

التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية



انا الممضي اسفله،

السيدة (ة) بوعبدالمجيد هرونة هرونة الصفة: طالب (مستر) / دكتوراه (

الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية: 10686787 والصادرة بتاريخ 21-03-2023

المسجل (ة) بكلية / معهد العلوم والعلوم التطبيقية، قسم هندسة الطرائق

تخصص: كيمياء بيئية
والمكلف (ة) بإنجاز اعمال بحث (مذكرة، التخرج، مذكرة ماستر، مذكرة ماجستير، اطروحة دكتوراه).

عنوانها: Évaluation de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion à base de fipronil de barbarie sur l'acier API X 60 en présence de l'ion de gypsement de la réaction de Stahl

أصرح بشرفي اني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمتهجية الاخلاقيات المهنية والنزاهة الاكاديمية المطلوبة في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ 29/06/2024

توقيع المعني (ة)

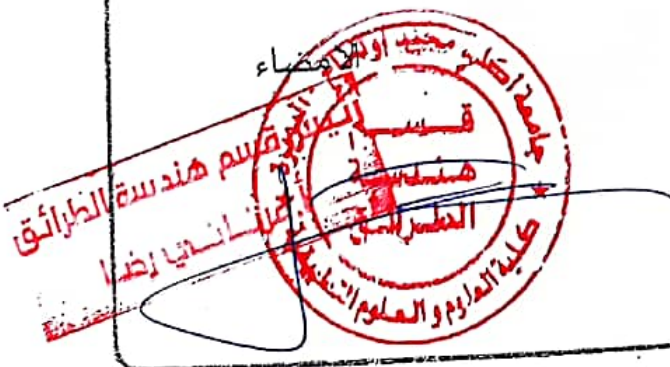
Kacoua

هيئة مراقبة السرقة العلمية:

29/06/2024 البويرة

النسبة: % 18

النسبة:





التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية

انا الممضي اسفله،

السيد(ة)..... م.م.ب.ي. ك.م.ب.ل. (مستر) / دكتوراه)

الحامل(ة) لبطاقة التعريف الوطنية: 4.00.92.2.1.17..... والصادرة بتاريخ 09/03/2009

المسجل(ة) بكلية / معهد العلوم والعلوم التطبيقية..... قسم هندسة الطرائق

تخصص:..... كيمياء حيوية

والمكلف(ة) بإنجاز اعمال بحث(مذكرة، التخرج، مذكرة ماجستير، اطروحة دكتوراه).

عنوانها: Evolution de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion à base de

figues de Barbarie sur l'acier API X60 en présence de l'eau de gisement de la région de Skikda

أصرح بشرفي اني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية الاخلاقيات المهنية والنزاهة الاكاديمية المطلوبة

في انجاز البحث المذكور أعلاه.

توقيع المعني (ة)

التاريخ: 29/06/2024

البويرة في: 29/06/2024

هيئة مراقبة السرقة العلمية:

الامضاء



% 18

النسبة:

هندسة الطرائق
جامعة البويرة
كلية العلوم والعلوم التطبيقية

Mémoire BOUDISSA et SEDDI - Aida ZAABAR.pdf

RAPPORT DE SIMILITUDE

18%	17%	2%	8%
INDICE DE SIMILITUDE	SOURCES INTERNET	PUBLICATIONS	COPIES DE L'ÉTUDIANT

SOURCES PRINCIPALES

1	dlibrary.univ-boumerdes.dz:8080 Source Internet	9%
2	www.univ-bejaia.dz Source Internet	2%
3	dspace.univ-ouargla.dz Source Internet	1%
4	dspace.univ-bouira.dz:8080 Source Internet	1%
5	thesis.univ-biskra.dz Source Internet	1%
6	Submitted to University of Annaba Copie de l'étudiant	1%
7	univ-bejaia.dz Source Internet	1%
8	core.ac.uk Source Internet	1%
9	busci.univ-saida.dz Source Internet	1%

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. M. OULHADJ - Bouira
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés
Laboratoire de Génie des Procédés

Mémoire



Présenté par

SEDDI Hadil
BOUDISSA Maroua

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

**Évaluation de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion
à base de figuier de barbarie sur l'acier API X60 en
présence de l'eau de gisement de la région de Stah**

A présenter le 06/07/2024

Devant le jury composé de :

M. AOUDJIT F.	MCA	UAMO, Bouira	Président
Mme EL HANAFI N.	MCB	UAMO, Bouira	Examinatrice
Mme ZAABAR A.	MCA	UAMO, Bouira	Encadrante
M. BELKACEMI S.	MAA	IT, Bouira	Co-Encadrant

Année Universitaire 2023/2024

REMERCIEMENTS

Avant toute chose, nous adressons nos sincères remerciements à « **Allah** », le Tout-Puissant, de nous avoir donné la force de persévérer ainsi que l'audace de surmonter toutes les difficultés. Nous Le remercions humblement pour avoir exaucé nos prières et guidé nos pas vers la réussite.

Nous exprimons notre profonde gratitude à nos directeurs de mémoire **Mme A. ZAABAR** et **M. S. BELKACEMI** pour leur encadrement attentif, leurs précieux conseils éclairés et leurs orientations judicieuses, qui ont été des guides essentiels tout au long de ce travail. Leur expertise, leur disponibilité et leur bienveillance ont été des moteurs cruciaux pour l'accomplissement de ce projet.

Nous tenons à remercier l'ensemble du personnel de la division Technologie et Développement de la **SONATRACH**, en particulier **Mme F. KHOUKHI**. Nous exprimons également notre gratitude envers tous les ingénieurs du département de corrosion.

Nous témoignons notre sincère reconnaissance à **M. TALBI**, chef de stage à **SONATRACH**, grâce à qui nous avons pu bénéficier d'une opportunité inestimable de stage de fin d'études au sein de cette entreprise renommée.

Nous exprimons notre profonde gratitude envers **nos familles**, dont le soutien inestimable et les conseils avisés ont été essentiels chaque fois que nous avons besoin d'aide pour la rédaction et la réalisation de ce modeste mémoire.



DEDICACES

A Mes chers **grands-parents maternels**, mes anges gardiens qui m'ont élevé avec un amour et une tendresse inconditionnels. Vous êtes les racines de mon être, et je vous dois tout ce que je suis aujourd'hui. Votre affection et vos précieux conseils resteront à jamais gravés dans mon cœur.

A **Mes parents** bien-aimés, mes piliers, ma source intarissable d'inspiration. Merci pour votre confiance aveugle, votre patience et vos innombrables sacrifices qui m'ont permis d'aller au bout de mes rêves. Votre foi en moi m'a donné la force de continuer, même dans les moments les plus sombres.

A Mes sœurs **Abir, Manar, Alaà, Afnan et Lyna**, mes rayons de soleil, ma joie de vivre. Votre présence réconfortante et vos encouragements perpétuels ont été mon moteur pendant les moments difficiles.

A Mes tantes **Asma et Souad**, qui ont cru en moi et m'ont épaulé avec une bienveillance maternelle tout au long de ma vie. Votre présence a toujours été une source de réconfort et de motivation. Et je n'oublie pas leurs enfants **Adam, Djouri et Djawed**.

A **Mes oncles, leurs épouses et leurs enfants**, pour leur présence chaleureuse et rassurante.

A Mes meilleures amies **Ibtissam, Ibtihal et Nadjet**, véritables sœurs de cœur. Vous avez été présentes à chaque étape, n'épargnant aucun effort pour m'aider à réaliser ce travail. Votre soutien indéfectible, je ne l'oublierai jamais.

A Mes amies **Fatma et Ilham**, dont l'amitié sincère et les rires partagés ont été un baume apaisant. Merci de m'avoir encouragée sans relâche.

A Mon binôme **Maroua**, avec qui j'ai partagé les défis et les accomplissements de ce projet. Merci pour ta patience et ton écoute.

A **mes chers collègues** de spécialité **Génie Chimique** et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin à réaliser ce travail, je vous remercie profondément.



HADIL



DEDICACES

À **mes très chers parents**, je vous dédie ce travail en témoignage de ma profonde gratitude. Votre amour inconditionnel, vos encouragements et votre soutien tout au long de mes études m'ont permis de réaliser ce projet. Les mots ne suffiront jamais pour exprimer toute ma reconnaissance. Que Dieu vous garde en bonne santé et vous accorde une longue et heureuse vie. Je vous aime de tout mon cœur.

À mes sœurs chéries, **Raouane** et **Ikram**, dont l'affection et la joie de vivre illuminent ma vie. Je vous aime beaucoup.

À mon oncle **Abdelkrim**, qui m'a guidé et soutenu depuis ma jeunesse avec une patience et générosité infinies, ainsi qu'à toute sa famille pour leur amour et leur accueil chaleureux.

À **mes amies**, pour leur amitié sincère, leur soutien indéfectible et les moments inoubliables partagés ensemble.

À toute **ma famille**, pour leur amour et leur présence bienveillante.

À Mon binôme **Hadil**, Merci pour cette belle collaboration et pour ton soutien tout au long de ce projet.

À tous **mes amis de mon parcours d'étude**, pour les moments partagés, les rires et le soutien mutuel.

MAROUA 



LISTE DES ABREVIATIONS



Δm : La perte de poids (g).

α : Une constante d'interaction entre particules adsorbées.

API : American Petroleum Institute

C_{dl} : Capacité de double couche.

E_{corr} : Potentiel de corrosion

ECS : Electrode au Calomel Saturé.

EDAX : La Spectroscopie de Dispersion d'Energie des Rayons X.

FTIR : La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

I_{corr} : Densité de courant de corrosion.

K_{ads} : Constante d'équilibre du processus d'adsorption.

LRP : Résistance à Polarisation Linéaire.

MEB : Microscope Electronique à Balayage.

NACE : National Association of Corrosion Engineers.

OCP : Potentiel à Circuit Ouvert.

pH : Potentiel d'Hydrogène.

ppm : Partie par million.

R : Constante des gaz parfaits égale à $8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$.

R^2 : Facteurs de corrélation.

R_p : Résistance de polarisation.

R_s : Résistance de la solution.

R_{tc} : La résistance au transfert de charge.

SIE : La Spectroscopie d'Impédance Electrochimie.

V_{corr} : Vitesse de corrosion.

t : Temps d'exposition du coupon en jour.

S : Surface du coupon de corrosion.

ΔG_{ads}^0 : L'énergie libre d'adsorption

η (%): Efficacité de l'inhibiteur de corrosion.

θ : Le taux de recouvrement.





**TABLE DES MATIERES, LISTE DES TABLEAUX &
LISTE DES FIGURES**



INTRODUCTION GENERALE	1
-----------------------------	---

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Phénomène de corrosion	3
I.1.1 Généralités sur la corrosion	3
I.1.2 Paramètres influençant le phénomène corrosion	3
I.1.3 Types de corrosion.....	4
I.1.4 Formes de corrosion	4
I.1.4.1 Corrosion uniforme (Généralisée).....	5
I.1.4.2 Corrosion localisée.....	5
I.1.5 Corrosion dans l'industrie pétrolière	7
I.1.5.1 Corrosion par CO ₂ « Sweet corrosion »	8
I.1.5.2 Corrosion par les composés sulfurés « Sour corrosion ».....	9
I.2 Lutte contre la corrosion	10
I.2.1 Protection électrochimique (cathodique).....	11
I.2.1.1 Protection par anode sacrificiel	11
I.2.1.2 Protection par courant imposé.....	11
I.2.2 Protection par revêtement.....	12
I.2.2.1 Protection par revêtement métallique.....	12
I.2.2.2 Protection par revêtement organique.....	12
I.2.3 Protection par inhibiteur	13
I.2.3.1 Définition	13
I.2.3.2 Propriétés.....	14
I.2.3.3 Classification des inhibiteurs	15
I.2.4 Utilisation des inhibiteurs à base de plante végétaux (GREEN INHIBITORS)	18
I.2.5 Différentes méthodes d'extraction.....	20
I.3 Conclusion	23



CHAPITRE II : MATERIEL & METHODES

II.1 Matériel végétale utilisé comme inhibiteur	24
II.1.1 Choix de matière végétale	24
II.1.2 Technique d'échantillonnage	25
II.1.3 Méthodes d'extraction.....	26
II.1.3.1 Préparation du gel (mucilage) et la poudre de cladode.....	26
II.1.3.2 Extraction éthanolique	27
II.2 Caractérisation des extraits obtenus	28
II.3 Techniques d'étude expérimentales.....	29
II.3.1 Technique gravimétrique (méthode de perte de poids).....	29
II.3.2 Technique électrochimique	29
II.3.2.1 Chaîne électrochimique	30
II.3.2.2 Cellule électrochimique.....	31
II.4 Techniques d'analyse de surface utilisé	33
II.4.1 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	33
II.4.2. Spectroscopie de Dispersion d'Energie des Rayons X (EDAX).....	34
II.5 Milieu d'étude.....	34
II.6 Techniques d'évaluation électrochimiques	35
II.6.1 Potentiel à Circuit Ouvert (OCP)	35
II.6.2 Résistance de Polarisation Linéaire (LRP).....	35
II.6.3 Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE)	36
II.7 Protocoles expérimental	37
II.7.1 Etude gravimétrique	37
II.7.2 Etude électrochimique.....	39
II.7.3 Technique d'analyse de surface	41
II.8 Conclusion	42

CHAPITRE III : RESULTATS & DISCUSSIONS

III.1 Introduction	43
III.2 Étude gravimétrique	43



III.3 Étude électrochimique.....	45
III.3.1 Mesure du potentiel à circuit ouvert	45
III.3.2 Technique de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP) et Courbes de Tafel	47
III.3.3 Technique Spectroscopique d'Impédance Electrochimique (EIS)	50
III.3.4 Effet du temps d'immersion sur l'efficacité inhibitrice du gel mucilage	53
III.3.4.1 Technique de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP et Tafel).....	53
III.3.4.2 Technique spectroscopique d'impédance électrochimique (EIS)	55
III.4 Isotherme d'adsorption.....	57
III.5 Techniques de caractérisation des extrais obtenus	60
III.5.1 Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques du gel mucilage et de l'extrait des cladodes.....	60
III.5.2 Analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	62
III.5.3 Analyse de la surface de l'électrode par MEB couplé à l'EDAX.....	64
III.5.3.1 En absence d'inhibiteur	64
III.5.3.2 En présence de gel mucilage utilisé comme inhibiteur	66
III.5.3.3 En présence de l'extrait éthanolique utilisé comme inhibiteur.....	69
III.6 Conclusion.....	71
CONCLUSION GENERALE.....	73
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	75



Tableau I.1 Les types de la corrosion localisé	5
Tableau I.2 Méthodes d'extraction.....	21
Tableau II.1 Composition chimique de l'échantillon d'acier au carbone API 5L X60 (en % massique).....	32
Tableau II.2 Composition physico-chimique de l'eau de gisement de la région de Stah.....	34
Tableau II.1 Paramètres d'essais électrochimique	41
Tableau III.1 Evaluation de la vitesse de corrosion de l'acier X60 par la méthode de perte de poids pour les deux inhibiteurs	44
Tableau III.2 Valeurs du temps et de potentiel d'abandon (E_{corr}) sans et avec inhibiteur sous forme de gel mucilage	47
Tableau III.3 Paramètres électrochimiques obtenus par la technique de LRP d'un acier X60 immergé dans le blanc puis dans un milieu traité par produit bio-naturel « gel » à différentes concentrations	48
Tableau III.4 Paramètres de la corrosion de l'acier X60 obtenus par des mesures d'impédance électrochimique, immergé dans une solution agressive sans inhibiteur (blanc) et dans des milieux traités par le gel mucilage à différentes concentrations	52
Tableau III.5 Paramètres électrochimiques obtenus par la technique de LRP de l'acier X60 immergé dans un milieu traité par produit bio-naturel « gel mucilage » à 20 ppm en fonction de temps d'immersion	54
Tableau III.6 Caractéristiques organoleptiques de différents inhibiteurs utilisé.....	61



Figure I.1 Schéma présente les types de corrosion.....	4
Figure I.2 Schéma de corrosion uniforme.....	5
Figure I.3 Principe de la protection cathodique par anode sacrificiel (A), et par courant imposé (B).....	12
Figure I.4 Mécanisme d'action des inhibiteurs.....	13
Figure I.5 Schéma de classifications des inhibiteurs de corrosion.....	15
Figure I.6 Formation des couches barrières interfèrent avec les réactions électrochimiques dans le cas d'une étude en milieu acide (A cathodique, B anodique).....	17
Figure I.7 Effet de différents types d'inhibiteurs sur la courbe de polarisation.....	18
Figure II.1 <i>Opuntia ficus indica</i> (Mars 2024).....	25
Figure II.2 La position géographique de la récolte de figuier de barbarie et une cladode récolté de cette région.....	25
Figure II.3 Schéma représente les étapes d'échantillonnage.....	27
Figure II.4 Présentation du schéma d'extraction éthanolique de la poudre du figuier.....	28
Figure II.5 Test de solubilité.....	29
Figure II.6 La chaîne électrochimique.....	30
Figure II.7 Cellule électrochimique.....	31
Figure II.8 Electrode de travail.....	32
Figure II.9 Electrode de référence.....	33
Figure II.10 Contre électrodes.....	33
Figure II.11 Courbe de polarisation linéaire.....	35
Figure II.12 Détermination du courant où potentiel de corrosion par la méthode des droites de Tafel.....	36
Figure II.13 Courbes d'impédance (Bode et Nyquist).....	37
Figure II.14 Schéma du dispositif des coupons.....	38
Figure III.1 Evolution du Potentiel à Circuit Ouvert en fonction du temps dans les eaux de gisement en absence d'inhibiteur.....	46
Figure III.2 Courbes LRP et Tafel de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement A. sans inhibiteur (témoin), B. en présence de 10 ppm de gel mucilage, C. en présence de 20 ppm de gel mucilage et D. en présence de 30 ppm de gel mucilage.....	49
Figure III.3 Diagrammes d'impédance de Nyquist et Bode de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement (solution agressive) : A. sans inhibiteur (témoin), B. en présence de 10 ppm de gel mucilage, et C. en présence de 20 ppm de gel mucilage.....	51



Figure III.4 Courbes LRP et Tafel de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement traité par 20 ppm du gel mucilage inhibiteur après A. 24 heures, B. 48 heures et C. une semaine.....	54
Figure III.5 Courbes d'impédance Nyquist et Bode pour l'acier X60 après une temps d'immersion dans l'eau de gisement avec 20 ppm de gel mucilage A. 24 heures, B. 48 heures et C. une semaine	56
Figure III.6 Isothermes d'adsorption (a) de Langmuir, (b) de Temkin et (c) de Frumkin	59
Figure III.7 Spectre FTIR de l'extrait éthanolique de la poudre des cladodes de cactus	62
Figure III.8 Spectre FTIR du gel mucilage des cladodes de cactus	63
Figure III.9 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, à blanc durant 20 jours d'immersion dans la solution (A à 200 μm) et (B à 100 μm)	65
Figure III.10 Zones mises en évidence pour les analyses EDAX de l'acier X60 en absence d'inhibiteur	65
Figure III.11 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 1 de l'acier en absence d'inhibiteur.	66
Figure III.12 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 2 de l'acier en absence d'inhibiteur.	66
Figure III.13 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, en présence du gel mucilage durant 20 jours d'immersion dans la solution (A à 200 μm) et (B à 100 μm)	67
Figure III.14 Zones mises en évidence pour les analyses EDAX de l'acier X60 en présence du gel mucilage	68
Figure III.15 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 1 de l'acier en présence du gel mucilage inhibiteur.....	68
Figure III.16 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 2 de l'acier en présence du gel mucilage inhibiteur.....	69
Figure III.17 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, en présence de l'extrait durant 20 jours d'immersion dans le milieu corrosif.....	69
Figure III.18 Zones mises en évidence pour les analyses par EDAX de l'acier X60 en présence de l'extrait inhibiteur.....	70
Figure III.19 Résultat de l'analyse par EDAX de la zone 1 de l'acier en présence de l'extrait inhibiteur.....	70
Figure III.20 Résultat de l'analyse par EDAX de la zone 2 de l'acier en présence de l'extrait inhibiteur.....	71



INTRODUCTION GENERALE

Chaque année, les industries perdent des milliards de dollars à cause de la corrosion. Les dommages causés par ce phénomène sont particulièrement significatifs sur le plan économique, car le remplacement du matériel corrodé représente une charge financière très élevée [1].

Depuis ses débuts, l'industrie pétrolière a toujours dû faire face au problème persistant de la corrosion. Cela est principalement dû au fait que la plupart des équipements métalliques et des pipelines utilisés dans cette industrie, qui sont en contact direct avec les produits pétroliers, sont souvent fabriqués en acier au carbone [1]. Lorsque la corrosion se produit, les métaux tendent à se transformer en composés chimiques plus stables sur le plan thermodynamique, généralement des oxydes ou d'autres formes de composés similaires présents naturellement dans les minerais métalliques d'origine.

Ces équipements sont principalement utilisés dans la production, la collecte, le traitement et le transport du pétrole et du gaz. Au cours de la production d'hydrocarbures, diverses impuretés telles que la saumure, des gaz dissous, du sable, ainsi que des additifs utilisés durant le processus peuvent être générées. Avec l'avancement de la production, la proportion de saumure produite augmente également. En outre, le fluide produit peut contenir, entre autres, du dioxyde de carbone (CO_2) et du sulfure d'hydrogène (H_2S), qui, une fois dissous dans l'eau de saumure, peuvent entraîner une corrosion et endommager les équipements [2].

De nombreuses méthodes fondamentales de protection contre la corrosion ont été développées et mises en œuvre. Parmi celles-ci, l'utilisation d'inhibiteur de corrosion se distingue comme une solution efficace, offrant une bonne défense de l'acier tout en étant abordable et simple à appliquer. Cependant, Il convient de noter que de nombreux inhibiteurs de corrosion synthétisés sont nocifs pour l'environnement, et leur coût est généralement élevé [3].

A l'heure actuel, les inhibiteurs verts ou « GREEN INHIBITORS », font l'objet d'une attention particulière en tant qu'alternative aux inhibiteurs inorganiques synthétisés.

Plusieurs inhibiteurs de corrosion respectueux de l'environnement ont été développés récemment. La catégorie la plus répandue d'inhibiteurs respectueux de l'environnement pour divers systèmes métal-environnement est composée de produits naturels. L'utilisation d'extraits de feuilles ou de graines, en tant qu'inhibiteurs de corrosion verts bénéficie d'une forte



préférence. Ces inhibiteurs sont appréciés car ils sont largement disponibles, respectueux de l'environnement et renouvelables, ce qui en fait des alternatives essentielles pour diverses applications critiques.

Ce mémoire a pour objectif d'étudier l'efficacité d'un inhibiteur biologique naturel à base des raquettes de figes de barbarie (*Opuntia ficus indica*) sur la corrosion de l'acier au carbone X60 en présence de l'eau de gisement de la région du Stah. Deux extraits différents de cette plante ont été utilisés dans l'étude : l'extrait éthanolique et le gel mucilage.

L'étude a été réalisée au laboratoire de corrosion de la Division Technologie et Développement (DTD, ex-CRD). Nous avons utilisé plusieurs techniques, notamment la gravimétrie et les techniques électrochimiques, pour évaluer l'efficacité inhibitrice des deux inhibiteurs. Ensuite, une caractérisation de surface a été réalisée en utilisant la Spectroscopie Infrarouge, la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) couplée à la Spectroscopie de Dispersion d'Energie des Rayons X (EDAX). Cette analyse a permis d'observer les modifications morphologiques et la composition élémentaire en absence et en présence d'inhibiteurs.

La structure de ce manuscrit est la suivante :

- Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les généralités de la corrosion, les défis de la corrosion dans les installations pétrolières, les techniques de lutte contre la corrosion, ainsi que la protection par inhibiteurs de corrosion.
- Le deuxième chapitre traite le choix de matière végétale, les matériaux et les techniques utilisés pour réaliser cette étude.
- Le dernier chapitre expose l'ensemble des résultats obtenus, suivis d'interprétations détaillées des résultats.

Ce travail se conclut par une synthèse générale résumant les principaux résultats obtenus et proposant des perspectives pour approfondir cette étude.



CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Phénomène de corrosion

I.1.1 Généralités sur la corrosion

La corrosion est un processus par lequel un matériau, surtout métallique, subit une dégradation chimique et une modification de ses propriétés physiques, notamment ses capacités mécaniques, sous l'effet de son environnement. Ce phénomène a des répercussions significatives, particulièrement sur les structures composées de métaux. Les aciers, utilisés fréquemment dans la construction, sont particulièrement sensibles à la corrosion dans des conditions variées : exposés à l'humidité de l'air, submergé dans de l'eau douce ou salée, enfouis dans le sol, ou en contact avec différentes solutions corrosives [4].

C'est un phénomène naturel des métaux à revenir à leur état d'oxyde, induite par une exposition plus ou moins rapides à des agents corrosifs présents dans leur environnement [5].

I.1.2 Paramètres influençant le phénomène corrosion

Les processus de corrosion sont influencés par de nombreux facteurs qui peuvent être regroupés en quatre classes principales.

Les critères de classement des facteurs influençant la corrosion peuvent être divisés en plusieurs catégories [6] :

- **Facteurs du milieu corrosif** : La concentration du réactif, la teneur en oxygène, le pH du milieu, la température et la pression sont des éléments cruciaux qui déterminent l'agressivité du milieu envers le métal.
- **Facteurs métallurgiques** : La composition de l'alliage, les procédés d'élaboration, les impuretés, ainsi que les traitements thermiques et mécaniques influencent la résistance à la corrosion des matériaux métalliques.
- **Facteurs définissant les conditions d'emploi** : L'état de surface, la forme des pièces, l'emploi d'inhibiteurs et les procédés d'assemblage sont des aspects importants qui peuvent affecter la performance des matériaux dans un environnement corrosif.



- **Facteurs dépendant du temps** : Le vieillissement, les tensions mécaniques et les modifications des revêtements protecteurs sont des facteurs qui évoluent avec le temps et peuvent modifier la susceptibilité du matériau à la corrosion.

I.1.3 Types de corrosion

Dans l'ensemble on a trois types de corrosion présentés par ce schéma :

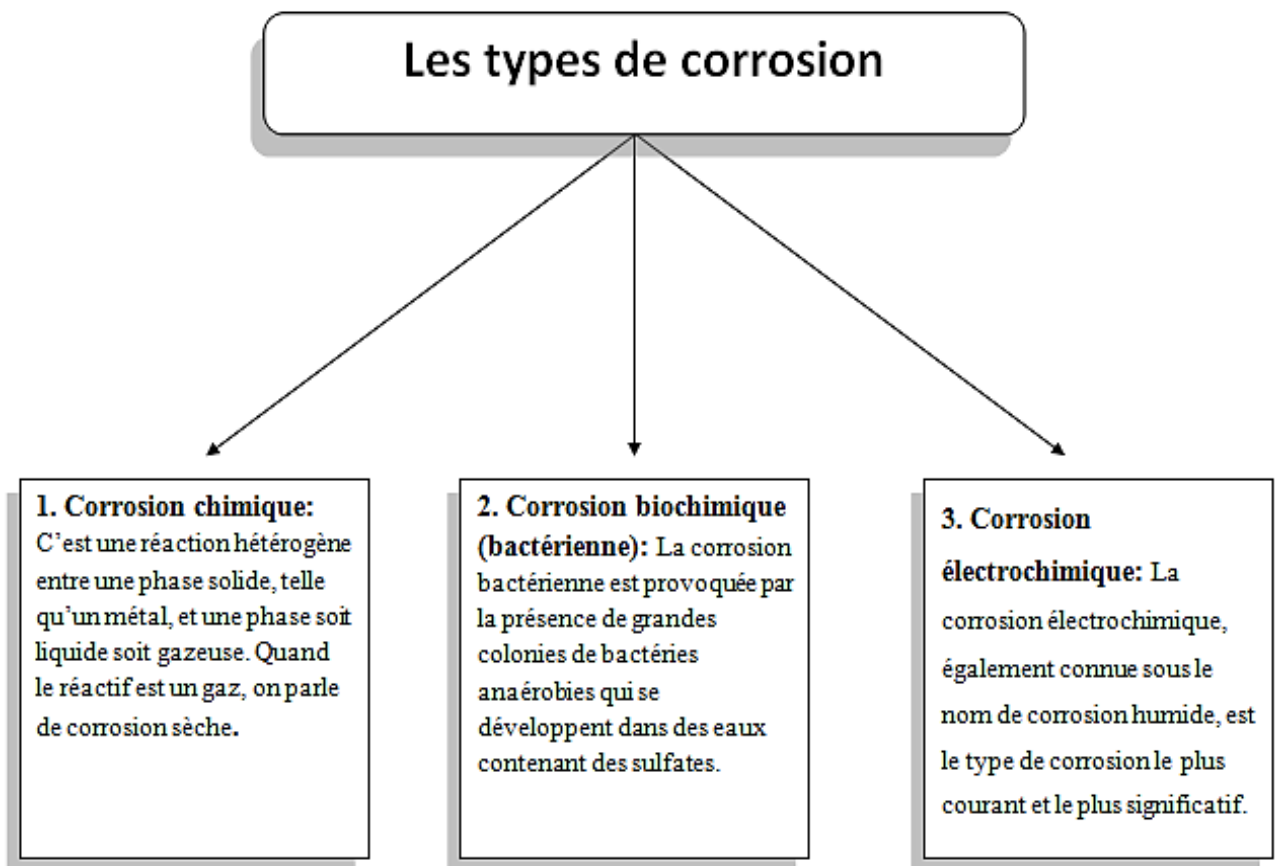


Figure I.1 Schéma représente les types de corrosion.

