



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

Mémoire

Présenté par

Mlle LATRECHE Lila

Mlle NEBHI Nour el houda

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : GÉNIE DES PROCÉDES

Spécialité : Génie chimique

**L'ÉTUDE DE L'EFFICACITÉ INHIBITRICE SUR
LA CORROSION DE L'ACIER, D'UN
COPOLYMÈRE SYNTHÉTISÉ SOUS CHAMP
MAGNÉTIQUE**

Soutenu le 02 / 07/ 2024

Devant le jury composé de :

Mr BELKACEMI Samir UAMO, Bouira

Pr LOUNICI Hakim UAMO, Bouira

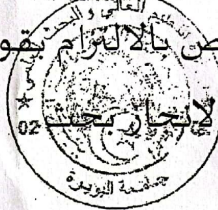
Dr ZAABAR Aida UAMO, Bouira

Promoteur

Président

Examinatrice

Année universitaire 2023/2024



التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية

انا الممضي اسفله،

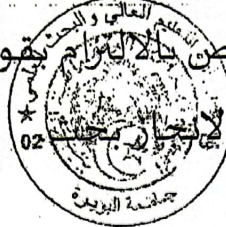
السيد (ة) م. سي. بنور المصطفى (مستر / دكتوراه)
الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية 11.00.10.33.7002970003 والصادرة بتاريخ 2023-08-31
المسجل (ة) بكلية / معهد العلوم والعلوم التطبيقية قسم هندسة طرائق
تخصص: هندسة كيميائية

والمكلف (ة) بإنجاز اعمال بحث (مذكرة، التخرج، مذكرة ماجستير، اطروحة دكتوراه).
عنوانها: d'étude de l'efficacité inhibitrice sur la corrosion de l'acier d'un copolymère synthétique sous champ magnétique
أصرح بشرفي اني ألترم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية الاخلاقيات المهنية والنزاهة الاكاديمية المطلوبة
في انجاز البحث المذكور أعلاه.

توقيع المعني (ة)

التاريخ: 2024.10.7.01

البويرة في <u>2024.10.1</u>	هيئة مراقبة السرقة العلمية:
	النسبة: <u>% 27,1</u>



التصريح الشرفي الخاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية

انا الممضي اسفله،

السيد (ة) لمرثى ليل الصفة: طالب (ماستر / دكتوراه)

الحامل (ة) لبطاقة التعريف الوطنية: 1100110117001540000 والصادرة بتاريخ: 03/03/2023

المسجل (ة) بكلية / مركز العلوم والتكنولوجيا قسم هندسة الطرائق .

تخصص: هندسة كيميائية

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

عنوانها: Etude de l'efficacité inhibitrice sur la corrosion de l'acier d'un Copolymère synthétique sous champ magnétique

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

في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: 2024/07/01

توقيع المعني (ة)

البويرة في 03/03/2024



هيئة مراقبة السرقة العلمية:

% 27.1

النسبة:

Remerciements

Avant tous je remercie le Dieu qui nous a donné le courage, la force, la santé et la patience pour accomplir ce travail.

On tient tous particulièrement à adresser mes remerciements à notre promoteur, Monsieur BELKACMI Samir pour son soutien, son aide, sa patience et sa disponibilité ainsi pour ses conseils précieux pour l'élaboration de ce modeste travail.

On remercie les membres de jury pour avoir accepté de juger mon travail.

On tient à rendre un hommage respectueux aux ingénieurs du laboratoire de l'Institut de technologie, à savoir Mm LAALMI Fatima et Mm Houria, qu'elles trouvent ici l'expression de ma profonde gratitude pour leurs gentillesse et nous ont donné des moments amicaux et très agréables pendant tout le temps de réalisation de mon travail

Dédicace

GRÂCE à ALLAH

Je dédie ce travail à ma très chère mère, que je ne pourrai remercier assez, pour son soutien moral et matériel, sa compréhension, amour, tendresse, et ses sacrifices, qu'Allah lui offre la santé.

Mon cher père pour ses sacrifices, que dieu bénisse son âme et la paix éternelle.

Mes chères frères Lounis et Anis, Mes chères sœurs Rima et Aamaa, à ma binôme Hour el houda, à ma meilleur ami Amel et à tous ceux qui m'aiment et que j'aime.

Qu'Allah leur offre tout ce qui est bien.

Mes oncles, Mes tantes et mes cousins(e).

L. LILA

Dédicace

*Tout d'abord, je remercie le dieu, notre créateur de m'avoir donné la force la volonté et le courage afin
d'accomplir ce travail modeste.*

*Je dédie ce travail à ma mère, la source de tendresse et la lumière qui guide mes routes et qui m'emmène
aux chemins de la réussite, pour tout son assistance et sa présence dans ma vie. A mon père que je le
remercie énormément pour ses efforts, ses conseils et sa surveillance à mes chers sœurs et mon frère à ma
binôme *Lila**

Enfin, j'offre mes bénédictions à tous à tous ceux qui m'ont soutenu dans l'accomplissement de ce travail

N. NOUR EL HOUDA

Liste des figures

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I. 1 : Structure chimique de certains polymères conducteurs (Roth, 1995).	9
Figure I. 2 : Schéma du processus de charge et décharge d'un polymère conducteur pour le dopage de type p et n.	11
Figure I. 3 : Comparaison des conductivités des polymères conducteurs avec celles des matériaux « classiques » à 300 K. La variation étendue de conductivité des polymères conducteurs est attribuable à leurs différents niveaux de dopage..	12
Figure I. 4 : Structure générale de la polyaniline. La valeur de x définit le degré d'oxydation du polymère	13
Figure I. 5 : Formation du cation radical de l'aniline.	14
Figure I. 6 : Propagation de la chaîne polymère par couplage cation-radical/aniline.	14
Figure I. 7 : Couplage de deux cations radicaux.	14
Figure I. 8 : Propagation de la chaîne polymère de polyaniline.	15
Figure I. 9 : Différentes formes de la polyaniline base	16
Figure I. 10 : Le poly (ortho – méthoxyaniline) (POMA)	16
Figure I. 11 : Mécanisme réactionnel de polymérisation de l'OMA	17

CHAPITRE II

Figure II. 1 : Préparation du milieu de synthèse.	30
Figure II. 2 : Schéma de synthèse chimique de copolymérisation	31
Figure II. 3 : Polymérisation par oxydation chimique de PANI et POMA.	31
Figure II. 4 : Filtration, lavage et séchage des copolymères.	32

Listes des figures

Figure II. 5 : illustre le dispositif magnétique utilisé pour étudier l'effet du champ magnétique sur la réaction de polymérisation.	33
Figure II. 6 : Spectrophotomètre infrarouge JASCO FT-4200.	33
Figure II. 7 : Spectrophotomètre Ultraviolet-Visible Agilent Technologies Cary 60	35
Figure II. 8 : Spectres DRX Proto Manufacturing utiliser pour la poudre de copolymère et les aciers	35
Figure II. 9 : Spectres DRX Proto Manufacturing utiliser pour les aciers avant et après la corrosion (avec et sans inhibiteurs)	36
Figure II. 10 : préparation de la solution mère	38
Figure II. 11 : préparation de milieux acide Na Cl 3%	39
Figure II. 12 : Les aciers immergés dans les différents milieux corrosifs Na Cl 3% et HCl 1M avec et sans inhibiteur avant corrosion	40

CHAPITRE III

Figure III. 1: Spectre infrarouge de la poudre du copolymère synthétisée par oxydation chimique sans magnétisme (0A) et sous magnétisme (0.5A jusqu'à 2,5A).	45
Figure III. 2: Echantillons de copolymère à analyser par spectroscopie UV-Vis.	47
Figure III. 3 : Spectre UV-VIS de la poudre du copolymère synthétisée par oxydation chimique sans magnétisme (0A) et sous magnétisme (0.5A jusqu'à 2,5A).	48
Figure III. 4 : Spectres DRX de la poudre de copolymères	49
Figure III. 5: Variation de la perte de poids avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant en fonction de temps en milieu NaCl 3%	50
Figure III. 6 : La formation d'un: La formation d'une couche d'oxydes dans le cas sans inhibiteur	50
Figure III. 7 : Variation (A) de la perte de poids et (B) l'efficacité inhibitrice avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant en milieu NaCl 3%.	50
Figure III. 8 : Variation (A) de la perte de poids et l'efficacité (B) avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant en milieu HCl (1M).	50

Listes des figures

.....	51
Figure III. 9 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% avec inhibiteur d'une concentration de 5ppm	
.....	52
Figure III. 10 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% sans inhibiteur.	
.....	53
Figure III. 11 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de HCl 1M sans inhibiteur.	
.....	54
Figure III. 12 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% et HCl 1M avec inhibiteur dans une concentration de 50 ppm	56
Figure III. 13 : Spectres DRX de l'acier avant corrosion	56
Figure III. 14 : Spectres DRX des aciers immergés dans une solution de NaCl 3% avec et sans inhibiteur de corrosion	57
Figure III. 15 : Spectres DRX des aciers immergés dans une solution de HCl 1M avec et sans inhibiteur de corrosion	58

Liste des tableaux

Liste des tableaux

CHAPITRE I

Tableau I. 1: Types copolymères	10
Tableau I. 2 : Les applications des copolymères	20

CHAPITRE II

Tableau II. 1: Liste des réactifs utilisés	28
Tableau II. 2 : Les dimensions des aciers utilisé dans cette étude	37

CHAPITRE III

Tableau III. 1: Attribution des bandes d'absorption des spectres infrarouge de LA poudre du copolymère	45
Tableau III. 2: les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 5 ppm dans le milieu NaCl 3%)	50
Tableau III. 3 : les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 50 ppm dans le milieu NaCl 3%)	52
Tableau III. 4 : les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 50 ppm dans le milieu HCl 1M)	54

Liste des abréviations

Listes des abréviations

Liste des abréviations

ANI	Aniline
DMSO	Di-méthylsulfoxyde
DRX	Diffraction des rayons X
FT-IR	Infra Rouge à Transformée de Fourier
UV-Vis	Ultra-Violet Visible
MEB	Microscopie électronique à balayage
OFET	Organic Field Effect Transistor
OLED	Organic Light-Emitting Diodes
OMA	Orthométhoxyaniline
PANI	Polyaniline
PC	Polymère conducteur
POMA	Polyorthométhoxyaniline
PPy	Polypyrrole
PTh	Polyacetylene
PFu	poly furanne
PSA	Persulfate d'ammonium
PH	Potentiel d'hydrogène
C.C	Courant continue
PDS	Programme divergence Slit
A	Ampère
PPM	Partie par million
Aciers av cor	aciers avant corrosion

Sommaire

Remerciements

Dédicace

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Sommaire

Introduction Générale 2

Chapitre I : Etat de l'art

I.1 Généralités sur les polymères 8

I.1.1 Contexte historique des polymères 8

I.1.2 Définition 9

I.1.3 Types des polymères conducteurs PC 9

I.1.4. Généralités sur le dopage 10

I.1.5. La polymérisation : synthèse des polymères conducteurs 12

I.2. Polyaniline PANI 13

I.2.1. Mécanisme de polymérisation de l'aniline 13

I.3 Poly (ortho – méthoxyaniline) (POMA) 16

I.4. Applications des copolymères 20

I. 5. Phénomène de Corrosion et ces inhibiteurs 20

I. 5. 1. Notions essentielles sur la corrosion 20

I.5. 2. Prévention de la Corrosion 21

I. 5. 2. 1. Qu'est-ce qu'un Inhibiteur de Corrosion? 21

I. 5. 2. 2. Classification des Inhibiteurs de Corrosion 21

REFERENCES CHPITRE I 23

Chapitre II : Matériel et techniques de caractérisation

II. 1. Produits utilisés 28

Sommaire

II. 2. Matériel utilisé	28
II. 3. Synthèse de copolymère (PANI + POMA) par oxydation chimique	29
II. 3.1. Préparation de solution	29
II. 4. Synthèse du copolymère (PANI + POMA)	30
II.4.1. Polymérisation par oxydation chimique	30
II. 5. Synthèse du copolymère sous l'effet de magnétisme	32
II. 6. Caractérisation des copolymères synthétisés	33
II. 6. 1. Spectroscopie infrarouge	33
II. 6. 2. Spectroscopie UV-Visible	34
II. 6. 3. Diffraction des rayons X	35
II. 6. 4. Étude gravimétrique	36
II. 7 Préparation du milieu corrosif	37
II.7 .1 Echantillon	37
II. 7. 2 Choix des composants	38
II. 7. 3 Test de perte de masse	38

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge:	44
III.2. Caractérisation par spectroscopie UV-Visible	47
III. 3. Caractérisation par diffraction aux rayons X	48
III. 4 Protection contre la corrosion de l'acier au carbone en milieux NaCl 3% et HCl en présence et en absence de l'inhibiteur	50
III.4 .1 Étude gravimétrique	50
III.4 .1 Étude de l'inhibition de la corrosion de l'acier dans le milieu NaCl 3%	55
Conclusion générale	62

Introduction Générale

Introduction

L'acier au carbone, en tant qu'alliage de fer, est largement utilisé dans diverses applications industrielles en raison de ses excellentes propriétés mécaniques et de son coût relativement bas. Cependant, l'une des principales limitations de l'acier au carbone est sa susceptibilité à la corrosion, un phénomène électrochimique qui entraîne la dégradation du matériau en présence d'un environnement agressif, comme les milieux acides ou salins. La corrosion de l'acier au carbone représente un défi majeur, tant sur le plan économique qu'environnemental, en raison des coûts élevés associés à la maintenance, à la réparation et au remplacement des structures corrodées.

