

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Mémoire de master

Présenté à l'Université 8 Mai 1945 de Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de : Génie Civil & Hydraulique

Spécialité : Génie civil

Option : Structures

Présenté par :

HOUMA AMIRA ROUA

**Thème : Valorisation des déchets organiques dans la
formulation des matériaux cimentaires
(Caractérisation et optimisation)**

Sous la direction de : **Dr. Nigri Ghania**

Juin 2024

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce à notre créateur (dieu) et plusieurs personnes à qui je voudrais témoigner toute ma gratitude.

Je voudrais tout d'abord adresser toute ma reconnaissance aux directrices de ce mémoire, Dr Ghania NIGRI et Pr Soraya NIGRI, pour ses patiences, ses disponibilités et surtout ses judicieux conseils, qui ont contribué à alimenter ma réflexion.

Je tiens à remercier les membres du jury, pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'examiner ce mémoire et pour leur bienveillante attention.

Je remercie mes très chers parents, qui ont toujours été là pour moi.

Je remercie mes grands-parents, et mes frères Rami et Taki, pour leurs encouragements.

Je remercie sincèrement mon très cher cousin Mohamed Fekher El-Islem pour tous qu'il avait fait pour moi.

Résumés

Résumé

Ce travail de recherche s'inscrit dans le cadre de la valorisation des déchets et sous-produits de l'industrie dans le domaine du Génie Civil. Il consiste à préparer à partir du grignon d'olive un bio- inhibiteur (anti-corrosif). Ce dernier sera ajouté à l'eau de gâchage lors de la préparation du béton armé. Avec un optimum de 7.5/70 en volume d'inhibiteur sur volume d'eau, notre produit prouve son efficacité dans le milieu acide comme dans le milieu marin. Lors de la vérification de l'effet du nouvel inhibiteur sur les propriétés du mortier, on a constaté une diminution de la porosité accessible à l'eau et de l'absorption capillaire tandis que aucun effet n'est observé sur les autres propriétés.

Mots Clés : Inhibiteur, Corrosion, Milieu agressif, Porosité, Absorption capillaire.

ملخص

يعد هذا العمل البحثي جزءاً من تثمين النفايات والمنتجات الثانوية من الصناعة في مجال الهندسة المدنية. ويتكون من تحضير مثبط حيوي (مضاد للتآكل) من ثقل الزيتون. سيتم إضافة الأخير إلى ماء الخلط أثناء تحضير الخرسانة المسلحة. مع الحجم الأمثل للمثبط 70/7.5 لكل حجم من الماء، أثبت منتجنا فعاليته في كل من البيئات الحمضية والبحرية. عند التحقق من تأثير المانع الجديد على خصائص الملاط، لوحظ انخفاض في المسامية القابلة للوصول إلى الماء والامتصاص الشعري بينما لم يلاحظ أي تأثير على الخصائص الأخرى.

الكلمات المفتاحية: المانع، التآكل، البيئة العدوانية، المسامية، الامتصاص الشعري.

Abstract

This research work is part of the valorization of waste and by-products from industry in the field of Civil Engineering. It consists of preparing a bio-inhibitor (anti-corrosive) from olive pomace. The latter will be added to the mixing water during the preparation of the reinforced concrete. With an optimum of 7.5/70 in volume of inhibitor per volume of water, our product proves its effectiveness in both acidic and marine environments. When checking the effect of the new inhibitor on the properties of the mortar, a reduction in water-accessible porosity and capillary absorption was noted while no effect was observed on the other properties.

Keywords: Inhibitor, Corrosion, Aggressive environment, Porosity, Capillary absorption.

Sommaire

Liste des Tableaux

Liste des Figures

Sommaire	
Chapitre I : Synthèse Bibliographique	3
I.1. Introduction.	3
I.2. Définition de la corrosion.	4
I.3. Différents modes de corrosion.	4
I.3.1. Corrosion chimique.	4
I.3.2. Corrosion biochimique.	5
I.3.3. Corrosion en présence d'une sollicitation mécanique.	5
I.3.4. Corrosion électrochimique.	5
I.3.4.1. Corrosion uniforme ou généralisée.	6
I.3.4.2. Corrosion localisée.	6
a. Corrosion par piqûres.	6
b. Corrosion galvanique.	7
c. Corrosion caverneuse.	7
d. Corrosion sous contrainte.	8
e. Corrosion sélective.	8
f. Corrosion érosion/abrasion/cavitation.	9
g. Fragilisation par l'hydrogène.	9
I.4. Facteurs influençant de corrosion.	9
I.4.1. Effet de la température.	9
I.4.2. Effet de la concentration du milieu ambiant : l'acidité et salinité.	10
I.4.3. pH du milieu.	10
I.4.4. Régime hydrodynamique.	10
I.5. Phénomène de corrosion dans les structures en béton armé.	11
I.5.1. Causes de dégradations par pénétration des agents extérieurs.	11
I.5.1.1. Carbonatation.	12
I.5.1.2. Chlorures.	13
I.5.2. Mécanisme de corrosion dans le béton armé.	13
I.5.3. Facteurs influents sur la corrosion des armatures du béton.	14
I.5.4. Aspect économique de la corrosion.	15
I.2.6. Influence de la corrosion sur la durabilité des structures en béton armé.	16
I.3. Lutte contre la corrosion.	16
I.3.1 Définition d'inhibiteur.	16

I.3.2. Propriétés des inhibiteurs.	17
I.3.3. Types des inhibiteurs.	17
I.3.3.1. Inhibiteur organique.	17
I.3.3.2. Inhibiteurs minéraux : à base de fluorophosphates.	17
I.3.4. Inhibiteurs utilisés pour le béton armé.	18
I.3.4.1. Inhibiteurs inorganiques.	18
I.3.4.2. Composés organiques.	18
I.4. Généralités sur les grignons d'olives.	18
I.4.1. Types de grignon.	18
I.4.1.1. Grignon brut.	18
I.4.1.2. Grignon épuisé.	18
I.4.1.3. Grignon partiellement dénoyauté.	18
I.4.1.4. Pulpe d'olive.	19
I.4.3. Production totale des olives et leurs destinations en Algérie (2011-2020).	19
I.4.5. Conservation des grignons d'olive.	20
I.4.6. Valorisation des grignons d'olives.	20
I.4.6.1. Aliment de bétail.	20
I.4.6.2. Biocombustible.	20
I.4.6.3. Huile de grignons d'olive.	20
I.5. Conclusion.	21
Références Bibliographiques du chapitre I.	
Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales	25
Partie 01 : Inhibition	25
II.1. Introduction.	25
II.2. Matériaux d'étude.	25
II.2.1. Acier rond lisse.	26
II.2.1.1. Préparation des barres d'acier.	28
II.2.1.2. Conservation et Stockage des barres.	28
II.2.2. Préparation de la solution béton.	28
II.2.3. Milieu corrosif.	28
II.2.4. Inhibiteur (bio-adjuvant).	29
II.2.4.1 Préparation de l'extraction de grignon.	29
a) Matériels utilisés.	29

b) Mode opératoire.	30
II.2.5. Préparation des milieux corrosifs.	30
II.2.5.1. Milieu béton-acide.	31
II.2.5.2. Milieu béton-eau de mer.	31
II.2.5.2.1. Composition chimique de l'eau de mer.	33
II.3. Essais effectués.	33
II.3.1. Mesure des pertes de masses.	34
II.3.2 Mesures électrochimiques.	34
II.3.2.1. Dispositif.	35
II.3.3 Analyse par infrarouge FTIR.	36
II.3.4. Mesure de la température et du pH.	36
II.3.4.1. Mode opératoire	36
II.3.5. Mesure de la conductivité.	37
II.3.5.1. Mode opératoire.	37
II.3.6. Mesure de la totalité des solides dissouts TDS et la salinité.	37
II.3.6.1. Mode opératoire	
Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales	38
Partie 02 : Validation sur mortier	38
II.4. Introduction.	38
II.5. Essais effectués.	38
II.5.1. Essais de caractérisation chimique : Ciments et eaux utilisés.	38
II.5.1.1. Perte au feu (PAF).	39
II.5.1.2. Composition chimique par Fluorescence X.	39
II.5.1.3. Eau de gâchage.	40
II.5.2. Essais de caractérisation physique.	40
II.5.2.1. Masses volumiques.	40
a. Masse volumique absolue.	40
b. Masse volumique apparente des ciments anhydres.	41
II.5.2.2. Mesure de la Surface Spécifique de Blaine (SSB) du ciment (CEM I 42.5).	41
II.5.2.3. Mesure de la consistance du ciment.	42
II.5.2.4. Prise des ciments.	42
II.5.2.5. Préparation des mortiers normalisés : Norme EN196-1.	43
II.5.2.6. Essai d'étalement à la table à secousse du mortier (NF EN 1015-3).	45

II.5.2.7. Masse volumique du mortier à l'état sec (méthode de pesée hydrostatique).	45
II.5.2.8. Absorption d'eau par immersion totale.	46
II.5.2.9. Essai de porosité accessible à l'eau.	47
II.5.2.10. Absorption d'eau par capillarité.	48
II.5.3. Essais de caractérisation mécanique (EN 196-1).	49
II.6. Conclusion.	50
Références Bibliographiques du chapitre II.	
Chapitre III : Résultats et Interprétation	51
Partie 01 : Etude de l'efficacité inhibitrice du Bio-Adjuvant préparé	51
III.1 Introduction.	51
III.2. Essais de caractérisation chimique effectués.	51
III. 2.1. Caractérisation de la poudre de grignon par FTIR.	52
III.2.2. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu corrosif acide.	52
III.2.2.1. Méthode de perte de masse.	52
A. Effet de la concentration de l'acide.	53
B. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu corrosif acide en présence de l'extrait aqueux de grignon (EAG).	55
C. Effet de la quantité de l'inhibiteur EAG.	57
III.2.2.2. Méthodes électrochimiques.	57
A. Suivi du potentiel du circuit ouvert.	58
B. Courbes de polarisation.	60
C. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).	63
III.2.3. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu salin.	63
III.2.3.1. Méthode de perte en masse.	64
III.2.3.2. Méthodes électrochimiques.	64
A. Suivi du potentiel du circuit ouvert.	64
B. Courbes de polarisation.	66
C. Spectroscopie d'impédance électrochimiques.	68
Partie 02 : Validation sur mortier	68
III.3. Introduction.	68
III.4. Essais effectués sur poudre, pate et poudre de ciment.	68
III.4.1. Essais de caractérisation chimique.	68

III.4.1.1. Composition chimique du ciment CEMI 42.5.	69
III.4.2. Essais de caractérisation physique.	69
III.4.2.1. Masses volumiques et surface spécifique du ciment.	69
III.4.2.2 Consistance du ciment et du mortier préparé.	69
III.4.2.3. Temps de prise : début de prise et fin de prise.	70
III.4.2.4. Masse volumique du mortier à l'état sec (méthode de pesée hydrostatique).	70
III.4.2.5. Absorption d'eau par immersion totale.	71
III.4.2.6. Porosité accessible à l'eau.	72
III.4.2.7. Absorption d'eau par capillarité.	73
III.4.3. Essais de caractérisation mécanique.	74
III.5. Conclusion.	75
Références Bibliographiques du chapitre III	76
Conclusion Générale	

Chapitre II : Matériaux et Technique Expérimentales	
Tableau II.1 : Composition chimique typique d'acier doux ϕ 6 mm fabriqué à Annaba.	26
Tableau II.2: Caractéristiques physique des barres d'acier utilisés.	27
Tableau II.3 : concentration d'inhibiteur et du milieu corrosif pour (70ml) de solution.	31
Tableau II.4 : Composition chimique on ions de l'eau de mer.	
Tableau II.5 : Variation d'inhibiteur dans le milieu béton- eau de mer.	32
Tableau II.6 : Analyse chimique de l'eau du robinet utilisée.	32
Tableau II.7 : Malaxage d'un mortier normal.	39
	43
Chapitre III :Résultats et Interprétations	
Tableau III.1 : Efficacités inhibitrices calculées.	54
Tableau III.2 : Paramètres électrochimiques de la corrosion de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (SB+HCl).	59
Tableau III.3: Paramètres d'impédance la corrosion de l'acier en présence de EAG dans une solution de (SB +HCl).	63
Tableau III.4: Paramètres d'impédance la corrosion de l'acier en présence de EAG dans une solution de (SB +eau de mer).	67
Tableau III.5: Composition chimique du ciment CEMI 42.5 BISKRIA.	68
Tableau III.6 : Masses volumiques absolue et apparente du ciment CEM I 42.5.	69
Tableau III.7: Consistance du ciment et du mortier préparé avec les solutions (St1) et (St2).	69
Tableau III. 8: Temps de prise des pâtes de ciment en absence et présence d'inhibiteur.	70
Tableau III.9: Masse volumique sèche des mortiers : en absence et présence d'inhibiteur.	70
Tableau III.10: Absorption par immersion totale des mortiers confectionnés avec (St1) et (St2).	70
Tableau III.11 : Porosité accessible à l'eau des mortiers confectionnés avec (St1) et (St2).	71
Tableau III.12 : Absorption d'eau par capillarité.	72
Tableau III.13 : Résistance mécanique des mortiers préparés avec St1 et St2.	73

Liste des Figures	
Chapitre I : Synthèse Bibliographiques	
Figure I.1: Corrosion uniforme & localisée d'un métal.	6
Figure I.2 : Corrosion uniforme.	6
Figure I.3 : Corrosion localisée.	6
Figure I.4 : Corrosion par piqûres.	6
Figure I.5 : Corrosion galvanique.	7
Figure I.6 : Corrosion caverneuse.	7
Figure I.7 : Corrosion intergranulaire et corrosion transgranulaire.	8
Figure I.8 : Corrosion intergranulaire.	8
Figure I.9 : Corrosion-érosion due à de fortes vitesses de circulation du fluide corrosif.	9
Figure I.10 : Fragilisation par l'hydrogène.	9
Figure I.11 : Mécanisme de la corrosion électrochimique.	10
Figure I.12: Effets de la corrosion sur l'aspect mécanique de structures corrodées.	11
Figure I. 13 : Corrosion des armatures due à la carbonatation.	12
Figure I.14 : Symptômes de corrosion (V. Baroghel-Bouny et al., 2008).	13
Figure I.15 : Dégradation schématisée des armatures au cours du temps selon le diagramme de Tutti.	14
Figure I.16 : Corrosion des armatures dans le béton.	14
Figure I.17: Dégradation du béton armé.	15
Figure I.18: Action des chlorures apportés par l'eau de mer.	16
Figure I.19: Grignons d'olives épuisés et séchés.	18
Figure I.20 : Évolution de la production totale des olives, des olives de conserve et les olives destinées à la production de l'huile d'olive nationale (2011- 2020).	19
Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales	
Figure II.1 : Préparation des barres d'acier.	27
Figure II.2: Mesure de pH de la solution béton.	28
Figure II.3 : Grignon frais.	29
Figure II.4: Grignon sec.	29
Figure II.5 : Chauffage, agitation et filtration de la solution de grignon.	30
Figure II.6 : Milieux d'études préparés : inhibiteur + solution du béton + acide HCl.	30

Figure II.7 : Milieux d'étude SB-eau de mer-inhibiteur.	
Figure II.8 : Mesure de masse.	32
Figure II.9 : Schéma représentatif de la chaîne électrochimique de mesure.	33
Figure II.10: Spectromètre FTIR « Spectrum One ».	35
Figure II.11 : Image d'un pH-mètre.	36
Figure II.12 : Images d'un appareil multi-paramètres.	36
Figure II.13 : Multi-paramètre (TDS, Salinité).	37
Figure II.14 : Four de calcination pour PAF.	37
Figure II.15 : Spectromètre à Fluorescence X.	38
Figure II.16 : Masse volumique absolue du ciment CEM I 42.5.	39
Figure II.17 : Masse volumique apparente des ciments anhydres.	40
Figure II.18: Appareil de Blaine (SSB).	41
Figure II.19 : Mesure de la consistance.	41
Figure II.20 : Malaxeur pour la préparation du mortier normalisé.	42
Figure II.21 : Essai d'étalement à la table à secousses.	43
Figure II.22 : Mesure de la masse volumique à l'état sec.	44
Figure II.23 : Etuve utilisée.	45
Figure II.24: Balance hydrostatique.	45
Figure II.25 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la mesure de la capillarité.	47
Figure II.26 : Mesure de la résistance mécanique.	48
	49
Chapitre III : Résultats et Interprétations	
Partie 01 : Etude de l'efficacité inhibitrice du bio-adjuvant préparé	
Figure III. 2 : Evolution de la vitesse de corrosion de l'acier dans (SB et HCl M) en fonction du rapport HCl /SB(V/V).	51
Figure III. 3 : Evolution de la vitesse de corrosion de l'acier en fonction du rapport EAG/Solution totale et le rapport HCl/SB pendant 24h	52
Figure III. 4 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG pour un rapport de HCl/SB= 2 pendant deux jours	53
Figure III. 5 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour un rapport de HCl/SB= 2	55
	56
	57

Figure III. 6 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour un rapport de HCl/SB= 0.5 (A), 1 (B) et 1.5 (C).	58
Figure III. 7 : Variation du potentiel de libre (OCP) en fonction du temps d'immersion.	59
Figure III.8 : Courbes de polarisation de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (HCl + SB).	60
Figure III.9 : Diagrammes de Nyquist du système : en présence et en absence de EAG dans une solution de (HCl + SB)	61
Figure III.10: Diagrammes de Bode pour la dissolution de l'acier en présence et en absence de EAG dans une solution de (HCl + SB)	62
Figure III. 11 Circuit électrique équivalent de l'interface métal/électrolyte.	63
Figure III.12 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour dans le milieu salin	64
Figure III. 13 : Variation du potentiel de libre (OCP) en fonction du temps d'immersion.	65
Figure III.14 : Courbes de polarisation de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer).	66
Figure III.15 : Diagrammes de Nyquist du système : en présence et en absence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer)	67
Figure III.16 : Diagrammes de Bode pour la dissolution de l'acier en présence et en absence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer)	
Partie 02 : Validation sur mortier	
Figure III.17 : Absorption d'eau par immersion totale et Porosité accessible à l'eau	71
Figure III.18 : Absorption d'eau par capillarité.	72
Figure III.19 : Résistance à la flexion des mortiers préparés avec St1 et St2.	73
Figure III.20 : Résistance à la compression des mortiers préparés avec St1 et St2	74

Introduction Générale

Introduction Générale

La durabilité des structures en béton armé est devenue une préoccupation majeure pour toutes les étapes de construction depuis la conception jusqu'à la maintenance.

La durée de vie des ouvrages est en grande partie liée à la durabilité des matériaux utilisés, d'où le béton est estimé plus durable s'il résiste aux charges supportées mais aussi à la pénétration d'agents agressifs. La corrosion des armatures est l'un des principaux phénomènes déterminants pour la durabilité de la structure.

C'est vrai que l'étude fondamentale de la corrosion relève de l'électrochimie, mais son application fait partie de la science des matériaux.

Dans ce travail de recherche, on propose un bi-adjuvant qui constitue un inhibiteur anti-corrosif à base du grignon d'olive récupéré auprès de l'huilerie de Roknia -Guelma-. Ce dernier est préparé au laboratoire du département de Génie des Procédés de l'université 8 mai 1945 de Guelma par une méthode simple et économique.

Pour examiner l'effet de l'incorporation du nouvel inhibiteur sur les propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des pâtes et mortiers de ciment, un optimum de 7.5/70 en volume d'inhibiteur sur volume d'eau a été ajouté dans l'eau de gâchage. Ces essais sont effectués au laboratoire du département de Génie Civil et Hydraulique de l'université de Guelma ainsi que dans le laboratoire du contrôle continu de la cimenterie Hdjar-soud de Skikda.

Après une série des essais, Les résultats trouvés montrent clairement l'efficacité inhibitrice : anti-corrosif du produit préparé ainsi son effet positif sur la durabilité du béton armé par sa contribution à la diminution de la porosité, tandis qu'aucun effet est observé sur les autres propriétés.

Le mémoire est construit en trois chapitres :

Le premier chapitre est une analyse de la bibliographie dans laquelle, on expose des généralités sur la corrosion et son influence sur le béton armé.

Dans le deuxième chapitre, on expose la procédure expérimentale utilisée (préparation des échantillons et le mode opératoire), il sera divisée en deux parties : la première est consacrée à la préparation de l'inhibiteur et les milieux corrosifs (partie chimie), la deuxième partie est consacrée à l'étude et au contrôle de l'effet de l'inhibiteur sur les propriétés des mortiers de ciment.

Dans le troisième chapitre, nous exposons l'ensemble des résultats des essais de caractérisation réalisés au laboratoire à savoir la caractérisation chimique, physique et mécanique.

Enfin, le manuscrit est clôturé par une conclusion générale qui résume les principaux résultats.

Chapitre I
Synthèse
Bibliographique

Chapitre I

Synthèse Bibliographique

I.1. Introduction

La corrosion est un phénomène universel, responsable de l'altération et de la destruction de la plupart des matériaux naturels ou élaborés. La plupart des matériaux ont une interaction plus ou moins prononcée avec un grand nombre de milieux ambiants. Cette interaction altère souvent l'utilité du matériau en raison de la détérioration de ses propriétés mécaniques telles que la ductilité et la résistance ou encore son apparence ce qui entraîne des conséquences fâcheuses. Tout se corrode et tout milieu peut être corrosif suivant le matériau considéré.

La corrosion ne s'étudie pas isolément, car elle fait intervenir plusieurs principes rattachés à la chimie, à l'électrochimie, à la métallurgie, à la physique et à la thermodynamique. Toutes ces sciences sont nécessaires pour comprendre totalement ce phénomène. Ainsi la corrosion est l'affaire de chacun, quelle que soit sa formation.

Les mécanismes de détérioration ne sont pas les mêmes pour les trois types de matériaux:

- Dans les métaux, il se produit une perte effective de matière soit par dissolution (corrosion), soit par formation d'une pellicule ou d'une croûte non métallique (oxydation). Les métaux ont tendance à retourner à leur état d'origine de minerai, plus stable par rapport au milieu considéré.
- Les céramiques sont relativement résistantes à la détérioration, qui se produit habituellement à température élevée ou dans un milieu ambiant extrême; ce procédé est fréquemment appelé corrosion.
- Quant aux polymères on parle plutôt de dégradation car les mécanismes et les conséquences de leur détérioration diffèrent de ceux des métaux et des céramiques [1].

I.2. Définition de la corrosion

Le mot provient du latin « *corrodere* » qui signifie ronger, attaquer. La corrosion est souvent définie comme la dégradation d'un matériau ou d'une structure par réaction chimique ou physicochimique avec le milieu qui l'environne (une réaction interfaciale irréversible entre un matériau et son environnement). C'est une attaque spontanée, non désirée, et le terme peut faire

référence, soit au processus, soit au dommage en résultant (altération de ses propriétés mécaniques, électriques, optiques, esthétiques, etc.) Evans (1929) puis Wagner et Traud (1938) sont les premiers à avoir défini la corrosion, en présence d'une phase liquide, comme un processus électrochimique [2]. La corrosion est un processus électrochimique qui détériore les matériaux, en particulier les métaux, par réaction chimique avec un oxydant comme l'oxygène ou les ions hydrogène [3]. Les exemples les plus connus sont la rouille du fer et de l'acier, et la formation de vert-de-gris sur le cuivre et ses alliages [4].