I.1.4 Formes de corrosion

Le processus de corrosion des métaux se présente sous diverses formes, principalement classées en fonction de l'apparence de la surface corrodée.



I.1.4.1 Corrosion uniforme (Généralisée)

La corrosion uniforme se produit lorsque la totalité de la surface métallique en contact avec la solution est attaquée de manière uniforme. Elle se caractérise par une dissolution homogène de la surface du métal en contact avec l'agent corrosif. Ce type de corrosion se développe généralement dans des milieux acides ou alcalins [7].



Figure I.2 Schéma de corrosion uniforme.

I.1.4.2 Corrosion localisée

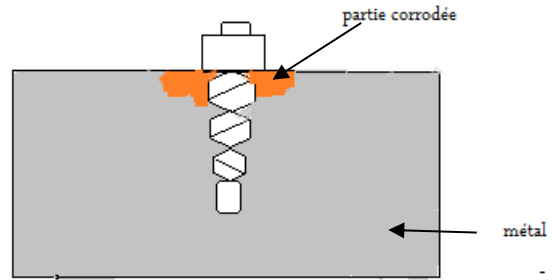
Qui inclut plusieurs types :

Tableau I.1 Les types de la corrosion localisée.

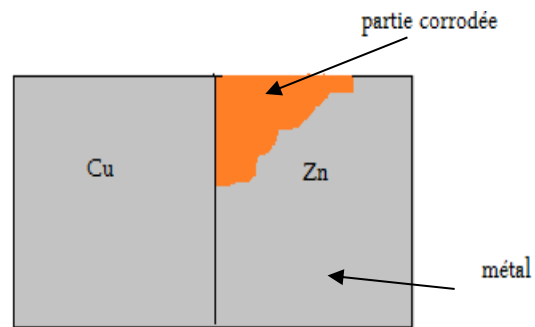
Types et caractéristique	Schéma
<p>Corrosion par piqure : La corrosion par piquûres se caractérise par une corrosion très localisée en certains points et conduit à une corrosion par piquûre. Cette forme de corrosion est provoquée par certains anions sur métaux protégés par des films, notamment halogénures (chlorures, etc.) [8].</p>	<p>Le schéma illustre la corrosion localisée. Une section rectangulaire est divisée horizontalement. La partie inférieure est colorée en gris et est étiquetée 'métal' avec une flèche. La partie supérieure est blanche. Une zone localisée et irrégulière sur la surface supérieure est colorée en orange et est étiquetée 'partie corrodée' avec une flèche.</p>



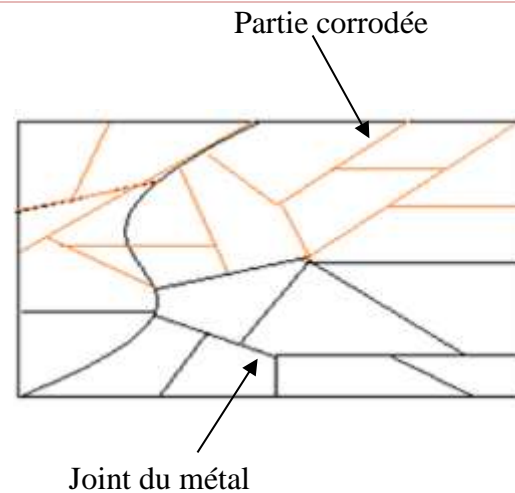
Corrosion cavernes : est généralement associée à la présence de volumes de vide (cavernes, crevasses). sous les écrous et têtes de rivets, des joints, fissures [9].



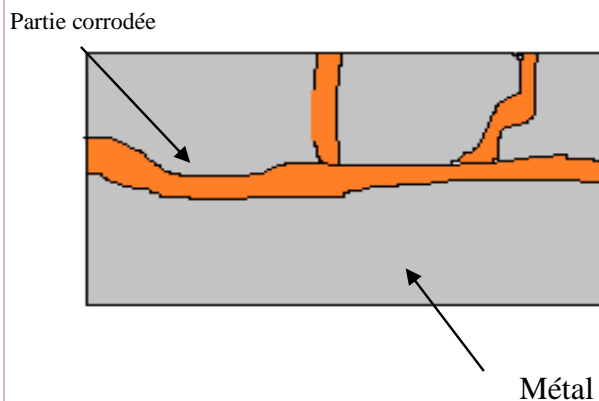
Corrosion galvanique : C'est l'une des formes de corrosion les plus courantes dans les environnements aquatiques. Est dû Une cellule électrochimique se forme entre deux matériaux dans laquelle une électrode (l'anode) est consommée tandis que l'autre électrode (la cathode) reste intacte [8].



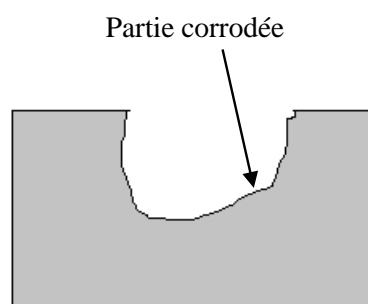
Corrosion inter granulaire : Ce type de corrosion se produit aux joints de grains. Ce phénomène entraînera des fissures qui affaiblissent les propriétés mécaniques d'un métal. Certains aciers inoxydables et leurs alliages (fer, chrome, nickel) sont très sensibles à ce mode de corrosion, Réduisant catastrophiquement leur résistance mécanique [4].



Corrosion sous contraintes : est une fissuration du métal qui résulte de l'action commune d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique. Le processus se déroule en deux phases successives, à savoir une d'initiation et une de propagation [10].



Corrosion érosion : La corrosion-érosion concerne une variété de matériaux (aluminium, acier...), et résulte de l'interaction d'une réaction électrochimique avec l'usure mécanique de la surface du matériau. Elle est souvent favorisée par l'écoulement rapide d'un fluide [11].



I.1.5 Corrosion dans l'industrie pétrolière

La corrosion qu'elle que soit externe ou interne, sous forme de piqûre ou généralisée, pose un problème constant de l'industrie pétrolière. Face à des conditions d'exploitation de plus en plus exigeantes et une réglementation environnementale rigoureuse, les métallurgistes et les chimistes travaillent à l'élaboration de nouveaux alliages, des revêtements à faible teneur en solvant et des biocides « écologiques » [10].

L'industrie pétrolière est confrontée à une double menace de corrosion, à la fois externe, causée par le sel et l'eau de mer, et interne, engendrée par des gaz acides comme le sulfure d'hydrogène et le dioxyde de carbone ainsi que par des bactéries. Pour atténuer ces risques, les options incluent la non-assurance de la maintenance, l'utilisation de matériaux non-corrodables pour les structures offshore, ou encore l'emploi de conduites en acier traitées avec des additifs



chimiques pour résister à la corrosion [12]. Les éléments contribuant à la nature agressive de l'eau sont [13] :

- Le dioxyde de carbone (CO_2) qui réduit pH et entraîne une corrosion chimique, appelée corrosion douce ou « Sweet corrosion » dans le cas des installations de gaz.
- Le sulfure d'hydrogène (H_2S) qui induit la corrosion de divers types selon les métaux impliqués et la condition de production.

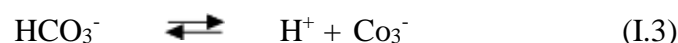
I.1.5.1 Corrosion par CO_2 « Sweet corrosion »

Il a été observé que, même en absence d'oxygène dans les puits de condensation de gaz naturel, la surface des installations en acier est fréquemment sévèrement affectée par les composés corrosifs présents dans les fluides, tel que l'eau, le CO_2 , et les acides aliphatiques légers [12].

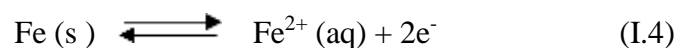
Le dioxyde de carbone joue un rôle majeur dans ces phénomènes de corrosion. L'anhydride carbonique qui se dissout dans l'eau se transforme en acide carbonique suivant la réaction (I.1) :



Qui, à son tour, s'équilibre avec les ions bicarbonate, carbonate et les protons, conformément aux équilibres suivants :



- La réaction à l'anode :



- La réaction à la cathode :



- Produit de corrosion :



Le FeCO_3 est un produit de corrosion qui précipite dans la solution et forme un film sur la surface de l'acier, réduisant ainsi la corrosion. La corrosion due au CO_2 est influencée par divers facteurs tels que le pH, la température et la composition du fluide [12-14].

La dissolution de CO_2 dans l'eau résulte une diminution de pH de l'eau au contact du métal à cause de l'augmentation de la concentration des ions H^+ dans l'environnement corrosif.

I.1.5.2 Corrosion par les composés sulfurés « Sour corrosion »

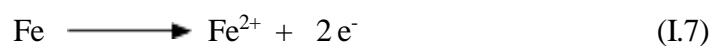
La vitesse de corrosion sous l'effet de H_2S est régulé par le transfert de masse le processus de corrosion due au H_2S est influencée par la présence du film de FeS , un produit de corrosion, qui se forme à la surface de l'acier [15].

L'agent corrosif principal dans l'industrie pétrolière est l'hydrogène sulfuré, provenant à la fois du brut et principalement de la décomposition thermique des composés soufrés [13].

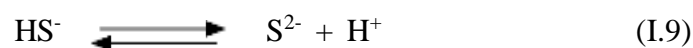
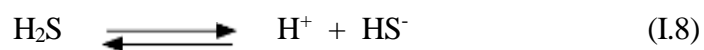
La corrosion dépend principalement de la concentration en H_2S et de la température, mais elle n'est pas influencée par la pression [14].

Si la concentration en H_2S dans le gaz est supérieure à 0,5 mol/l et celle dans l'eau dépasse 5 ppm, Il se dissocie partiellement en présence d'eau suivant le mécanisme [16] :

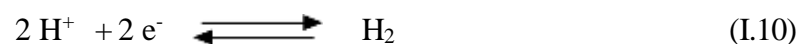
- La réaction à l'anode :



- Dissociation de H_2S :



- La réaction à la cathode





- Réaction globale :



Lorsque le rapport de la pression partielle du CO_2 à celle du H_2S est comprise entre 20 et 500 ($20 < P_{\text{CO}_2}/P_{\text{H}_2\text{S}} < 500$), le risque de corrosion devient élevé et les vitesses de corrosion augmentent considérables. Cependant, lorsque ce rapport est inférieur à 20, le produit de FeS est prédominé, et la nature protectrice du film de FeS formé dépend de plusieurs paramètres [16].

I.2 Lutte contre la corrosion

Dans de nombreux secteurs industriels, la résistance à la corrosion est essentielle pour prolonger la durée de vie des équipements et des infrastructures et éviter d'énormes coûts de remplacement.

Le choix de la méthode de protection repose d'une part sur le matériau à protéger et son environnement, et d'autre part sur des considérations économiques.

La protection contre la corrosion englobe diverses méthodes de traitement, comme [17] :

- Prévention par une forme adaptée des pièces ;
- Prévention par un choix judicieux des matériaux ;
- Protection par revêtements ;
- Protection par inhibiteurs ;
- Protection électrochimique.



I.2.1 Protection électrochimique (cathodique)

Lors de la corrosion d'un métal, le processus de dissolution du métal, appelé réaction anodique, provoque une perte de masse. Cependant, si on ajuste le potentiel électrique de l'objet métallique qui se corrode jusqu'à atteindre le potentiel réversible de la réaction anodique, alors la dissolution du métal s'arrête. A ce potentiel particulier, la vitesse à laquelle les atomes métalliques se dissolvent est exactement compensée par la vitesse à laquelle ils se redéposent (densité de courant d'échange). Il n'y a donc plus ni gain ni perte de masse pour le métal. Dans ces conditions, la surface entière de l'objet ne subit plus la réaction de dissolution anodique. Elle ne fournit des sites réactionnels que pour les réactions cathodiques de corrosion, c'est-à-dire la réduction de l'oxygène dissous, la réduction des ions hydrogène, ou les deux réactions simultanément [18].

Dans la pratique, deux principales approches sont mises en œuvre pour la protection cathodique.

I.2.1.1 Protection par anode sacrificiel

Il s'agit de mettre en contact électrique la structure à protéger avec une masse métallique, moins noble que l'acier, et de créer un couplage galvanique qui favorise la dissolution de celle-ci au profit de la structure à protéger.

I.2.1.2 Protection par courant imposé

Utilise un générateur de courant (ou de tension) entre la structure à protéger et un déversoir. Le potentiel de la canalisation est alors abaissé dans le domaine dit d'immunité. Ces techniques sont maintenant bien maîtrisées [19].



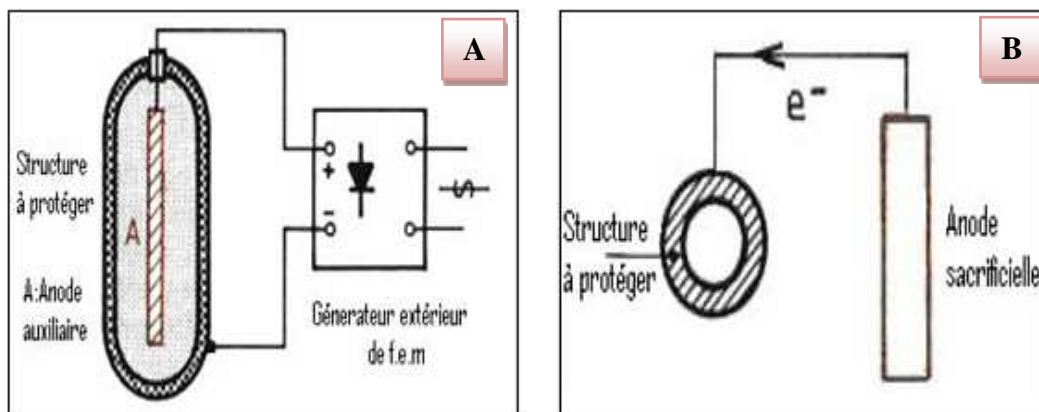


Figure I.3 Principe de la protection cathodique par anode sacrificiel (A), et par courant imposé (B) [20].

I.2.2 Protection par revêtement

La protection par revêtement consiste à isoler le matériau métallique du milieu électrolytique entourant. La surface du métal de base doit être préparée avec soin pour assurer une bonne adhérence du revêtement [21]. On distingue deux type de protection par revêtement :

I.2.2.1 Protection par revêtement métallique

Parmi les diverses techniques utilisées pour lutter contre la corrosion, on retrouve la protection par des revêtements métalliques. Généralement, on les emploie couramment pour protéger l'acier, notamment contre la corrosion atmosphérique. En fonction de leur comportement à la corrosion par rapport au substrat [22].

Il existe deux types de revêtement métallique, des revêtements anodiques et autre cathodiques suivant les places relatives qu'occupe dans la classification électrochimique (le métal qui constitue le revêtement et le métal à protéger).

I.2.2.2 Protection par revêtement organique

Les revêtements organiques sont des couches protectrices appliquées sur les surfaces métalliques pour les isoler de leur environnement et les protéger contre la corrosion. On peut les classer en trois principales catégories [17] :



- Les revêtements à base de bitumes, qui sont des mélanges de composés organiques naturels ou synthétiques.
- Les revêtements polymériques, qui sont constitués de polymères synthétiques tels que les résines.
- Les peintures et les vernis, qui sont des mélanges de liants organiques, de pigments et de solvants.

I.2.3 Protection par inhibiteur

Ce moyen de lutte contre la corrosion consiste à ajouter un produit au milieu corrosif pour réduire son agressivité, le produit d'addition appelé **inhibiteur**.

Les inhibiteurs de corrosion représentent une méthode complète et efficace pour prévenir la dégradation des métaux par la corrosion.

I.2.3.1 Définition

Les inhibiteurs sont des substances chimiques ajoutés en faible quantité au milieu pour réduire le taux de corrosion des métaux en formant une couche adsorbée sur l'interface métal-solution, ce qui entraîne une modification de la différence de potentiel entre les deux phases. Cette couche adsorbée déplace les molécules d'eau de la surface métallique. Les inhibiteurs favorisent la formation d'une couche passive de produit de corrosion, qui réduit la vitesse de corrosion à des valeurs négligeables ou inactives des espèces agressives sur la couche de produit de corrosion [23]. Le mécanisme d'action des inhibiteurs est illustré à la figure (I.4) :

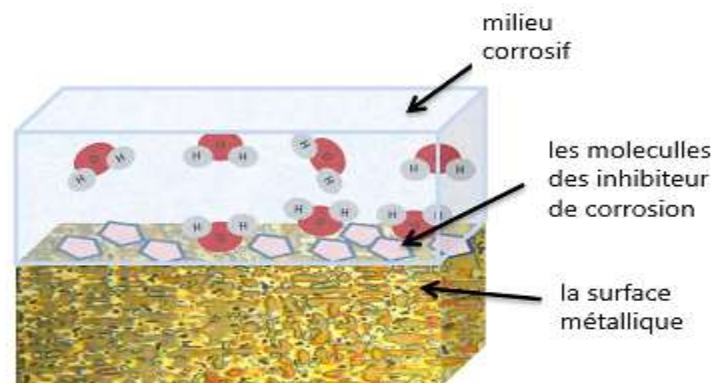


Figure I.4 Mécanisme d'action des inhibiteurs [23].



I.2.3.2 Propriétés

Un inhibiteur de corrosion est un produit qui réduit la vitesse de corrosion sur le métal sans modifier les propriétés physico-chimiques du milieu dans lequel il est effectivement placé.

Les inhibiteurs doivent être stables dans les conditions d'utilisation (température, pH, etc.) et ne pas se décomposer ou se dégrader rapidement. Mais avant toute chose, un inhibiteur de corrosion doit être actif à faible concentration, compatible avec les normes de non-toxicité, et à faible coût.

Un inhibiteur peut être utilisé comme unique moyen de protection [9] :

- Soit comme protection permanente ; l'inhibiteur permet alors l'utilisation de matériaux métalliques (par exemple fer non alliés) dans des conditions de résistance à la corrosion satisfaisante, une surveillance de l'installation s'impose.
- Soit comme protection temporaire (provisoire) pendant une période où la pièce ou l'installation est particulièrement sensible à la corrosion (stockage, décapage, nettoyage) ; dans ce cas, le contrôle du système est a priori plus simple, la prévision du comportement de l'inhibiteur dans le temps étant plus facile à faire.

Cependant, dans certains cas, l'inhibiteur doit également être combiné à un autre moyen de protection : protection supplémentaire par un alliage à haute résistance à la corrosion ou addition à un revêtement de surface tel que peinture, graisse, huile, etc. [9].



I.2.3.3 Classification des inhibiteurs

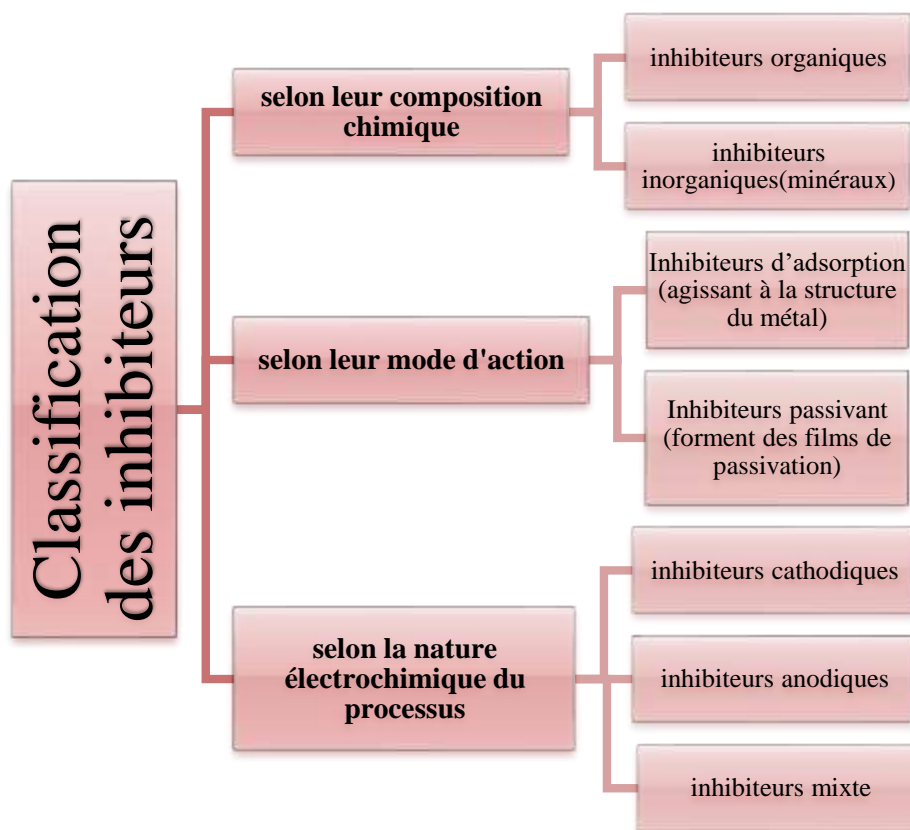


Figure I.5 Schéma de classifications des inhibiteurs de corrosion.

I.2.3.3.1 Selon leur composition chimique

a) Inhibiteurs organiques

Les molécules organiques sont promises à un développement plus que certain en termes d'inhibiteurs de corrosion. Ce sont des molécules moins nocives pour l'environnement, c'est pourquoi leur utilisation en tant qu'inhibiteurs de corrosion est de plus en plus favorisée par rapport aux inhibiteurs inorganiques, principalement pour des raisons d'écotoxicité. Cependant, ces inhibiteurs sont les plus utilisés dans des milieux acides.

Les inhibiteurs organiques les plus utilisés sont des sous-produits de l'industrie pétrolière qui sont moins onéreux. Ils incluent une partie non polaire, hydrophobe, composée d'une ou plusieurs chaînes hydrocarbonées, et une partie polaire, hydrophile, composée d'un ou plusieurs



groupes fonctionnels. Les groupes fonctionnels usuels, permettant leur fixation sur le métal [24], sont :

- Le radical aminé (-NH₂),
- Le radical mercaptan (-SH),
- Le radical hydroxyle (-OH),
- Le radical carboxyle (-COOH).

b) Inhibiteurs inorganiques

Les molécules inorganiques sont utilisées le plus souvent en milieu proche de la neutralité ou en milieu alcalin, et plus rarement en milieu acide [24].

Les produits se dissolvent dans la solution, et ce sont leurs produits de dissociation qui garantissent le phénomène inhibiteur (anions ou cations). L'anion qui contient de l'oxygène est le principal anion inhibiteur.

La quantité des molécules actuellement utilisées est de plus en plus limitée, car la plupart des produits efficaces ont un impact négatif sur l'environnement [25].

I.2.3.3.2 Selon leur mode d'action

a) Inhibiteurs d'adsorption

L'adsorption se produit lorsque des atomes, des ions ou des molécules s'attachent à une surface solide en passant par la phase gazeuse, la phase liquide ou une solution solide. Les atomes et les molécules proches sont souvent piégés par la surface [26].

b) Inhibiteurs passivant

L'inhibition de cette forme, également connue sous le nom d'inhibition « d'interphase », se manifeste par la création d'un film tridimensionnel entre le substrat corrodé et les molécules d'inhibiteur. Ainsi ces molécules inhibitrices d'interphase conduisent à des réseaux homogènes et denses présentant de fait une faible porosité et une bonne stabilité. Les inhibiteurs d'interphase ne sont pas uniquement adsorbés aux interfaces (oxyde/électrolyte) et



(métal/oxyde) mais sont également incorporés dans les couches barrières (en formant des complexes par exemple) [27].

I.2.3.3 Selon la nature électrochimique du processus

a) *Inhibiteurs cathodiques*

Sont principalement des sels dont le cation forme sur la cathode des composés insolubles. Les molécules ajoutées sont adsorbées dans les sites actifs de réduction de la surface, ce qui favorise un effet bloquant et diminue le taux de diffusion de l'oxygène. La corrosion n'est que ralentie dans ce cas [23].

b) *Inhibiteurs anodiques*

Les inhibiteurs anodiques sont très nombreux. Ce sont des substances inorganiques comme les ortho phosphates, silicates, chromates... Leur mode d'action consiste à élever la valeur du potentiel de corrosion du matériau et diminuent la surface active en formant une couche de produit de corrosion protectrice et stable qui passive la surface métallique [23].

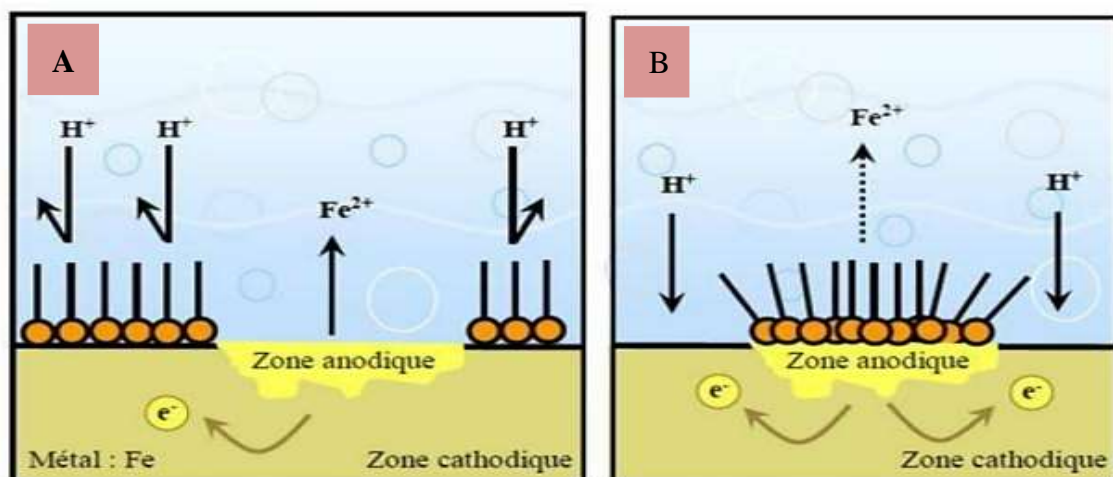


Figure I.6 Formation des couches barrières interfèrent avec les réactions électrochimiques dans le cas d'une étude en milieu acide (A cathodique, B anodique) [28].



c) Inhibiteurs mixtes

La majorité des inhibiteurs ne peuvent être classés ni anodiques ni cathodiques. C'est pourquoi ils sont appelés mixtes, La vitesse des deux réactions partielles est réduite par ces inhibiteurs, mais ils ne modifient que peu le potentiel de corrosion.