Pour pallier ce problème, plusieurs stratégies de protection contre la corrosion ont été développées. Parmi elles, l'utilisation de polymères conducteurs tels que la polyaniline (PANI) et la poly(o-méthoxyaniline) (POMA) a suscité un intérêt croissant peuvent être obtenus en grande quantité à faible coût, avec un rendement proche de 1. Ces polymères, grâce à leurs propriétés électriques et leur capacité à former des films protecteurs, offrent une alternative prometteuse aux méthodes traditionnelles de protection contre la corrosion, car il est possible d'obtenir des films uniformes avec une épaisseur et une structure contrôlée

Les techniques de prévention de la corrosion sont multiples et diversifiées. Ainsi, Il est essentiel de trouver un équilibre entre les solutions technologiques les plus efficaces et celles qui sont les plus rentables, tout en intégrant une dimension supplémentaire essentielle : La protection de l'environnement est également une priorité. En pratique, la sélection se fait souvent en combinant plusieurs méthodes de protection, en tenant compte des caractéristiques propres du matériau et des conditions environnementales particulières et des contraintes économiques associées.

À la fin des années 1970, trois éminents scientifiques, Heeger, MacDiarmid et Shirakawa, ont réalisé une découverte révolutionnaire en démontrant que le polyacétylène, un polymère, pouvait acquérir une conductivité électrique comparable à celle des métaux. Cette avancée majeure leur a valu le prix Nobel de chimie en 2000, inaugurant ainsi l'ère des "métaux synthétiques". [2].

Les polymères conducteurs (PC) présentent des propriétés électriques et optiques remarquables, comparables à celles des métaux ou des semi-conducteurs. Actuellement, ces

matériaux font l'objet de nombreuses recherches approfondies, tant sur le plan fondamental que pour leurs applications potentielles. Leur caractéristique distinctive réside dans leur capacité à être flexibles, faciles à fabriquer et économiques [3], Ils peuvent être utilisés comme écrans électrochromes (écrans plats, diodes), stockage d'énergie (notamment les cellules et batteries au lithium), prévention de la corrosion des métaux, électrocatalyse, ainsi que dans la production de composants électroniques.

Ces dernières années, de nombreux mélanges à base de PC ont été étudiés. Parmi les polymères conducteurs disponibles, La Polyaniline (Pani) et la polyorthométhoxyaniline (POMA) semblent particulièrement prometteuses pour atteindre un équilibre optimal entre stabilité, conductivité et coût réduit. [4]. La PANI et POMA ont attiré un intérêt particulier du fait que leurs propriétés électriques peuvent être contrôlées par la modification réversible de l'état d'oxydation de la chaîne principale et la protonation des atomes d'azote imine [5]

La PANI et la POMA peuvent être synthétisées aussi bien par voie chimique que par voie électrochimique. Cependant, la synthèse électrochimique n'est pas adaptée à une échelle industrielle car elle implique le dépôt du polymère sur un substrat conducteur, ce qui ne peut être réalisé que sur des substrats de petite taille. En contraste, la synthèse chimique produit un polymère sous forme de poudre, facilitant ainsi son utilisation dans des électrodes de grande taille et rendant plus aisée son adaptation à l'échelle industrielle [6]. Parmi les techniques de synthèse chimique, on trouve la polymérisation oxydative et la polymérisation interfaciale.

L'objectif principal de cette étude porte sur la synthèse chimique et la caractérisation du copolymère conducteur soluble poly (aniline-orthométhoxyaniline) noté poly (ANI-OMA) à base de deux monomères (aniline et orthométhoxyaniline). Ces derniers ont l'avantage d'être facilement polymérisés dans un grand nombre de solvants. Par la suite, l'étude Seront explorées l'application de ce copolymère conducteur en tant qu'inhibiteur de corrosion pour l'acier dans des environnements contenant NaCl à 3% et HCl à 1M. Ce mémoire est structuré en trois chapitres principaux.

- Le chapitre I ; abordera les concepts théoriques essentiels des polymères conducteurs, de la corrosion et de ses méthodes d'inhibition.
- Le chapitre II ; fournira une présentation détaillée des conditions expérimentales utilisées lors de la synthèse du copolymère, ainsi que les techniques utilisées pour la caractérisation des différentes poudres polymériques obtenues telles que la

spectroscopie Infrarouge (IR), l'UV-Visible (UV-Vis), la thermogravimétrie (ATG/DTG) et la diffraction des rayons X (DRX). Les méthodes d'étude des tests d'inhibition (gravimétrie) ont été aussi présentées.

- Le chapitre III Ce chapitre détaillera les résultats expérimentaux ainsi que les interprétations relatives à la caractérisation des homopolymères de polyaniline (PANI) et de polyorthométhoxyaniline (POMA) obtenus par différentes techniques d'analyse des poudres et le copolymère poly (ANI-co-OMA) Pour confirmer la synthèse du copolymère, l'identification inclut les résultats des tests d'inhibition de la corrosion de l'acier réalisés avec le copolymère dissous dans le diméthyl sulfoxyde (DMSO). L'efficacité inhibitrice est évaluée en fonction de la concentration d'inhibiteur et de la durée d'immersion.

En conclusion, nous avons clôturé notre étude par un résumé général des principaux résultats obtenus.

REFERENCES

REFERENCES

- [1] T. H. Rogers « Marine Corrosion », London : Newnes (1968) p.307.
- [2] A. J. Heeger, A. G. MacDiarmid, et H. Shirakawa, « The Nobel Prize in chemistry, 2000 : conductive polymers », *Stockholm, Sweden: Royal Swedish Academy of Sciences*, p. 1-16, 2000.
- [3] P. Menini, « Du capteur de gaz à oxydes métalliques vers les nez électroniques sans fil », PhD Thesis, Université Paul Sabatier-Toulouse III, 2011.
- [4] C. Liang, « Caractérisations électriques de polymères conducteurs intrinsèques Polyaniline/Polyuréthane dans une large gamme de fréquence (DC à 20 GHz) », Université du Littoral Côte d'Opale, 2010.
- [5] H. Eisazadeh, « Removal of chromium from waste water using polyaniline », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 104, no 3, p. 1964-1967, 2007.
- [6] N. Bohli, « Etude physique de la formation de films à base de polymères conducteurs et applications en micro-electronique », PhD Thesis, Bordeaux 1, 2009

Chapitre I

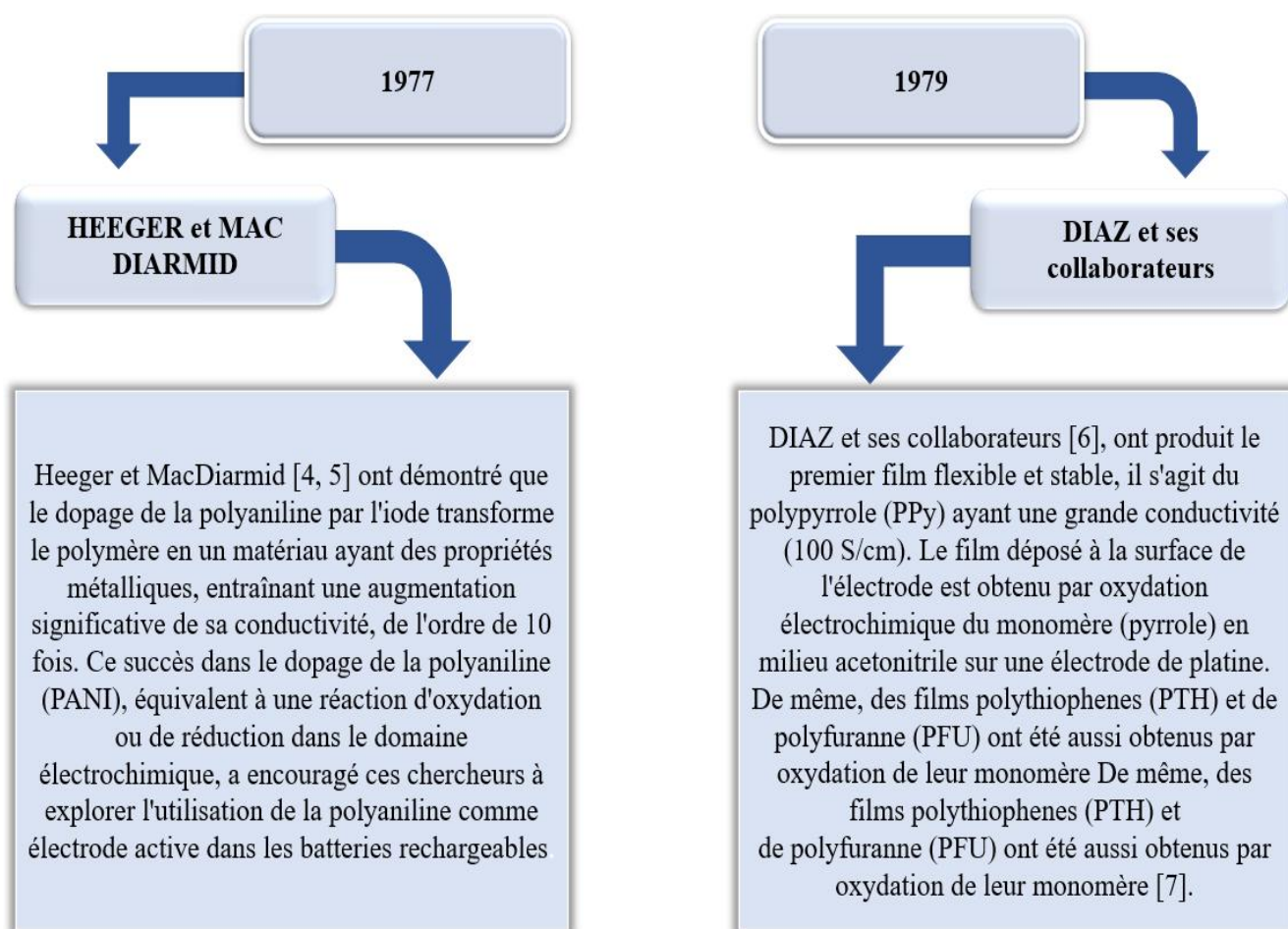
Etat de l'art

Chapitre I : Etat de l'art

I.1 Généralités sur les polymères

I.1.1 Contexte historique des polymères

La synthèse de polymères organiques remonte au début du 19^{ème} siècle, en 1862. LETHEBY a reporté que l'oxydation anodique de l'aniline dans une solution diluée d'acide sulfurique conduit à la formation d'une poudre brillante de couleur bleu nuit déposée sur l'électrode de platine. Celle-ci est insoluble dans l'eau, l'alcool, et les autres solvants organiques [1,2]. Des expériences antérieures ont démontré que l'oxydation de l'aniline conduit des oligomères [3].



