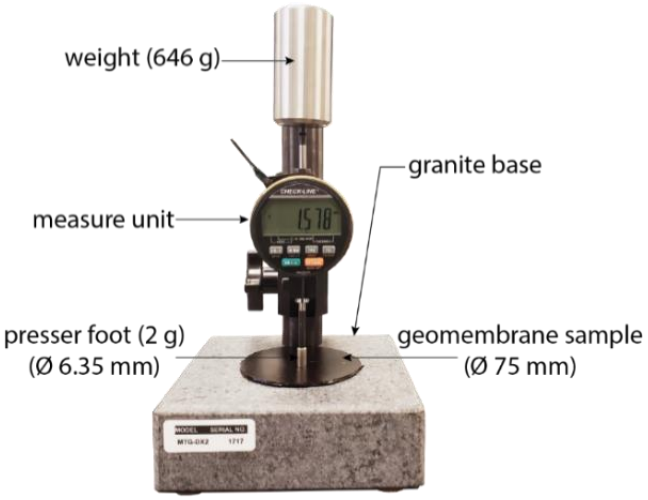


Figure 2: Geomembrane thickness measurement according to ASTM D5199 (2006)

The installation used was developed according to the French standard AFNOR NF EN 14150 (2006) with type B volume measurement (Figure 3). The setup is composed of a dual pressure/volume controller coupled with a computer. Each pressure/volume controller is connected to a half permeability cell (upstream and downstream units). During the permeability test, a pressure of 150 kPa is applied on the upstream side and a pressure of 50 kPa on the downstream side. The computer logs the volume in each pressure/volume controller every 15 minutes during 10 days.

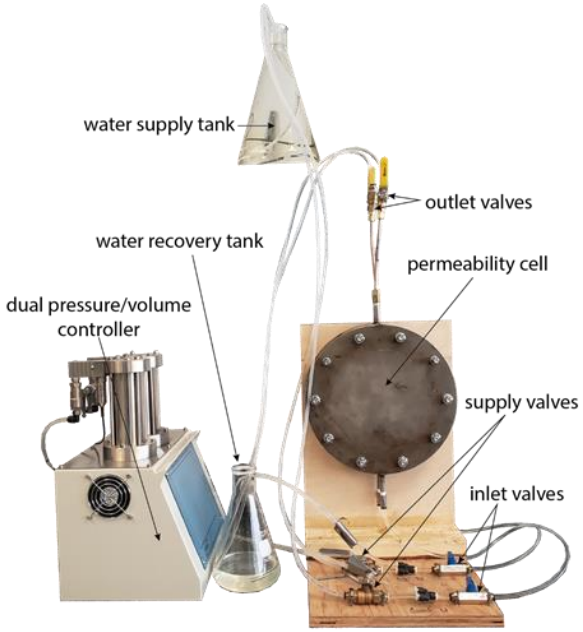


Figure 3: Developed setup for GM permeability tests (inspired from AFNOR (2006))

4. RESULTS

4.1. Antioxidant/stabilizer level

Figure 4 shows how the OIT is determined from the temperature/heat flow versus time curve. Duplicated tests provided close values of the OIT of 228 min and 214 min so that a mean OIT for the exhumed GM of 221 min can be considered. Compared to the minimum value given by the Geosynthetic Research Institute (GRI, 2016) that corresponds to 100 min, the OIT of the 13 years old GM is approximately twice above this minimum value. The OIT of the exhumed GM seems to be near the OIT of a new and pristine GM, so the antioxidant and stabilizer level may be near their initial value (data not available). The exhumed GM is still in the stage A of degradation: depletion time of antioxidant according to the model of Hsuan and Koerner (1998). This could be due, at least in part, to the relatively cold climate conditions at the site. It is known that the degradation of GM is slower at low temperature (Rowe & Ewais, 2014).

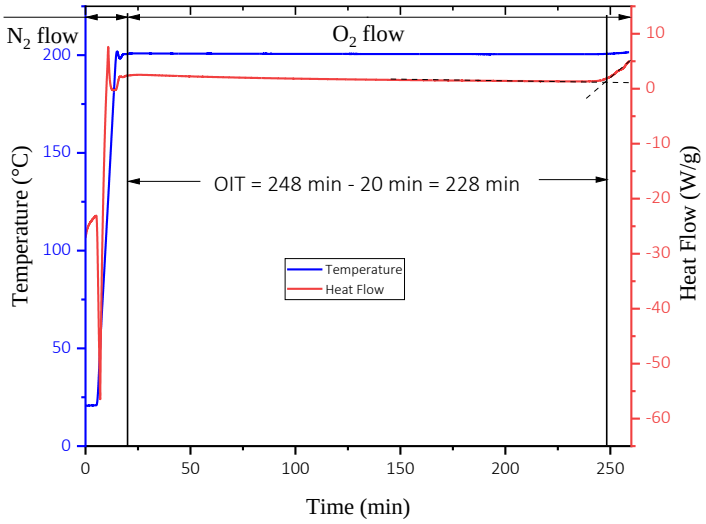


Figure 4: Typical OIT results for the exhumed GM

4.2. Carbonyl index

Figure 5 shows a typical spectrum from the FTIR in ATR from 2000 cm^{-1} to 1400 cm^{-1} wavenumbers. This window allows to see the pics of carbonyl group (C=O) and the polyethylene (C-H) and determine the CI. Table 1 gives the values of the carbonyl index. There are five values for each of the contact side of the GM (in contact with silt or with tailings). The mean CI from the tailing contact side is slightly higher than that from the silt side, but not significantly different after Student's t test at significance level of 0.05. This means that at the exhumation date, the contact with the oxidized tailings had no significant effect on the GM degradation. These results are also close to the CI of pristine HDPE GM that were determined during preliminary tests of this study. The mean CI obtained with 25 specimens from pristine HDPE GM is about 0.225 (±0.023).

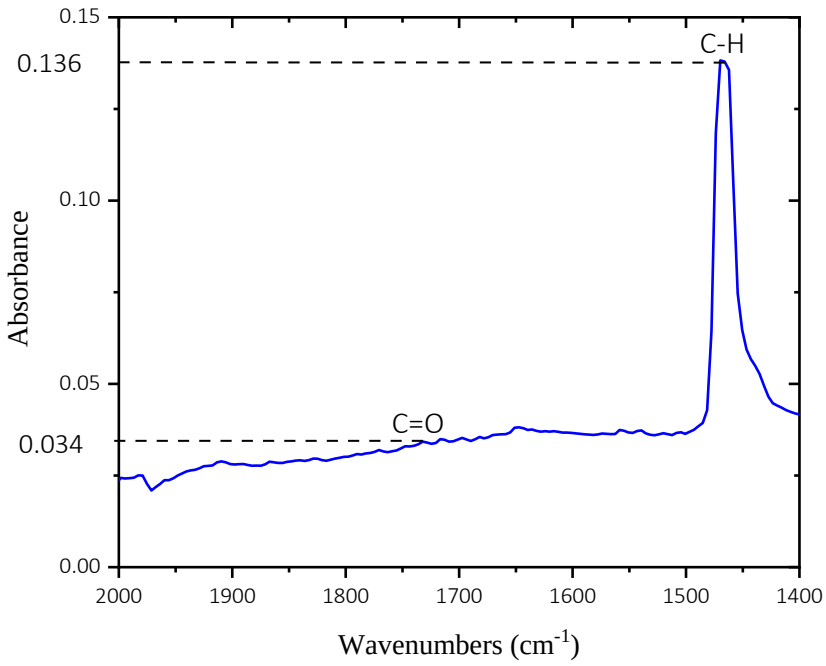


Figure 5: Typical FTIR spectrum with the absorbance of C=O and C-H for the carbonyl index determination (case of the third sample of the silt contact side of the GM; see Table 1)

Table 1. Carbonyl index of the exhumed GM contact sides with the silt and tailings

Silt contact side			Tailing contact side		
Abs (C=O)	Abs (C-H)	CI	Abs (C=O)	Abs (C-H)	CI
0.033	0.140	0.238	0.034	0.136	0.248
0.032	0.136	0.238	0.036	0.135	0.266
0.034	0.136	0.251	0.036	0.138	0.262
0.037	0.137	0.267	0.038	0.141	0.271
0.035	0.140	0.247	0.037	0.140	0.262
	Mean	0.248		Mean	0.262
	Std. dev.	0.012		Std. dev.	0.009

4.3. Tensile properties

Figure 6 shows typical raw data from a tensile test in terms of the standard force (N) versus strain (mm) for the sample MD_3 (see Table 2). The four parameters are then calculated according to ASTM D6693 (2015). In this figure, YE: Yield Elongation (%), YStr: Yield Strain (mm), GL_Y: Gauge Length for Yield of type IV specimen (33 mm); YS: Yield Strength (N/mm), YSF: Yield Standard Force (N), W: Width of narrow section of type IV specimen (6 mm); BE: Break Elongation (%), BStr: Break Strain (mm), GL_B: Gauge Length for Break of type IV specimen (50 mm); BS: Break Strength (N/mm) and BSF: Break Standard Force (N).

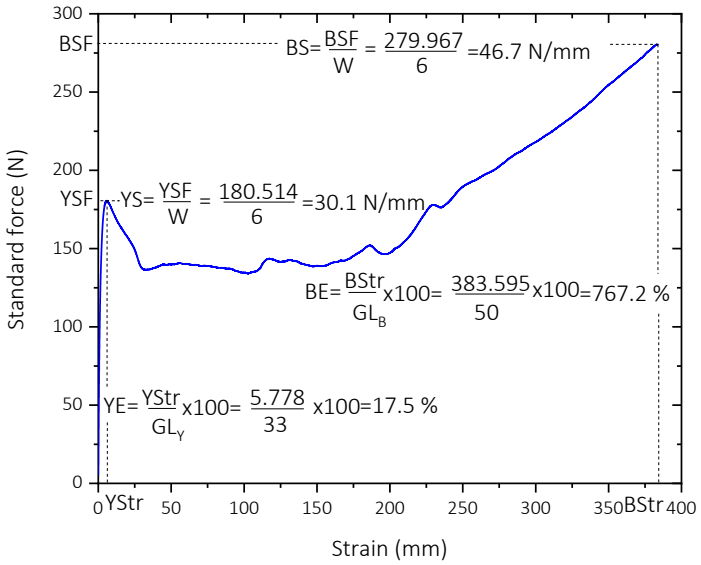


Figure 6: Raw data from the tensile test of MD_3 with the determination of the four parameters

Table 2 summarizes the four parameters for the MD and CMD. For the yield properties, the YS from MD is clearly lower than from CMD [$mean\,(YS\_MD) = 29\,N/mm < mean\,(YS\_CD) = 31.3\,N/mm$], unlike the YE [$mean\,(YE\_MD) = 17.6\,\% > mean\,(YE\_CMD) = 14.7\,\%$]. In the elastic domain, the slopes of the stress-strain curves of the MD samples are lower than the CMD's. It means that the GMs are less stiff through MD, and have better elastic properties. However, for the break properties, BS and BE from CMD is higher than from MD [$(mean\,(BS\_MD) = 47.7\,N/mm;\ mean\,(BE\_MD) = 793.9\,\%) < (mean\,(BS\_CMD) = 53.2\,N/mm;\ mean\,(BE\_CMD) = 930.9\,\%)$]. The GM is then more resistant through CMD. These results show that each property from the two directions are significantly different according to Student's t test at significance level of 0.05: the anisotropy in the tensile properties of the GM.

Table 2. Tensile properties for the machine and cross machine directions

		Machine direction (MD)				Cross machine direction (CMD)			
Parameters		YS	YE	BS	BE	YS	YE	BS	BE
Units		N/mm	%	N/mm	%	N/mm	%	N/mm	%
Sample	1	27.8	17.8	44.3	748.4	31.2	15.0	56.5	988.6
	2	28.4	17.3	40.4	694.0	31.8	14.9	53.2	930.3
	3	30.1	17.5	46.7	767.2	30.8	14.3	52.9	927.5
	4	29.6	17.4	55.9	905.4	31.4	14.9	54.4	947.7
	5	29.2	17.8	51.1	854.6	31.4	14.6	49.0	860.3
Mean		29.0	17.6	47.7	793.9	31.3	14.7	53.2	930.9
Std. Dev.		0.9	0.2	6.0	85.0	0.4	0.3	2.7	46.4

On the other hand, if the mean parameters from the two directions are compared to the GRI GM13 (2016) (Table 3), the tensile properties of the 13 years old GM are above the minimum requirements. These results are consistent with the chemical results (OIT and CI) that confirm the antioxidant/stabilizer level results that showed that the GM is still in the stage A of degradation.

Table 3. Tensile properties of the exhumed geomembrane versus the minimum values from GRI GM13 for smooth 1.5 mm thick HDPE GM

Parameters (Units)	Exhumed geomembrane (MD and CMD)	GRI GM13 (GRI, 2016)
YS (N/mm)	30.2 ± 1.4	22
YE (%)	16.1 ± 1.5	12
BS (N/mm)	50.4 ± 5.3	40
BE (%)	862.4 ± 96.8	700

4.4. Permeability test

Figure 7 presents the evolution of the upstream water volume versus time during the permeability test. The slope of the linear fit calculated after the stabilisation of the flow gives the volumetric flux of water (Q). According to this figure:
$Q = 0.00415\ cm^3/h\ = 1.15\ \times 10^{-12}\ m^3/s = 9.96 \times 10^{-8}\, m^3/d$

The GM area corresponds to the internal surface of the permeability cell with a diameter $Ø\ = \ 20\, cm$ which corresponds to an area $A = 0.0314\, m^2$. Q is then equivalent to $3.17 \times\ 10^{-6}\ m^3/m^2/d$. This value is on the same order of magnitude of the typical value found by Lambert and Touze-Foltz (2000) for a pristine HDPE GM. They found that the upstream fluxes for seven HDPE GM were between $7.00 \times\ 10^{-7}\ m^3/m^2/d$ and $1.30 \times\ 10^{-6}\ m^3/m^2/d$.

The mean temperature during the test was about 30°C and at that temperature, the relative density of de-aerated water is $d_{DAW} = 0.995673739$ (Tanaka et al., 2001). Equation (2) then gives the mass flow of water: $q = d_{DAW} \times Q = 1.15 \times\ 10^{-9}\ kg/s$

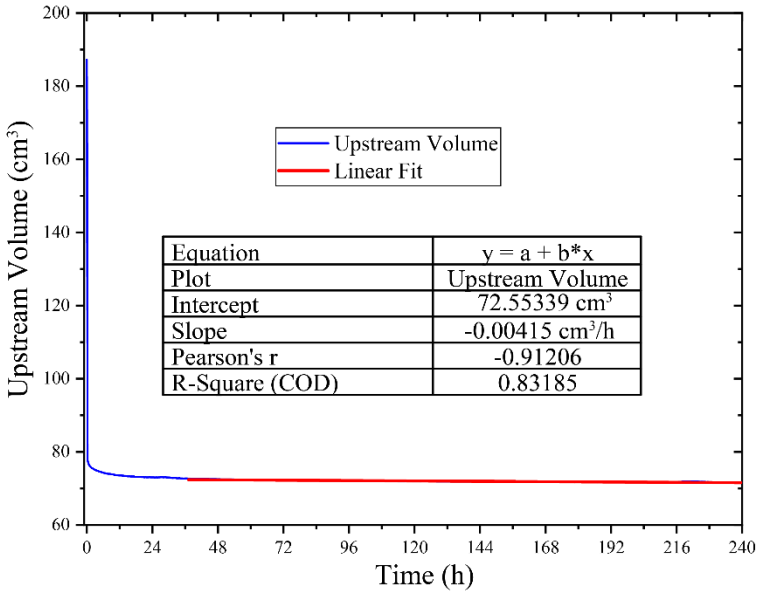


Figure 7: Typical upstream volume versus time during the permeability test

By isolating the equivalent hydraulic conductivity K_g from equation (2):

$$K_g = \frac{q \times g \times T_g}{\Delta p \times A} \quad (3)$$

Then:

$$K_g = \frac{1.15\ 10^{-9}\ kg/s \times 9.81\ m^2/s \times 1.547\ \times 10^{-3}\ m}{100\ 000\ \text{Pa} \times 0.3141593\ m^2} = 5.54\ \times 10^{-15}\ m/s$$

This value is in the same order of magnitude of typical HDPE GM obtained by Haxo Jr et al. (1984) $[1.10 \times 10^{-15}\ m/s \leq K_g \leq 1.20 \times 10^{-15}\ m/s]$ and Giroud and Bonaparte (1989) $[2.00 \times 10^{-15}\ m/s \leq K_g \leq 1.20 \times 10^{-14}\ m/s]$. The result of the hydraulic permeability is then consistent with these typical results from the literature: the exhumed GM still have equivalent hydraulic conductivity similar to a pristine GM.

5. CONCLUSION

This study investigated the actual state of degradation of a 13 years old HDPE based on actual chemical, tensile and hydraulic properties. This GM installed in 2006 as a cover component for the reclamation of a mine site located in a cold region with seasonal freeze (Abitibi-Témiscamingue, Québec, Canada). The GM was installed directly above oxidized tailings and covered by a 0.5 m-thick layer of silty material with the aim to limit the ingress of water and oxygen to AMD generating tailings. This GM undergoes freeze/thaw cycles. As the properties of installed GM are not available for comparison purpose, results ensuing from this study were compared with data given in the literature. Results presented above for this specific GM indicate that the HDPE GM in the cover is still in the Stage A of degradation and its properties are near those a pristine GM (in terms of OIT, carbonyl index, tensile and hydraulic properties). The physical degradation due to the freeze/thaw cycles after 13 years is not noticeable but GM stiffening (with expected impact such as permeability and diffusion coefficients reduction) has occurred. In conclusion, the HDPE GM samples from the cover studied currently has properties that meet all requirements from GRI GM13 (2006) and works for what it was designed for. A longer-term study (decades to come) is recommended to assess the performance of this GM.

6. ACKNOWLEDGEMENTS

This study was funded by the Industrial NSERC-UQAT Chair on Mine Site Reclamation and by the Research Institute of Mines and Environment (RIME UQAT-Polytechnique: https://irme.ca/en/). The authors would like to acknowledge the Ministry of Energy and Natural Resources (MENR) of Quebec for granting authorization for access and carry out the project and the « Laboratoire de BIOMATÉRIAUX » of UQAT for having allowed to use its equipements.

7. REFERENCES

AFNOR. (2006). NF EN 14150 Détermination de la perméabilité aux liquides. In. La Plaine Saint-Denis, France: Association Française de Normalisation, www.afnor.org.

Armstrong, M. D., & Csathy, T. I. (1963). Frost design practice in canada-and discussion. *Highway Research Record*(33).

ASTM. (2006). D5199-01 Standard Test Method for Measuring the Nominal Thickness of Geosynthetics. In. West Conshohocken, PA, United States: ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2013). E1252-98(2013)e1 Standard Practice for General Techniques for Obtaining Infrared Spectra for Qualitative Analysis. In. West Conshohocken, PA, United States: ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2015). D6693-04 (2015) Standard Test Method for Determining Tensile Properties of Nonreinforced Polyethylene and Nonreinforced Flexible Polypropylene Geomembranes. In. West Conshohocken, PA, United States: ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2016). E96/E96M-16 Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials. In. West Conshohocken, PA, United States: ASTM International, www.astm.org.

ASTM. (2019). D3895-19 Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry. In. West Conshohocken, PA, United States: ASTM International, www.astm.org.

Aubertin, M., Bussière, B., & Bernier, L. (2002). Environnement et gestion des résidus miniers.[CD-ROM]. *Les Presses Internationales Polytechnique de Montréal, Québec*.

Chisholm, R., & Phang, W. (1983). Measurement and Prediction of Frost Penetration in highways. *Transportation Research Record*(918).

Cunningham, H. L. (2018). *Evaluating the rate of leakage through defects in a geomembrane.* (Master of science). University of Saskatchewan,

Cyr, J. (2011). Restauration des sites miniers-Présentation du 22 septembre 2011. *MRNF, Québec*.

Ewais, A. M. R., Rowe, R. K., & Scheirs, J. (2014). Degradation behaviour of HDPE geomembranes with high and low initial high-pressure oxidative induction time. *Geotextiles and Geomembranes, 42*(2), 111-126. doi:https://doi.org/10.1016/j.geotexmem.2014.01.004

Giroud, J., & Bonaparte, R. (1989). Leakage through liners constructed with geomembranes—Part I. Geomembrane liners. *Geotextiles and Geomembranes, 8*(1), 27-67.

Grassie, N., & Scott, G. (1985). Degradation and Stabilization of Polymers. In. Cambridge, Great Britain: Cambridge University Press.

GRI. (2016). GM13 Standard Specification for Test Methods, Test Properties and Testing Frequency for High Density Polyethylene (HDPE) Smooth and Textured Geomembranes. In. Folsom, PA, United States: Geosynthetic Institute (GSI).

Gulec, S., Benson, C., & Edil, T. (2005). Effect of acidic mine drainage on the mechanical and hydraulic properties of three geosynthetics. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 131*(8), 937-950.

Gulec, S., Benson, C. H., & Edil, T. (2003). *Effect of acid mine drainage (AMD) on the engineering properties of geosynthetics*. Paper presented at the Tailings and Mine Waste 2003: Proceedings of the 10th International Conference, Vail, Colorado.

Gulec, S., Edil, T., & Benson, C. (2004). Effect of acidic mine drainage on the polymer properties of an HDPE geomembrane. *Geosynthetics International, 11*(2), 60-72.

Haxo Jr, H., Miedema, J., & Nelson, N. (1984). *Permeability of polymeric membrane lining materials. Technical paper*. Retrieved from

Hsuan, Y., & Koerner, R. (1998). Antioxidant depletion lifetime in high-density polyethylene geomembranes. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 124*(6), 532-541.

Hsuan, Y., Schroeder, H., Rowe, K., Müller, W., Greenwood, J., Cazzuffi, D., & Koerner, R. (2008). *Long-term performance and lifetime prediction of geosynthetics.* Paper presented at the Proceedings of the 4th European Conference on Geosynthetics, Edinburgh, September. Keynote paper.

Koerner, R. M., Hsuan, Y. G., & Koerner, G. R. (2011). Geomembrane Lifetime Prediction: Unexposed and Exposed Conditions. *In: GRI White Paper No. 6. Geosynthetic Institute (Updated February 2011, 27 pp.)*.

Lambert, S., & Touze-Foltz, N. (2000). *A test for measuring permeability of geomembranes.* Paper presented at the Proceedings Eurogeo.

Müller, W. W. (2007). *HDPE geomembranes in geotechnics*: Springer.

Rollin, A. L., Lambert, S., & Pierson, P. (2002). *Géomembranes: guide de choix sous l'angle des matériaux*: Presses Inter Polytechnique.

Rowe, R. K., & Ewais, A. (2014). Ageing of exposed geomembranes at locations with different climatological conditions. *Canadian Geotechnical Journal, 52*(3), 326-343.

Rowe, R. K., Islam, M., Brachman, R., Arnepalli, D., & Ewais, A. R. (2009). Antioxidant depletion from a high-density polyethylene geomembrane under simulated landfill conditions. *Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering, 136*(7), 930-939.

Rowe, R. K., Quigley, R. M., Brachman, R. W., & Booker, J. R. (2004). *Barrier systems for waste disposal facilities*: Spon Press.

Rowe, R. K., & Sangam, H. P. (2002). Durability of HDPE geomembranes. *Geotextiles and Geomembranes*, *20*(2), 77-95.
Sangam, H. P., & Rowe, R. K. (2002). Effects of exposure conditions on the depletion of antioxidants from high-density polyethylene (HDPE) geomembranes. *Canadian Geotechnical Journal*, *39*(6), 1221-1230.
Scheirs, J. (2000). *Compositional and failure analysis of polymers: a practical approach*: John Wiley & Sons.
Scheirs, J. (2009). *A guide to polymeric geomembranes: a practical approach*: John Wiley & Sons.
Stark, N. M., & Matuana, L. M. (2004). Surface chemistry changes of weathered HDPE/wood-flour composites studied by XPS and FTIR spectroscopy. *Polymer Degradation and Stability*, *86*(1), 1-9.
Tanaka, M., Girard, G., Davis, R., Peuto, A., & Bignell, N. (2001). Recommended table for the density of water between 0 C and 40 C based on recent experimental reports. *Metrologia*, *38*(4), 301.
Touze-Foltz, N., & Lupo, J. (2009). Utilisation des géosynthétiques dans les applications minières : synthèse bibliographique et état des connaissances. *Ingénieries, N° Spécial*, 101-118.
Touze, N., & Bannour, H. (2019). *Geomembranes over GCLS: The optimal combination for barriers against contaminant transport.* Paper presented at the Sekizinci Ulusal Geosentetikler Konferansı, Boğaziçi Üniversitesi, İstanbul, Türkiye.
Zetchi, M., & Fouquet, G. (2017). *Restauration du site minier abandonné Barvue*. Paper presented at the QuébecMines 2018, 20-23 Novembre 2018, Québec.

ANNEXE C CAHIER DE CHARGE POUR LA FABRICATION DES DIFFÉRENTS ÉQUIPEMENTS

IRME-UQAT

Cahier de charge pour la fabrication des différents équipements

Projet Faneva Rarison

Rarison, Ramanambelina Faneva
6 aout 2018

1. Bain d'immersion

Dans le cadre de mon projet de recherche, je prévois dégrader des échantillons de géomembranes dans un bain de drainage minier acide (DMA) à trois températures différentes : 85, 75 et 65 °C afin de pouvoir faire des interpolations d'Arrhenius. Le DMA est caractérisé par un pH de 2.1 et une forte concentration en métaux (Fer, Cuivre et Zinc). Il faudrait alors que le métal de construction dans cette section soit en acier inoxydable (*Stainless Steel 316*) pour éviter les problèmes de corrosion/oxydation.

Il faudrait alors 3 bains d'immersion constitués par des boites et des systèmes de support (pour supporter les échantillons qui seront introduits dans le bain).

1.1. Boites d'immersion

Les trois boites d'immersion seront faites avec du SS 316 de 5 mm d'épaisseur (ou 1/5 de pouce selon la disponibilité sur le marché) pour avoir des dimensions intérieures (Longueur x largeur x hauteur) de 700 mm x 500 mm x 900 mm comme indiqué sur la figure 1 suivante. Le plan et les indications sont dans l'annexe A.1.

L'usineur devrait aussi concevoir trois couvercles qui viendraient se clipser par-dessus les boites d'immersion en s'assurant une bonne étanchéïté.

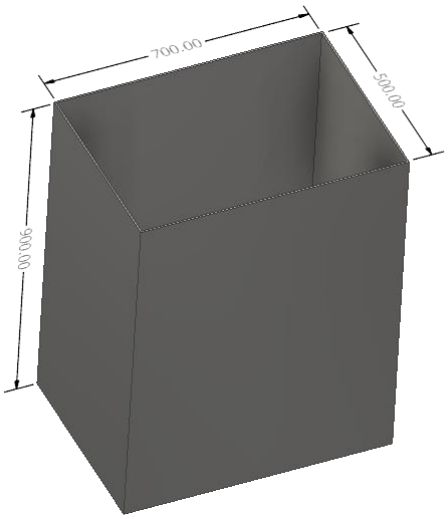


Figure 1 : Boite métallique pour le bain d'immersion

1.2. Systèmes de support pour immersion

Les trois systèmes de support pour immersion seront également faits avec du SS316. Les supports ont pour but de porter des échantillons afin de faciliter leurs manutentions vers le bain d'immersion. La structure des systèmes de support est constituée de section carré de 10 mm de côté (ou 2/5 de pouce suivant la disponibilité du matériau) avec des traverses circulaires de 10 mm de diamètre pour porter les échantillons de géomembranes à tester. Les traverses circulaires sont constituées de deux barres de 210 mm de longueur espacées de 20 mm. Les barres sont reliées entre elles par un cylindre creux de 15 mm de diamètre extérieur et de 11 mm de diamètre intérieur sur 60 mm de longueur. Les cylindres pourront ainsi coulisser pour permettre l'installation et l'extraction des échantillons. Pour les traverses circulaires du haut, les cylindres seront soudés à des accroches qui permettront de soutenir les traverses circulaires (et les échantillons) lors des manutentions.