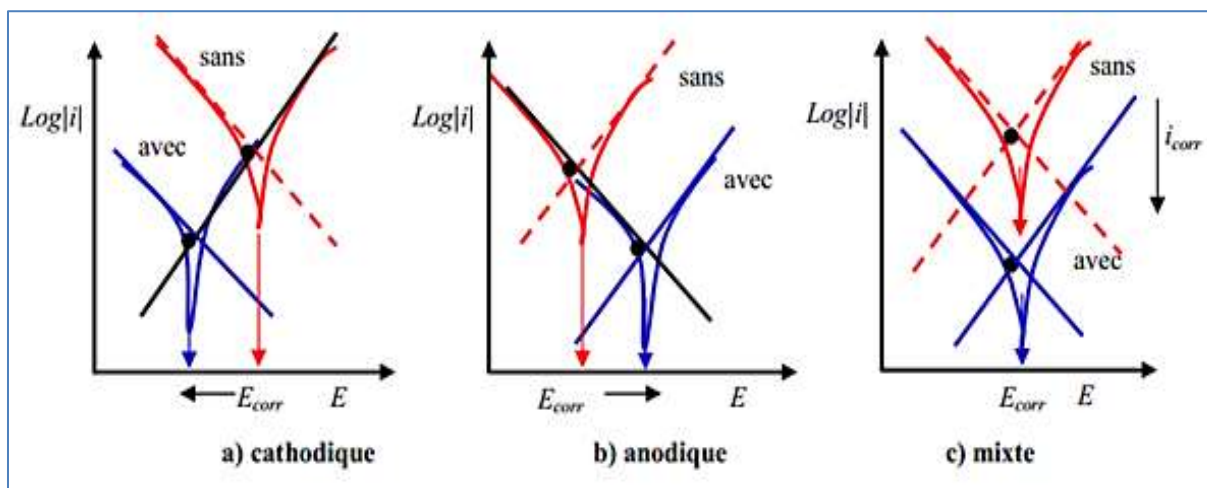


Figure 1.7 Effet de différents types d'inhibiteurs sur la courbe de polarisation [28].

I.2.4 Utilisation des inhibiteurs à base de plante végétaux (GREEN INHIBITORS)

Afin de prévenir les dommages causés par la corrosion sur les installations pétrolières et gazières, les ingénieurs d'aujourd'hui mettent en œuvre un ensemble de techniques complémentaires. Parmi ces approches figure l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion. L'utilisation d'inhibiteurs pour le contrôle de la corrosion des métaux et alliages qui sont en contact avec un environnement agressif est une pratique largement adoptée. Un grand nombre de composés organiques ont été étudiés et sont encore investigués pour évaluer leur potentiel d'inhibition de la corrosion. Toutes ces études révèlent que les composés organiques, en particulier ceux contenant des atomes de N, S et O, ont montré une efficacité d'inhibition significative. Cependant, il convient de noter que de nombreux inhibiteurs de corrosion synthétiques sont nocifs pour l'environnement et que leur coût est généralement élevé [29].

Les inhibiteurs verts, également appelés "GREEN INHIBITORS", sont des composés issus de sources végétales utilisés comme inhibiteurs de corrosion. Contrairement aux



inhibiteurs synthétiques traditionnels, ils sont considérés comme plus respectueux de l'environnement et potentiellement moins toxiques.

L'origine importante des inhibiteurs de corrosion verts est constituée par les plantes (par exemple, les huiles et leurs dérivés). Ils peuvent fonctionner dans diverses solutions acides car ils possèdent des caractéristiques chimiques, physiques et biologiques polyvalentes. Le faible coût, la biodégradabilité et la disponibilité sont les autres éléments importants de l'application des plantes comme bases d'inhibiteurs de corrosion. Les plantes sont considérées comme une source naturelle élevée de composés chimiques, qui peuvent être facilement transportés à moindre coût et avec une faible pollution de l'écosystème [30].

Des études ont montré que les plantes sont composées de composés organiques complexes : tanins, alcaloïdes, acides aminés, protéines et flavonoïdes. À leur tour, ces substances contiennent différents groupes fonctionnels polaires et des liaisons [31].

L'extrait de feuilles, de tiges, de fruits, de racines et de graines de nombreuses plantes était utilisé comme inhibiteur vert. Par exemple :

Suleimanet al. [32] ont utilisé l'extrait de racine de *Grewia Venusta* (arbre de jute sauvage) comme inhibiteur de corrosion avec de l'acier doux. L'extrait a été étudié à l'aide de techniques gravimétriques et électrochimiques dans de l'acide chlorhydrique à 1,0M. Le microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour analyser la morphologie de surface des échantillons. Les résultats ont montré que la vitesse de corrosion augmentait avec l'augmentation de la température et diminuait avec l'augmentation de la concentration et du temps de l'inhibiteur, L'efficacité maximale d'inhibition était de 97,60 %. L'extrait de GV a présenté une bonne performance inhibitrice contre la corrosion de l'acier doux en milieu HCl. Les résultats obtenus à l'aide de différentes analyses de corrosion (polarisation gravimétrique et potentiodynamiques) ont montré que l'inhibiteur testé agit comme un inhibiteur de type mixte.

Ruben et al. [33] ont examiné l'extrait d'*Opuntia ficus indica* en utilisant une étude électrochimique suivie par les mesures de perte de masse, ainsi, les techniques d'analyse de surface ont été réalisées à l'aide de MEB. Les résultats ont montré que l'extrait d'*Opuntia ficus indica* agit comme un bon inhibiteur de corrosion pour l'acier doux en milieu acide sulfurique 0,5M, atteignant des rendements allant jusqu'à 94 %. L'efficacité de l'inhibiteur augmentait



avec la concentration et le temps d'immersion, mais diminuait avec l'augmentation de la température. Il a été constaté que l'extrait était adsorbé chimiquement sur la surface de l'acier et qu'il suivait une isotherme d'adsorption de type Frumkin.

Iroha et al. [34] Ont réalisé une étude sur l'effet de la résine formée avec l'extrait de peau d'arachide rouge (RPSE) et du furfural comme inhibiteur pour la protection contre la corrosion de l'acier doux en milieu 1M HCl par la méthode de perte de poids. Les résultats ont montré que La résine RPSE/Furfural s'est avérée être un inhibiteur efficace de l'acier doux dans une solution de 1M HCl, atteignant environ 78 % à une température de 50 °C. La vitesse de corrosion de l'acier doux dans 1M HCl est fonction de la concentration de la résine. Ce taux diminuait à mesure que la concentration de la résine augmentait. Le pourcentage d'inhibition en présence de cet inhibiteur a augmenté avec la température, ce qui indique que l'adsorption chimique était le mécanisme d'inhibition prédominant car la quantité d'inhibiteur adsorbé augmente avec l'augmentation de la température. La résine RPSE/Furfural est un excellent inhibiteur de corrosion écologique, et très bon marché pour l'acier au carbone en solution 1M HCl, elle peut donc être utilisée pour remplacer les produits chimiques toxiques et très coûteux.

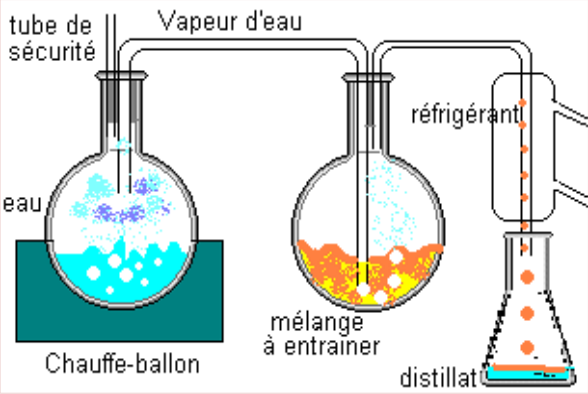
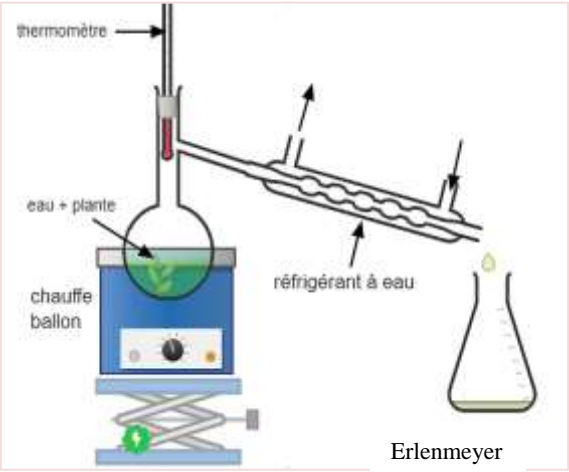
La recherche sur les inhibiteurs de corrosion verts reste un domaine très intéressant et mérite d'être pleinement développée, notamment les méthodes d'extraction. D'une part il doit être économique et respecter les principes de la chimie verte.

I.2.5 Différentes méthodes d'extraction

Dans la plante, les composés extraits ainsi que les huiles essentielles sont stockés dans diverses parties : fleurs, feuilles, bois, racines, rhizomes, fruits ou graines [35]. Ces organes peuvent être prélevés par différentes méthodes d'extraction, Il existe plusieurs exemples de ces méthodes, comme cité dans le tableau ci-dessous.



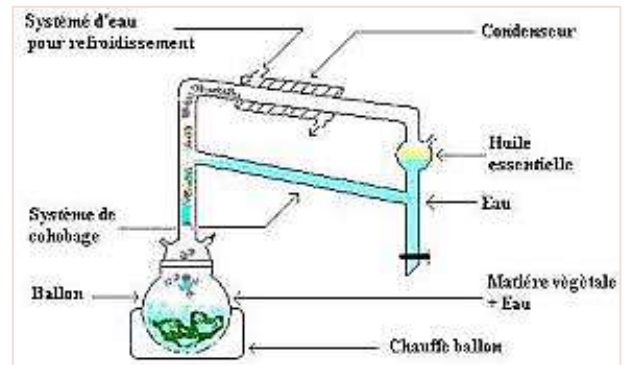
Tableau I.2 Méthodes d'extraction.

Méthode	Principe	Schéma du méthode
Entraînement à vapeur d'eau	<p>La vapeur d'eau est générée dans une chaudière séparée et dirigée à travers le matériau végétal placé dans un récipient. Les composés volatils sont vaporisés et entraînés par la vapeur d'eau. La vapeur chargée de composés volatils est ensuite condensée dans un condenseur pour former un mélange d'eau et d'huiles essentielles. Ce mélange est collecté dans un séparateur où les huiles essentielles, moins denses que l'eau, flottent et peuvent être séparées par décantation.</p>	
Hydrodistillation	<p>Le matériau végétal (fleurs, feuilles, etc.) est immergé dans de l'eau dans un appareil de distillation. L'eau est chauffée à ébullition, produisant de la vapeur. La vapeur d'eau traverse le matériau végétal, entraînant les composés volatils (comme les huiles essentielles). La vapeur chargée de ces composés passe par un condenseur, où elle se refroidit et se condense en liquide. Ce liquide est ensuite collecté dans un réceptacle où l'huile essentielle flotte généralement sur l'eau et peut être aussi séparée par décantation.</p>	



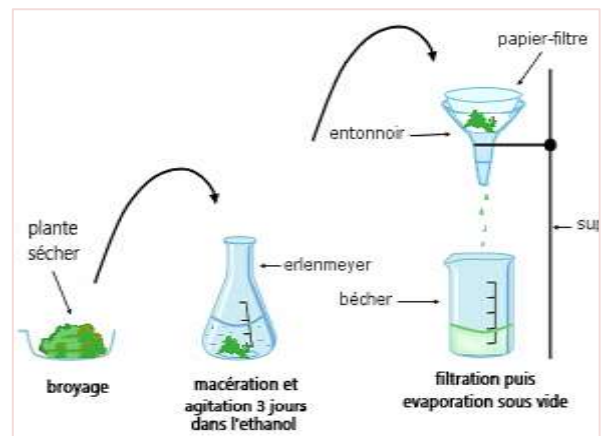
Extraction par Clavenger

Ressemble à l'hydrodistillation mais utilise un appareil de Clavenger, spécialement conçu pour séparer les huiles essentielles des hydrolats. Le matériau végétal est chauffé avec de l'eau pour générer de la vapeur qui transporte les huiles essentielles. La vapeur est condensée et le liquide condensé s'écoule dans un tube de séparation où l'huile essentielle et l'eau se séparent par différence de densité recueillir ces huiles en continu



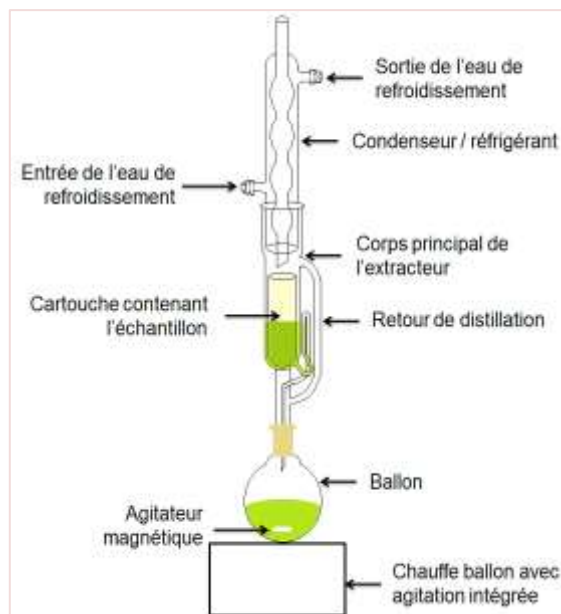
Extraction éthanolique

Le matériau végétal est immergé dans de l'éthanol, un solvant polaire capable de dissoudre une large gamme de composés organiques, notamment les polyphénols, les flavonoïdes, et les alcaloïdes. Le mélange est mis en macération et agitation pendant une certaine période (généralement 72 h) pour permettre à l'éthanol de solubiliser les composés d'intérêt. Après extraction, le mélange est filtré pour éliminer les résidus solides, puis l'éthanol est évaporé (généralement sous vide) pour obtenir l'extrait concentré.



Extraction par Soxhlet

Le matériau solide contenant les composés d'intérêt est placé dans une cartouche en cellulose, insérée dans le dispositif Soxhlet. Le solvant est chauffé dans un ballon de distillation et sa vapeur est condensée dans le condenseur au-dessus de la cartouche. Le solvant liquide s'écoule sur le matériau solide, dissolvant les composés d'intérêt, puis retourne dans le ballon par siphonage une fois le niveau atteint. Ce processus est répété de manière continue, enrichissant progressivement le solvant en composés extraits. Le solvant enrichi est ensuite évaporé pour récupérer les composés.



I.3 Conclusion

La compréhension du phénomène de corrosion est cruciale pour assurer la durabilité et la sécurité des structures métalliques, particulièrement dans des secteurs industriels sensibles comme la pétrochimie. Ce chapitre explore en détail les mécanismes électrochimiques de la corrosion, ainsi que les nombreux facteurs qui influencent sa progression et les diverses manifestations qu'elle peut prendre. En identifiant les déclencheurs clés, tels que la composition chimique de l'environnement et les propriétés des matériaux, il devient possible de concevoir des stratégies préventives efficaces. Ces approches incluent l'utilisation de matériaux résistants, la protection cathodique, et l'application de revêtements protecteurs. En somme, une compréhension approfondie de la corrosion non seulement réduit les coûts de maintenance mais aussi prolonge significativement la durée de vie des infrastructures métalliques, offrant ainsi des avantages économiques et opérationnels significatifs.



CHAPITRE II

MATERIEL & METHODES

II.1 Matériel végétale utilisé comme inhibiteur

II.1.1 Choix de matière végétale

Pour cette étude, nous avons sélectionné le figuier de Barbarie (*Opuntia ficus-indica* ou nopal), une plante végétale appartenant à la famille des Cactaceae. Plus précisément, nous nous sommes intéressés aux nopales, qui sont les parties aplaties de la tige, communément appelées cladodes ou raquettes.

Le figuier de barbarie « *Opuntia ficus-indica* » est une plante xérophyte, classé comme une plante sauvage qui survit dans les régions désertiques et ne nécessite pas beaucoup d'eau pour sa culture. On dit qu'il a une performance écologique importante, car il arrête la dégradation du sol déboisé, rendant la terre aride productive en raison de sa capacité à retenir l'eau [36].

Le figuier de barbarie est une plante originaire des régions arides et semi-arides du Mexique, qui a été introduite en Afrique du Nord vers le 16^{ème} siècle. C'est une plante robuste qui peut mesurer jusqu'à 5 mètres de hauteur avec un tronc épais et ligneux [37].

Ses articles aplatis en forme de raquettes (cladodes) de couleur vert mat, ayant une longueur de 30 à 50 cm et une largeur de 15 à 30 cm, se caractérisent par des branches formées d'articles charnus de forme elliptique, la présence d'une cuticule cireuse (la cutine), de la fibre soluble connue sous le nom de mucilage qui a une consistance similaire à celle de l'Aloès Vera (visqueux) et une capacité de retenir jusqu'à 30 fois son poids en eau, d'épiderme et des stomates, ainsi que par la capacité d'assurer la fonction chlorophyllienne [36, 38].

Il existe de nombreuses variétés de cactus qui se distinguent en deux groupes, **Les cactus inermes** qui sont souvent domestiqués et cultivés sur des surfaces limitées, et **Les cactus épineux** les plus répandus car ils résistent à la destruction par les animaux [39].





Figure II.1 Opuntia ficus indica (Mars 2024).

II.1.2 Technique d'échantillonnage

Notre étude a porté sur les cladodes (raquettes) du figuier de Barbarie du type inerme à raison de ces épines, récoltés dans la région de « Birghbalou », une zone située à la frontière des wilayas de Bouira et Médéa, au mois de mars 2024.



Figure II.2 La position géographique de la récolte de figuier de barbarie et une cladode récolté de cette région.



II.1.3 Méthodes d'extraction

Notre étude a été menée sur deux formes du figuier de Barbarie : le gel extrait frais des cladodes et les cladodes séchés réduits en poudre.

II.1.3.1 Préparation du gel (mucilage) et la poudre de cladode

- La première étape a consisté à prélever un cladode frais du figuier de Barbarie. Celui-ci a ensuite été soigneusement lavé et nettoyé ;
- Puis, à l'aide d'un couteau bien aiguisé, le cladode a été coupé en deux dans le sens de la longueur. A l'intérieur de ces moitiés de cladode, nous avons observé la présence d'un gel translucide et aqueux. En utilisant une spatule, nous avons délicatement gratté et récupéré ce gel brut dans des récipients. Une fois tout le gel extrait, il a été transféré dans un mixeur ;
- Un mixage à vitesse lente a été effectué pendant quelques minutes jusqu'à l'obtention d'un gel homogène et lisse. Ce gel mixé a ensuite été conservé dans une boîte au réfrigérateur ;
- Une fois le gel extrait, les parties fibreuses restantes des cladodes ouverts ont été étalées sur des plateaux et mises à sécher à l'air libre pendant plusieurs jours jusqu'à déshydratation complète. Après séchage, ces résidus fibreux ont été broyés à l'aide des mains pour obtenir une poudre fine et sèche, que nous avons également conservée ;
- Ainsi, cette méthode nous a permis d'extraire à la fois le gel frais, riche en eau et nutriments, et la poudre issue des fibres résiduelles.



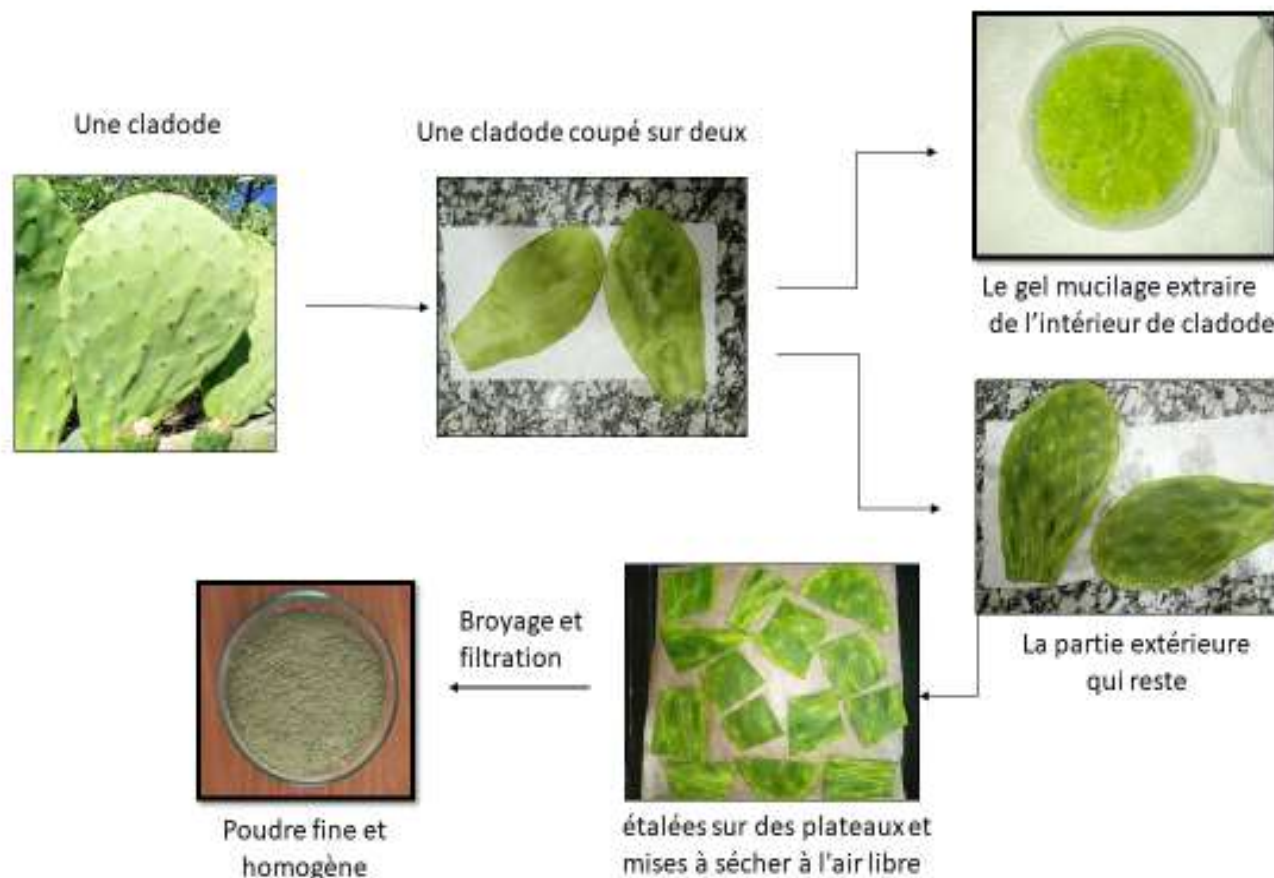


Figure II.3 Schéma représente les étapes d'échantillonnage.

II.1.3.2 Extraction éthanolique

Pour procéder à cette extraction, l'extrait éthanolique des cladodes est préparé par macération. Sous une hotte ventilée, on introduit 30 g de poudre et 300 ml d'éthanol dans un Erlenmeyer de 500 ml. L'Erlenmeyer est ensuite fermé pour éviter l'évaporation du solvant, puis mis sous agitation continue, à une vitesse moyenne, pendant trois (03) jours successifs. Après agitation, nous filtrons le macérât à travers un entonnoir et un papier filtre pour séparer le résidu solide de la solution. Après filtration, le filtrat est évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif (Rotavapeur) jusqu'à élimination totale de l'alcool. Le produit final obtenu est conservé à 4 °C dans un flacon sombre hermétiquement fermé.



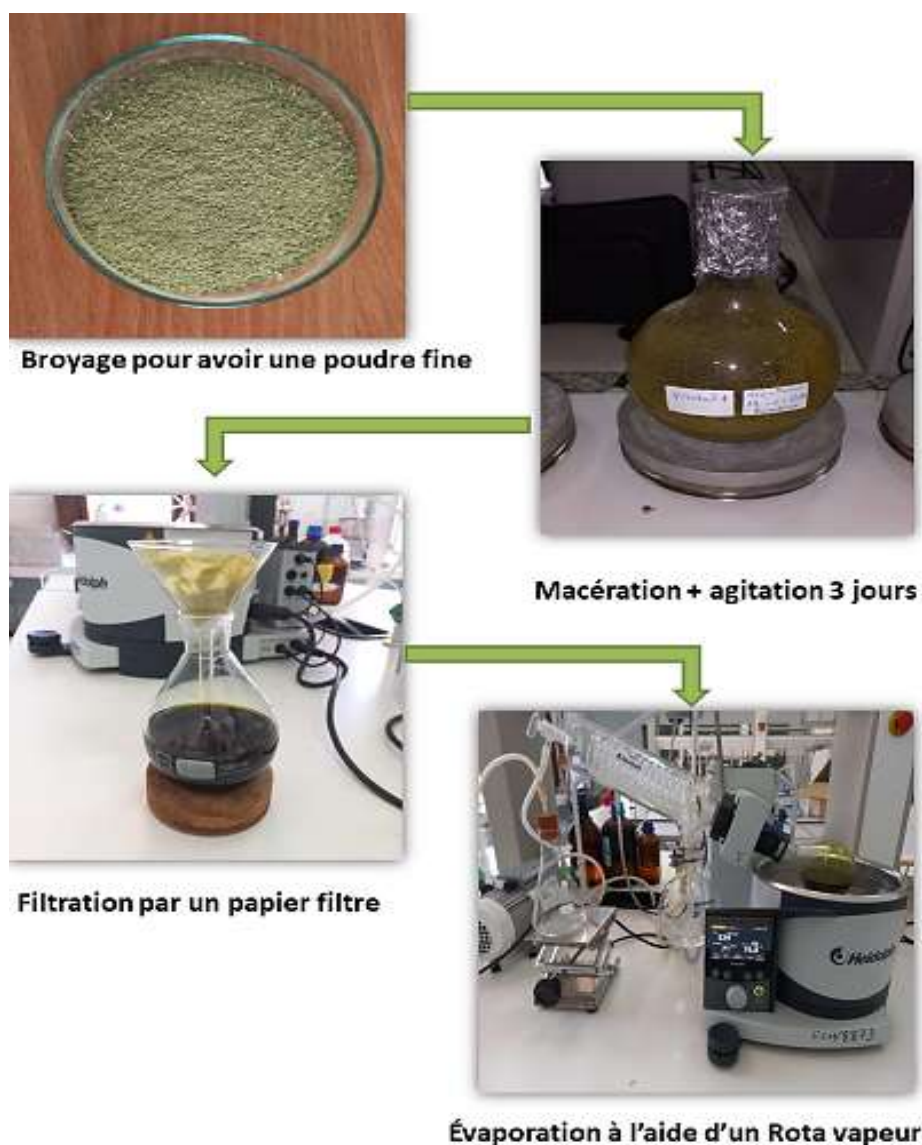


Figure II.4 Présentation de protocole d'extraction éthanolique de la poudre du figuier.

II.2 Caractérisation des extraits obtenus

Nous avons déterminé les propriétés organoleptiques et physico-chimiques (pH, densité, solubilité, couleur et aspect) des deux produits obtenus. Pour la détermination du pH de chaque produit, nous avons utilisé un pH-mètre, et pour la densité, un densimètre. Nous avons également effectué une analyse par spectroscopie infrarouge, ce qui nous a permis d'identifier les biomolécules actives constituant les deux produits à l'aide d'un spectromètre. Ces analyses ont été effectuées aux laboratoires de Génie des Procédés et de Chimie de la Faculté des Sciences et Science Appliqué (FSSA) à l'Université de Bouira.



Pour évaluer la solubilité de chaque produit (le gel et l'extrait), nous avons conduit des tests en utilisant trois béchers par produit. Nous avons ajouté une quantité déterminée de chaque produit dans les béchers, suivie de volumes égaux d'eau, de condensat et d'éthanol. Après avoir bien mélangé, nous avons observé les réactions à différents intervalles : 5 minutes, 15 minutes et une heure, en notant les changements survenus dans chaque bécher. Ces observations nous ont permis de mieux comprendre les propriétés de solubilité des produits dans différents solvants.

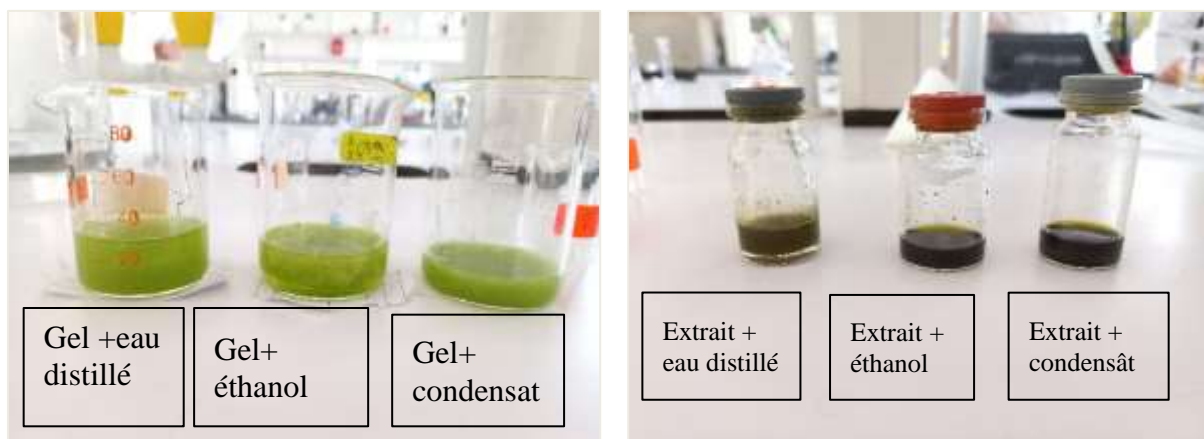


Figure II.5 Test de solubilité.