Le mécanisme de corrosion implique une cellule de corrosion composée de [3]:

- Une anode où se produit l'oxydation du métal ;
- Une cathode où a lieu la réduction ;
- Un électrolyte conducteur comme l'eau ou l'environnement ;
- Une connexion métallique entre l'anode et la cathode ;

Plusieurs facteurs influencent la vitesse de corrosion, notamment l'oxygène, la température, l'humidité, les sels chimiques et les polluants [3]. La forme de la pièce, les traitements subis et les hétérogénéités du métal ou de l'environnement peuvent aussi accélérer la corrosion localement [5].

L'étude fondamentale de la corrosion relève de l'électrochimie, tandis que son étude appliquée fait partie de la science des matériaux [4]. C'est un problème industriel majeur, avec un coût estimé à 3,4% du produit brut mondial en 2013[5].

I.3. Différents modes de corrosion

La corrosion peut se développer selon différents processus qui caractérisent chacun un mode de corrosion [6].

I.3.1. Corrosion chimique

Se produit lorsqu'un matériau entre en contact avec un agent corrosif dans un environnement sans conductivité ionique.

I.3.2. Corrosion biochimique

La corrosion biochimique peut être définie comme un phénomène dans lequel les bactéries jouent un rôle primordial, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant un terrain favorable à son établissement.

En effet on peut considérer que les bactéries ne jouent qu'un rôle d'accélérateur de la corrosion électrochimique en empêchant la polarisation de se produire par [1] :

- Fixation de l'hydrogène cathodique (bactéries sulfato-réductrices).
- Transformation de sels ferreux en hydroxyde ferrique (ferro-bactéries)

I.3.3. Corrosion en présence d'une sollicitation mécanique

Ce type de corrosion englobe les usures faisant intervenir les contraintes comme caractéristiques mécaniques des matériaux. Elle a souvent lieu lorsque le matériau est en présence d'une sollicitation mécanique extérieure ou intérieure tels que les frottements, l'érosion, l'abrasion, les vibrations, ... etc [1].

I.3.4. Corrosion électrochimique

La corrosion correspond au passage des atomes métalliques sous forme d'ions en solution (dissolution métallique); le cation dissous peut alors se présenter sous différentes formes: hydratée, hydrolysée ou bien encore il forme des liaisons plus complexes [7].



Ces réactions sont constituées de deux demi réactions respectivement dites :

Réaction anodique (réaction d'oxydation) et réaction cathodique (réaction de réduction). Par exemple, dans le cas de la réaction :



Ces réactions sont dites électrochimiques car elles impliquent des transferts de charge entre un conducteur électronique (le matériau métallique) souvent appelé électrode, et un conducteur ionique, électrolyte liquide ou solide [7]. Il existe plusieurs types de corrosion électrochimique à savoir :

I.3.4.1. Corrosion uniforme ou généralisée

La corrosion uniforme ou généralisée se manifeste avec la même vitesse en tous les points du métal entraînant une diminution régulière de l'épaisseur de celui-ci ou simplement un changement de coloration (ternissement) [8].

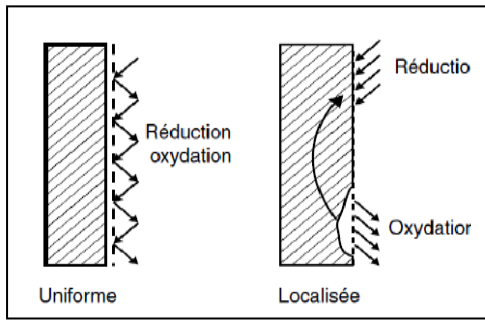


Figure I.1: Corrosion uniforme & localisée d'un métal



Figure I.2 : Corrosion uniforme [9].

I.3.4.2. Corrosion localisée

La Corrosion localisée se divise en :

a. Corrosion par piqûres

Se produit lorsque la couche protectrice d'oxyde présente sur la surface de l'acier inoxydable se dégrade. Le métal ainsi exposé peut alors perdre des électrons par oxydation en présence d'une solution aqueuse corrosive. Cette réaction électrochimique déclenche la formation de petites cavités ou « piqûres » [9].

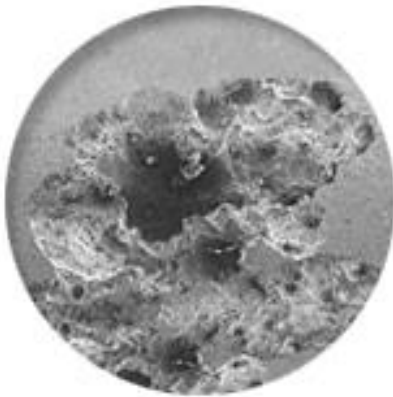


Figure I.3 : Corrosion localisée [9].



Figure I.4 : Corrosion par piqûres [8].

b. Corrosion galvanique

C'est une des formes les plus courantes de corrosion en milieu aqueux. Cette corrosion est due à la formation d'une pile électrochimique entre deux matériaux dans laquelle une des électrodes (l'anode) se consomme au bénéfice de l'autre (la cathode) qui reste intacte. Cette sélectivité des réactions est due à une hétérogénéité provenant soit du matériau, soit du milieu ou des conditions physicochimiques à l'interface [8].



Figure I.5 : Corrosion galvanique [10].

c. Corrosion caverneuse

La corrosion caverneuse est due à une différence d'accessibilité de l'oxygène entre deux parties d'une structure créant ainsi une pile électrochimique. Cette attaque sélective du métal est observée dans les fissures et autres endroits peu accessibles à l'oxygène [9].

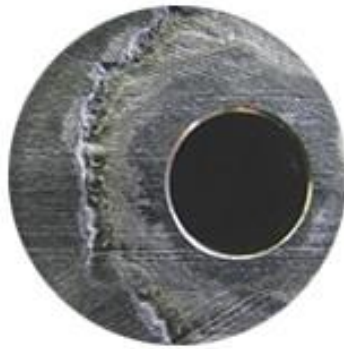


Figure I.6 : Corrosion caverneuse [9].

d. Corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte est une fissuration du métal qui résulte de l'action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique [9]. Suivant la localisation des fissures à l'échelle microscopique, on distingue :

- Corrosion intergranulaire.
- Corrosion transgranulaire.

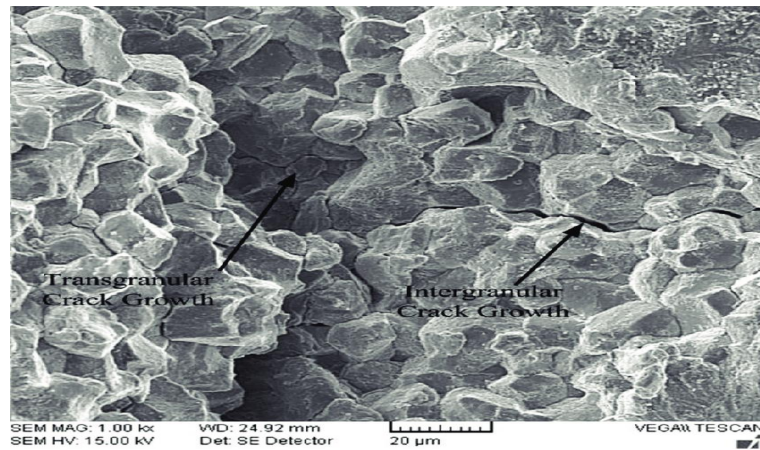


Figure I.7 : Corrosion intergranulaire et corrosion transgranulaire [11].



Figure I.8 : Corrosion intergranulaire [12].

e. Corrosion sélective

Un des éléments constitutifs de l'alliage est préférentiellement attaqué, ce qui conduit à une perte totale de résistance mécanique, sans perte apparente de matière, mais avec parfois un léger changement de couleur [11].

f. Corrosion érosion/abrasion/cavitation

Cette corrosion est produite par le mouvement relatif d'un fluide corrosif et d'une surface métallique. L'aspect mécanique du mouvement est important et les phénomènes de frottement et d'usure peuvent intervenir. On a apparition de sillons, vallées, surfaces ondulées, trous..., ayant un aspect directionnel caractérisé (queue de comète, sabot d'un cheval...). La plupart des métaux et alliages y sont sensibles, en particulier les métaux mous (cuivre, plomb...) ou ceux dont la résistance à la corrosion dépend de l'existence d'un film superficiel (aluminium, aciers inoxydables) [1].



Figure I.9 : Corrosion-érosion due à de fortes vitesses de circulation du fluide corrosif [13].

g. Fragilisation par l'hydrogène

L'hydrogène peut pénétrer dans le métal quand il est produit à l'interface métal-film d'oxyde lors d'une réduction liée à la corrosion [10].

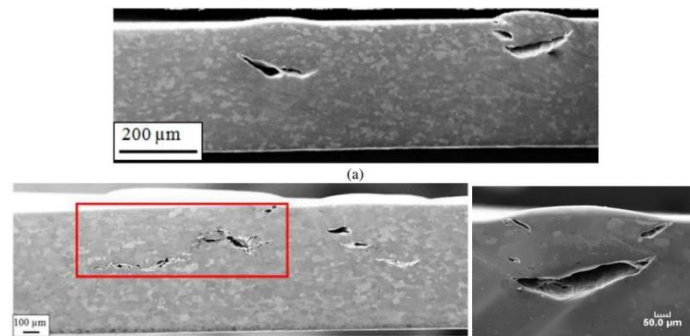


Figure I.10 : Fragilisation par l'hydrogène [14].

I.4. Facteurs influençant de corrosion

Le phénomène et la vitesse de corrosion d'un métal dans un milieu corrosif dépendent de plusieurs facteurs qui peuvent être classés en quatre groupes principaux :

I.4.1. Effet de la température

La température accélère les phénomènes de corrosion, car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère les cinétiques de réactions et de transport.

I.4.2. Effet de la concentration du milieu ambiant : l'acidité et salinité

Une forte concentration en protons dans la solution augmente l'agressivité du milieu. Les chlorures sont des ions agressifs, souvent à l'origine de corrosions localisées, leur présence en solution s'accompagne d'effets complémentaires [15].

I.4.3. pH du milieu.

La corrosion augmente avec la diminution du pH du milieu.

I.4.4. Régime hydrodynamique

Le régime hydrodynamique fixe les vitesses de réactions en contrôlant le transport de matière par l'établissement d'une couche limite de diffusion des espèces, appelée couche de Nernst, ce qui explique l'importance de l'agitation de l'électrolyte lors des essais de corrosion en laboratoire.

I.5. Phénomène de corrosion dans les structures en béton armé

Lorsque les aciers sont introduits dans le béton frais, il se produit une oxydation de la surface de l'armature grâce au caractère alcalin, donc basique, de la matrice cimentaire. Une fine couche d'oxyde est formée à la surface de l'armature et va dans un premier temps protéger cette dernière de la corrosion ou du moins limiter la vitesse de corrosion à quelques microns par an. Ce phénomène est appelé la passivation de l'armature. Cependant, au cours du temps des espèces agressives comme les ions chlorure ou le dioxyde de carbone pénètrent dans la matrice cimentaire jusqu'aux aciers et vont provoquer la dépassivation de l'armature. Une fois le film passif altéré et certaines conditions réunies (humidité relative suffisante et présence d'oxygène) la corrosion peut s'initier et les produits de corrosion vont proliférer et migrer dans la matrice cimentaire [16]. La corrosion des armatures se manifeste par des éclats du béton d'enrobage, des épaufrures locales ou la présence de taches de rouille sur le parement et peut engendrer une perte de section de l'acier favorisant sa rupture fragile et une altération de la capacité portante de la structure. Les principales conséquences résident dans la perte de fonction de la structure en termes d'esthétisme ou de sûreté pour les usagers [17].

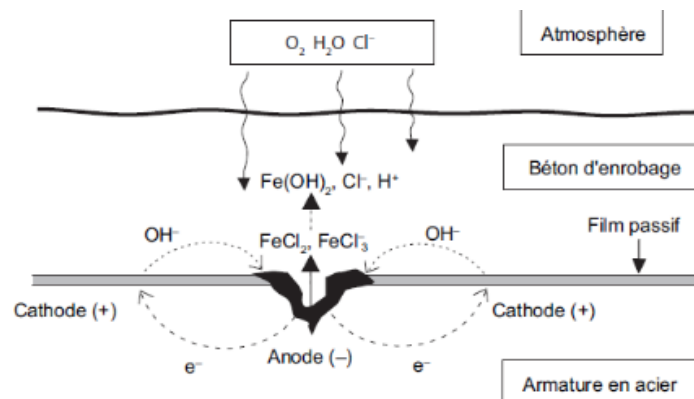


Figure I.11 : Mécanisme de la corrosion électrochimique.

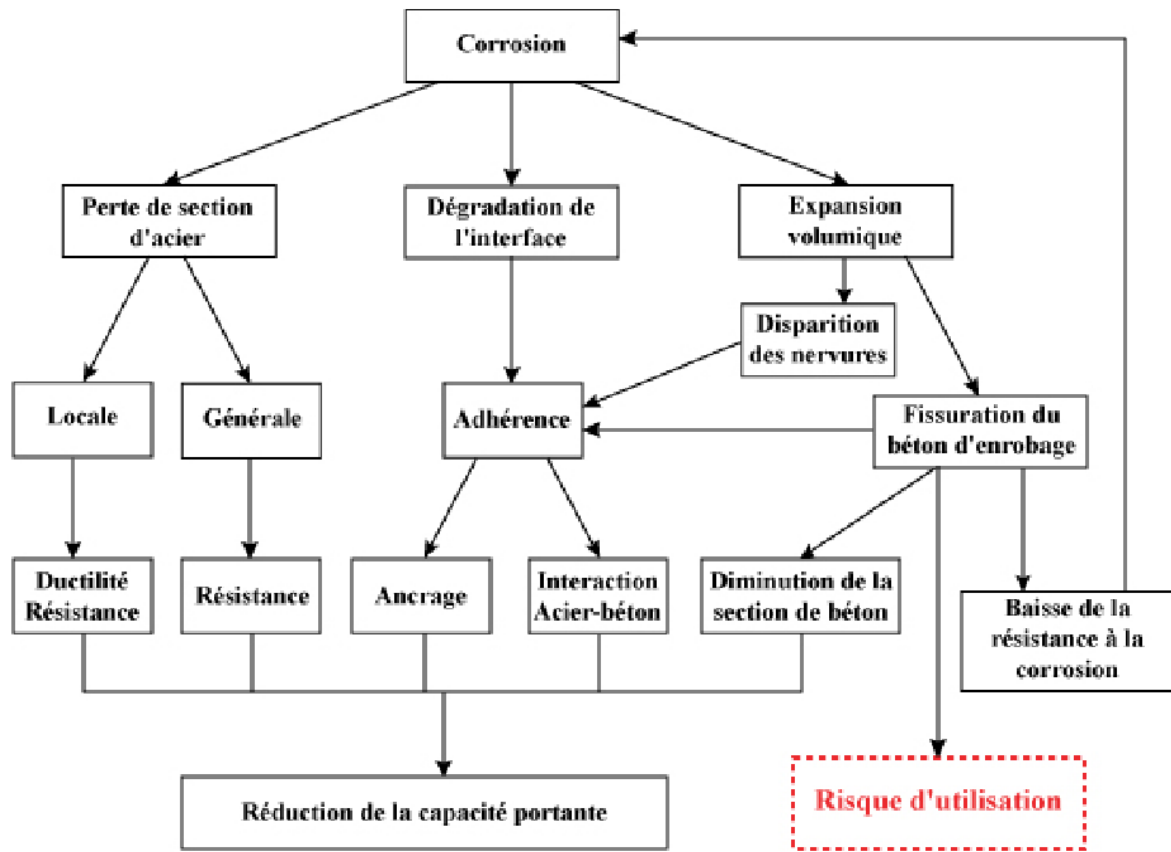


Figure I.12: Effets de la corrosion sur l'aspect mécanique de structures corrodées [18].

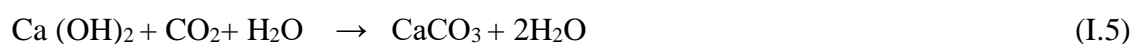
I.5.1. Causes de dégradations par pénétration des agents extérieurs

Il existe plusieurs types de corrosion des armatures du béton dépendant de l'environnement et du milieu agressif et La corrosion des aciers dans les ouvrages en béton armé est de deux types :

- Corrosion localisée par piqûres : attaque par les chlorures Cl⁻.
- Corrosion généralisée par carbonatation du béton : elle se caractérise par l'existence de plusieurs processus électrochimiques élémentaires [19].

1.5.1.1. Carbonatation

La carbonatation est définie comme un phénomène de vieillissement naturel qui concerne tous les types de bétons. Elle correspond à la réaction des produits hydratés du ciment avec le dioxyde de carbone atmosphérique dissous dans la solution interstitielle. Ces réactions s'accompagnent d'une diminution du pH du béton de 13 à 9 environ provoquant la dépassivation de la couche protectrice des armatures et la diminution de la porosité du béton [20].



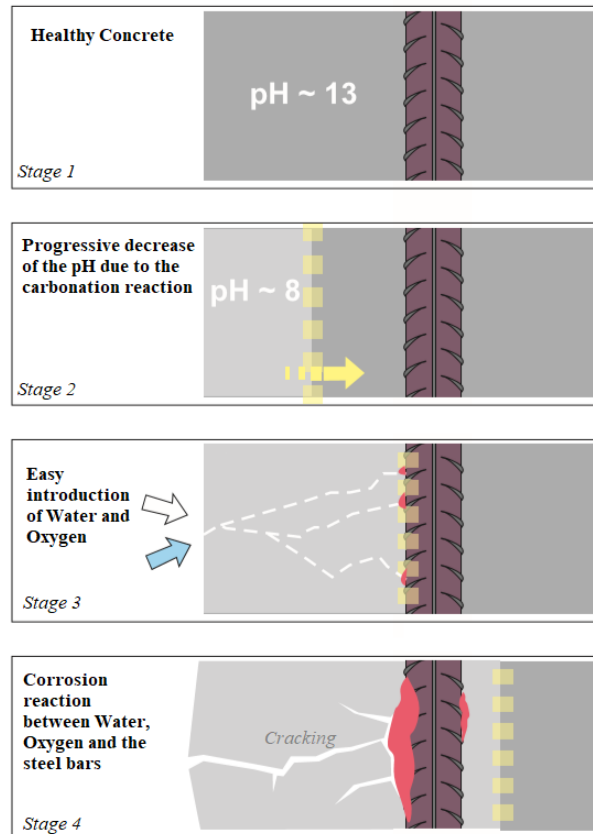


Figure I. 13 : Corrosion des armatures due à la carbonatation [21].

I.5.1.2. Chlorures

Les chlorures présents dans le béton peuvent provenir de deux sources différentes. Soit ils sont présents au moment du gâchage : utilisation d'eau contenant des chlorures ou agrégats contaminés ou parfois de certains adjuvants. Soit ils proviennent le plus souvent de l'environnement extérieur : atmosphère marine ou sels de déverglaçage, qui diffusent dans le béton. Les chlorures existent sous deux formes dans le béton : les chlorures libres qui sont dissous dans la solution interstitielle et les chlorures piégés ou liés qui sont combinés à des hydrates du ciment ou adsorbés sur les parois des pores. Cependant les chlorures qui ne sont pas fixés aux hydrates c'est-à-dire les chlorures libres peuvent migrer à travers la structure poreuse du béton, sous l'effet des variations d'humidité consécutives aux alternances de cycle de séchage/mouillage ou sous l'effet de gradients de concentration entre la structure interne du matériau et l'eau de mer, par exemple.

Le transport des ions chlorures libres s'effectue par deux mécanismes distincts :

- par la convection : les ions chlorures sont entraînés par les mouvements de l'eau ;

• par la diffusion : les ions chlorures se dissolvent dans l'eau pour égaliser le gradient de concentration. En conséquence, ce sont les ions libres qui sont les plus nocifs en ce qui concerne la corrosion des armatures. Ainsi la cinétique de pénétration ou plutôt de migration de ces ions est relié à la perméabilité du béton. Elle décroît avec le rapport E/C et en fonction de la concentration en sels de la solution interstitielle [22].

I.5.2. Mécanisme de corrosion dans le béton armé

Lorsqu'une armature se corrode, elle subit une dissolution plus ou moins localisée et se recouvre de produits de corrosion instables (rouille classique de couleur rougeâtre). Dans un béton plutôt poreux et humide, ces produits traversent l'enrobage et finissent par tacher la surface du parement. Les produits de corrosion occupent un volume plusieurs fois supérieur au volume initial de l'acier. Leur formation, lorsqu'elle a atteint un volume suffisant, peut alors entraîner une fissuration du béton puis son éclatement (épaufrures) ou son feuilletage. En termes de caractéristiques mécaniques, la corrosion entraîne une diminution de la section, d'acier mais surtout une perte d'adhérence acier-béton [23].



a) taches de rouille+ fissuration



b) éclatement localisé



c) éclatement généralisé

Figure I.14 : Symptômes de corrosion (V. Baroghel-Bouny et al., 2008) [24].

I.5.3. Facteurs influents sur la corrosion des armatures du béton

Les facteurs qui influencent la pénétration des chlorures ou du dioxyde de carbone et par conséquent la corrosion des armatures sont [24]:

- les propriétés des matériaux (composition du ciment, porosité du béton, pH, ...);
- la réalisation de la construction (temps de cure, ...) et les actions de l'environnement (concentration en chlorures, en CO₂, température, humidité relative, ...).
- la concentration en chlorures, la nature de l'armature et la résistivité du béton (porosité)

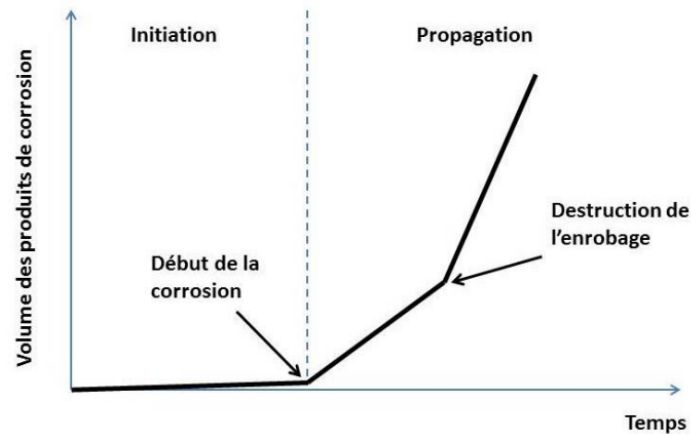


Figure I.15 : Dégradation schématique des armatures au cours du temps selon le diagramme de Tutti [17].

Le diagramme de Tutti [TUU 82] illustre parfaitement deux étapes de la corrosion. La dégradation du béton est progressive et s'accélère après la destruction de l'enrobage, généralement assimilée à l'altération de la capacité fonctionnelle de l'ouvrage [17].



Figure I.16 : Corrosion des armatures dans le béton.

I.5.4. Aspect économique de la corrosion

L'objectif principal de l'étude de la corrosion est d'ordre économique. En effet, les cas où : on parle de maîtrise de la corrosion sont quelque peu trompeurs car le niveau 0 (zéro) de corrosion est inaccessible. Certaines mesures bien qu'elles réduisent la corrosion coûtent plus que l'équipement protégé. Les effets directs ou indirects de la corrosion peuvent être résumés ci-après [25] :

- Arrêt de la production ;
- Coût de l'entretien et du contrôle ;
- Coût des pièces à remplacer, des réparations à effectuer ;

- Coût dû à l'utilisation de matériaux plus nobles ;
- Contamination du produit par les produits de corrosion solubles ;
- Perte du produit ;
- Perte d'efficacité ;
- Augmentation des coefficients de sécurité (surdimensionnement).