Le schéma global des systèmes de support est indiqué sur la figure 2 suivante et le plan est dans l'annexe A.2.

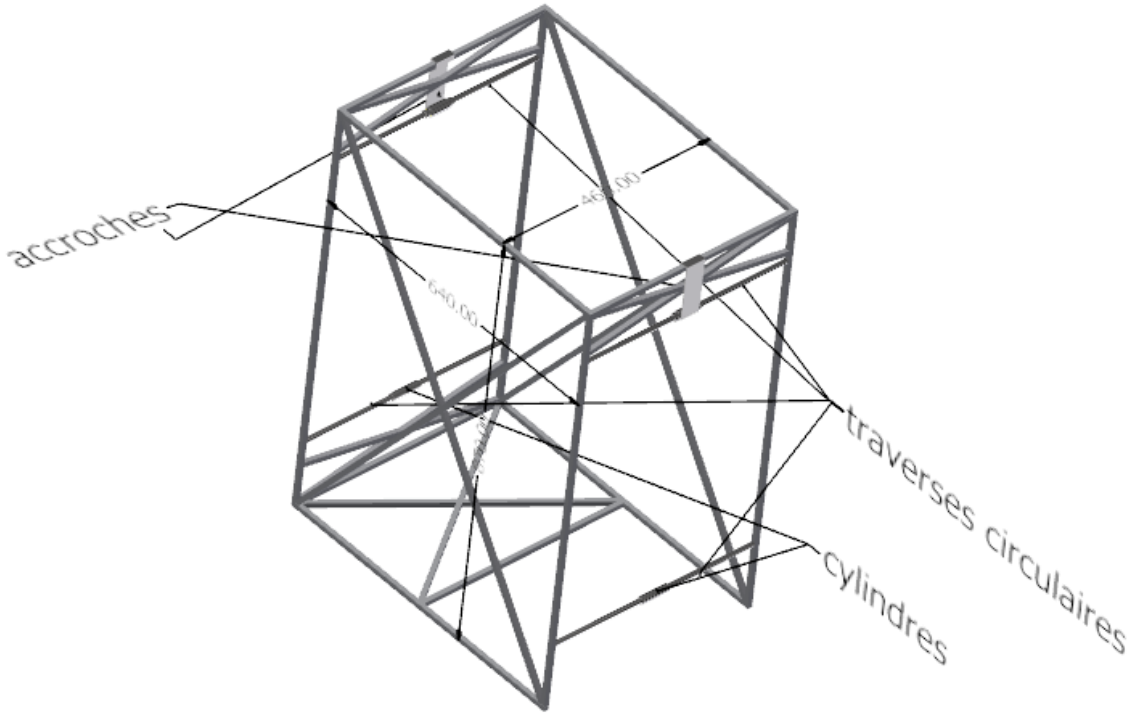


Figure 2 : Système de support pour immersion

1.3. Supports pour les cycles de gel-dégel

Les deux systèmes de support pour les cycles de gel-dégel sont identiques aux systèmes de support pour immersion (Section 1.2.) mais ils pourront être fabriqué avec de l'acier ordinaire, car ils ne seront pas en contact avec le DMA. Le plan des supports pour les cycles de gel-dégel est dans l'annexe A.3.

2. Systèmes de tendeur

L'objectif est de pouvoir imposer des déformations aux échantillons de géomembranes avec le tendeur puis de garder cette déformation grâce aux cadres afin de pouvoir faire des essais à déformations contrôlées.

2.1. Tendeur

Le tendeur est le système qui permettra d'appliquer des déformations (par traction) aux échantillons de géomembrane. Il sera fabriqué en acier suivant le plan en annexe A.4. Il est constitué du cadre, du tendeur, de deux plaques mobiles et de deux plaques fixes.

Le cadre rectangulaire peut être fabriqué à partir de fer carré vide de section 30 mm x 30 mm, avec une largeur interne de 250 mm et une longueur interne de 400 mm. Il sera gravé de chaque côté pour constituer des repères lors de l'utilisation. Sur une des largeurs, trois trous centrés espacés de 62 mm seront faits avec un diamètre de 18 mm afin de laisser passer les boulons du tendeur. La figure ci-dessous illustre ce cadre.

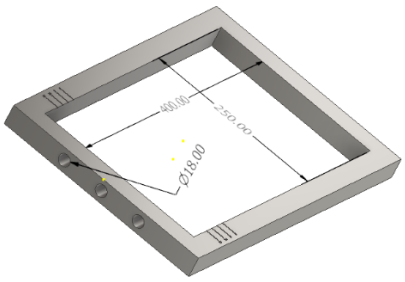


Figure 3 : Illustration du cadre

Le tendeur proprement dit est constitué d'une barre de 248 mm de longueur avec une section de 30 mm x 30 mm. Trois boulons de 16 mm de diamètre et de 150 mm de longueur seront soudés sur la barre avec un espacement de 62 mm. Un système de glissière pourra être conçu afin de permettre au tendeur de coulisser à l'intérieur du cadre. La figure ci-dessous montre l'asssemblage du tendeur et du cadre.

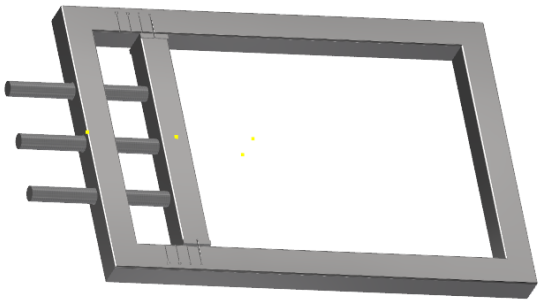


Figure 4 : Assemblage du cadre et du tendeur.

Pour permettre de tendre les échantillons de géomembrane, deux systèmes de plaques (2 plaques fixes + 2 plaques mobiles) seront utilisés. Une des plaques fixes sera soudé sur le côté intérieur du cadre et l'autre sur le tendeur comme sur la figure suivante.

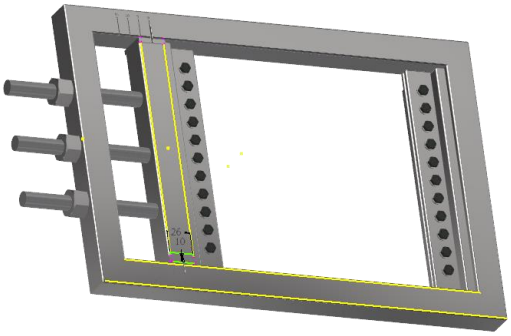


Figure 5 : Soudage des plaques sur le cadre et le tendeur

2.2. Cadre pour les essais de perméabilité

L'utilisation du cadre a pour but de conserver les déformations appliquées avec le tendeur. Il est constitué de deux parties : cadre du bas et cadre du haut. Le cadre du bas est un disque de 10 mm

d’épaisseur avec diamètre intérieur de 222 mm et de diamètre extérieur 242 mm. 18 trous seront distribués autour du disque. Sur toute l’épaisseur du disque les trous auront un diamètre de 6 mm, puis chaque trou sera fraisé sur 4 mm de profondeur pour avoir un diamètre de 8 mm. D’un autre côté, le cadre du haut est constitué par un disque de 5 mm d’épaisseur avec diamètre intérieur de 222 mm et de diamètre extérieur 242 mm, avec 18 trous de 6 mm autour du disque. Le plan détaillé est dans l’annexe A.5.

2.3. Cadres pour les essais de diffusion/sorption

Les cadres pour les essais de diffusion/sorption ont le même rôle que le cadre de perméabilité, mais avec des dimensions plus petites comme l’indique le plan dans l’annexe A.6.

3. Cellule de mesure de la perméabilité

Il y aura une cellule de perméabilité à construire avec de l’acier inoxydable SS316. La cellule est composée de deux demi-cellules dont les plans sont dans l’annexe A.7. Chaque demi-cellule est constituée d’un disque de 300 mm de diamètre avec une épaisseur de 10 mm (cette épaisseur peut être élargie suivant la faisabilité technique) sur lequel est soudé un cylindre centré de 200 mm de diamètre intérieur et 220 mm de diamètre extérieur avec une hauteur de 15 mm. Sur le côté du disque, deux trous (diamétralement opposés) de 4 mm de diamètre seront perforés sur une profondeur de 62 mm, l’épaisseur du disque pourra être augmenté suivant les contraintes de faisabilité de ces perforations. De la face du disque où l’on va souder le cylindre, des trous de 4 mm de diamètre seront faits pour rejoindre chaque trou fait depuis les côtés du disque (les détails sont sur le plan de l’annexe A.7). 10 trous de 12 mm seront faits sur le disque afin de pouvoir assembler les deux demi-cellules à l’aide de boulons. Ces trous seront répartis suivant un rayon de 130 mm.

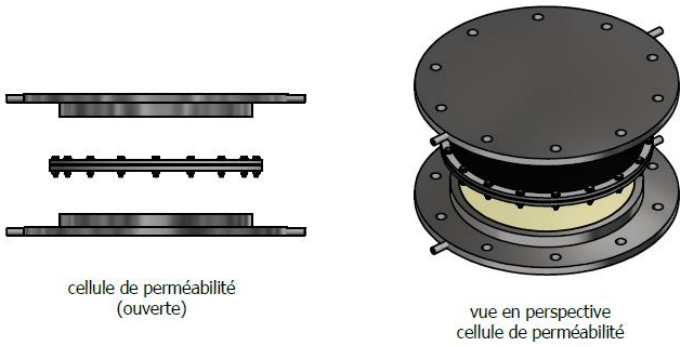


Figure 6 : Cellule de perméabilité avec le cadre contenant la géomembrane entre les deux demi-cellules

4. Cellules de diffusion/sorption

Il y aura deux cellules de diffusion/sorption à construire, donc quatre demi-cellule à fabriquer. Chaque cellule est formée par deux demi-cellules en acier (cf. plan en annexe A.8) qui seront assemblées par des boulons suivant les 18 trous répartis autour du disque de support de 5 mm d'épaisseur. Chaque demi-cellule est constituée par un cylindre en acier avec un diamètre intérieur de 100 mm et un diamètre extérieur de 120 mm dont un bout est refermé par un disque de 120 mm de diamètre avec une épaisseur de 10 mm. Ce disque est perforé au centre avec un diamètre de 4 mm destiné à insérer une sonde de 4 mm de diamètre. À 30 mm du haut de chaque demi-cellule (à partir du bout refermé), deux trous diamétralement opposés de 10 mm de diamètre seront perforés et filetés afin de recevoir des valves que nous pouvons voir sur la figure ci-dessous. Cette figure indique des représentations de la cellule. On peut voir que le cadre de diffusion contenant l'échantillon de géomembrane (Section 3.3) sera installé entre les deux demi-cellules.

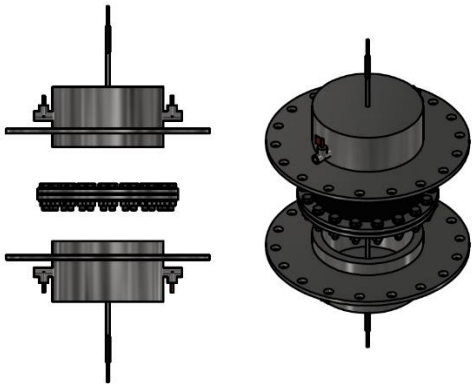
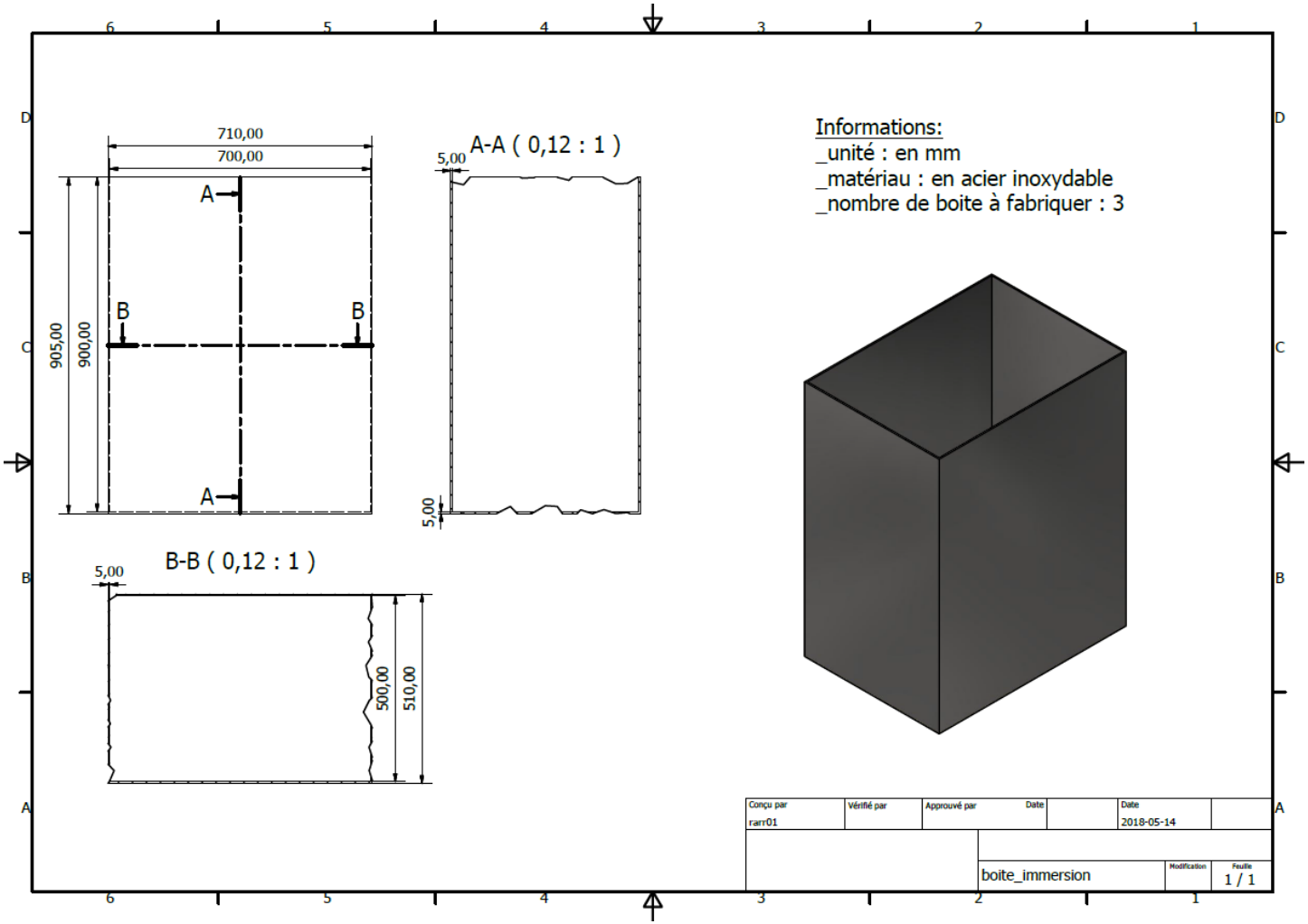


Figure 8.7 : Cellule de diffusion/sorption avec le cadre contenant la géomembrane entre les deux demi-cellules

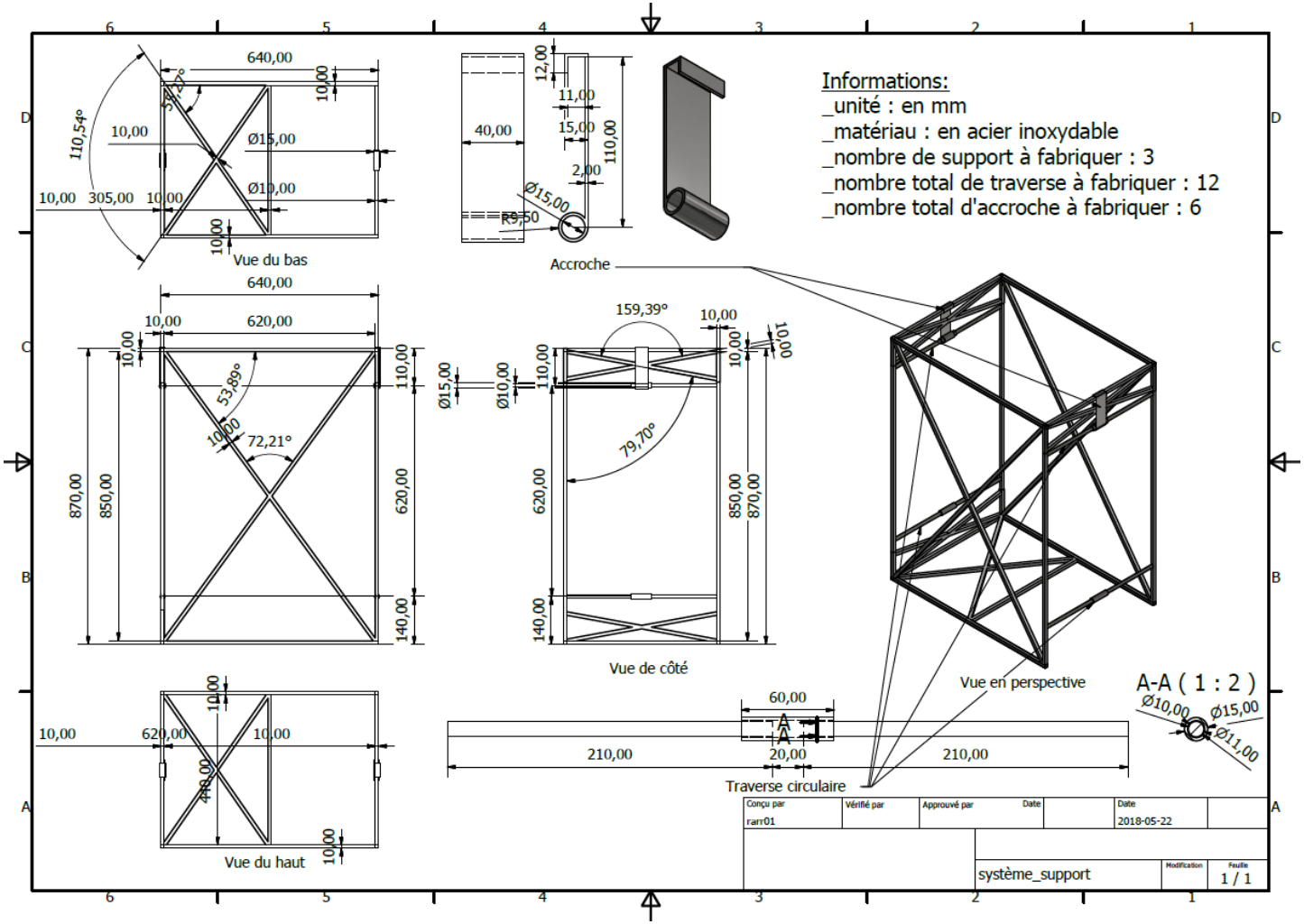
PLANS DES DIFFÉRENTS ÉQUIPEMENTS

Éléments	Matériau	Nombre	Nom des fichiers
Bain immersion	SS316	3	01_boite_immersion
Support immersion	SS316	3	02_systeme_support_immersion
Support gel-dégel	acier	2	03_systeme_support_gel-degel
Tendeur	acier	1	04_tendeur
Cadre perméabilité	acier	1	05_cadre-permeabilite
Cadre diff/sorp	acier	2	06_cadre-diff_sorp
Demi-cellules perméabilités	SS316	2	07_demi-celule_permeabilite
Demi-cellules diff/sorp	SS316	4	08_demi-cellule_difff-sorp

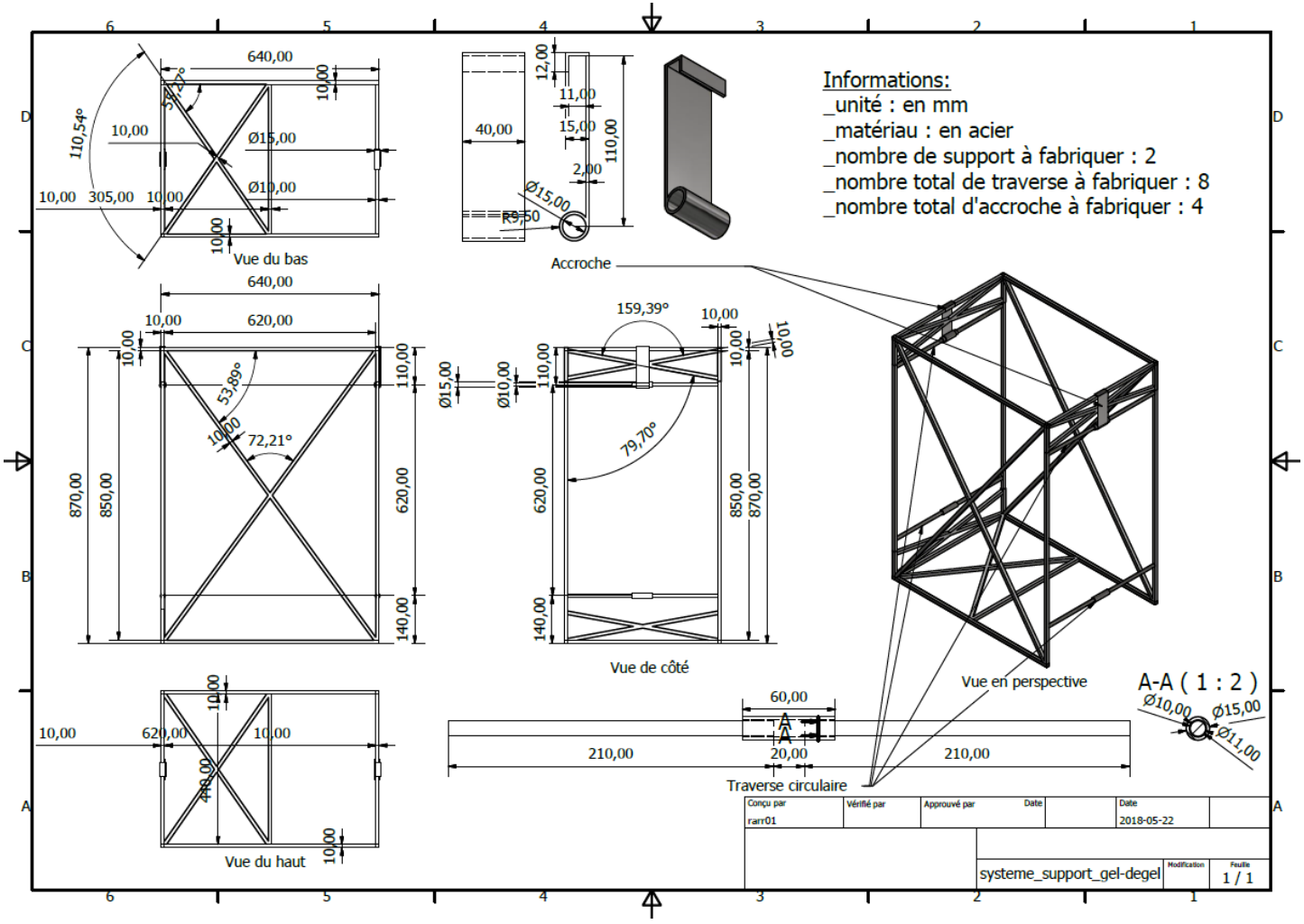
Plan des trois boites d'immersion



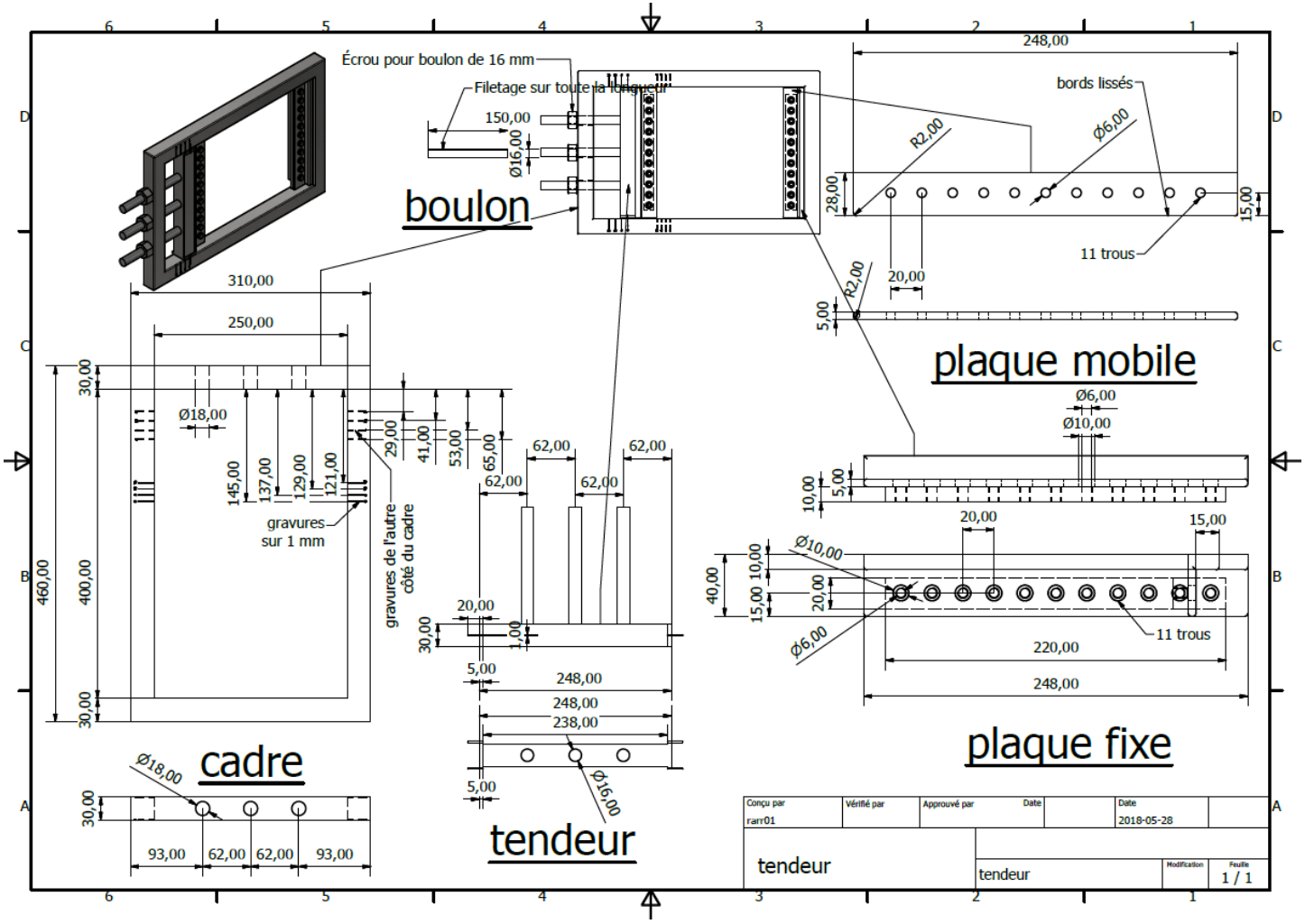
Plan des trois systèmes de support pour immersion dans la boîte