II.3 Techniques d'étude expérimentales

II.3.1 Technique gravimétrique (méthode de perte de poids)

Cette méthode est basée sur le calcul de la vitesse de corrosion par la différence de poids d'acier avant et après exposition dans un milieu corrosif selon la norme NACE (RP 0775-99 - CORROSION COUPONS INSTALLATION AND HANDLING) [40].

II.3.2 Technique électrochimique

Les tests électrochimiques sont effectués en utilisant un dispositif de mesure électrochimique au sein du laboratoire de corrosion de la Division Technologie et de Développement (DTD) SONATRACH.



II.3.2.1 Chaîne électrochimique

Pour cette étude, une chaîne électrochimique comprenant les équipements suivants a été utilisée :

- **Potentiostat/Galvanostat**, Pour cette étude, un appareil potentiostat / galvanostat modulaire avec analyseur de fréquence PGSTAT 302N de marque Metrohm Autolab B.V a été utilisé, le traitement des données, suivi du potentiel libre et la résistance de polarisation linéaire, est réalisé par le logiciel NOVA 2.0. Il permet d'imposer et de mesurer des potentiels et des courants stables dans les domaines cathodiques et anodiques.
- **Electromètre**, c'est l'élément qui canalise les différents branchements provenant de la cellule vers le potentiostat/Galvanostat, assurant une connexion stable et précise pour les mesures électrochimiques.
- **Équipement informatique** comprenant un micro-ordinateur doté de logiciels d'acquisition et de traitement de données, permettant d'introduire les conditions opératoires, de contrôler les essais électrochimiques, de tracer les différentes courbes et de calculer les paramètres électrochimiques nécessaires à l'analyse.
- **Barboteur** : Utilisé pour éviter la présence d'oxygène dans la solution d'essai en y introduisant de l'azote, garantissant ainsi des conditions contrôlées et reproductibles pour les expériences électrochimiques.



Figure II.6 Chaîne électrochimique.



III.3.2.2 Cellule électrochimique

Les essais électrochimiques de l'acier X60 ont été effectués dans une cellule cylindrique en verre pyrex d'une capacité de 1000 ml, munie de cinq orifices (voir figure II.7) :

- L'orifice central est destiné au passage de l'électrode de travail constituée l'acier X60, avec une surface exposée de 1 cm².
- Deux orifices, situés de part et d'autre de l'orifice centrale, sont destinées au placement des électrodes auxiliaires en graphite.
- Un autre orifice est réservé au passage de l'électrode de référence au calomel saturé en KCl (ECS).
- Enfin, le dernier orifice est utilisé pour le barbotage de l'azote dans la solution, assurant ainsi un environnement exempt d'oxygène pour maintenir des conditions de test électrochimique contrôlées.

Cette configuration de cellule permet de mener des expériences électrochimiques précises et reproductibles sur l'acier X60, en contrôlant les variables environnementales et en assurant une connexion stable des électrodes pour des mesures fiables des paramètres électrochimiques.

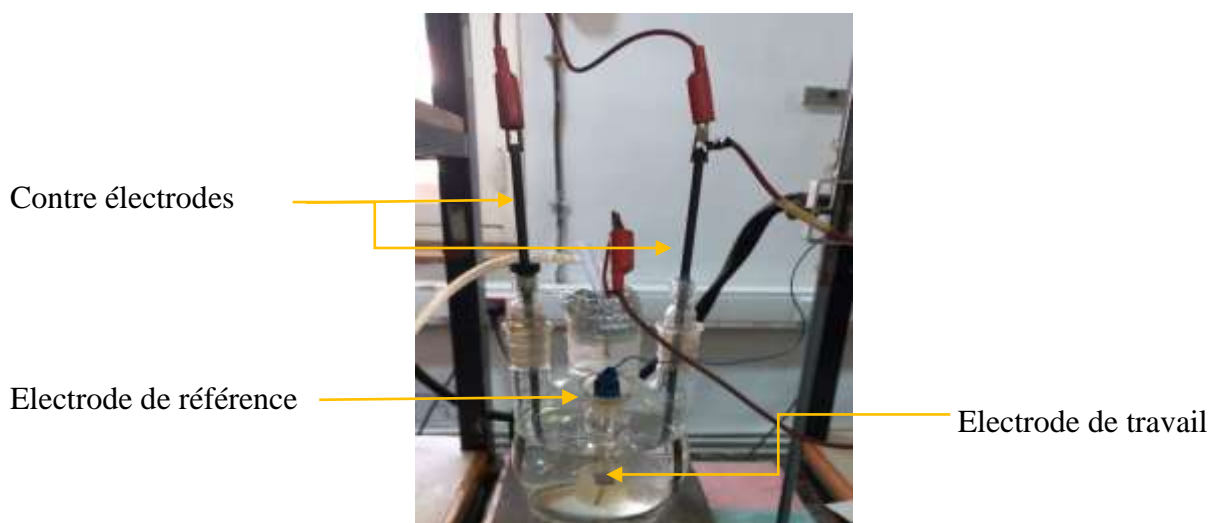


Figure II.7 Cellule électrochimique.

➤ Electrode de travail

Le matériau utilisé comme électrode de travail est l'acier au carbone de nuance API 5L X60 qui est largement utilisé dans l'industrie pétroliers (casing, tubing, les installations de



surface, ...) à cause de son faible coût. La composition chimique de l'acier au carbone de nuance API5L X60 est donnée dans le tableau ci-après.

L'électrode de travail utilisée dans cette expérience est préparée avec l'échantillon d'acier au carbone, découpés mécaniquement sous une forme carrée de dimension $1 \times 1 \text{ cm}^2$ puis soudée à un fil électrique conducteur en cuivre gainé. Le cube et le fil sont enrobés avec résine époxy thermodurcissable, telle qu'une seule face 1 cm^2 soit exposée au milieu agressif.

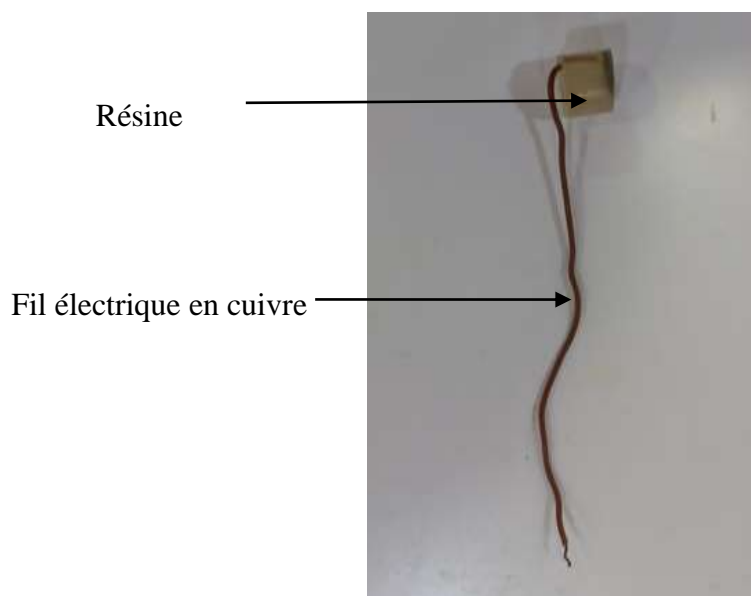


Figure II.8 Electrode de travail.

Tableau II.1 Composition chimique de l'échantillon d'acier au carbone API 5L X60 (en % massique).

Eléments Chimiques	C	Si	Mn	Ni	Cr	P	S	Mo	Cu	Fe
Pourcentage massique (wt%)	0.22	0.23	1.31	0.044	0.05	0.013	0.01	0.016	0.06	98.094

➤ Electrode de référence

L'électrode de référence est une électrode au calomel saturée (ECS), schématisée par séquence électrochimique $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}_{\text{sat}}$. Celle-ci présente un potentiel de (+ 0,241 V) par



rapport à l'électrode standard à hydrogène. Elle permet de mesurer ou de contrôler le potentiel de l'électrode de travail. Elle est placée aussi près que possible de l'électrode de travail, provoquée par la résistance de l'électrolyte compris entre l'électrode de travail et l'électrode référence associée, et cela par une meilleure conception de la cellule et de l'appareillage.



Figure II.9 Electrode de référence.

➤ Contre électrode

Les contres électrodes utilisées sont des électrodes inattaquables en graphite. Elles permettent la mesure de l'intensité de courant qui traverse la cellule et elles sont placées parallèlement à l'électrode de travail pour obtenir une bonne homogénéité du champ électrique.



Figure II.10 Contre électrodes.

II.4 Techniques d'analyse de surface utilisé

II.4.1 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le principe de cette technique est de balayer la surface de l'échantillon avec un faisceau d'électrons finement localisé et de collecter les électrons secondaires et rétrodiffusés avec un détecteur réceptif [41].



II.4.2. Spectroscopie de Dispersion d'Énergie des Rayons X (EDAX)

La microanalyse par spectroscopie à rayons X dispersion d'énergie (EDAX) est utilisée pour identifier la composition chimique élémentaire d'un échantillon. Lorsque le faisceau d'électrons frappe l'échantillon, il génère des rayons X spécifique aux éléments contenus dans celui-ci.

II.5 Milieu d'étude

Le milieu agressif étudié est une eau de gisement prélevée au niveau des puits de la région de Stah (située à Ain Amenas, wilaya d'Ilizi au sud de l'Algérie). Afin d'analyser cette eau, on la filtre en utilisant un papier filtre pour éliminer les composés de corrosion présents. La composition chimique de l'eau de gisement est présentée dans (Tableau II.2).

Tableau II.2 Composition physico-chimique de l'eau de gisement de la région de Stah.

Paramètres \ Échantillons	CTH HP	
pH à 20 C°	3.8	
Cations	mg/l	Méq
Ca ⁺⁺	28106.10	1405.31
Mg ⁺⁺	11065.60	910.00
Na ⁺	56470.00	2455.22
K ⁺	1092.00	28.00
Sr ⁺⁺	326.30	7.45
Ba ⁺⁺	638,62	9,30
Fe ⁺⁺	4.60	0.16
Anions	mg/l	Méq
Cl ⁻	163988.63	4625.00
CO ₃ ⁻	00	00
HCO ₃ ⁻	00	00
SO ₄ ⁻	00	00
Extrait sec mg/l	265100	
Conductivité ms/cm	122.00	



II.6 Techniques d'évaluation électrochimiques

II.6.1 Potentiel à Circuit Ouvert (OCP)

La mesure du Potentiel à Circuit Ouvert OCP, est l'une des techniques électrochimiques les plus simples permettant de suivre l'évolution du potentiel d'un matériau immergé dans un milieu au cours du temps. La mesure de ce potentiel OCP permet également de connaître d'une part, une première idée sur le comportement de la surface en contact avec le milieu corrosif. Et d'autre part, il permet de déterminer la durée d'immersion nécessaire pour obtention un régime stationnaire, indispensable aux mesures d'impédance et pour les tracés potentiel dynamiques [42].

II.6.2 Résistance de Polarisation Linéaire (LRP)

Elle consiste à réaliser un balayage de potentiel au voisinage de corrosion de l'électrode de travail sur la zone où la courbe affiche linéarité.

Cette méthode est rapide et spécifiquement bien adaptée à l'évaluation de l'efficacité d'un inhibiteur de molécule dont les effets sont encore inconnus. Toutefois, il est impératif de vérifier méticuleusement sa validité pour chaque système examiné. De plus, il offre la possibilité de suivre l'évolution du comportement de l'inhibiteur au fil du temps.

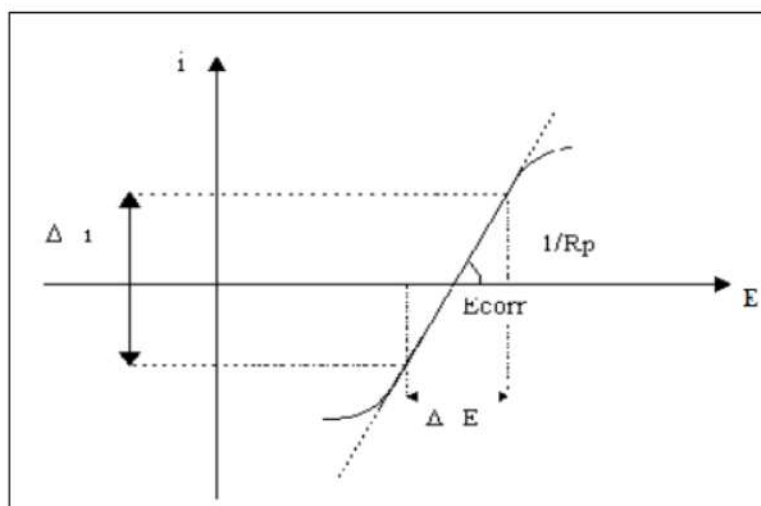


Figure II.11 Courbe de polarisation linéaire [43].



L'avantage principal de cette méthode est qu'elle permet d'effectuer rapidement un grand nombre de mesures tout en ciblant l'interface métal/solution au plus près du potentiel de corrosion. Cette proximité aide à prévenir toute altération de l'état de surface pendant la mesure de la résistance de polarisation, minimisant ainsi les effets de transport et négligeant les pertes ohmiques. Cependant, cette technique ne permet pas de différencier les phénomènes réactionnels mis en jeu lors de l'inhibition de la corrosion [43].

➤ Méthode de TAFEL

La méthode de polarisation potentiodynamiques, connue sous le nom de méthode de Tafel, implique de balayer une plage de potentiel du domaine anodique au domaine cathodique avec une vitesse constante de potentiel. On utilise cette méthode pour évaluer les caractéristiques 'active/passive' d'un système redox matériau-solution. On utilise la courbe $I = f(E)$ pour évaluer les différentes caractéristiques, y compris la vitesse de corrosion. La vitesse de balayage du potentiel peut varier de 0.1 mV/seconde à 5 mV/seconde [44].

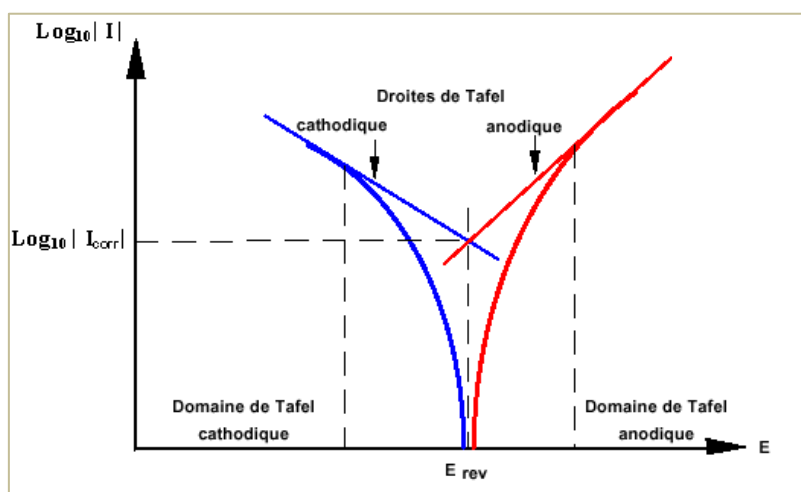


Figure II.12 Détermination du courant où potentiel de corrosion par la méthode des droites de Tafel [45].

II.6.3 Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique consiste à mesurer la réponse de l'électrode face à une modulation sinusoïdale de faible amplitude du potentiel en fonction de la fréquence. Cette méthode transitoire peut être avantageusement couplée à celle du tracé des courbes stationnaires $I = f(E)$ et permet une analyse plus complète du mécanisme d'action de



l'inhibiteur. Les résultats sont obtenus sous forme de diagrammes de Nyquist et de Bode. C'est une méthode non destructive adaptée à l'étude des propriétés électriques interfaciales [46].

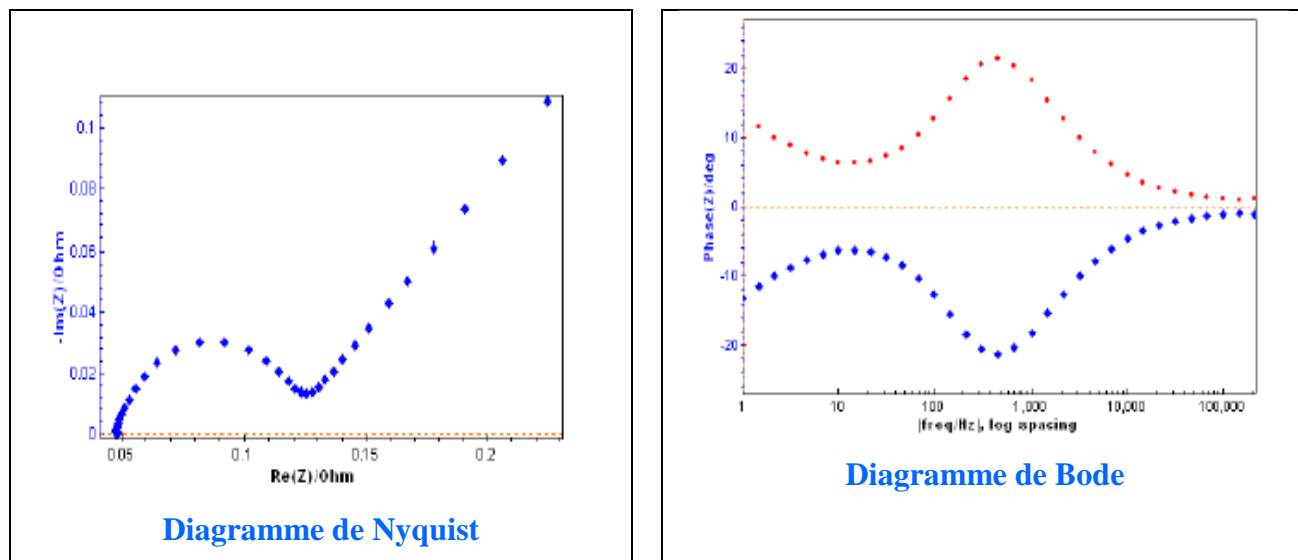


Figure II.13 Courbes d'impédance (**Bode** et **Nyquist**) [46].

II.7 Protocoles expérimental

II.7.1 Etude gravimétrique

➤ Préparation des échantillons

Dans un premier temps, les échantillons d'acier de type "X60" sont soumis à un processus de polissage méticuleux. Ce polissage est effectué à l'aide d'une polisseuse sous jet d'eau, en utilisant successivement du papier abrasif de granulométries croissantes : P80, P400 et P1000. L'objectif de cette étape est d'obtenir une surface lisse et uniforme sur chaque échantillon.

Une fois le polissage terminé, chaque coupon d'acier est pesé avec une précision extrême sur une balance analytique afin de déterminer sa masse initiale. De plus, les surfaces polies des échantillons sont soigneusement mesurées et les dimensions sont consignées avec précision. Cette démarche assure que les échantillons sont préparés de manière standardisée et que les mesures ultérieures seront fiables et reproductibles.



Les échantillons sont ensuite immergés individuellement dans des bouteilles en verre de 250 ml contenant des solutions d'eau de gisement prélevées dans la région de STAH. Ces solutions ont été choisies spécifiquement comme milieu d'immersion pour les tests à venir.

Différentes concentrations sont préparées, comprenant 0 ppm (solution témoin), ainsi que 10 ppm, 20 ppm et 30 ppm de chaque inhibiteur. Les deux types d'inhibiteurs, à savoir l'extrait éthanolique et le gel mucilage, sont ajoutés aux solutions respectives. Après l'ajout des inhibiteurs, les bouteilles sont soigneusement fermées (voir Figure II.14), créant ainsi un environnement clos pour les tests à réaliser.



Figure II.14 Schéma du dispositif des coupons.

➤ ***Durée d'exposition***

Les échantillons d'acier sont immergés dans ces solutions pendant une période prolongée. Le gel mucilage est exposé pendant 41 jours à compter de la date d'injection du 12 mars 2024, tandis que l'extrait éthanolique de figes de Barbarie est exposé pendant 37 jours à compter de la date d'injection du 18 mars 2024.

➤ ***Nettoyage des coupons***

Après la période d'exposition, les coupons ont été retirés et ont subi les opérations suivantes avant d'être pesés :

- Inspection visuelle des échantillons : Chaque coupon a été examiné visuellement pour évaluer son aspect extérieur, notamment pour détecter toute altération de la surface ou tout signe de corrosion apparent ;



- Nettoyage avec de l'eau distillée : Les échantillons ont été soigneusement nettoyés à l'aide d'eau distillée afin d'éliminer toute saleté, crasse ou résidu qui aurait pu s'accumuler à la surface pendant l'exposition.

Après les opérations de nettoyage avec de l'eau distillée, les échantillons ont été préparés pour les mesures de masse selon les étapes suivantes :

- Immersion dans une solution d'acide chlorhydrique à 15% : Chaque échantillon a été immergé dans une solution contenant 100 ml d'acide chlorhydrique à 15% pendant 15 secondes. Cette étape vise à éliminer toute calamine ou oxydation superficielle.

- Immersion dans une solution basique NaOH pour neutraliser la surface : Après l'acide chlorhydrique, les échantillons ont été immergés dans une solution basique de NaOH pour neutraliser la surface métallique. Cela aide à éliminer toute trace d'acidité résiduelle et à préparer la surface pour les étapes suivantes.

- Rinçage à l'acétone : Les échantillons ont été soigneusement rincés à l'acétone pour éliminer tout résidu de solution et assurer une surface propre et sèche.

- Mise dans un dessiccateur : Chaque coupon a été placé individuellement dans un dessiccateur pour sécher complètement.

- Pesée de chaque coupon et enregistrement des nouvelles masses : Une fois secs, les échantillons ont été pesés avec précision sur une balance analytique, et les nouvelles masses ont été enregistrées.

II.7.2 Etude électrochimique

➤ *Préparation des échantillons*

La préparation de l'électrode de travail est primordiale avant toute mesure électrochimique. Il est nécessaire de commencer cette préparation en polissant attentivement la surface de l'électrode avec du papier abrasif de granulométrie la plus fine (P1200) afin d'éliminer toute contamination ou oxydation présente sur sa surface.

Tout d'abord, nous avons commencé avec une solution témoin sans inhibiteur (0 ppm). Nous avons introduit 700 ml d'eau de gisement prélevée dans la région du STAH dans la cellule



électrochimique. Ensuite, nous avons installé cette cellule, comprenant une électrode de travail, une électrode de référence et une contre-électrode, établissant ainsi une chaîne électrochimique.

Nous avons saisi les paramètres nécessaires dans le logiciel pour les essais électrochimiques afin de mieux comprendre la nature de l'acier étudié. La première étape a été de mesurer le Potentiel de Circuit Ouvert (OCP) pour déterminer le temps nécessaire pour atteindre l'état stationnaire. Une fois cet état atteint, nous avons procédé aux mesures de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP) et de spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS).

Après avoir mesuré la solution témoin sans inhibiteur, nous avons répété le même processus pour chaque concentration d'inhibiteur. Nous avons préparé des solutions contenant respectivement 10 ppm, 20 ppm et 30 ppm du gel inhibiteur dans le milieu agressif. Pour chaque concentration, nous avons introduit la solution dans la cellule électrochimique, établi la chaîne électrochimique, mesuré le potentiel de circuit ouvert en régime permanent, puis effectué des mesures de résistance de polarisation linéaire et de spectroscopie d'impédance électrochimique.

La concentration de 20 ppm de gel a été maintenue dans la cellule pendant une semaine, et nous avons enregistré les résultats de polarisation et d'impédance.

Remarque : Avant de procéder aux tests électrochimiques proprement dits, chaque solution a été agitée pendant quelques minutes pour garantir une parfaite homogénéité. De plus, un barbotage continu de gaz azote (N_2) et de dioxyde de carbone (CO_2) de haute pureté a été effectué pour dégazer et acidifier la solution.

➤ *Paramètres des essais électrochimiques*

Les paramètres fixés pour les essais électrochimiques pour comprendre la nature de l'acier étudié sont représentés dans le Tableau II.3.



Tableau II.3 Paramètres d'essais électrochimique.

Méthodes utilisées	Paramètres fixés	Valeurs
Mesure du potentiel à circuit ouverte E_{corr}	Courant imposé	$I = 0$ circuit ouvert
	Poids équivalent de l'acier	28 g
	Densité de l'acier	7.8 g/cm ³
	Temps d'immersion	3600 secondes
	Potentiel de l'électrode de références ESC par rapport à l'électrode H ₂	+ 0.241 mV/ENH
	Vitesse de balayage du potentiel	0.166 mV/s
Technique de la résistance de polarisation linéaire.	Potentiel initial	- 10mV
	Potentiel final	+ 10mV
	Vitesse de balayage du potentiel	0.166 mV/s
	Poids équivalent de l'acier	28 g
	Densité de l'acier	7.8 g/cm ³
Spectroscopie d'impédance Electrochimique	Gamme de fréquence	0.009 Hz -100KHz
	Amplitude du signal	10 mV
	Potentiel de travail	E_{corr}

II.7.3 Technique d'analyse de surface

Dans le cadre des analyses par Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et Spectroscopie de Rayons X à Dispersion d'Energie (EDAX), trois solutions distinctes ont été préparées, chacune contenant un coupon d'acier X60.

La première solution ne contenait que de l'eau de gisement.

La deuxième solution était composée d'une quantité d'extrait inhibiteur mélangée à de l'eau de gisement.



La troisième solution comprenait une quantité de gel inhibiteur ajoutée à de l'eau de gisement. Ces deux solutions permettront à étudier l'impact d'extrait et du gel inhibiteur sur la surface métallique d'acier.

Après une période d'immersion de 20 jours, les coupons d'acier ont été retirés des solutions pour être observés au MEB, permettant d'examiner les changements morphologiques et les produits de corrosion formés à la surface des coupons. En complément, une analyse par EDAX sera réalisée sur ces mêmes coupons pour déterminer les éléments chimiques présents dans la surface de l'acier.

II.8 Conclusion

Ce chapitre a exploré en profondeur les différentes facettes de l'utilisation de matériaux végétaux comme inhibiteurs de corrosion. Le choix minutieux des matières végétales, les techniques d'échantillonnage rigoureuses et les méthodes d'extraction sophistiquées ont été essentiels pour obtenir des extraits efficaces. La préparation du gel mucilage et de la poudre de cladode, ainsi que l'extraction éthanolique, ont permis d'obtenir des inhibiteurs aux propriétés prometteuses.

Les techniques d'étude expérimentales, telles que la méthode gravimétrique, la spectroscopie d'impédance électrochimique et la microscopie électronique à balayage avec analyse EDAX, ont fourni des insights précieux sur les mécanismes d'inhibition et les interactions surface-solution.

L'environnement d'étude, représenté par les conditions de test électrochimique et les milieux corrosifs simulés, a été rigoureusement contrôlé pour garantir la fiabilité des résultats. Les évaluations électrochimiques, incluant le potentiel à circuit ouvert, la résistance de polarisation linéaire et la spectroscopie d'impédance électrochimique, ont complété l'analyse en fournissant des données quantitatives et qualitatives sur la performance des inhibiteurs végétaux.



CHAPITRE III

RESULTATS & DISCUSSIONS

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux ainsi que l'analyse de l'efficacité inhibitrice du gel mucilage et de l'extrait éthanolique des cladodes de cactus en tant qu'inhibiteurs de corrosion de l'acier X60 dans les eaux de gisement. Ces résultats ont été obtenus à travers diverses méthodes d'évaluation. La méthode de perte de poids a été employée comme une méthode simple et efficace pour évaluer l'efficacité inhibitrice des substances testées. Parallèlement, les méthodes électrochimiques telles que la mesure du Potentiel à Circuit Ouvert (OCP), les courbes de Tafel et la Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE), ont été utilisées afin d'obtenir des mesures plus précises des processus de corrosion et de protection. De plus, les isothermes d'adsorption ont été discutés pour mieux comprendre les interactions entre les inhibiteurs et la surface métallique. Enfin, une analyse approfondie de la surface des électrodes par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) couplée à la Spectroscopie de Dispersion d'Énergie des Rayons X (EDAX) a été réalisée pour observer les modifications morphologiques et la composition élémentaire en absence et en présence d'inhibiteurs. En outre, les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques du gel mucilage et de l'extrait des cladodes de cactus ont été analysées par spectroscopie infrarouge, fournissant des informations essentielles sur leur composition et leurs propriétés en tant qu'inhibiteurs de corrosion.