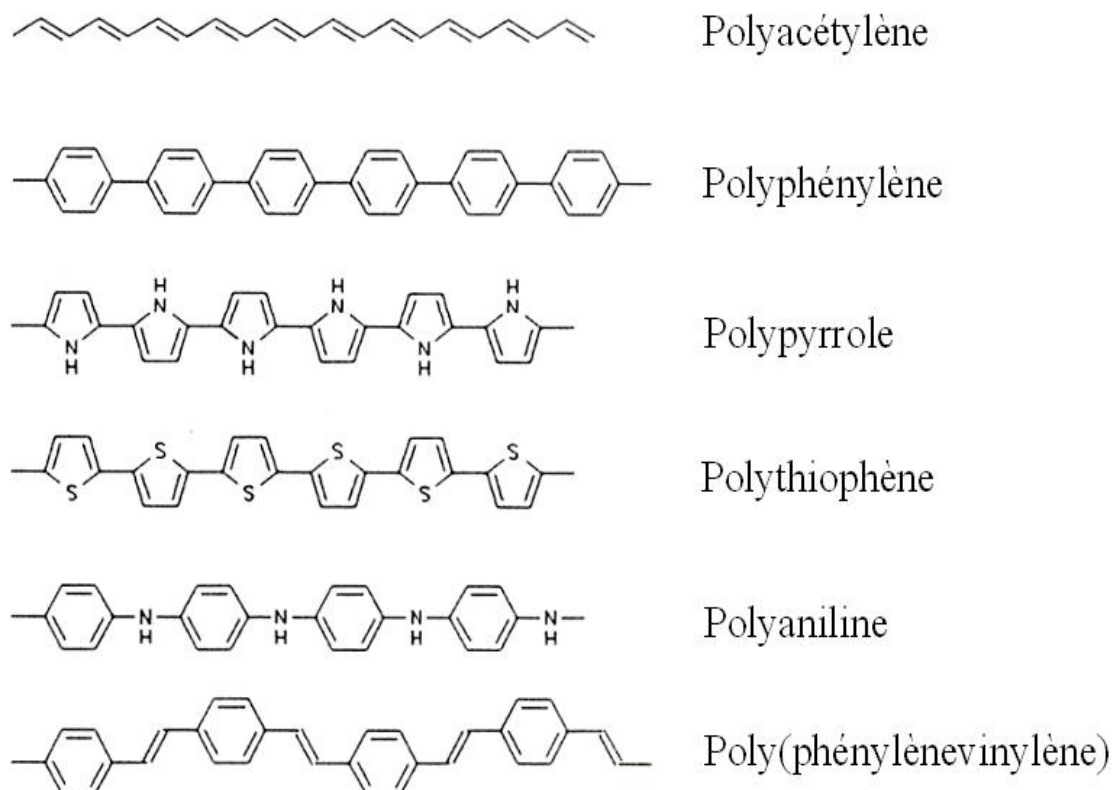


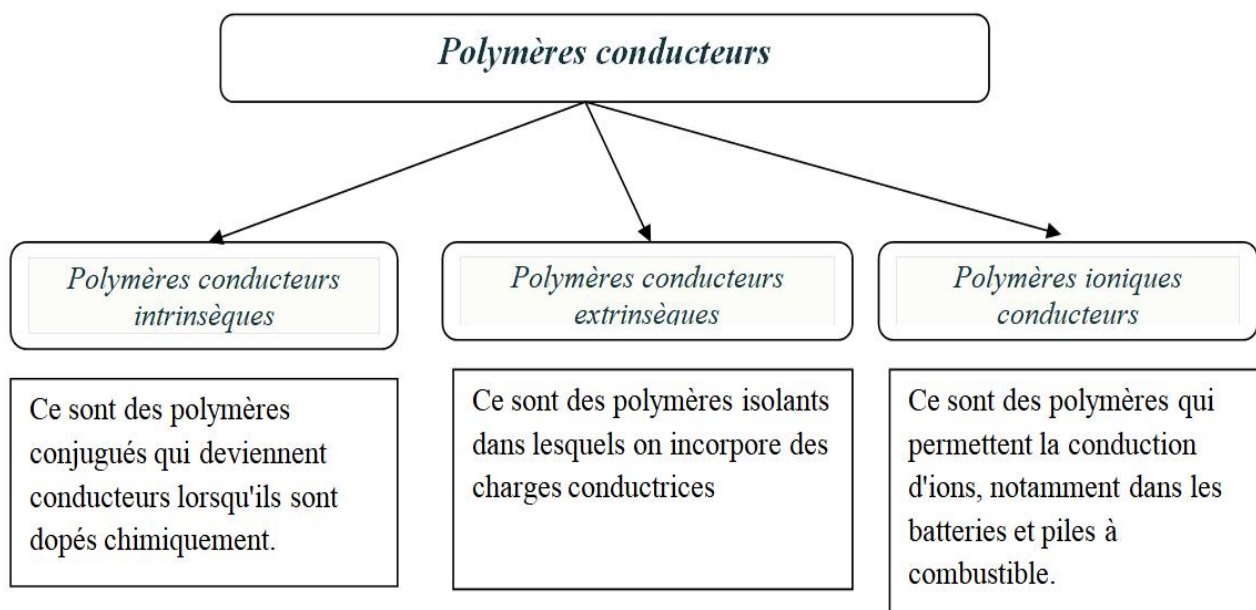
Figure I. 1: Structure chimique de certains polymères conducteurs (Roth, 1995).

I.1.2 Définition

Les polymères conducteurs sont des matériaux organiques qui possèdent des propriétés conductrices. Ils sont caractérisés par des liens délocalisés qui forment une structure en bandes, semblable à celle des semi-conducteurs. Les polymères conducteurs peuvent être synthétisés par des méthodes chimiques ou électrochimiques et trouvent des applications dans divers domaines de la vie quotidienne, allant de l'électronique à la technologie de l'information.

I.1.3 Types des polymères conducteurs PC

Il existe trois types principaux de matériaux conducteurs basés sur des polymères conjugués.



Les copolymères :

Contrairement aux homopolymères, les copolymères sont fabriqués à partir de divers types de monomères, et tout comme les homopolymères, les copolymères peuvent être classés en différentes familles. On parle alors de modes de copolymères. Si A et B deux unités différentes de copolymères on aura :

Tableau I. 1: Types copolymères [8]

Mode	Forme
le mode statistique.	A-A-B-A-B-B-B-B-A-A-B-A
le mode alterné.	A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A
le mode séquencé.	A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B
le mode greffé	

I.1.4. Généralités sur le dopage

Les polymères conducteurs conduisent mal l'électricité dans leur état neutre, mais deviennent des conducteurs de type p ou n lorsqu'ils sont dopés avec l'ajout de réactifs chimiques qui oxydent ou réduisent le système, permettant aux électrons d'être extraits ou injectés dans la chaîne carbonée. Le processus est similaire au dopage de semi-conducteurs

inorganiques et peut être réalisé chimiquement avec un agent réducteur ou oxydant et une source de contre-ions, ou électrochimiquement par réduction cathodique ou oxydation anodique, ou en présence d'un électrolyte contenant les contre-ions souhaités. . Le dopage de type P crée des trous positifs dans le réseau polymère, tandis que le dopage de type N crée des sites riches en électrons. Ces porteurs de charge facilitent le transport des électrons, permettant des transitions de conductivité, parfois jusqu'à des transitions isolant-métal [9].

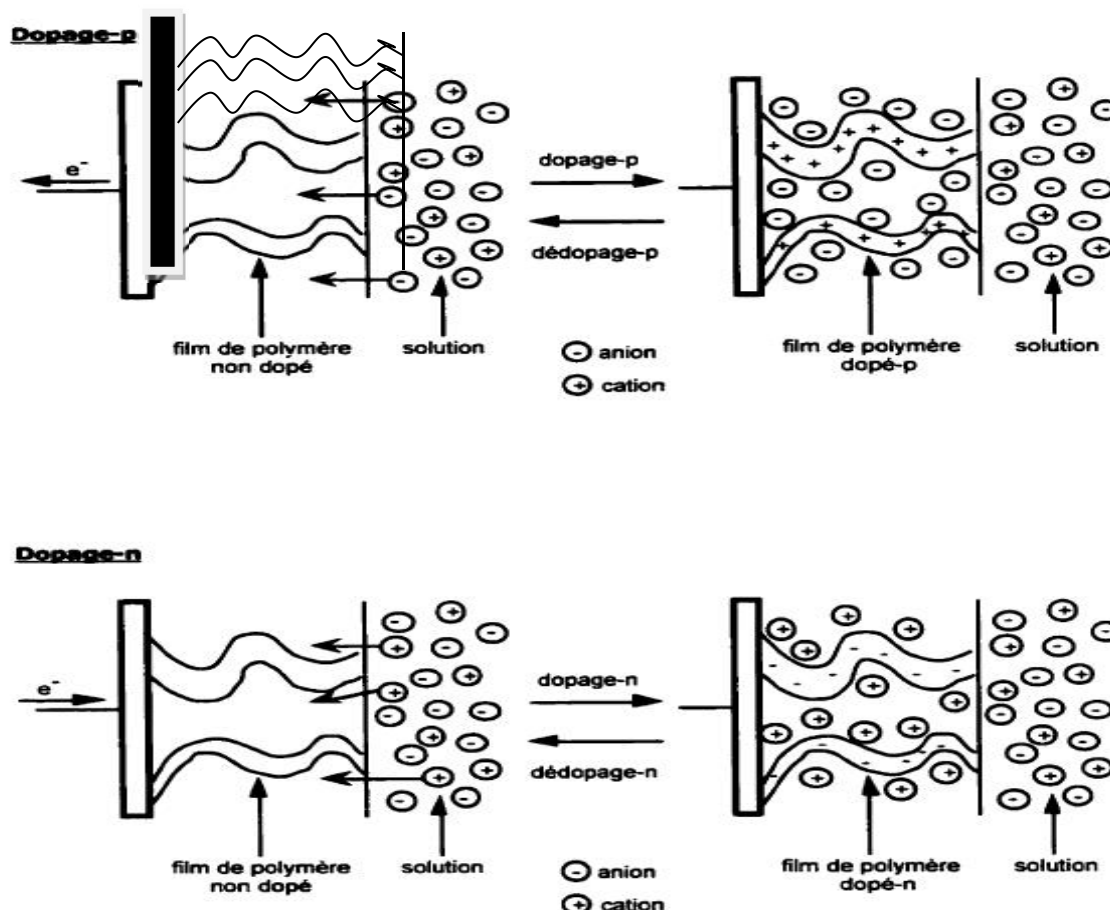


Figure I. 2 : Schéma du processus de charge et décharge d'un polymère conducteur pour le dopage de type p et n.

Les espèces introduites (porteurs de charge) assurent le transport des électrons dans ces matériaux. En fonction des dopants et des taux de dopage on peut observer des transitions isolant-conducteur et même dans certains cas des transitions isolant-métal (Figure II. 3).

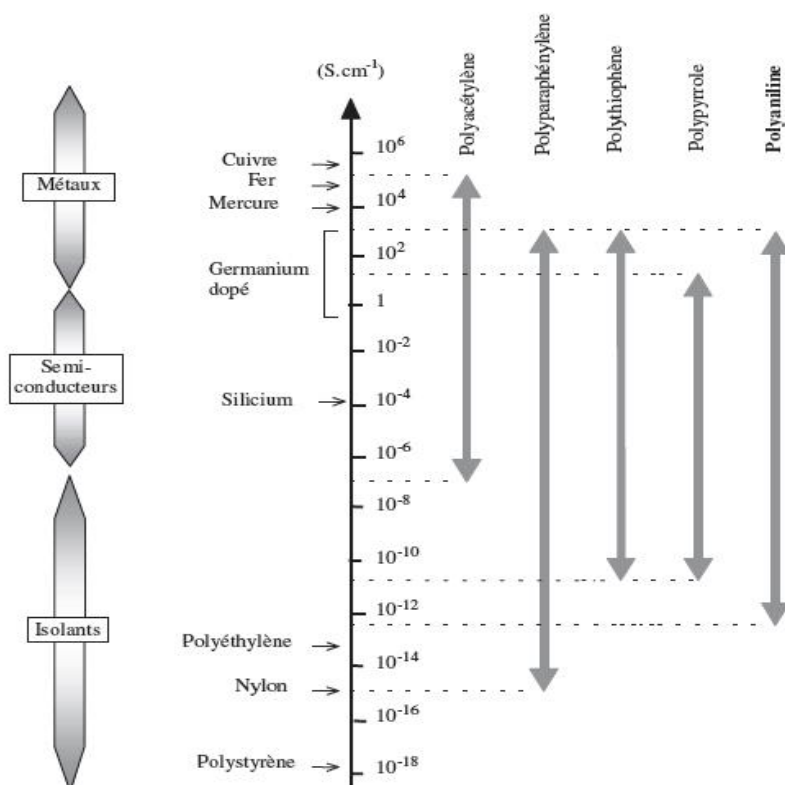


Figure I. 3 : *Comparaison des conductivités des polymères conducteurs avec celles des matériaux « classiques » à 300 K. La variation étendue de conductivité des polymères conducteurs est attribuable à leurs différents niveaux de dopage.*

I.1.5. La polymérisation : synthèse des polymères conducteurs

La synthèse des polymères conducteurs implique l'assemblage de monomères par des réactions d'addition ou de condensation pour former des chaînes polymères. Elle peut se faire par synthèse chimique, où les monomères fonctionnalisés subissent des réactions de condensation pour contrôler la structure du polymère. Alternativement, la synthèse électrochimique [10]. Elle est utilisée pour produire des films uniformes sur des substrats conducteurs, en milieu aqueux ou organique. [11], en oxydant les monomères sous un potentiel anodique appliqué.