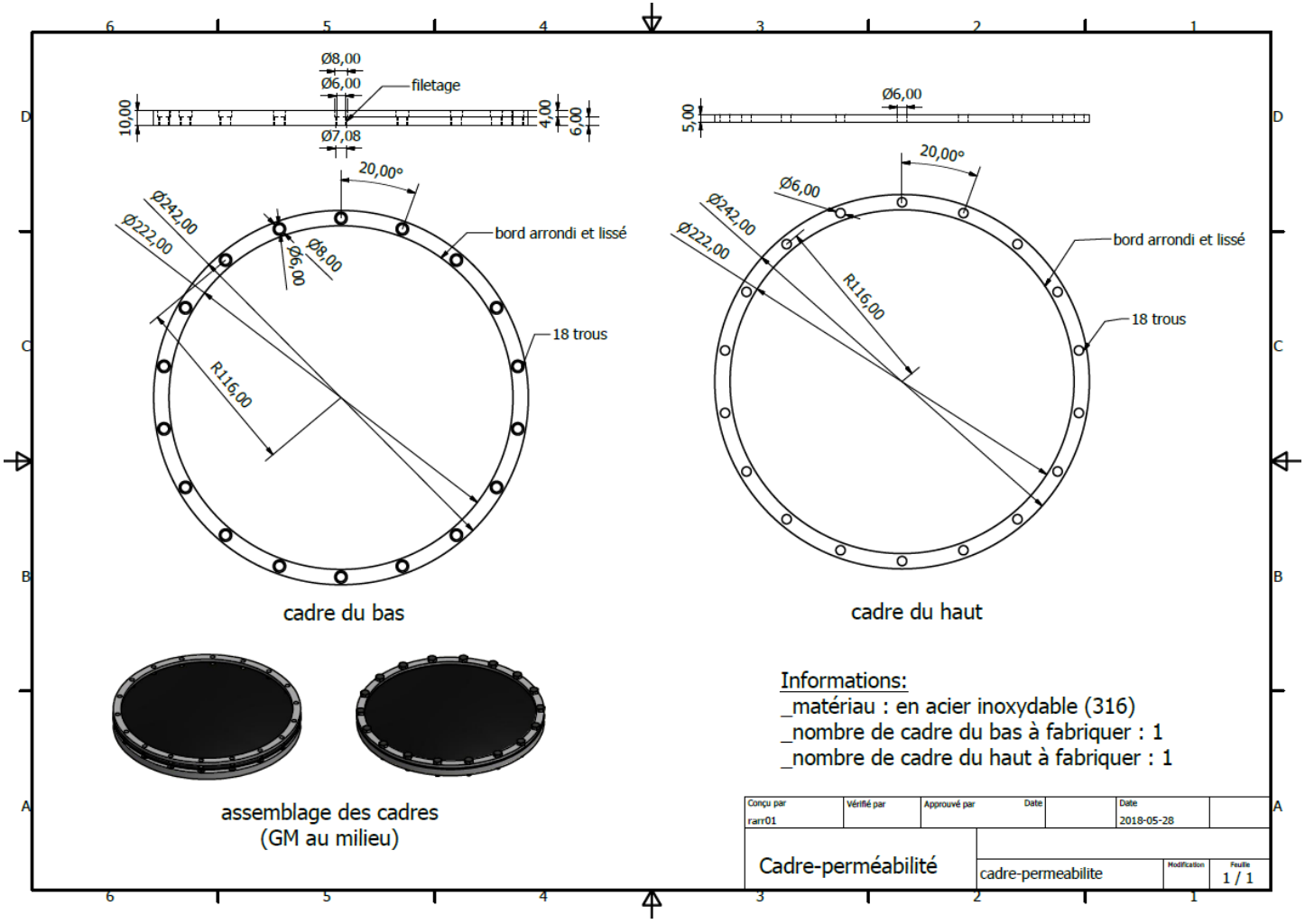
Plan des deux systèmes de support pour les cycles de gel-dégel



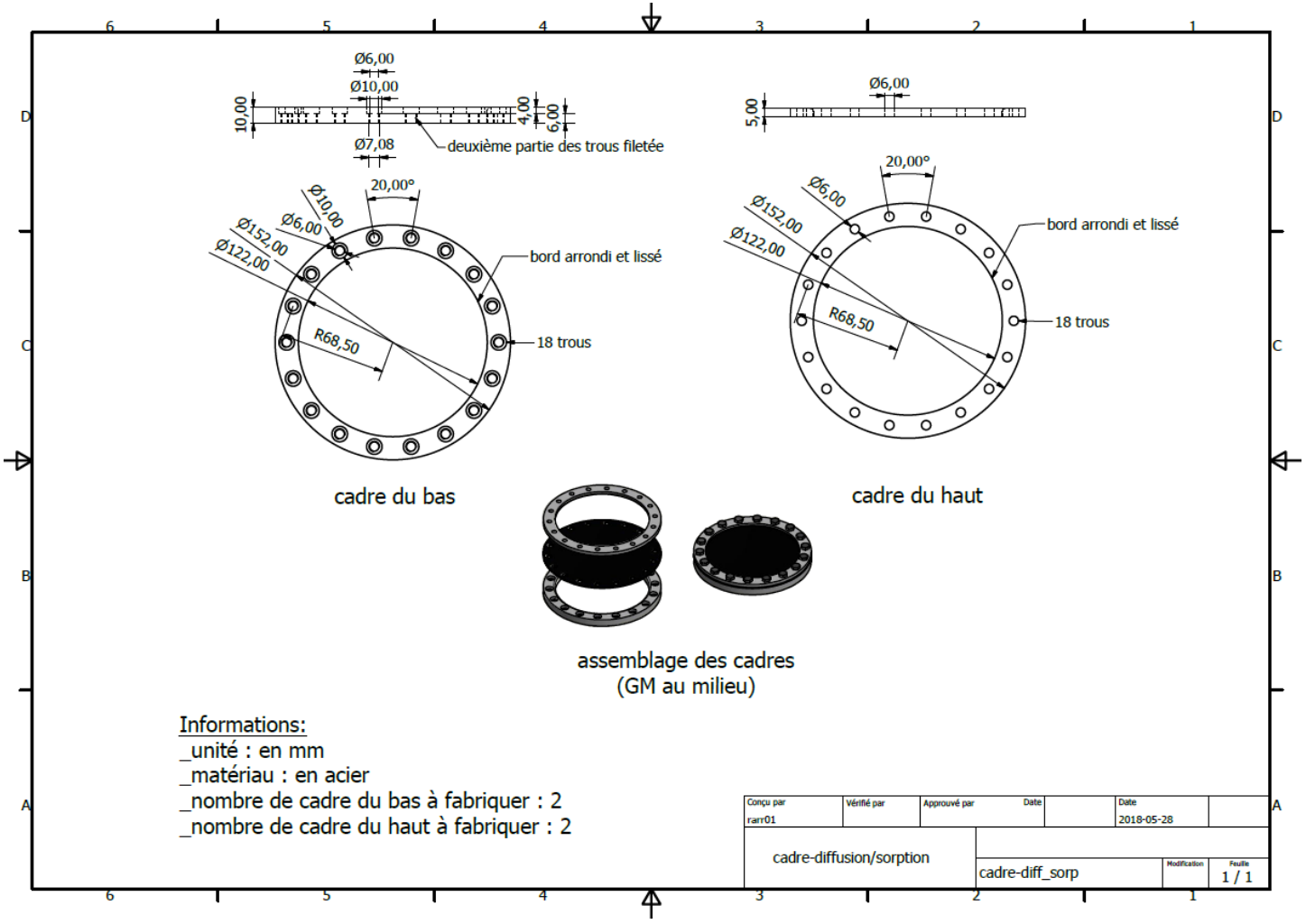
Plan du tendeur



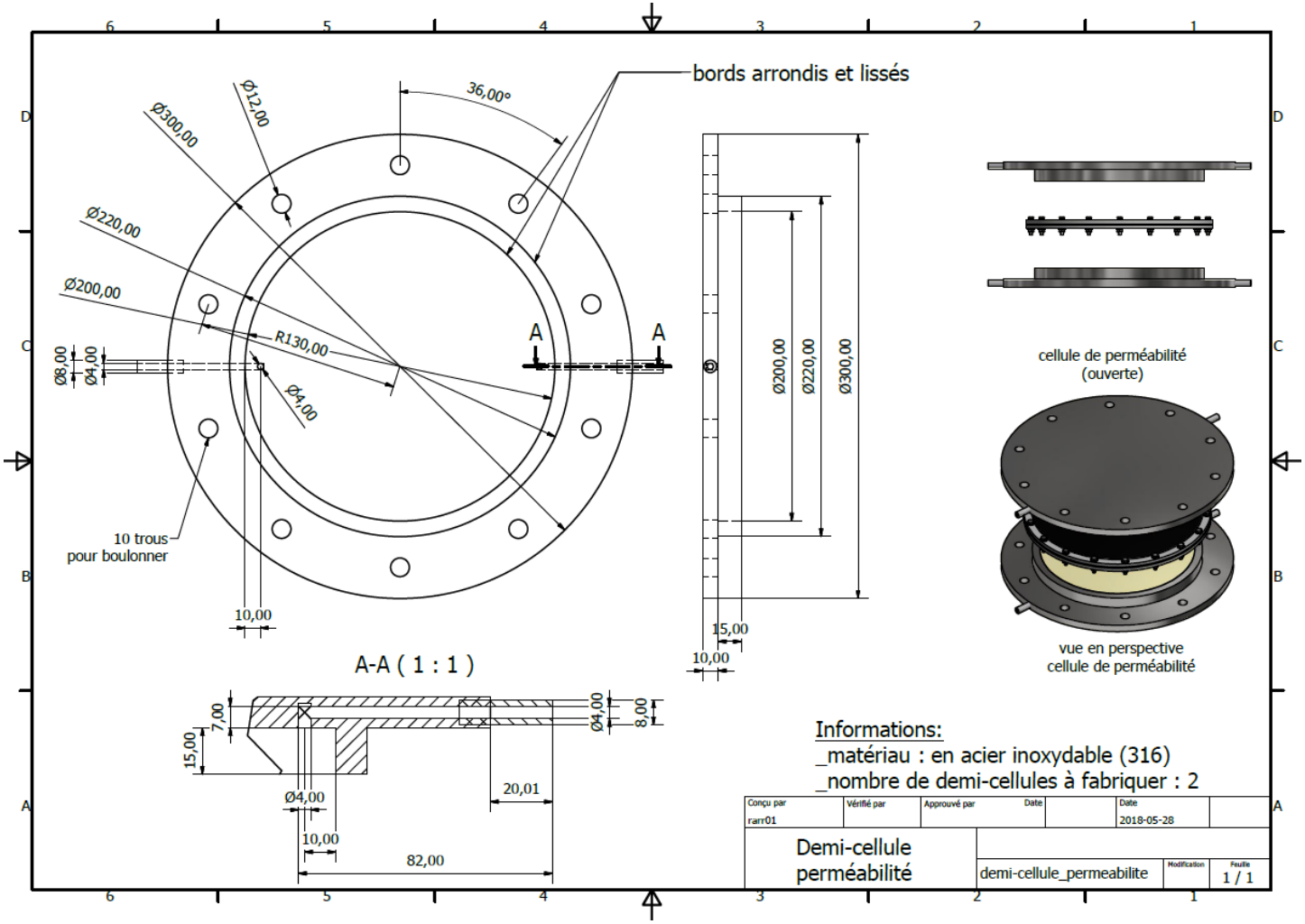
Plan du cadre pour les essais de perméabilité



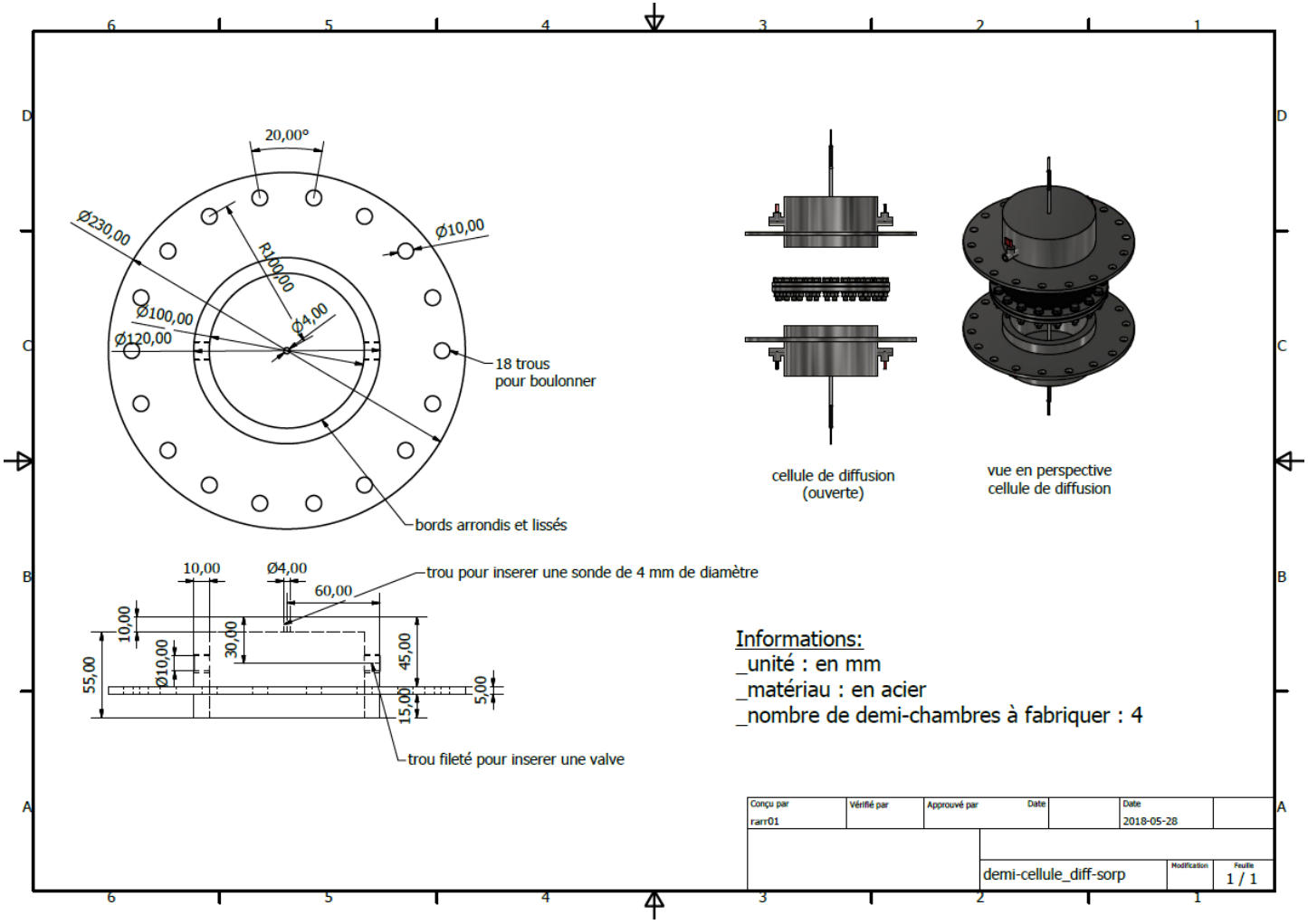
Plan des cadres pour les essais de diffusion/sorption



Plan des deux demi-cellules de perméabilité



Plan des quatre demi-cellules de diffusion/sorption



ANNEXE D RAPPORT DE VISITE DES ZONES OÙ LES EXHUMATIONS ONT ÉTÉ EFFECTUÉES (ALDERMAC ET NORMÉTAL)

Rédigé par Faneva Rarison, candidat au doctorat

Comme convenu dans la lettre « Acceptation travaux exhumation de géomembranes sur les sites Aldermac et Normétal » en date du 11 octobre 2018, une visite de terrain a été réalisée le jeudi 9 juillet 2020 dernier afin d'évaluer l'état des zones où les travaux d'exhumation ont été réalisées au mois d'août 2019.

La visite a été réalisée avec Gwendoline Hotton, chargée de projet au sein de l'URSTM. Nous avons débuté la visite par le site Aldermac afin d'évaluer l'état des deux zones : AA pour Aldermac Affaissée et AS pour Aldermac Stable comme indiquées sur la Figure .

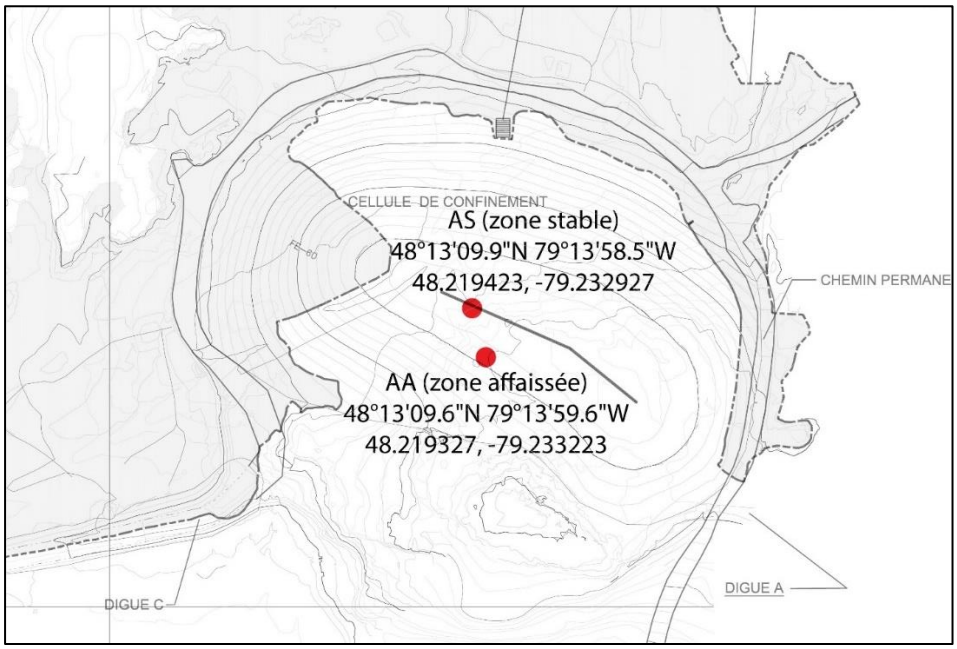


Figure 1 : Localisation des zones d'exhumation

Nous avons constaté aucun problème, les couches protectrices étaient bien en place. Les photos des figures 3 et 4 montrent l'état actuel des zones par rapport à l'état précédant les travaux

d’exhumation, ces photos ont été prises le 9 juillet 2019 lors de la localisation des zones à excavées. L’état actuel des zones est ainsi quasi identique avec l’état avant les travaux sur le site Aldermac.



Figure 2 : Zone AA, avant (a) et après (b)



Figure 3 : Zone AS, avant (a) et après (b)

Nous nous sommes la suite dirigés vers Normétal pour effectuer le même travail d’évaluation visuelle des zones impactées indiquées sur la Figure 4.

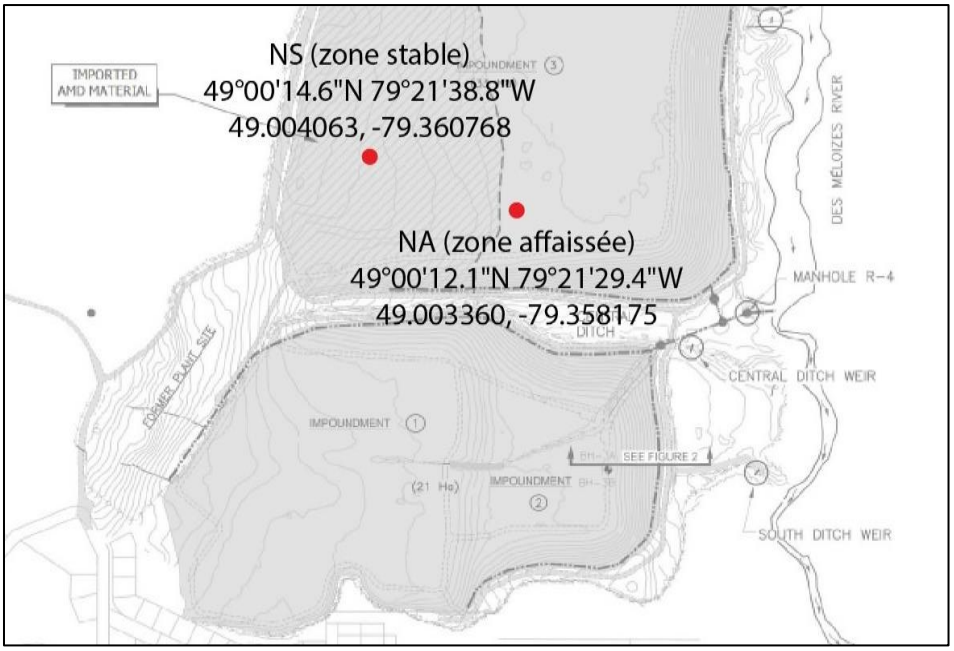


Figure 4 : Localisation des zones d'excavation à Normétal

Les photos suivantes montrent l'état actuel des zones impactées à Normétal.



Figure 5 : Zone NS



Figure 6 : Zone NA

Nous avons constaté que les zones remaniées demeurent visibles, mais la végétation a repris. Aucune zone d'affaissement et/ou d'écoulement préférentiel n'a été constaté. Nous pensons ainsi que tout reviendrait comme avant dans les années à avenir.

Nous concluons ainsi que les travaux de restauration après l'exhumation des géomembranes aux sites Aldermac et Normétal ont été réalisés avec succès et que les sites sont dans un état quasi-identique à celui avant les travaux d'exhumation.

ANNEXE E TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 4

1) Pour les propriétés mécaniques des GM en PEHD

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

Limite élastique (TYS)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,19	0,89	Can't reject normality
5	10	0,20	0,78	Can't reject normality
10	10	0,15	1,00	Can't reject normality
20	10	0,14	1,00	Can't reject normality
30	10	0,15	1,00	Can't reject normality
40	10	0,17	1,00	Can't reject normality
50	10	0,16	1,00	Can't reject normality
60	5	0,22	1,00	Can't reject normality
70	5	0,29	0,73	Can't reject normality
80	5	0,23	1,00	Can't reject normality
90	5	0,19	1,00	Can't reject normality
100	5	0,28	0,80	Can't reject normality
150	5	0,20	1,00	Can't reject normality
200	5	0,24	0,95	Can't reject normality
250	5	0,14	1,00	Can't reject normality
300	5	0,25	0,92	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
5	10	0,17	1,00	Can't reject normality
10	10	0,31	0,24	Can't reject normality
20	10	0,24	0,57	Can't reject normality
30	10	0,12	1,00	Can't reject normality
40	10	0,16	1,00	Can't reject normality
50	10	0,10	1,00	Can't reject normality
60	5	0,34	0,53	Can't reject normality
70	5	0,21	1,00	Can't reject normality
80	5	0,23	1,00	Can't reject normality
90	5	0,23	1,00	Can't reject normality
100	5	0,23	1,00	Can't reject normality
150	5	0,30	0,71	Can't reject normality
200	5	0,25	0,92	Can't reject normality
250	5	0,18	1,00	Can't reject normality

300	5	0,16	1,00	Can't reject normality

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,13	1,00	Can't reject normality
5	10	0,13	1,00	Can't reject normality
10	10	0,15	1,00	Can't reject normality
20	10	0,27	0,41	Can't reject normality
30	10	0,18	0,97	Can't reject normality
40	10	0,22	0,65	Can't reject normality
50	10	0,27	0,40	Can't reject normality
60	5	0,24	0,98	Can't reject normality
70	5	0,18	1,00	Can't reject normality
80	5	0,28	0,78	Can't reject normality
90	5	0,20	1,00	Can't reject normality
100	5	0,27	0,84	Can't reject normality
150	5	0,26	0,88	Can't reject normality
200	5	0,34	0,53	Can't reject normality
250	5	0,18	1,00	Can't reject normality
300	5	0,34	0,50	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,25	0,51	Can't reject normality
5	10	0,18	0,93	Can't reject normality
10	10	0,28	0,37	Can't reject normality
20	10	0,14	1,00	Can't reject normality
30	10	0,22	0,65	Can't reject normality
40	10	0,20	0,79	Can't reject normality
50	10	0,34	0,15	Can't reject normality
60	5	0,25	0,93	Can't reject normality
70	5	0,19	1,00	Can't reject normality
80	5	0,21	1,00	Can't reject normality
90	5	0,28	0,79	Can't reject normality
100	5	0,17	1,00	Can't reject normality
150	5	0,11	1,00	Can't reject normality
200	5	0,22	1,00	Can't reject normality
250	5	0,25	0,91	Can't reject normality
300	5	0,27	0,83	Can't reject normality

Résistance à la traction (TBS)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,11	1,00	Can't reject normality
5	10	0,21	0,75	Can't reject normality
10	10	0,23	0,59	Can't reject normality
20	10	0,13	1,00	Can't reject normality
30	10	0,22	0,65	Can't reject normality
40	10	0,18	0,93	Can't reject normality
50	10	0,17	1,00	Can't reject normality
60	5	0,24	0,99	Can't reject normality
70	5	0,31	0,63	Can't reject normality
80	5	0,33	0,56	Can't reject normality
90	5	0,20	1,00	Can't reject normality
100	5	0,24	0,96	Can't reject normality
150	5	0,23	1,00	Can't reject normality
200	5	0,22	1,00	Can't reject normality
250	5	0,28	0,79	Can't reject normality
300	5	0,23	1,00	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,22	0,63	Can't reject normality
5	10	0,27	0,40	Can't reject normality
10	10	0,30	0,27	Can't reject normality
20	10	0,18	0,92	Can't reject normality
30	10	0,12	1,00	Can't reject normality
40	10	0,15	1,00	Can't reject normality
50	10	0,16	1,00	Can't reject normality
60	5	0,18	1,00	Can't reject normality
70	5	0,32	0,58	Can't reject normality
80	5	0,24	0,98	Can't reject normality
90	5	0,22	1,00	Can't reject normality
100	5	0,17	1,00	Can't reject normality
150	5	0,22	1,00	Can't reject normality
200	5	0,20	1,00	Can't reject normality
250	5	0,36	0,45	Can't reject normality
300	5	0,23	1,00	Can't reject normality

Élongation à la rupture (PBE)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,12	1,00	Can't reject normality
5	10	0,18	0,97	Can't reject normality
10	10	0,26	0,45	Can't reject normality

20	10	0,15	1,00	Can't reject normality
30	10	0,17	1,00	Can't reject normality
40	10	0,14	1,00	Can't reject normality
50	10	0,19	0,83	Can't reject normality
60	5	0,22	1,00	Can't reject normality
70	5	0,20	1,00	Can't reject normality
80	5	0,28	0,77	Can't reject normality
90	5	0,20	1,00	Can't reject normality
100	5	0,18	1,00	Can't reject normality
150	5	0,23	1,00	Can't reject normality
200	5	0,19	1,00	Can't reject normality
250	5	0,32	0,60	Can't reject normality
300	5	0,22	1,00	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,19	0,84	Can't reject normality
5	10	0,27	0,38	Can't reject normality
10	10	0,33	0,19	Can't reject normality
20	10	0,19	0,87	Can't reject normality
30	10	0,12	1,00	Can't reject normality
40	10	0,14	1,00	Can't reject normality
50	10	0,17	1,00	Can't reject normality
60	5	0,17	1,00	Can't reject normality
70	5	0,27	0,82	Can't reject normality
80	5	0,24	0,98	Can't reject normality
90	5	0,22	1,00	Can't reject normality
100	5	0,17	1,00	Can't reject normality
150	5	0,21	1,00	Can't reject normality
200	5	0,18	1,00	Can't reject normality
250	5	0,35	0,48	Can't reject normality
300	5	0,23	1,00	Can't reject normality

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,24	0,53	Can't reject normality
5	10	0,20	0,81	Can't reject normality
10	10	0,20	0,80	Can't reject normality
20	10	0,13	1,00	Can't reject normality
30	10	0,17	1,00	Can't reject normality
40	10	0,17	0,98	Can't reject normality
50	10	0,22	0,67	Can't reject normality

60	10	0,19	0,86	Can't reject normality
70	5	0,28	0,76	Can't reject normality
80	5	0,21	1,00	Can't reject normality
90	5	0,25	0,94	Can't reject normality
100	5	0,19	1,00	Can't reject normality
150	6	0,28	0,64	Can't reject normality
200	6	0,28	0,68	Can't reject normality
250	5	0,22	1,00	Can't reject normality
300	5	0,22	1,00	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,16	1,00	Can't reject normality
5	10	0,15	1,00	Can't reject normality
10	10	0,26	0,44	Can't reject normality
20	10	0,15	1,00	Can't reject normality
30	10	0,15	1,00	Can't reject normality
40	10	0,18	0,96	Can't reject normality
50	10	0,22	0,67	Can't reject normality
60	5	0,19	1,00	Can't reject normality
70	5	0,35	0,49	Can't reject normality
80	5	0,17	1,00	Can't reject normality
90	6	0,27	0,72	Can't reject normality
100	5	0,27	0,84	Can't reject normality
150	6	0,21	1,00	Can't reject normality
200	5	0,21	1,00	Can't reject normality
250	6	0,18	1,00	Can't reject normality
300	5	0,24	0,98	Can't reject normality