III.2 Étude gravimétrique

Les mesures gravimétriques sont souvent utilisées comme une première approche de l'étude de l'inhibition de la corrosion d'un métal en solution électrolytique. Cette méthode est simple à mettre en œuvre et ne nécessite pas d'équipement complexe. Les échantillons d'acier X60 sont immergés dans les eaux de gisement, avec ou sans l'ajout de différents inhibiteurs (sous forme d'extrait (noté (A)) ou de gel mucilage (noté (B))). Étant donné que la corrosion est un processus lent, l'efficacité inhibitrice est évaluée après un temps, à une température ambiante de 25 ± 1 °C. La vitesse et l'efficacité inhibitrice de corrosion sont calculées selon les relations III.1 et III.2 respectivement (selon la norme NACE RP0075-2023).

$$V_{corr} = \frac{\Delta m}{t} \times \rho \times S \times 0,365 \quad (\text{III.1})$$



$\Delta m = m_1 - m_2$ correspond à la différence entre la masse initiale m_1 et la masse finale m_2 en (g) après un temps d'exposition t par (jour) dans le milieu corrosif. S est la surface du métal exposée à la solution d'étude en (cm^2). ρ est la masse volumique de l'acier au carbone en (g/cm^3). L'efficacité inhibitrice est calculée selon la formule suivante :

$$\eta (\%) = \frac{V_{corr} - V_{corr}^i}{V_{corr}} \quad (\text{III.2})$$

V_{corr} et V_{corr}^i désignent respectivement les vitesses de corrosion sans et en présence d'inhibiteur.

Les différents résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau III.1.

Tableau III.1 Evaluation de la vitesse de corrosion de l'acier X60 par la méthode de perte de poids pour les deux inhibiteurs.

Concentration de l'inhibiteur		t (J)	S (cm^2)	m_1 (g)	m_2 (g)	Δm (g)	ρ (g/cm^3)	V_{corr} (mm/an)	η (%)
0 ppm		41	11,68	22,3498	22,2176	0,1222	7,78	0,0988	/
Extrait	10 ppm	37	11,68	21,4133	21,3481	0,0652	7,78	0,0558	43,52
	20 ppm	37	11,68	21,1775	21,1207	0,0578	7,78	0,0509	48,47
Gel mucilage	10 ppm	41	11,68	21,8695	21,8355	0,0340	7,78	0,0275	72,16
	20 ppm	41	11,68	21,3511	21,3215	0,0296	7,78	0,0239	75,81

L'analyse des données du tableau révèle une diminution de la vitesse de corrosion lorsque l'inhibiteur est présent dans le milieu corrosif. De plus, cette diminution est proportionnelle à l'augmentation de la concentration en inhibiteur. Par conséquent, l'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration en inhibiteur, atteignant des valeurs maximales de 48,47 % et 75,81 % respectivement en présence d'une concentration de 20 ppm d'extrait et de gel mucilage de cactus. Il est à noter que l'efficacité inhibitrice est moins élevée en présence d'extrait par rapport au gel mucilage. Cette efficacité accrue est due à la formation d'un film inhibiteur protecteur qui adhère à la surface et peut être attribuée à divers facteurs, tels que la composition



chimique et la structure physique des deux formes d'inhibiteur, qui deviennent plus denses à mesure que la concentration augmente.

III.3 Étude électrochimique

L'évaluation de l'efficacité inhibitrice par la méthode gravimétrique ne permet pas d'accéder aux mécanismes impliqués dans la corrosion. En revanche, les méthodes électrochimiques telles que les courbes de polarisation et la spectroscopie d'impédance électrochimique permettent une approche plus approfondie car elles examinent directement les processus fondamentaux de la corrosion. Grâce à ces techniques quantitatives, il est possible d'obtenir des informations sur les vitesses de réaction et les paramètres physiques du système, tels que la capacité de double couche et la résistance de transfert de charge, etc.

III.3.1 Mesure du potentiel à circuit ouvert

Avant d'étudier en détail le comportement de l'acier face à la corrosion, il est important de suivre l'évolution de son potentiel à circuit ouvert en fonction du temps, en l'absence et en présence d'inhibiteurs. En effet, les valeurs mesurées de ce potentiel résultent des réactions se déroulant à l'interface métal/solution et permettent ainsi de déterminer le temps nécessaire pour atteindre la stabilité du système électrochimique.

La figure III.1 représente l'évolution du potentiel libre de l'acier X60 en fonction du temps en absence d'inhibiteurs.

La courbe du Potentiel à Circuit Ouvert (OCP) pour l'acier X60 dans les eaux de gisement en absence d'inhibiteur montre que le potentiel, qui caractérise la formation de produits de corrosion sur la surface de l'électrode de travail, évolue vers des valeurs négatives. Une phase initiale de stabilisation rapide est suivie d'un équilibre, indiquant une corrosion active. Cette observation souligne la nécessité de mesures de prévention et d'une surveillance constante pour assurer la durabilité du matériau dans ces conditions.



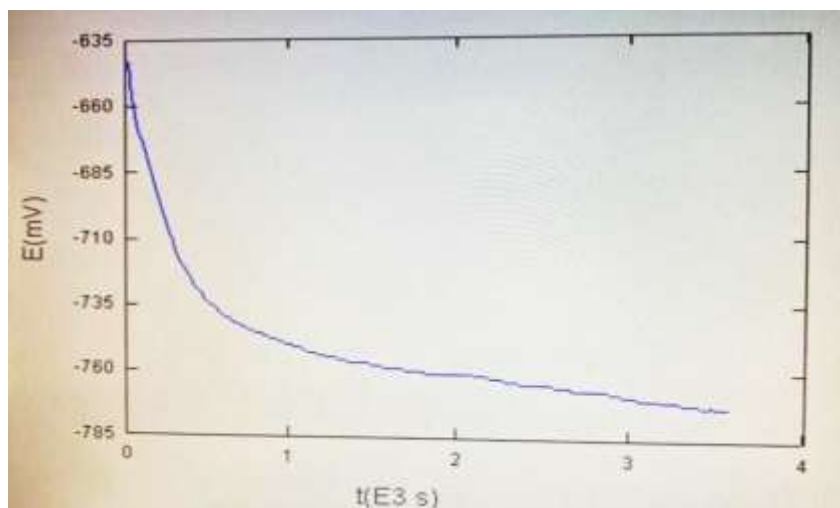


Figure III.1 Evolution du Potentiel à Circuit Ouvert en fonction du temps dans les eaux de gisement en absence d'inhibiteur.

Après une phase initiale de stabilisation, le potentiel de corrosion de l'acier X60 se stabilise autour de -780 mV/ECS. Cette stabilisation suggère que le système a atteint un équilibre dynamique entre la réaction anodique (oxydation du fer) et la réaction cathodique (réduction de l'oxygène). Cet équilibre indique que les vitesses des deux réactions sont égales, ce qui signifie qu'il n'y a pas de variation nette de la concentration d'ions métalliques dans la solution électrolytique. Ce phénomène suggère également que la formation de la couche protectrice de corrosion, telle que l'oxyde ou l'hydroxyde de fer, sur la surface de l'acier atteint un équilibre avec les réactions de corrosion, limitant ainsi la progression de la corrosion.

Le tableau III.2 illustre la stabilité du potentiel de corrosion pendant une période d'immersion dans la solution agressive, en présence du gel mucilage à différentes concentrations : 0, 10, 20 et 30 ppm. Les résultats obtenus révèlent que l'ajout du gel mucilage entraîne un déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs plus positives, un effet d'autant plus marqué avec l'augmentation de la concentration en inhibiteur, indiquant ainsi un anoblissement du potentiel et une augmentation de la surtension anodique. Les recherches précédentes confirmant que l'inhibiteur forme une couche protectrice sur la zone anodique de l'acier, empêchant ainsi l'oxydation du fer et réduisant la vitesse de corrosion. Ces résultats mettent en évidence l'efficacité du gel mucilage en tant qu'inhibiteur de corrosion, capable d'améliorer de manière significative la résistance à la corrosion de l'acier dans les conditions testées.



Tableau III.2 Valeurs du temps et de potentiel d'abandon (E_{corr}) sans et avec inhibiteur sous forme de gel mucilage.

Concentration d'inhibiteur	E_{corr} (mv/ECS)	Temps de stabilisation (s)
0 ppm	- 0,7750	3600
10 ppm	- 0,6872	3600
20 ppm	- 0,6597	3600
30 ppm	- 0,6370	3600

III.3.2 Technique de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP) et Courbes de Tafel

La technique de résistance de polarisation linéaire (LRP) permet de mesurer la vitesse de corrosion en déterminant la résistance de polarisation, ainsi que le potentiel et le courant de corrosion. Cette méthode offre des informations détaillées sur les processus électrochimiques en cours.

Les paramètres électrochimiques obtenus par les techniques de polarisation linéaire et les courbes de Tafel pour l'acier au carbone de nuance API X60 immergé dans le milieu corrosif sans et avec inhibiteur sont résumés dans le tableau III.3. Ce tableau inclut également l'efficacité inhibitrice, déterminée par la relation suivante :

$$\eta (\%) = \frac{R_p(inh) - R_p(blanc)}{R_p(inh)} \times 100 \quad (III.3)$$

Avec :

$R_p(inh)$: résistance de polarisation linéaire avec inhibiteur,

$R_p(blanc)$: résistance de polarisation linéaire sans inhibiteur.

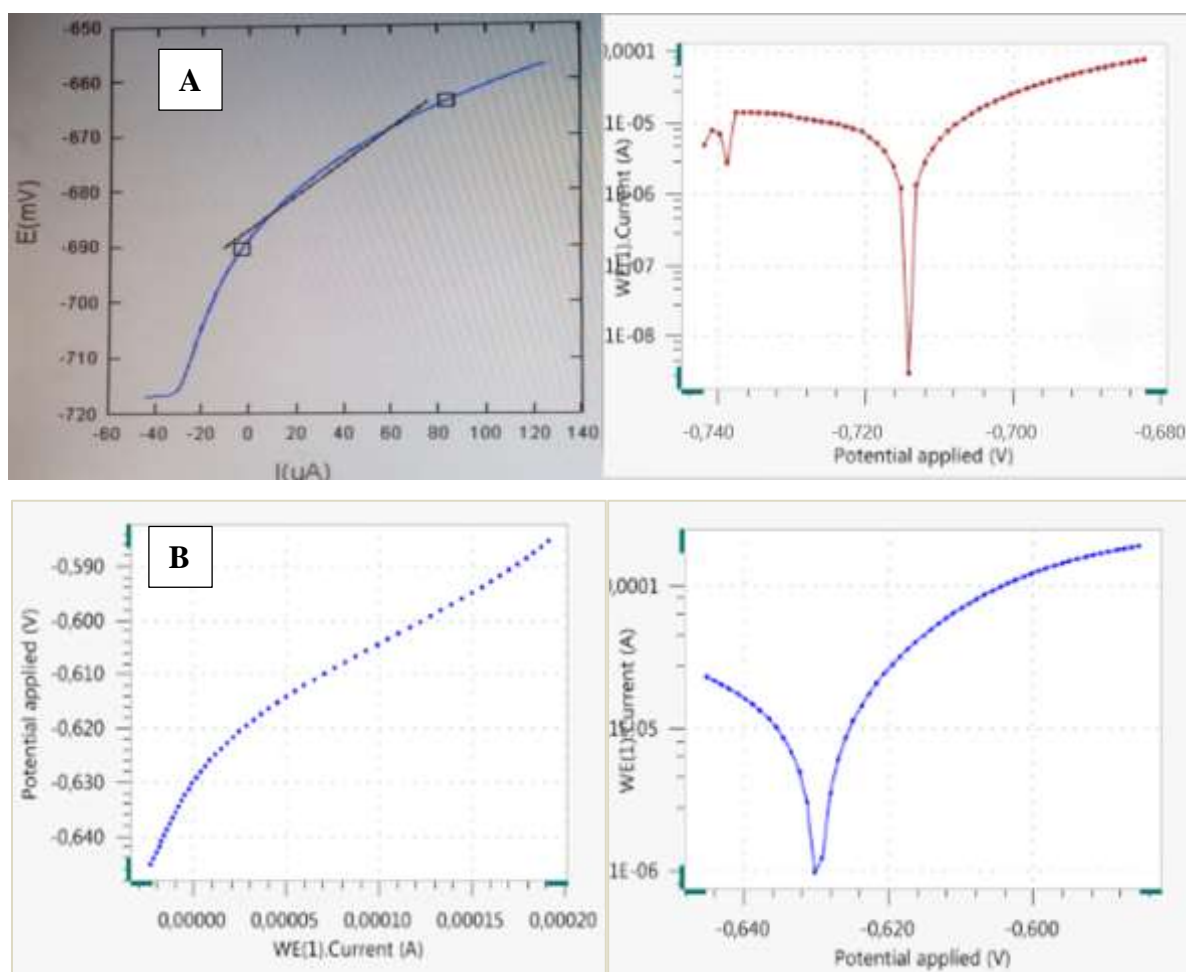
Cette relation permet de calculer l'efficacité inhibitrice en fonction des variations de la résistance de polarisation avec et sans inhibiteur, montrant ainsi l'efficacité de l'inhibiteur à ralentir le processus de corrosion.



Tableau III.3 Paramètres électrochimiques obtenus par la technique de LRP d'un acier X60 immergé dans le blanc puis dans un milieu traité par produit bio-naturel « gel » à différentes concentrations.

Concentration en inhibiteur	R_p (kOhms.Cm ²)	E_{corr} (V/ECS)	V_{corr} (mm/an)	I_{corr} (μA.cm ⁻²)	η (%)
0 ppm	0,3048	- 0,717	0,835	71,24	/
10 ppm	4,6319	- 0,6297	0,0511	3,5508	93,41
20 ppm	8,3577	- 0,5926	0,0413	3,3554	96,35
30 ppm	12,274	- 0,5770	0,0298	2,5708	99,75

Les Courbes de Polarisation Linéaire (LRP) et de Tafel pour l'inhibiteur (gel mucilage) sont illustrées dans les figures suivantes.



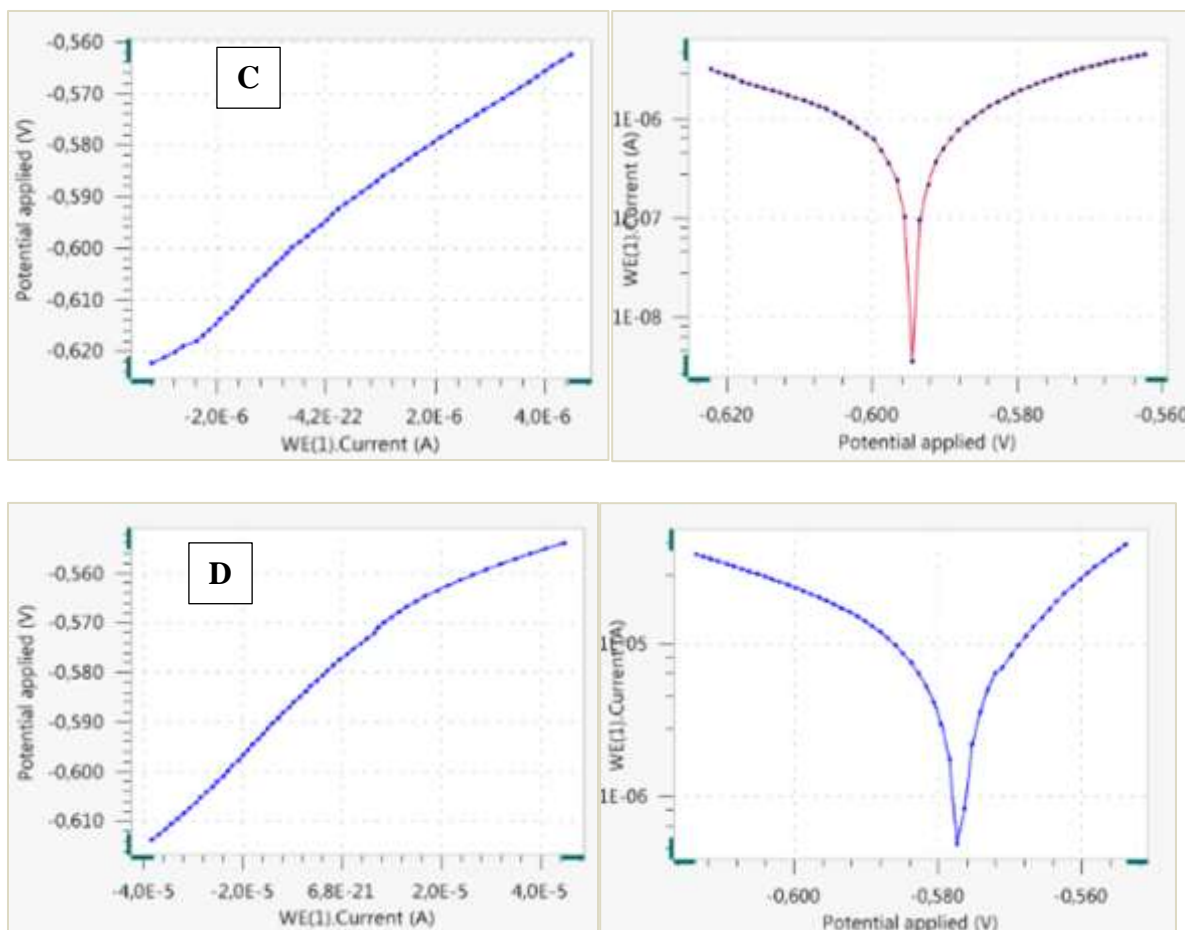


Figure III.2 Courbes LRP et Tafel de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement **A.** sans inhibiteur (témoin), **B.** en présence de 10 ppm de gel mucilage, **C.** en présence de 20 ppm de gel mucilage et **D.** en présence de 30 ppm de gel mucilage.

Les résultats obtenus révèlent qu'en absence d'inhibiteur, la résistance de polarisation de l'acier est faible, mesurée à seulement $0,3048 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$, tandis que sa vitesse de corrosion est élevée, atteignant environ $0,835 \text{ mm/an}$.

L'ajout de différentes concentrations de gel mucilage a considérablement augmenté la résistance de polarisation de l'acier ainsi que son efficacité inhibitrice, de manière proportionnelle à la concentration d'inhibiteur. A une concentration de 10 ppm de gel mucilage, la résistance de polarisation a atteint $4,63 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$, avec une efficacité inhibitrice de 93,41 %. Cette augmentation suggère la formation d'une couche protectrice sur la surface de l'acier. A une concentration de 30 ppm de gel mucilage, la résistance de polarisation a atteint $12,274 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$, la vitesse de corrosion a diminué à $0,00298 \text{ mm/an}$ et l'efficacité de protection



a dépassé 99 %, atteignant 99,75 %. Ces résultats mettent en évidence le pouvoir protecteur efficace du gel mucilage, capable de prévenir efficacement la corrosion dans l'eau de gisement.

Les faibles densités de courant de corrosion (I_{corr}) enregistrées indiquent que les molécules de gel mucilage ont tendance à s'adsorber sur la surface de l'acier, augmentant ainsi le recouvrement du film protecteur. Cette couche empêche le passage du courant et bloque les réactions d'oxydo-réduction, réduisant ainsi le phénomène de corrosion.

Il est également observé que l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur déplace le potentiel de corrosion (E_{corr}) vers des valeurs plus positives (plus nobles). Ce comportement, confirmé par les résultats de l'OCP, indique que l'inhibiteur agit principalement de manière anodique, formant un film sur la zone anodique qui bloque l'oxydation du fer.

Ces résultats démontrent que le gel mucilage est un inhibiteur de corrosion très efficace pour l'acier au carbone dans les conditions testées. En augmentant la concentration de l'inhibiteur, l'efficacité augmente également, rendant l'acier de plus en plus résistant à la corrosion.

III.3.3 Technique Spectroscopique d'Impédance Electrochimique (EIS)

La Spectroscopie d'impédance Electrochimique (SIE) est utilisée pour vérifier le comportement de l'acier au carbone vis-à-vis de la corrosion, en présence et en absence de gel mucilage utilisé comme inhibiteur. Cette méthode a l'avantage de perturber minimalement l'interface métal/solution, car le signal alternatif superposé au signal continu est faible (± 10 mV). Les courbes d'impédance sont représentées par les diagrammes de Nyquist et de Bode. L'intersection des demi-cercles sur les diagrammes de Nyquist avec l'axe des réels (Z') indique la résistance de la solution (R_s) à haute fréquence et la résistance au transfert de charge (R_{tc}) à basse fréquence. Les valeurs de la résistance de transfert de charge (R_{tc}) sont calculées à partir de la différence entre les valeurs aux fréquences minimale et maximale sur l'axe des réels (diamètre du demi-cercle), selon la formule suivante :

$$R_{tc} = R_p - R_s \quad (\text{III.4})$$



Les courbes suivantes (figure III.3) illustrent les diagrammes d'impédance Nyquist et Bode pour l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement, sans inhibiteur (témoin) et avec différentes concentrations de gel mucilage (10 et 20 ppm) utilisé comme inhibiteur vert.

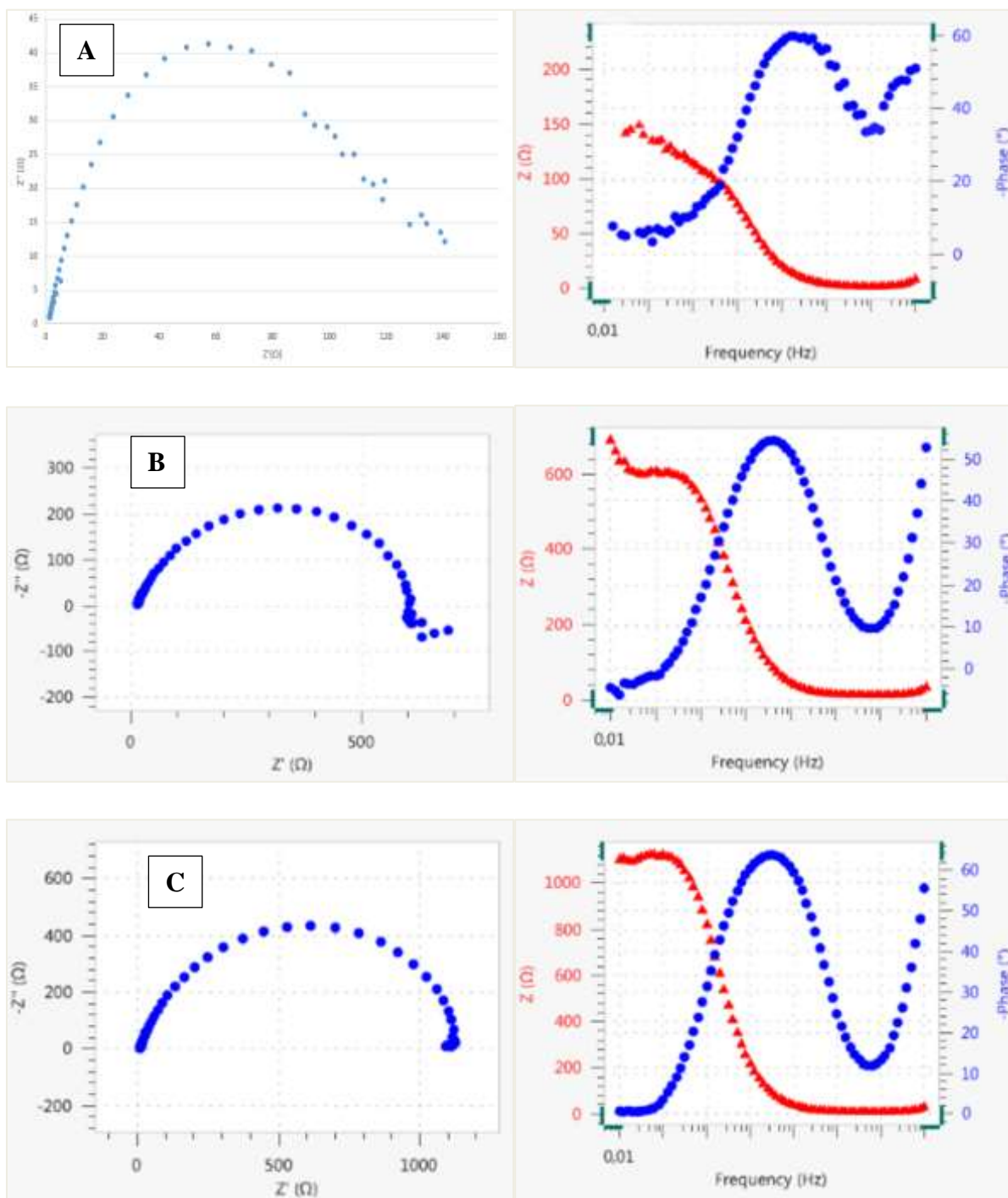


Figure III.3 Diagrammes d'impédance de Nyquist et Bode de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement (solution agressive) : **A.** sans inhibiteur (témoin), **B.** en présence de 10 ppm de gel mucilage, et **C.** en présence de 20 ppm de gel mucilage.



Le spectre d'impédance représenté par le diagramme de Nyquist en absence d'inhibiteur montre une boucle capacitive sous forme de demi-cercle dans la région des hautes fréquences sur l'axe réel. Ce type de spectre indique que le processus de corrosion est contrôlé par un transfert de charges à l'interface électrode/solution, avec une surface d'électrode solide hétérogène et irrégulière.

Cependant, l'ajout du gel mucilage en tant qu'inhibiteur de corrosion entraîne une augmentation progressive de la taille des boucles capacitives lorsque la concentration en inhibiteur augmente. Cette observation caractérise le blocage du processus de transfert de charges par la formation d'un film protecteur à la surface du métal. Ce film devient de plus en plus résistant à la dissolution active du métal au fur et à mesure que la concentration en inhibiteur augmente. En d'autres termes, le gel mucilage agit comme un inhibiteur de corrosion en formant une couche barrière protectrice sur la surface métallique, qui entrave le processus de transfert de charges responsable de la corrosion.

Les valeurs des paramètres électrochimiques pour différentes concentrations en inhibiteur obtenues par la spectroscopie d'impédance électrochimique et en utilisant le circuit équivalent sont réunies dans le tableau III.4. L'efficacité inhibitrice η est déterminée par la relation suivante :

$$\eta (\%) = \frac{R_{tc}^i - R_{tc}}{R_{tc}^i} \times 100 \quad (\text{III.5})$$

Où R_{tc} et R_{tc}^i correspondent respectivement aux densités de courant enregistrées dans la solution corrosive en absence et en présence de l'inhibiteur.

Tableau III.4 Paramètres de la corrosion de l'acier X60 obtenus par des mesures d'impédance électrochimique, immergé dans une solution agressive sans inhibiteur (blanc) et dans des milieux traités avec par le gel mucilage à différentes concentrations.