Ces méthodes, électrochimique ou chimique oxydante, suivent un processus commun :

- Une étape d'initialisation où les monomères sont oxydés pour former des radicaux réactifs [12],
- Une étape de propagation où ces radicaux réagissent pour former les chaînes polymères [12],

- Une terminaison où la croissance des chaînes est stoppée par réaction avec des espèces en solution (impuretés, solvant, etc.) [12].

I.2. Polyaniline PANI

La polyaniline (PANI) est obtenue par polymérisation oxydative de l'aniline, pouvant être préparée à divers niveaux d'oxydation. [13]. Ce polymère se distingue par sa stabilité, sa facilité de préparation, ainsi que ses propriétés électriques, optiques et électrochimiques uniques. En 1910, Green et Woodhead ont utilisé du persulfate d'ammonium pour synthétiser chimiquement la polyaniline, produisant une poudre vert foncé utilisée comme colorant synthétique dans l'industrie textile. L'électropolymérisation de l'aniline a été décrite avec succès dans les années 1960, [14]. Ce n'est qu'à partir des années 1980 que MacDiarmid a identifié la polyaniline comme un polymère conducteur innovant [15].

La structure de la polyaniline est représentée par la formule illustrée dans la (Figure I.4). Cette structure découle directement de l'oxydation du monomère d'aniline dans des conditions spécifiques [15].

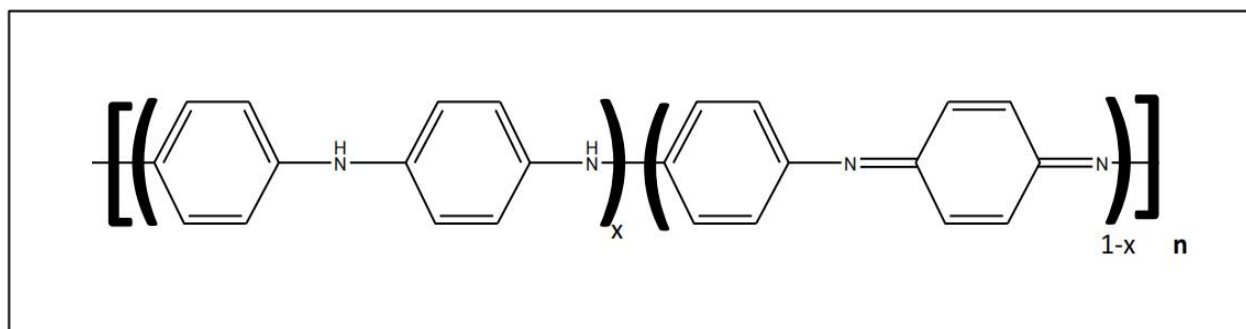


Figure I. 4 : *Structure générale de la polyaniline. La valeur de x définit le degré d'oxydation du polymère [15].*

I.2.1. Mécanisme de polymérisation de l'aniline

Bien que de nombreuses équipes aient étudié le mécanisme de polymérisation de l'aniline, ces processus restent encore largement méconnus à ce jour. La première étape de la polymérisation implique l'oxydation du monomère pour former un cation radical (voir Figure I.5) [15].

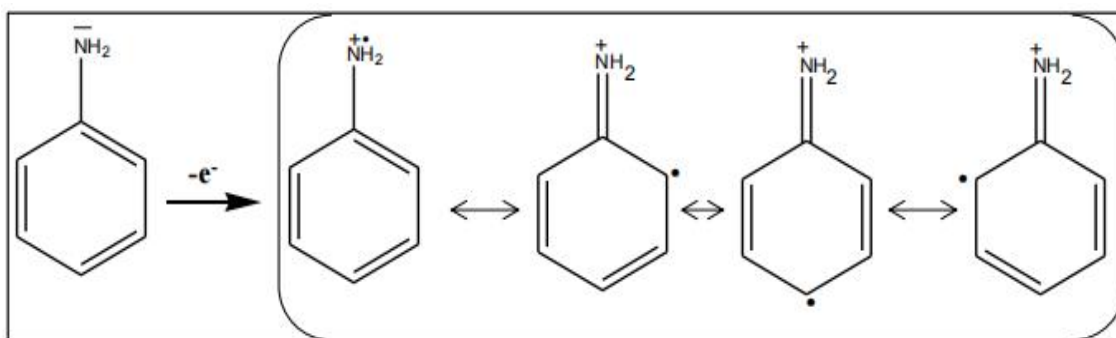


Figure I. 5 : Formation du cation radical de l'aniline.

Dans la suite, deux mécanismes sont proposés :

- le couplage du cation radical formé avec une molécule neutre de l'aniline (Figure I. 6).
- ou le couplage de deux cations radicalux (Figure I. 7).

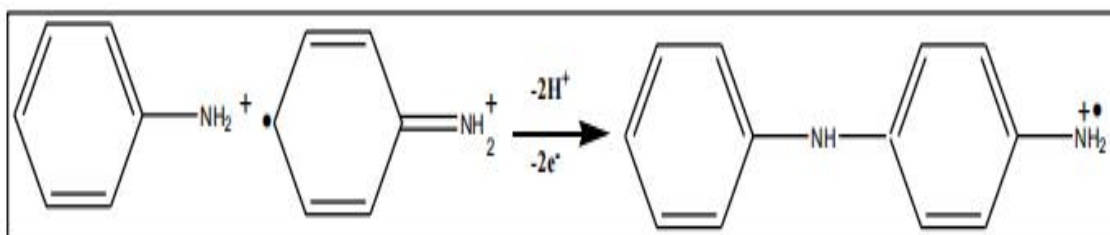


Figure I. 6 : Propagation de la chaîne polymère par couplage cation-radical/aniline.

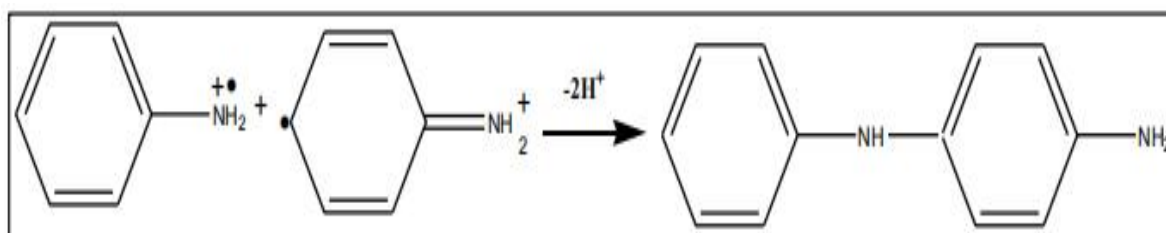


Figure I. 7 : Couplage de deux cations radicalux.

Dans la littérature, le deuxième mécanisme est largement accepté. Pendant l'étape de propagation de la chaîne polymère, le dimère est oxydé en un cation radicalaire, puis il se couple à nouveau avec le cation radicalaire formé par l'oxydation de l'aniline, ou éventuellement avec un autre dimère cationique radicalaire. (Figure I.8). [15].

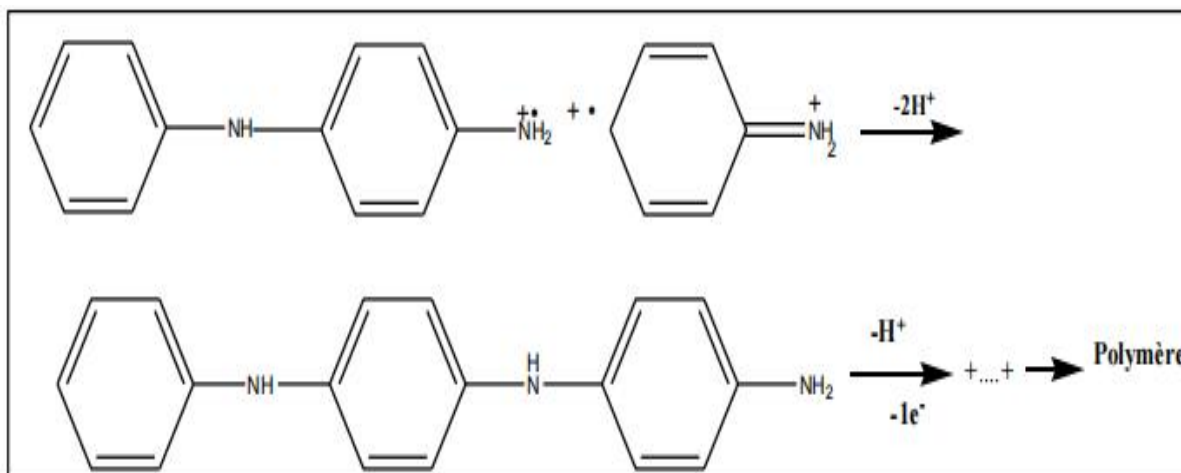


Figure I. 8 : *Propagation de la chaîne polymère de polyaniline.*

Les 3 états principaux de la PANI sont :

- **La leucoéméraldine base** : solide blanc composé entièrement de motifs réduits de type benzène diamine, qui s'oxyde à l'air [9].
- **L'éméraldine base** : forme intermédiaire, solide bleu constitué de 50% de motifs réduits benzène diamine et 50% de motifs oxydés quinone diimine, forme stable de la PANI [17].
- **La pernigraniline** : solide rouge composé entièrement de motifs oxydés quinone diimine, facilement hydrolysé en milieu acide. Il existe également d'autres formes comme la protoéméraldine et la nigraniline [17].

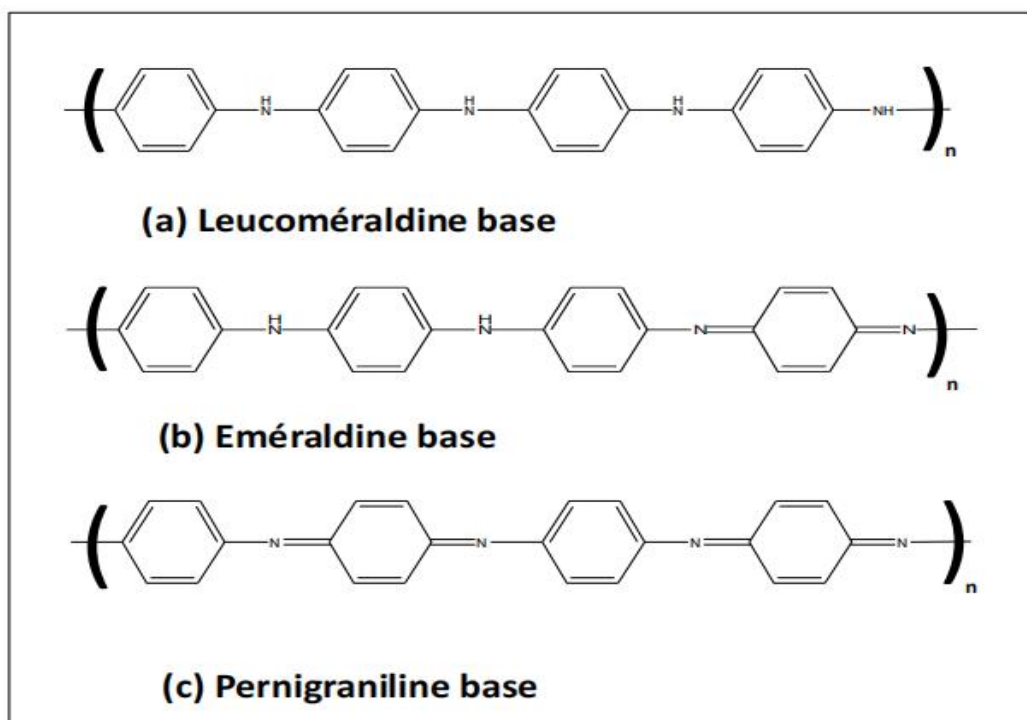


Figure I. 9 : *Différentes formes de la polyaniline base [15].*

I.3 Poly (ortho – méthoxyaniline) (POMA)

L'ortho – méthoxyaniline (OMA) ou encore appelé 1-Amino-2-méthoxybenzène est une aniline substituée où un atome d'hydrogène est remplacé par un groupement méthoxyle (OCH_3) en position ortho. Elle est connue sous le nom commercial de l'ortho – anisidine [9].