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,18	0,93	Can't reject normality
5	10	0,19	0,86	Can't reject normality
10	10	0,18	0,92	Can't reject normality
20	10	0,14	1,00	Can't reject normality
30	10	0,16	1,00	Can't reject normality
40	10	0,17	1,00	Can't reject normality
50	10	0,24	0,56	Can't reject normality
60	10	0,16	1,00	Can't reject normality
70	5	0,32	0,59	Can't reject normality
80	5	0,21	1,00	Can't reject normality
90	5	0,23	1,00	Can't reject normality

100	5	0,21	1,00	Can't reject normality
150	6	0,24	0,87	Can't reject normality
200	6	0,28	0,67	Can't reject normality
250	5	0,21	1,00	Can't reject normality
300	5	0,22	1,00	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,16	1,00	Can't reject normality
5	10	0,15	1,00	Can't reject normality
10	10	0,27	0,39	Can't reject normality
20	10	0,17	1,00	Can't reject normality
30	10	0,11	1,00	Can't reject normality
40	10	0,18	0,91	Can't reject normality
50	10	0,19	0,85	Can't reject normality
60	5	0,30	0,67	Can't reject normality
70	5	0,28	0,78	Can't reject normality
80	5	0,19	1,00	Can't reject normality
90	6	0,25	0,79	Can't reject normality
100	5	0,24	0,96	Can't reject normality
150	6	0,19	1,00	Can't reject normality
200	5	0,20	1,00	Can't reject normality
250	6	0,16	1,00	Can't reject normality
300	5	0,22	1,00	Can't reject normality

Test d’égalité des variances de Levene

Limite élastique (TYS)

MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	2,30	0,15	1,00	0,46
Error	99	15,15	0,15		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	3,84	0,26	1,64	0,08
Error	99	15,45	0,16		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15,00	0,96	0,06	0,97	0,49
Error	99,00	6,52	0,07		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15,00	0,75	0,05	1,01	0,45
Error	99,00	4,86	0,05		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

Résistance à la traction (TBS)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15,00	199,35	13,29	2,13	0,01
Error	99,00	618,18	6,24		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15,00	145,00	9,67	1,61	0,08
Error	99,00	593,95	6,00		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

Élongation à la rupture (PBE)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	47109,46	3140,63	2,50	0,00
Error	99	124333,32	1255,89		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	29926,76	1995,12	1,47	0,13
Error	99	134652,78	1360,13		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	0,94	0,06	1,79	0,05
Error	106	3,73	0,04		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	0,52	0,03	2,96	0,00
Error	102	1,21	0,01		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	3,35	0,22	1,30	0,21
Error	106	18,15	0,17		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	3,47	0,23	2,03	0,02
Error	102	11,60	0,11		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

ANOVA avec test de Dunnett pour la significativité des différences par rapport aux propriétés initiales

Limite élastique (TYS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00 % LCL	95,00 % UCL
5 0	0	-0,17	0,40	60	0,41	1,00	0,05	0	-1,34	1,01
10 0	1	-0,19	0,40	60	0,48	1,00	0,05	0	-1,37	0,98
20 0	2	-0,34	0,40	60	0,84	0,99	0,05	0	-1,51	0,84
30 0	3	0,98	0,40	60	2,43	0,16	0,05	0	-0,20	2,15
40 0	4	0,69	0,40	60	1,71	0,55	0,05	0	-0,49	1,86
50 0	5	1,11	0,40	60	2,76	0,07	0,05	0	-0,06	2,29
60 0	6	0,17	0,40	60	0,42	1,00	0,05	0	-1,01	1,34
70 0	7	0,74	0,40	60	1,83	0,46	0,05	0	-0,44	1,91
80 0	8	-0,69	0,40	60	1,72	0,54	0,05	0	-1,87	0,48
90 0	9	-0,09	0,40	60	0,21	1,00	0,05	0	-1,26	1,09
100 0	10	0,46	0,40	60	1,14	0,92	0,05	0	-0,72	1,64
150 0	11	0,66	0,40	60	1,64	0,60	0,05	0	-0,51	1,84
200 0	12	0,74	0,40	60	1,85	0,45	0,05	0	-0,43	1,92
250 0	13	-0,08	0,40	60	0,19	1,00	0,05	0	-1,25	1,10
300 0	14	-0,58	0,40	60	1,43	0,76	0,05	0	-1,75	0,60

CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00 % LCL	95,00 % UCL
5 0	0	-0,16	0,42	60	0,39	1,00	0,05	0	-1,39	1,06
10 0	1	1,11	0,42	60	2,64	0,10	0,05	0	-0,12	2,33
20 0	2	0,21	0,42	60	0,50	1,00	0,05	0	-1,02	1,43
30 0	3	1,36	0,42	60	3,25	0,02	0,05	1	0,14	2,59
40 0	4	0,79	0,42	60	1,88	0,43	0,05	0	-0,43	2,01
50 0	5	2,16	0,42	60	5,15	0,00	0,05	1	0,94	3,38
60 0	6	1,82	0,42	60	4,34	0,00	0,05	1	0,59	3,04
70 0	7	1,81	0,42	60	4,31	0,00	0,05	1	0,58	3,03
80 0	8	0,57	0,42	60	1,36	0,81	0,05	0	-0,65	1,79
90 0	9	0,54	0,42	60	1,28	0,85	0,05	0	-0,69	1,76
100 0	10	0,36	0,42	60	0,85	0,99	0,05	0	-0,87	1,58
150 0	11	1,38	0,42	60	3,30	0,02	0,05	1	0,16	2,61
200 0	12	1,45	0,42	60	3,47	0,01	0,05	1	0,23	2,68
250 0	13	0,48	0,42	60	1,14	0,93	0,05	0	-0,75	1,70
300 0	14	0,21	0,42	60	0,51	1,00	0,05	0	-1,01	1,44

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00 % LCL	95,00 % UCL
5 0	0	-0,83	0,20	60	4,19	0,00	0,05	1	-1,41	-0,25
10 0	1	-0,90	0,20	60	4,55	0,00	0,05	1	-1,48	-0,32
20 0	2	-0,98	0,20	60	4,95	0,00	0,05	1	-1,56	-0,40
30 0	3	-1,04	0,20	60	5,26	0,00	0,05	1	-1,62	-0,46
40 0	4	-1,28	0,20	60	6,45	0,00	0,05	1	-1,86	-0,70
50 0	5	-0,98	0,20	60	4,95	0,00	0,05	1	-1,56	-0,40
60 0	6	-1,10	0,20	60	5,53	0,00	0,05	1	-1,68	-0,52
70 0	7	-1,21	0,20	60	6,08	0,00	0,05	1	-1,79	-0,63
80 0	8	-0,61	0,20	60	3,09	0,03	0,05	1	-1,19	-0,03
90 0	9	-0,75	0,20	60	3,79	0,00	0,05	1	-1,33	-0,17
100 0	10	-0,56	0,20	60	2,84	0,06	0,05	0	-1,14	0,02
150 0	11	-1,27	0,20	60	6,42	0,00	0,05	1	-1,85	-0,69
200 0	12	-0,64	0,20	60	3,24	0,02	0,05	1	-1,22	-0,06
250 0	13	-0,63	0,20	60	3,18	0,03	0,05	1	-1,21	-0,05
300 0	14	-0,61	0,20	60	3,06	0,04	0,05	1	-1,19	-0,03
CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00 % LCL	95,00 % UCL
5 0	0	-0,27	0,21	60	1,26	0,87	0,05	0	-0,89	0,35
10 0	1	-0,61	0,21	60	2,89	0,05	0,05	0	-1,23	0,01
20 0	2	-0,97	0,21	60	4,58	0,00	0,05	1	-1,59	-0,35
30 0	3	-0,79	0,21	60	3,75	0,00	0,05	1	-1,41	-0,18
40 0	4	-0,96	0,21	60	4,52	0,00	0,05	1	-1,58	-0,34
50 0	5	-0,80	0,21	60	3,78	0,00	0,05	1	-1,42	-0,18
60 0	6	-1,17	0,21	60	5,52	0,00	0,05	1	-1,79	-0,55
70 0	7	-0,90	0,21	60	4,26	0,00	0,05	1	-1,52	-0,28
80 0	8	-0,49	0,21	60	2,32	0,20	0,05	0	-1,11	0,13
90 0	9	-0,16	0,21	60	0,77	1,00	0,05	0	-0,78	0,45
100 0	10	-0,59	0,21	60	2,77	0,07	0,05	0	-1,21	0,03
150 0	11	-0,56	0,21	60	2,66	0,09	0,05	0	-1,18	0,05
200 0	12	-0,55	0,21	60	2,60	0,11	0,05	0	-1,17	0,07
250 0	13	-0,55	0,21	60	2,60	0,11	0,05	0	-1,17	0,07
300 0	14	-0,74	0,21	60	3,49	0,01	0,05	1	-1,36	-0,12

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Résistance à la traction (TBS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-3,41	2,58	60	1,33	0,83	0,05	0	-10,94	4,11
10 0	1	-1,88	2,58	60	0,73	1,00	0,05	0	-9,40	5,64
20 0	2	-1,21	2,58	60	0,47	1,00	0,05	0	-8,73	6,31
30 0	3	2,38	2,58	60	0,93	0,98	0,05	0	-5,14	9,91
40 0	4	1,54	2,58	60	0,60	1,00	0,05	0	-5,99	9,06
50 0	5	-0,99	2,58	60	0,38	1,00	0,05	0	-8,51	6,53
60 0	6	-0,77	2,58	60	0,30	1,00	0,05	0	-8,29	6,75
70 0	7	3,07	2,58	60	1,19	0,90	0,05	0	-4,45	10,59
80 0	8	0,41	2,58	60	0,16	1,00	0,05	0	-7,11	7,93
90 0	9	3,46	2,58	60	1,34	0,82	0,05	0	-4,07	10,98
100 0	10	1,19	2,58	60	0,46	1,00	0,05	0	-6,33	8,72
150 0	11	2,18	2,58	60	0,85	0,99	0,05	0	-5,34	9,70
200 0	12	-2,11	2,58	60	0,82	0,99	0,05	0	-9,63	5,41
250 0	13	-0,63	2,58	60	0,25	1,00	0,05	0	-8,16	6,89
300 0	14	1,91	2,58	60	0,74	1,00	0,05	0	-5,62	9,43
CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	3,83	2,17	60	1,77	0,51	0,05	0	-2,51	10,17
10 0	1	9,69	2,17	60	4,46	0,00	0,05	1	3,35	16,03
20 0	2	8,72	2,17	60	4,01	0,00	0,05	1	2,38	15,06
30 0	3	1,50	2,17	60	0,69	1,00	0,05	0	-4,84	7,84
40 0	4	5,20	2,17	60	2,39	0,17	0,05	0	-1,14	11,54
50 0	5	3,38	2,17	60	1,56	0,66	0,05	0	-2,96	9,72
60 0	6	7,57	2,17	60	3,49	0,01	0,05	1	1,23	13,91
70 0	7	5,01	2,17	60	2,31	0,20	0,05	0	-1,33	11,35
80 0	8	5,26	2,17	60	2,42	0,16	0,05	0	-1,08	11,60
90 0	9	3,62	2,17	60	1,67	0,58	0,05	0	-2,72	9,96
100 0	10	9,26	2,17	60	4,27	0,00	0,05	1	2,92	15,60
150 0	11	7,24	2,17	60	3,33	0,02	0,05	1	0,90	13,58
200 0	12	6,35	2,17	60	2,92	0,05	0,05	1	0,01	12,69
250 0	13	9,91	2,17	60	4,57	0,00	0,05	1	3,57	16,25
300 0	14	6,85	2,17	60	3,15	0,03	0,05	1	0,51	13,19

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la rupture (PBE)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-48,84	36,72	60	1,33	0,82	0,05	0	-156,04	58,36
10 0	1	-37,89	36,72	60	1,03	0,96	0,05	0	-145,09	69,32
20 0	2	-26,45	36,72	60	0,72	1,00	0,05	0	-133,66	80,75
30 0	3	18,70	36,72	60	0,51	1,00	0,05	0	-88,51	125,90
40 0	4	19,38	36,72	60	0,53	1,00	0,05	0	-87,83	126,58
50 0	5	-24,08	36,72	60	0,66	1,00	0,05	0	-131,29	83,12
60 0	6	-8,29	36,72	60	0,23	1,00	0,05	0	-115,50	98,91
70 0	7	52,03	36,72	60	1,42	0,77	0,05	0	-55,18	159,23
80 0	8	2,52	36,72	60	0,07	1,00	0,05	0	-104,68	109,72
90 0	9	41,28	36,72	60	1,12	0,93	0,05	0	-65,92	148,48
100 0	10	-1,52	36,72	60	0,04	1,00	0,05	0	-108,72	105,69
150 0	11	37,01	36,72	60	1,01	0,97	0,05	0	-70,19	144,22
200 0	12	-26,00	36,72	60	0,71	1,00	0,05	0	-133,20	81,21
250 0	13	-10,92	36,72	60	0,30	1,00	0,05	0	-118,12	96,28
300 0	14	38,66	36,72	60	1,05	0,96	0,05	0	-68,54	145,87
CD	**Index**	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t|value**	**Prob>|t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
5 0	0	44,99	33,02	60	1,36	0,80	0,05	0	-51,38	141,37
10 0	1	113,55	33,02	60	3,44	0,01	0,05	1	17,18	209,93
20 0	2	106,94	33,02	60	3,24	0,02	0,05	1	10,56	203,31
30 0	3	8,20	33,02	60	0,25	1,00	0,05	0	-88,17	104,58
40 0	4	59,24	33,02	60	1,79	0,49	0,05	0	-37,14	155,61
50 0	5	38,44	33,02	60	1,16	0,91	0,05	0	-57,94	134,82
60 0	6	95,50	33,02	60	2,89	0,05	0,05	0	-0,87	191,88
70 0	7	67,24	33,02	60	2,04	0,33	0,05	0	-29,14	163,62
80 0	8	70,82	33,02	60	2,14	0,27	0,05	0	-25,56	167,19
90 0	9	39,06	33,02	60	1,18	0,91	0,05	0	-57,32	135,43
100 0	10	125,82	33,02	60	3,81	0,00	0,05	1	29,44	222,20
150 0	11	95,58	33,02	60	2,90	0,05	0,05	0	-0,80	191,96
200 0	12	83,55	33,02	60	2,53	0,12	0,05	0	-12,83	179,92
250 0	13	127,40	33,02	60	3,86	0,00	0,05	1	31,02	223,78

300 0	14	111,57	33,02	60	3,38	0,01	0,05	1	15,20	207,95
Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.										
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.										
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.										

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-0,54	0,20	60	2,69	0,09	0,05	0	-1,13	0,05
10 0	1	-0,51	0,20	60	2,51	0,13	0,05	0	-1,09	0,08
20 0	2	-0,49	0,20	60	2,43	0,16	0,05	0	-1,08	0,10
30 0	3	-0,83	0,20	60	4,11	0,00	0,05	1	-1,42	-0,24
40 0	4	-0,81	0,20	60	4,02	0,00	0,05	1	-1,40	-0,22
50 0	5	-0,89	0,20	60	4,39	0,00	0,05	1	-1,47	-0,30
60 0	6	-0,64	0,20	60	3,16	0,03	0,05	1	-1,23	-0,05
70 0	7	-0,78	0,20	60	3,87	0,00	0,05	1	-1,37	-0,19
80 0	8	-0,35	0,20	60	1,73	0,53	0,05	0	-0,94	0,24
90 0	9	-0,56	0,20	60	2,76	0,07	0,05	0	-1,15	0,03
100 0	10	-0,67	0,20	60	3,33	0,02	0,05	1	-1,26	-0,08
150 0	11	-0,75	0,20	60	3,72	0,01	0,05	1	-1,34	-0,16
200 0	12	-0,70	0,20	60	3,47	0,01	0,05	1	-1,29	-0,11
250 0	13	-0,54	0,20	60	2,67	0,09	0,05	0	-1,13	0,05
300 0	14	-0,51	0,20	60	2,52	0,13	0,05	0	-1,10	0,08
CD	**Index**	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t|value**	**Prob>|t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
5 0	0	-0,68	0,10	60	6,78	0,00	0,05	1	-0,98	-0,39
10 0	1	-0,99	0,10	60	9,79	0,00	0,05	1	-1,28	-0,69
20 0	2	-0,82	0,10	60	8,12	0,00	0,05	1	-1,12	-0,53
30 0	3	-1,08	0,10	60	10,71	0,00	0,05	1	-1,38	-0,79
40 0	4	-1,04	0,10	60	10,26	0,00	0,05	1	-1,33	-0,74
50 0	5	-1,27	0,10	60	12,57	0,00	0,05	1	-1,56	-0,97
60 0	6	-1,27	0,10	60	12,53	0,00	0,05	1	-1,56	-0,97
70 0	7	-1,24	0,10	60	12,26	0,00	0,05	1	-1,53	-0,94
80 0	8	-0,87	0,10	60	8,60	0,00	0,05	1	-1,16	-0,57
90 0	9	-0,87	0,10	60	8,58	0,00	0,05	1	-1,16	-0,57
100 0	10	-0,86	0,10	60	8,54	0,00	0,05	1	-1,16	-0,57
150 0	11	-1,09	0,10	60	10,80	0,00	0,05	1	-1,39	-0,80
200 0	12	-1,10	0,10	60	10,93	0,00	0,05	1	-1,40	-0,81

250 0	13	-0,87	0,10	60	8,61	0,00	0,05	1	-1,16	-0,57
300 0	14	-0,93	0,10	60	9,16	0,00	0,05	1	-1,22	-0,63
Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.										
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.										
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.										

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00 % LCL	95,00 % UCL
5 0	0	1,04	0,45	60	2,30	0,20	0,05	0	-0,28	2,36
10 0	1	0,97	0,45	60	2,15	0,27	0,05	0	-0,35	2,29
20 0	2	0,89	0,45	60	1,97	0,37	0,05	0	-0,43	2,21
30 0	3	1,95	0,45	60	4,31	0,00	0,05	1	0,63	3,26
40 0	4	1,83	0,45	60	4,05	0,00	0,05	1	0,51	3,15
50 0	5	2,12	0,45	60	4,69	0,00	0,05	1	0,80	3,44
60 0	6	1,30	0,45	60	2,88	0,05	0,05	0	-0,02	2,62
70 0	7	1,76	0,45	60	3,90	0,00	0,05	1	0,44	3,08
80 0	8	0,53	0,45	60	1,17	0,91	0,05	0	-0,79	1,85
90 0	9	1,04	0,45	60	2,31	0,20	0,05	0	-0,28	2,36
100 0	10	1,39	0,45	60	3,08	0,03	0,05	1	0,07	2,71
150 0	11	1,62	0,45	60	3,60	0,01	0,05	1	0,31	2,94
200 0	12	1,52	0,45	60	3,37	0,01	0,05	1	0,20	2,84
250 0	13	1,05	0,45	60	2,32	0,20	0,05	0	-0,27	2,36
300 0	14	0,91	0,45	60	2,01	0,35	0,05	0	-0,41	2,23
CD	**Index**	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t|value**	**Prob>|t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00 % LCL**	**95,00 % UCL**
5 0	0	1,73	0,32	60	5,36	0,00	0,05	1	0,79	2,67
10 0	1	2,69	0,32	60	8,37	0,00	0,05	1	1,75	3,63
20 0	2	2,19	0,32	60	6,80	0,00	0,05	1	1,25	3,13
30 0	3	3,01	0,32	60	9,36	0,00	0,05	1	2,07	3,95
40 0	4	2,80	0,32	60	8,69	0,00	0,05	1	1,86	3,73
50 0	5	3,67	0,32	60	11,39	0,00	0,05	1	2,73	4,60
60 0	6	3,58	0,32	60	11,14	0,00	0,05	1	2,64	4,52
70 0	7	3,51	0,32	60	10,90	0,00	0,05	1	2,57	4,45
80 0	8	2,25	0,32	60	7,00	0,00	0,05	1	1,31	3,19
90 0	9	2,21	0,32	60	6,88	0,00	0,05	1	1,27	3,15
100 0	10	2,23	0,32	60	6,92	0,00	0,05	1	1,29	3,17
150 0	11	2,96	0,32	60	9,20	0,00	0,05	1	2,02	3,90

200 0	12	3,06	0,32	60	9,52	0,00	0,05	1	2,12	4,00
250 0	13	2,24	0,32	60	6,95	0,00	0,05	1	1,30	3,18
300 0	14	2,39	0,32	60	7,41	0,00	0,05	1	1,45	3,32
Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.										
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.										
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.										

2) Pour les propriétés mécaniques des GM en PEBDL

Limite élastique (TYS)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,23	0,62	Can't reject normality
5	9	0,16	1,00	Can't reject normality
10	5	0,20	1,00	Can't reject normality
20	5	0,27	0,82	Can't reject normality
30	5	0,31	0,65	Can't reject normality
40	5	0,32	0,62	Can't reject normality
50	5	0,29	0,72	Can't reject normality
60	5	0,21	1,00	Can't reject normality
70	5	0,21	1,00	Can't reject normality
80	5	0,24	0,95	Can't reject normality
90	5	0,33	0,56	Can't reject normality
100	5	0,23	1,00	Can't reject normality
150	5	0,18	1,00	Can't reject normality
200	5	0,17	1,00	Can't reject normality
250	5	0,25	0,92	Can't reject normality
300	9	0,19	0,90	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
5	6	0,17	1,00	Can't reject normality
10	5	0,22	1,00	Can't reject normality
20	5	0,22	1,00	Can't reject normality
30	5	0,25	0,93	Can't reject normality
40	5	0,28	0,76	Can't reject normality
50	5	0,24	0,95	Can't reject normality
60	5	0,25	0,94	Can't reject normality
70	5	0,17	1,00	Can't reject normality
80	5	0,25	0,91	Can't reject normality
90	5	0,26	0,89	Can't reject normality
100	5	0,23	1,00	Can't reject normality
150	5	0,26	0,89	Can't reject normality
200	5	0,28	0,78	Can't reject normality
250	5	0,25	0,95	Can't reject normality
300	9	0,24	0,61	Can't reject normality

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,25	0,47	Can't reject normality
5	9	0,24	0,63	Can't reject normality
10	5	0,34	0,53	Can't reject normality
20	5	0,28	0,80	Can't reject normality
30	5	0,24	0,95	Can't reject normality
40	5	0,22	1,00	Can't reject normality
50	5	0,36	0,45	Can't reject normality
60	5	0,18	1,00	Can't reject normality
70	5	0,27	0,85	Can't reject normality
80	5	0,28	0,80	Can't reject normality
90	5	0,20	1,00	Can't reject normality
100	5	0,16	1,00	Can't reject normality
150	5	0,22	1,00	Can't reject normality
200	5	0,23	1,00	Can't reject normality
250	5	0,34	0,50	Can't reject normality
300	9	0,22	0,70	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,17	0,99	Can't reject normality
5	6	0,32	0,48	Can't reject normality
10	5	0,25	0,92	Can't reject normality
20	5	0,21	1,00	Can't reject normality
30	5	0,20	1,00	Can't reject normality
40	5	0,37	0,40	Can't reject normality
50	5	0,17	1,00	Can't reject normality
60	5	0,28	0,79	Can't reject normality
70	5	0,37	0,41	Can't reject normality
80	5	0,21	1,00	Can't reject normality
90	5	0,16	1,00	Can't reject normality
100	5	0,18	1,00	Can't reject normality
150	5	0,29	0,75	Can't reject normality
200	5	0,46	0,18	Can't reject normality
250	5	0,31	0,65	Can't reject normality
300	9	0,18	0,98	Can't reject normality

Résistance à la traction (TBS)

MD	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
0	10	0,17	1,00	Can't reject normality

5	9	0,12	1,00	Can't reject normality
10	5	0,28	0,78	Can't reject normality
20	5	0,32	0,61	Can't reject normality
30	5	0,23	1,00	Can't reject normality
40	5	0,44	0,22	Can't reject normality
50	5	0,27	0,82	Can't reject normality
60	5	0,26	0,87	Can't reject normality
70	5	0,21	1,00	Can't reject normality
80	5	0,23	1,00	Can't reject normality
90	5	0,25	0,91	Can't reject normality
100	5	0,32	0,59	Can't reject normality
150	5	0,18	1,00	Can't reject normality
200	5	0,37	0,39	Can't reject normality
250	5	0,14	1,00	Can't reject normality
300	9	0,32	0,26	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,22	0,67	Can't reject normality
5	6	0,25	0,83	Can't reject normality
10	5	0,23	1,00	Can't reject normality
20	5	0,22	1,00	Can't reject normality
30	5	0,26	0,87	Can't reject normality
40	5	0,20	1,00	Can't reject normality
50	5	0,18	1,00	Can't reject normality
60	5	0,32	0,58	Can't reject normality
70	5	0,23	1,00	Can't reject normality
80	5	0,28	0,77	Can't reject normality
90	5	0,33	0,55	Can't reject normality
100	5	0,17	1,00	Can't reject normality
150	5	0,25	0,93	Can't reject normality
200	5	0,24	1,00	Can't reject normality
250	5	0,39	0,32	Can't reject normality
300	9	0,14	1,00	Can't reject normality

Élongation à la rupture (PBE)

MD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
5	9	0,14	1,00	Can't reject normality
10	5	0,26	0,86	Can't reject normality

20	5	0,30	0,71	Can't reject normality
30	5	0,23	1,00	Can't reject normality
40	5	0,37	0,42	Can't reject normality
50	5	0,19	1,00	Can't reject normality
60	5	0,29	0,73	Can't reject normality
70	5	0,19	1,00	Can't reject normality
80	5	0,29	0,72	Can't reject normality
90	5	0,21	1,00	Can't reject normality
100	5	0,24	0,96	Can't reject normality
150	5	0,19	1,00	Can't reject normality
200	5	0,19	1,00	Can't reject normality
250	5	0,25	0,91	Can't reject normality
300	9	0,29	0,37	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,24	0,53	Can't reject normality
5	6	0,19	1,00	Can't reject normality
10	5	0,22	1,00	Can't reject normality
20	5	0,23	1,00	Can't reject normality
30	5	0,28	0,77	Can't reject normality
40	5	0,21	1,00	Can't reject normality
50	5	0,20	1,00	Can't reject normality
60	5	0,34	0,50	Can't reject normality
70	5	0,23	1,00	Can't reject normality
80	5	0,22	1,00	Can't reject normality
90	5	0,26	0,89	Can't reject normality
100	5	0,13	1,00	Can't reject normality
150	5	0,27	0,83	Can't reject normality
200	5	0,23	1,00	Can't reject normality
250	5	0,30	0,68	Can't reject normality
300	9	0,15	1,00	Can't reject normality

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,20	0,76	Can't reject normality
5	10	0,22	0,68	Can't reject normality
10	5	0,29	0,74	Can't reject normality
20	5	0,32	0,62	Can't reject normality
30	5	0,25	0,91	Can't reject normality

40	5	0,21	1,00	Can't reject normality
50	5	0,34	0,50	Can't reject normality
60	5	0,37	0,41	Can't reject normality
70	5	0,25	0,90	Can't reject normality
80	5	0,31	0,64	Can't reject normality
90	5	0,24	0,95	Can't reject normality
100	5	0,24	0,99	Can't reject normality
150	7	0,26	0,67	Can't reject normality
200	5	0,20	1,00	Can't reject normality
250	7	0,29	0,52	Can't reject normality
300	9	0,21	0,80	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,21	0,70	Can't reject normality
5	9	0,13	1,00	Can't reject normality
10	5	0,22	1,00	Can't reject normality
20	5	0,20	1,00	Can't reject normality
30	5	0,24	0,98	Can't reject normality
40	5	0,22	1,00	Can't reject normality
50	5	0,33	0,56	Can't reject normality
60	5	0,27	0,85	Can't reject normality
70	5	0,27	0,85	Can't reject normality
80	5	0,20	1,00	Can't reject normality
90	6	0,19	1,00	Can't reject normality
100	5	0,33	0,55	Can't reject normality
150	7	0,24	0,76	Can't reject normality
200	5	0,24	0,95	Can't reject normality
250	7	0,15	1,00	Can't reject normality
300	9	0,24	0,63	Can't reject normality