Concentration en inhibiteur	R_s (Ω)	R_p (Ω)	R_{tc} (Ω)	C_{dl} ($\mu\text{F}\cdot\text{cm}^{-2}$)	η (%)
0 ppm	1,40	140	116,9	10^{-3}	/
10 ppm	15	600	585	10^{-5}	80,02
20 ppm	10	1100	1090	10^{-7}	89,28

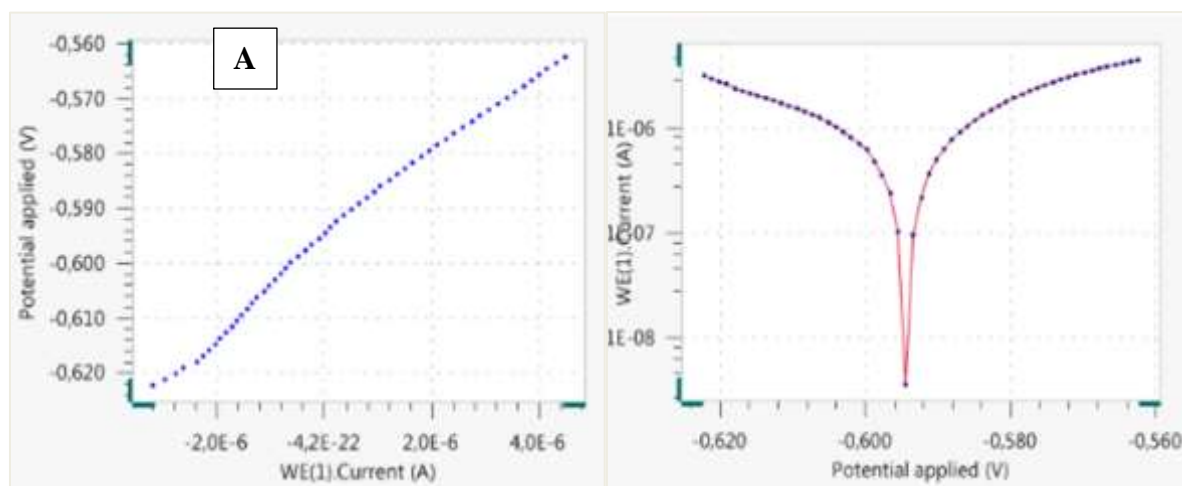


D'après ce tableau, nous constatons que l'ajout de gel mucilage comme inhibiteur de corrosion améliore significativement la protection de l'acier X60 immergé dans une solution agressive. En absence d'inhibiteur, la résistance de polarisation (R_p) est de seulement 140Ω et la résistance au transfert de charge (R_{tc}) est de $116,9 \Omega$, avec une capacité de double couche (C_{dl}) de $10^{-3} \mu F \cdot cm^{-2}$, indiquant une faible protection contre la corrosion. Cependant, l'introduction de 10 ppm de gel mucilage augmente la R_p à 600Ω et la R_{tc} à 585Ω , tout en réduisant la C_{dl} à $10^{-5} \mu F \cdot cm^{-2}$, avec une efficacité inhibitrice (η) de 80,02 %. En augmentant la concentration à 20 ppm, R_p atteint 1100Ω et R_{tc} s'élève à 1090Ω , tandis que C_{dl} diminue encore à $10^{-7} \mu F \cdot cm^{-2}$, avec une efficacité inhibitrice de 89,28 %. Ces résultats indiquent que le gel mucilage forme une couche protectrice sur la surface de l'acier, bloquant efficacement les réactions de corrosion. L'efficacité inhibitrice augmente proportionnellement avec la concentration en inhibiteur, démontrant le potentiel élevé du gel mucilage pour prévenir la corrosion dans des conditions agressives.

III.3.4 Effet du temps d'immersion sur l'efficacité inhibitrice du gel mucilage

III.3.4.1 Technique de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP et Tafel)

Le temps d'immersion est un paramètre crucial pour évaluer l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion. Dans cette section, nous avons examiné l'impact du temps d'immersion sur l'efficacité du gel mucilage à une concentration de 20 ppm en utilisant la technique de résistance de polarisation linéaire (LRP) ainsi que l'analyse de Tafel. Les tests ont été effectués à des intervalles de temps de 24 heures, 48 heures et une semaine. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure III.4 et le tableau III.5.



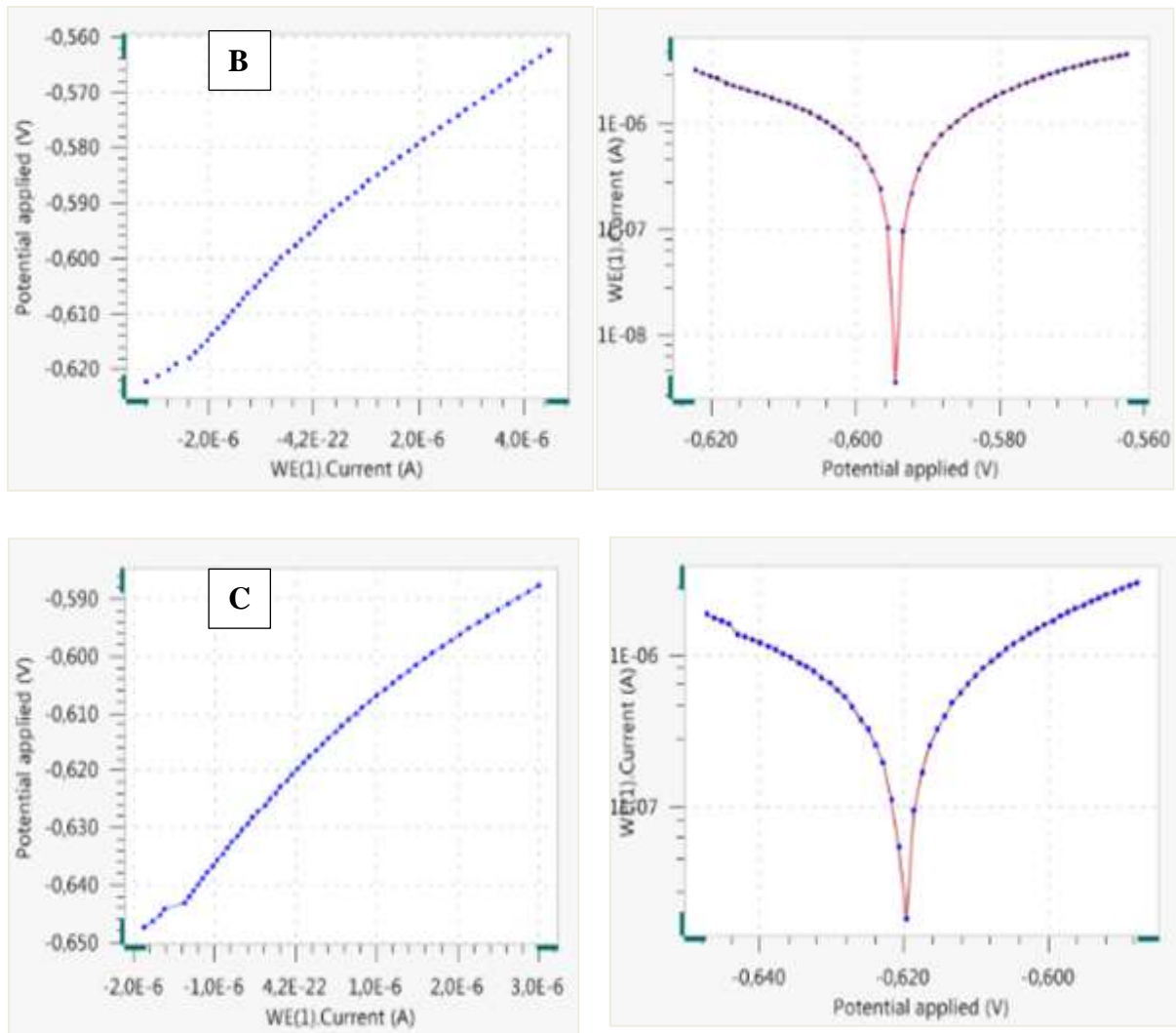


Figure III.4 Courbes LRP et Tafel de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement traité par 20 ppm du gel mucilage inhibiteur après **A.** 24 heures, **B.** 48 heures et **C.** une semaine.

Tableau III.5 Paramètres électrochimiques obtenus par la technique de LRP de l'acier X60 immergé dans un milieu traité par produit bio-naturel « gel mucilage » à 20 ppm en fonction de temps d'immersion.

Temps d'immersion	R_p (kOhms.cm ²)	E_{corr} (V/ECS)	V_{corr} (mm/an)	I_{corr} (μA.cm ⁻²)	η (%)
0	8,3577	- 0,5926	0,0413	3,3554	96,35
24 H	116,11	- 0,5945	0,0049	0,4285	99,73
48 H	116,72	- 0,5959	0,0022	0,1858	99,74
Une semaine	277,62	- 0,6197	0,0005	0,0451	99,89



D'après les résultats enregistrés dans le tableau III.5 et les courbe du LRP et Tafel (figure III.4), Nous constatons que la résistance de polarisation augmente significativement avec le temps, passant de 8,3577 kOhm.cm² à 277,62 kOhm.cm² après une semaine. Cela indique que la couche protectrice formée par le gel mucilage devient de plus en plus efficace au fil du temps, augmentant ainsi la résistance à la corrosion de l'acier.

Le potentiel de corrosion tend légèrement vers des valeurs plus négatives avec le temps. Cette variation indique des changements dans les processus électrochimiques à la surface de l'acier. Cependant, les changements sont modestes et pourraient suggérer que la protection anodique reste stable.

La vitesse de corrosion diminue drastiquement avec le temps, passant de 0,0049 mm/an après 24 heures à seulement 0,0005 mm/an après une semaine. Cela montre l'efficacité croissante du gel mucilage à ralentir le processus de corrosion sur la surface métallique.

La densité de courant de corrosion diminue également de manière significative avec le temps, ce qui est cohérent avec la réduction de la vitesse de corrosion. Moins de courant de corrosion signifie moins de réactions électrochimiques destructrices se produisant sur la surface de l'acier.

L'efficacité de l'inhibiteur augmente avec le temps, atteignant 99,89 % après une semaine. Cela démontre l'excellent pouvoir protecteur du gel mucilage, qui devient de plus en plus efficace à inhiber la corrosion de l'acier au fil du temps.

Les résultats montrent que le gel mucilage forme une couche protectrice stable et efficace sur la surface métallique, renforçant ainsi la protection contre la corrosion au fil du temps.

III.3.4.2 Technique spectroscopique d'impédance électrochimique (EIS)

Les diagrammes d'impédance Nyquist et Bode présentés ci-dessous illustrent les variations de l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement à différents temps d'immersion, soit 24 heures, 48 heures et une semaine, en présence de gel mucilage à une concentration de 20 ppm.



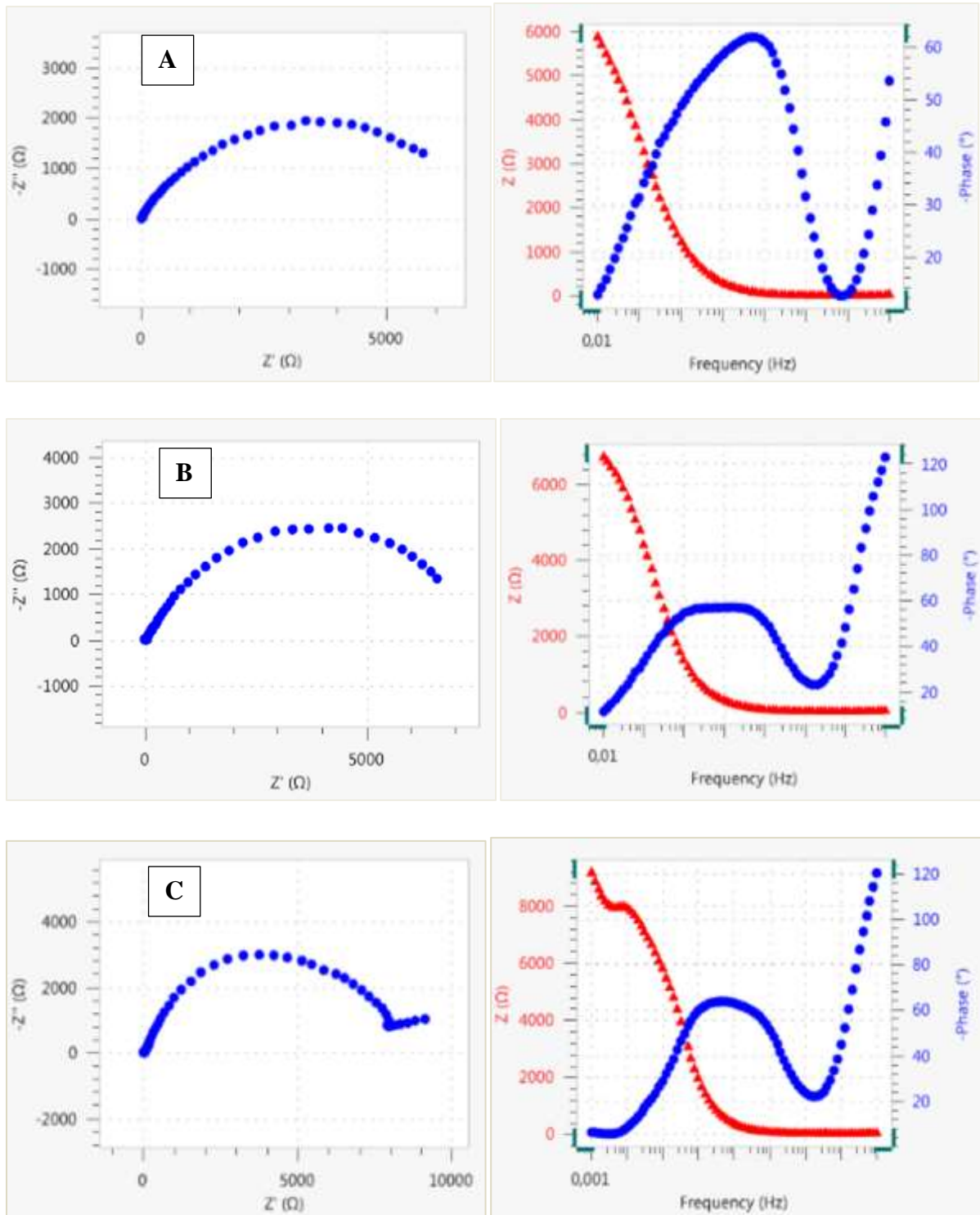


Figure III.5 Courbes d'impédance Nyquist et Bode pour l'acier X60 après une temps d'immersion dans l'eau de gisement avec 20 ppm de gel mucilage **A.** 24 heures, **B.** 48 heures et **C.** une semaine.



L'incorporation de gel mucilage à une concentration de 20 ppm dans le milieu corrosif se traduit par une augmentation progressive de la taille du demi-cercle capacitif en fonction du temps d'immersion, comme illustré par le diagramme de Nyquist.

- Après 24 heures : Une légère augmentation de la taille de la boucle capacitive est déjà visible, suggérant le début de la formation d'un film protecteur qui bloque partiellement le transfert de charges.
- Après 48 heures : La demi-cercle capacitive s'est encore agrandie, ce qui indique un renforcement du film protecteur, le rendant plus résistant à la dissolution active du métal.
- Après une semaine : La taille de la boucle capacitive a considérablement augmenté, témoignant de l'établissement d'un film protecteur robuste et efficace pour bloquer la réaction de transfert de charges responsable de la corrosion.

Ainsi, les résultats d'impédance démontrent que le gel mucilage à 20 ppm forme progressivement, au cours du temps d'immersion, un film protecteur de plus en plus résistant. Ce film entrave le processus de corrosion en bloquant le transfert de charges à l'interface métal/solution.

III.4 Isotherme d'adsorption

Afin de confirmer ou de réfuter l'hypothèse selon laquelle l'action de l'inhibiteur repose sur un mécanisme d'action par simple adsorption à la surface du métal, bloquant ainsi les sites actifs et réduisant les courants mesurés ainsi que les résistances de transfert lors des courbes de polarisation et des mesures d'impédance électrochimique, nous avons tenté de corréler les résultats expérimentaux avec les isothermes d'adsorption. Plusieurs isothermes d'adsorption, notamment celles de Langmuir, Temkin et Frumkin [47], ont été évaluées pour déterminer l'isotherme la plus appropriée.

Le modèle d'isotherme de Langmuir propose qu'il existe un nombre fixe de sites énergétiquement identiques sur la surface, chaque site pouvant adsorber une seule particule. De plus, ce modèle suppose que les interactions entre les particules adsorbées sont négligeables, ce qui fait que l'énergie d'adsorption est constante. Avec ces hypothèses, et pour une température



donnée, la relation entre la quantité adsorbée d'une espèce et sa concentration dans la phase liquide en contact avec la surface est décrite par l'équation III.6 [48] :

$$\frac{\theta}{1-\theta} = K C \quad \left(\frac{C}{\theta} = \frac{1}{K} + C \right) \quad (\text{III.6})$$

On peut calculer le taux de recouvrement (θ) de la surface par les molécules de l'inhibiteur en utilisant la relation suivante :

$$\theta = \eta (\%) / 100 \quad (\text{III.7})$$

Il arrive parfois que les systèmes n'obéissent pas toujours à l'isotherme de Langmuir, car certaines hypothèses de base de ce modèle ne sont pas vérifiées. Il est notable que l'enthalpie d'adsorption varie fréquemment en fonction de θ . Pour cela, l'isotherme de Temkin suppose que l'enthalpie d'adsorption ΔH_{ads} diminue de manière linéaire en fonction du recouvrement. Il en résulte une relation de type (III.8) :

$$\exp(-2a\theta) = K C \quad (\text{III.8})$$

Selon Frumkin, la chaleur d'adsorption Q diminue de manière linéaire lorsque le taux de recouvrement augmente. Elle est représentée par la relation (III.9) :

$$\left(\frac{\theta}{1-\theta} \right) \exp(-2a\theta) = K C \quad (\text{III.9})$$

où a est une constante d'interaction entre particules adsorbées, K est la constante d'équilibre du processus d'adsorption et C la concentration de l'inhibiteur dans l'électrolyte.

Le taux de recouvrement (θ) pour différentes concentrations d'inhibiteur, calculé à partir des mesures de Tafel, a été employé afin de déterminer l'isotherme correspondant au processus d'adsorption du gel mucilage de cactus, selon les valeurs des facteurs de corrélation R^2 (voir figures III.6 (a), (b) et (c)).



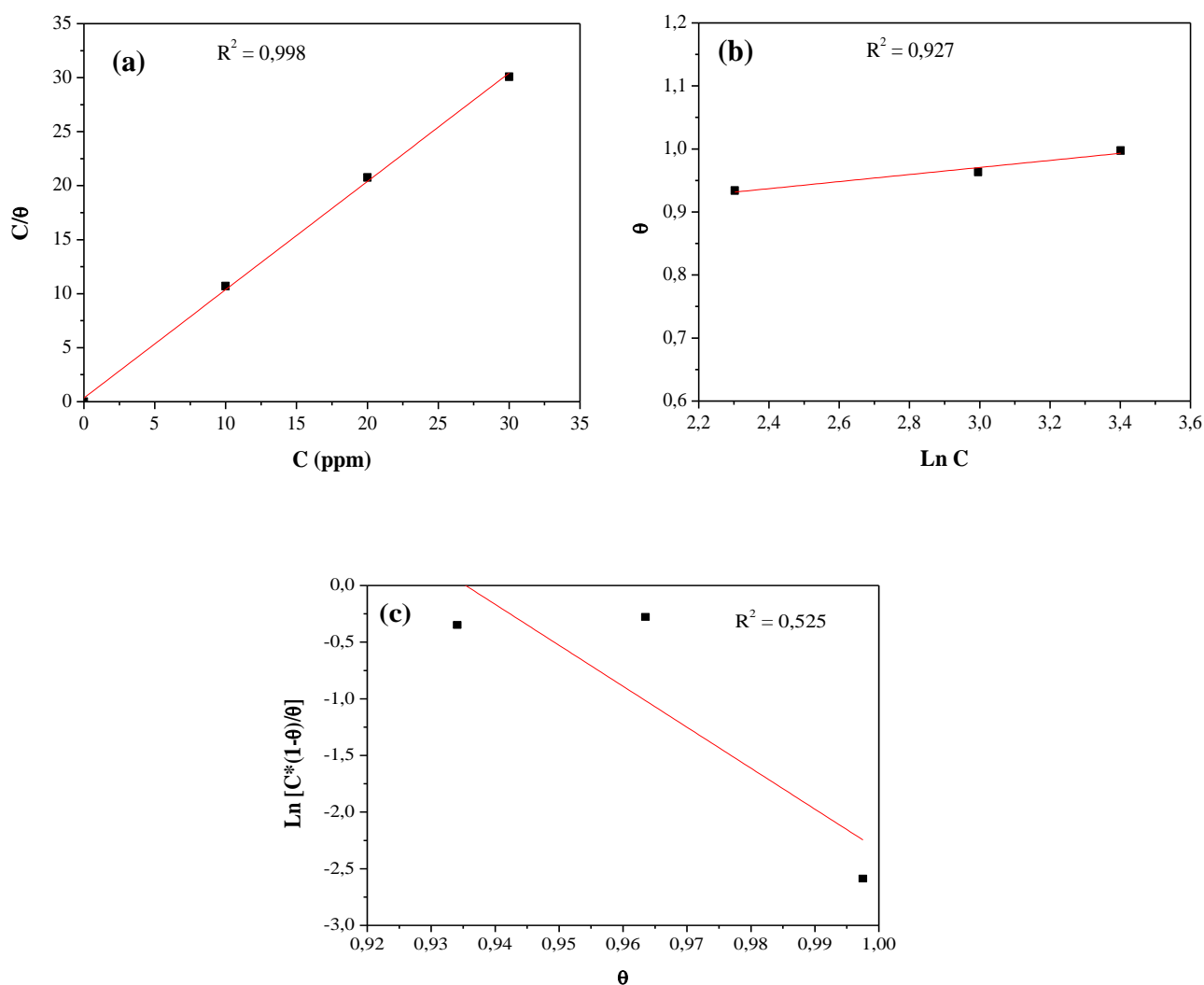


Figure III.6 Isothermes d'adsorption (a) de Langmuir, (b) de Temkin et (c) de Frumkin.

Les résultats obtenus indiquent que seule la variation de $\frac{C}{\theta}$ en fonction de la concentration de l'inhibiteur C est linéaire (voir figure III.6(a)), avec un coefficient de corrélation élevé $R^2 = 0,998$. Cela confirme que l'adsorption du gel mucilage de cactus sur la surface de l'acier X60 dans le milieu agressif suit l'isotherme d'adsorption de Langmuir. Ces données nous ont ensuite permis de déduire les valeurs de l'énergie libre standard d'adsorption ΔG_{ads}^0 en utilisant la relation III.10 [49] :

$$K = \frac{1}{55,5} \exp\left(-\frac{\Delta G_{ads}^0}{RT}\right) \quad (\text{III.10})$$



La valeur 55,5 est la concentration de l'eau en solution ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$), R est la constante des gaz parfaits ($R = 8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$) et T désigne la température de l'aire ambiante en kelvin (K).

Deux mécanismes principaux sont responsables de la liaison entre l'inhibiteur et la surface métallique : la physisorption, impliquant la formation de liaisons de faible énergie, et la chimisorption. Dans ce dernier cas, un échange ou une interaction électronique entre les molécules de l'inhibiteur et les orbitales "d" insaturées de la surface métallique conduit à la formation de liaisons datives ou covalentes. En revanche, la physisorption requiert la présence d'une surface métallique chargée électriquement et d'espèces chargées en solution. Généralement, les valeurs de ΔG_{ads}^0 jusqu'à $-20 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ sont typiquement associées à la physisorption, tandis que celles inférieures à $-40 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ sont généralement attribuées à la chimisorption [50]. Dans notre cas, la valeur obtenue pour ΔG_{ads}^0 , soit $-9,62 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, est au-dessus de $-20 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ et bien en deçà du seuil de $-40 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$. Ceci suggère que notre inhibiteur est sujet à une physisorption sur la surface métallique.

Ce type d'adsorption implique des interactions faibles et nécessite la présence d'une surface métallique chargée et d'espèces chargées dans la solution. Dans ce cas, les forces de Van der Waals, les forces électrostatiques de type dipôle et les liaisons d'hydrogène interviennent dans les interactions entre les molécules d'adsorbât et la surface d'adsorbant. La physisorption se caractérise par sa rapidité et sa réversibilité, sans entraîner de modifications chimiques dans les molécules adsorbées. Ces molécules peuvent s'accumuler sur différentes couches [50].

III.5 Techniques de caractérisation des extrais obtenus

III.5.1 Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques du gel mucilage et de l'extrait des cladodes

Les caractéristiques organoleptiques du gel mucilage et de l'extrait éthanolique des cladodes englobent plusieurs aspects sensoriels. Le gel mucilage est souvent décrit comme étant translucide, avec une texture gélatineuse distincte. En contraste, l'extrait éthanolique des cladodes présente généralement une texture liquide et une couleur variable. En ce qui concerne l'odeur, les deux substances peuvent dégager une légère fragrance végétale. Quant au goût, il



est généralement décrit comme neutre ou légèrement sucré, bien que cela puisse varier en fonction des composants spécifiques et des méthodes d'extraction utilisées.

L'aspect, la couleur, le pH, la densité et la solubilité sont des propriétés clés du gel mucilage et de l'extrait des cladodes, dont les valeurs sont résumées dans le tableau III.6.

Tableau III.6 Caractéristiques organoleptiques de différents inhibiteurs utilisé.

Caractéristiques Nature d'inhibiteur	Aspect	Couleur	pH	Densité	Solubilité
Extrait éthanolique des cladodes de cactus	Liquide	Vert foncé	1,75	Eau	Soluble
				Alcool	Soluble
				Condensat	Insoluble
Gel mucilage des cladodes de cactus	Visqueux (gel)	Vert	4,37	Eau	Soluble
				Alcool	Insoluble
				Condensat	Soluble

Les résultats du tableau ci-dessus détaillent les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques du gel mucilage et de l'extrait éthanolique des cladodes de figuier.

L'extrait éthanolique des cladodes de figuier se présente sous forme liquide, avec une couleur vert foncé. Son pH est mesuré à 1,75. En ce qui concerne sa densité, elle varie selon le solvant utilisé : il est soluble dans l'eau et dans l'alcool, mais insoluble dans le condensat. Sa solubilité confirme cette tendance, puisqu'il est soluble dans l'eau et dans l'alcool, mais pas dans le condensat.

Quant au gel mucilage des cladodes de cactus, il adopte une texture visqueuse, typique d'un gel, et présente une couleur verte. Son pH est mesuré à 4,37. Sa densité varie également selon le solvant : il est soluble dans l'eau et dans le condensat, mais insoluble dans l'alcool. De même, sa solubilité révèle qu'il se dissout dans l'eau et dans le condensat, mais pas dans l'alcool.

Ces observations soulignent les différences significatives entre ces deux extraits en termes de composition, de pH et de solubilité dans différents solvants. Ces caractéristiques sont importantes pour déterminer les applications potentielles de ces extraits dans divers domaines, tels que l'alimentation, la cosmétique ou la pharmacie.



III.5.2 Analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

L'identification des groupes fonctionnels dans les inhibiteurs, l'extrait et le gel mucilage de cactus, a été réalisée par analyse FTIR. Les spectres infrarouges correspondants sont présentés dans les figures III.7 et III.8, respectivement. L'identification des différentes bandes des courbes infrarouges a été effectuée en se référant au tableau inclus en annexe.

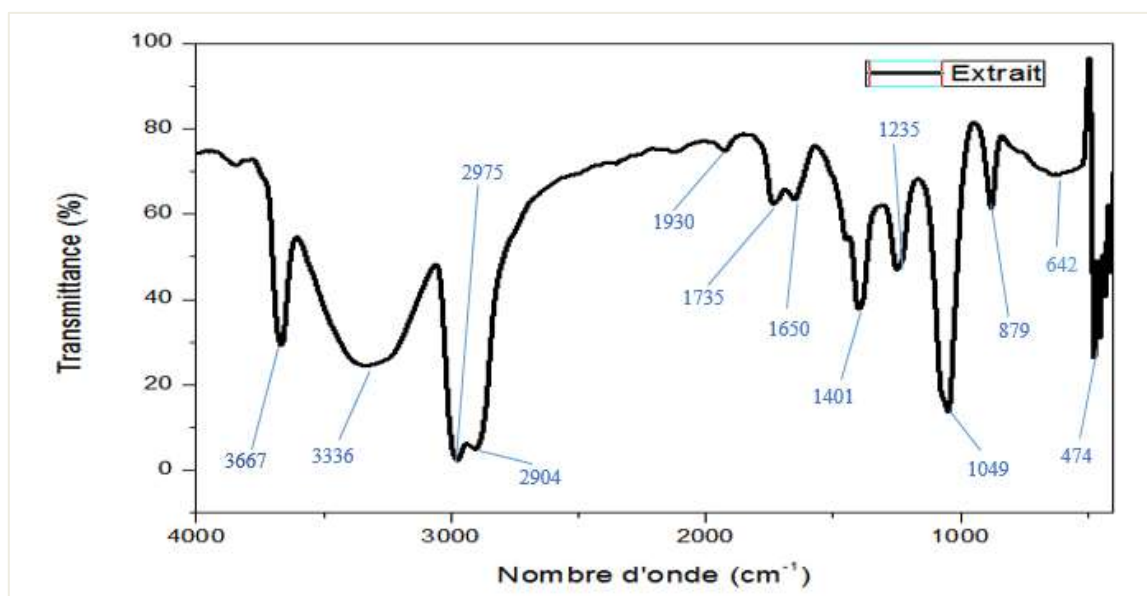


Figure III.7 Spectre FTIR de l'extrait éthanolique de la poudre des cladodes de cactus.