I.2.6. Influence de la corrosion sur la durabilité des structures en béton armé

La durabilité des structures en béton armé est devenue une préoccupation majeure pour toutes étapes de construction : la conception, la réalisation et la maintenance de ces ouvrages. La durée de vie est en grande partie liée à la durabilité du matériau mis en œuvre, d'où le béton est estimé plus durable s'il résiste à la pénétration d'agents agressifs.

Contrairement aux actions mécaniques, les actions environnementales ne sont pas réversibles et accumulent des composants dangereux dans le béton comme les ions chlorures. La mauvaise estimation de la gravité des actions environnementales cause un pourcentage élevé de dommages à des structures en béton armé [26]. Ces dernières auront besoin d'être réparé après une courte durée de vie.

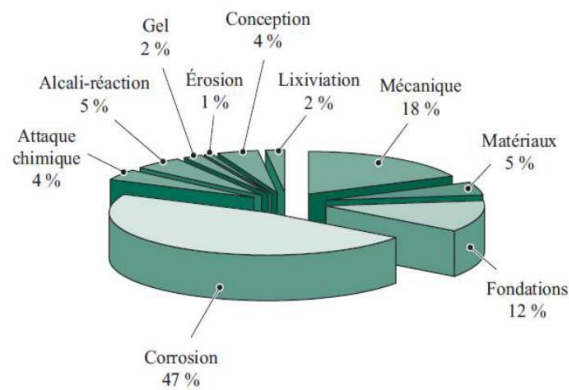


Figure I.17: Dégradation du béton armé [27].

Aujourd'hui, la restauration et la réparation des structures en béton armé est presque aussi importante que de nouvelles constructions. La corrosion des armatures est l'un des principaux phénomènes déterminants pour la durée de vie de la structure. A cet effet, les résultats des travaux expérimentaux présentés dans ce travail de recherche, ont pour but d'étudier la possibilité de préparer un inhibiteur de corrosion à partir des grignons d'olive. Il s'agit d'essais de laboratoire effectués essentiellement sur des barres d'acier immergées dans deux milieux : Béton-acide et béton-eau de mer, puis on a examiné son influence sur les propriétés rhéologique, physiques et mécaniques des mortiers normalisés.

I.3. Lutte contre la corrosion

L'inhibition retarde des réactions d'électrodes comme le transfert de charges ou le transport de masse et spécialement le processus de corrosion. Cela est amené par l'utilisation des substances chimiques dites inhibiteurs de corrosion [28].



Figure I.18: Action des chlorures apportés par l'eau de mer [29].

I.3.1. Définition d'inhibiteur

Les inhibiteurs de corrosion constituent un moyen de lutte original contre la corrosion des métaux. L'originalité vient du fait que le traitement anticorrosion ne se fait pas sur le métal lui-même mais par l'intermédiaire du milieu corrosif. Selon la norme ISO 8044 [31], un inhibiteur est une « substance chimique ajoutée au système de corrosion à une concentration choisie pour son efficacité ; celle-ci entraîne une diminution de la vitesse de corrosion du métal sans modifier de manière significative la concentration d'aucun agent corrosif contenu dans le milieu agressif ». La définition d'un inhibiteur de corrosion n'est pas unique. La National Association of Corrosion Engineers (NACE) définit l'inhibiteur comme « une substance qui retarde la corrosion lorsqu'elle est ajoutée à un environnement en faible concentration » [31].

I.3.2. Propriétés des inhibiteurs

D'une manière générale un inhibiteur doit [32] :

- Abaisser la vitesse de corrosion d'un métal, sans en affecter les caractéristiques physico-chimiques, en particulier la résistance mécanique (par exemple, risque de fragilisation par l'hydrogène en milieu acide) ;
- être stable en présence des autres constituants du milieu, en particulier vis-à-vis des oxydants;
- être stable aux températures d'utilisation ;
- être efficace à faible concentration ;

- être compatible avec les normes de non-toxicité ;
- être peu onéreux.

I.3.3. Types des inhibiteurs

I.3.3.1. Inhibiteur organique

Inhibiteur organique dont les molécules actives sont des amino-alcools ou des gluconates [33]; Les inhibiteurs organiques sont généralement utilisés dans les milieux acides, mais en raison de leur écotoxicité, ils sont de plus en plus utilisés dans les milieux neutres/alcalins. Les inhibiteurs organiques sont en général des sous-produits de l'industrie pétrolière. Ils se composent d'une partie hydrophobe non polaire constituée d'une ou de plusieurs chaînes d'hydrocarbures et d'une partie polaire hydrophile constituée d'un ou de plusieurs groupes fonctionnels: amine (-NH₂), hydroxyle (-OH), mercapto (-SH), phosphonate (-PO₃H₂), sulfonate (-SO₃H), carboxyle (-COOH) et leurs dérivés (les groupes fonctionnels usuels, permettant de se fixer sur la surface du métal). La molécule se lie éventuellement à la surface du métal par son groupement fonctionnel, alors que sa partie non polaire, plus volumineuse, bloque partiellement la surface active. Ces inhibiteurs de corrosion agissent par adsorption sur la surface des métaux avant même d'intervenir dans les processus réactionnels de corrosion pour en diminuer la vitesse [12].

I.3.3.2. Inhibiteurs minéraux : à base de fluorophosphates

Les inhibiteurs minéraux sont employés dans les environnements neutres/alcalins mais rarement dans les environnements acides. Ce sont généralement leurs produits de dissociation (anion ou cation) qui sont efficaces comme inhibiteurs de corrosion. Les anions inhibiteurs comprennent les chromates, les phosphates, les molybdates, les nitrates, les nitrites, les silicates, etc...et les cations inhibiteurs sont essentiellement les ions Ca²⁺ et Zn²⁺. Les inhibiteurs minéraux sont de plus en plus employés en raison de leur toxicité et leur utilisation est limitée à certains systèmes en circuit fermé [12].

I.3.4. Inhibiteurs utilisés pour le béton armé

Les inhibiteurs de corrosion empêchent ou retardent la corrosion des armatures métalliques dans le béton. Ils sont utilisés soit par mesure préventive dans les nouvelles structures en béton armé (ajout dans l'eau de gâchage ou application à la surface de l'acier), soit par mesure curative (application à la surface du béton) afin de stopper l'évolution de la dégradation. Aujourd'hui, un certain nombre d'inhibiteurs sont disponibles sur le marché [34]:

1.3.4.1. Inhibiteurs inorganiques tels que les nitrites et le monofluorophosphate de sodium (MFP) utilisés comme inhibiteurs migrateurs sous forme de peinture liquide appliquée sur le béton durci;

1.3.4.2. Composés organiques à base de mélanges d'alcanolamines, amines ou des acides aminés, ou sur la base d'une émulsion d'ester d'acide gras.

I.4. Généralités sur les grignons d'olives

Les grignons sont les résidus solides issus de la première pression de l'olive. Ils sont formés de la pulpe et noyaux d'olives. Le poids des grignons représente environ un tiers du poids des olives fraîches triturées. Ces déchets contiennent en moyenne 28.5% d'eau, 41.5% de coque, 21.5% de pulpe et 8.5% d'huile [35].



Figure I.19: Grignons d'olives épuisés et séchés.

I.4.1. Types de grignon

Les types de grignons d'olive mentionnés dans les sources sont les suivants [36] :

I.4.1.1. Grignon brut : Il est constitué des pulpes pressées et des noyaux, avec une teneur en eau et en huile relativement élevée, favorisant son altération rapide à l'air libre.

I.4.1.2. Grignon épuisé : Résultant du déshuilage du grignon brut par un solvant, généralement de l'hexane, ce type de grignon présente une teneur en huile réduite et une teneur en eau diminuée après déshydratation.

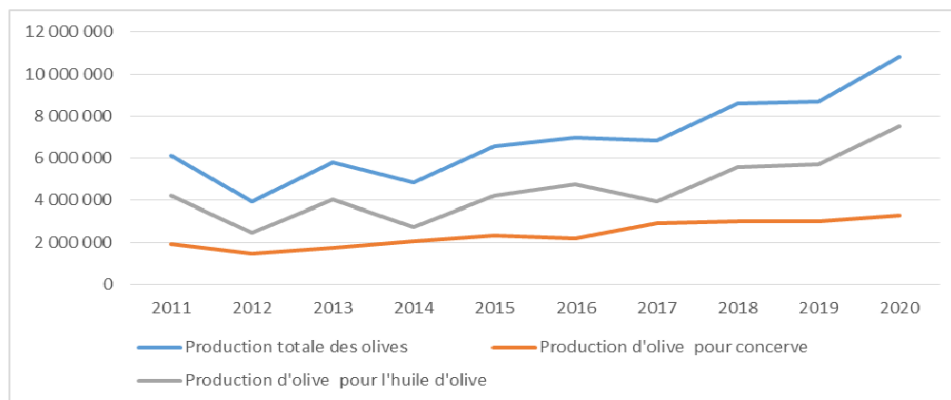
I.4.1.3. Grignon partiellement dénoyauté : Ce type de grignon est le résultat de la séparation partielle du noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation. Il est qualifié de gras si son huile n'est pas extraite par solvant, et dégraissé ou épuisé si son huile est extraite par un solvant.

I.4.1.4. Pulpe d'olive : C'est la pâte obtenue lorsque le noyau a été séparé de la pulpe avant l'extraction de l'huile. La pulpe est riche en eau et sa conservation est difficile.

Ces types de grignons d'olive présentent des caractéristiques spécifiques en termes de composition chimique, teneur en matière grasse, et sont utilisés dans divers domaines tels que l'alimentation animale, la fabrication de savon, l'amendement des terres agricoles, le chauffage, et même la production d'huile de grignons d'olive raffinée.

I.4.3. Production totale des olives et leurs destinations en Algérie (2011-2020)

Suite à l'augmentation des surfaces oléicoles, la production de l'huile d'olive a connu également une nette évolution. Elle passe à une moyenne de 69 098 tonnes par an au cours de la décennie 2010-2020 [38]. Durant cette dernière décennie (2011-2020), l'Algérie a enregistré des rendements intéressants et croissants dans la production totale des olives. Bien qu'au début de la décennie les rendements ne sont pas stables, mais à partir de 2014 sa production augmente pour atteindre 10 795 080 Quintaux en 2020 comme production record. Concernant la production d'olive destinée pour produire l'huile d'olive, elle a suivi la même trajectoire de la production totale des olives. Car cette dernière a connu une croissance à partir de 2014 jusqu'au 2020 ou l'Algérie arrive à produire 1 368 097 Hectolitres de l'huile d'olive [37].



Source : Réalisé par les auteurs à partir des données MADR 2021

Figure I.20 : Évolution de la production totale des olives, des olives de conserve et les olives destinées à la production de l'huile d'olive nationale (2011- 2020) [37].

I.4.5. Conservation des grignons d'olive

Le problème principal qui se pose pour la conservation des grignons bruts est leur teneur relativement élevée en eau et la présence d'une quantité encore importante de matière grasse. Il est estimé que les grignons bruts obtenus par centrifugation se détériorent après 4-5 jours, les grignons obtenus par pression après environ 15 jours. Ces mêmes grignons déshydratés ne se conserveraient guère plus de 45 jours. Par contre, les grignons épuisés déshydratés au cours de l'extraction pourraient se conserver plus d'un an [38].

I.4.6. Valorisation des grignons d'olive

Les grignons d'olive sont un déchet de l'industrie oléicole, ce dernier est un danger pour l'environnement. Actuellement, beaucoup de débouchés se présentent notamment dans les pays développés :

I.4.6.1. Aliment de bétail

En générale la pulpe (digeste) obtenue après tamisage du grignon (séparation de la coque (indigeste)).

I.4.6.2. Biocombustible

Avec un pouvoir calorifique de 3500 kcal/kg, les grignons sont utilisés, comme combustibles, pour alimenter en énergie le secteur oléicole et d'autres secteurs. Cette quantité de chaleur est apportée principalement par la coque qui a un pouvoir calorifique relativement élevé (4000 Kcal/kg). La pulpe n'apporte que peu de calories (1400 Kcal/kg). De plus, la coque représente une fraction sans intérêt pour l'animal, ce qui assure tout l'intérêt du tamisage.

I.4.6.3. Huile de grignons d'olive

Les grignons issus des huileries travaillant à la presse ou en système continu à trois phases ont une teneur en huile résiduelle de l'ordre 4 à 8%, ce qui justifie leur extraction par solvant (hexane) avec un procédé similaire à celui utilisé pour l'extraction de l'huile de graines (soja, tournesol, colza). En Algérie, le pourcentage d'huile résiduelle dans les grignons peut atteindre des taux très élevés ; cela est dû à la non-adaptation des procédés technologiques à la qualité d'olives triturées. Citons par exemple la vitesse excessive des broyeurs mécaniques qui provoquent des émulsions et la courte durée consacrée au malaxage qui est sensé casser les émulsions et permettre la coalescence des gouttelettes d'huile afin de faciliter leur extraction [38].

I.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un état de l'art sur la corrosion et sa responsabilité à la dégradation des structures en béton armé, présenté aussi les inhibiteurs pour lutter contre le phénomène de corrosion et on a clôturé par une brève présentation du grignon d'olive. Ce dernier sera valorisé dans ce travail de recherche. On propose un inhibiteur de corrosion naturel vert à base du grignon d'olive récupéré aux prés de l'huilerie Roknia Guelma en tant qu'adjuvants (ajoutés en masse lors de la fabrication du béton).

Références Bibliographiques du Chapitre I

- [1] M.DRA Rafik El Aeslene, Polycopie « corrosion ». Université de Djillali Liabes de Sidi Bel Abbas.
- [2] AUDISIO Sylvain & BERANGER Gérard. Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels. Presses polytechniques et universitaires romandes 2010.
- [3] <https://www.q8oils.com/fr/travail-des-metaux/la-corrosion-expliquee/> (Consulté le 24/05/2024).
- [4] <https://www.cairn-sciences.info/oxydoreduction-electrochimie-thermodynamique-et-cinetique--9782340047754-page-259.htm> (Consulté le 24/05/2024).
- [5] BENSAADA. S. Cour de corrosion
<https://www.univbiskra.dz/enseignant/bensaada/corrosion.pdf>
(Consulté le 24/05/2024)
- [6] MENNAD Fatima Zohra, « Etude de corrosion de l'acier API5CTGradN 80 dans des puits d'injection d'eau par l'inhibiteur N-(2-aminoéthyl) », Mémoire de master en hydrocarbure. Université Kasdi Merbeh, Ouargla,2015.
- [7]<http://dspace.univtiaret.dz/bitstream/123456789/11962/10/9Chapitre%20II%20th%C3%A9oriques%20de%20la%20corrosion.pdf> (Consulté le 24/05/2024).
- [8] KHERBICHE Douadi & KEMER Younes « Etude des causes de la corrosion des bacs de stockage de pétrole », Mémoire de Master. Ecole nationale supérieure des mines et métallurgie Amar Laskri, Annaba,2020.
- [9] <https://www.swagelok.com/fr/blog/pitting-corrosion-crevice-corrosion-identifying-the-differences> (Consulté le 24/05/2024).
- [10] <https://bil-ibs.be/fr/project/multicorr-recherche-collective-appliquee-sur-la-corrosion-galvanique> (Consulté le 23/05/2024).
- [11]<https://dspace.univbba.dz/bitstream/handle/123456789/711/etude%20des%20inhibiteurs%20de%20corrosion%202020.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
(Consulté le 25/04/2024).
- [12] KHIATI Zoulikha, « Corrosion et protection des métaux », Polycopié de cours. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2023.
- [13] HAMADI Latifa, « Étude comparative de la corrosion localisée d'un acier ordinaire et d'un acier inoxydable », Mémoire de Magister. Université Hadj Lakhdar Batna,2014.
- [14]<https://metalblog.ctif.com/2021/01/04/la-fragilisation-par-lhydrogene-des-metaux/>
(Consulté le 25/05/2024)

[15] MEDAR Nadja : « Etude du comportement électrochimique des inhibiteurs (inhibiteurs de corrosion/inhibiteurs de dépôt) –effet synergique/antagoniste ». Mémoire de master Chimie, Chimie inorganique. Université de Boumerdes ,2019.

[16] SCHMITT Lucie, « Durabilité des ouvrages en béton soumis à la corrosion : Optimisation par une approche probabiliste ». Thèse de doctorat en Génie Civil. Université de Toulouse, 2019.

[17] MAI-NHU Jonathan, « Corrosion des armatures : intérêt des inhibiteurs de corrosion et méthodologies pour le suivi durant la vie de l’ouvrage ». Rapport d’études et recherches,2015.

[18] MAATALLAH Hayet, « Influence des conditions environnementales sur la corrosion des bétons armés à base de granulats de baryte ». Université Ahmed Zabana de Relizane,2020.

[19] Cour de corrosion, Université Yahya Fares, Medea, 2004 https://moodle.univ-medea.dz/pluginfile.php/48364/mod_resource/content/1/La%20corrosion%202020.pdf (Consulté le 26/05/2024).

[20] KHEDIRI Ilyes & BARBARI Kaouther, « Modélisation de la carbonatation du béton en présence d’incertitudes en utilisant le code FIB-34 ». Mémoire de master académique en Génie civil, Structure. Université Larbi Tébessi, Tébessa, 2020.

[21] GIRARD.C, « La carbonatation du béton armé ». Division ST –Technical Facilities Management (ST/TFM). CERN, Genève, Suisse. <https://cds.cern.ch/record/358715/files/st-98-018.pdf> (Consulté le 28/05/2024).

[22] HAMZAOUI Lazher & MESKI Khaled, « Modélisation de l’attaque des chlorures dans le béton en présence d’incertitudes en utilisant le code « fib34 » ». Université Larbi Tébessi, Tébessa,2020.

[23] Cour « Généralités sur la corrosion » <http://dspace.univ-tiaret.dz/bitstream/123456789/11990/9/h%29chapitre2.generalit%C3%A9%20corrosion.pdf> (Consulté le 25/05/2024).

[24] DJEDID Tarek, « Etude de l’effet de la corrosion des armatures sur la durabilité des ouvrages en béton armé ». Mémoire de Magister en Génie Civil, modélisation des Matériaux et Structures. Université Mohamed Khider, Biskra, 2012.

[25] TOUAHRIA_Hadjer, « L’effet d’inhibiteur vert OFI (opuntia ficus indica) sur la corrosion d’un acier à béton RB14 ». Mémoire de master en Métallurgie. Université de Badji Mokhtar-Annaba-,2019.

[26] CHERIFI. W & HOUMADI. Y& BENALI. O, « Corrosion des armatures : méthodologies de suivi de la durée de vie des ouvrages en béton armé ». <file:///C:/Users/Lenovo/Downloads/169-Anonymized%20manuscript-1005-1-10-20190423-5.pdf> (Consulté le 25/05/2024).

- [27] Cour « Théorie sur la corrosion et la protection des métaux ». <http://dSPACE.univ-tiaret.dz/bitstream/123456789/11962/10/9Chapitre%20II%20th%C3%A9oriques%20de%20la%20corrosion.pdf> (Consulté le 26/05/2024).
- [28] YUCEF AZOUZ Afaf, « Effets de la concentration de NaCl sur la corrosion de l'acier doux en présence des cations Zn^{2+} et anions CrO_4^{-2} ». Mécanique, sciences des Matériaux. Université Hadj Lakhdar, Batna, 2010.
- [29] BENSALIR Soumaya Amina, « Mécanismes d'altérations des matériaux cimentaires soumis aux milieux fortement agressifs ». Mémoire Online, université de Mascara- Algérie - Diplôme d'ingénieur d'état en génie civil, construction civile et industrielle, 2010.
- [30] TACHE Guy, « Le béton : la pollution par les chlorures (Corrosion, Diagnostic, Réparation) », 2017. http://www.strres.org/fichier-utilisateur/fichiers/INFO-FLASH/Le%20beton%20la%20pollution%20par%20les%20chlorures/Info-flash%20du%2004%2004%2017_pr%C3%A9sentation%20G%20TACHE.pdf (Consulté le 27/05/2024).
- [31] OUCHENANE Sihem « Influence des inhibiteurs sur la corrosion de l'acier A37 dans différents milieux et leurs effets biocides sur E. COLI », Thèse de doctorat en chimie, Chimie-physique des matériaux. Université Badji Mokhtar – Annaba-, 2013.
- [32] YOUSFI Hanane & BOURAHLA Souaad « Etude des inhibiteurs de corrosion pour protéger l'acier ordinaire en milieu agressif », Mémoire de master en Chimie. Université Mouhamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arréridj, 2020.
- [33] BERANGER. G & MAZILLE.H, Corrosion anticorrosion- Pratique industrielle Paris, Harmès Science Publications, 2002.
- [34] CHAKRI Sara, « Compréhension des mécanismes d'inhibition de la corrosion des armatures métalliques des bétons par des molécules d'origine biologique ». Thèse de doctorat – Spécialité Chimie des Matériaux, 2015.
- [35] MENARI Melissa Sonia & SAHI Khadîdja, « Etude de l'influence de la taille du grignon d'olive broyé sur les caractéristiques physico-mécaniques et thermiques des mortiers à base de ciment », Mémoire de Master en Génie Civil, Structure, 2020.
- [36] BOUSSOUFI Abderrahmane, « Utilisation des grignons d'olives dans l'alimentation des ovins », Mémoire de Master en Biotechnologie de l'alimentation et amélioration des performances animales. Université Saad Dahlab de Blida -1-, 2015.
- [37] AIDI Hachemi & MERADI Ouari, « Développement d'activité des huileries au sein de la wilaya de Bejaia : Quelles contraintes qui entravent leurs épanouissements ? ». <file:///C:/Users/Lenovo/Downloads/d%C3%A9veloppement-d%E2%80%99activit%C3%A9-des-huileries-au-sein-de-la-wilaya-de-bejaia-%20quelles-contraintes-qui-entravent-leurs-%C3%A9panouissements-%20-6.pdf> (Consulté le 29/05/2024).

[38] TOUATI Lounis, « Valorisation des grignons d'olive Etude de cas: Essai de valorisation en Biocarburant », Mémoire de Magister en Génie Alimentaire. Université Mohamed Bougera, Boumerdes, 2013.

Chapitre II

Matériaux et Techniques Expérimentales

Chapitre II

Matériaux et Techniques Expérimentales

Partie 01

II.1. Introduction

Ce chapitre expose les méthodes expérimentales utilisées dans le présent travail de recherche, qui consiste à étudier la possibilité de préparer un inhibiteur vert à base du grignon d'olive destiné à la lutte contre la corrosion des armatures employées dans les structures en béton armé.

Il sera représenté en deux parties, La première est réservée à la description des protocoles de la préparation des échantillons d'acier, des solutions : béton, les milieux acides, milieux salés et l'inhibiteur testé. Ce dernier a été préparé en utilisant une méthode simple et économique.

La démarche adoptée englobe l'étude des différents paramètres qui influençant l'efficacité inhibitrice notamment la concentration.

Pour évaluer l'action anti corrosion de cet inhibiteur on a utilisé deux techniques :

La première est la gravimétrie basée sur la mesure de la perte de masse pour déterminer le taux de corrosion et par la suite l'efficacité inhibitrice.