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,16	1,00	Can't reject normality
5	10	0,15	1,00	Can't reject normality
10	5	0,24	0,95	Can't reject normality
20	5	0,26	0,88	Can't reject normality
30	5	0,29	0,73	Can't reject normality
40	5	0,26	0,89	Can't reject normality
50	5	0,38	0,37	Can't reject normality

60	5	0,29	0,72	Can't reject normality
70	5	0,20	1,00	Can't reject normality
80	5	0,32	0,59	Can't reject normality
90	5	0,23	1,00	Can't reject normality
100	5	0,24	0,95	Can't reject normality
150	7	0,26	0,67	Can't reject normality
200	5	0,25	0,92	Can't reject normality
250	7	0,19	1,00	Can't reject normality
300	9	0,26	0,49	Can't reject normality
CD	**DF**	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
0	10	0,23	0,59	Can't reject normality
5	9	0,15	1,00	Can't reject normality
10	5	0,25	0,92	Can't reject normality
20	5	0,23	1,00	Can't reject normality
30	5	0,20	1,00	Can't reject normality
40	5	0,30	0,67	Can't reject normality
50	5	0,28	0,80	Can't reject normality
60	5	0,20	1,00	Can't reject normality
70	5	0,27	0,82	Can't reject normality
80	5	0,25	0,94	Can't reject normality
90	6	0,26	0,77	Can't reject normality
100	5	0,29	0,73	Can't reject normality
150	7	0,16	1,00	Can't reject normality
200	5	0,30	0,71	Can't reject normality
250	7	0,16	1,00	Can't reject normality
300	9	0,17	1,00	Can't reject normality

Test d'égalité des variances de Levene

Limite élastique (TYS)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	4,43	0,30	2,11	0,02
Error	77	10,79	0,14		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	2,31	0,15	1,42	0,16
Error	74	8,05	0,11		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15,00	2,24	0,15	3,23	0,00
Error	77,00	3,56	0,05		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15,00	1,37	0,09	1,83	0,05
Error	74,00	3,68	0,05		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Résistance à la traction (TBS)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15,00	186,84	12,46	1,95	0,03
Error	77,00	492,96	6,40		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15,00	143,32	9,55	1,89	0,04
Error	74,00	374,72	5,06		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Élongation à la rupture (PBE)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	50197,09	3346,47	2,22	0,01
Error	77	116019,79	1506,75		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	35965,78	2397,72	2,04	0,02
Error	74	86775,58	1172,64		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	0,27	0,02	2,11	0,02
Error	82	0,70	0,01		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	15	0,29	0,02	2,05	0,02
Error	82	0,77	0,01		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	1,66	0,11	1,44	0,15
Error	82	6,27	0,08		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
CD	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	15	1,53	0,10	1,54	0,11
Error	82	5,41	0,07		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					

ANOVA avec test de Dunnett pour la significativité des différences par rapport aux propriétés initiales

Limite élastique (TYS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL

5 0	0	-0,55	0,46	60	1,20	0,90	0,05	0	-1,90	0,79
10 0	1	-0,31	0,46	60	0,68	1,00	0,05	0	-1,66	1,03
20 0	2	0,93	0,46	60	2,03	0,34	0,05	0	-0,41	2,28
30 0	3	1,44	0,46	60	3,12	0,03	0,05	1	0,09	2,78
40 0	4	0,79	0,46	60	1,72	0,54	0,05	0	-0,55	2,13
50 0	5	1,09	0,46	60	2,37	0,18	0,05	0	-0,25	2,44
60 0	6	1,31	0,46	60	2,84	0,06	0,05	0	-0,04	2,65
70 0	7	1,14	0,46	60	2,48	0,14	0,05	0	-0,20	2,48
80 0	8	0,87	0,46	60	1,90	0,42	0,05	0	-0,47	2,22
90 0	9	1,77	0,46	60	3,85	0,00	0,05	1	0,43	3,12
100 0	10	1,23	0,46	60	2,68	0,09	0,05	0	-0,11	2,58
150 0	11	1,32	0,46	60	2,86	0,06	0,05	0	-0,03	2,66
200 0	12	1,62	0,46	60	3,53	0,01	0,05	1	0,28	2,97
250 0	13	1,32	0,46	60	2,87	0,06	0,05	0	-0,02	2,66
300 0	14	0,24	0,46	60	0,53	1,00	0,05	0	-1,10	1,59

CD	**Index**	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t|value**	**Prob>|t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
5 0	0	-0,39	0,35	60	1,12	0,93	0,05	0	-1,41	0,63
10 0	1	1,42	0,35	60	4,05	0,00	0,05	1	0,40	2,44
20 0	2	2,04	0,35	60	5,84	0,00	0,05	1	1,02	3,06
30 0	3	2,23	0,35	60	6,39	0,00	0,05	1	1,21	3,25
40 0	4	1,71	0,35	60	4,88	0,00	0,05	1	0,69	2,73
50 0	5	1,93	0,35	60	5,53	0,00	0,05	1	0,91	2,95
60 0	6	1,26	0,35	60	3,61	0,01	0,05	1	0,24	2,28
70 0	7	1,42	0,35	60	4,07	0,00	0,05	1	0,40	2,44
80 0	8	1,04	0,35	60	2,99	0,04	0,05	1	0,02	2,06
90 0	9	1,38	0,35	60	3,94	0,00	0,05	1	0,36	2,40
100 0	10	2,52	0,35	60	7,20	0,00	0,05	1	1,50	3,54
150 0	11	-0,01	0,35	60	0,04	1,00	0,05	0	-1,03	1,01
200 0	12	2,98	0,35	60	8,51	0,00	0,05	1	1,96	4,00
250 0	13	1,65	0,35	60	4,71	0,00	0,05	1	0,63	2,67
300 0	14	1,19	0,35	60	3,40	0,01	0,05	1	0,17	2,21

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la limite élastique (PYE)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-1,21	0,31	60	3,97	0,00	0,05	1	-2,10	-0,32
10 0	1	0,14	0,31	60	0,46	1,00	0,05	0	-0,75	1,03
20 0	2	-1,16	0,31	60	3,81	0,00	0,05	1	-2,06	-0,27
30 0	3	-1,65	0,31	60	5,41	0,00	0,05	1	-2,55	-0,76
40 0	4	-1,15	0,31	60	3,75	0,00	0,05	1	-2,04	-0,25
50 0	5	-1,56	0,31	60	5,10	0,00	0,05	1	-2,45	-0,67
60 0	6	-1,01	0,31	60	3,29	0,02	0,05	1	-1,90	-0,11
70 0	7	-1,88	0,31	60	6,17	0,00	0,05	1	-2,78	-0,99
80 0	8	-1,40	0,31	60	4,58	0,00	0,05	1	-2,29	-0,51
90 0	9	-1,25	0,31	60	4,09	0,00	0,05	1	-2,14	-0,36
100 0	10	-0,87	0,31	60	2,84	0,06	0,05	0	-1,76	0,03
150 0	11	-1,30	0,31	60	4,24	0,00	0,05	1	-2,19	-0,41
200 0	12	0,13	0,31	60	0,44	1,00	0,05	0	-0,76	1,03
250 0	13	-1,27	0,31	60	4,15	0,00	0,05	1	-2,16	-0,37
300 0	14	-0,61	0,31	60	1,98	0,36	0,05	0	-1,50	0,29
CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-0,81	0,27	60	2,96	0,05	0,05	1	-1,61	-0,01
10 0	1	0,63	0,27	60	2,30	0,20	0,05	0	-0,17	1,43
20 0	2	-0,53	0,27	60	1,94	0,39	0,05	0	-1,33	0,27
30 0	3	-1,36	0,27	60	4,97	0,00	0,05	1	-2,16	-0,56
40 0	4	0,10	0,27	60	0,35	1,00	0,05	0	-0,70	0,90
50 0	5	-0,61	0,27	60	2,23	0,23	0,05	0	-1,41	0,19
60 0	6	-0,70	0,27	60	2,54	0,12	0,05	0	-1,50	0,10
70 0	7	-0,94	0,27	60	3,42	0,01	0,05	1	-1,74	-0,14
80 0	8	-0,78	0,27	60	2,85	0,06	0,05	0	-1,58	0,02
90 0	9	-1,04	0,27	60	3,80	0,00	0,05	1	-1,84	-0,24
100 0	10	-0,95	0,27	60	3,45	0,01	0,05	1	-1,75	-0,14
150 0	11	-0,01	0,27	60	0,04	1,00	0,05	0	-0,81	0,79
200 0	12	0,59	0,27	60	2,14	0,27	0,05	0	-0,21	1,39
250 0	13	0,24	0,27	60	0,88	0,99	0,05	0	-0,56	1,04
300 0	14	-0,16	0,27	60	0,60	1,00	0,05	0	-0,96	0,64
Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.										
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.										
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.										

Résistance à la traction (TBS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	5,70	2,95	60	1,94	0,39	0,05	0	-2,89	14,30
10 0	1	5,75	2,95	60	1,95	0,38	0,05	0	-2,85	14,34
20 0	2	4,64	2,95	60	1,58	0,65	0,05	0	-3,96	13,24
30 0	3	-3,32	2,95	60	1,13	0,93	0,05	0	-11,91	5,28
40 0	4	4,75	2,95	60	1,61	0,62	0,05	0	-3,85	13,34
50 0	5	7,27	2,95	60	2,47	0,14	0,05	0	-1,32	15,87
60 0	6	7,75	2,95	60	2,63	0,10	0,05	0	-0,85	16,34
70 0	7	4,07	2,95	60	1,38	0,79	0,05	0	-4,52	12,67
80 0	8	3,39	2,95	60	1,15	0,92	0,05	0	-5,21	11,99
90 0	9	2,61	2,95	60	0,88	0,99	0,05	0	-5,99	11,20
100 0	10	5,08	2,95	60	1,73	0,54	0,05	0	-3,51	13,68
150 0	11	9,91	2,95	60	3,36	0,02	0,05	1	1,31	18,50
200 0	12	8,41	2,95	60	2,85	0,06	0,05	0	-0,19	17,00
250 0	13	10,60	2,95	60	3,60	0,01	0,05	1	2,00	19,19
300 0	14	2,26	2,95	60	0,77	1,00	0,05	0	-6,34	10,85

CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	4,00	2,39	60	1,68	0,57	0,05	0	-2,97	10,96
10 0	1	1,85	2,39	60	0,78	1,00	0,05	0	-5,11	8,82
20 0	2	0,32	2,39	60	0,13	1,00	0,05	0	-6,65	7,28
30 0	3	2,43	2,39	60	1,02	0,97	0,05	0	-4,53	9,39
40 0	4	4,25	2,39	60	1,78	0,49	0,05	0	-2,71	11,22
50 0	5	2,08	2,39	60	0,87	0,99	0,05	0	-4,88	9,05
60 0	6	4,19	2,39	60	1,76	0,51	0,05	0	-2,77	11,16
70 0	7	5,32	2,39	60	2,23	0,23	0,05	0	-1,64	12,29
80 0	8	3,31	2,39	60	1,39	0,79	0,05	0	-3,65	10,27
90 0	9	2,42	2,39	60	1,01	0,97	0,05	0	-4,54	9,38
100 0	10	2,62	2,39	60	1,10	0,94	0,05	0	-4,35	9,58
150 0	11	2,29	2,39	60	0,96	0,98	0,05	0	-4,67	9,25
200 0	12	4,13	2,39	60	1,73	0,53	0,05	0	-2,84	11,09
250 0	13	8,04	2,39	60	3,37	0,01	0,05	1	1,08	15,01
300 0	14	3,79	2,39	60	1,59	0,64	0,05	0	-3,17	10,76

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la rupture (PBE)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	81,40	44,49	60	1,83	0,46	0,05	0	-48,47	211,27
10 0	1	98,83	44,49	60	2,22	0,24	0,05	0	-31,04	228,70
20 0	2	50,64	44,49	60	1,14	0,93	0,05	0	-79,23	180,51
30 0	3	-75,86	44,49	60	1,71	0,55	0,05	0	-205,73	54,01
40 0	4	66,18	44,49	60	1,49	0,72	0,05	0	-63,69	196,05
50 0	5	106,84	44,49	60	2,40	0,16	0,05	0	-23,03	236,71
60 0	6	105,04	44,49	60	2,36	0,18	0,05	0	-24,83	234,91
70 0	7	47,29	44,49	60	1,06	0,95	0,05	0	-82,58	177,16
80 0	8	46,25	44,49	60	1,04	0,96	0,05	0	-83,62	176,12
90 0	9	17,52	44,49	60	0,39	1,00	0,05	0	-112,35	147,39
100 0	10	70,77	44,49	60	1,59	0,64	0,05	0	-59,10	200,64
150 0	11	122,98	44,49	60	2,76	0,07	0,05	0	-6,89	252,85
200 0	12	98,09	44,49	60	2,20	0,24	0,05	0	-31,78	227,96
250 0	13	120,80	44,49	60	2,72	0,08	0,05	0	-9,07	250,67
300 0	14	33,14	44,49	60	0,74	1,00	0,05	0	-96,73	163,01

CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	61,20	35,94	60	1,70	0,55	0,05	0	-43,70	166,10
10 0	1	35,88	35,94	60	1,00	0,97	0,05	0	-69,02	140,79
20 0	2	-41,32	35,94	60	1,15	0,92	0,05	0	-146,22	63,59
30 0	3	5,44	35,94	60	0,15	1,00	0,05	0	-99,46	110,35
40 0	4	50,20	35,94	60	1,40	0,78	0,05	0	-54,71	155,10
50 0	5	12,87	35,94	60	0,36	1,00	0,05	0	-92,04	117,77
60 0	6	58,61	35,94	60	1,63	0,61	0,05	0	-46,29	163,52
70 0	7	55,41	35,94	60	1,54	0,67	0,05	0	-49,49	160,32
80 0	8	30,38	35,94	60	0,85	0,99	0,05	0	-74,52	135,29
90 0	9	16,46	35,94	60	0,46	1,00	0,05	0	-88,45	121,36
100 0	10	40,78	35,94	60	1,13	0,93	0,05	0	-64,12	145,68
150 0	11	28,23	35,94	60	0,79	1,00	0,05	0	-76,68	133,13
200 0	12	13,56	35,94	60	0,38	1,00	0,05	0	-91,35	118,46
250 0	13	84,63	35,94	60	2,36	0,18	0,05	0	-20,27	189,54
300 0	14	44,90	35,94	60	1,25	0,87	0,05	0	-60,00	149,80

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Déformation maximale admissible (MAS)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-0,18	0,11	60	1,67	0,58	0,05	0	-0,48	0,13
10 0	1	0,04	0,11	60	0,39	1,00	0,05	0	-0,27	0,35
20 0	2	-0,44	0,11	60	4,19	0,00	0,05	1	-0,75	-0,13
30 0	3	-0,62	0,11	60	5,86	0,00	0,05	1	-0,93	-0,31
40 0	4	-0,46	0,11	60	4,32	0,00	0,05	1	-0,76	-0,15
50 0	5	-0,49	0,11	60	4,64	0,00	0,05	1	-0,80	-0,18
60 0	6	-0,57	0,11	60	5,42	0,00	0,05	1	-0,88	-0,26
70 0	7	-0,65	0,11	60	6,19	0,00	0,05	1	-0,96	-0,35
80 0	8	-0,48	0,11	60	4,58	0,00	0,05	1	-0,79	-0,17
90 0	9	-1,15	0,11	60	10,92	0,00	0,05	1	-1,46	-0,84
100 0	10	-0,49	0,11	60	4,63	0,00	0,05	1	-0,80	-0,18
150 0	11	-0,77	0,11	60	7,28	0,00	0,05	1	-1,08	-0,46
200 0	12	-0,40	0,11	60	3,78	0,00	0,05	1	-0,71	-0,09
250 0	13	-0,55	0,11	60	5,17	0,00	0,05	1	-0,85	-0,24
300 0	14	-0,34	0,11	60	3,18	0,03	0,05	1	-0,64	-0,03

CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	-0,37	0,11	60	3,52	0,01	0,05	1	-0,68	-0,06
10 0	1	-0,55	0,11	60	5,18	0,00	0,05	1	-0,85	-0,24
20 0	2	-0,83	0,11	60	7,88	0,00	0,05	1	-1,14	-0,52
30 0	3	-0,96	0,11	60	9,16	0,00	0,05	1	-1,27	-0,66
40 0	4	-0,69	0,11	60	6,59	0,00	0,05	1	-1,00	-0,39
50 0	5	-0,79	0,11	60	7,55	0,00	0,05	1	-1,10	-0,49
60 0	6	-0,68	0,11	60	6,49	0,00	0,05	1	-0,99	-0,38
70 0	7	-0,78	0,11	60	7,46	0,00	0,05	1	-1,09	-0,48
80 0	8	-0,67	0,11	60	6,42	0,00	0,05	1	-0,98	-0,37
90 0	9	-0,66	0,11	60	6,23	0,00	0,05	1	-0,96	-0,35
100 0	10	-0,91	0,11	60	8,65	0,00	0,05	1	-1,22	-0,60
150 0	11	-0,42	0,11	60	3,95	0,00	0,05	1	-0,72	-0,11
200 0	12	-0,87	0,11	60	8,31	0,00	0,05	1	-1,18	-0,57
250 0	13	-0,68	0,11	60	6,43	0,00	0,05	1	-0,98	-0,37
300 0	14	-0,67	0,11	60	6,35	0,00	0,05	1	-0,97	-0,36

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Contrainte maximale admissible (MAStrength)

MD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	0,53	0,31	60	1,68	0,57	0,05	0	-0,39	1,44
10 0	1	0,14	0,31	60	0,46	1,00	0,05	0	-0,77	1,06
20 0	2	1,28	0,31	60	4,07	0,00	0,05	1	0,36	2,19
30 0	3	1,80	0,31	60	5,74	0,00	0,05	1	0,88	2,72
40 0	4	1,28	0,31	60	4,07	0,00	0,05	1	0,36	2,19
50 0	5	1,31	0,31	60	4,19	0,00	0,05	1	0,40	2,23
60 0	6	1,57	0,31	60	5,01	0,00	0,05	1	0,66	2,49
70 0	7	1,71	0,31	60	5,45	0,00	0,05	1	0,79	2,62
80 0	8	1,31	0,31	60	4,17	0,00	0,05	1	0,39	2,22
90 0	9	3,71	0,31	60	11,83	0,00	0,05	1	2,80	4,63
100 0	10	1,42	0,31	60	4,54	0,00	0,05	1	0,51	2,34
150 0	11	2,27	0,31	60	7,24	0,00	0,05	1	1,36	3,19
200 0	12	1,07	0,31	60	3,41	0,01	0,05	1	0,15	1,98
250 0	13	1,52	0,31	60	4,84	0,00	0,05	1	0,60	2,43
300 0	14	0,95	0,31	60	3,03	0,04	0,05	1	0,03	1,87
CD	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
5 0	0	0,82	0,29	60	2,78	0,07	0,05	0	-0,04	1,67
10 0	1	1,41	0,29	60	4,82	0,00	0,05	1	0,56	2,27
20 0	2	2,14	0,29	60	7,28	0,00	0,05	1	1,28	2,99
30 0	3	2,67	0,29	60	9,11	0,00	0,05	1	1,82	3,53
40 0	4	1,81	0,29	60	6,18	0,00	0,05	1	0,96	2,67
50 0	5	2,15	0,29	60	7,32	0,00	0,05	1	1,29	3,00
60 0	6	1,66	0,29	60	5,65	0,00	0,05	1	0,80	2,51
70 0	7	1,97	0,29	60	6,71	0,00	0,05	1	1,11	2,83
80 0	8	1,59	0,29	60	5,43	0,00	0,05	1	0,74	2,45
90 0	9	1,82	0,29	60	6,21	0,00	0,05	1	0,96	2,68
100 0	10	2,47	0,29	60	8,43	0,00	0,05	1	1,62	3,33
150 0	11	0,85	0,29	60	2,90	0,05	0,05	0	0,00	1,71
200 0	12	2,33	0,29	60	7,95	0,00	0,05	1	1,48	3,19
250 0	13	1,66	0,29	60	5,66	0,00	0,05	1	0,80	2,52
300 0	14	1,63	0,29	60	5,55	0,00	0,05	1	0,77	2,49
Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0,05 level.										
Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0,05 level.										
Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.										

3) Pour les épaisseurs des GM

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
HDPE-0	10	0,22	0,69	Can't reject normality
HDPE-100	10	0,19	0,85	Can't reject normality
HDPE-200	10	0,15	1,00	Can't reject normality
HDPE-300	10	0,25	0,50	Can't reject normality
LLDPE-0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
LLDPE-100	10	0,12	1,00	Can't reject normality
LLDPE-200	10	0,18	0,95	Can't reject normality
LLDPE-300	10	0,19	0,89	Can't reject normality

Test de Student pour la comparaison des épaisseurs finales par rapport aux épaisseurs initiales

HDPE-0 vs HDPE-300	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	0,38	18,00	0,71
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,38	17,83	0,71
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0.05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0.05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

LLDPE-0 vs LLDPE-300	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	-8,79	18,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-8,79	13,35	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0.05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0.05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

ANNEXE F TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 5

a) Pour les épaisseurs

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

Data	DF	Statistic	p-value	Decision at level (5%)
65C-0	10	0,22	0,69	Can't reject normality
65C-2	10	0,19	0,87	Can't reject normality
65C-4	10	0,23	0,58	Can't reject normality
65C-6	10	0,23	0,57	Can't reject normality
65C-8	10	0,14	1,00	Can't reject normality
65C-10	10	0,25	0,51	Can't reject normality
65C-11	10	0,13	1,00	Can't reject normality
65C-12	10	0,14	1,00	Can't reject normality
75C-0	10	0,22	0,69	Can't reject normality
75C-2	10	0,14	1,00	Can't reject normality
75C-4	10	0,13	1,00	Can't reject normality
75C-6	10	0,19	0,85	Can't reject normality
75C-8	10	0,17	1,00	Can't reject normality
75C-10	10	0,17	0,99	Can't reject normality
75C-12	10	0,29	0,31	Can't reject normality
75C-14	10	0,19	0,86	Can't reject normality
75C-15	10	0,21	0,73	Can't reject normality
75C-16	10	0,19	0,85	Can't reject normality
85C-0	10	0,22	0,69	Can't reject normality
85C-2	10	0,14	1,00	Can't reject normality
85C-4	10	0,15	1,00	Can't reject normality
85C-6	10	0,20	0,80	Can't reject normality
85C-8	10	0,25	0,50	Can't reject normality
85C-10	10	0,16	1,00	Can't reject normality
85C-12	10	0,14	1,00	Can't reject normality
85C-14	10	0,18	0,91	Can't reject normality
85C-16	10	0,24	0,52	Can't reject normality

Test d'homoscédasticité de Levene

65C	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	7	1,27E-03	1,81E-04	1,52	0,18
Error	72	8,59E-03	1,19E-04		

At the 0.05 level, the population variances are not significantly different.

75C	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	9	1,89E-03	2,10E-04	1,21	0,30
Error	90	1,56E-02	1,73E-04		

At the 0.05 level, the population variances are not significantly different.

85C	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Prob>F
Model	8	8,15E-04	1,02E-04	1,11	0,36
Error	81	7,42E-03	9,16E-05		

At the 0.05 level, the population variances are not significantly different.