Le spectre d'absorption infrarouge de l'extrait éthanolique de la poudre des cladodes de cactus révèle la présence de divers groupes fonctionnels :

- **Vibration de O-H** : Les bandes observées dans les régions 3667 et 3336 cm⁻¹ correspondent aux vibrations de valence des groupes hydroxyle présents dans les phénols et les alcools. Les vibrations de déformation sont également détectées dans les bandes à 1401 cm⁻¹ et 1049 cm⁻¹.
- **Vibration de C-H** : La présence des liaisons C-H dans les alcanes est mise en évidence par les pics à 2904 et 2975 cm⁻¹.
- **Vibration du C=O** : La bande d'absorption observée à 1739 cm⁻¹ indique la présence de groupements d'aldéhydes et de cétones.
- **Vibration du C=C** : Une bande d'absorption d'élongation est observée à 1650 cm⁻¹, pouvant être attribuée à des liaisons C=C dans les alcènes.



- **Vibration du C-C** : Une bande d'absorption de déformation forte est observée à 1049 cm^{-1} , suggérant la présence possible d'alcane.

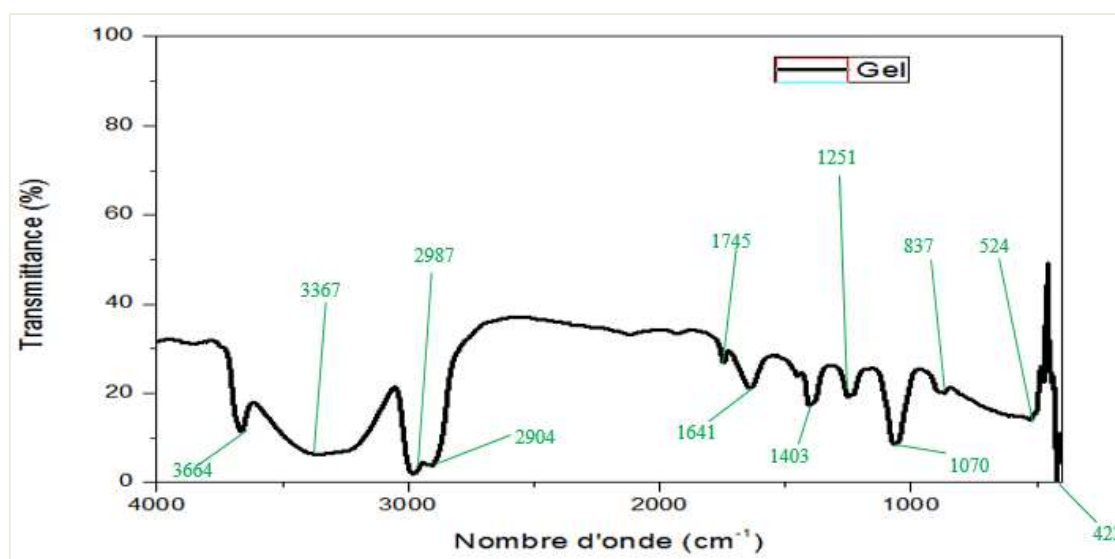


Figure III.8 Spectre FTIR du gel mucilage des cladodes de cactus.

Le spectre d'absorption infrarouge du gel mucilage des cladodes de cactus révèle la présence de divers groupes fonctionnels :

- Une forte bande d'absorption d'élongation est observée dans la région 3664 cm^{-1} , et une autre bande d'absorption d'élongation forte et large dans la région 3367 cm^{-1} , pouvant être attribuées aux vibrations de liaison O-H représentant des groupes hydroxyle d'alcools et de phénols.
- Deux bandes sont observées dans les régions 2987 cm^{-1} et 2904 cm^{-1} , suggérant des vibrations de valence C-H dans les alcanes.
- Une bande d'absorption d'élongation est détectée à 1641 cm^{-1} , pouvant être attribuée à des liaisons C=C dans les alcènes.
- Une vibration de déformation de liaison O-H est observée à 1403 cm^{-1} , indiquant la présence possible de groupements d'alcools.
- Une forte bande à 1070 cm^{-1} peut indiquer une vibration de valence C=O dans les groupements éther oxydes, tandis que la bande à 1745 cm^{-1} peut suggérer la présence de groupes ester.



III.5.3 Analyse de la surface de l'électrode par MEB couplé à l'EDAX

Pour déterminer si l'inhibition est attribuable à la formation d'un film de molécules organiques à la surface de l'acier, nous avons procédé à une analyse détaillée de sa structure. Cela a été réalisé en utilisant la Microscopie Électronique à Balayage (MEB), une technique permettant d'observer la topographie de la surface à une échelle microscopique, ainsi que par spectroscopie à rayons X à Dispersion d'Énergie (EDAX), qui fournit des informations sur la composition chimique des éléments présents à la surface de l'échantillon. Ces méthodes combinées nous ont permis d'examiner en profondeur la présence et la nature des films organiques formés sur la surface de l'acier, fournissant ainsi des indices sur le mécanisme d'inhibition de la corrosion.

III.5.3.1 En absence d'inhibiteur

Les observations au Microscope Electronique à Balayage (MEB) montrent une surface d'acier immergée pendant 20 jours dans la solution agressive, dépourvue d'inhibiteur de corrosion, présentant une texture rugueuse et fortement corrodée. Des analyses plus approfondies révèlent une accumulation notable d'oxydes et d'hydroxydes de fer à la surface de l'acier, témoignant d'un processus de corrosion avancé. De plus, la présence de nombreuses piqûres et cavités sur la surface indique une corrosion localisée, ce qui peut être attribué à des zones d'anomalies ou de défauts dans la structure métallique. Dans l'ensemble, ces observations soulignent l'importance cruciale d'un inhibiteur de corrosion dans la protection de l'acier contre les dommages causés par la corrosion dans des environnements agressifs.

L'analyse par EDAX de deux zones distinctes (figure III.11) de la surface de l'acier X60 révèle la présence significative d'oxygène et de fer. Cette observation suggère fortement la formation de composés d'oxyde/hydroxyde de fer à la surface de l'échantillon, ce qui est typique des processus de corrosion ferreuse.

Pour étayer cette conclusion, les données issues de l'analyse EDAX seront présentées sous forme de graphiques et de tableaux détaillant la composition élémentaire de chaque zone examinée. Ces informations permettront une caractérisation précise des constituants présents à la surface de l'acier X60 après une immersion de 20 jours dans la solution corrosive.



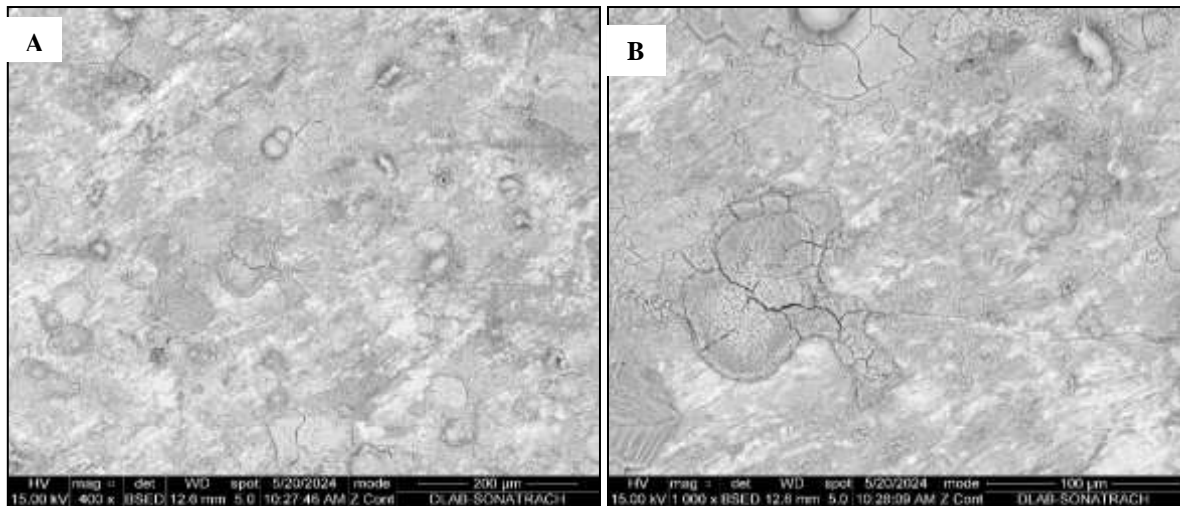


Figure III.9 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, à blanc durant 20 jours d'immersion dans la solution (**A** à 200 μm) et (**B** à 100 μm).

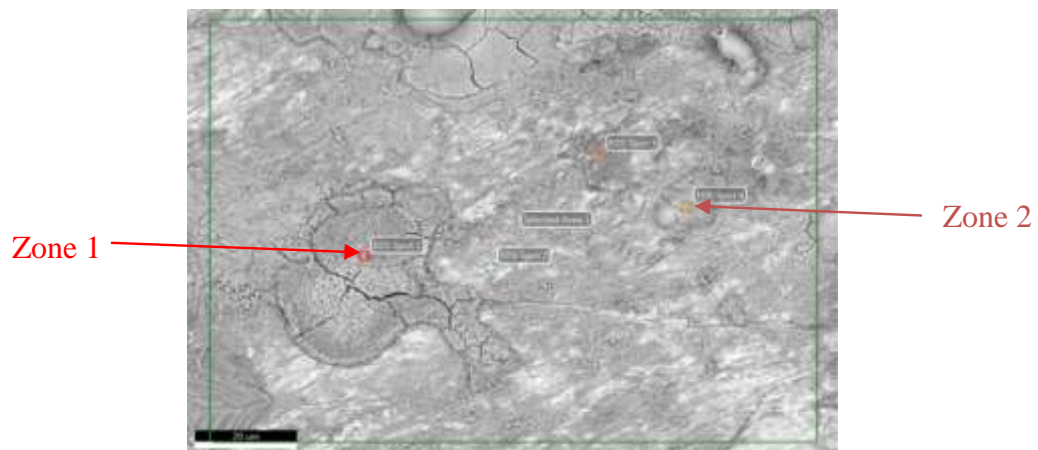


Figure III.10 Zones mises en évidence pour les analyses EDAX de l'acier X60 en absence d'inhibiteur.

Les résultats détaillés de l'analyse EDAX pour la Zone 1 montrent une composition complexe, comprenant principalement du fer (Fe), de l'oxygène (O), du calcium (Ca), du silicium (Si) et du soufre (S). Cette composition variée suggère la formation de produits de corrosion diversifiés à la surface de l'acier, comprenant probablement des oxydes de fer, des composés calciques et des sulfures.



En ce qui concerne la Zone 2, les principaux éléments identifiés sont le fer (Fe), l'oxygène (O) et le silicium (Si). Cette composition laisse supposer la présence d'une couche d'oxyde de fer ainsi que de composés silicatés, lesquels se sont formés à la suite du processus de corrosion.

Ces analyses confirment ainsi une corrosion sévère de la surface de l'acier, mettant en évidence la diversité des produits de corrosion générés en l'absence d'un inhibiteur de corrosion dans la solution corrosive.

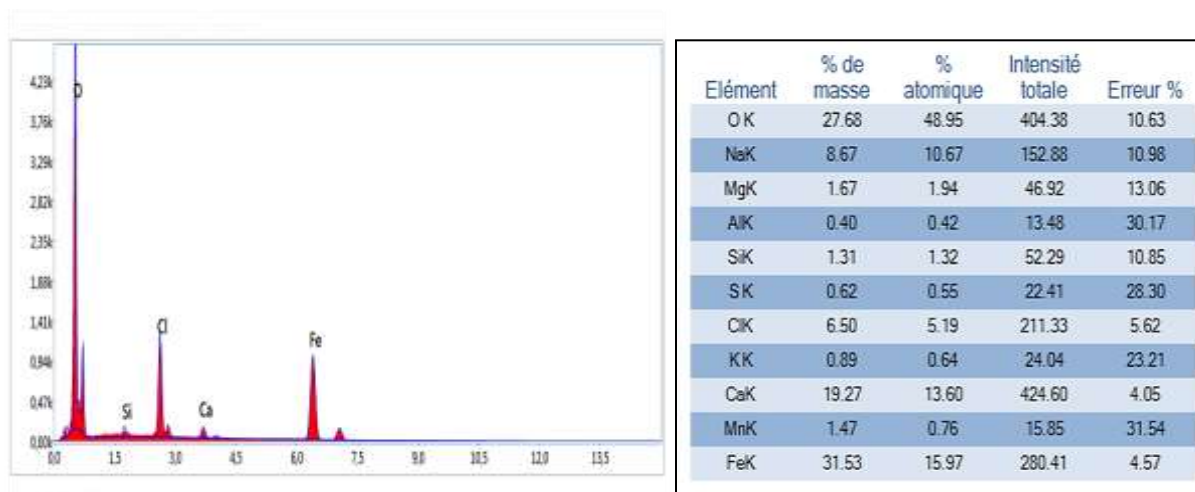


Figure III.11 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 1 de l'acier en absence d'inhibiteur.

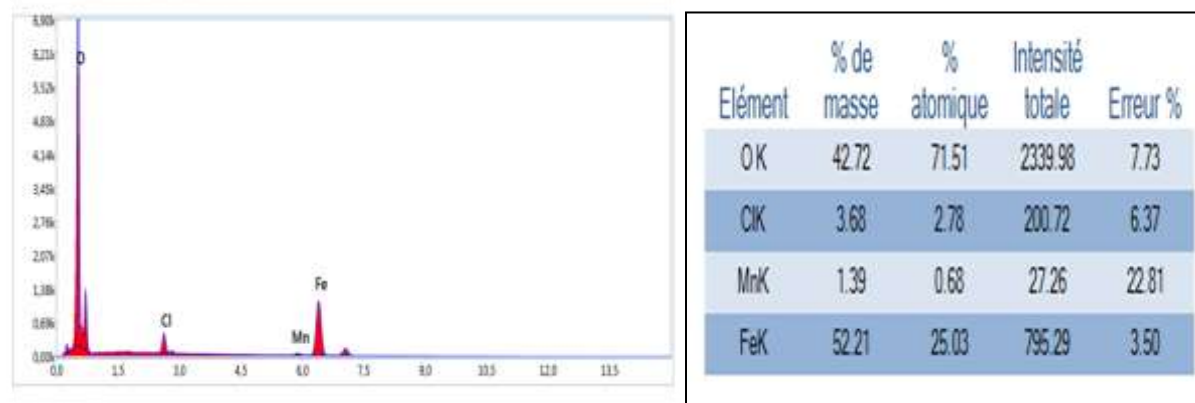


Figure III.12 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 2 de l'acier en absence d'inhibiteur.

III.5.3.2 En présence de gel mucilage utilisé comme inhibiteur

Après une immersion de 20 jours dans la solution agressive contenant du gel mucilage comme inhibiteur, la surface de l'acier présente une surface légèrement rugueuse, avec quelques fissures ou craquelures mineures. Cependant, dans l'ensemble, la surface semble être en bon état et relativement préservée de la corrosion.



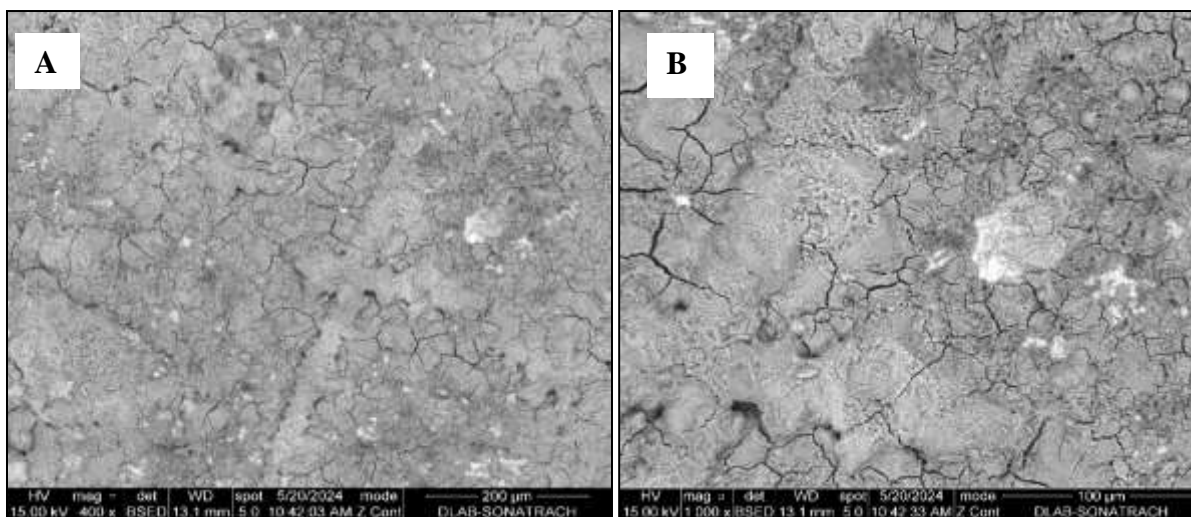


Figure III.13 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, en présence du gel mucilage durant 20 jours d'immersion dans la solution (**A** à 200 μm) et (**B** à 100 μm).

Cette observation détaillée met en évidence une amélioration significative de l'état de la surface de l'acier par rapport aux conditions précédentes, où une corrosion sévère était observée en l'absence d'inhibiteur. La présence de quelques imperfections mineures suggère une protection partielle, mais efficace, offerte par le gel mucilage inhibiteur contre les effets corrosifs de l'environnement agressif.

Cette analyse confirme ainsi l'efficacité du gel mucilage en tant qu'inhibiteur de corrosion, offrant une protection adéquate à la surface de l'acier et minimisant les dommages causés par la corrosion.

L'analyse par EDAX des deux zones distinctes révèle les résultats suivants :

Dans les deux zones analysées, la présence de fer et d'oxygène en petite quantité suggère la formation d'une fine couche d'oxyde de fer à la surface de l'acier. Comparativement aux résultats obtenus en absence d'inhibiteur, on observe une nette réduction de la formation de produits de corrosion variés et étendus en présence du gel mucilage. Les couches d'oxyde de fer semblent être minces et limitées.

Ces observations indiquent que le gel mucilage a joué un rôle protecteur efficace en minimisant la corrosion de l'acier et en limitant la formation de produits de corrosion



volumineux. La surface de l'acier semble donc être dans un état relativement sain, avec une couche passive d'oxyde de fer.

En résumé, l'utilisation du gel mucilage comme inhibiteur de corrosion semble offrir une protection significative à la surface des matériaux métalliques contre les attaques corrosives, préservant ainsi leur intégrité structurelle et leurs propriétés.

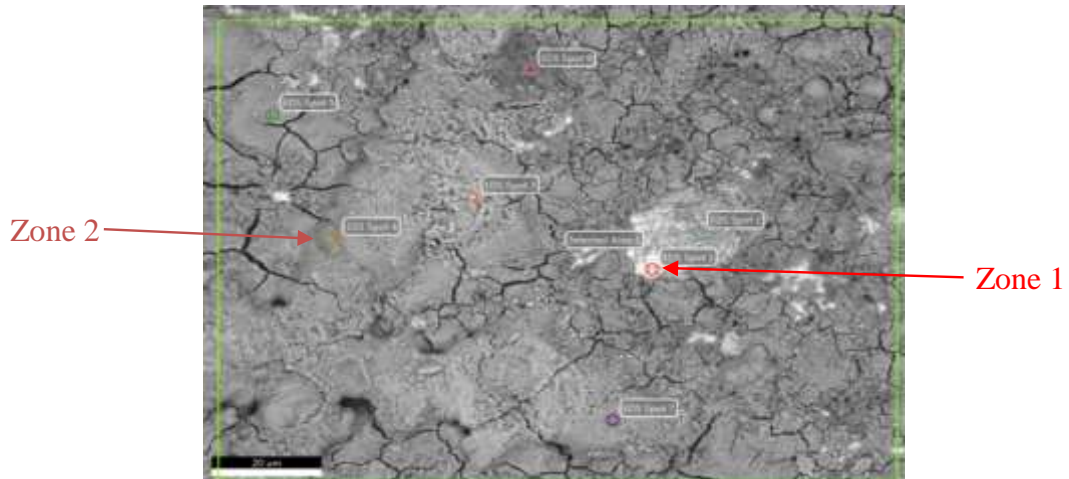


Figure III.14 Zones mises en évidence pour les analyses EDAX de l'acier X60 en présence du gel mucilage.

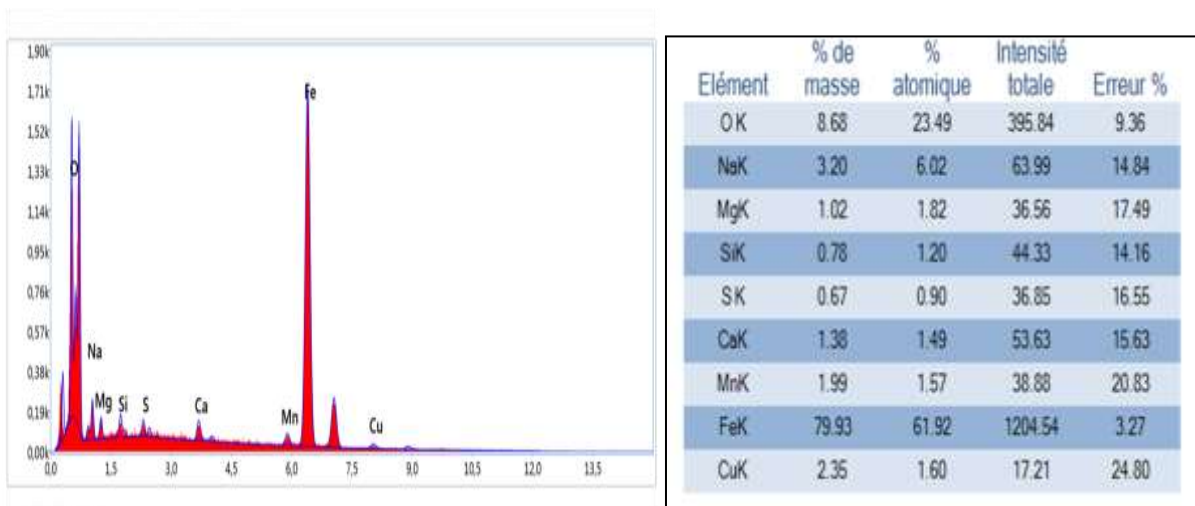


Figure III.15 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 1 de l'acier en présence du gel mucilage inhibiteur.



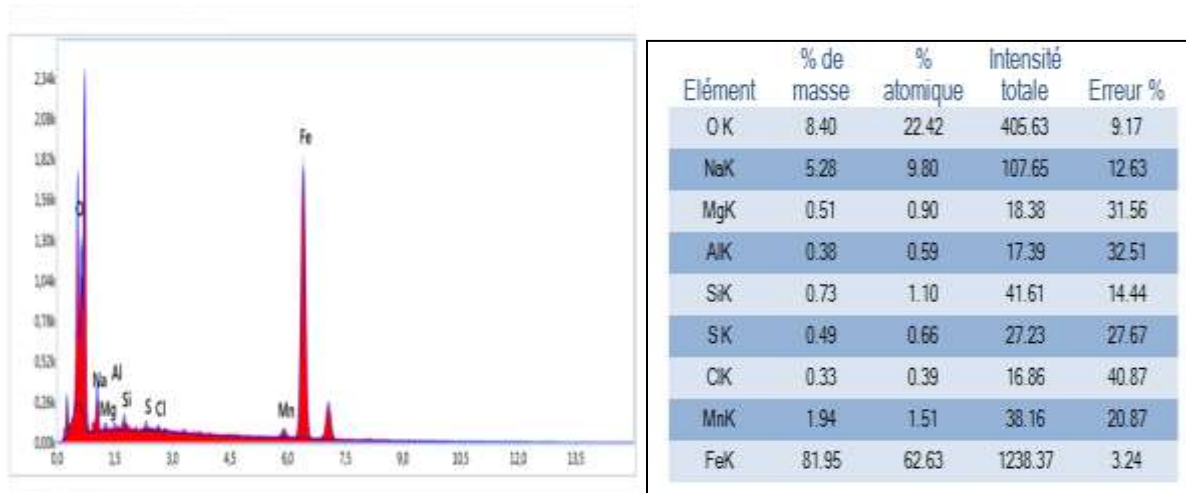


Figure III.16 Résultats de l'analyse EDAX pour la zone 2 de l'acier en présence du gel mucilage inhibiteur.

III.5.3.3 En présence de l'extrait éthanolique utilisé comme inhibiteur

Les résultats détaillés de la microscopie électronique à balayage (MEB) révèlent que la surface de l'acier X60 présente des signes de corrosion après une immersion de 20 jours dans la solution contenant l'extrait inhibiteur. Des zones de corrosion sont clairement visibles, caractérisées par des altérations de la surface et des formations irrégulières. Bien que l'extrait inhibiteur soit présent, il semble que la corrosion n'ait pas été entièrement arrêtée, suggérant une efficacité partielle de l'extrait dans la protection contre la corrosion. Ces observations mettent en évidence la nécessité d'autres études pour optimiser l'efficacité de l'extrait inhibiteur dans la prévention de la corrosion de l'acier X60.

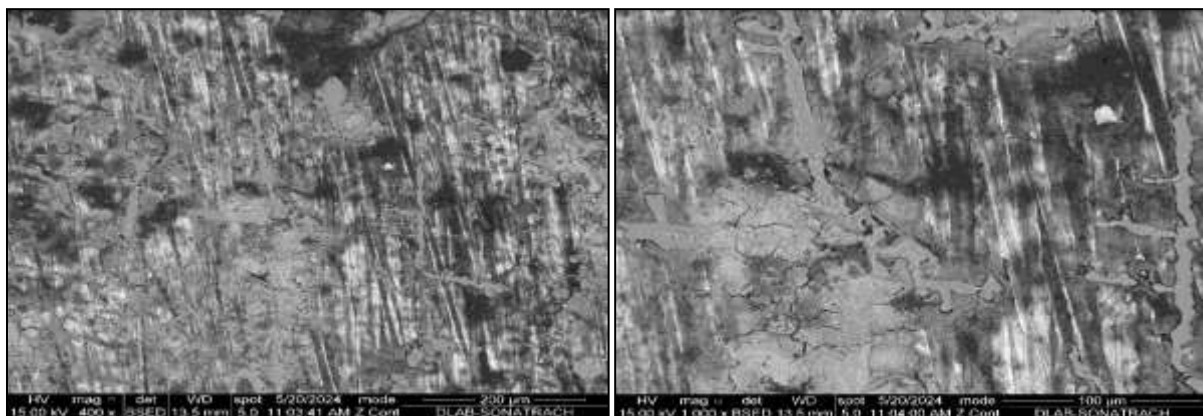


Figure III.17 Photomicrographie de la surface de l'acier X60, en présence de l'extrait durant 20 jours d'immersion dans le milieu corrosif.



L'analyse par EDAX des deux zones distinctes révèle les résultats suivants :

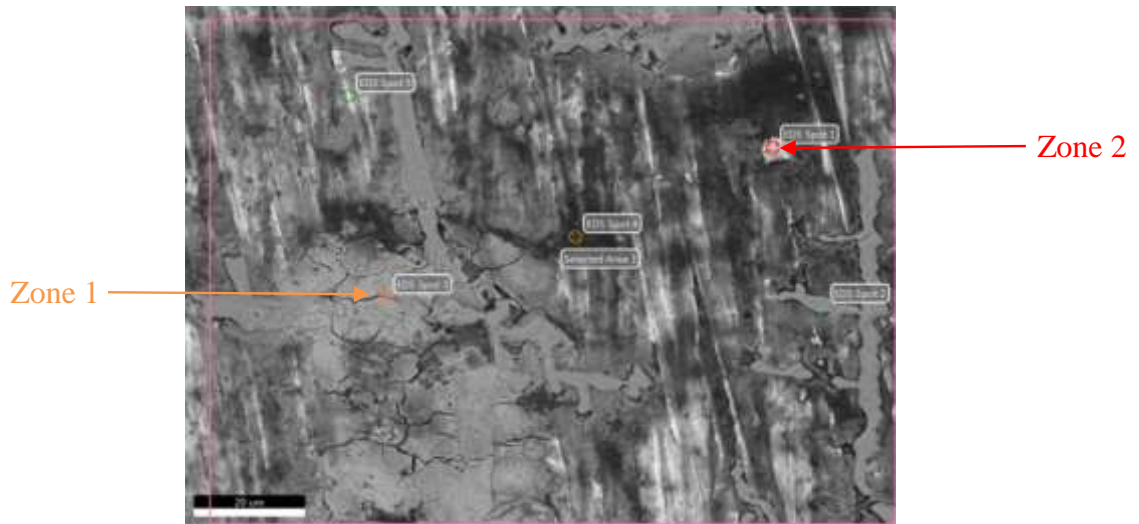


Figure III.18 Zones mises en évidence pour les analyses par EDAX de l'acier X60 en présence de l'extrait inhibiteur.