La seconde est électrochimique, elle comprend l'évolution du potentiel libre, les courbes de polarisation et la spectroscopie d'impédance électrochimique dont le but d'étudier le comportement de l'interface métal/milieux en absence et en présence de l'extrait du grignon (inhibiteur).

Dans la deuxième partie, on s'intéresse à examiner l'effet de l'inhibiteur sur les propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des mortiers gâchés en présence de ce bio-inhibiteur et de le comparer avec ceux gâchés en utilisant l'eau de robinet seulement.

II.2. Matériaux d'étude

Pour étudier l'efficacité de l'inhibiteur préparé, on a utilisé plusieurs matériaux à savoir :

II.2.1. Acier rond lisse ϕ 6

Le premier matériau d'étude est un acier rond lisse de diamètre 6 mm produit à l'unité sidérurgique El-Hadjar de Annaba. L'acier doux est largement utilisé dans le ferrailage des éléments de structure réalisés en béton armé. La facilité de couper et de manipuler sont à la base du choix du diamètre de la barre d'acier alors que le choix de la longueur de 5 cm est basé sur les dimensions des récipients et de la quantité de la solution dans lesquels les barres d'acier seront immergées. La surface lisse des barres d'acier assure un calcul précis des surfaces de contact acier- solution.

La composition chimique générale typique en éléments majoritaires de l'acier de diamètre 6 mm fabriqué à l'unité sidérurgique El-Hadjar à Annaba (Est de l'Algérie) est regroupée dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Composition chimique typique d'acier rond lisse ϕ 6 mm fabriqué à Annaba [1].

Eléments	Carbone (C)	Manganèse (Mn)	Silicium (Si)	Soufre (S)	Phosphore (P)	Fer (Fe)
% en poids	< 0,25	< 0,60	< 0,40	< 0,05	< 0,04	Équilibre

Ces valeurs sont généralement conformes aux normes internationales pour l'acier doux utilisé dans la construction. La teneur en carbone est maintenue à un niveau bas pour assurer une bonne soudabilité et une ductilité élevée, tandis que les autres éléments d'alliage sont présents en quantités limitées pour améliorer les propriétés mécaniques de l'acier.

II.2.1.1. Préparation des barres d'acier

Les étapes de préparation des barres d'acier doux de diamètre ϕ 6 sont :

- 1/ Découper les barres à une longueur de 50 mm à l'aide d'une tronçonneuse.
- 2/ Les surfaces des coupons d'acier subit avant chaque manipulation, un prétraitement, qui consiste en un polissage manuel au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine à l'aide du papier de carbure de silicium (Sic) (de grade 80 jusqu'au 2000), afin d'obtenir une surface lisse.

3/ Ensuite, les barres obtenues sont lavées avec de l'eau distillée, dégraissés par l'acétone et enfin séchées.

Tableau II.2 : Les caractéristiques physique des barres d'acier utilisés.

	N°	D(mm)	L(mm)	S (mm ²)	m ₀ (g)
HCl/SB=0.5	1	6	45.00	904.320	9.8807
	2	6	45.00	904.320	9.8403
	3	6	46.80	938.232	10.3793
	4	6	46.00	923.160	10.2050
	5	6	46.00	923.160	10.0923
HCl/SB=1	6	6	51.7	1030.548	11.3268
	7	6	51.90	1034.316	11.3941
	8	6	48.20	964.608	10.6022
	9	6	51.10	1019.244	11.3685
	10	6	53.00	1055.040	11.6300
HCl/SB=1.5	11	6	46.20	926.928	10.1962
	12	6	44.20	889.248	9.7338
	13	6	46.40	930.696	10.1846
	14	6	44.20	889.248	9.7242
	15	6	52.30	1041.852	11.5066
HCl/SB=2	16	6	50.00	998.52	10.8005
	17	6	52.00	1036.200	11.2814
	18	6	51.80	1032.432	11.3264
	19	6	45.20	908.088	9.8547
	20	6	52.90	1053.156	11.5906
Eau de mer	21	6	51.1	1019.244	11.2330
	22	6	51.0	1017.360	11.1244
	23	6	48.5	970.260	10.5295
	24	6	51.8	1032.432	11.2715
	25	6	49.0	979.680	10.7548





Figure II.1 : Préparation des barres d'acier.

II.2.1.2. Conservation et Stockage des barres

Pour protéger les barres ainsi préparées de l'oxydation, elles sont recouvertes par un film alimentaire et stockées à l'abri de l'air et de l'humidité.

II.2.2. Préparation de la solution béton

Pour créer un environnement similaire au béton, notée SB, on a utilisé la formulation (II.1) et on a complété par l'eau distillée jusqu'à un pH = 13.62.

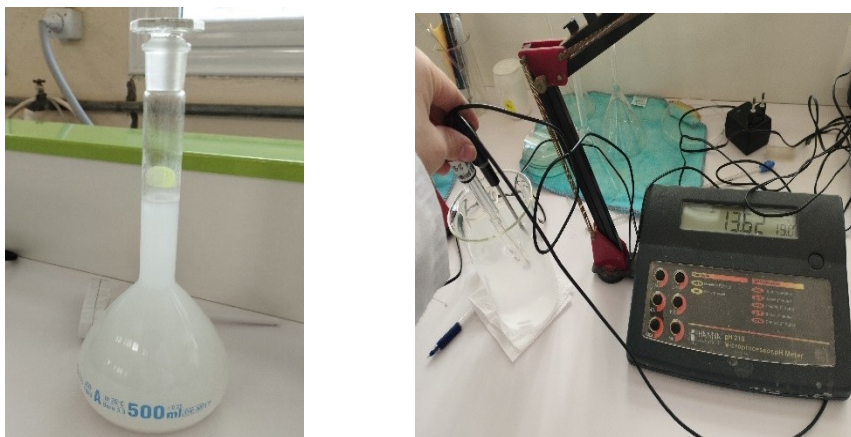
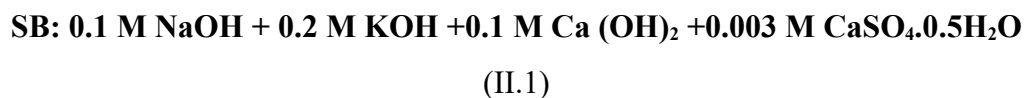


Figure II.2: Mesure de pH de la solution béton.

II.2.3. Milieu corrosif

En général, dans les conditions normales, le pH élevé du béton offre à l'acier une protection contre la corrosion (passivation des armatures) tandis que lorsque le pH diminue à partir d'un pH= 9 la corrosion se produit (dépassivation) [2]. Les sels aussi ont un effet néfaste sur la durabilité des bétons et par conséquent l'affectation des armatures. Pour favoriser la dégradation des armatures, on a choisi deux milieux corrosifs : Un milieu acide et un milieu

salé. Pour l'environnement acide, on a préparé une solution d'acide chlorhydrique (HCl) de concentration 1 Molaire et pour la solution salée on a utilisé l'eau de mer.

II.2.4. Inhibiteur (bio-adjuvant)

Le bio-adjuvant proposé dans la présente étude est un sous-produit de l'industrie oléicole : grignon d'olive de récolte de la saison 2023/2024 de la région de Guelma.

- Dès la réception au laboratoire, le grignon séché récupéré de l'huilerie de Roknia a fait l'objet d'un séchage dans un endroit bien aéré ; puis le grignon est finement broyé à l'aide d'un moulin électrique, la poudre ainsi obtenue est ensuite stockée.



Figure II.3 : Grignon frais.



Figure II.4 : Grignon sec.

II.2.4.1 Préparation de l'extrait de grignon

a) Matériels utilisés

- Bécher de 2L
- Entonnoir
- Papier filtre
- Tissu pour filtration
- Balance de précision
- Agitateur thermostat
- Thermomètre

b) Mode opératoire

Dans un bécher 2000 ml faire dissoudre 100 g de grignon dans 1000 ml d'eau distillée.

Le mélange est chauffé à 60°C sous agitation à l'aide d'un agitateur thermostat pendant deux heures.

Le mélange obtenu a subi deux filtrations : la première en utilisant d'un tissu plié plusieurs fois et la deuxième par papier filtre.

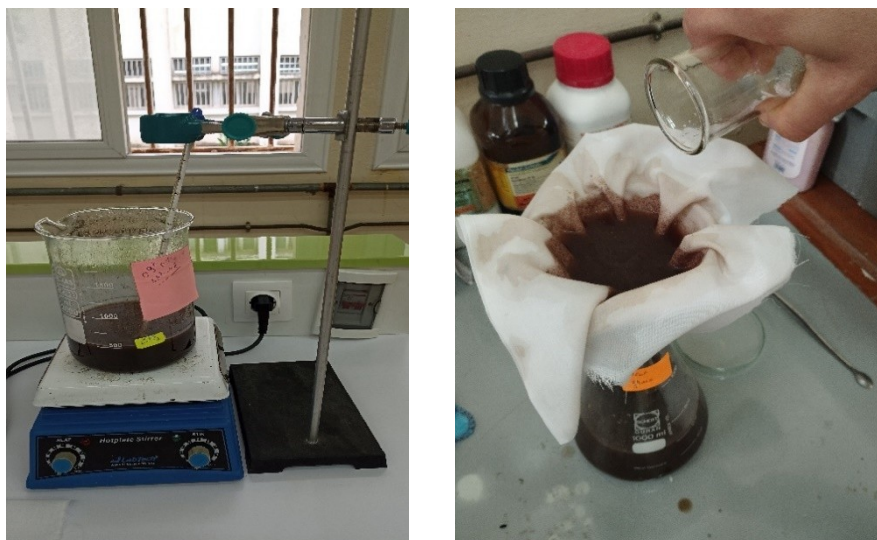


Figure II.5 : Chauffage, agitation et filtration de la solution de grignon.

Le filtrat récupéré est conservé dans des flacons en verre au frigo jusqu'à son utilisation en tant que « inhibiteur : bio-adjuvant ».

II.2.5. Préparation des milieux corrosifs

II.2.5.1. Milieu béton-acide

Pour étudier l'efficacité inhibitrice de notre inhibiteur, quatre rapports HCl/SB (V/V) ont été testés : 1/2, 1/1, 3/2 et 2 (V/V).

Quatre rapports de concentrations d'inhibiteur/ Solution totale ont été choisis : 0, 2.5/70, 5/70, 7.5/70 et 10/70. Le Tableau II.3 illustre le détail nécessaire pour préparer 70 ml de solution.



Figure II.6 : Milieux d'étude préparés : inhibiteur + SB + acide HCl.

Tableau II.3: Concentration d'inhibiteur et du milieu corrosif pour (70ml) de solution.

	V Extrait (ml)	V Eau distillée (ml)	Solution béton (ml)	V HCl (ml)
HCl/SB= 0.5	0	10	40	20
	2.5	7.5	40	20
	5	5	40	20
	7.5	2.5	40	20
	10	0	40	20
HCl/SB= 1	0	10	30	30
	2.5	7.5	30	30
	5	5	30	30
	7.5	2.5	30	30
	10	0	30	30
HCl/SB=1.5	0	10	15	45
	2.5	7.5	15	45
	5	5	15	45
	7.5	2.5	15	45
	10	0	15	45
HCl/SB= 2	0	10	20	40
	2.5	7.5	20	40
	5	5	20	40
	7.5	2.5	20	40
	10	0	20	40

II.2.5.2. Milieu béton-eau de mer

Les environnements maritimes sont parmi les milieux naturels les plus agressifs vis-à-vis des matériaux à matrice cimentaire. En termes de composition chimique, la présence d'ions étrangers à la solution interstitielle, tels que les ions Chlorures (Cl⁻), Sulphate (SO₄²⁻), Magnésium (Mg²⁺) peut conduire à la formation de précipités, la dissolution ou la modification de la structure de certaines phases, au sein de la matrice cimentaire. En plus, la pénétration d'ions Chlorures ou un abaissement du pH de la solution interstitielle engendre un risque de corrosion des armatures et par conséquent de fissuration du béton.

II.2.5.2.1. Composition chimique de l'eau de mer

L'eau de mer est constituée de 96.5% d'eau et de 3.5% de sel. Il y a six ions majeurs qui composent plus de 99% des sels dissous dans l'eau de mer : Ce sont les ions de sodium (Na⁺), de chlorure (Cl⁻), de sulfate (SO₄²⁻), de magnésium (Mg²⁺), de calcium (Ca²⁺), et de potassium (K⁺). Les sels de mer ont une composition constante [3]. Sa composition en ions est présentée dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Composition chimique on ions de l'eau de mer [3].

Ions	Na ⁺	(Cl ⁻),	SO ₄ ²⁻	Mg ²⁺	K ⁺	Ca ²⁺
%	55	31	8	4	1	1

Dans le but de d'examiner l'efficacité du bio-inhibiteur préparé dans le milieu salé, on a choisi l'eau de mer comme milieu agressif naturel le Tableau II.5 illustre le détail des proportions des solutions utilisées pour préparer un volume total de 70 ml.

Tableau II.5 : Variation d'inhibiteur dans le milieu béton- eau de mer.

	Solution béton (SB) pH=13.62	Eau de mer pH= 8.56	Inhibiteur TDS=284mg/l Sal=0 Conduct=607(μS/cm)	Eau distillée	pH :SB-eau de mer
EC_{blanc}	20	40	0	10	10.67
EC_{2.5Ext}	20	40	2.5	7.5	10.67
EC_{5Ext}	20	40	5	5	10.65
EC_{7.5 Ext}	20	40	7.5	2.5	10.14
EC_{10Ext}	20	40	10	0	10.14



Figure II.7 : Milieux d'étude SB-eau de mer - inhibiteur.

II.3. Essais effectués

II.3.1. Mesures de perte de masse

Après la préparation des solutions, les barres d'essai ont été pesées pour obtenir la masse initiale notée (m_i), et ensuite elles sont immergées dans chaque solution (SB + milieu corrosif + inhibiteur) jusqu'à l'échéance d'essai où on procède à la pesée de masse finale (m_f).

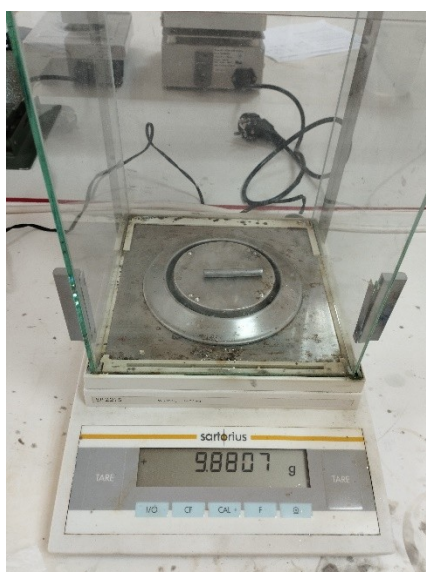


Figure II.8 : Mesure de masse.

La vitesse de corrosion est alors obtenue en appliquant la formule suivante (II.1) :

$$V_{corr} = \frac{\Delta m}{S \times t}$$

(II.1)

V_{corr} : peut-être exprimé en $\text{g} \cdot \text{mm}^{-2} \cdot \text{Jour}^{-1}$

$\Delta m = m_i - m_f$: perte de masse exprimé en g.

S : surface de l'échantillon exposé en mm^2

t : temps d'immersion en jours.

L'efficacité inhibitrice (EI%) peut être déterminée par la relation suivante (II.2) :

$$EI \% = \frac{V_{corr} - V'_{corr}}{V_{corr}} \quad \text{(II.2)}$$

V_{corr} et V'_{corr} représentent respectivement les vitesses de corrosion calculée sans et avec l'inhibiteur.

II.3.2 Mesures électrochimiques

Les méthodes électrochimiques utilisées ont un double objectif : Le premier consiste à enregistrer les courbes de polarisation, les courbes de Tafel, l'extrapolation des paramètres cinétiques de la corrosion de l'acier ϕ 6 en absence et en présence d'inhibiteur et évaluer l'efficacité inhibitrice.

Le second est d'étudier le comportement de l'interface acier/ milieu corrosif vis à la présence de l'inhibiteur et d'évaluer l'efficacité inhibitrice à partir des diagrammes de Nyquist.

II.3.2.1. Dispositif

Les mesures électrochimiques ont été réalisées au niveau du laboratoire d'Analyses Industrielles et Génie des Matériaux de l'université de 8 Mai 1945, Guelma. La chaîne électrochimique utilisée comprend (Figure II.9) : Un potentiostat/galvanostat Versa STAT 3 (Princeton Applied Research, AMETEK, USA). Une unité traitement informatique comprenant un micro-ordinateur PC doté d'un logiciel « VersaStudio » permettant de calculer les paramètres électrochimiques. Les mesures s'effectuent lorsque le potentiel libre devient stable. Les courbes de polarisation sont tracées dans un domaine de potentiel (-250 à 250

mV/E_{corr}) à une vitesse de balayage de 5 mV/s. Les mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) ont été effectuées en utilisant une gamme de fréquences de 100 kHz à 5 mHz et une amplitude de 10 mV avec 5 points par décade. La représentation de Nyquist et Bode des données d'impédance a été analysée avec le logiciel Z-view.

Les tests électrochimiques ont été réalisés dans une cellule en verre à trois électrodes immergées dans l'électrolyte (solution d'étude) :

1. L'électrode de référence (Ag/AgCl).
2. L'électrode de travail (l'échantillon en acier).
3. Contre électrode ou l'électrode auxiliaire (platine).

Avant chaque expérience, la cellule est rincée à l'eau distillée et séchée avec du papier absorbant.

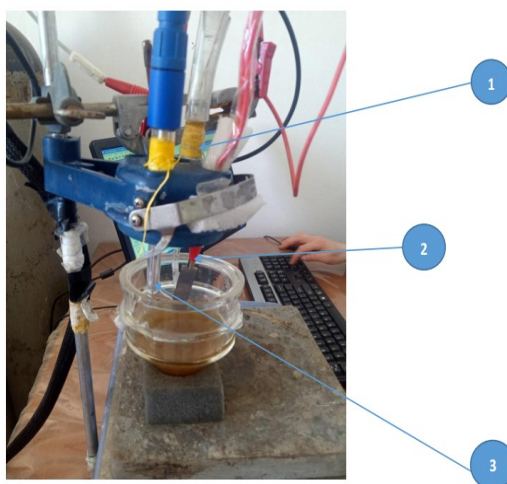
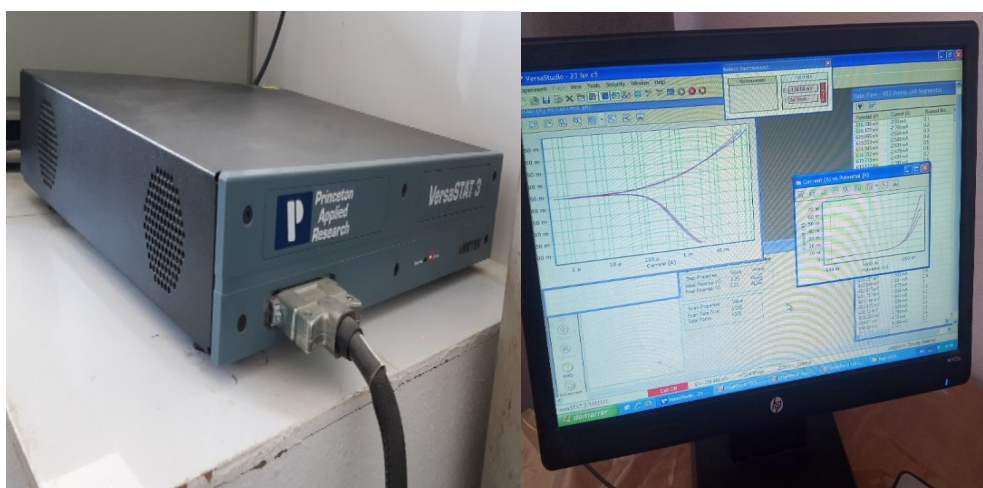


Figure II.9 : Schéma représentatif de la chaîne électrochimique de mesure.

II.3.3 Analyse par infrarouge FTIR :

Cette partie a été réalisée au niveau du laboratoire d'Analyses Industrielles et Génie des Matériaux de l'université de 8 Mai 1945, Guelma. Le spectromètre utilisé est un Spectrum one de Perkin Elmer piloté par un micro-ordinateur menu d'un logiciel d'acquisition des données Spectrum permettant l'enregistrement des spectres dans le moyen infrarouge en fonction de la combinaison source/séparatrice/détecteur utilisée. Une petite quantité ($\approx 0,4$ mg) de grignon a été soigneusement mélangée et finement broyée dans un mortier en agate. Ensuite, elle a été dispersée et mélangée avec environ 80 mg de KBr de qualité spectrale, puis pressée en pastilles sous une pression d'environ 10 tonnes/cm². Les spectres ont été balayés en mode de transmittance de 4000 à 450 cm⁻¹ avec une résolution de 4 cm⁻¹ à 10 scans.



Figure II.10: Spectromètre FTIR « Spectrum One »

II.3.4. Mesure de la température (°C) et du pH

II.3.4.1. Mode opératoire

Remplir le bécher (250 ml) avec l'eau à analyser, Rincer bien l'électrode avec de l'eau distillée, Plonger l'électrode dans le bécher. Cliquer sur le bouton (ENTRER) de l'appareil (pour chaque paramètre à analyser) et attendre quelques secondes pour que le résultat apparaisse, noter le résultat du pH et la température.



Figure II.11 : Image d'un pH-mètre.

II.3.5. Mesure de la conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)

Les essais de la mesure de la conductivité et de la totalité des solides dissouts TDS (mg/l) et la salinité sont réalisés au niveau de la station du traitement des eaux de Hammam Debagh de la wilaya de Guelma selon les modes opératoires suivant :

II.3.5.1. Mode opératoire

Avant de commencer la mesure, il faut d'abord rincer l'électrode de l'appareil par l'eau distillée ; Plonger l'électrode dans le récipient contenant l'eau à analyser en prenant soins que l'électrode soit complètement immergée ; Noter le résultat de la conductivité.



Figure II.12 : Images d'un appareil multi-paramètres.

II.3.6. Mesure de la totalité des solides dissouts TDS (mg/l) et la salinité

II.3.6.1. Mode opératoire

Remplir le bécher avec l'eau à analyser ;

Rincer bien l'électrode avec l'eau distillée ;

Plonger l'électrode dans le bécher et cliquer sur le bouton (On) ;

L'appareil affiche directement les résultats ; Noter la TDS et cliquer sur le bouton (x) pour changer le paramètre ;

Laisser un moment jusqu'à l'affichage de la valeur de la salinité ; Noter les résultats de TDS et de la salinité.



Figure II.13 : Multi-paramètre (TDS, Salinité).

Chapitre II

Matériaux et Techniques Expérimentales

Partie 02 : Validation sur mortier

II.4. Introduction

Dans cette deuxième partie, on présentera les essais de caractérisation effectués sur :

- Poudre de ciment anhydre CEM I 42.5.
- Pâtes et mortiers normalisés préparés à base du ciment CEM I 42.5 gâchés avec deux types d'eau. La première est une eau du robinet (solution St1) tandis que la deuxième est une solution contenant un optimum de l'extrait (7.5/70 ml) ajouter à l'eau du robinet (solution St2). Ces essais qui ont été conduits conformément aux différentes normes Algériennes et Européennes, sont réalisés majoritairement dans le laboratoire du control continu de la cimenterie Hadjar-Soud, Wilaya de Skikda, et le laboratoire

pédagogique du département de Génie Civil et hydraulique de l'université 8 Mai 1945, Guelma.