ANOVA avec comparaison de la moyenne de Dunnett – Évolution par rapport à l'épaisseur initiale

65C	Index	Mean Difference	Std, Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
2 0*	0	-1,02E-02	8,57E-03	63	1,19	0,73	0,05	0	-3,32E-02	1,28E-02
4 0	1	2,92E-02	8,57E-03	63	3,41	0,01	0,05	1	6,17E-03	5,22E-02
6 0	2	-5,20E-03	8,57E-03	63	0,61	0,99	0,05	0	-2,82E-02	1,78E-02
8 0	3	2,00E-03	8,57E-03	63	0,23	1,00	0,05	0	-2,10E-02	2,50E-02
10 0	4	1,26E-02	8,57E-03	63	1,47	0,53	0,05	0	-1,04E-02	3,56E-02
11 0	5	-2,20E-03	8,57E-03	63	0,26	1,00	0,05	0	-2,52E-02	2,08E-02
12 0	6	2,48E-02	8,57E-03	63	2,89	0,03	0,05	1	1,77E-03	0,04783

*résultat du deuxième mois comparé à la propriété initiale

75C	Index	Mean Difference	Std, Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
2 0	0	6,00E-03	1,08E-02	81	0,56	1,00	0,05	0	-2,36E-02	3,56E-02
4 0	1	-2,64E-02	1,08E-02	81	2,45	0,10	0,05	0	-5,60E-02	3,21E-03
6 0	2	2,03E-02	1,08E-02	81	1,88	0,32	0,05	0	-9,31E-03	4,99E-02
8 0	3	1,16E-02	1,08E-02	81	1,08	0,87	0,05	0	-1,80E-02	4,12E-02

10 0	4	1,44E-02	1,08E-02	81	1,34	0,70	0,05	0	-1,52E-02	4,40E-02
12 0	5	-6,00E-03	1,08E-02	81	0,56	1,00	0,05	0	-3,56E-02	2,36E-02
14 0	6	5,80E-03	1,08E-02	81	0,54	1,00	0,05	0	-2,38E-02	3,54E-02
15 0	7	-4,00E-03	1,08E-02	81	0,37	1,00	0,05	0	-3,36E-02	2,56E-02
16 0	8	4,00E-04	1,08E-02	81	0,04	1,00	0,05	0	-2,92E-02	3,00E-02

85C	Index	Mean Difference	Std, Error	DF	|t|value	Prob>|t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
2 0	0	-1,96E-02	8,48E-03	72	2,31	0,13	0,05	0	-4,27E-02	3,46E-03
4 0	1	-1,90E-02	8,48E-03	72	2,24	0,15	0,05	0	-4,21E-02	4,06E-03
6 0	2	-1,44E-02	8,48E-03	72	1,70	0,41	0,05	0	-3,75E-02	8,66E-03
8 0	3	-7,80E-03	8,48E-03	72	0,92	0,92	0,05	0	-3,09E-02	1,53E-02
10 0	4	1,72E-02	8,48E-03	72	2,03	0,23	0,05	0	-5,86E-03	4,03E-02
12 0	5	3,40E-03	8,48E-03	72	0,40	1,00	0,05	0	-1,97E-02	2,65E-02
14 0	6	-5,60E-03	8,48E-03	72	0,66	0,99	0,05	0	-2,87E-02	1,75E-02
16 0	7	-2,40E-03	8,48E-03	72	0,28	1,00	0,05	0	-2,55E-02	2,07E-02

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0.05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0.05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

b) Pour les propriétés mécaniques

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

Limite élastique (TYS)

	DF	Statistic	p-value	Decision at level (5%)
TYS-MD-65-0	10	0,19	0,89	Can't reject normality
TYS-MD-65-1	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-2	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-3	5	0,32	0,61	Can't reject normality
TYS-MD-65-4	5	0,27	0,83	Can't reject normality
TYS-MD-65-5	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-6	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-7	5	0,33	0,55	Can't reject normality
TYS-MD-65-8	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-9	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-65-10	5	0,25	0,93	Can't reject normality
TYS-MD-65-11	5	0,27	0,83	Can't reject normality
TYS-MD-65-12	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-1	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-2	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-3	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-4	5	0,30	0,69	Can't reject normality
TYS-CD-65-5	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-6	5	0,32	0,62	Can't reject normality
TYS-CD-65-7	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-8	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-9	5	0,25	0,93	Can't reject normality
TYS-CD-65-10	5	0,25	0,94	Can't reject normality
TYS-CD-65-11	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-65-12	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-0	10	0,19	0,89	Can't reject normality
TYS-MD-75-1	5	0,36	0,43	Can't reject normality
TYS-MD-75-2	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-3	5	0,23	1,00	Can't reject normality

TYS-MD-75-4	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-5	5	0,24	0,96	Can't reject normality
TYS-MD-75-6	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-7	5	0,33	0,56	Can't reject normality
TYS-MD-75-8	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-9	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-10	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-11	5	0,30	0,69	Can't reject normality
TYS-MD-75-12	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-13	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-14	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-75-15	5	0,24	0,95	Can't reject normality
TYS-MD-75-16	5	0,25	0,93	Can't reject normality
TYS-CD-75-0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-1	5	0,41	0,29	Can't reject normality
TYS-CD-75-2	5	0,26	0,88	Can't reject normality
TYS-CD-75-3	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-4	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-5	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-6	5	0,24	0,95	Can't reject normality
TYS-CD-75-7	5	0,29	0,75	Can't reject normality
TYS-CD-75-8	5	0,24	0,97	Can't reject normality
TYS-CD-75-9	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-10	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-11	5	0,32	0,59	Can't reject normality
TYS-CD-75-12	5	0,27	0,81	Can't reject normality
TYS-CD-75-13	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-14	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-15	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-75-16	5	0,25	0,92	Can't reject normality
TYS-MD-85-0	10	0,19	0,89	Can't reject normality
TYS-MD-85-1	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-2	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-3	5	0,39	0,32	Can't reject normality
TYS-MD-85-4	5	0,26	0,90	Can't reject normality
TYS-MD-85-5	5	0,22	1,00	Can't reject normality

TYS-MD-85-6	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-7	5	0,13	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-8	5	0,25	0,93	Can't reject normality
TYS-MD-85-9	5	0,24	0,98	Can't reject normality
TYS-MD-85-10	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-11	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-12	5	0,46	0,18	Can't reject normality
TYS-MD-85-13	5	0,25	0,92	Can't reject normality
TYS-MD-85-14	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TYS-MD-85-15	5	0,27	0,83	Can't reject normality
TYS-MD-85-16	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-0	10	0,17	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-1	5	0,29	0,75	Can't reject normality
TYS-CD-85-2	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-3	5	0,24	0,99	Can't reject normality
TYS-CD-85-4	5	0,25	0,94	Can't reject normality
TYS-CD-85-5	5	0,24	0,96	Can't reject normality
TYS-CD-85-6	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-7	5	0,29	0,72	Can't reject normality
TYS-CD-85-8	5	0,24	0,95	Can't reject normality
TYS-CD-85-9	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-10	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-11	5	0,30	0,67	Can't reject normality
TYS-CD-85-12	5	0,15	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-13	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TYS-CD-85-14	5	0,32	0,58	Can't reject normality
TYS-CD-85-15	5	0,29	0,71	Can't reject normality
TYS-CD-85-16	5	0,17	1,00	Can't reject normality

Élongation à la limite élastique (PYE)

	DF	**Statistic**	**p-value**	**Decision at level(5%)**
PYE-MD-65-0	10	0,13	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-1	5	0,31	0,63	Can't reject normality
PYE-MD-65-2	5	0,27	0,82	Can't reject normality
PYE-MD-65-3	5	0,34	0,51	Can't reject normality
PYE-MD-65-4	5	0,32	0,58	Can't reject normality

PYE-MD-65-5	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-6	5	0,28	0,79	Can't reject normality
PYE-MD-65-7	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-8	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-9	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-10	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-11	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-65-12	5	0,37	0,40	Can't reject normality
PYE-CD-65-0	10	0,25	0,51	Can't reject normality
PYE-CD-65-1	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-65-2	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-65-3	5	0,27	0,81	Can't reject normality
PYE-CD-65-4	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-65-5	5	0,24	0,98	Can't reject normality
PYE-CD-65-6	5	0,25	0,90	Can't reject normality
PYE-CD-65-7	5	0,31	0,62	Can't reject normality
PYE-CD-65-8	5	0,32	0,61	Can't reject normality
PYE-CD-65-9	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-65-10	5	0,26	0,88	Can't reject normality
PYE-CD-65-11	5	0,33	0,55	Can't reject normality
PYE-CD-65-12	5	0,29	0,75	Can't reject normality
PYE-MD-75-0	10	0,13	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-75-1	5	0,24	0,97	Can't reject normality
PYE-MD-75-2	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-75-3	5	0,36	0,45	Can't reject normality
PYE-MD-75-4	5	0,40	0,30	Can't reject normality
PYE-MD-75-5	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PYE-MD-75-6	5	0,24	0,99	Can't reject normality
PYE-MD-75-7	5	0,40	0,30	Can't reject normality
PYE-MD-75-8	5	0,29	0,74	Can't reject normality
PYE-MD-75-9	5	0,29	0,73	Can't reject normality
PYE-MD-75-10	5	0,26	0,88	Can't reject normality
PYE-MD-75-11	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PYE-MD-75-12	5	0,25	0,92	Can't reject normality
PYE-MD-75-13	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-75-14	5	0,23	1,00	Can't reject normality

PYE-MD-75-15	5	0,25	0,90	Can't reject normality
PYE-MD-75-16	5	0,44	0,22	Can't reject normality
PYE-CD-75-0	10	0,25	0,51	Can't reject normality
PYE-CD-75-1	5	0,15	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-75-2	5	0,29	0,71	Can't reject normality
PYE-CD-75-3	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-75-4	5	0,27	0,84	Can't reject normality
PYE-CD-75-5	5	0,28	0,77	Can't reject normality
PYE-CD-75-6	5	0,24	0,95	Can't reject normality
PYE-CD-75-7	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-75-8	5	0,25	0,91	Can't reject normality
PYE-CD-75-9	5	0,27	0,81	Can't reject normality
PYE-CD-75-10	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-75-11	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PYE-CD-75-12	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-75-13	5	0,27	0,83	Can't reject normality
PYE-CD-75-14	5	0,24	0,96	Can't reject normality
PYE-CD-75-15	5	0,24	0,96	Can't reject normality
PYE-CD-75-16	5	0,45	0,20	Can't reject normality
PYE-MD-85-0	10	0,13	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-1	5	0,24	0,95	Can't reject normality
PYE-MD-85-2	5	0,24	0,99	Can't reject normality
PYE-MD-85-3	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-4	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-5	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-6	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-7	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-8	5	0,29	0,72	Can't reject normality
PYE-MD-85-9	5	0,32	0,59	Can't reject normality
PYE-MD-85-10	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-11	5	0,26	0,87	Can't reject normality
PYE-MD-85-12	5	0,31	0,65	Can't reject normality
PYE-MD-85-13	5	0,34	0,53	Can't reject normality
PYE-MD-85-14	5	0,29	0,75	Can't reject normality
PYE-MD-85-15	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE-MD-85-16	5	0,18	1,00	Can't reject normality

PYE-CD-85-0	10	0,25	0,51	Can't reject normality
PYE-CD-85-1	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-85-2	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-85-3	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PYE-CD-85-4	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PYE-CD-85-5	5	0,29	0,74	Can't reject normality
PYE-CD-85-6	5	0,26	0,88	Can't reject normality
PYE-CD-85-7	5	0,40	0,32	Can't reject normality
PYE-CD-85-8	5	0,16	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-85-9	5	0,29	0,73	Can't reject normality
PYE-CD-85-10	5	0,37	0,39	Can't reject normality
PYE-CD-85-11	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-85-12	5	0,31	0,65	Can't reject normality
PYE-CD-85-13	5	0,24	0,99	Can't reject normality
PYE-CD-85-14	5	0,36	0,43	Can't reject normality
PYE-CD-85-15	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE-CD-85-16	5	0,20	1,00	Can't reject normality

Résistance à la traction (TBS)

	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
TBS-MD-65-0	10	0,11	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-65-1	5	0,28	0,79	Can't reject normality
TBS-MD-65-2	5	0,34	0,51	Can't reject normality
TBS-MD-65-3	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-65-4	5	0,36	0,44	Can't reject normality
TBS-MD-65-5	5	0,30	0,68	Can't reject normality
TBS-MD-65-6	5	0,25	0,95	Can't reject normality
TBS-MD-65-7	5	0,30	0,70	Can't reject normality
TBS-MD-65-8	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-65-9	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-65-10	5	0,29	0,75	Can't reject normality
TBS-MD-65-11	5	0,30	0,69	Can't reject normality
TBS-MD-65-12	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-0	10	0,22	0,63	Can't reject normality
TBS-CD-65-1	5	0,27	0,84	Can't reject normality
TBS-CD-65-2	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-3	5	0,13	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-4	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-5	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-6	5	0,28	0,79	Can't reject normality
TBS-CD-65-7	5	0,15	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-8	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-9	5	0,26	0,87	Can't reject normality
TBS-CD-65-10	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-11	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-65-12	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-0	10	0,11	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-1	5	0,34	0,52	Can't reject normality
TBS-MD-75-2	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-3	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-4	5	0,27	0,83	Can't reject normality
TBS-MD-75-5	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-6	5	0,15	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-7	5	0,22	1,00	Can't reject normality

TBS-MD-75-8	5	0,31	0,66	Can't reject normality
TBS-MD-75-9	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-10	5	0,28	0,77	Can't reject normality
TBS-MD-75-11	5	0,24	0,97	Can't reject normality
TBS-MD-75-12	5	0,28	0,76	Can't reject normality
TBS-MD-75-13	5	0,27	0,84	Can't reject normality
TBS-MD-75-14	5	0,27	0,85	Can't reject normality
TBS-MD-75-15	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-75-16	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-0	10	0,22	0,63	Can't reject normality
TBS-CD-75-1	5	0,16	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-2	5	0,25	0,94	Can't reject normality
TBS-CD-75-3	5	0,25	0,93	Can't reject normality
TBS-CD-75-4	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-5	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-6	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-7	5	0,32	0,62	Can't reject normality
TBS-CD-75-8	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-9	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-10	5	0,24	0,99	Can't reject normality
TBS-CD-75-11	5	0,24	0,97	Can't reject normality
TBS-CD-75-12	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-13	5	0,33	0,57	Can't reject normality
TBS-CD-75-14	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-15	5	0,19	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-75-16	5	0,25	0,94	Can't reject normality
TBS-MD-85-0	10	0,11	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-85-1	5	0,32	0,60	Can't reject normality
TBS-MD-85-2	5	0,25	0,92	Can't reject normality
TBS-MD-85-3	5	0,18	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-85-4	5	0,26	0,86	Can't reject normality
TBS-MD-85-5	5	0,24	0,97	Can't reject normality
TBS-MD-85-6	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-85-7	5	0,27	0,82	Can't reject normality
TBS-MD-85-8	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-85-9	5	0,26	0,88	Can't reject normality

TBS-MD-85-10	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-MD-85-11	5	0,27	0,83	Can't reject normality
TBS-MD-85-12	5	0,26	0,85	Can't reject normality
TBS-MD-85-13	5	0,32	0,58	Can't reject normality
TBS-MD-85-14	5	0,32	0,59	Can't reject normality
TBS-MD-85-15	5	0,28	0,79	Can't reject normality
TBS-MD-85-16	5	0,28	0,80	Can't reject normality
TBS-CD-85-0	10	0,22	0,63	Can't reject normality
TBS-CD-85-1	5	0,20	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-2	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-3	5	0,24	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-4	5	0,25	0,90	Can't reject normality
TBS-CD-85-5	5	0,17	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-6	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-7	5	0,28	0,78	Can't reject normality
TBS-CD-85-8	5	0,21	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-9	5	0,28	0,78	Can't reject normality
TBS-CD-85-10	5	0,14	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-11	5	0,24	0,95	Can't reject normality
TBS-CD-85-12	5	0,31	0,65	Can't reject normality
TBS-CD-85-13	5	0,25	0,92	Can't reject normality
TBS-CD-85-14	5	0,29	0,75	Can't reject normality
TBS-CD-85-15	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS-CD-85-16	5	0,29	0,75	Can't reject normality

Élongation à la rupture (PBE)

	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
PBE-MD-65-0	10	0,12	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-65-1	5	0,25	0,93	Can't reject normality
PBE-MD-65-2	5	0,33	0,54	Can't reject normality
PBE-MD-65-3	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-65-4	5	0,32	0,62	Can't reject normality
PBE-MD-65-5	5	0,28	0,76	Can't reject normality
PBE-MD-65-6	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-65-7	5	0,34	0,49	Can't reject normality
PBE-MD-65-8	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-65-9	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-65-10	5	0,29	0,74	Can't reject normality
PBE-MD-65-11	5	0,30	0,69	Can't reject normality
PBE-MD-65-12	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-0	10	0,19	0,84	Can't reject normality
PBE-CD-65-1	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-2	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-3	5	0,16	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-4	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-5	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-6	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-7	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-8	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-9	5	0,24	0,96	Can't reject normality
PBE-CD-65-10	5	0,13	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-11	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-65-12	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-0	10	0,12	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-1	5	0,24	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-2	5	0,28	0,76	Can't reject normality
PBE-MD-75-3	5	0,25	0,93	Can't reject normality
PBE-MD-75-4	5	0,29	0,75	Can't reject normality
PBE-MD-75-5	5	0,32	0,62	Can't reject normality
PBE-MD-75-6	5	0,32	0,58	Can't reject normality
PBE-MD-75-7	5	0,20	1,00	Can't reject normality

PBE-MD-75-8	5	0,37	0,41	Can't reject normality
PBE-MD-75-9	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-10	5	0,25	0,92	Can't reject normality
PBE-MD-75-11	5	0,24	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-12	5	0,27	0,84	Can't reject normality
PBE-MD-75-13	5	0,31	0,63	Can't reject normality
PBE-MD-75-14	5	0,25	0,92	Can't reject normality
PBE-MD-75-15	5	0,15	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-75-16	5	0,25	0,90	Can't reject normality
PBE-CD-75-0	10	0,19	0,84	Can't reject normality
PBE-CD-75-1	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-2	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-3	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-4	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-5	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-6	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-7	5	0,34	0,53	Can't reject normality
PBE-CD-75-8	5	0,15	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-9	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-10	5	0,24	0,98	Can't reject normality
PBE-CD-75-11	5	0,25	0,91	Can't reject normality
PBE-CD-75-12	5	0,26	0,87	Can't reject normality
PBE-CD-75-13	5	0,30	0,68	Can't reject normality
PBE-CD-75-14	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-15	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-75-16	5	0,26	0,89	Can't reject normality
PBE-MD-85-0	10	0,12	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-1	5	0,26	0,86	Can't reject normality
PBE-MD-85-2	5	0,24	0,97	Can't reject normality
PBE-MD-85-3	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-4	5	0,24	0,97	Can't reject normality
PBE-MD-85-5	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-6	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-7	5	0,25	0,94	Can't reject normality
PBE-MD-85-8	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-9	5	0,26	0,85	Can't reject normality

PBE-MD-85-10	5	0,25	0,93	Can't reject normality
PBE-MD-85-11	5	0,30	0,68	Can't reject normality
PBE-MD-85-12	5	0,30	0,70	Can't reject normality
PBE-MD-85-13	5	0,32	0,59	Can't reject normality
PBE-MD-85-14	5	0,31	0,65	Can't reject normality
PBE-MD-85-15	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-MD-85-16	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-0	10	0,19	0,84	Can't reject normality
PBE-CD-85-1	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-2	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-3	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-4	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-5	5	0,18	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-6	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-7	5	0,27	0,84	Can't reject normality
PBE-CD-85-8	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-9	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-10	5	0,15	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-11	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-12	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-13	5	0,33	0,54	Can't reject normality
PBE-CD-85-14	5	0,26	0,90	Can't reject normality
PBE-CD-85-15	5	0,16	1,00	Can't reject normality
PBE-CD-85-16	5	0,31	0,66	Can't reject normality

Test d'homoscédasticité de Levene

Limite élastique (TYS)

65C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	3,76	0,31	2,35	0,02
Error	57	7,60	0,13		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					
65C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	2,76	0,23	1,67	0,10
Error	57	7,84	0,14		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
75C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	4,14	0,26	2,01	0,02
Error	73	9,38	0,13		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					
75C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	3,56	0,22	1,57	0,10
Error	73	10,38	0,14		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
85C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	5,89	0,37	2,41	0,01
Error	73	11,13	0,15		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					
85C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	3,37	0,21	1,79	0,05
Error	73	8,58	0,12		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					

Élongation à la limite élastique (PYE)

65C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	0,61	0,05	1,89	0,06
Error	57	1,53	0,03		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
65C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	0,72	0,06	1,16	0,34
Error	57	2,97	0,05		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
75C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	0,79	0,05	1,24	0,26
Error	73	2,90	0,04		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
75C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	0,58	0,04	0,87	0,61
Error	73	3,07	0,04		
At the 0,05 level. the population variances are not significantly different.					
85C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	1,05	0,07	1,95	0,03
Error	73	2,45	0,03		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					
85C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	2,34	0,15	2,68	0,00
Error	73	3,99	0,05		
At the 0,05 level. the population variances are significantly different.					

Résistance à la traction (TBS)

65C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	60,30	5,03	2,19	0,02
Error	57	130,50	2,29		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
65C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	43,90	3,66	1,36	0,21
Error	57	153,71	2,70		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
75C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	94,96	5,93	2,11	0,02
Error	73	205,17	2,81		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
75C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	81,42	5,09	1,67	0,07
Error	73	223,02	3,06		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
85C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	133,89	8,37	2,44	0,01
Error	73	250,16	3,43		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
85C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	153,67	9,60	2,64	0,00
Error	73	265,54	3,64		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

Élongation à la rupture (PBE)

65C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	12685,58	1057,13	2,55	0,01
Error	57	23637,95	414,70		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
65C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	12	8722,64	726,89	1,10	0,38
Error	57	37631,98	660,21		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
75C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	17242,34	1077,65	1,96	0,03
Error	73	40152,21	550,03		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
75C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	18585,34	1161,58	1,62	0,08
Error	73	52288,91	716,29		
At the 0,05 level, the population variances are not significantly different.					
85C-MD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	25365,92	1585,37	2,47	0,00
Error	73	46771,79	640,71		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					
85C-CD	**DF**	**Sum of Squares**	**Mean Square**	**F Value**	**Prob>F**
Model	16	33612,40	2100,77	2,51	0,00
Error	73	61172,00	837,97		
At the 0,05 level, the population variances are significantly different.					

ANOVA avec comparaison de la moyenne de Dunnett – Comparaison par rapport aux propriétés initiales

Limite élastique (TYS)

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
TYS-MD-65-1 TYS-MD-65-0	0	-0,43	0,41	48	1,05	0,93	0,05	0	-1,60	0,74
TYS-MD-65-2 TYS-MD-65-0	1	0,88	0,41	48	2,15	0,24	0,05	0	-0,29	2,05
TYS-MD-65-3 TYS-MD-65-0	2	0,87	0,41	48	2,13	0,25	0,05	0	-0,30	2,04
TYS-MD-65-4 TYS-MD-65-0	3	0,69	0,41	48	1,70	0,51	0,05	0	-0,48	1,86
TYS-MD-65-5 TYS-MD-65-0	4	0,25	0,41	48	0,61	1,00	0,05	0	-0,92	1,42
TYS-MD-65-6 TYS-MD-65-0	5	0,05	0,41	48	0,12	1,00	0,05	0	-1,12	1,22
TYS-MD-65-7 TYS-MD-65-0	6	1,04	0,41	48	2,56	0,10	0,05	0	-0,13	2,21
TYS-MD-65-8 TYS-MD-65-0	7	1,35	0,41	48	3,32	0,02	0,05	1	0,18	2,52
TYS-MD-65-9 TYS-MD-65-0	8	0,17	0,41	48	0,41	1,00	0,05	0	-1,00	1,34
TYS-MD-65-10 TYS-MD-65-0	9	2,39	0,41	48	5,88	0,00	0,05	1	1,22	3,56
TYS-MD-65-11 TYS-MD-65-0	10	1,28	0,41	48	3,14	0,03	0,05	1	0,11	2,45
TYS-MD-65-12 TYS-MD-65-0	11	0,23	0,41	48	0,56	1,00	0,05	0	-0,94	1,40
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TYS-CD-65-1 TYS-CD-65-0	0	0,45	0,47	48	0,96	0,96	0,05	0	-0,90	1,79
TYS-CD-65-2 TYS-CD-65-0	1	1,06	0,47	48	2,26	0,19	0,05	0	-0,29	2,40
TYS-CD-65-3 TYS-CD-65-0	2	0,98	0,47	48	2,11	0,26	0,05	0	-0,36	2,32
TYS-CD-65-4 TYS-CD-65-0	3	2,12	0,47	48	4,54	0,00	0,05	1	0,77	3,46
TYS-CD-65-5 TYS-CD-65-0	4	1,26	0,47	48	2,71	0,07	0,05	0	-0,08	2,61
TYS-CD-65-6 TYS-CD-65-0	5	0,80	0,47	48	1,72	0,49	0,05	0	-0,54	2,15

TYS-CD-65-7 TYS-CD-65-0	6	2,24	0,47	48	4,80	0,00	0,05	1	0,90	3,58
TYS-CD-65-8 TYS-CD-65-0	7	0,61	0,47	48	1,30	0,79	0,05	0	-0,73	1,95
TYS-CD-65-9 TYS-CD-65-0	8	1,31	0,47	48	2,80	0,06	0,05	0	-0,04	2,65
TYS-CD-65-10 TYS-CD-65-0	9	2,72	0,47	48	5,84	0,00	0,05	1	1,38	4,06
TYS-CD-65-11 TYS-CD-65-0	10	1,59	0,47	48	3,41	0,01	0,05	1	0,25	2,93
TYS-CD-65-12 TYS-CD-65-0	11	1,25	0,47	48	2,68	0,08	0,05	0	-0,09	2,59
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TYS-MD-75-1 TYS-MD-75-0	0	0,80	0,45	64	1,80	0,50	0,05	0	-0,51	2,11
TYS-MD-75-2 TYS-MD-75-0	1	0,61	0,45	64	1,37	0,81	0,05	0	-0,70	1,92
TYS-MD-75-3 TYS-MD-75-0	2	0,60	0,45	64	1,34	0,83	0,05	0	-0,71	1,91
TYS-MD-75-4 TYS-MD-75-0	3	0,16	0,45	64	0,35	1,00	0,05	0	-1,15	1,47
TYS-MD-75-5 TYS-MD-75-0	4	0,67	0,45	64	1,51	0,72	0,05	0	-0,64	1,98
TYS-MD-75-6 TYS-MD-75-0	5	1,16	0,45	64	2,61	0,11	0,05	0	-0,15	2,47
TYS-MD-75-7 TYS-MD-75-0	6	0,21	0,45	64	0,47	1,00	0,05	0	-1,10	1,52
TYS-MD-75-8 TYS-MD-75-0	7	3,00	0,45	64	6,73	0,00	0,05	1	1,69	4,31
TYS-MD-75-9 TYS-MD-75-0	8	2,12	0,45	64	4,74	0,00	0,05	1	0,81	3,43
TYS-MD-75-10 TYS-MD-75-0	9	2,78	0,45	64	6,24	0,00	0,05	1	1,47	4,09
TYS-MD-75-11 TYS-MD-75-0	10	0,72	0,45	64	1,61	0,64	0,05	0	-0,59	2,03
TYS-MD-75-12 TYS-MD-75-0	11	1,54	0,45	64	3,45	0,01	0,05	1	0,23	2,85
TYS-MD-75-13 TYS-MD-75-0	12	0,59	0,45	64	1,32	0,84	0,05	0	-0,72	1,90
TYS-MD-75-14 TYS-MD-75-0	13	0,62	0,45	64	1,40	0,79	0,05	0	-0,69	1,93
TYS-MD-75-15 TYS-MD-75-0	14	0,48	0,45	64	1,08	0,95	0,05	0	-0,83	1,79

TYS-MD-75-16 TYS-MD-75-0	15	0,54	0,45	64	1,21	0,90	0,05	0	-0,77	1,85
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TYS-CD-75-1 TYS-CD-75-0	0	1,61	0,44	64	3,61	0,01	0,05	1	0,30	2,91
TYS-CD-75-2 TYS-CD-75-0	1	0,90	0,44	64	2,02	0,35	0,05	0	-0,41	2,21
TYS-CD-75-3 TYS-CD-75-0	2	-0,50	0,44	64	1,13	0,94	0,05	0	-1,81	0,80
TYS-CD-75-4 TYS-CD-75-0	3	1,08	0,44	64	2,42	0,16	0,05	0	-0,23	2,38
TYS-CD-75-5 TYS-CD-75-0	4	0,73	0,44	64	1,65	0,61	0,05	0	-0,57	2,04
TYS-CD-75-6 TYS-CD-75-0	5	2,25	0,44	64	5,05	0,00	0,05	1	0,94	3,55
TYS-CD-75-7 TYS-CD-75-0	6	1,33	0,44	64	2,99	0,04	0,05	1	0,02	2,64
TYS-CD-75-8 TYS-CD-75-0	7	3,09	0,44	64	6,94	0,00	0,05	1	1,78	4,40
TYS-CD-75-9 TYS-CD-75-0	8	2,55	0,44	64	5,74	0,00	0,05	1	1,25	3,86
TYS-CD-75-10 TYS-CD-75-0	9	1,75	0,44	64	3,94	0,00	0,05	1	0,45	3,06
TYS-CD-75-11 TYS-CD-75-0	10	1,52	0,44	64	3,42	0,01	0,05	1	0,21	2,83
TYS-CD-75-12 TYS-CD-75-0	11	1,87	0,44	64	4,20	0,00	0,05	1	0,56	3,18
TYS-CD-75-13 TYS-CD-75-0	12	1,20	0,44	64	2,70	0,09	0,05	0	-0,10	2,51
TYS-CD-75-14 TYS-CD-75-0	13	1,26	0,44	64	2,84	0,06	0,05	0	-0,04	2,57
TYS-CD-75-15 TYS-CD-75-0	14	1,26	0,44	64	2,84	0,06	0,05	0	-0,04	2,57
TYS-CD-75-16 TYS-CD-75-0	15	1,16	0,44	64	2,62	0,11	0,05	0	-0,14	2,47
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TYS-MD-85-1 TYS-MD-85-0	0	1,58	0,46	64	3,42	0,01	0,05	1	0,22	2,93
TYS-MD-85-2 TYS-MD-85-0	1	2,06	0,46	64	4,47	0,00	0,05	1	0,71	3,41
TYS-MD-85-3 TYS-MD-85-0	2	1,84	0,46	64	4,00	0,00	0,05	1	0,49	3,20