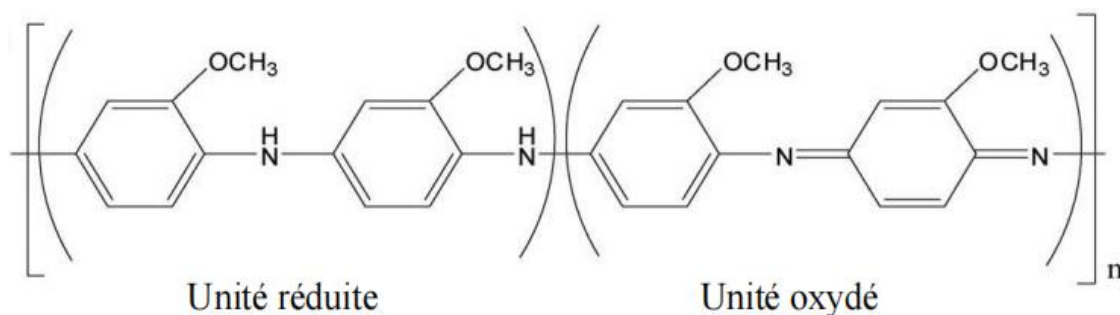


Figure I. 10 : *Le poly (ortho – méthoxyaniline) (POMA) [11]*

Le poly (ortho – methoxyaniline) (POMA) est relativement soluble dans les solvants organiques usuels, surtout quand il est dopé. Ce qui n'est pas le cas de la polyaniline non substituée qui est complètement insoluble. La propriété de solubilisation de la polyaniline substituée vient du fait qu'il y a augmentation de la torsion de l'angle du cycle phényle adjacent, à cause de la déformation exercée par l'encombrement stérique des groupements en position ortho. La première étape d'oxydation de l'OMA peut être décrite par la formation

d'un radical cation en solution. Ce dernier peut ensuite réagir avec un autre radical cation pour former un dimère. Un schéma général de la réaction de polymérisation est donné sur la figure I.11 [9].

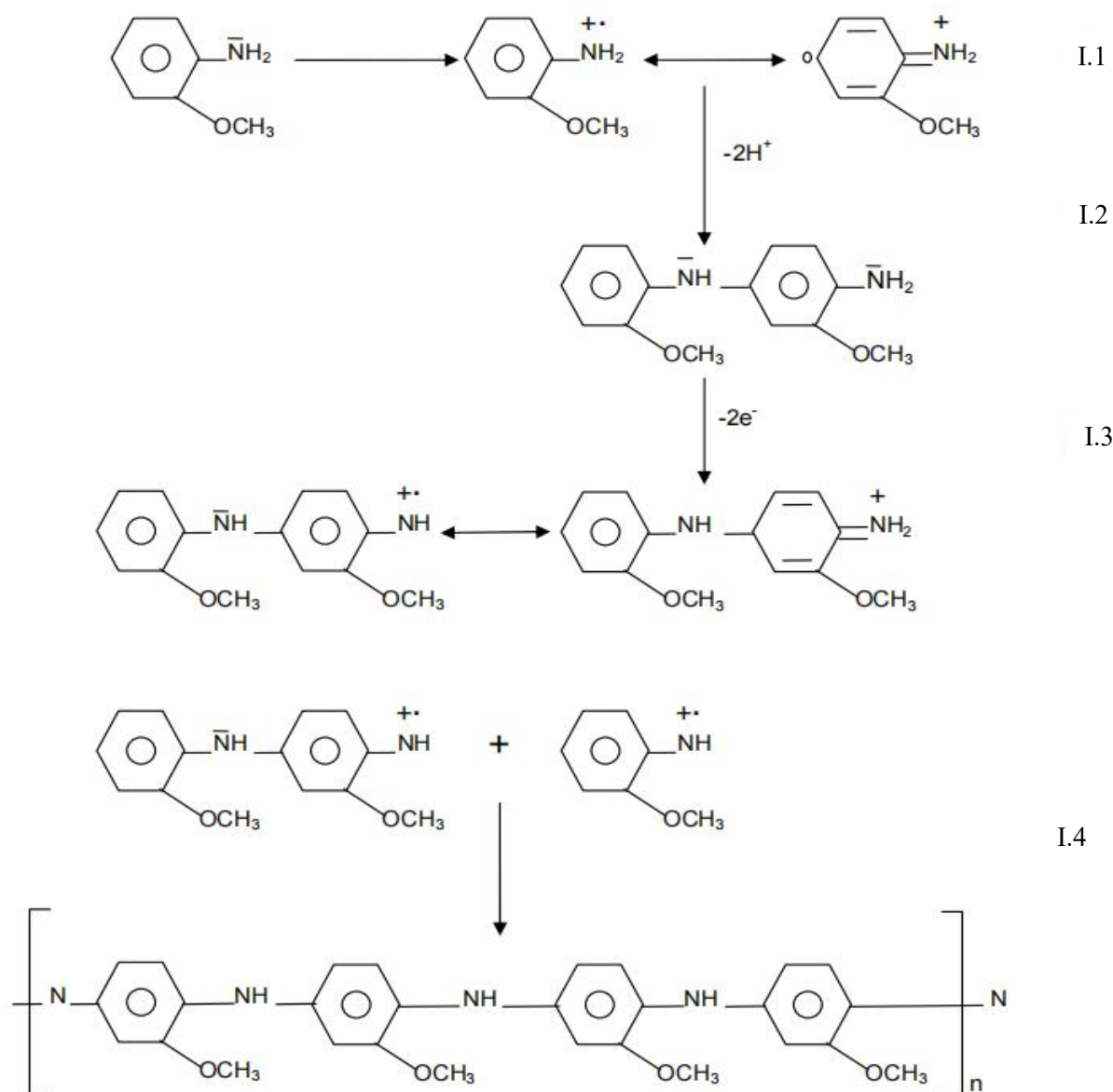


Figure I. 11 : Mécanisme réactionnel de polymérisation de l'OMA [9]

De nombreuses recherches ont été réalisées, se concentrant sur divers objectifs tels que l'optimisation des paramètres de synthèse des copolymères et leurs multiples applications potentielles.

A.P. Srikanth, V. Raman, S. Tamilselvi, S. Nanjundan, N. Rajendran Cet article étudie l'efficacité de films minces de polymères conducteurs, tels que la poly m-toluidine, la poly N-méthyl aniline et leur copolymère PANINMA, pour protéger l'acier au carbone dans du HCl

0,1 M. Il compare également cette efficacité à celle de la polyaniline (PANI). Les revêtements, obtenus par voltampérométrie cyclique, Les revêtements sont attachés et de couleur verte. La vitesse de corrosion et l'efficacité de la protection ont été évaluées à l'aide de mesures de polarisation potentiodynamique, et les revêtements ont été analysés par microscopie électronique à balayage (MEB). Les résultats montrent que ces nouveaux polymères offrent une meilleure protection que le PANI sur l'acier au carbone [18].

À Ozyilmaz, G. Ozyilmaz, Nureddin Colak Des films de poly (aniline-co-o-anisidine) ont été enduits sur des électrodes en laiton Cu – 40 % en utilisant des conditions voltamétriques cycliques dans une solution d'oxalate de sodium avec des monomères d'aniline 0,06 M et d'o-anisidine 0,06 M à des taux de balayage appliqués de 20 et 50. mVs⁻¹. Grâce à cette procédure, la surface des électrodes était clairement recouverte d'une couche de copolymère noir aux caractéristiques homogènes fortement adhérentes. Afin d'évaluer les performances de corrosion des électrodes revêtues de copolymère (CuZn/PANI-co-POA) et non revêtues dans 3,5 % de NaCl, la spectroscopie d'impédance électrochimique AC, les tracés de polarisation anodique et les courbes potentiel-temps en circuit ouvert ont été utilisés. Les films de copolymère ont montré une efficacité de protection significative contre l'attaque d'agents corrosifs et ont réduit considérablement le taux de corrosion du laiton [19].

Ahmed A. Al-Dulaimi, Shahrir Hashim, Lway Faisal Abdulrazak, M. Husham De la polyaniline conductrice (PANI) sous diverses nanostructures a été synthétisée par polymérisation in situ pour protéger l'acier au carbone contre la corrosion. Les performances anticorrosion ont été évaluées par des tests de brouillard salin et d'adhérence selon les normes ASTM B117 et D3359. La PANI a été dopée avec de l'acide phosphorique dans quatre ratios différents, confirmant des nanostructures variées via microscopie électronique à balayage. Les échantillons ont été caractérisés par FTIR, DRX, conductivité électrique et stabilité dans l'éthanol. La PANI a évolué de nanofibres à nanobâtonnets et nanosphères avec des ratios croissants. Le revêtement avec des nanofibres de PANI a montré la meilleure résistance à la corrosion grâce à sa dispersion stable et sa bonne uniformité [20].

Francisco R. Rangel-Olivares, Elsa M. Arce-Estrada, Román Cabrera-Sierra Des nanocomposites de polyaniline (PANI) avec SiO₂, CeO₂ et TiO₂A ont été synthétisés pour créer des revêtements anticorrosion pour l'acier 1018 dans une solution de NaCl 3,5%. Les nanocomposites ont été dispersés dans une résine alkydrique pour une analyse électrochimique. Les analyses ont montré que PANI a une certaine cristallinité et que les

nanoparticules d'oxydes métalliques sont bien intégrées dans la matrice polymère, augmentant sa résistance thermique. Les études ont révélé que les revêtements avec des nanoparticules de TiO₂ offrent les meilleures propriétés anticorrosion [21].

Ali Gharieh, M. Behzadnasab, Akbar Omidvar Cette étude utilise des fibres de polyaniline (PANI) dopées à l'acide AMPS comme agents anticorrosifs pour créer des revêtements écologiques durcissables aux UV. Les fibres PANI ont été synthétisées et caractérisées par plusieurs techniques, puis mélangées à un liant fluoré pour préparer les revêtements. Les interactions et les propriétés des revêtements ont été analysées, montrant que 2 % de fibres PANI dopées à l'AMPS améliore significativement la résistance à la corrosion. Des analyses complémentaires ont confirmé que ces fibres modifient la composition des couches de corrosion, attribuant la protection efficace aux interactions chimiques entre les fibres et le polymère [22].

T.Siva, Prakasam Thirumurugan , P.Jeyanthi , Ananthakumar Ramadoss La copolymérisation de l'aniline avec la p-nitroaniline a été réalisée en milieu acide oxalique, avec le persulfate d'ammonium (APS) comme oxydant. La stabilité thermique du copolymère a été analysée par TGA, et sa structure par spectroscopie FTIR, UV-Vis et XRD. La poly(aniline-co-p-nitroaniline) (PANA) est utilisée comme pigment barrière/rédox dans les revêtements PANA. Une étude anticorrosion a été menée avec une solution de NaCl à 3% pendant 35 jours, montrant que la résistance des revêtements PANA est mille fois supérieure à celle des revêtements époxy purs, selon la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS). La méthode de l'électrode vibrante à balayage (SVET) a révélé les caractéristiques d'auto-guérison des revêtements PANA [23].

Yogesh Sharma, Aruna Solanki, Himani Yadav, N.Shunmuga Kumar Cette étude a porté sur la copolymérisation chimique de l'aniline et de l'ortho nitroaniline en milieu acide, utilisant le persulfate d'ammonium (APS) comme oxydant. La synthèse du PANI et de son copolymère a été suivie d'une caractérisation par FTIR pour évaluer le modèle de liaison. La cristallinité et l'orientation du copolymère ont été déterminées par XRD. La résistance thermique du copolymère a été analysée par TGA. Le poly(aniline-co-o-nitroaniline) synthétique est principalement utilisé comme matériau semi-conducteur dans divers appareils électroniques [24].

I.4. Applications des copolymères

Voici les principales applications des polymères conducteurs :

Tableau I. 2 : *Les applications des copolymères*

Applications	Exemples
Électronique et optoélectronique	<ul style="list-style-type: none"> • Diodes électroluminescentes organiques (OLED) pour écrans plats ultra-fins • Transistors à effet de champ organiques (OFET) • Capteurs chimiques et biologiques • Panneaux solaires organiques • Amplificateurs optiques
Stockage et conversion d'énergie	<ul style="list-style-type: none"> • Batteries rechargeables • Supercondensateurs • Piles à combustible
Blindage électromagnétique	<ul style="list-style-type: none"> • Matériaux composites pour le blindage des ondes électromagnétiques
Emballage antistatique	<ul style="list-style-type: none"> • Polymères conducteurs extrinsèques pour la protection antistatique des emballages
Biomédicale	<ul style="list-style-type: none"> • Électrodes implantables • Prothèses nerveuses • Pansements conducteurs

- Les polymères conducteurs jouent un rôle crucial dans la prévention de la corrosion, en particulier dans les industries où les matériaux métalliques sont exposés à des environnements corrosifs.