II.5. Essais effectués

II.5.1. Essais de caractérisation chimique : Ciments et eaux utilisés

II.5.1.1. Perte au feu (PAF)

La perte au feu est l'élimination de CO_2 , l'eau de constitution et les matières organiques. La PAF a été déterminée en atmosphère oxydante (air) et conduite selon les prescriptions de la norme Algérienne NA235 [4] et sa vérification est faite selon la norme NA442 [5].



Figure II.14 : Four de calcination pour PAF.

II.5.1.2. Composition chimique par Fluorescence X

L'analyse chimique par spectromètre à fluorescence X consiste à déterminer le pourcentage des différents oxydes dans la matière à étudier (SiO_2 , AlO_3 , Fe_2O_3 , MgO , Cl^- , Na_2O , ...) ainsi le calcul des modules. Dans son principe, un faisceau des rayons X est dirigé sur l'échantillon à analyser, provoquant l'émission par ce dernier des radiations X secondaire, dites de fluorescence. Ces radiations ont des longueurs d'onde caractéristiques de chaque élément contenu dans l'échantillon. La radiation est canalisée vers un cristal qui sépare les diverses longueurs d'ondes et les diffracte vers un détecteur. Les couches d'électrons concernées sont principalement les couches inertes (K, L). La mesure de l'intensité de chacune des raies caractéristiques des éléments à analyser (Ca, Si, Al, Fe, etc.) est faite par spectromètre [6].



Figure II.15 : Spectromètre à Fluorescence X.

II.5.1.3. Eau de gâchage

L'eau de gâchage utilisée est celle du robinet du laboratoire de génie civil et hydraulique de l'université 8 Mai 1945 de Guelma, le but de l'essai étant de s'assurer qu'elle est bien conforme à la norme [7]. Sa composition chimique est représentée dans le Tableau II.6.

Tableau II.6 : Analyse chimique de l'eau du robinet utilisée

Concentration en matières et sels (mg/l)		
	Concentration	Limites normalisées
Matières en suspensions	//	100
Sels dissous	1470	
Sulfates	413.6	<2000
Chlorures	298.2	[500÷4500]
Calcium	36	
Magnésium	60	
Carbonates	3.5	
Bicarbonates	27	
Ph	7.9	
Température (°C)	19	

II.5.2. Essais de caractérisation physique

II.5.2.1. Masses volumiques

a. Masse volumique absolue

La masse volumique du ciment CEMI42.5 est mesurée sur poudre de ciment anhydre conformément à la norme NA2595 [8]. La masse volumique absolue est mesurée à l'aide de densimètre Le Chatelier en utilisant l'acétone comme solution inerte (Figure II.16) en utilisant la formule (II.3).

La masse volumique absolue est mesurée avec l'équipement illustré dans, en utilisant la formule suivante :

$$\rho_{\text{abs}} = \frac{M_1}{V_2 - V_1} \quad (II.3)$$

ρ_{abs} : masse volumique absolue

M_1 : Masse de l'échantillon de ciment

V_1 : Volume initial de l'acétone

V_2 : Volume après l'introduction de l'échantillon de ciment.

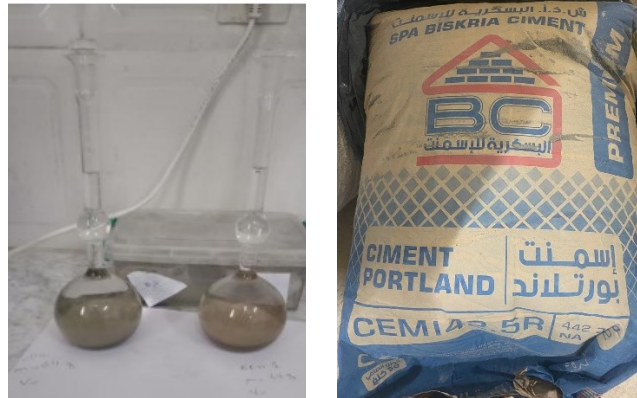


Figure II.16 : Masse volumique absolue du ciment CEM I 42.5.

b. Masse volumique apparente des ciments anhydres

La masse volumique apparente est la masse d'un corps par unité de volume y compris les vides entre les grains. Cet essai est réalisé selon la norme NF EN 1097-3[9].

L'essai consiste à remplir un récipient vide de volume connu de matériau sec sans le tasser et le peser. La masse volumique est donnée par le rapport :

$$\rho = M / V \quad \text{g/cm}^3 \quad (II.4)$$



Figure II.17 : Masse volumique apparente des ciments anhydres.

II.5.2.2. Mesure de la Surface Spécifique de Blaine (SSB) du ciment (CPA)

La finesse de mouture de la poudre de ciment est mesurée à l'aide de la perméabilimètre de Blaine représentée dans la Figure II.18. Sa description complète et son principe de fonctionnement sont données par la norme EN 196-6 [10].



Figure II.18: Appareil de Blaine (SSB).

II.5.2.3. Mesure de la consistance du ciment

La consistance normalisée d'une pâte de ciment caractérise sa plus au moins grande fluidité. Pour pouvoir étudier l'évolution de la consistance en fonction des différents paramètres, il faut pouvoir partir d'une même consistance qui soit la même pour toutes les pâtes étudiées. Elle est nécessaire pour déterminer les temps de début et fin de prise ainsi que l'essai de stabilité. La variation de la consistance normale est déterminée conformément à la norme NA229 [11] à l'aide de l'appareil de Vicat qui se compose d'un moule tronconique de 40mm de hauteur et d'une tige coulissante équipée à son extrémité par une sonde d'un diamètre $\varnothing = 10\text{mm}$. La partie coulissante a une masse de 300g (y compris la sonde amovible). Après avoir préparé la pâte pure de ciment, elle placée dans le moule. Lorsque la sonde s'arrête à une distance $d=6\pm 1\text{mm}$ de la plaque de base plane, la consistance est considérée comme consistance normale.



Figure II.19 : Mesure de la consistance.

II.5.2.4. Prise des ciments

Dans son principe, le temps de début de prise correspond à peu près au moment où la pâte cesse d'être mouillable et commence à se comporter comme un solide mécaniquement résistant. La fin de prise correspond à la transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide. L'essai du temps de début et de fin de prise est réalisé suivant la norme NA230 [12] grâce à l'appareil de Vicat, dans une enceinte dont la température est maintenue à $24 \pm 3^\circ\text{C}$. L'on mesure l'enfoncement d'une aiguille de diamètre $\varnothing = 1,13\text{mm}$, fixée à la partie mobile de l'appareil de Vicat, dont la masse totale est de 300g, dans une pâte pure de ciment maintenue dans un moule tronconique de 40mm de hauteur. Lorsque l'aiguille s'arrête à une distance $d = 4 \pm 1\text{mm}$ de la plaque de base plane, le temps de début de prise est enregistré. La fin de prise correspond au moment où l'aiguille ne s'enfonce plus dans l'anneau c'est-à-dire une transformation régulière et progressive de la pâte de ciment en un bloc rigide.

II.5.2.5. Préparation des mortiers normalisés : Norme EN196-1

Le sable normalisé : un sable naturel, siliceux, le plus quartzeux possible en particulier dans sa partie fine, propre, à grains arrondis et sec, livrée en sacs étanches contenant 1350 g correspondant à la préparation de 3 éprouvettes $(4 \times 4 \times 16)\text{ cm}^3$ et le ciment sont gâchés avec deux types de d'eau : l'eau du robinet (St1) et l'eau du robinet plus l'extrait (St2), en utilisant les proportions suivantes :

- 450 g \pm 2 g de ciment.
- 1350 g \pm 5 g de sable normalisé.
- 225 g \pm 1 g d'eau.

Le rapport E/C d'un tel mortier est donc 0.50. Avant d'être utilisé pour les différents essais ce mortier est malaxé pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la Norme EN196-1 [13] selon le Tableau II.7.



Figure II.20 : Malaxeur pour la préparation du mortier normalisé.

Tableau II.7 : Malaxage d'un mortier normal [13].

Opérations	Introduire l'eau	Introduire le ciment		Introduire le sable		Raclage de la cuve		
Durée			30 s	30 s	30 s	15 s	75 s	60 s
Etat du malaxeur	Arrêt		Vitesse lente		Vitesse rapide	Arrêt		Vitesse rapide

Avec le mortier normal préparé on remplit un moule (4x4x16) cm³. Le serrage du mortier dans ce moule est obtenu en introduisant le mortier en deux couches et en appliquant une forte vibration ensuite le moule est arasé. Après 24h du début du malaxage, ces éprouvettes sont démoulées et entreposées dans de l'eau jusqu'au moment de l'essai.

II.5.2.6. Essai d'étalement à la table à secousse du mortier NF EN 1015-3 [14]

Cet essai est une mesure testant l'aptitude d'un cône de mortier, posé sur une table à secousse, à s'étaler par écoulement sous l'effet d'un certain nombre d'impacts. La consistance est caractérisée par le diamètre moyen de la galette du mortier frais après secousse.

➤ Conduite de l'essai

Les mortiers normalisés frais sont préparés avec les solutions (St1 et St2). Deux échantillons d'essai doivent être testés.

- Avant chaque test, essuyer et nettoyer le disque de la table à secousse, la surface intérieure et les bords du moule avec un chiffon humide, laisser sécher et lubrifier légèrement les surfaces avec de l'huile minérale (sans résine) à très faible viscosité. Si la table n'a pas été utilisée au cours des dernières 24h, la faire fonctionner pendant dix fois avant utilisation.
- Placer le moule au centre du disque de la table et introduire le mortier en deux couches. Chaque couche est compactée par au moins 10 petits coups de dame pour assurer un remplissage uniforme du moule. Pendant le remplissage, maintenir fermement le moule sur le disque avec une main.
- Ôter l'excès de mortier à l'aide d'un couteau à palette et essuyer la zone libre du disque, en prenant particulièrement soin d'éliminer l'eau éventuellement présente autour du bord inférieur du moule tronconique.
- Après environ 15s, soulever le moule lentement à la verticale et étaler le mortier sur le disque en secouant la table 15 fois à une fréquence constante d'environ une par seconde.
- Mesurer le diamètre du mortier dans deux directions perpendiculaires l'une à l'autre à l'aide d'une règle métallique. Exprimer les résultats en cm (arrondi au mm près).
- Calculer la valeur moyenne des deux mesures. Cette valeur moyenne est la valeur d'étalement de l'échantillon de mortier.



Figure II.21 : Essai d'étalement à la table à secousses

II.5.2.7. Masse volumique du mortier à l'état sec (méthode de pesée hydrostatique)

La mesure de la masse volumique à l'état sec est effectuée avec des éprouvettes prismatique (4x4x16) cm³ confectionnées avec les deux solutions (St1 et St2), conservées dans l'eau

pendant 28 jours. Après leurs extractions de l'eau, les éprouvettes sont séchées jusqu'à masse constante. La masse volumique à l'état sec (ρ_s) est calculée selon formule suivant [15] :

$$\rho_s = \frac{M_{sec}}{M_{sec} - M_{imm}} \quad (II.5)$$

M_{Sec} : masse de l'éprouvette sèche.

M_{imm} : masse de l'éprouvette immergée dans l'eau.



Figure II.22 : Mesure de la masse volumique à l'état sec.



Figure II.23 : Etuve utilisée.

II.5.2.8. Absorption d'eau par immersion totale

L'absorption d'eau par immersion totale d'un mortier est déterminée selon la prescription de la norme NBN B15-215 :1989 [16].

Cet essai a été effectué afin d'avoir une idée sur la porosité interne du matériau, en déterminant la masse d'eau que peut absorber les éprouvettes après immersion totale durant une période donnée. Rappelons que les éprouvettes ($4 \times 4 \times 16$) cm³ des mortiers normalisés sont préparées avec les solutions (St1 et St2). Après démoulage, elles sont émergées dans un bac à eau pendant 28 jours. Ensuite elles sont pesées après essuyage avec une éponge humide, puis séchées jusqu'à masse constante dans une étuve ventilée dont la température est maintenue à 105°C. L'absorption d'eau par immersion (A_b) est exprimée en % de la masse sèche et calculée par la relation suivante :

$$A_b = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{sec}} \times 100 \quad (II.6)$$

M_{sat} : masse de l'échantillon saturé.

M_{sec} : masse de l'échantillon sec après passage à l'étuve à 105°C.

Les résultats obtenus sur 3 éprouvettes de chaque type de mortier sont exprimés, en pourcentage, sous la forme de la moyenne de 3 valeurs mesurées.

II.5.2.9. Essai de porosité accessible à l'eau

La porosité accessible a été mesurée par pesée hydrostatique, suivant la norme NF EN18-459 [17]. Les mesures ont été effectuées après conservation des éprouvettes (4x4x16) cm³ confectionnées avec les deux solutions (St1 et St2), dans l'eau à température ambiante jusqu'à l'échéance de 28 jours. Cette mesure simple, praticable sur une large variété de pâtes de ciment, mortiers ou bétons, est considérée comme un paramètre de premier ordre dans l'évaluation et la prévision de la durabilité. C'est en effet un indicateur de la qualité du matériau.

Cette méthode (pesée hydrostatique) présentée dans la Figure II.24 étant certainement la plus simple parmi toutes celles permettant d'accéder aux différents indicateurs de durabilité, les spécifications proposées sont préférentiellement basées sur la porosité à l'eau. L'essai comprend les étapes suivantes :

1. Pesée hydrostatique : Cette pesée s'effectue en immergeant complètement l'éprouvette à l'aide d'une balance hydrostatique (précision 0.01g) pour obtenir M_{eau} de l'éprouvette immergée dans l'eau.

2. Pesée à l'air : Après la pesée à l'eau, il faut essuyer rapidement superficiellement l'éprouvette avec un chiffon sec sans toutefois retirer l'eau des pores. Ensuite peser immédiatement l'éprouvette à l'air à 0.01 g près. On obtient de cette manière, la masse M_{air} de l'éprouvette imbibée. Pour mieux caractériser un mortier, l'essai est réalisé sur 3 échantillons.

3. Pesée à sec : S'effectue par étuvage de l'échantillon à une température de 105 ±5°C jusqu'à stabilisation de la masse, c'est-à-dire lorsque deux pesées consécutives espacées de 24 heures ne diffèrent pas de plus de 0.05%. La masse ainsi déterminée est la masse de l'éprouvette sèche M_{sec} . On utilise la formule suivante pour calculer la porosité accessible à l'eau P :

$$P = \frac{(M_{air} - M_{sec})}{(M_{air} - M_{imm})} \times 100 \quad (II.7)$$



Figure II.24: Balance hydrostatique.

II.5.2.10. Absorption d'eau par capillarité

L'absorption par capillarité est le phénomène physique susceptible de faire pénétrer des substances agressives extérieures à l'intérieur du mortier et béton. C'est aussi une propriété qui caractérise la disposition des pores du matériau qui absorbent et transmettent l'eau par capillarité. Il est utilisé en complément à d'autres essais pour caractériser la durabilité du béton et du mortier.

Conduite de l'essai

Après démoulage, les éprouvettes prismatiques de mortier ($4 \times 4 \times 16$) cm^3 confectionnées avec les deux solutions (St1 et St2), sont conservées jusqu'à l'âge de 28 jours dans l'eau (deux échantillon par composition). Les éprouvettes sont ensuite extraites de l'eau, puis séchées dans une étuve ventilée à 105°C . Durant cette période, le suivi de la masse est réalisé à intervalle de temps régulier jusqu' à une masse constante. Les éprouvettes sont ensuite préalablement imperméabilisées par film alimentaire sur les quatre faces latérales (4×16) cm^2 ensuite les éprouvettes sont posés sur des petits supports (non absorbants) dans un bac à eau de telle manière que seuls les 5 premiers millimètres de la surface (4×4) cm^2 de l'éprouvette soient immergés dans l'eau afin d'obtenir un écoulement unidirectionnel, le bac d'eau muni d'un système d'alimentation automatique en eau permet de maintenir le niveau d'eau constant tout le long de l'expérience.

L'essai d'absorption capillaire a été réalisé conformément au mode opératoire de la norme Européenne EN 13057 (2002) [18] et consiste à déterminer la quantité d'eau absorbée par le mortier en fonction du temps. Puis on procède à la mesure de masse successifs à l'aide d'une balance de précision de 0.01g sur des intervalles de temps très courts au début puis de plus en plus espacés au fur et à mesure que l'on avance dans l'expérience (0 min, 5min, 10min, 15min, 20min, 30min, 45min, 60 min, 90 min, 2h, 3h, 4h, et 24h). À chaque échéance, les éprouvettes

sont sorties du récipient, essuyés à l'aide d'une éponge humide, pesés puis replacés dans le récipient.

Pour une échéance donnée, l'absorption capillaire « CA » est exprimée en grammes par millimètre carré (g/mm²), par la formule suivante :

$$CA = \frac{(M_j - M_0)}{S \cdot t} \quad (II.8)$$

Avec :

M_0 : masse sèche de l'éprouvette en gramme.

M_j : masse de la même éprouvette après le temps requis d'absorption en gramme.

S : section de la base de l'éprouvette en millimètre carré, c'est-à-dire 1600mm².

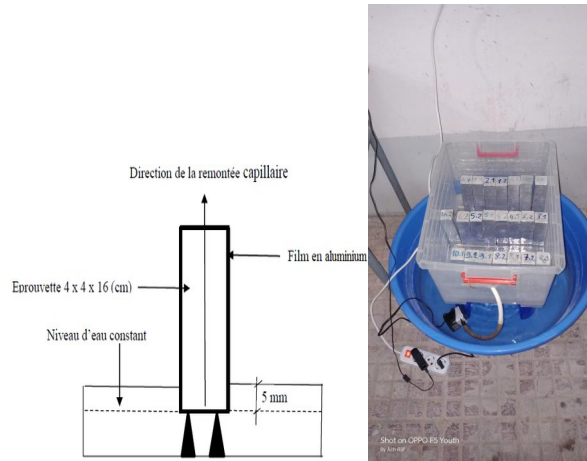


Figure II.25 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour la mesure de la capillarité

II.5.3. Essais de caractérisation mécanique (EN 196-1)

Les résistances à la compression et à la flexion ont été déterminées sur des éprouvettes de forme prismatiques (4x4x16) cm³ confectionnées avec les deux solutions (St1 et St2). Le ciment et le sable normalisé sont gâchés avec l'eau dont le rapport (E/C = 0.5). Le malaxage du mortier a été réalisé dans un malaxeur à axe vertical d'une capacité de 5 litres selon les prescriptions de la norme NA234 [19]. Après moulage, les éprouvettes ont été compactées à l'aide d'une table à chocs. Après 24 heures, les échantillons sont démoulés et conservés dans une atmosphère saturée pendant respectivement 2,7, 14 et 28 jours. A l'âge d'essai, les éprouvettes sont soumises à l'écrasement par flexion en suite, les demi-éprouvettes obtenues sont soumises à l'essai de résistance à la compression.

On signalera que toutefois que dans un tel mortier, la seule variable est la nature de l'eau de gâchage (l'eau du robinet et l'eau avec l'extrait) ; la résistance du mortier est alors considérée comme significative de l'effet et de la nature de l'extrait utilisé. la valeur obtenue pour chaque échantillon ciment est une moyenne de 3 essais.



Figure II.26 : Mesure de la résistance mécanique.

II.6. Conclusions

Nous avons exposé dans ce chapitre, le protocole expérimental suivi dans cette étude qui a pour but de tester l'efficacité inhibitrice d'un bio-inhibiteur préparé à base du grignon d'olive. Une fois l'inhibiteur et les solutions de conservation sont prêtes, on a entamé des essais de validation sur mortiers. Le premier mortier est gâché avec la solution (St1) contenant l'inhibiteur et le deuxième est préparé avec l'eau de robinet (St2), ensuite on compare les résultats obtenus.

Références Bibliographiques Du Chapitre II

- [1] IMZI Naouel, « Etude des fissures lors de la production du RB32 de nuance ST37 », Mémoire de master, Génie métallurgique. Université Badji Mokhtar-Annaba, 2018.
- [2] BERANGER. G & MAZILLE.H, Corrosion anticorrosion- Pratique industrielle Paris, Harmès Science Publications, 2002.

- [3] GHAOUACI Souad, Cours « CHIMIE MARINE (UEM2) » Département Eau, environnement et Développement Durable. Cours Licence Aquaculture. Université Hassiba Ben Bouali de Chlef. <https://www.univ-chlef.dz/fsnv/wp-content/uploads/Cours-chimie-marine-L3-Aquaculture.pdf> consulté le 29/05/2024.
- [4] NA 235 Norme NA235 : Liants hydrauliques - Détermination de la perte au feu. Institut Algérien de la normalisation.
- [5] Norme Algérienne NA442 : Liants hydrauliques-ciments courants : Composition spécifications et critères de conformité, 2ème Edition, Edition Ianor, Algérie, 2013.
- [6] Norme NA5044 : Liants hydrauliques - Méthode pratique instrumentale d'analyse des ciments par spectrométrie de fluorescence des rayons X. Institut Algérien de la normalisation.
- [7] Nigri Ghania, « Nouvelle élaboration d'un liant hydraulique », Thèse de Doctorat, Université 8 Mai 1945, Guelma, Algérie, 2018.
- [8] Norme NA2595 : Granulats - Détermination de la masse volumique absolue des fines Institut Algérien de la normalisation.
- [9] Norme NF EN 1097-3 : Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 3 : méthode pour la détermination de la masse volumique en vrac et de la porosité inter granulaire.
- [10] Norme EN 196-6 SSB : Méthodes d'essai des ciments - Détermination de la finesse. Décembre 2018.
- [11] Norme NA229 : Ciments – Détermination de la consistance normale de la pâte de ciment. Institut Algérien de la normalisation.
- [12] Norme NA 230. Ciments – Détermination du temps de prise. Institut Algérien de la normalisation.
- [13] EN 196-1 : Norme NF EN 196-1(2016) : Norme Européenne Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques Paris, Septembre, 2016.
- [14] NF EN 1015-3: Détermination de la consistance des mortiers frais par la valeur d'étalement. Méthode à la table à secousses. 1999.
- [15] Norme NF P94-064 : Masse volumique sèche d'un élément de roche – Méthode par pesée hydrostatique.
- [16] Norme NBN B15 : L'absorption d'eau par immersion d'un béton. 1989.
- [17] Norme NF EN 18-459 : Mesure de la porosité accessible à l'eau et la masse volumique apparente du béton durci avec granulats courants.
- [18] Norme EN 13057 Produits et systèmes pour la protection et la réparation des structures en béton - Méthodes d'essais - Détermination de la résistance des capillaires. 2002
- [19] NA 234. Méthodes d'essais des ciments - Détermination des résistances mécaniques. de la consistance normale. Algérien de la normalisation.

Chapitre III

Résultats et Interprétations

Chapitre III

Résultats et Interprétations

Partie 01: Etude de l'efficacité inhibitrice du Bio-Adjuvant préparé

III.1. Introduction

Cette partie est consacrée à l'étude de l'effet de l'extrait du grignon sur la corrosion de l'acier en milieu acide et salin. Dans un premier temps, la poudre du grignon a été analysée par FTIR. L'efficacité inhibitrice a été évaluée en utilisant la méthode de perte de masse et les méthodes électrochimiques qui regroupent : le suivi du potentiel du circuit ouvert OCP au cours du temps, les courbes de polarisation, les droites de Tafel et la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

III.2. Essais de caractérisation chimique effectués

III.2.1. Caractérisation de la poudre du grignon par FTIR

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse employée pour déterminer la composition en groupements fonctionnels de la poudre du grignon. Le spectre FTIR obtenue est donné par la Figure III.1.