TYS-MD-85-4 TYS-MD-85-0	3	1,31	0,46	64	2,85	0,06	0,05	0	-0,04	2,66
TYS-MD-85-5 TYS-MD-85-0	4	0,00	0,46	64	0,00	1,00	0,05	0	-1,35	1,35
TYS-MD-85-6 TYS-MD-85-0	5	1,39	0,46	64	3,02	0,04	0,05	1	0,04	2,74
TYS-MD-85-7 TYS-MD-85-0	6	1,16	0,46	64	2,51	0,13	0,05	0	-0,19	2,51
TYS-MD-85-8 TYS-MD-85-0	7	1,64	0,46	64	3,57	0,01	0,05	1	0,29	3,00
TYS-MD-85-9 TYS-MD-85-0	8	1,29	0,46	64	2,80	0,07	0,05	0	-0,06	2,64
TYS-MD-85-10 TYS-MD-85-0	9	2,95	0,46	64	6,40	0,00	0,05	1	1,59	4,30
TYS-MD-85-11 TYS-MD-85-0	10	1,32	0,46	64	2,86	0,06	0,05	0	-0,03	2,67
TYS-MD-85-12 TYS-MD-85-0	11	1,36	0,46	64	2,95	0,05	0,05	1	0,01	2,71
TYS-MD-85-13 TYS-MD-85-0	12	0,83	0,46	64	1,81	0,49	0,05	0	-0,52	2,18
TYS-MD-85-14 TYS-MD-85-0	13	-0,47	0,46	64	1,01	0,97	0,05	0	-1,82	0,89
TYS-MD-85-15 TYS-MD-85-0	14	0,60	0,46	64	1,31	0,85	0,05	0	-0,75	1,95
TYS-MD-85-16 TYS-MD-85-0	15	-0,09	0,46	64	0,19	1,00	0,05	0	-1,44	1,27
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TYS-CD-85-1 TYS-CD-85-0	0	1,47	0,40	64	3,65	0,01	0,05	1	0,29	2,66
TYS-CD-85-2 TYS-CD-85-0	1	3,34	0,40	64	8,28	0,00	0,05	1	2,16	4,52
TYS-CD-85-3 TYS-CD-85-0	2	2,05	0,40	64	5,07	0,00	0,05	1	0,86	3,23
TYS-CD-85-4 TYS-CD-85-0	3	2,14	0,40	64	5,31	0,00	0,05	1	0,96	3,33
TYS-CD-85-5 TYS-CD-85-0	4	0,59	0,40	64	1,47	0,74	0,05	0	-0,59	1,78
TYS-CD-85-6 TYS-CD-85-0	5	2,07	0,40	64	5,13	0,00	0,05	1	0,88	3,25
TYS-CD-85-7 TYS-CD-85-0	6	1,83	0,40	64	4,54	0,00	0,05	1	0,65	3,01
TYS-CD-85-8 TYS-CD-85-0	7	1,32	0,40	64	3,26	0,02	0,05	1	0,13	2,50

TYS-CD-85-9 TYS-CD-85-0	8	1,94	0,40	64	4,81	0,00	0,05	1	0,76	3,13
TYS-CD-85-10 TYS-CD-85-0	9	3,13	0,40	64	7,75	0,00	0,05	1	1,94	4,31
TYS-CD-85-11 TYS-CD-85-0	10	1,16	0,40	64	2,88	0,06	0,05	0	-0,02	2,35
TYS-CD-85-12 TYS-CD-85-0	11	2,46	0,40	64	6,09	0,00	0,05	1	1,27	3,64
TYS-CD-85-13 TYS-CD-85-0	12	1,72	0,40	64	4,26	0,00	0,05	1	0,53	2,90
TYS-CD-85-14 TYS-CD-85-0	13	-0,74	0,40	64	1,84	0,47	0,05	0	-1,93	0,44
TYS-CD-85-15 TYS-CD-85-0	14	0,83	0,40	64	2,06	0,33	0,05	0	-0,35	2,02
TYS-CD-85-16 TYS-CD-85-0	15	1,08	0,40	64	2,68	0,09	0,05	0	-0,10	2,26

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0.05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0.05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la limite élastique (PYE)

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
PYE-MD-65-1 PYE-MD-65-0	0	0,44	0,21	48	2,12	0,26	0,05	0	-0,16	1,04
PYE-MD-65-2 PYE-MD-65-0	1	0,38	0,21	48	1,83	0,42	0,05	0	-0,22	0,98
PYE-MD-65-3 PYE-MD-65-0	2	0,35	0,21	48	1,65	0,54	0,05	0	-0,26	0,95
PYE-MD-65-4 PYE-MD-65-0	3	0,61	0,21	48	2,90	0,05	0,05	1	0,00	1,21
PYE-MD-65-5 PYE-MD-65-0	4	0,68	0,21	48	3,28	0,02	0,05	1	0,08	1,29
PYE-MD-65-6 PYE-MD-65-0	5	0,83	0,21	48	3,97	0,00	0,05	1	0,23	1,43
PYE-MD-65-7 PYE-MD-65-0	6	1,18	0,21	48	5,66	0,00	0,05	1	0,58	1,78
PYE-MD-65-8 PYE-MD-65-0	7	0,64	0,21	48	3,05	0,03	0,05	1	0,04	1,24
PYE-MD-65-9 PYE-MD-65-0	8	0,72	0,21	48	3,42	0,01	0,05	1	0,11	1,32
PYE-MD-65-10 PYE-MD-65-0	9	0,05	0,21	48	0,26	1,00	0,05	0	-0,55	0,66
PYE-MD-65-11 PYE-MD-65-0	10	0,22	0,21	48	1,07	0,92	0,05	0	-0,38	0,83
PYE-MD-65-12 PYE-MD-65-0	11	1,11	0,21	48	5,31	0,00	0,05	1	0,51	1,71
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PYE-CD-65-1 PYE-CD-65-0	0	0,68	0,25	48	2,69	0,08	0,05	0	-0,05	1,42
PYE-CD-65-2 PYE-CD-65-0	1	0,71	0,25	48	2,79	0,06	0,05	0	-0,02	1,44
PYE-CD-65-3 PYE-CD-65-0	2	1,08	0,25	48	4,24	0,00	0,05	1	0,35	1,81
PYE-CD-65-4 PYE-CD-65-0	3	0,67	0,25	48	2,64	0,09	0,05	0	-0,06	1,41
PYE-CD-65-5 PYE-CD-65-0	4	1,48	0,25	48	5,83	0,00	0,05	1	0,75	2,22
PYE-CD-65-6 PYE-CD-65-0	5	1,03	0,25	48	4,05	0,00	0,05	1	0,30	1,76
PYE-CD-65-7 PYE-CD-65-0	6	1,00	0,25	48	3,93	0,00	0,05	1	0,27	1,73

PYE-CD-65-8 PYE-CD-65-0	7	0,59	0,25	48	2,31	0,18	0,05	0	-0,14	1,32
PYE-CD-65-9 PYE-CD-65-0	8	0,98	0,25	48	3,86	0,00	0,05	1	0,25	1,71
PYE-CD-65-10 PYE-CD-65-0	9	0,51	0,25	48	2,00	0,32	0,05	0	-0,22	1,24
PYE-CD-65-11 PYE-CD-65-0	10	0,37	0,25	48	1,45	0,69	0,05	0	-0,36	1,10
PYE-CD-65-12 PYE-CD-65-0	11	0,81	0,25	48	3,17	0,02	0,05	1	0,07	1,54
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PYE-MD-75-1 PYE-MD-75-0	0	0,28	0,22	64	1,30	0,86	0,05	0	-0,36	0,93
PYE-MD-75-2 PYE-MD-75-0	1	1,12	0,22	64	5,09	0,00	0,05	1	0,47	1,76
PYE-MD-75-3 PYE-MD-75-0	2	0,78	0,22	64	3,57	0,01	0,05	1	0,14	1,43
PYE-MD-75-4 PYE-MD-75-0	3	1,21	0,22	64	5,50	0,00	0,05	1	0,56	1,85
PYE-MD-75-5 PYE-MD-75-0	4	0,32	0,22	64	1,46	0,75	0,05	0	-0,32	0,96
PYE-MD-75-6 PYE-MD-75-0	5	1,07	0,22	64	4,89	0,00	0,05	1	0,43	1,72
PYE-MD-75-7 PYE-MD-75-0	6	1,86	0,22	64	8,48	0,00	0,05	1	1,22	2,50
PYE-MD-75-8 PYE-MD-75-0	7	0,43	0,22	64	1,96	0,39	0,05	0	-0,21	1,07
PYE-MD-75-9 PYE-MD-75-0	8	1,16	0,22	64	5,31	0,00	0,05	1	0,52	1,81
PYE-MD-75-10 PYE-MD-75-0	9	0,49	0,22	64	2,24	0,24	0,05	0	-0,15	1,13
PYE-MD-75-11 PYE-MD-75-0	10	0,87	0,22	64	3,95	0,00	0,05	1	0,22	1,51
PYE-MD-75-12 PYE-MD-75-0	11	0,39	0,22	64	1,80	0,50	0,05	0	-0,25	1,04
PYE-MD-75-13 PYE-MD-75-0	12	1,18	0,22	64	5,36	0,00	0,05	1	0,53	1,82
PYE-MD-75-14 PYE-MD-75-0	13	1,71	0,22	64	7,79	0,00	0,05	1	1,07	2,35
PYE-MD-75-15 PYE-MD-75-0	14	0,73	0,22	64	3,34	0,02	0,05	1	0,09	1,38
PYE-MD-75-16 PYE-MD-75-0	15	1,04	0,22	64	4,73	0,00	0,05	1	0,39	1,68

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
PYE-CD-75-1 PYE-CD-75-0	0	0,30	0,23	64	1,31	0,85	0,05	0	-0,38	0,98
PYE-CD-75-2 PYE-CD-75-0	1	1,22	0,23	64	5,26	0,00	0,05	1	0,54	1,90
PYE-CD-75-3 PYE-CD-75-0	2	1,39	0,23	64	6,01	0,00	0,05	1	0,71	2,07
PYE-CD-75-4 PYE-CD-75-0	3	1,25	0,23	64	5,39	0,00	0,05	1	0,57	1,93
PYE-CD-75-5 PYE-CD-75-0	4	0,73	0,23	64	3,16	0,03	0,05	1	0,05	1,41
PYE-CD-75-6 PYE-CD-75-0	5	1,10	0,23	64	4,76	0,00	0,05	1	0,42	1,78
PYE-CD-75-7 PYE-CD-75-0	6	1,40	0,23	64	6,04	0,00	0,05	1	0,72	2,08
PYE-CD-75-8 PYE-CD-75-0	7	0,62	0,23	64	2,69	0,09	0,05	0	-0,06	1,30
PYE-CD-75-9 PYE-CD-75-0	8	1,12	0,23	64	4,84	0,00	0,05	1	0,44	1,80
PYE-CD-75-10 PYE-CD-75-0	9	0,85	0,23	64	3,69	0,01	0,05	1	0,17	1,53
PYE-CD-75-11 PYE-CD-75-0	10	0,86	0,23	64	3,71	0,01	0,05	1	0,18	1,54
PYE-CD-75-12 PYE-CD-75-0	11	0,76	0,23	64	3,29	0,02	0,05	1	0,08	1,44
PYE-CD-75-13 PYE-CD-75-0	12	0,78	0,23	64	3,35	0,02	0,05	1	0,10	1,46
PYE-CD-75-14 PYE-CD-75-0	13	1,38	0,23	64	5,93	0,00	0,05	1	0,70	2,06
PYE-CD-75-15 PYE-CD-75-0	14	1,38	0,23	64	5,93	0,00	0,05	1	0,70	2,06
PYE-CD-75-16 PYE-CD-75-0	15	1,25	0,23	64	5,39	0,00	0,05	1	0,57	1,93
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PYE-MD-85-1 PYE-MD-85-0	0	0,96	0,23	64	4,11	0,00	0,05	1	0,27	1,64
PYE-MD-85-2 PYE-MD-85-0	1	0,42	0,23	64	1,82	0,48	0,05	0	-0,26	1,11
PYE-MD-85-3 PYE-MD-85-0	2	1,19	0,23	64	5,10	0,00	0,05	1	0,50	1,87
PYE-MD-85-4 PYE-MD-85-0	3	0,85	0,23	64	3,64	0,01	0,05	1	0,16	1,53

PYE-MD-85-5 PYE-MD-85-0	4	1,37	0,23	64	5,88	0,00	0,05	1	0,69	2,05
PYE-MD-85-6 PYE-MD-85-0	5	0,84	0,23	64	3,61	0,01	0,05	1	0,16	1,53
PYE-MD-85-7 PYE-MD-85-0	6	2,18	0,23	64	9,33	0,00	0,05	1	1,49	2,86
PYE-MD-85-8 PYE-MD-85-0	7	0,94	0,23	64	4,03	0,00	0,05	1	0,26	1,62
PYE-MD-85-9 PYE-MD-85-0	8	1,68	0,23	64	7,20	0,00	0,05	1	0,99	2,36
PYE-MD-85-10 PYE-MD-85-0	9	0,76	0,23	64	3,25	0,02	0,05	1	0,07	1,44
PYE-MD-85-11 PYE-MD-85-0	10	1,14	0,23	64	4,89	0,00	0,05	1	0,46	1,82
PYE-MD-85-12 PYE-MD-85-0	11	1,08	0,23	64	4,65	0,00	0,05	1	0,40	1,77
PYE-MD-85-13 PYE-MD-85-0	12	1,08	0,23	64	4,65	0,00	0,05	1	0,40	1,77
PYE-MD-85-14 PYE-MD-85-0	13	2,12	0,23	64	9,07	0,00	0,05	1	1,43	2,80
PYE-MD-85-15 PYE-MD-85-0	14	1,43	0,23	64	6,14	0,00	0,05	1	0,75	2,11
PYE-MD-85-16 PYE-MD-85-0	15	1,84	0,23	64	7,90	0,00	0,05	1	1,16	2,53
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PYE-CD-85-1 PYE-CD-85-0	0	0,83	0,30	64	2,80	0,07	0,05	0	-0,04	1,70
PYE-CD-85-2 PYE-CD-85-0	1	0,88	0,30	64	2,97	0,05	0,05	1	0,01	1,75
PYE-CD-85-3 PYE-CD-85-0	2	1,46	0,30	64	4,93	0,00	0,05	1	0,59	2,33
PYE-CD-85-4 PYE-CD-85-0	3	1,16	0,30	64	3,93	0,00	0,05	1	0,29	2,03
PYE-CD-85-5 PYE-CD-85-0	4	1,36	0,30	64	4,61	0,00	0,05	1	0,49	2,23
PYE-CD-85-6 PYE-CD-85-0	5	1,53	0,30	64	5,18	0,00	0,05	1	0,66	2,40
PYE-CD-85-7 PYE-CD-85-0	6	2,16	0,30	64	7,31	0,00	0,05	1	1,29	3,03
PYE-CD-85-8 PYE-CD-85-0	7	1,16	0,30	64	3,91	0,00	0,05	1	0,29	2,03
PYE-CD-85-9 PYE-CD-85-0	8	1,51	0,30	64	5,10	0,00	0,05	1	0,64	2,38

PYE-CD-85-10 PYE-CD-85-0	9	1,06	0,30	64	3,58	0,01	0,05	1	0,19	1,93
PYE-CD-85-11 PYE-CD-85-0	10	1,03	0,30	64	3,48	0,01	0,05	1	0,16	1,90
PYE-CD-85-12 PYE-CD-85-0	11	1,32	0,30	64	4,46	0,00	0,05	1	0,45	2,19
PYE-CD-85-13 PYE-CD-85-0	12	1,56	0,30	64	5,28	0,00	0,05	1	0,69	2,43
PYE-CD-85-14 PYE-CD-85-0	13	1,56	0,30	64	5,28	0,00	0,05	1	0,69	2,43
PYE-CD-85-15 PYE-CD-85-0	14	1,69	0,30	64	5,71	0,00	0,05	1	0,82	2,56
PYE-CD-85-16 PYE-CD-85-0	15	1,51	0,30	64	5,10	0,00	0,05	1	0,64	2,38

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0.05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0.05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Résistance à la traction (TBS)

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
TBS-MD-65-1 TBS-MD-65-0	0	0,96	2,04	48	0,47	1,00	0,05	0	-4,92	6,84
TBS-MD-65-2 TBS-MD-65-0	1	-3,65	2,04	48	1,79	0,45	0,05	0	-9,53	2,23
TBS-MD-65-3 TBS-MD-65-0	2	-0,91	2,04	48	0,45	1,00	0,05	0	-6,80	4,97
TBS-MD-65-4 TBS-MD-65-0	3	-0,81	2,04	48	0,40	1,00	0,05	0	-6,70	5,07
TBS-MD-65-5 TBS-MD-65-0	4	2,59	2,04	48	1,26	0,82	0,05	0	-3,30	8,47
TBS-MD-65-6 TBS-MD-65-0	5	1,27	2,04	48	0,62	1,00	0,05	0	-4,62	7,15
TBS-MD-65-7 TBS-MD-65-0	6	-0,65	2,04	48	0,32	1,00	0,05	0	-6,54	5,23
TBS-MD-65-8 TBS-MD-65-0	7	2,96	2,04	48	1,45	0,69	0,05	0	-2,93	8,84
TBS-MD-65-9 TBS-MD-65-0	8	0,32	2,04	48	0,15	1,00	0,05	0	-5,57	6,20
TBS-MD-65-10 TBS-MD-65-0	9	2,73	2,04	48	1,34	0,77	0,05	0	-3,15	8,61
TBS-MD-65-11 TBS-MD-65-0	10	-2,01	2,04	48	0,99	0,95	0,05	0	-7,90	3,87
TBS-MD-65-12 TBS-MD-65-0	11	1,23	2,04	48	0,60	1,00	0,05	0	-4,66	7,11
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TBS-CD-65-1 TBS-CD-65-0	0	5,49	1,58	48	3,47	0,01	0,05	1	0,93	10,04
TBS-CD-65-2 TBS-CD-65-0	1	2,70	1,58	48	1,71	0,50	0,05	0	-1,85	7,26
TBS-CD-65-3 TBS-CD-65-0	2	4,73	1,58	48	2,99	0,04	0,05	1	0,18	9,28
TBS-CD-65-4 TBS-CD-65-0	3	3,94	1,58	48	2,49	0,12	0,05	0	-0,62	8,49
TBS-CD-65-5 TBS-CD-65-0	4	8,83	1,58	48	5,58	0,00	0,05	1	4,27	13,38
TBS-CD-65-6 TBS-CD-65-0	5	6,47	1,58	48	4,09	0,00	0,05	1	1,92	11,03
TBS-CD-65-7 TBS-CD-65-0	6	5,92	1,58	48	3,74	0,00	0,05	1	1,36	10,47

TBS-CD-65-8 TBS-CD-65-0	7	6,11	1,58	48	3,86	0,00	0,05	1	1,56	10,66
TBS-CD-65-9 TBS-CD-65-0	8	4,31	1,58	48	2,72	0,07	0,05	0	-0,24	8,86
TBS-CD-65-10 TBS-CD-65-0	9	5,16	1,58	48	3,26	0,02	0,05	1	0,61	9,72
TBS-CD-65-11 TBS-CD-65-0	10	5,31	1,58	48	3,35	0,01	0,05	1	0,75	9,86
TBS-CD-65-12 TBS-CD-65-0	11	4,94	1,58	48	3,12	0,03	0,05	1	0,38	9,49
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TBS-MD-75-1 TBS-MD-75-0	0	-3,65	2,11	64	1,73	0,55	0,05	0	-9,83	2,53
TBS-MD-75-2 TBS-MD-75-0	1	1,71	2,11	64	0,81	1,00	0,05	0	-4,47	7,90
TBS-MD-75-3 TBS-MD-75-0	2	0,99	2,11	64	0,47	1,00	0,05	0	-5,20	7,17
TBS-MD-75-4 TBS-MD-75-0	3	-5,52	2,11	64	2,62	0,11	0,05	0	-11,70	0,66
TBS-MD-75-5 TBS-MD-75-0	4	-2,62	2,11	64	1,24	0,89	0,05	0	-8,80	3,57
TBS-MD-75-6 TBS-MD-75-0	5	-1,83	2,11	64	0,87	0,99	0,05	0	-8,02	4,35
TBS-MD-75-7 TBS-MD-75-0	6	0,58	2,11	64	0,27	1,00	0,05	0	-5,61	6,76
TBS-MD-75-8 TBS-MD-75-0	7	1,34	2,11	64	0,64	1,00	0,05	0	-4,85	7,52
TBS-MD-75-9 TBS-MD-75-0	8	0,85	2,11	64	0,41	1,00	0,05	0	-5,33	7,04
TBS-MD-75-10 TBS-MD-75-0	9	-0,73	2,11	64	0,34	1,00	0,05	0	-6,91	5,46
TBS-MD-75-11 TBS-MD-75-0	10	-1,81	2,11	64	0,86	0,99	0,05	0	-8,00	4,37
TBS-MD-75-12 TBS-MD-75-0	11	-0,21	2,11	64	0,10	1,00	0,05	0	-6,39	5,97
TBS-MD-75-13 TBS-MD-75-0	12	-1,70	2,11	64	0,81	1,00	0,05	0	-7,89	4,48
TBS-MD-75-14 TBS-MD-75-0	13	-1,29	2,11	64	0,61	1,00	0,05	0	-7,47	4,89
TBS-MD-75-15 TBS-MD-75-0	14	-2,37	2,11	64	1,12	0,94	0,05	0	-8,55	3,81
TBS-MD-75-16 TBS-MD-75-0	15	-0,68	2,11	64	0,32	1,00	0,05	0	-6,87	5,50

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
TBS-CD-75-1 TBS-CD-75-0	0	4,02	2,11	64	1,90	0,42	0,05	0	-2,18	10,21
TBS-CD-75-2 TBS-CD-75-0	1	7,65	2,11	64	3,63	0,01	0,05	1	1,46	13,84
TBS-CD-75-3 TBS-CD-75-0	2	3,45	2,11	64	1,63	0,62	0,05	0	-2,75	9,64
TBS-CD-75-4 TBS-CD-75-0	3	3,83	2,11	64	1,82	0,49	0,05	0	-2,36	10,03
TBS-CD-75-5 TBS-CD-75-0	4	1,31	2,11	64	0,62	1,00	0,05	0	-4,89	7,50
TBS-CD-75-6 TBS-CD-75-0	5	4,31	2,11	64	2,04	0,34	0,05	0	-1,88	10,51
TBS-CD-75-7 TBS-CD-75-0	6	7,53	2,11	64	3,57	0,01	0,05	1	1,34	13,72
TBS-CD-75-8 TBS-CD-75-0	7	6,37	2,11	64	3,02	0,04	0,05	1	0,18	12,57
TBS-CD-75-9 TBS-CD-75-0	8	4,85	2,11	64	2,30	0,21	0,05	0	-1,34	11,05
TBS-CD-75-10 TBS-CD-75-0	9	2,94	2,11	64	1,39	0,80	0,05	0	-3,25	9,13
TBS-CD-75-11 TBS-CD-75-0	10	2,45	2,11	64	1,16	0,93	0,05	0	-3,75	8,64
TBS-CD-75-12 TBS-CD-75-0	11	4,56	2,11	64	2,16	0,27	0,05	0	-1,64	10,75
TBS-CD-75-13 TBS-CD-75-0	12	6,23	2,11	64	2,95	0,05	0,05	1	0,04	12,42
TBS-CD-75-14 TBS-CD-75-0	13	-0,41	2,11	64	0,20	1,00	0,05	0	-6,61	5,78
TBS-CD-75-15 TBS-CD-75-0	14	-0,41	2,11	64	0,20	1,00	0,05	0	-6,61	5,78
TBS-CD-75-16 TBS-CD-75-0	15	2,83	2,11	64	1,34	0,83	0,05	0	-3,37	9,02
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TBS-MD-85-1 TBS-MD-85-0	0	-2,64	2,23	64	1,18	0,92	0,05	0	-9,20	3,91
TBS-MD-85-2 TBS-MD-85-0	1	-6,36	2,23	64	2,85	0,06	0,05	0	-12,91	0,19
TBS-MD-85-3 TBS-MD-85-0	2	1,10	2,23	64	0,49	1,00	0,05	0	-5,45	7,65
TBS-MD-85-4 TBS-MD-85-0	3	-1,83	2,23	64	0,82	1,00	0,05	0	-8,38	4,72

TBS-MD-85-5 TBS-MD-85-0	4	-1,61	2,23	64	0,72	1,00	0,05	0	-8,16	4,94
TBS-MD-85-6 TBS-MD-85-0	5	-2,73	2,23	64	1,22	0,90	0,05	0	-9,28	3,82
TBS-MD-85-7 TBS-MD-85-0	6	-0,79	2,23	64	0,35	1,00	0,05	0	-7,34	5,76
TBS-MD-85-8 TBS-MD-85-0	7	-0,10	2,23	64	0,04	1,00	0,05	0	-6,65	6,45
TBS-MD-85-9 TBS-MD-85-0	8	-8,84	2,23	64	3,96	0,00	0,05	1	-15,39	-2,28
TBS-MD-85-10 TBS-MD-85-0	9	1,15	2,23	64	0,52	1,00	0,05	0	-5,40	7,71
TBS-MD-85-11 TBS-MD-85-0	10	0,11	2,23	64	0,05	1,00	0,05	0	-6,44	6,66
TBS-MD-85-12 TBS-MD-85-0	11	1,83	2,23	64	0,82	1,00	0,05	0	-4,72	8,38
TBS-MD-85-13 TBS-MD-85-0	12	-1,82	2,23	64	0,81	1,00	0,05	0	-8,37	4,74
TBS-MD-85-14 TBS-MD-85-0	13	-0,83	2,23	64	0,37	1,00	0,05	0	-7,38	5,72
TBS-MD-85-15 TBS-MD-85-0	14	-0,29	2,23	64	0,13	1,00	0,05	0	-6,84	6,26
TBS-MD-85-16 TBS-MD-85-0	15	-0,32	2,23	64	0,14	1,00	0,05	0	-6,87	6,24
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
TBS-CD-85-1 TBS-CD-85-0	0	1,21	2,22	64	0,55	1,00	0,05	0	-5,31	7,73
TBS-CD-85-2 TBS-CD-85-0	1	2,43	2,22	64	1,09	0,95	0,05	0	-4,09	8,94
TBS-CD-85-3 TBS-CD-85-0	2	6,66	2,22	64	3,00	0,04	0,05	1	0,14	13,18
TBS-CD-85-4 TBS-CD-85-0	3	-2,53	2,22	64	1,14	0,93	0,05	0	-9,05	3,99
TBS-CD-85-5 TBS-CD-85-0	4	1,25	2,22	64	0,56	1,00	0,05	0	-5,27	7,77
TBS-CD-85-6 TBS-CD-85-0	5	3,74	2,22	64	1,69	0,58	0,05	0	-2,77	10,26
TBS-CD-85-7 TBS-CD-85-0	6	2,82	2,22	64	1,27	0,87	0,05	0	-3,69	9,34
TBS-CD-85-8 TBS-CD-85-0	7	3,24	2,22	64	1,46	0,75	0,05	0	-3,28	9,75
TBS-CD-85-9 TBS-CD-85-0	8	0,35	2,22	64	0,16	1,00	0,05	0	-6,16	6,87

TBS-CD-85-10 TBS-CD-85-0	9	1,25	2,22	64	0,56	1,00	0,05	0	-5,26	7,77
TBS-CD-85-11 TBS-CD-85-0	10	4,55	2,22	64	2,05	0,33	0,05	0	-1,96	11,07
TBS-CD-85-12 TBS-CD-85-0	11	4,47	2,22	64	2,01	0,36	0,05	0	-2,05	10,98
TBS-CD-85-13 TBS-CD-85-0	12	5,47	2,22	64	2,46	0,15	0,05	0	-1,05	11,99
TBS-CD-85-14 TBS-CD-85-0	13	1,17	2,22	64	0,53	1,00	0,05	0	-5,34	7,69
TBS-CD-85-15 TBS-CD-85-0	14	6,67	2,22	64	3,01	0,04	0,05	1	0,16	13,19
TBS-CD-85-16 TBS-CD-85-0	15	5,45	2,22	64	2,46	0,15	0,05	0	-1,06	11,97

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0.05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0.05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

Élongation à la rupture (PBE)