I. 5. Phénomène de Corrosion et ces inhibiteurs

I. 5. 1. Notions essentielles sur la corrosion

La corrosion désigne la dégradation spontanée d'un matériau lorsqu'il est exposé à son environnement. Cette définition sous-entend que la corrosion est souvent préjudiciable : elle

altère le matériau ou diminue ses propriétés, le rendant inadéquat pour son utilisation prévue. Toutefois, dans certains cas, la corrosion est souhaitable. Elle permet la décomposition ou l'élimination de nombreux objets abandonnés dans la nature. De plus, certains procédés industriels, tels que l'anodisation de l'aluminium, exploitent la corrosion pour former un revêtement d'oxyde décoratif qui protège le métal contre l'oxydation atmosphérique. En milieu aqueux, le processus de corrosion de l'acier peut être simplifié par deux réactions électrochimiques simultanées [9].

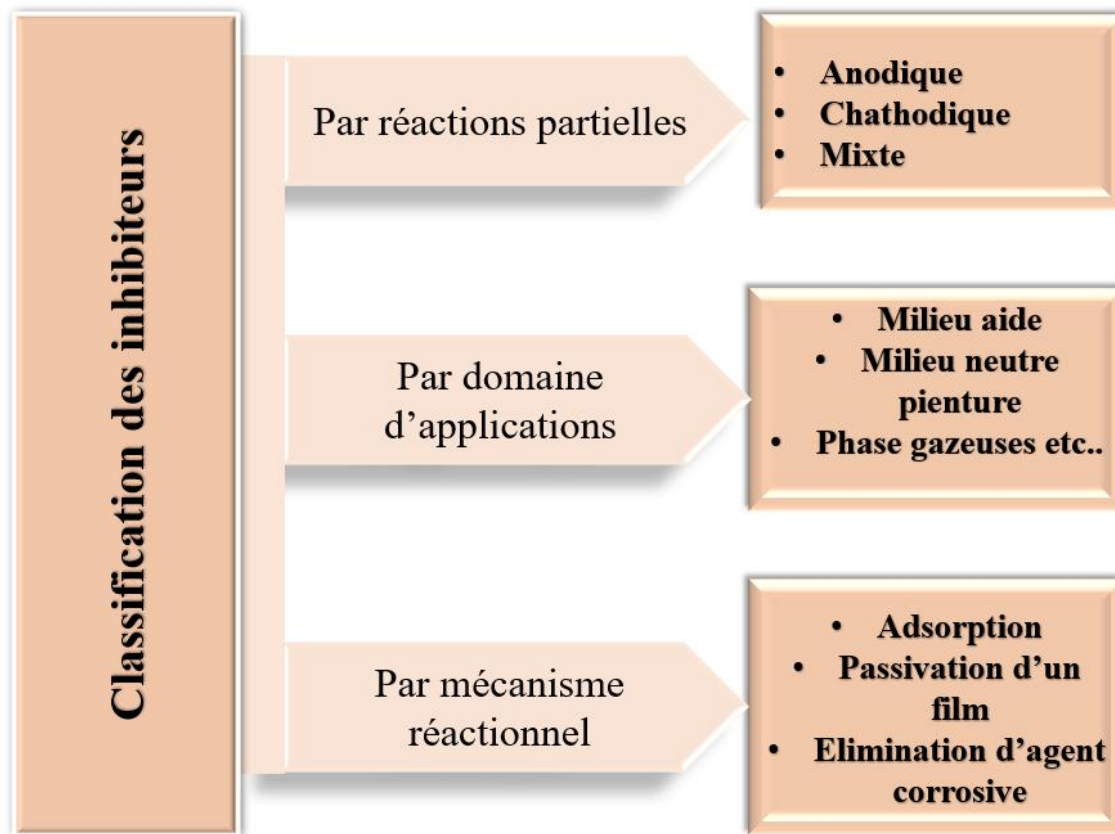
I.5. 2. Prévention de la Corrosion

I. 5. 2. 1. Qu'est-ce qu'un Inhibiteur de Corrosion ?

Les inhibiteurs de corrosion sont des substances chimiques ajoutées en faible concentration dans un environnement corrosif pour ralentir ou stopper le processus de corrosion des métaux qui y sont exposés. Ces produits sont conçus pour minimiser la perte de métal et prolonger la durée de vie des équipements sensibles à la corrosion, tels que les échangeurs de chaleur, les canalisations d'eau recyclée et les équipements de refroidissement industriels. Les inhibiteurs de corrosion agissent en réduisant la vitesse de corrosion tout en ne modifiant pas la concentration des agents corrosifs présents. Ils peuvent être utilisés en combinaison avec d'autres produits tels que des inhibiteurs d'entartrage, des agents de modification du milieu (pH, conductivité) et des biocides, assurant ainsi une protection complète contre la corrosion. Ces solutions sont essentielles pour maintenir la performance optimale des équipements industriels et préserver leur intégrité dans des environnements corrosifs [9].

I. 5. 2. 2. Classification des Inhibiteurs de Corrosion

Il n'y a pas de critères universels pour classer les inhibiteurs. Parmi les classifications possibles, on peut distinguer les inhibiteurs en fonction de :



REFERENCES CHPITRE I

REFERENCES CHPITRE 1

- [1]: H. LETHEBY; J. Chem. Soc. 15 (1962) 161.
- [2]: J. HEINZE; Topics in Current Chemistry. 152 (1990) 1.
- [3]: F. GOPPELSROEDER; Compte Rendu; J. Springer Link. 331 (1976) 1392.
- [4]: H. SHIRAKAWA, E.J LOUIS, A. G. MAC DIARMID, C. K. CHIANG et A. F. HEEGER; J. Chem. Soc. Chem. Commun. (1977) 578.
- [5]: C. K. CHIANG , A. F. HEEGER, Y. W. PARK , H. SHIRAKAWA, E.J. LOUIS, A.G. MAC. DIARMID; J.Chem. Phys. 69 (1978) 5098.
- [6]: A. F. DIAZ, K. K. NANAZAWA et G. P. GARDINI; J. Chem. Soc. Chem. Commun. (1979) 635.
- [7]: G. TOURILION et F. GARNIER; J. Electroanal. Chem.135 (1982) 173.
- [8] Thèse d'ingénieur « Etude des cellules solaires à base des matériaux organiques » U.M.M.T
- [9] M^{lle} BRINIS.N << Application des polymères conducteurs à l'inhibition de la corrosion de l'acier: Synthèse d'inhibiteurs solubles et élaboration de revêtements auto-cicatrisants >>. Université Abderrahmane Mira – Béjaïa. 2009.
- [10] *MOUZALI dit.* (2024). récupéré le 28 mai 2024 sur mmagister.univ-setif.dz
- [11] (PDF) *Nanocomposites organiques/inorganiques.* (2024). récupéré le 28 mai 2024 sur www.researchgate.net
- [12] *CES.* (2024). récupéré le 28 mai 2024 sur core.ac.uk/download/pdf/12095254.pdf
- [13] <https://theses.hal.science/tel-00596089v2/document>
- [14] Mohilner, D.M.; Adams, R.N.; Argersinger, W.J. Investigation of the Kinetics and Mechanism of the Anodic Oxidation of Aniline in Aqueous Sulfuric Acid Solution at a Platinum Electrode. *J. Am. Chem. Soc.*, **1962**, 84, 3618–3622.

- [15] HARFOUCHEN. N, These << Electrodeposition de revêtements composites à base de polyaniline pour des applications de batterie Lithium-ion et de protection contre la corrosion >> Université Setif, 2016.
- [16] J.E. de Albuquerque, L.H.C. Mattoso, R.M. Faria, J.G. Masters, A.G. MacDiarmid; « Study of the interconversion of polyaniline oxidation states by optical absorption spectroscopy »; Synt. Met., 146 (2004) 1.
- [17] Luiz H. C. Mattoso, Alan G. MacDiarmid ; « Polyanilines, oxydation states »; The Polymeric Materials Encyclopedia, 1996 CRC Press, Inc.
- [18] A.P. Srikanth,V. Raman,S. Tamilselvi,S. Nanjundan,N. Rajendran << Electropolymerization and corrosion protection of polyaniline and its copolymer on carbon steel >> Emerald Group Publishing Limited of Anna University Vol. 55, Iss: 1, pp 3-9 11 Jan 2008
- [19] - A. T. Ozyilmaz, G. Ozyilmaz, Nureddin Çolak << Electrochemical synthesis of poly (aniline-co-o-anisidine) coatings on brass : corrosion protection properties >> Corrosion Engineering Science and Technology Vol. 44, Iss: 1, pp 12-19 . 01 Jan 2008
- [20] Ahmed A. Al-Dulaimi, Shahrir Hashim, Lway Faisal Abdulrazak, M. Husham << Electrical conductive polyaniline in various nanostructures for corrosion inhibition of carbon steel >> Journal of Mechanical Engineering of Universiti Malaysia Pahang Publishing . Vol. 12, Iss: 2, pp 3738-3749 . 30 Jun 2018
- [21] Francisco R. Rangel-Olivares, Elsa M. Arce-Estrada, Román Cabrera-Sierra << Synthesis and Characterization of Polyaniline-Based Polymer Nanocomposites as Anti-Corrosion Coatings >> Multidisciplinary Digital Publishing Institute . Vol. 11, Iss: 6, pp 653 . 29 May 2021
- [22] Ali Gharieh, M. Behzadnasab, Akbar Omidvar << Eco-Friendly AMPS-Doped Polyaniline/Urethane-Methacrylate Coating as a Corrosion Protection Coating: Electrochemical, Surface, Theoretical, and Thermodynamic Studies. >> . 31 Mar 2023
- [23] T. Siva, Prakasam Thirumurugan, P. Jeyanthi, Ananthakumar Ramadoss, Results in surfaces and interfaces << Synthesis and characterization of poly (aniline-co-p-nitroaniline) (PANA) and its corrosion-resistant properties against corrosive media >> Vol. 8, pp 100069-100069 . 01 Jul 2022.

[24] Yogesh Kumar Sharma, Aruna Solanki, himani yadav and Nitin Kumar << A Comparative Study of PANI and It's Copolymer Poly(aniline-co-o-nitroaniline). Department of Chemistry, UCOS, MLSU, Udaipur, Rajasthan, India. : April 17, 2023.

Chapitre II:
Méthodes et Matériel de
Caractérisation

Chapitre II : méthodes et Matériel de Caractérisation

Dans ce travail, nous aborderons la polymérisation de copolymère l'aniline et lo-Méthoxyaniline, utilisant la méthode de polymérisation (oxydation chimique) sous et sans effet de magnétisme. A cette fin, Dans ce chapitre, nous décrivons les propriétés des produits chimiques utilisés lors de la synthèse. Nous présentons également les différentes méthodes et techniques expérimentales employées, telles que la spectroscopie UV-visible et la spectroscopie infrarouge FT-IR et Diffraction des rayons X, ces méthodes sont utilisées pour caractériser de poudre copolymère conducteur synthétique et l'étude d'inhibition de notre copolymère sur l'acier en carbone dans des milieux corrosifs (NaCl 3% et HCl 1M).

II. 1. Produits utilisés

Tableau II. 1: Liste des réactifs utilisés

Propriétés Réactifs	Formule générale	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Densité (g/cm ³)
Aniline	C ₆ H ₅ NH ₂	93,13	99,5	1,022
Persulfate d'ammonium	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈	228,19	98	1,98
Acide chlorhydrique	HCl	36,46	35	1,18
Poly(ortho-méthoxyaniline)	C ₇ H ₇ NH ₂ O	123,16	98	1,2316
DMSO (Diméthyle sulfoxide)	C ₂ H ₆ OS	78,13	99	1,101
chlorure de sodium	NaCl	58	99,9	2,16
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	35	1.18

II. 2. Matériel utilisé

- Agitateur magnétique ;
- Bêchers ;
- Fioles de 100 ml ;
- Agitateur à tige ;
- Agitateur Homogénéisateur à hélice ;
- Balance de précision ;
- Papier filtre ;
- Verres montre ;
- Spatule ;

- Barreaux magnétiques ;
- Pompe à vide ;
- PH-mètre ;
- Dispositif de magnétisme var de figure II-4 ;

II. 3. Synthèse de copolymère (PANI + POMA) par oxydation chimique

II. 3.1. Préparation de solution

Dans un bécher contenant 100 ml d'acide chlorhydrique (HCl) [0.2M - 1.65ml], on dissout le persulfate d'ammonium $\text{NH}_4\text{S}_2\text{O}_8$ [0.1M - 2.33g] on la dépose sous l'agitation environ 5 min puis on ajoute en même temps l'aniline ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$) [0.1M - 0,92ml] et l'anisidine ($\text{C}_7\text{H}_7\text{NH}_2\text{O}$) [0,1M - 1.15]

- **Préparation d'une solution d'HCL 0.2 M**

On prépare une solution fille à 0.2M dans 100ml à partir de la solution mère à 12.10M, en calculant le volume à prélever (1.65ml) par la loi de dilution :

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \quad \longrightarrow \quad V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1} \quad (\text{II-1})$$

C_1 : concentration de la solution mère d'HCL (M)

V_1 : volume d'HCL à prélever (ml)

C_2 : concentration de la solution fille d'HCL (M)

V_2 : volume de la solution à préparer

- **Préparation d'une solution de persulfate d'ammonium à 0.1M dans une solution d'HCL à 0.2M**

Dans la solution d'HCL préparée précédemment, on dissout une masse de 2.33g d'oxydant calculée par la formule suivante :

$$C \cdot V = \frac{m}{M} \times P \quad (\text{II-2})$$

Avec :

C : concentration de la solution à préparer (M) ;

V : volume de la solution à préparer (ml) ;

m : masse de l'oxydant à peser (g) ;

P : pureté du produit.