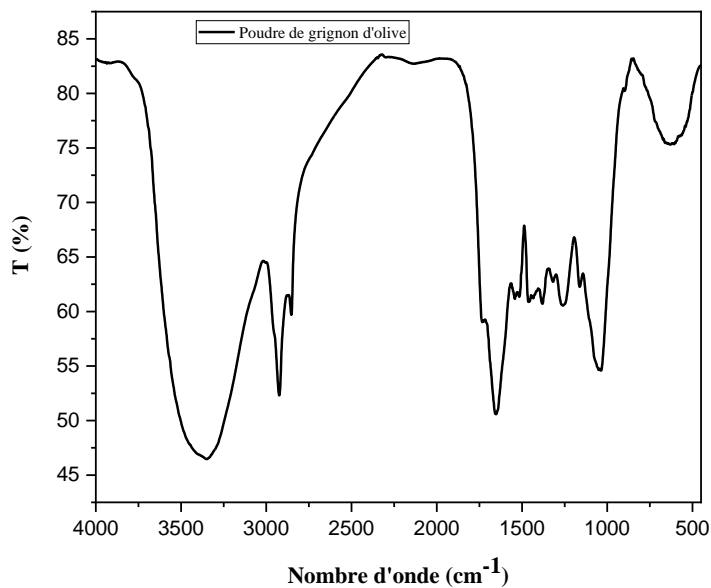


Figure III.1 : Spectre FTIR de la poudre du grignon.

Une analyse du spectre FTIR de la Figure III.1 mis en évidence la présence des groupes hydroxyle (O-H) détectés par une bande d'absorption intense et large au environ de 3400 cm^{-1} . Deux bandes à 2917 et 2849 cm^{-1} sont dues à des vibrations d'élongation CH symétriques et asymétriques (νCH , alkyle). La région $1760\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$ correspond aux C=O des esters, des acides et des carboxylates et C=C aux vibrations d'étirement du cycle aromatique. Les bandes entre 1200 et 1100 cm^{-1} sont attribuables aux vibrations d'élongation C–O et C–N ainsi qu'aux vibrations de déformation OH. Les bandes fortes entre 1150 et 1000 cm^{-1} sont principalement causées par les vibrations d'étirement C–O endocycliques et exocycliques des glucides. Enfin, les bandes d'absorption inférieures à 1000 cm^{-1} correspondent au groupe C–H aliphatique et aromatique [1].

III.2.2. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu corrosif acide

III.2.2.1. Méthode de perte de masse

A. Effet de la concentration de l'acide

La concentration du milieu corrosif est un facteur très important, pour étudier son effet sur la vitesse de corrosion de l'acier nous avons testé différents rapport HCl/SB (V/V) à savoir : $1/2$, $1/1$, $3/2$ et 2 (V/V). Les résultats trouvés sont illustrés dans la Figure III.2.

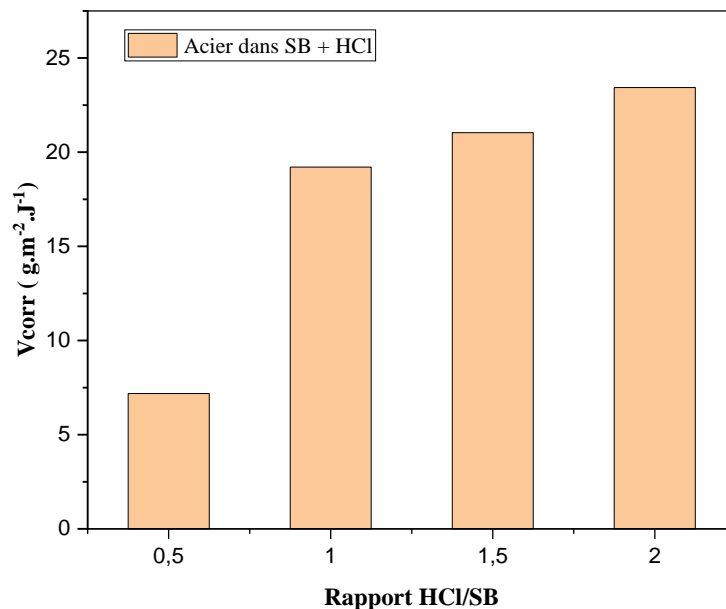


Figure III. 2 : Evolution de la vitesse de corrosion de l'acier dans (SB et HCl) en fonction du rapport HCl /SB(V/V).

La vitesse de corrosion de l'acier immergé à la fois dans la solution simulée du béton et le milieu acide (HCl) augmente avec l'agressivité du milieu extérieur.

B. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu corrosif acide en présence de l'extrait aqueux du grignon (EAG)

Nous avons effectué des mesures gravimétriques sur l'acier immergé dans (SB + HCl) avec différents rapports pendant des durées de 1, 2, 7, 9 et 13 jours en présence de différents rapports EAG/Solution totale (EAG/ST : 0, 2.5/ 70, 5/70, 7.5/70 et 10/70 V/V).

La Figure III.3 regroupe les vitesses de corrosion (en $\text{g.m}^{-2} . \text{J}^{-1}$) de l'acier immergé pendant 24 heures dans les solutions précédentes.

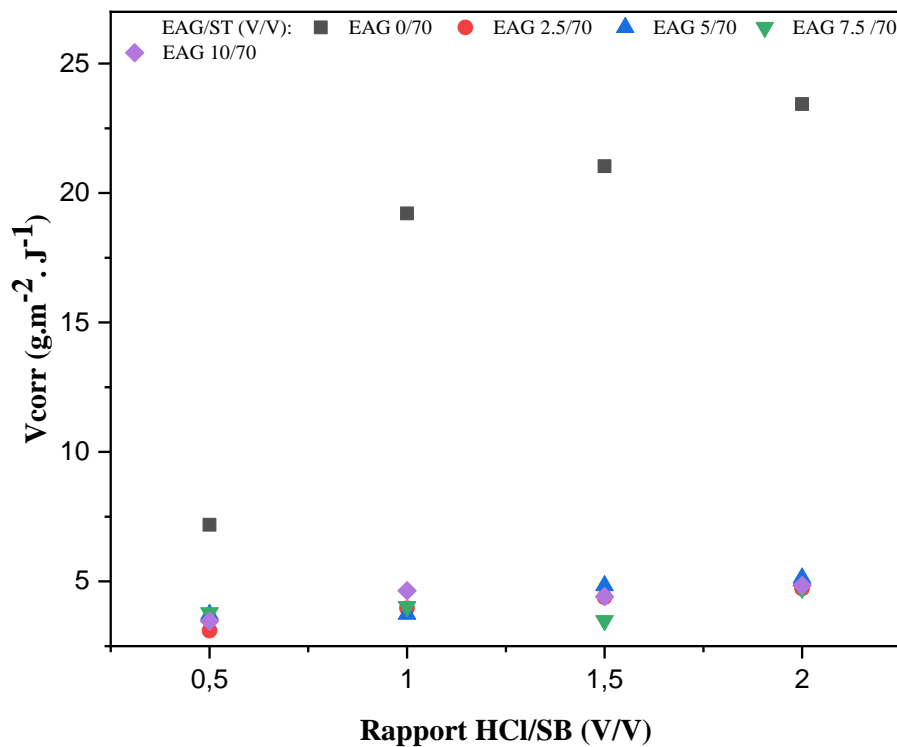


Figure III. 3 : Evolution de la vitesse de corrosion de l'acier en fonction du rapport EAG/Solution totale et le rapport HCl/SB pendant 24h.

Une lecture attentive des résultats de la Figure III.3 permet de déceler les constatations suivantes :

- En absence de l'inhibiteur EAG, la vitesse de corrosion augmente avec l'élévation du rapport HCl/SB, c'est-à-dire elle augmente avec l'agressivité du milieu extérieur.

- L'ajout de EAG diminue considérablement la vitesse de corrosion quel que soit la quantité de EAG ajoutée et l'agressivité du milieu environnement. Cette diminution est très notable pour un rapport HCl/SB de 2. L'efficacité inhibitrice est calculée selon la formule suivante :

$$EI (\%) = \frac{CR - CRR_{\text{éf}}}{CRR_{\text{éf}}} \quad (\text{III.1})$$

Tableau III.1 : Efficacités inhibitrices calculées.

	N°	EI (%) 1j	EI (%) 2j	EI (%) 7j	EI (%) 9j	EI (%) 13j
HCl/SB = 0.5	0	0	0	0	0	0
	2.5	56.92363343	68.93246	62.53278	55.87316	53.48256
	5	48.10022678	64.44068	60.07249	58.19472	57.30443
	7.5	47.252946	66.71291	65.62443	49.92462	60.64655
	10	51.77455932	68.13963	63.81554	61.05316	56.81474
HCl/SB = 1	0	0	0	0	0	0
	2.5	79.36866	54.54797	62.44562	60.53024	56.58708
	5	80.57565	77.69709	69.10015	61.90103	62.82609
	7.5	79.06365	76.0259	70.28989	67.75329	63.81139
	10	75.8273	73.3146	69.03689	66.87183	61.14012
HCl/SB = 1.5	0	0	0	0	0	0
	2.5	79.15264	74.22433	70.58824	71.09905	71.66946
	5	77.0169	71.58308	70.87946	72.00377	71.70947
	7.5	83.42935	76.20715	74.8551	75.42208	75.18407
	10	79.01242	70.74683	67.35251	70.20715	71.86461
HCl/SB = 2	0	0	0	0	0	0
	2.5	79.82129	81.81562	77.85943	75.16406	69.4771
	5	78.09436	82.18031	79.79877	74.34002	71.72607
	7.5	79.79398	84.64175	82.10432	79.09176	73.58935
	10	79.33611	84.22157	81.18635	79.20242	73.96076

C. Effet de la quantité de l'inhibiteur EAG

Pour évaluer la quantité optimale de l'inhibiteur EAG qu'il faut ajouter pour avoir une meilleure efficacité, nous avons varié la quantité ajoutée pour chaque milieu étudié sur une période temps de 13 jours.

A titre indicatif, nous allons représenter les résultats pour le milieu agressif dont le rapport HCl/SB= 2 pendant deux jours d'immersion comme le montre la Figure III.4.

Une efficacité inhibitrice supérieure à 80% est enregistrée quelle que soit la quantité de l'inhibiteur EAG et atteint sa valeur maximale pour un volume de 7.5 ml.

On peut considérer cette valeur comme une quantité optimale.

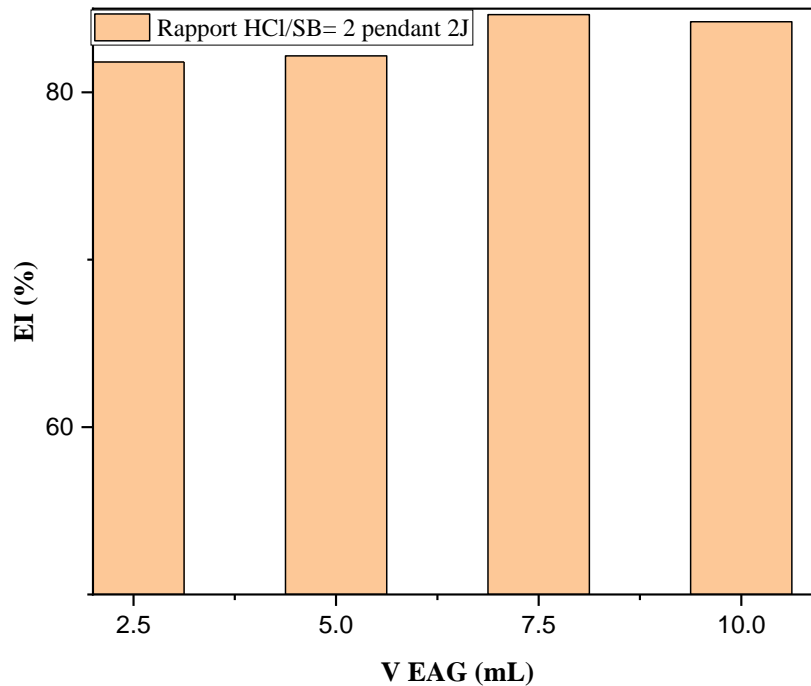


Figure III. 4 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG pour un rapport de HCl/SB= 2 pendant deux jours.

Pour un milieu agressif donné, l'efficacité inhibitrice dépend de la quantité de l'inhibiteur ajoutée et le temps d'émersion. Cette dépendance est illustrée par la Figure III. 4 pour un milieu agressif de rapport HCl/SB= 2.

La Figure III.5 montre que 7.5 ml de EAG offre une meilleure efficacité inhibitrice pour les différents temps d'immersion 1, 2, 7, 9 et 13 jours dans le milieu corrosif de rapport HCl/SB= 2.

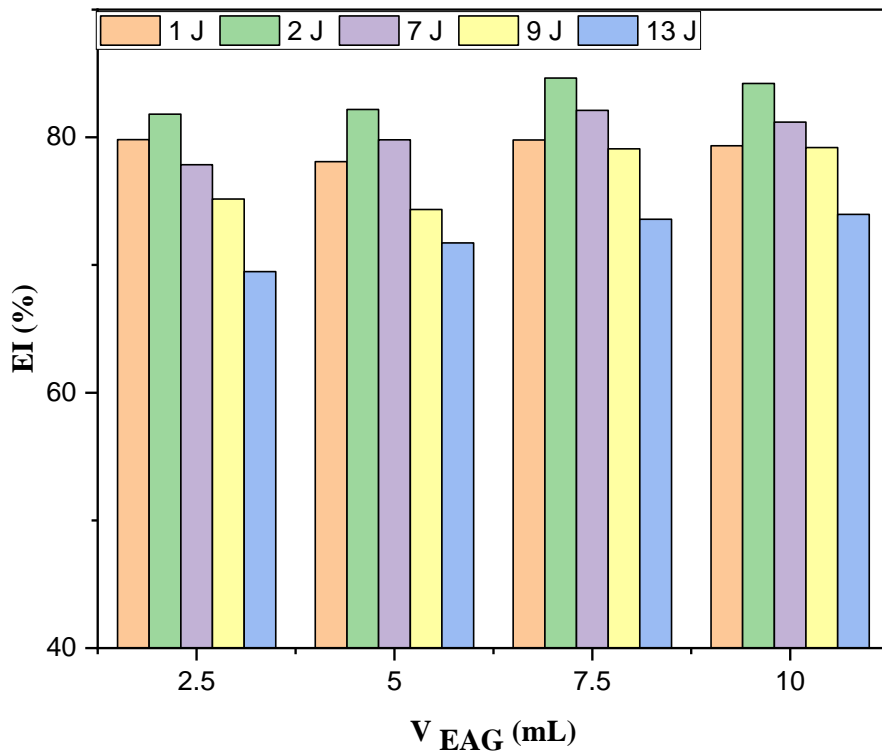


Figure III. 5 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour un rapport de HCl/SB= 2.

Cette conclusion peut être généralisée pour les milieux corrosifs étudiés à savoir : rapport HCl/SB= 0.5, 1, 1.5 et 2 (Figure III.6).

Le rapport EAG/ST de 7.5/70 (V/V) est adopté comme un rapport optimal pour tous les tests et les essais réalisés tout le long de cette étude.

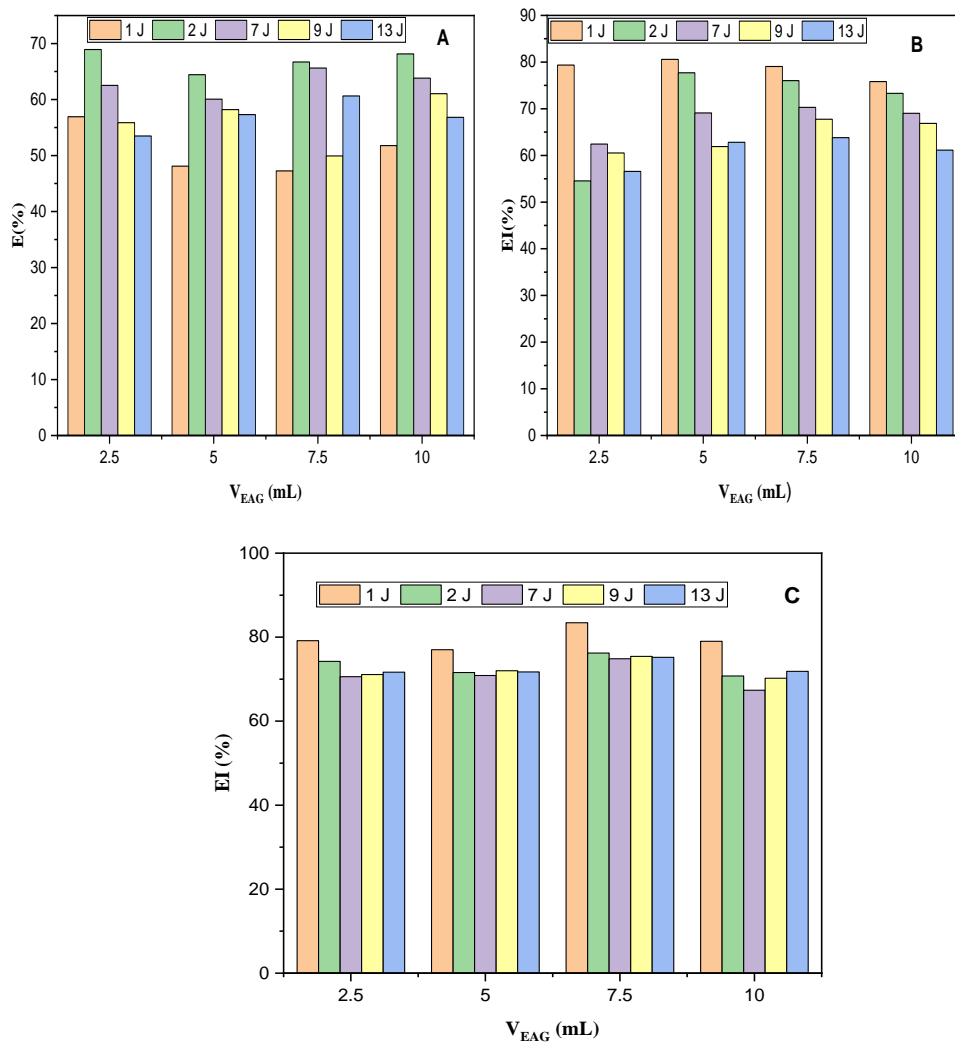


Figure III. 6 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour un rapport de HCl/SB= 0.5 (A), 1 (B) et 1.5 (C).

III.2.2.2. Méthodes électrochimiques

A. Suivi du potentiel du circuit ouvert

Le potentiel libre ou potentiel de corrosion de l'acier dans (SB + HCl) en absence et en présence de l'extrait de grignon EAG (quantité optimale de 7.5 ml) a été suivi en fonction du temps d'immersion. Les courbes obtenues sont présentées dans la Figure III.7.

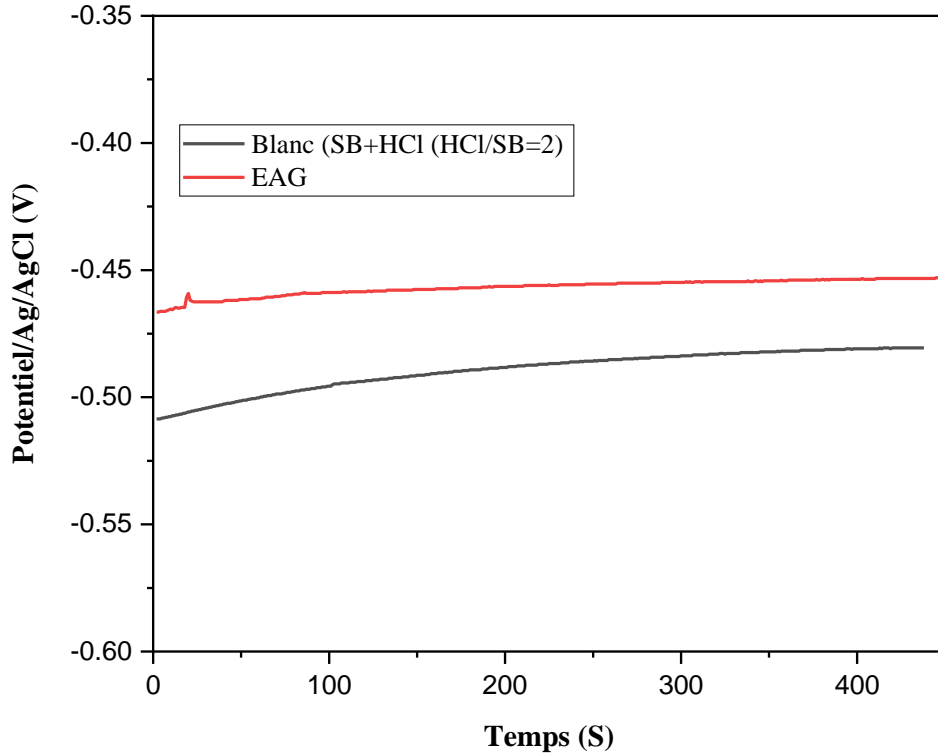


Figure III. 7 : Variation du potentiel libre (OCP) en fonction du temps d'immersion.

D'après la Figure III.7, en absence de EAG, le potentiel OCP de l'acier tend à se stabiliser à une valeur de -0.481 V/Ag/AgCl après 200 secondes d'immersion dans la solution (SB+HCl) tandis que le potentiel de corrosion tend à se stabiliser à une valeur supérieure soit -0.453 V/Ag/AgCl après 100 secondes d'immersion en présence d'une quantité optimale de EAG.

B. Courbes de polarisation :

L'acier est soumis à des tests de corrosion en présence et en absence de l'extrait aqueux du grignon EAG dans une solution de (HCl + SB). Le comportement de l'acier dans les deux milieux a été étudié en balayant le potentiel de -250 mV à $+250$ mV/ E corr. Les résultats trouvés sont illustrés par le Tableau III.2 et les courbes de polarisation donnée par la Figure III.8.

D'après les résultats du tableau III. 2, l'ajout de EAG réduit le courant de corrosion de l'acier de $7.717 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ (blanc) à $2.0741 \times 10^{-5} \text{ A/cm}^2$ et une efficacité inhibitrice de 73.12% a été enregistrée.

Tableau III.2 : Paramètres électrochimiques de la corrosion de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (SB+HCl).