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
PBE-MD-65-1 PBE-MD-65-0	0	16,56	28,60	48	0,58	1,00	0,05	0	-65,75	98,88
PBE-MD-65-2 PBE-MD-65-0	1	-61,00	28,60	48	2,13	0,25	0,05	0	-143,31	21,32
PBE-MD-65-3 PBE-MD-65-0	2	-9,74	28,60	48	0,34	1,00	0,05	0	-92,05	72,58
PBE-MD-65-4 PBE-MD-65-0	3	-10,17	28,60	48	0,36	1,00	0,05	0	-92,49	72,15
PBE-MD-65-5 PBE-MD-65-0	4	34,18	28,60	48	1,20	0,86	0,05	0	-48,13	116,50
PBE-MD-65-6 PBE-MD-65-0	5	20,91	28,60	48	0,73	0,99	0,05	0	-61,41	103,23
PBE-MD-65-7 PBE-MD-65-0	6	-14,24	28,60	48	0,50	1,00	0,05	0	-96,55	68,08
PBE-MD-65-8 PBE-MD-65-0	7	20,74	28,60	48	0,73	0,99	0,05	0	-61,58	103,06
PBE-MD-65-9 PBE-MD-65-0	8	10,25	28,60	48	0,36	1,00	0,05	0	-72,07	92,57
PBE-MD-65-10 PBE-MD-65-0	9	28,42	28,60	48	0,99	0,95	0,05	0	-53,89	110,74
PBE-MD-65-11 PBE-MD-65-0	10	-18,31	28,60	48	0,64	1,00	0,05	0	-100,63	64,01
PBE-MD-65-12 PBE-MD-65-0	11	20,31	28,60	48	0,71	1,00	0,05	0	-62,01	102,63
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PBE-CD-65-1 PBE-CD-65-0	0	60,33	24,86	48	2,43	0,14	0,05	0	-11,20	131,86
PBE-CD-65-2 PBE-CD-65-0	1	23,71	24,86	48	0,95	0,96	0,05	0	-47,82	95,24
PBE-CD-65-3 PBE-CD-65-0	2	59,23	24,86	48	2,38	0,15	0,05	0	-12,30	130,76
PBE-CD-65-4 PBE-CD-65-0	3	31,84	24,86	48	1,28	0,81	0,05	0	-39,69	103,37
PBE-CD-65-5 PBE-CD-65-0	4	106,82	24,86	48	4,30	0,00	0,05	1	35,29	178,35
PBE-CD-65-6 PBE-CD-65-0	5	83,06	24,86	48	3,34	0,02	0,05	1	11,53	154,59
PBE-CD-65-7 PBE-CD-65-0	6	63,06	24,86	48	2,54	0,11	0,05	0	-8,47	134,59

PBE-CD-65-8 PBE-CD-65-0	7	68,72	24,86	48	2,76	0,07	0,05	0	-2,81	140,25
PBE-CD-65-9 PBE-CD-65-0	8	49,90	24,86	48	2,01	0,31	0,05	0	-21,63	121,43
PBE-CD-65-10 PBE-CD-65-0	9	56,45	24,86	48	2,27	0,19	0,05	0	-15,08	127,98
PBE-CD-65-11 PBE-CD-65-0	10	86,35	24,86	48	3,47	0,01	0,05	1	14,82	157,88
PBE-CD-65-12 PBE-CD-65-0	11	59,90	24,86	48	2,41	0,14	0,05	0	-11,63	131,43
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PBE-MD-75-1 PBE-MD-75-0	0	-28,98	28,96	64	1,00	0,97	0,05	0	-113,98	56,03
PBE-MD-75-2 PBE-MD-75-0	1	21,46	28,96	64	0,74	1,00	0,05	0	-63,54	106,47
PBE-MD-75-3 PBE-MD-75-0	2	19,60	28,96	64	0,68	1,00	0,05	0	-65,40	104,61
PBE-MD-75-4 PBE-MD-75-0	3	-67,62	28,96	64	2,33	0,20	0,05	0	-152,62	17,39
PBE-MD-75-5 PBE-MD-75-0	4	-19,25	28,96	64	0,66	1,00	0,05	0	-104,26	65,76
PBE-MD-75-6 PBE-MD-75-0	5	-29,93	28,96	64	1,03	0,97	0,05	0	-114,94	55,08
PBE-MD-75-7 PBE-MD-75-0	6	12,51	28,96	64	0,43	1,00	0,05	0	-72,50	97,52
PBE-MD-75-8 PBE-MD-75-0	7	12,09	28,96	64	0,42	1,00	0,05	0	-72,92	97,10
PBE-MD-75-9 PBE-MD-75-0	8	3,40	28,96	64	0,12	1,00	0,05	0	-81,60	88,41
PBE-MD-75-10 PBE-MD-75-0	9	-12,92	28,96	64	0,45	1,00	0,05	0	-97,93	72,08
PBE-MD-75-11 PBE-MD-75-0	10	-5,32	28,96	64	0,18	1,00	0,05	0	-90,32	79,69
PBE-MD-75-12 PBE-MD-75-0	11	0,66	28,96	64	0,02	1,00	0,05	0	-84,35	85,66
PBE-MD-75-13 PBE-MD-75-0	12	-17,45	28,96	64	0,60	1,00	0,05	0	-102,46	67,56
PBE-MD-75-14 PBE-MD-75-0	13	-12,97	28,96	64	0,45	1,00	0,05	0	-97,98	72,04
PBE-MD-75-15 PBE-MD-75-0	14	-24,77	28,96	64	0,86	0,99	0,05	0	-109,78	60,24
PBE-MD-75-16 PBE-MD-75-0	15	-2,65	28,96	64	0,09	1,00	0,05	0	-87,66	82,36

	Index	Mean Difference	Std. Error	DF	|t| value	Prob> |t|	Alpha	Sig Flag	95,00% LCL	95,00% UCL
PBE-CD-75-1 PBE-CD-75-0	0	71,63	31,38	64	2,28	0,22	0,05	0	-20,48	163,74
PBE-CD-75-2 PBE-CD-75-0	1	97,50	31,38	64	3,11	0,03	0,05	1	5,39	189,61
PBE-CD-75-3 PBE-CD-75-0	2	79,65	31,38	64	2,54	0,13	0,05	0	-12,46	171,76
PBE-CD-75-4 PBE-CD-75-0	3	58,63	31,38	64	1,87	0,45	0,05	0	-33,48	150,74
PBE-CD-75-5 PBE-CD-75-0	4	35,27	31,38	64	1,12	0,94	0,05	0	-56,84	127,38
PBE-CD-75-6 PBE-CD-75-0	5	36,84	31,38	64	1,17	0,92	0,05	0	-55,27	128,95
PBE-CD-75-7 PBE-CD-75-0	6	89,56	31,38	64	2,85	0,06	0,05	0	-2,55	181,67
PBE-CD-75-8 PBE-CD-75-0	7	75,27	31,38	64	2,40	0,17	0,05	0	-16,84	167,38
PBE-CD-75-9 PBE-CD-75-0	8	43,35	31,38	64	1,38	0,81	0,05	0	-48,76	135,46
PBE-CD-75-10 PBE-CD-75-0	9	42,16	31,38	64	1,34	0,83	0,05	0	-49,95	134,27
PBE-CD-75-11 PBE-CD-75-0	10	39,48	31,38	64	1,26	0,88	0,05	0	-52,63	131,59
PBE-CD-75-12 PBE-CD-75-0	11	66,62	31,38	64	2,12	0,29	0,05	0	-25,49	158,73
PBE-CD-75-13 PBE-CD-75-0	12	91,87	31,38	64	2,93	0,05	0,05	0	-0,24	183,98
PBE-CD-75-14 PBE-CD-75-0	13	-16,21	31,38	64	0,52	1,00	0,05	0	-108,32	75,90
PBE-CD-75-15 PBE-CD-75-0	14	-16,21	31,38	64	0,52	1,00	0,05	0	-108,32	75,90
PBE-CD-75-16 PBE-CD-75-0	15	32,17	31,38	64	1,03	0,97	0,05	0	-59,94	124,28
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PBE-MD-85-1 PBE-MD-85-0	0	-23,57	30,90	64	0,76	1,00	0,05	0	-114,27	67,12
PBE-MD-85-2 PBE-MD-85-0	1	-86,06	30,90	64	2,79	0,07	0,05	0	-176,75	4,64
PBE-MD-85-3 PBE-MD-85-0	2	4,32	30,90	64	0,14	1,00	0,05	0	-86,38	95,01
PBE-MD-85-4 PBE-MD-85-0	3	-12,68	30,90	64	0,41	1,00	0,05	0	-103,37	78,02

PBE-MD-85-5 PBE-MD-85-0	4	-0,27	30,90	64	0,01	1,00	0,05	0	-90,96	90,43
PBE-MD-85-6 PBE-MD-85-0	5	-33,47	30,90	64	1,08	0,95	0,05	0	-124,16	57,23
PBE-MD-85-7 PBE-MD-85-0	6	-13,89	30,90	64	0,45	1,00	0,05	0	-104,59	76,80
PBE-MD-85-8 PBE-MD-85-0	7	-3,50	30,90	64	0,11	1,00	0,05	0	-94,20	87,19
PBE-MD-85-9 PBE-MD-85-0	8	-132,99	30,90	64	4,30	0,00	0,05	1	-223,68	-42,29
PBE-MD-85-10 PBE-MD-85-0	9	16,42	30,90	64	0,53	1,00	0,05	0	-74,27	107,11
PBE-MD-85-11 PBE-MD-85-0	10	11,19	30,90	64	0,36	1,00	0,05	0	-79,50	101,89
PBE-MD-85-12 PBE-MD-85-0	11	37,90	30,90	64	1,23	0,90	0,05	0	-52,79	128,60
PBE-MD-85-13 PBE-MD-85-0	12	-27,66	30,90	64	0,90	0,99	0,05	0	-118,36	63,03
PBE-MD-85-14 PBE-MD-85-0	13	13,86	30,90	64	0,45	1,00	0,05	0	-76,83	104,55
PBE-MD-85-15 PBE-MD-85-0	14	-2,03	30,90	64	0,07	1,00	0,05	0	-92,72	88,67
PBE-MD-85-16 PBE-MD-85-0	15	6,10	30,90	64	0,20	1,00	0,05	0	-84,59	96,80
	Index	**Mean Difference**	**Std. Error**	**DF**	**|t| value**	**Prob> |t|**	**Alpha**	**Sig Flag**	**95,00% LCL**	**95,00% UCL**
PBE-CD-85-1 PBE-CD-85-0	0	24,68	33,41	64	0,74	1,00	0,05	0	-73,40	122,76
PBE-CD-85-2 PBE-CD-85-0	1	23,95	33,41	64	0,72	1,00	0,05	0	-74,13	122,03
PBE-CD-85-3 PBE-CD-85-0	2	85,24	33,41	64	2,55	0,12	0,05	0	-12,84	183,32
PBE-CD-85-4 PBE-CD-85-0	3	-33,44	33,41	64	1,00	0,97	0,05	0	-131,52	64,64
PBE-CD-85-5 PBE-CD-85-0	4	27,19	33,41	64	0,81	1,00	0,05	0	-70,89	125,27
PBE-CD-85-6 PBE-CD-85-0	5	43,62	33,41	64	1,31	0,85	0,05	0	-54,46	141,70
PBE-CD-85-7 PBE-CD-85-0	6	37,80	33,41	64	1,13	0,94	0,05	0	-60,28	135,88
PBE-CD-85-8 PBE-CD-85-0	7	54,26	33,41	64	1,62	0,63	0,05	0	-43,82	152,34
PBE-CD-85-9 PBE-CD-85-0	8	-15,63	33,41	64	0,47	1,00	0,05	0	-113,71	82,45

PBE-CD-85-10 PBE-CD-85-0	9	8,32	33,41	64	0,25	1,00	0,05	0	-89,76	106,40
PBE-CD-85-11 PBE-CD-85-0	10	66,14	33,41	64	1,98	0,38	0,05	0	-31,94	164,22
PBE-CD-85-12 PBE-CD-85-0	11	56,94	33,41	64	1,70	0,57	0,05	0	-41,14	155,02
PBE-CD-85-13 PBE-CD-85-0	12	63,42	33,41	64	1,90	0,43	0,05	0	-34,66	161,50
PBE-CD-85-14 PBE-CD-85-0	13	31,83	33,41	64	0,95	0,98	0,05	0	-66,25	129,91
PBE-CD-85-15 PBE-CD-85-0	14	88,74	33,41	64	2,66	0,10	0,05	0	-9,34	186,82
PBE-CD-85-16 PBE-CD-85-0	15	65,43	33,41	64	1,96	0,39	0,05	0	-32,65	163,51

Sig equals 1 indicates that the difference of the means is significant at the 0.05 level.

Sig equals 0 indicates that the difference of the means is not significant at the 0.05 level.

Sig equals -1 indicates that the difference of the means is not tested.

ANNEXE G TRAITEMENTS STATISTIQUES DES DONNÉES – CHAPITRE 6

1) Pour les épaisseurs (T_g) des GM lisses des sites MN et N

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
MNU	10	0,18	0,94	Can't reject normality
MNS	10	0,19	0,86	Can't reject normality
NU	10	0,16	1,00	Can't reject normality
NS	10	0,16	1,00	Can't reject normality

Test de Student pour la comparaison des épaisseurs des zones stables (U) et des zones affaissées (S) pour l'étude de l'effet du tassement

MNU vs MNS	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	2,90	18,00	0,01
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,90	18,00	0,01
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0.05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0.05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

NU vs NS	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	4,31	18,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	4,31	16,16	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0.05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0.05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

2) Pour les indices carbonyles (CI) des GM des sites MN, N et A sur chaque zone U et S et de chaque face : face supérieure (U) et face inférieure (D)

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
MNU_D	5	0,24	0,96	Can't reject normality
MNU_U	5	0,29	0,73	Can't reject normality
MNS_D	5	0,20	1,00	Can't reject normality
MNS_U	5	0,17	1,00	Can't reject normality
NU_D	5	0,20	1,00	Can't reject normality
NU_U	5	0,21	1,00	Can't reject normality
NS_D	5	0,25	0,94	Can't reject normality
NS_U	5	0,33	0,55	Can't reject normality
AU_D	5	0,24	0,97	Can't reject normality
AU_U	5	0,28	0,77	Can't reject normality
AS_D	5	0,25	0,94	Can't reject normality
AS_U	5	0,22	1,00	Can't reject normality

Test de Student pour la comparaison des CI de chaque face de la GM sur une même zone (D vs U) pour l'étude de l'effet de l'exposition

MNU - D vs U	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	-4,94	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-4,94	6,91	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
MNS - D vs U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,70	8,00	0,50
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,70	4,46	0,52
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

NU - D vs U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,32	8,00	0,05
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,32	7,93	0,05
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
NS - D vs U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,38	8,00	0,04
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,38	4,65	0,07
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
AU - D vs U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,38	8,00	0,71
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,38	7,31	0,71
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
AS - D vs U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,72	8,00	0,12
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,72	7,49	0,13
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

Test de Student pour la comparaison des CI de chaque zone d'échantillonnage GM sur une même face (U vs S) pour l'étude de l'effet du tassement

MNU vs MNS - D	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,30	8,00	0,23

Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,30	4,65	0,25
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
MNU vs MNS - U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,71	8,00	0,03
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,71	6,21	0,03
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
NU vs NS -D	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,24	8,00	0,25
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,24	6,54	0,26
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
NU vs NS - U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,43	8,00	0,19
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,43	5,48	0,21
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
AU vs AS - D	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,11	8,00	0,07
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,11	5,39	0,08
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			

At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
AU vs AS - U	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	1,17	8,00	0,27
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	1,17	5,27	0,29
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

3) Pour les propriétés mécaniques des GM des sites MN, N et A sur chaque zone U et S et dans les deux directions MD et CD

Test de normalité de Kolmogorov-Smirnov

Properties	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
MNU - MD				
TYS	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,34	0,50	Can't reject normality
TBS	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,34	0,53	Can't reject normality
MNU - CD				
TYS	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,39	0,35	Can't reject normality
TBS	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,21	1,00	Can't reject normality
MNS - MD				
TYS	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,41	0,28	Can't reject normality
TBS	5	0,21	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,24	0,99	Can't reject normality
MNS - CD				
TYS	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,13	1,00	Can't reject normality
TBS	5	0,36	0,44	Can't reject normality
PBE	5	0,19	1,00	Can't reject normality
NU - MD				
TYS	5	0,17	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS	5	0,16	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,22	1,00	Can't reject normality
NU - CD				
TYS	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,31	0,64	Can't reject normality
TBS	5	0,25	0,90	Can't reject normality
PBE	5	0,27	0,82	Can't reject normality
NS - MD				
TYS	5	0,19	1,00	Can't reject normality
PYE	5	0,22	1,00	Can't reject normality
TBS	5	0,23	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,23	1,00	Can't reject normality
NS - CD				

TYS	5	0,29	0,75	Can't reject normality
PYE	5	0,23	1,00	Can't reject normality
TBS	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,19	1,00	Can't reject normality
AU - MD				
TYS	5	0,25	0,94	Can't reject normality
PYE	5	0,35	0,46	Can't reject normality
TBS	5	0,22	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,26	0,87	Can't reject normality
AU - CD				
TYS	5	0,31	0,64	Can't reject normality
PYE	5	0,27	0,81	Can't reject normality
TBS	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,37	0,40	Can't reject normality
AS - MD				
TYS	5	0,24	0,97	Can't reject normality
PYE	5	0,35	0,46	Can't reject normality
TBS	5	0,20	1,00	Can't reject normality
PBE	5	0,23	1,00	Can't reject normality
AS - CD				
TYS	5	0,25	0,93	Can't reject normality
PYE	5	0,32	0,60	Can't reject normality
TBS	5	0,28	0,77	Can't reject normality
PBE	5	0,24	0,97	Can't reject normality

Test de Student pour la comparaison des propriétés mécaniques des deux zones U et S pour l'étude de l'effet du tassement

TYS			
TYS-MD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,85	8,00	0,42
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,85	5,35	0,43
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-CD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,33	8,00	0,75
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,33	5,11	0,75
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-MD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,05	8,00	0,32
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,05	4,30	0,35
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-CD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,70	8,00	0,13
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,70	7,26	0,13
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-MD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	6,75	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	6,75	5,40	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
TYS-CD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,09	8,00	0,07
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,09	7,05	0,07
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE			
PYE-MD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,180	8,00	0,27
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,180	7,87	0,27
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE-CD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,57	8,00	0,03
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,57	5,67	0,04
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

PYE-MD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,52	8,00	0,62
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,52	7,97	0,62
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE-CD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,75	8,00	0,47
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,75	6,92	0,48
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE-MD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,86	8,00	0,42
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,86	7,96	0,42
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE-CD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,06	8,00	0,96
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,06	5,00	0,96
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS			
TBS-MD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**

Equal Variance Assumed	6,35	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	6,35	4,37	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
TBS-CD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,57	8,00	0,03
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,57	5,67	0,04
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
TBS-MD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,31	8,00	0,23
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,31	4,26	0,26
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-CD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	1,30	8,00	0,23
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	1,30	8,00	0,23
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-MD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,63	8,00	0,55
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,63	6,14	0,55
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			

At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-CD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,70	8,00	0,50
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,70	7,00	0,50
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE			
PBE-MD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	5,65	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	5,65	4,61	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PBE-CD - MNU vs MNS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-4,33	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-4,33	7,84	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PBE-MD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,25	8,00	0,25
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,25	4,30	0,28
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-CD - NU vs NS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	1,13	8,00	0,29
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	1,13	7,99	0,29
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-MD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,78	8,00	0,46
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,78	7,08	0,46
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-CD - AU vs AS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,25	8,00	0,25
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,25	5,10	0,27
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

Test de Student pour la comparaison des propriétés mécaniques suivant les deux directions MD et CD pour l'étude de l'anisotropie

TYS			
TYS-MNU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,20	8,00	0,26
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,20	7,64	0,27
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-MNS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,73	8,00	0,49
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,73	7,30	0,49
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-NU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-5,19	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-5,19	5,38	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
TYS-NS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-9,36	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-9,36	4,86	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

TYS-AU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,09	8,00	0,93
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,09	8,00	0,93
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TYS-AS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-5,95	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-5,95	6,78	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PYE			
PYE-MNU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,15	8,00	0,88
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,15	7,93	0,88
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PYE-MNS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	3,33	8,00	0,01
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	3,33	6,45	0,01
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PYE-NU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	17,09	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	17,09	7,71	0,00

Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PYE-NS - MD vs CS	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	20,52	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	20,52	7,45	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PYE-AU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	5,09	8,00	0,00
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	5,09	6,58	0,00
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PYE-AS - MD vs CD	t Statistic	DF	Prob>|t|
Equal Variance Assumed	3,63	8,00	0,01
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	3,63	6,22	0,01
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
TBS			
TBS-MNU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	2,62	8,00	0,03
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	2,62	5,54	0,04
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			

TBS-MNS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,36	8,00	0,72
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,36	5,56	0,73
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-NU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,88	8,00	0,10
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,88	5,58	0,11
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-NS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,22	8,00	0,83
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,22	5,24	0,83
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-AU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,90	8,00	0,39
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,90	5,25	0,41
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
TBS-AS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	1,04	8,00	0,33

Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	1,04	4,17	0,35
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE			
PBE-MNU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	1,01	8,00	0,34
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	1,01	5,86	0,35
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-MNS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-1,85	8,00	0,10
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-1,85	5,76	0,12
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-NU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-3,16	8,00	0,01
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-3,16	6,19	0,02
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PBE-NS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-2,62	8,00	0,03
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-2,62	5,08	0,05
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			

Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is significantly different from 0			
PBE-AU - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	-0,86	8,00	0,41
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	-0,86	6,59	0,42
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
PBE-AS - MD vs CD	**t Statistic**	**DF**	**Prob>|t|**
Equal Variance Assumed	0,30	8,00	0,77
Equal Variance NOT Assumed (Welch Correction)	0,30	4,19	0,78
Null Hypothesis: mean1-mean2 = 0			
Alternative Hypothesis: mean1-mean2 <> 0			
At 0,05 level, when equal variance is assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			
At 0,05 level, when equal variance is NOT assumed, Mean1 - Mean2 is NOT significantly different from 0			

ANNEXE H PROPRIÉTÉS INITIALES DES GÉOMEMBRANES TELLES QUE DONNÉES PAR LE FOURNISSEUR

PEHD : Solmax 460W-2000

PEBDL : Solmax 860W-2000 (1010187)

SOLMAX

TECHNICAL DATA SHEET

Geomembrane HDPE Smooth

Solmax, 2801 Boul. Marie-Victorin, Varennes, Qc, Canada, J3X 1P7
Tel.: (450) 929-1234 Fax: (450) 929-2550 www.solmax.com

PROPERTY	TEST METHOD	FREQUENCY (1)	UNIT Metric	Solmax 460W-2000
SPECIFICATIONS				
Thickness (min. avg.)	ASTM D-5199	Every roll	mm	1.50
Thickness (min.)	ASTM D-5199	Every roll	mm	1.35
Resin Density	ASTM D-1505	1/Batch	g/cc	> 0.932
Melt Index - 190/2.16 (max.)	ASTM D-1238	1/Batch	g/10 min	1.0
Sheet Density (8)	ASTM D-1505	Every 2 rolls	g/cc	≥ 0.940
Carbon Black Content (9)	ASTM D-4218	Every 2 rolls	%	2.0 - 3.0
Carbon Black Dispersion	ASTM D-5596	Every 6 rolls	Category	Cat. 1 / Cat. 2
OIT - standard (avg.)	ASTM D-3895	1/Batch	min	100
Tensile Properties (min. avg) (2)	ASTM D-6693	Every 2 rolls		
Strength at Yield			kN/m	22
Elongation at Yield			%	13
Strength at Break			kN/m	42
Elongation at Break			%	700
Tear Resistance (min. avg.)	ASTM D-1004	Every 6 rolls	N	187
Puncture Resistance (min. avg.)	ASTM D-4833	Every 6 rolls	N	540
Dimensional Stability	ASTM D-1204	Certification	%	± 2
Stress Crack Resistance (SP-NCTL)	ASTM D-5397	1/Batch	hr	500
Oven Aging - % retained after 90 days	ASTM D-5721	Per formulation (5)		
HP OIT (min. avg.)	ASTM D-5885		%	80
UV Resistance - % retained after 1600 hr	GRI-GM-11	Per formulation (5)		
HP-OIT (min. avg.)	ASTM D-5885		%	50
SUPPLY SPECIFICATIONS (Roll dimensions may vary ±1%)				
Roll Dimension - Width	-		m	6.80
Roll Dimension - Length	-		m	158.5
Area (Surface/Roll)	-		m²	1077.8
Color (one side) (4)	-	-		White

NOTES

1. Testing frequency based on standard roll dimensions and one batch is approximately 180,000 lbs (or one railcar).
2. Machine Direction (MD) and Cross Machine Direction (XMD or TD) average values should be on the basis of 5 specimens each direction.
4. Smooth edge may not have the same consistent shade of color as the membrane itself. The colored layer may cause the carbon black content results to be higher than 3%.
5. Certified by core (black) formulation on geomembrane roll or molded plaque.
8. Correlation table is available for ASTM D792 vs ASTM D1505. Both methods give the same results.
9. Correlation table is available for ASTM D1603 vs ASTM D4218. Both methods give the same results.

* All values are nominal test results, except when specified as minimum or maximum.
* The information contained herein is provided for reference purposes only and is not intended as a warranty of guarantee. Final determination of suitability for use contemplated is the sole responsability of the user. SOLMAX assumes no liability in connection with the use of this information.

SOLMAX

TECHNICAL DATA SHEET

LLDPE Series, 1.50 mm

White Reflective, Smooth

2801 Marie-Victorin Blvd. Varennes, Quebec Canada J3X 1P7
Tel: (450) 929-1234 Sales: (450) 929-2544 Toll free in North America:1-800-571-3904 www.Solmax.com www.solmax.com

PROPERTY	TEST METHOD	FREQUENCY(1)	UNIT Metric	1010187
SPECIFICATIONS				
Thickness (min. avg.)	ASTM D-5199	Every roll	mm	1.50
Thickness (min.)	ASTM D-5199	Every roll	mm	1.35
Melt Index - 190/2.16 (max.)	ASTM D-1238	1/Batch	g/10 min	1.0
Sheet Density (8)	ASTM D-792	Every 10 rolls	g/cc	≤ 0.939
Carbon Black Content (9)	ASTM D-4218	Every 2 rolls	%	2.0 - 3.0
Carbon Black Dispersion	ASTM D-5596	Every 10 rolls	Category	Cat. 1 / Cat. 2
OIT - standard (avg.)	ASTM D-3895	1/Batch	min	100
Tensile Properties (min. avg) (2)	ASTM D-6693	Every 2 rolls		
Strength at Break			kN/m	44
Elongation at Break			%	800
2% Modulus (max.)	ASTM D-5323	Per formulation	kN/m	630
Tear Resistance (min. avg.)	ASTM D-1004	Every 5 rolls	N	150
Puncture Resistance (min. avg.)	ASTM D-4833	Every 5 rolls	N	415
Dimensional Stability	ASTM D-1204	Certified	%	± 2
Multi-Axial Tensile (min.)	ASTM D-5617	Per formulation	%	30
Oven Aging - % retained after 90 days	ASTM D-5721	Per formulation (5)		
STD OIT (min. avg.)	ASTM D-3895		%	35
HP OIT (min. avg.)	ASTM D-5885		%	60
UV Resistance - % retained after 1600 hr	ASTM D-7238	Per formulation (5)		
HP-OIT (min. avg.)	ASTM D-5885		%	35
Low Temperature Brittleness	ASTM D-746	Certified	°C	- 77
SUPPLY SPECIFICATIONS (Roll dimensions may vary ±1%)				
Roll Dimension - Width	-		m	6.80
Roll Dimension - Length	-		m	158.5
Area (Surface/Roll)	-		m^2	1077.8
Color (one side) (4)	-	-		White

NOTES

1. Testing frequency based on standard roll dimension and one batch is approximately 180,000 lbs (or one railcar).
2. Machine Direction (MD) and Cross Machine Direction (XMD or TD) average values should be on the basis of 5 specimens each direction.
4. Smooth edge may not have the same consistent shade of color as the membrane itself. The colored layer may cause the carbon black content results to be higher than 3%.
5. Certified by core (black) formulation on geomembrane roll or molded plaque.
8. Correlation table is available for ASTM D792 vs ASTM D1505. Both methods give the same results.
9. Correlation table is available for ASTM D1603 vs ASTM D4218. Both methods give the same results.

* All values are nominal test results, except when specified as minimum or maximum.
* The information contained herein is provided for reference purposes only and is not intended as a warranty of guarantee. Final determination of suitability for use contemplated is the sole responsability of the user. SOLMAX assumes no liability in connection with the use of this information.

Solmax is not a design professional and has not performed any design services to determine if Solmax's goods comply with any project plans or specifications, or with the application or use of Solmax's goods to any particular system, project, purpose, installation or specification.