M : Masse molaire de l'oxydant (g/mol)

❖ Volumes des monomères aniline et orthométhoxyaniline

On a deux solutions aniline et orthométhoxyaniline sont pures à 99.5% et 98 % respectivement, on veut calculer le volume de 0.1 mol pour les deux solutions. On trouve $V_{\text{PANI}} = 0.92$ ml et $V_{\text{POMA}} = 1.15$ ml par l'utilisation de l'équation (II-2) et (II-3).

$$\rho = m \cdot V \quad (\text{II-3})$$

II. 4. Synthèse du copolymère (PANI + POMA)

II.4.1. Polymérisation par oxydation chimique

- D'abord, on prépare le milieu de synthèse par la dissolution de 2.33 g persulfate d'ammonium dans 100 ml d'HCL [0.2M] ;



Figure II. 1 : Préparation du milieu de synthèse.

- Une fois le persulfate d'ammonium complètement dissous dans la solution de HCL, On ajoute 0,92 ml de PANI et 1,15 ml de POMA. Puis, on laisse la solution sous agitation pendant 2 heures.

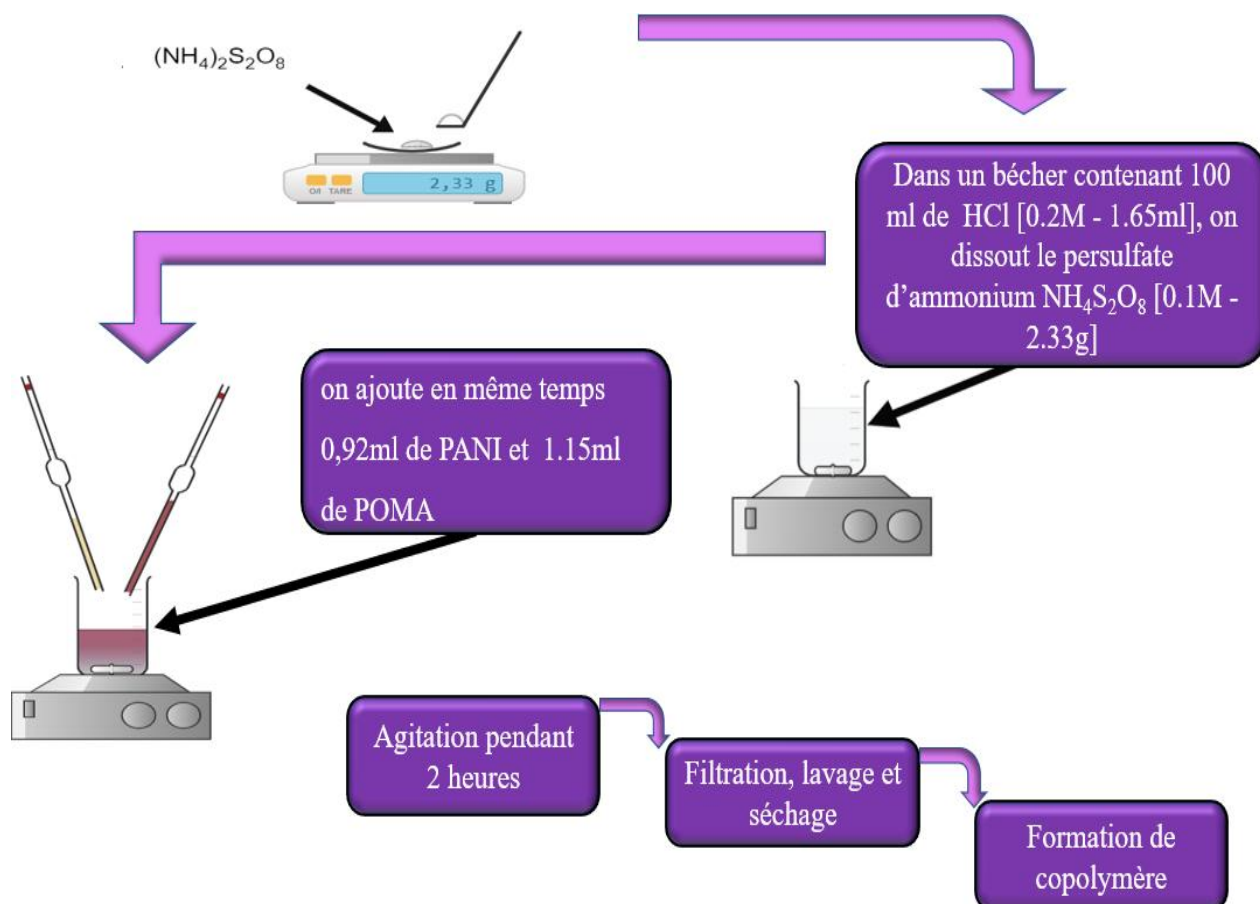


Figure II. 2 : Schéma de la synthèse chimique par copolymérisation



Figure II. 3 : Polymérisation par oxydation chimique de PANI et POMA.

Après 2 heures d'agitation, on fait une filtration sous vide, puis lavée avec de l'eau distillée pour éliminer les traces de copolymère et d'agent oxydant.

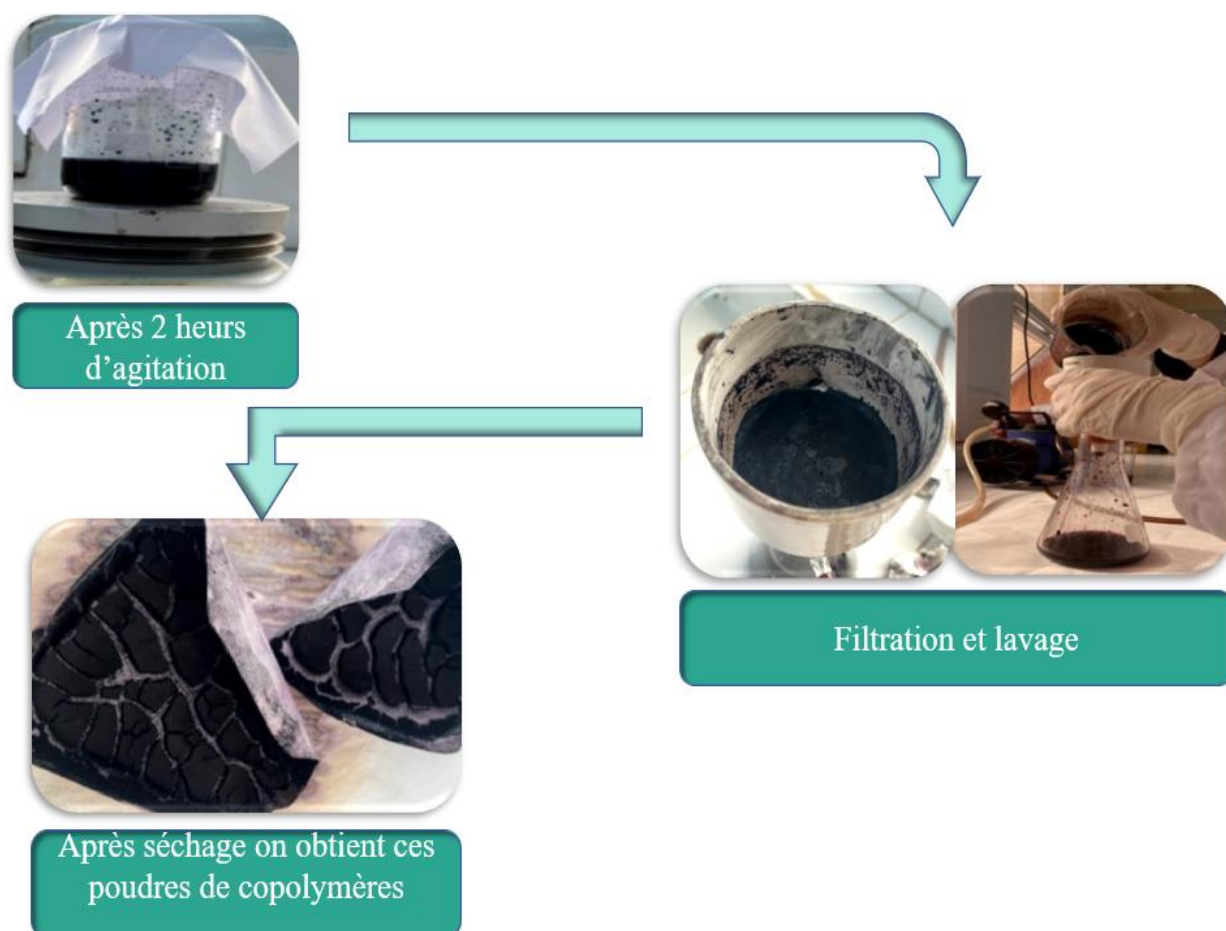


Figure II. 4 : *Filtration, lavage et séchage des copolymères.*

II. 5. Synthèse du copolymère sous l'effet de magnétisme

Pour étudier l'effet du magnétisme sur les copolymères, une configuration expérimentale a été établie. Il se compose d'une bobine de fil de cuivre reliée à un multimètre et à un générateur CC. Dans le cas d'une polymérisation chimique oxydante, des agitateurs à hélice sont également utilisés.

L'expérience se base sur l'application d'un champ électromagnétique variable au milieu synthétique, dans le but d'étudier l'impact de la force magnétique sur la réaction de polymérisation. En utilisant les mêmes solutions préparées précédemment, le mélange est placé dans un bécher qui est ensuite inséré dans le dispositif magnétique illustré dans la figure II.4. Le courant traversant le solénoïde a été modifié, avec des valeurs de 0,5 A, 1 A, 1,5 A, 2 A et 2,5 A.

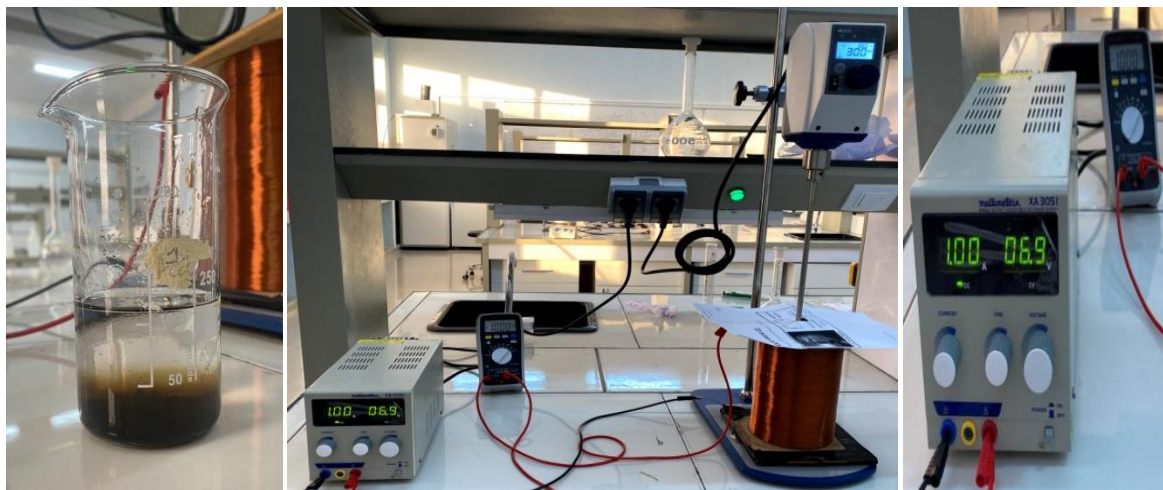


Figure II. 5 : *Le dispositif électromagnétique utilisé pour étudier l'effet du champ magnétique sur la réaction de polymérisation.*

II. 6. Caractérisation des copolymères synthétisés

II. 6. 1. Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse chimique qui utilise l'interaction entre la lumière infrarouge et des substances. Il permet d'identifier et de caractériser les liaisons chimiques présentes dans l'échantillon [1].