Acier dans	Icorr (A/cm ²)	EI%
Blanc (HCl + SB)	7.717×10^{-5}	-
EAG	2.0741×10^{-5}	73.12

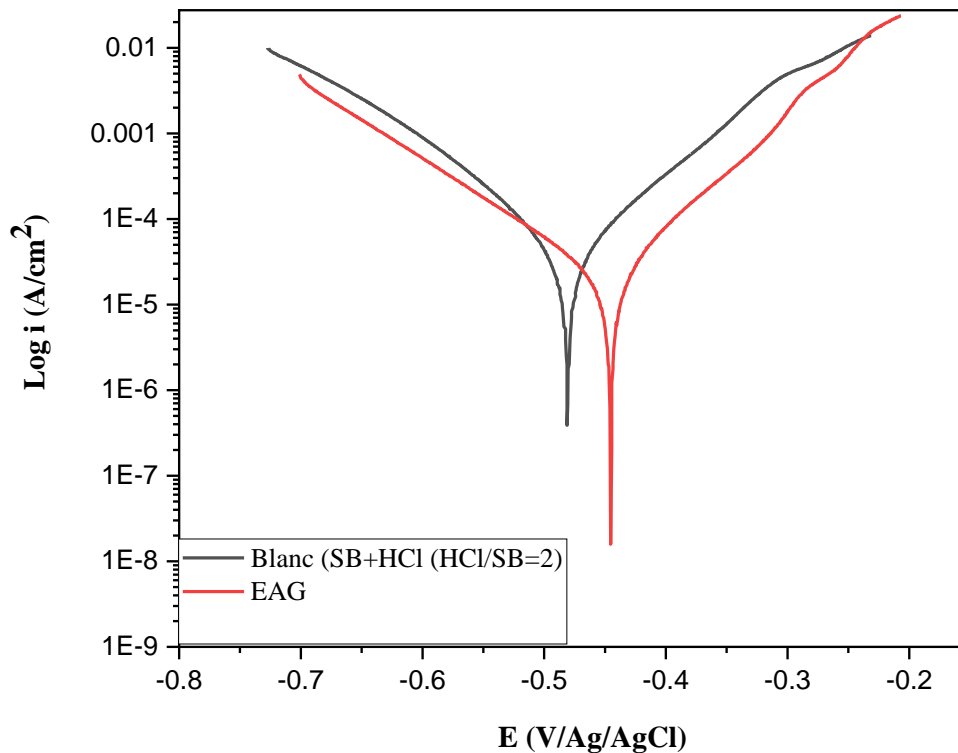


Figure III.8 : Courbes de polarisation de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (HCl + SB).

D'après les courbes de polarisation enregistrées, on peut faire les constatations suivantes :

- En présence de EAG, un abaissement des intensités des courants anodique et cathodique les réactions anodique et cathodique concernées sont :



- ✓ La diminution de la densité du courant de corrosion est due de l'effet de blocage des sites actifs sur la surface métallique par les molécules adsorbées de l'extrait EAG [2].
- ✓ Déplacement du potentiel de corrosion à une valeur de ΔE_{corr} environ **28 mV < 85 mV** par rapport au blanc, ce qui confirme que EAG agit comme un inhibiteur vert de type mixte [3].

C. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

L'activité anticorrosive de l'extrait EAG sur l'acier immergé dans une solution de (HCl + SB) a été réalisée par la méthode de spectroscopie d'impédance électrochimique. Cette technique explique le mécanisme d'inhibition à la surface de l'électrode de travail. Les diagrammes de Nyquist et de Bode obtenus à partir des mesures EIS sont présentés sur les Figure III.9 et la Figure III.10 respectivement.

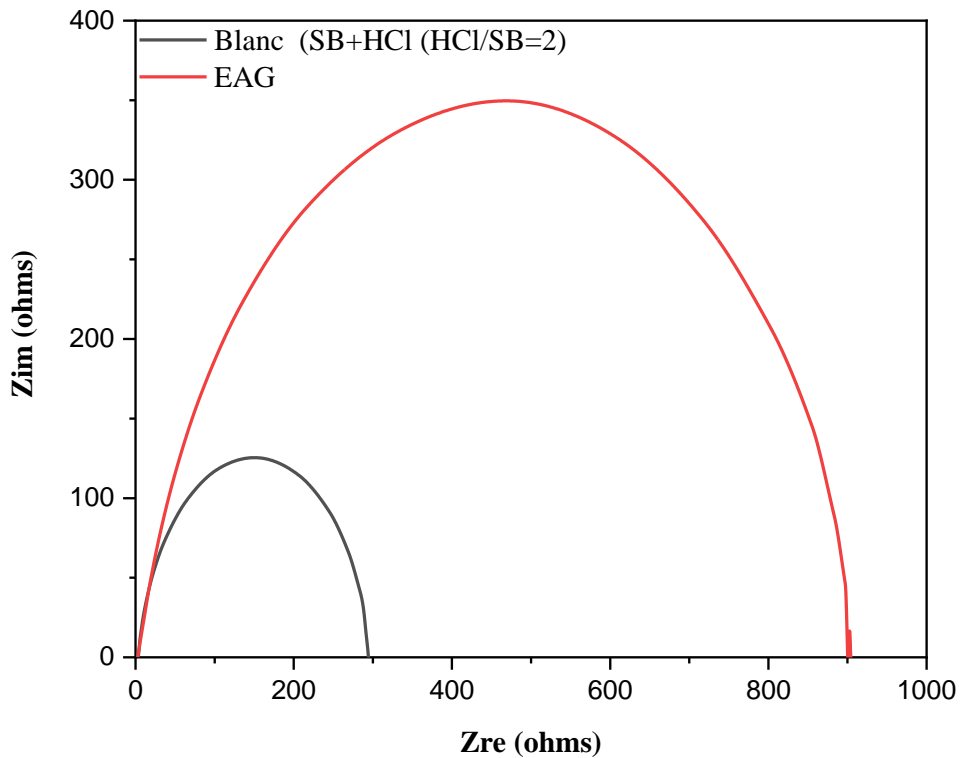


Figure III.9 : Diagrammes de Nyquist du système : en présence et en absence de EAG dans une solution de (HCl + SB).

D'après ces diagrammes, on constate une seule boucle capacitive à haute fréquence d'où une seule constante de temps.

Les demi-cercles des diagrammes de Nyquist d'une électrode sont légèrement déformées. Ces électrodes montrent généralement des écarts par rapport au comportement idéal. Cette

dispersion a été attribuée à la rugosité et à d'autres inhomogénéités de l'électrode solide, ainsi qu'à l'adsorption des anions [4].

La dispersion anormale de la capacité peut être représentée par un élément dit à phase constante (CPE) [5]. L'utilisation de CPE pour remédier à des circonstances non idéales sur des surfaces solides a été décrite ci-dessus.

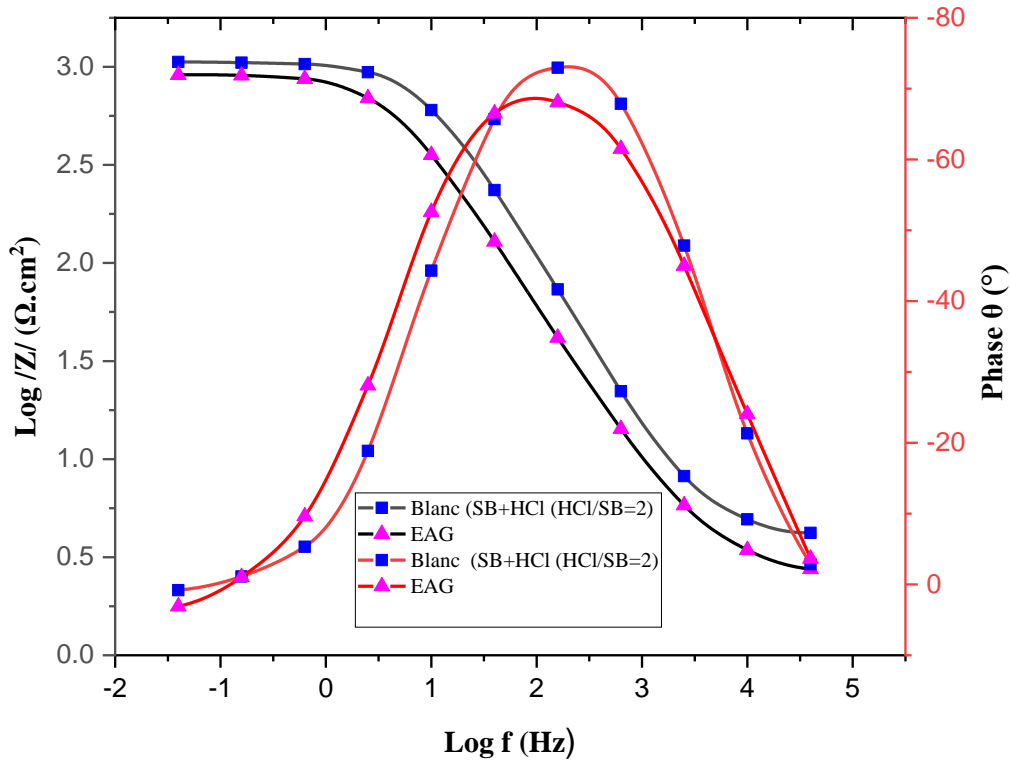


Figure III.10: Diagrammes de Bode pour la dissolution de l'acier en présence et en absence de EAG dans une solution de (HCl + SB).

De plus, l'ajout de l'extrait EAG conduit à une augmentation du diamètre du demi-cercle par rapport à la solution du blanc, indiquant que l'adsorption des molécules inhibitrices sur la surface d'acier et la formation d'un film.

La modélisation et l'analyse des données expérimentales de l'impédance électrochimique est réalisée par le logiciel ZView. Ce logiciel permet d'ajuster les données expérimentales en utilisant des modèles de circuits électriques équivalents et inversement, générer des données d'impédance à partir de simulation de circuits électriques équivalents.

Les résultats de la spectroscopie d'impédance électrochimique ont été bien ajustés avec le circuit électrique équivalent de la Figure III.11.

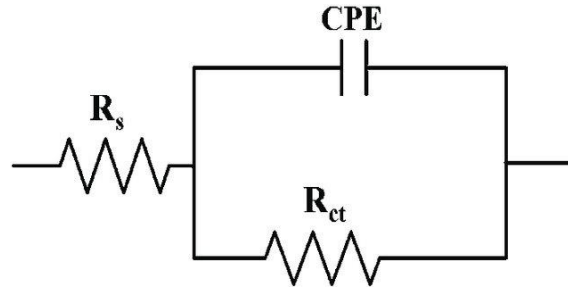


Figure III. 11 Circuit électrique équivalent de l'interface métal/électrolyte.

Ce dernier est constitué d'une résistance d'électrolyte (R_s) en série avec un élément à phase constante (CPE) en parallèle avec une résistance de transfert de charge (R_{ct}).

Le CPE est utilisé pour expliquer la dépression du demi-cercle capacitif, ce qui correspond à une homogénéité parfaite de surface. L'impédance d'un CPE peut être définie comme l'équation:

$$Z_{CPE} = Q^{-2}(j\omega)^{-n} \quad (III.4)$$

Où Q est la constante de CPE, j est le nombre imaginaire $(-1)^{1/2}$, n est l'exposant de CPE qui peut être utilisé comme indicateur de l'hétérogénéité ou de la rugosité de la surface et ω est la fréquence angulaire pour laquelle la composante imaginaire de l'impédance est maximale.

$$\omega = 2\pi f \quad (III.5)$$

La relation qui lie la capacité de la double couche C_{dl} au Q est donné par la relation suivante :

$$C_{dl} = (QR_{ct}^{1-n})^{1/n} \quad (III.6)$$

L'efficacité inhibitrice peut être calculée à partir de la relation (IV.6)

$$EI\% = \frac{R_{ct}(\text{inh}) - R_{ct}^\circ}{R_{ct}(\text{inh})} \times 100 \quad (III.7)$$

Où R_{tc} et R_{tc}° sont les valeurs de la résistance de transfert de charge avec et sans inhibiteur respectivement [6].

Les paramètres d'impédance obtenus en ajustant les données de la spectroscopie d'impédance électrochimique par le circuit équivalent (Figure III.11), contenant la résistance de l'électrolyte (R_s), la résistance de transfert de charge (R_{tc}), l'élément à phase constante.

L'efficacité inhibitrice de EAG pour la corrosion de l'acier EAG dans une solution de (HCl + SB) sont réunies dans le Tableau III.3.

Tableau III.3: Paramètres d'impédance de la corrosion de l'acier en présence de EAG dans une solution de (SB +HCl).

Milieu	Rs ($\Omega.cm^2$)	Rtc ($\Omega.cm^2$)	θ (°)	EI%
Blanc (HCl + SB)	3.344	292.8	- 68.964	-
EAG	2.758	919.6	- 68,065	81.97

La résistance de transfert de charge en présence de EAG augmente de 292.8 à 919.16 $\Omega.cm^2$. L'efficacité inhibitrice de EAG dans une solution de (HCl + SB) calculée à partir des résistances de transfert de charge est de 68.6%.

III.2.3. Comportement de l'acier dans la solution simulée du béton et le milieu salin

III.2.3.1. Méthode de perte en masse

Nous avons effectué aussi des mesures gravimétriques sur l'acier immergé dans une solution de (SB + eau de mer) avec différents rapports pendant des durées de 1, 2 et 3 jours en présence de différents rapports EAG/Solution totale (EAG/ST : 0, 2.5/ 70, 5/70, 7.5/70 et 10/70 V/V). Les résultats trouvés sont résumés sous forme d'histogrammes donnés par la Figure III.12.

D'après la Figure III.12., on constate que la meilleure efficacité inhibitrice a été obtenue pour une quantité ajoutée de 7.5 ml pendant trois jours. Cette quantité sera utilisée comme quantité optimale.

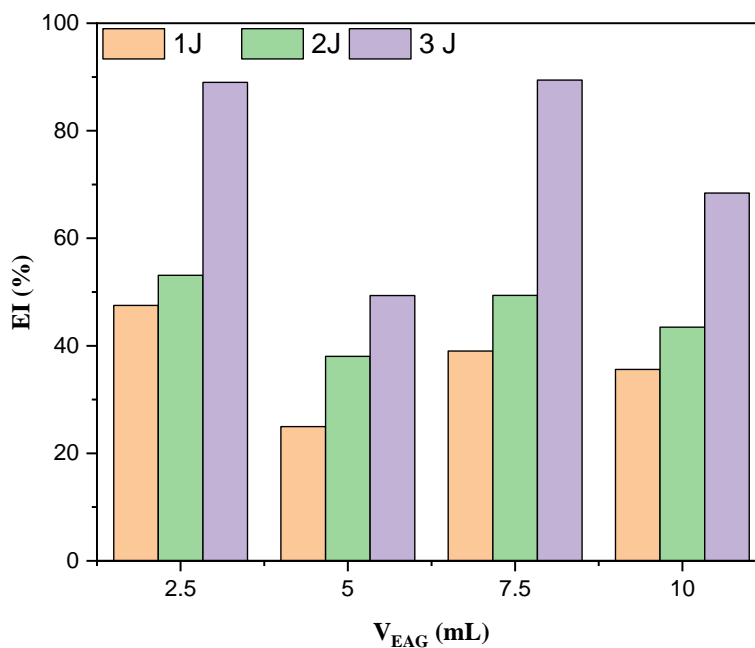


Figure III.12 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la quantité de EAG au cours du temps pour dans le milieu salin.

III.2.3.2. Méthodes électrochimiques

A. Suivi du potentiel du circuit ouvert

Le potentiel libre ou potentiel de corrosion de l'acier dans (SB + eau de mer) en absence et en présence de la quantité optimale de l'extrait du grignon EAG a été suivi en fonction du temps d'immersion. Les courbes obtenues sont présentées dans la Figure III.13.

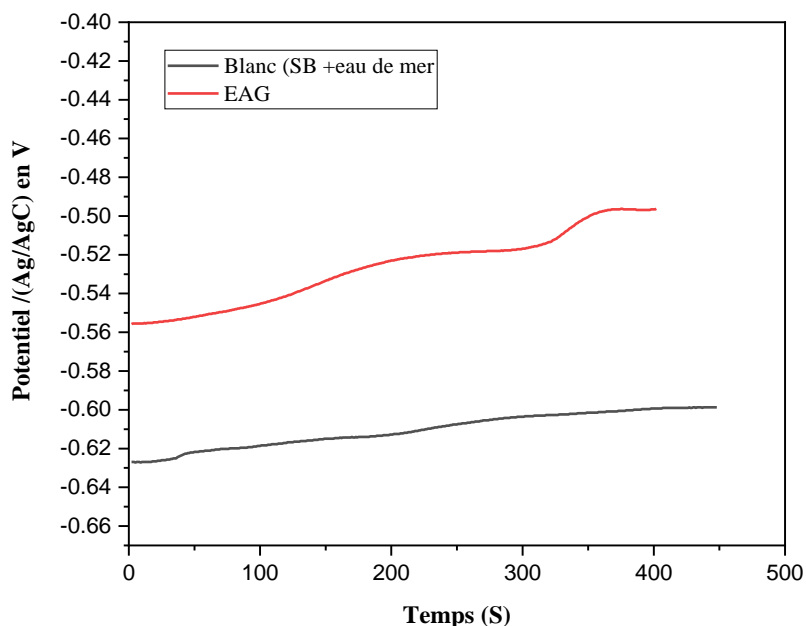


Figure III. 13 : Variation du potentiel de libre (OCP) en fonction du temps d'immersion.

D'après la Figure III. 13, en absence de EAG, le potentiel OCP de l'acier tend à se stabiliser à une valeur de $-0.6016 \text{ V/Ag/AgCl}$ après 350 secondes d'immersion dans la solution (SB + eau de mer) par contre le potentiel de corrosion tend à se stabiliser à une valeur supérieure soit -0.453 V/Ag/AgCl après 400 secondes d'immersion en présence de la quantité optimale de EAG.

B. Courbes de polarisation

Des tests de corrosion sur l'acier en présence et en absence de l'extrait aqueux du grignon EAG dans une solution de (SB+ eau de mer) ont été réalisés. Les résultats trouvés sont donnés par les courbes de polarisation donnée par la Figure III.14.

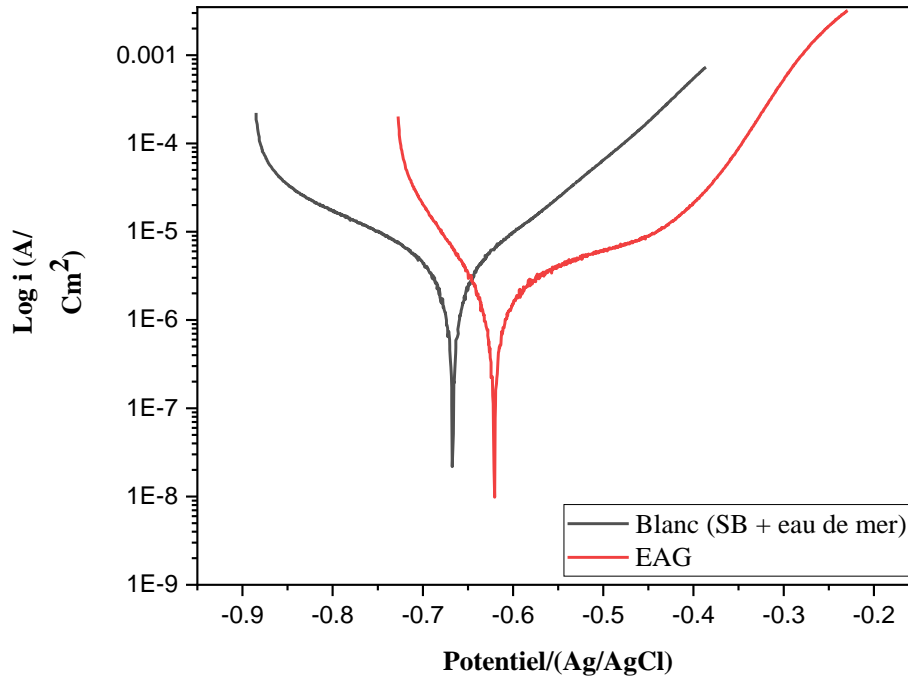


Figure III.14 : Courbes de polarisation de l'acier en l'absence et en présence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer).

En présence de EAG, un abaissement du courant anodique correspondant à la réaction d'oxydation du fer est constaté selon la réaction :



La réaction cathodique :



En présence des chlorures :



Selon les réactions ci-dessus, la corrosion de l'acier est accélérée par la présence de Cl^- à sa surface. Par conséquent, l'ajout de EAG au milieu peut réduire efficacement sa corrosion [7].

Un déplacement du potentiel de corrosion à une valeur maximale de ΔE_{corr} environ **46 mV** < **85 mV** par rapport au blanc est observé, ce qui confirme que EAG agit comme un inhibiteur vert de type mixte [3].

C. Spectroscopie d'impédance électrochimiques

Dans le béton armé, vu son milieu alcalin, l'acier est spontanément protégé en formant un film d'oxyde passif. Cependant, la contamination par des chlorures ou la carbonatation provoque une détérioration de la couche passive et par la suite l'initiation d'une corrosion par piqûres. Ce phénomène est représenté par une plate-forme constante comme cela apparaît clairement dans la courbe de la solution du blanc (SB + eau de mer) sur la Figure III.15.

Les paramètres d'impédance obtenus en ajustant les données de la spectroscopie d'impédance électrochimique par le même circuit équivalent précédent (Figure III.11), contenant la résistance de l'électrolyte (R_s), la résistance de transfert de charge (R_{ct}), l'élément à phase constante.

Après avoir ajouté EAG, nous avons remarqué une disparition de la plateforme avec une augmentation de la résistance de polarisation [8]. La résistance de transfert de charge de l'acier immergé dans la solution du Blanc (SB + eau de mer) est de $3866 \Omega \cdot \text{cm}^2$. Lorsqu'on ajoute EAG la résistance de transfert de charge atteint $21449 \Omega \cdot \text{cm}^2$. L'efficacité inhibitrice de EAG dans une solution de (HCl + SB) calculée à partir des résistances de transfert de charge est de 81.97 % (Tableau III.4).

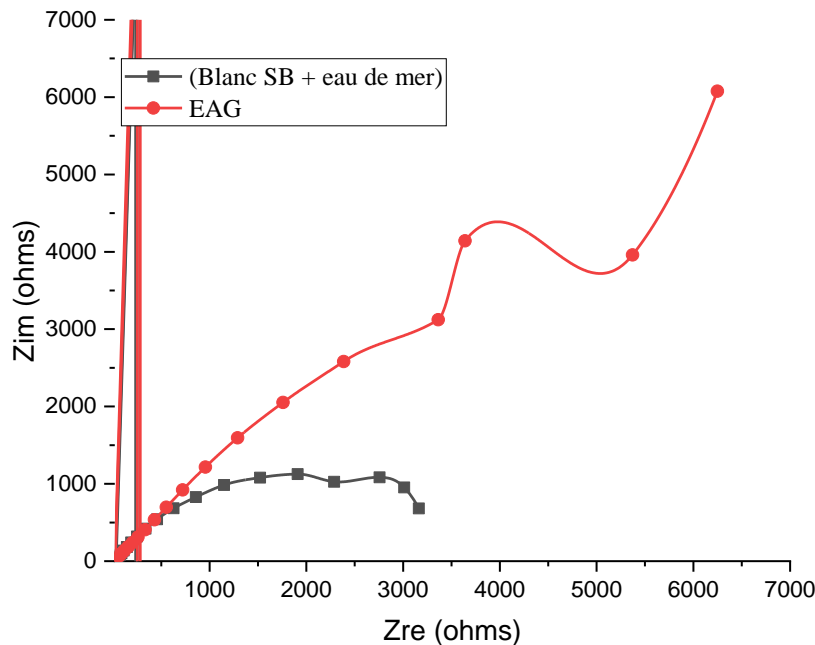


Figure III.15 : Diagrammes de Nyquist du système : en présence et en absence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer).

Les diagrammes de Bode pour l'acier immergé dans la solution (SB + eau de mer) sans et avec EAG sont présentés sur la Figure III.16.