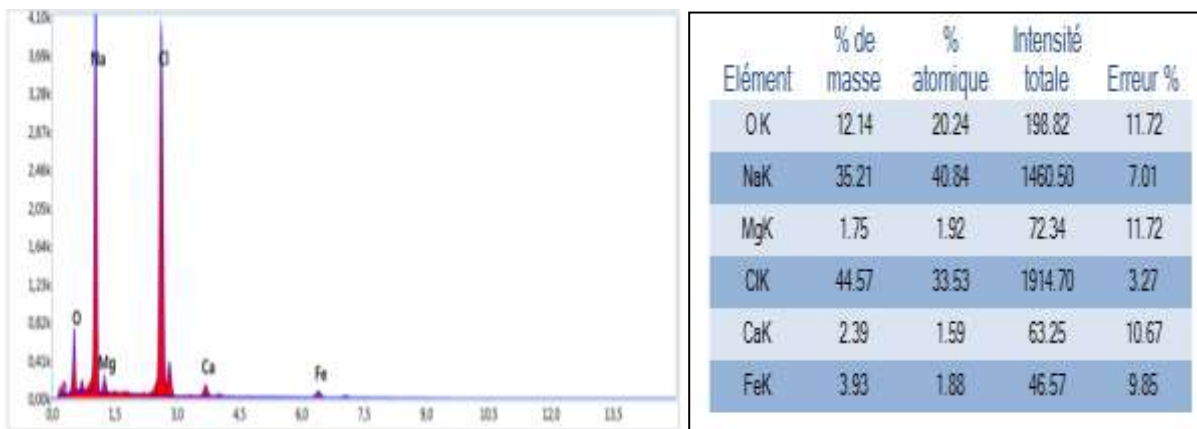


Figure III.19 Résultats de l'analyse par EDAX de la zone 1 de l'acier en présence de l'extrait inhibiteur.



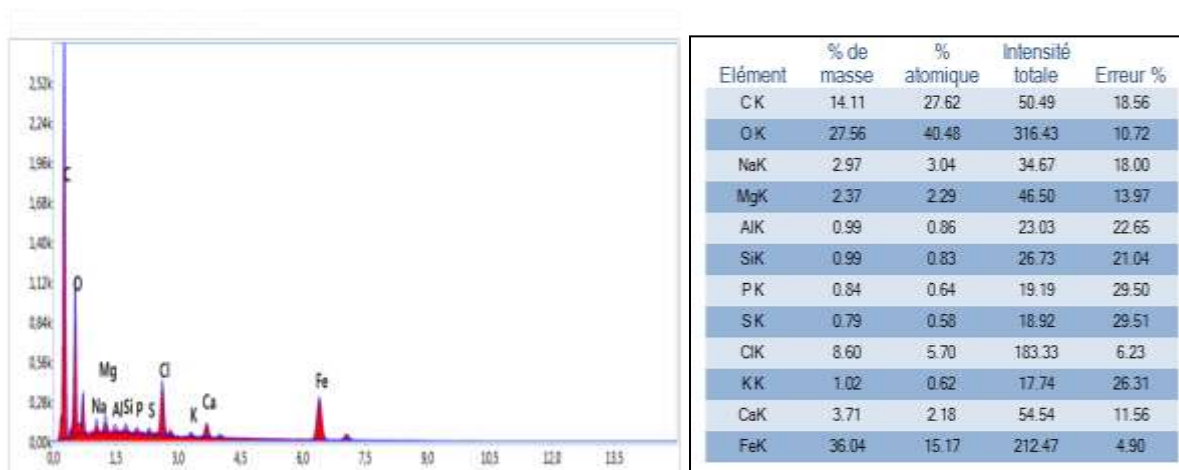


Figure III.20 Résultats de l'analyse par EDAX de la zone 2 de l'acier en présence de l'extrait inhibiteur.

La présence de fer (Fe) et d'oxygène (O) en petites quantités dans les deux zones suggère la formation d'une fine couche d'oxyde de fer à la surface de l'acier, ce qui indique une certaine protection contre la corrosion.

Cependant, en comparant ces résultats avec ceux obtenus en absence d'inhibiteur, on constate que la formation de produits de corrosion variés et étendus est certes réduite en présence de l'extrait, mais dans une moindre mesure que pour le gel mucilage. La surface de l'acier semble donc être dans un état moins sain, avec une couche d'oxyde de fer plus prononcée.

Cette analyse met en évidence que, bien que l'extrait ait eu un certain effet protecteur, il n'a pas complètement empêché la corrosion de l'acier X60. Ces résultats confirment ainsi que le gel mucilage est plus efficace que l'extrait dans la protection contre la corrosion.

III.6 Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude comparative de l'efficacité de deux inhibiteurs de corrosion, à savoir l'extrait et le gel mucilage de cactus, sur l'acier X60 immergé dans l'eau de gisement utilisée comme milieu agressif. A travers diverses analyses telles que la Spectroscopie Infrarouge, la Microscopie Electronique à Balayage (MEB) et l'analyse par Dispersion d'Energie des rayons X (EDAX), nous avons exploré le comportement de l'acier en présence de ces inhibiteurs.



Il a été observé que l'extrait inhibiteur a été partiellement efficace pour réduire la corrosion de l'acier, comme en témoignent les analyses MEB et EDAX montrant une diminution de la formation de produits de corrosion par rapport à l'acier non traité. Cependant, l'efficacité de l'extrait inhibiteur était inférieure à celle du gel mucilage inhibiteur, qui a montré une protection plus efficace contre la corrosion, comme en témoignent les observations de MEB et d'EDAX montrant une réduction significative de la corrosion et une présence moindre de produits de corrosion.

Ces résultats soulignent l'importance du choix de l'inhibiteur de corrosion dans la protection des matériaux métalliques contre la corrosion. Le gel mucilage de cactus s'avère être une option plus efficace pour prévenir la corrosion de l'acier X60 dans un environnement agressif. Cependant, des recherches supplémentaires peuvent être nécessaires pour optimiser les conditions d'application et améliorer encore l'efficacité de ces inhibiteurs.



CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail était d'étudier l'efficacité d'un inhibiteur bio-naturel, à base de raquettes de cactus (*Opuntia ficus indica*), contre la corrosion de l'acier au carbone X60 en présence de l'eau de gisement de la région du Stah. Deux extraits de cette plante ont été étudiés : le gel mucilage extrait frais des cladodes et l'extrait éthanolique de la poudre des cladodes.

Les résultats gravimétriques ont révélé que le gel mucilage des cladodes présente une efficacité remarquable de 75,81 % à 20 ppm, surpassant nettement l'efficacité de 48,47 % de l'extrait éthanolique à la même concentration. Cette performance améliorée est attribuée à la formation d'un film protecteur inhibiteur sur la surface de l'acier.

Les mesures électrochimiques, en particulier les résultats de l'OCP, ont montré que le potentiel de corrosion (E_{corr}) du gel mucilage se déplace vers des valeurs plus positives après l'ajout de l'inhibiteur, suggérant un comportement anodique. Cet anoblissement indique une augmentation significative de la résistance de l'acier à la corrosion dans les conditions testées.

Les essais utilisant les techniques de Tafel et de Résistance de Polarisation Linéaire (LRP) ont révélé une efficacité inhibitrice du gel mucilage atteignant 99,75 % à 30 ppm. La vitesse de corrosion a diminué à 0,0289 mm/an, et l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur a déplacé le potentiel de corrosion (E_{corr}) vers des valeurs plus positives. Ces résultats montrent que le gel mucilage est un inhibiteur de corrosion extrêmement efficace pour l'acier au carbone, améliorant considérablement la résistance à la corrosion avec une concentration accrue de l'inhibiteur.

Les analyses par Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (SIE) ont confirmé que le gel mucilage forme une couche protectrice sur la surface de l'acier, empêchant efficacement les réactions de corrosion. L'efficacité de l'inhibiteur augmente proportionnellement avec sa concentration, soulignant le fort potentiel du gel mucilage pour prévenir la corrosion dans des environnements agressifs.

L'étude de l'influence du temps d'immersion sur l'efficacité inhibitrice du gel mucilage, en utilisant les techniques de LRP et Tafel, a révélé que le gel forme une couche protectrice stable et durable sur la surface métallique, augmentant ainsi la protection contre la corrosion avec le temps. La spectroscopie d'impédance a montré que le gel mucilage à 20 ppm développe graduellement, au cours de la période d'immersion, un film protecteur de plus en plus résistant.



L'adsorption du gel sur la surface de l'acier X60 suit l'isotherme de Langmuir, caractérisée par une adsorption rapide et réversible, sans altérer chimiquement les molécules adsorbées, ces dernières formant une seule couche uniforme sur la surface de l'acier.

Enfin, les analyses de surface par MEB couplé à l'EDAX ont révélé que le gel forme plusieurs couches sur l'acier, agissant comme un film protecteur plus efficace que l'extrait éthanolique. Ces résultats mettent en lumière le potentiel du gel mucilage des cladodes de figues de barbarie comme un inhibiteur de corrosion naturel exceptionnellement efficace pour les applications industrielles dans la protection des métaux.

A la lumière des résultats obtenus, plusieurs perspectives de recherche et d'application future peuvent être envisagées pour approfondir et étendre les connaissances sur l'utilisation du gel mucilage des cladodes de figues de barbarie comme inhibiteur de corrosion. Tout d'abord, il serait pertinent d'optimiser les conditions d'utilisation en étudiant des concentrations d'inhibiteur supérieures à 30 ppm et en analysant son efficacité à différentes températures. Ensuite, des analyses avancées telles que la Spectroscopie Raman et la Microscopie à Force Atomique (AFM), ainsi que la modélisation moléculaire, pourraient offrir une compréhension plus détaillée des mécanismes d'inhibition. Comparer l'efficacité du gel mucilage avec d'autres inhibiteurs naturels et synthétiques permettrait de situer sa performance relative et d'identifier des synergies potentielles. Pour valider son utilisation industrielle, des essais à grande échelle dans des environnements réels seraient nécessaires, accompagnés du développement de formulations commerciales prêtes à l'emploi. L'impact environnemental de la production et de l'utilisation du gel doit également être évalué, en s'assurant de sa durabilité et de sa biodégradabilité. De plus, l'exploration d'autres variétés de cactus et de plantes mucilagineuses pourrait fournir des sources alternatives mucilage. Enfin, l'investigation des propriétés multifonctionnelles du gel, telles que ses capacités antimicrobiennes ou son potentiel comme agent de renforcement dans des composites polymères, pourrait ouvrir de nouvelles voies d'application. Ces perspectives prometteuses visent à améliorer et diversifier l'utilisation du gel mucilage, renforçant ainsi son potentiel en tant qu'inhibiteur de corrosion écologique et efficace pour les applications industrielles.



REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

-
- [1] ŽBULJ, Katarina, BILIĆ, Gordana, HRNČEVIĆ, Lidia, *et al.* Potential of using plant extracts as green corrosion inhibitors in the petroleum industry. *Rudarsko-geološko-naftni zbornik*, 2021, vol. 36, no 5.
- [2] OGUNTUYI, Samson D., JOHNSON, Oluwagbenga T., et SHONGWE, Mxolisi B. Spark plasma sintering of ceramic matrix composite of TiC: microstructure, densification, and mechanical properties: a review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021, vol. 116, no 1, p. 69-82.
- [3] DESAI, Pradnya D., PAWAR, Chetan B., AVHAD, Madhavi S., *et al.* Corrosion inhibitors for carbon steel: A review. *Vietnam Journal of Chemistry*, 2023, vol. 61, no 1, p. 15-42.
- [4] F. MILCARD, Thèse de Doctorat « Etude de l'effet des alcaloïdes sur la corrosion de l'acier C38 en milieu acide chlorhydrique 1M : Application à *Aspidosperma album* et *Geissospermum laeve* (Apocynacées) », Université des Antilles et de la Guyane, France, 2013.
- [5] P.L. VERONIQUE NOBEL., « Etude du mécanisme d'action de mono fluoro phosphate de sodium comme inhibiteur de la corrosion des armatures métalliques dans le béton ». Université Pierre & Marie Curie, Paris 6, Février 2004, pp 21-23, pp 47-51.
- [6] K. CHAUCHE, Mémoire de magister « Etude de pouvoir inhibiteur de quelques amines ferrocénique vis-à-vis la corrosion aqueuse », université d'Ouargla, 2010.
- [7] S. KHERRAF, Mémoire de magister « comportement électrochimique de l'acier A105 dans différents milieux. Influence de quelques inhibiteurs » université de Skikda, 2008.
- [8] H. El BAKOURI, Mémoire de fin d'étude « Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier doux au carbone en milieu acide ortho phosphorique par un antibiotique organique », université de Mohamed 1 Oujda, Maroc.
- [9] LABBACI N, MOKHNECHE Y, « Evaluation de l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion "MEDACHAUD" vis-à-vis de la corrosion de l'Aluminium », mémoire de master à université BADJI MOKHTAR, ANNABA, 2020.
-



- [10] M. TOUMI, A. KHALFI, Mémoire de magister « Etude paramétrique, cinétique et thermodynamique de l'inhibition de corrosion de l'acier X70 par des tensioactifs anioniques (Les Méthyl Esters Sulfonâtes) », Université M'HAMED BOUGARA, BOUMERDES, 2017.
- [11] Matériaux Métalliques "Phénomènes de Corrosion, 4^{ième} partie " Les différentes formes de corrosion aqueuse".
- [12] R.L. MARTIN. « Inhibition of vapour phase corrosion in gas pipelines ». European Federation of corrosion, Euro Corr 97, Paper n° 26 – IOM communication, 1999, p 433.
- [13] S. NESIC, SH. WANG, J. CAI. « Integrated CO₂ corrosion – multiphase flow model », Institute for corrosion and multiphase technology, Athens, Corrosion 2004, NACE, Houston, TX, 2004.
- [14] A.JENKINS. «Introduction to corrosion in oil and gas production », MI production Chemicals, Algiers, 2006.
- [15] S.D. KAPUSTA, B.F. POTS, R.A. CONNELL, « Corrosion management of wet Gas pipelines », Corrosion 99, Paper n° 45, NACE international, Houston, TX, 1999.
- [16] K. Amel, ammonium quaternaire du platformat : synthese et application à l'inhibition de la corrosion acide d'acier, mémoire de magister. Universsité Saad Dahlab, Blida- Algerie, 2011.
- [17] Dieter L., Corrosion et chimie de surface des métaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1993.
- [18] J.C. SCULLY. "Corrosion et protection". Edition MASSON, 1995.
- [19] S. GASTAUD, influence de l'état du revêtement hydrocarboné sur le risque de corrosion des canalisations enterrées de transport du gaz, école doctorale Matériaux de Lyon, 2002.
- [20] H. PECHEUX. "Précis de métallurgie". (P.48), 6ème édition, NATHAN.
- [21] J.P.BAÏLON & J.M. DORLOT. " Des matériaux ". 3ème édition, (page 36). École polytechnique Montréal. Canada, 2000.



- [22] Stanislas, B. N. G. B. Etude du dimensionnement optimal d'un système de protection cathodique alimenté par énergie solaire. Mémoire de l'ingénieur d'Etat, Université M'Hamed BOUGARA de Boumerdès, 2010.
- [23] GONZÁLEZ-PARRA, Jesús Rafael et DI TURO, Francesca. The Use of Plant Extracts as Sustainable Corrosion Inhibitors for Cultural Heritage Alloys: A Mini-Review. *Sustainability*, 2024, vol. 16, n°5, p. 1868.
- [24] BOMMERBACH, P. Evolution des propriétés d'un film inhibiteur de corrosion sous l'influence de la température et des conditions hydrodynamiques. PhD, Institute of Applied Sciences Lyon, Villeurbanne, 2005.
- [25] FIALA, A., CHIBANI, A., DARCHEN, A., BOULKAMH, A., & DJEBBAR, K. (2007). Investigations of the inhibition of copper corrosion in nitric acid solutions by ketenedithioacetalderivatives. *Applied Surface Science*, 2017; 253(24), 9347-9356.
- [26] I.B. OBOT, N.O. OBI-EGBEDI, Anti-corrosive properties of xanthone on mild steel corrosion in sulphuric acid: Experimental and theoretical investigations, *Current Applied Physics*, Vol. 11, (3), pp. 382-392, 2011.
- [27] Z. JIANG, J. WANG, Q. HU, S. HUANG, The influence of 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN) on the corrosion of titanium in 10 N sulfuric acid solution, *Corrosion Science*, Vol. 37, (8), pp. 1245-1252, (1995).
- [28] N. Hadj Salah, Etude de la dégradation photo catalytique de polluants organiques en présence de dioxyde de titane, en suspension aqueuse et en lit fixe. Thèse de doctorat, Université de Constantine, Algérie, 2012.
- [29] Constantin, F. Etude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement (Doctoral dissertation, INSA de Lyon; Universitatea din Pitești. Facultatea de Litere (Romania) 2011.



- [30] ALAO, A. O., POPOOLA, A. P., DADA, M. O., & SANNI, O. Utilization of green inhibitors as a sustainable corrosion control method for steel in petrochemical industries: a review. *Frontiers in Energy Research*, 10, 1063315. (2023).
- [31] KHODJAMKULOV, S. Z., KH, Misirov Z., et al. Salsola oppositifolia acid extract as a green corrosion inhibitor for carbon steel. *Indian Journal of Chemical Technology (IJCT)*, 2023, vol. 30, no 6, p. 872-877.
- [32] SULEIMAN, I. Y., SALIHU, Sani A., EMOKPAIRE, O. S., et al. Evaluation of Grewa Venusta (Wild Jute Tree) Extract as Corrosion Inhibitor for Mild Steel in Acidic Environment. *Portugaliae Electrochimica Acta*, 2017, vol. 35, no 3, p. 143-158.
- [33] SUAREZ-HERNANDEZ, Ruben, G. GONZALEZ-RODRIGUEZ, Jose, F. DOMINGUEZ-PATIÑO, Gloria, et al. Use of Opuntia ficus extract as a corrosion inhibitor for carbon steel in acidic media. *Anti-Corrosion Methods and Materials*, 2014, vol. 61, no 4, p. 224-231.
- [34] IROHA, N. B., AKARANTA, O., JAMES, A. O., et al. Corrosion inhibition of mild steel in acid media by red peanut skin extract-furfural resin. *Advances in Applied Science Research*, 2012, vol. 3, no 6, p. 3593-3598.
- [35] ZAABAR, Aida. Utilisation de l'extrait de la plante d'ortie (*Urtica dioica* L.) comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans les milieux HCl 0.5M et NaCl 3%. Diss. Université de Bejaia-Abderrahmane Mira, 2010.
- [36] RUIZ, Araceli Mandujano, ALMAZÁN, Luis-Enrique Corona, HERNÁNDEZ, Héctor Herrera, et al. Opuntia ficus-indica (Nopal Extract) as green inhibitor for corrosion protection in industrialsteels. In *Corrosion inhibitors, principles and recent applications*. IntechOpen, 2018.
- [37] BOUZOUBAË, Z., ESSOUKRATI, Y., TAHROUCH, S., et al. Etude physico-chimique de deux variétés de figuier de barbarie ('Achefri'et'Amouslem') du Sud marocain. *Les technologies de laboratoire*, 2014, vol. 8, no 34.



- [38] AKNOUCHE, Siham et ARICHE, Aldjia. Bioactivités de biomolécules extraites à partir de biomasse de coproduits agricoles: propolis, cladodes du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) et grignons d'olives. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri. 2018.
- [39] POUPON, J. E. Cactus et ressources fourragères. Amélioration et aménagement des parcours forestiers, 1975.
- [40] <https://documents.pub/document/nace-rp-0775-2005.html?page=10>
- [41] Bommersbach, Pascale. "Evolution des propriétés d'un film inhibiteur de corrosion sous l'influence de la température et des conditions hydrodynamiques." PhD, Institute of Applied Sciences Lyon, Villeurbanne (2005).
- [42] B. Normand, C. Cabillac, J. Crousier et J. Rameau. Méthodes électrochimiques classiques de caractérisation. Présentation et recommandations pour l'analyse de la corrosion des métaux., Revue de Métallurgie-CIT/ Science et Génie des Matériaux., 2002, p 689-697.
- [43] Crolet, J.L., Daumas, S. et Beranger, G. Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliage. Techniques de l'ingénieur, Traité des matériaux métallurgiques., Vol M 153, 2006, pp 6-12.
- [44] FÉRON, D. CRUSSET, D. Microbial induced corrosion in French concept of nuclear waste underground disposal. Corrosion engineering, science and technology, 2014, vol. 49, no 6, p. 540-547.
- [45] S, bourdreux. Notion electrode. S.l. Université Blaise Pascal - Clermont –Ferrand.
- [46] Wang H.B., Shi H., Hong T., Kang C et Jepson W.P. Characterization of inhibitor and corrosion product film using electrochemical impedance spectroscopy (EIS). Paper n° 01023, 2001, NACE International, Houston.
- [47] MAIZIA, Radouane, ZAABAR, Aida, DJERMOUNE, Atmane, et al. Experimental assessment and molecular-level exploration of the mechanism of action of Nettle (*Urtica dioica* L.) plant extract as an eco-friendly corrosion inhibitor for X38 mild steel in sulfuric acidic medium. Arabian Journal of Chemistry, 2023, vol. 16, no 8, p. 104988.



[48] Dagdag O, Safi Z, Hsissou R, Erramli H, ElBouchti M, Wazzan N, Guo L, Verma C, Ebenso E E and El Harfi A, Epoxy pre-polymers as new and effective materials for corrosion inhibition of carbon steel in acidic medium: computational and experimental studies, *Scientific Reports* 9 (2019), 1-14.

[49] ZAABAR, A., AITOUT, R., AMOURA, D., et al. OAT Extract as a Natural Corrosion Inhibitor for Mild Steel in 3% NaCl Solution. *Surface Review and Letters*, 2021, vol. 28, no 10, p. 2150084.

[50] AKSAS, Hamouche. Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels. 2013. Thèse de doctorat. Université de Boumerdès-M'hamed Bougera.

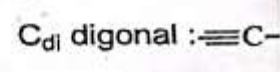
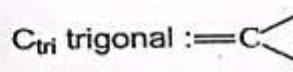


ANNEXE

Table de référence des groupement fonctionnel d'infrarouge

SPECTROSCOPIE INFRAROUGE			
Table des nombres d'onde des vibrations de valence et de déformation.			
Liaison	Nature	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Intensité
O-H alcool libre	Valence	3590-3650	F ; fine
O-H alcool lié	Valence	3200-3600	F ; large
N-H amine primaire : 2 bandes secondaire: 1 bande imino	Valence	3300-3500	m
N-H amide	Valence	3100-3500	F
C _{sp} -H	Valence	≈ 3300	m ou f
C _{sp} -H	Valence	3030-3100	m
C _{ar} -H aromatique	Valence	3000-3100	m
C _{ter} -H	Valence	2850-2970	F
C _{ar} -H aldéhyde	Valence	2700-2900	m
O-H acide carboxylique	Valence	2500-3200	F à m ; large
C=C	Valence	2100-2260	f
C=N nitriles	Valence	2200-2260	F ou m
C=O anhydride	Valence	1800-1850 1740-1790	F ; 2 bandes
C=O chlorure d'acide	Valence	1790-1815	F
C=O ester	Valence	1735-1750	F
C=O aldéhyde et cétone	Valence	1700-1740	F
C=O acide carboxylique	Valence	1700-1725	F
C=O amide	Valence	1650-1700	F
C=C	Valence	1620-1690	m
C=C aromatique	Valence	1450-1600	Variable ; 3 ou 4 bandes
N=O (de -NO ₂) conjugué	Valence	1500-1550 1290-1360	F ; 2 bandes
N=N	Valence	1400-1500	f ; parfois invisible
C=N	Valence	1640-1690	F ou m
N-H amine ou amide	Déformation	1560-1640	F ou m
C _{ter} -H	Déformation	1430-1470	F
C _{ter} -H (CH ₃)	Déformation	1370-1390	F ; 2 bandes
O-H	Déformation	1260-1410	F
P=O	Valence	1250-1310	F
C _{ter} -O-C _{ter} (étheroxydes)	Valence	1070-1150	F
C _{ter} -OH (alcools)	Valence	1010-1200	
C _{ter} -O-C _{ar} (esters)	Valence	1050-1300	F ; 1 ou 2 bandes
C _{ar} -O-C _{ar} (anhydrides)			
C-N	Valence	1020-1220	m
C-C	Valence	1000-1250	F
C-F	Valence	1000-1040	F
C _{ar} -H de -HC=CH- (E) (Z)	Déformation	960-970	F
	Déformation	670-730	m
	Déformation	<u>730-770 et 680-720</u>	F ; 2 bandes
C _{ar} -H aromatique monosubstitué			
C _{ar} -H aromatique o-disubstitué	Déformation	<u>735-770</u>	F
	Déformation	<u>750-800 et 680-720</u>	F et m ; 2 bandes
	Déformation	<u>800-860</u>	F
C _{ar} -H aromatique m-disubstitué			
	Déformation	<u>600-800</u>	F
C _{ar} -Cl	Valence	600-800	F
C _{ar} -Br	Valence	500-750	F
C _{ar} -I	Valence	≈ 500	F

F: fort ; m: moyen ; f: faible



Polisseuse utilisé pour le polissage des coupons d'acier X60



Balance analytique utiliser pour peser les coupons d'acier X60



Le pH-mètre utilisé pour déterminer le pH des solutions inhibitrices.



RESUME

La corrosion représente un défi majeur pour l'industrie pétrolière, où les équipements métalliques sont exposés à des fluides agressifs contenant des substances corrosives. Cette étude explore des inhibiteurs naturels comme alternative écologique et économique aux inhibiteurs synthétiques. L'inhibition de la corrosion de l'acier x60 a été testée avec deux extraits d'opuntia ficus indica (raquettes de figes de barbarie) : un extrait végétal et un gel mucilage. Les techniques gravimétriques et électrochimiques montrent que le gel mucilage offre une meilleure protection que l'extrait végétal, limitant significativement la formation de produit de corrosion. Le gel mucilage, un inhibiteur anodique suivant l'isotherme de Langmuir, représente une solution prometteuse et écologique.

MOTS CLES : corrosion, acier au carbone X60, Opuntia ficus indica, extrait, gel mucilage.

ABSTRACT

Corrosion poses a major challenge for the oil industry, where metallic equipment is exposed to aggressive fluids containing corrosive substances. This study explores natural inhibitors as an ecological and economical alternative to synthetic inhibitors. The inhibition of X60 steel corrosion was tested using two extracts from Opuntia ficus indica (prickly pear cactus): a plant extract and a mucilage gel. Gravimetric and electrochemical techniques showed that the mucilage gel provides better protection than the plant extract, significantly reducing the formation of corrosion products. The mucilage gel, an anodic inhibitor following the Langmuir adsorption isotherm, represents a promising and eco-friendly solution.

KEYWORDS: corrosion, X60 carbon steel, Opuntia ficus indica, extract, mucilage gel.

المخلص

تشكل التآكل تحديًا كبيرًا لصناعة النفط، حيث تتعرض المعدات المعدنية للسوائل العدوانية التي تحتوي على مواد مدمرة. تستكشف هذه الدراسة المثبطات الطبيعية كبديل بيئي واقتصادي للمثبطات الصناعية. تم اختبار تثبيط تآكل الفولاذ باستخدام مستخلصين من نبات التين الشوكي (الصبارة): مستخلص نباتي وهلام الصمغ. أظهرت التقنيات الوزنية والكهروكيميائية أن هلام الصمغ يوفر حماية أفضل من المستخلص النباتي، مما يقلل بشكل كبير من تكوين منتجات التآكل. يمثل هلام الصمغ، كمثبط أنودي يتبع نمط امتزاز لانجموير، حلاً واعدًا وصديقًا للبيئة.

الكلمات المفتاحية: التآكل، الفولاذ الكربوني، نبات التين الشوكي، مستخلص، هلام الصمغ.