Le diagramme de Bode a deux pics, ce qui suggère que lorsque les molécules de EAG sont adsorbées sur la surface de l'acier selon deux des processus de relaxation. Ceci est attribué à la résistance au transfert de charge et à l'adsorption des molécules EAG à la surface du métal [7].

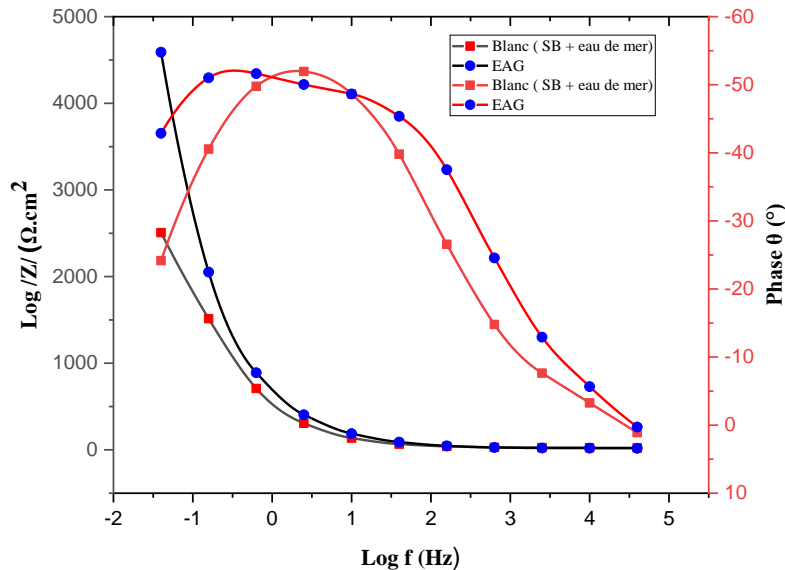


Figure III.16 : Diagrammes de Bode pour la dissolution de l'acier en présence et en absence de EAG dans une solution de (SB+ eau de mer).

Tableau III.4 : Paramètres d'impédance la corrosion de l'acier en présence de EAG dans une solution de (SB + eau de mer).

Milieu	R_s ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	R_{tc} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	θ ($^\circ$)	EI%
Blanc (SB + eau de mer)	23.23	3866	-51.937	-
EAG	17.16	21449	-51.629	81.97

La résistance de transfert de charge de l'acier immergé dans la solution du Blanc (SB + eau de mer) est de $3866 \Omega \cdot \text{cm}^2$. Lorsqu'on ajoute EAG la résistance de transfert de charge atteint $21449 \Omega \cdot \text{cm}^2$. L'efficacité inhibitrice de EAG dans une solution de (HCl + SB) calculée à partir des résistances de transfert de charge est de 81.97 %.

Les résultats obtenus par EIS sont en bon accord avec ceux obtenus par polarisation potentiodynamique et des mesures de perte de poids.

Partie 02 : Validation sur mortier

III.3. Introduction

Dans cette partie, nous présentons les différents résultats expérimentaux obtenus à partir des essais réalisés sur poudre, pâte et mortiers normalisés en utilisant le ciment CEMI 42.5 BISKRIA fabriqué à la cimenterie de Biskra. Nous rappelons que les pâtes et les mortiers sont confectionnés avec les solutions (St1) : eau du robinet et (St2) solution contenant un optimum de l'extrait (7.5/70 ml) ajouter à l'eau du robinet. Les essais sont réalisés à l'état frais et à l'état durci. A l'issue de ces résultats, des comparaisons et des discussions seront présentées au fur et à mesure.

III.4. Essais effectués sur poudre, pâte et mortier de ciment

La plupart des essais ont été conduits conformément aux normes Algériennes sur les ciments et mortiers. Ces normes sont éditées principalement par l'institut Algérien de la normalisation IANOR. Cependant nous avons également utilisés d'autres normes et plus particulièrement les normes Européennes EN, qui sont actuellement les plus utilisées pour le commerce mondial du ciment.

III.4.1. Essais de caractérisation chimique

Ces essais ont été réalisés au laboratoire du contrôle continu de la cimenterie Hdjar-soud à Azzaba, wilaya de Skikda.

III.4.1.1. Composition chimique du ciment CEMI 42.5

La composition chimique du ciment CEMI 42.5 BISKRIA déterminée par Fluorescence X ainsi que la perte au feu et la teneur en chaux libre sont regroupées dans le Tableau III.5.

Tableau III.5: Composition chimique du ciment CEMI 42.5 BISKRIA.

Echantillons	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Cl ⁻	PAF	CaO _{libre}
CEMI 42.5 BISKRIA	19.86	5.06	3.70	66.96	2.30	3.09	0.71	0.28	0.035	2.25	0.20

III.4.2. Essais de caractérisation physique

III.4.2.1. Masses volumiques et surface spécifique du ciment

Les résultats de la mesure des masses volumiques absolue et apparente ainsi que la surface spécifique SSB du ciment CEMI42.5 sont regroupées dans le Tableau III.6.

Tableau III.6 : Masses volumiques absolue et apparente du ciment CEM I 42.5.

Echantillons	ρ_{abs} (g/cm ³)	ρ_{app} (g/cm ³)	SSB (cm ² /g)
CEMI42.5 : BISKRIA	3.15	963.18	2729

On constate d'après le Tableau III.6 que les valeurs de la masse volumique absolue et apparente ainsi que la spécifique SSB du ciment CEMI 42.5 sont dans l'intervalle des valeurs préconisées par la norme en vigueur NA442 [9].

III.4.2.2 Consistance du ciment et du mortier préparé

L'essai de consistance normale a été réalisé selon la norme NA 229 [10]. La consistance normalisée d'une pâte de ciment est nécessaire pour déterminer les temps de début et de fin de prise.

L'essai de consistance dans cette partie a pour but d'examiner l'influence de l'introduction du bio- inhibiteur sur l'ouvrabilité.

Tableau III.7: Consistance du ciment préparé avec les solutions (St1) et (St2).

Echantillons	Consistance du ciment (%)	Étalement du mortier (Cm)
CEMI (St1 : Eau de robinet)	29.4	20.00
CEMI (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)	29	20.60

III.4.2.3. Temps de prise : début de prise et fin de prise

La détermination du temps de début et de fin de prise est effectuée sur des pâtes fraîches de ciment maintenus à la température ambiante du laboratoire (21±1°C). Les résultats obtenus sont regroupés dans le Tableau III.8

La lecture du Tableau III.8 montre une accélération du temps de début et de fin de prise des pâtes de ciment préparées avec la solution St2 par rapport aux ceux des pâtes préparées avec St1. L'explication de ce comportement nécessite d'autres essais et d'autres résultats.

Tableau III. 8: Temps de prise des pâtes de ciment en absence et présence d'inhibiteur.

Echantillons	T. début de prise (h)	T. fin de prise (h)
CEMI (St1 : Eau de robinet)	3h32min	5h27min
CEMI (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)	3h23min	5h28min

III.4.2.4. Masse volumique du mortier à l'état sec (méthode de pesée hydrostatique)

La mesure de la masse volumique à l'état sec est effectuée avec des éprouvettes prismatique (4x4x16) cm³ confectionnées avec les deux solutions (St1 et St2), conservées dans l'eau pendant 28 jours. Après leurs extractions de l'eau, les éprouvettes sont séchées jusqu'à masse constante. Les résultats trouvés sont représentés dans le Tableau III.9.

Tableau III.9 : Masse volumique sèche des mortiers : en absence et présence d'inhibiteur.

Echantillons	$\rho_s = \frac{M_{sec}}{M_{sec} - M_{imm}}$
Mortier (St1 : Eau de robinet)	2.17
Mortier (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)	2.15

D'après le Tableau III.9, l'ajout d'inhibiteur, n'a pas une grande influence sur la masse volumique du mortier à l'état sec (La densité de l'inhibiteur est très proches de celle de l'eau).

III.4.2.5. Absorption d'eau par immersion totale

L'absorption d'eau par immersion totale d'un mortier est déterminée selon la prescription de la norme NBN B 15.215(2018) [11].

D'après le Tableau III.10, on constate que les échantillons préparés en présence d'inhibiteur dans l'eau de gâchage enregistrent des porosités accessibles à l'eau inférieures à celles données par les mêmes mortiers préparés avec l'eau de robinet seule. Donc de point de vue durabilité, l'ajout d'inhibiteur dans l'eau de gâchage a un effet positif.

	M _{sat} (g)	M _{sec} (g)	$A_b = \frac{M_{sat} - M_{sec}}{M_{ses}} \times 100$
Mortier (St1 : Eau de robinet)	604.80	559.20	8.470
	610.10	560.80	
Mortier (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)	561.50	524.10	7.935
	580.50	533.80	

Tableau III.10: Absorption par immersion totale des mortiers confectionnés avec (St1) et (St2).

D'après le tableau III.10, on remarque que l'absorption par immersion totale des échantillons préparés en présence d'inhibiteur est inférieure à celle des mêmes échantillons préparés avec l'eau de robinet. Ce comportement peut être expliqué par l'occupation des vides existant à l'intérieur du mortier durci par des substances d'inhibiteur.

III.4.2.6. Porosité accessible à l'eau

La porosité accessible à l'eau a été mesurée en utilisant deux méthode : la première est basée sur les pesés hydrostatique selon la Norme NF EN18-459 (2010) [12]

Tableau III.11: Porosité accessible à l'eau des mortiers confectionnés avec (St1) et (St2).

	M_{imm} (g)	M_{sat} (g)	M_{sec} (g)	p = $\frac{M_{sat}-M_{sec}}{M_{sat}-M_{imm}}$ (%)
Mortier (St1 : Eau de robinet)	345.4	604.8	559.2	18.04
	344.0	610.1	560.8	
Mortier (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)	273.0	561.5	524.1	13.54
	249.9	580.5	533.8	

D'après le Tableau III.11, l'incorporation d'inhibiteur dans l'eau de gâchage contribue à la diminution de la porosité accessible à l'eau.

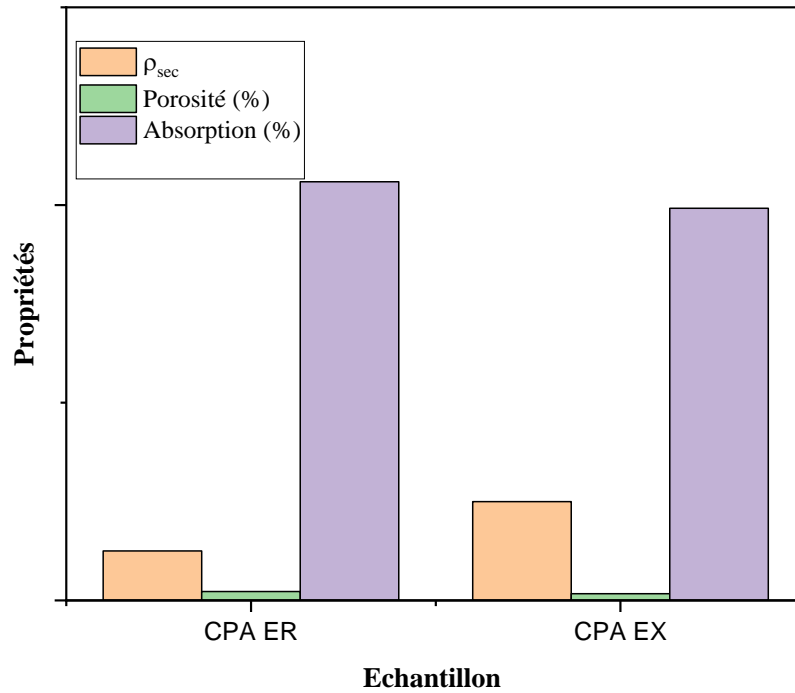


Figure III.17 : Absorption d'eau par immersion totale et Porosité accessible à l'eau.

III.4.2.7. Absorption d'eau par capillarité

Pour confirmer les résultats des essais de l'évaluation d'absorption d'eau par immersion totale et de la porosité accessible à l'eau des mortiers confectionnés avec (St1) et (St2), on a réalisé l'essai de l'absorption d'eau par capillarité.

Tableau III.12: Absorption d'eau par capillarité $CA = \frac{(M_j - M_0)}{S_2}$.

	M_0	5min	10min	15min	20min	30min	45min	60min	90min	2h	3h	4h	24h
Mortier (St1)	561.1	562.2	562.6	562.9	563.1	563.5	564	564.4	565.2	565.8	566.9	567.7	575.6
	562.7	563.9	564.2	564.5	564.7	565.1	565.6	566	566.2	567.3	568.3	569	576.8
$P_{Moyenne} \times 10^{-3}$		0.715	0.915	1.1	1.2	1.5	1.8	2.0	2.3	2.85	3.55	4.0	8.9
Mortier (St2)	527	527.4	527.7	527.8	527.9	528.3	528.8	529.2	529.8	530.5	531.8	532.7	539.8
	535.5	536.1	536.3	536.5	536.7	537.1	537.6	538.1	538.8	539.8	541.1	542.5	552.8
$P_{Moyenne} \times 10^{-3}$		0.31	0.47	0.6	0.65	0.9	1.2	1.45	1.85	2.4	3.3	3.9	8.4

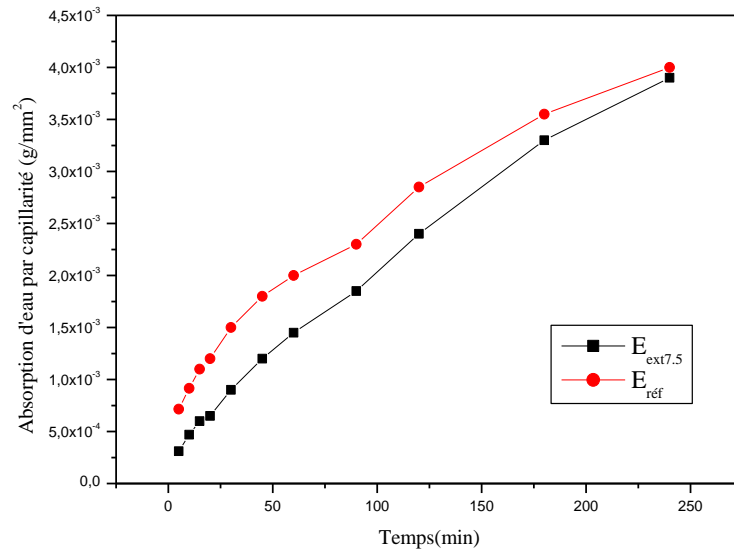


Figure III.18 : Absorption d'eau par capillarité.

Les résultats obtenus représenté dans le tableau III.12 et la figure III.18 montrent clairement que l'absorption de l'eau augmente avec le temps pour les deux types de mortier. On constate aussi une diminution de l'absorption par remonter capillaire dès le premier temps qui suit le premier contact avec l'eau des éprouvettes gâchage avec la solution St2. Ce qui confirme la difficulté de passage à travers les pores due à l'existence des substances apportées par l'inhibiteur.

III.4.3. Essais de caractérisation mécanique

La caractérisation mécanique dans ce travail consiste à la mesure de la résistance à la compression et celle à la traction par flexion 3 point. L'essai a été effectué selon la norme NA 234 [13], Les éprouvettes ont été conservées sous l'eau pendant 2,7,14 et 28 jours à la température du laboratoire. Les résultats d'essai d'écrasement en compression et en flexion sont regroupés dans le Tableau III.13.

D'après le Tableau III.13 et la Figure III.19, on constate que l'ajout d'inhibiteur dans l'eau de gâchage n'a pas une influence significative sur la résistance mécanique quel que soit l'âge du mortier.

Tableau III.13: Résistance mécanique des mortiers préparés avec St1 et St2.

Age des éprouvettes en jours		2j	7j	14j	28j
CEMI (St1 : Eau de robinet)	R_f (MPa)	4.47	7.07	7.35	8.54
CEMI (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)		3.82	6.84	7.34	8.26
CEMI (St1 : Eau de robinet)	R_c (MPa)	19.34	43.87	46.50	56.32
CEMI (St2: Eau de robinet +7.5 Inhib)		25.57	41.28	42.28	58.05

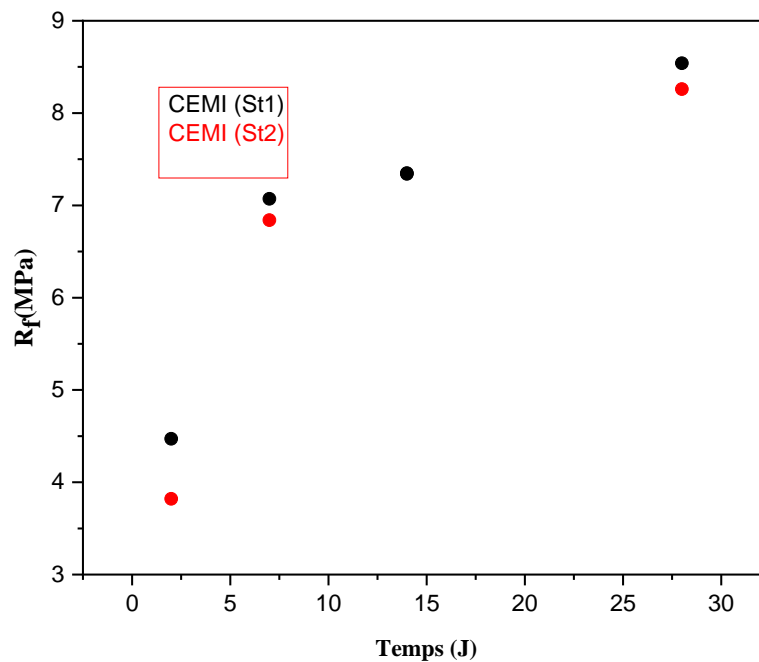


Figure III.19 : Résistance à la flexion des mortiers préparés avec St1 et St2.

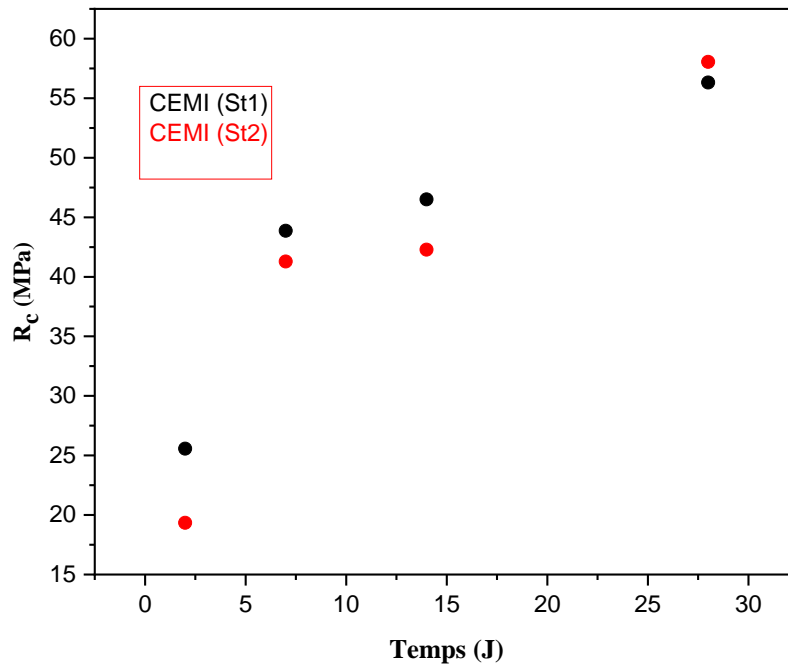


Figure III.20: Résistance à la compression des mortiers préparés avec St1 et St2.

III.5. Conclusion

Après une série des essais de caractérisation, l'inhibiteur proposé dans la présente recherche prouve son efficacité anti-corrosive dans les deux milieux d'étude : béton-acide et béton-eau de mer. Avec un optimum de 7.5/70 en volume d'inhibiteur sur volume d'eau, nous avons examiné son incorporation dans l'eau de gâchage sur les propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des pâtes et mortiers de ciment. Les résultats trouvés montrent clairement l'efficacité de l'inhibiteur préparé sur la porosité tandis que aucun effet n'est observé sur les autres propriétés.

Références Bibliographiques du Chapitre III

- [1] [Robert M Silverstein](#), [Francis X Webster](#), [David J Kiemle](#), [Identification spectrométrique de composés organiques](#), 2^{ème} édition, De Boeck.
- [2] X. Li & al “inhibition effect of 6-benzylaminopurine on the corrosion of cold rolled steel in H₂SO₄ solution” *Corrosion science*.51 (2009) 620–634.
- [3] M. Messali, H. Lgaz, R. Dassanayake, R. Salghi, S. Jodeh, N. Abidi, and O. Hamed, *J. Mol. Struct.* 1145 (2017) 43–54.
- [4] S. Sharma, R. Ganjoo, S. Kr, N. Saha, A. Kang, H. Thakur, V. Assad, A.K. Sharma, *J. Adhes. Sci. Technol.* 36 (2022) 2067–2092.
- [5] H. Bentrach, Y. Rahali, and A. Chala, *Corros. Sci.* 82 (2014) 426–43.1
- [6] E.B. Caldonga, M. Zhang, G. Liang, T.K. Hollis, C.E. Webster, D.W. Smith, D.O. Wipf, *J. Electroanal. Chem.* 880 (2021) 114858.
- [7] Qihui Wang Qihui Wang & al «Evaluation for Fatsia japonica leaves extract (FJLE) as green corrosion inhibitor for carbon steel in simulated concrete pore solutions». *Journal of Building Engineering* 63 (2023) 105568]. <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.105568>
- [8] Marwa Ben Harb & al «Olive leaf extract as a green corrosion inhibitor of reinforced concrete contaminated with seawater». [*Arabian Journal of Chemistry* (2020) 13, 4846–4856].
- [9] Norme Algérienne NA442 : Liants hydrauliques-ciments courants : Composition spécifications et critères de conformité, 2^{ème} Edition, Edition Ianor, Algérie, 2013.
- [10] Norme NA229 : Ciments – Détermination de la consistance normale de la pâte de ciment. Institut Algérien de la normalisation.
- [11] Norme NBN B15 : L'absorption d'eau par immersion d'un béton. 1989.
- [12] NF EN18-459 (2010): Mesure de la porosité accessible à l'eau et la masse volumique apparente du béton durci avec granulats courants.
- [13] NA 234. Méthodes d'essais des ciments - Détermination des résistances mécaniques. de la consistance normale. Algérien de la normalisation.

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Dans ce travail de recherche, on propose un bio-adjuvant qui constitue un inhibiteur anti-corrosif à base du grignon d'olive récupéré auprès de l'huilerie de Roknia -Guelma-. Ce dernier est préparé par une méthode simple et économique.

Après une série des essais de caractérisation chimique et électrochimique, l'inhibiteur proposé dans la présente recherche prouve son efficacité anti-corrosive dans les deux milieux d'étude : béton-acide et béton-eau de mer.

Pour examiner l'effet de l'incorporation du nouvel inhibiteur sur les propriétés rhéologiques, physiques et mécaniques des pâtes et mortiers de ciment, un optimum de 7.5/70 en volume d'inhibiteur sur volume d'eau a été ajouté dans l'eau de gâchage. Les résultats trouvés montrent clairement que l'incorporation du nouvel adjuvant contribue à l'amélioration de la durabilité du béton armé. Cette amélioration se manifeste par une diminution de la porosité accessible à l'eau et de l'absorption capillaire, ce qui peut crier une difficulté de la pénétration des agents agressifs.