La spectroscopie infrarouge exploite l'absorption du rayonnement électromagnétique par un échantillon, avec une bande d'absorption comprise entre 4000 et 400 cm^{-1} (gamme infrarouge moyen). Les observations résultant d'interactions entre faisceaux incidents liaisons chimiques qui vibrent à une fréquence égale à la fréquence du faisceau incident. L'absorption permet donc de déduire la nature des liaisons et des groupes fonctionnels du composé détecté.



Figure II. 6 : *Spectrophotomètre infrarouge JASCO FT-4200.*

II. 6. 2. Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis) est une technique analytique extrêmement polyvalente et populaire qui peut détecter presque toutes les molécules. Il s'agit de faire passer la lumière UV-visible à travers un échantillon et de mesurer la transmission lumineuse de cet échantillon. Il s'agit d'une méthode d'analyse structurale conçue pour mesurer des composés dont les structures sont connues. Il révèle la nature des liaisons entre les atomes des molécules et identifie les groupes fonctionnels.

Pour les solutions, les résultats quantitatifs des mesures d'absorption en spectroscopie optique UV ou IR sont exprimés par la loi de Beer-Lambert pour un rayonnement monochromatique à condition qu'il n'y ait qu'une seule substance présente absorbant ce rayonnement. Cette loi est définie comme suit :

$$I = I_0 * \exp(-KLC) \quad (\text{II. 4})$$

Avec ;

I_0 : intensité de la radiation incidente ;

K : coefficient molaire d'absorption caractéristique de la molécule pour une longueur d'onde donnée ;

L : longueur des trajets optiques (cm) ;

C : concentration de la solution en mol/dm³ ;

A partir de cette loi sont définies deux grandeurs caractérisant l'intensité de l'absorption :

- La transmission T

$$T = \frac{I}{I_0} (\%) \quad (\text{II.5})$$

- L'absorbance A

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \log \frac{1}{T} \quad (\text{II.6})$$

La loi de Beer-Lambert devient alors :

$$A = \epsilon LC \quad (\text{II.7})$$

Avec ε coefficient d'absorbance.

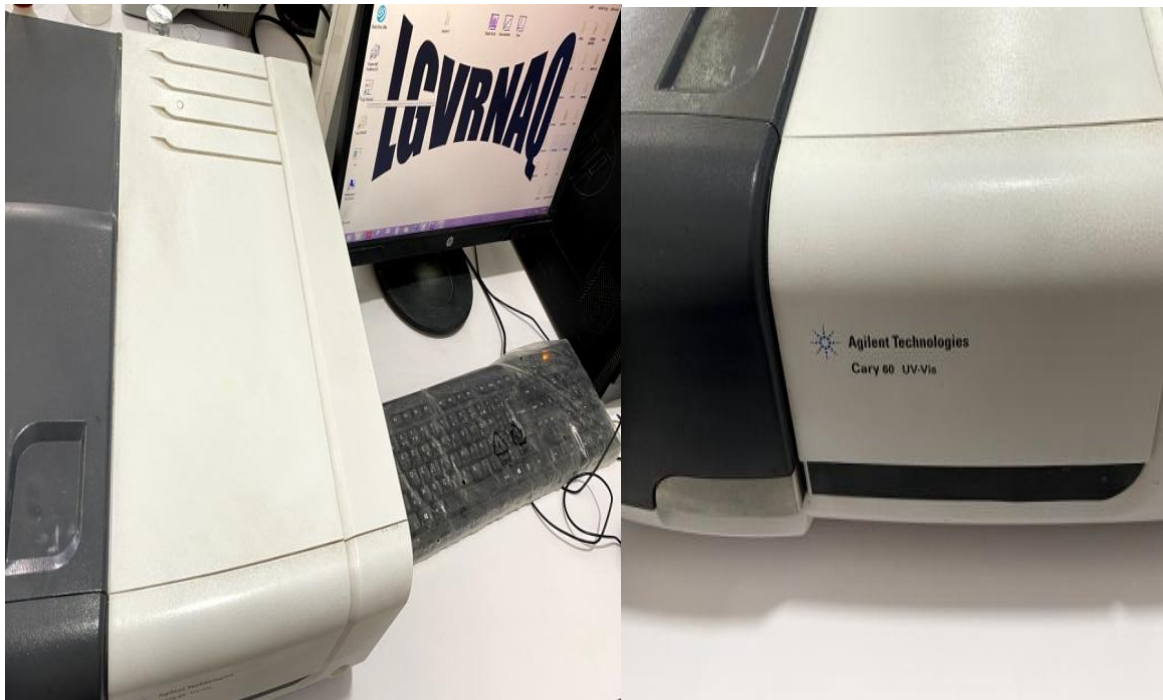


Figure II. 7 : *Spectrophotomètre Ultraviolet-Visible Agilent Technologies Cary 60*

II. 6. 3. Diffraction des rayons X

La technique d'analyse par diffraction de rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. La diffraction résultante aboutit à l'obtention d'un diffractogramme et permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction [2].

L'appareillage utilisé pour notre étude est un Proto Manufacturing équipé d'un tube à anticathode en cuivre, d'un PDS pass (programme divergence Slit) et d'un programme antiscatér Slit, ainsi que d'une plateforme Spinner. Les conditions opérationnelles comprennent une tension de 40 kV et un courant de 40 mA. L'objectif des analyses par diffraction des rayons X (DRX) est d'évaluer le degré de cristallinité des poudres des copolymères conducteurs synthétisés ainsi que d'analyser les aciers immergés dans différents milieux corrosifs.

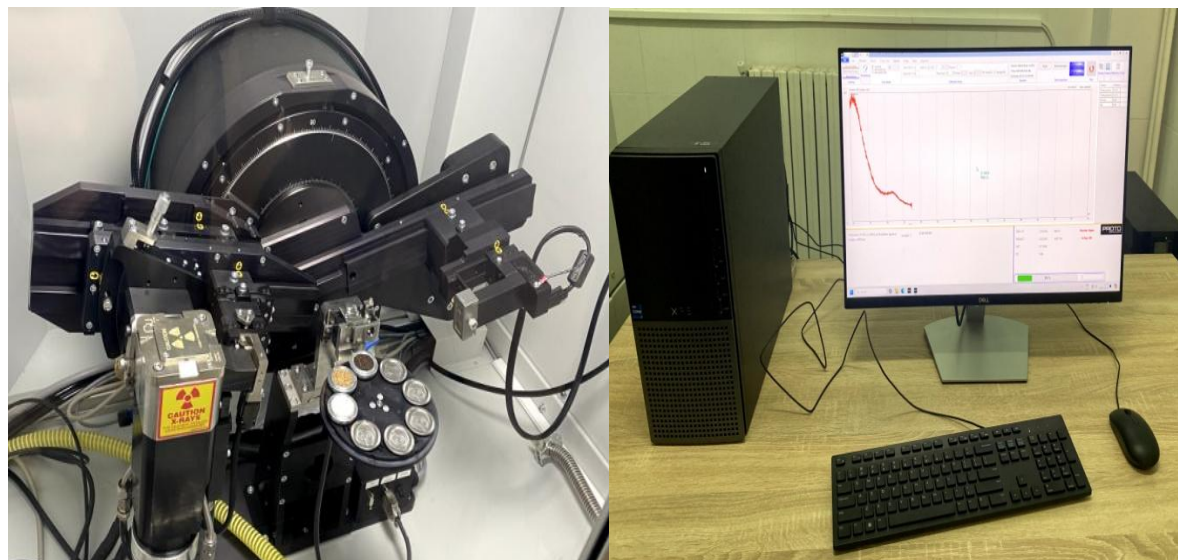


Figure II. 8 : Spectres DRX Proto Manufacturing utiliser pour la poudre de copolymère

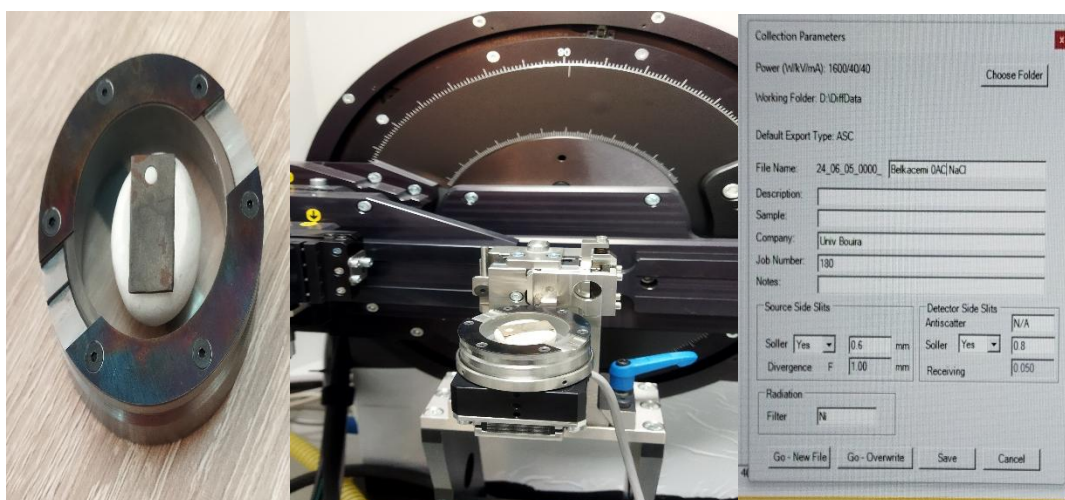


Figure II. 9 : Spectres DRX Proto Manufacturing utiliser pour les aciers avant et après la corrosion (avec et sans inhibiteurs)

II. 6. 4. Étude gravimétrique

L'étude gravimétrique est une méthode d'évaluation de la corrosion qui consiste à mesurer la perte de masse d'un matériau après exposition à un environnement corrosif. Cette technique implique les étapes suivantes :

1. **Préparation de l'échantillon** : Nettoyage, séchage et pesée initiale du matériau.
2. **Immersion** : Exposition de l'échantillon dans une solution corrosive pendant une période déterminée à température constante.

3. **Nettoyage post-immersion** : Élimination des produits de corrosion, séchage et pesée finale de l'échantillon.
4. **Calcul de la perte de masse** : Détermination de la différence de masse avant et après l'exposition pour calculer la vitesse de corrosion.

Bien qu'elle fournisse des mesures précises de la perte de masse, cette méthode est destructrice et donne une vitesse de corrosion moyenne sur la durée de l'essai, contrairement aux méthodes électrochimiques qui fournissent des vitesses instantanées.









II. 7 Préparation du milieu corrosif

II.7 .1 Echantillon

Les aciers au carbone sont des alliages de fer et de carbone (0,05 à 2,1 % de C), avec peu d'éléments d'alliage. Ils se classent en aciers à faible, moyenne et haute teneur en carbone. Les aciers à faible teneur sont malléables et peu coûteux, utilisés pour des pièces variées. Ceux à haute teneur sont rigides et résistants à l'usure, pour des applications comme les ressorts et outils. Sensibles à la rouille, ils peuvent être protégés par des revêtements ou en étant alliés à d'autres éléments comme le chrome. L'acier inoxydable, plus résistant à la corrosion mais plus cher, contient principalement du chrome et du nickel.

Les dimensions des aciers utilisés dans cette étude sont données dans le tableau suivant ;

Tableau II. 2 : Les dimensions des aciers utilisés dans cette étude

N°échantillons	1	2	3	4	5	6	7	8
Les dimensions								
Largeurs	0,975	0,925	0,975	0,925	0,975	1,05	0,975	0,99
Longueur	2,05	2,1	2	2,05	2,07	2,05	2,05	2,05
Surface	4,5975	4,485	4,5	4,3925	4,6365	4,905	4,5975	4,659

II. 7. 2 Choix des composants

Afin d'évaluer l'efficacité des revêtements polymères développés dans cette étude pour protéger les aciers contre la corrosion, un milieu corrosif modèle a été préparé. Le diméthylsulfoxyde (DMSO) a été sélectionné comme solvant en raison de sa capacité à solubiliser une large gamme de composés organiques. Un copolymère conducteur à base de polyaniline (PANI) et de poly (o-méthoxyaniline) (POMA) a été choisi comme additif pour accentuer les propriétés corrosives du milieu.

II. 7. 3 Étude de la perte de masse

Pour initier notre expérience, 10 mg de la poudre du copolymère ont été soigneusement pesés et transférés dans des pycnomètres. Par la suite, 10 ml de DMSO ont été ajoutés aux pycnomètres contenant le copolymère, suivis d'une agitation pour assurer une dispersion homogène. Les pycnomètres ont ensuite été laissés en repos. À partir de la solution ainsi préparée, deux solutions distinctes ont été élaborées avec des concentrations de 5 ppm et 50 ppm respectivement.

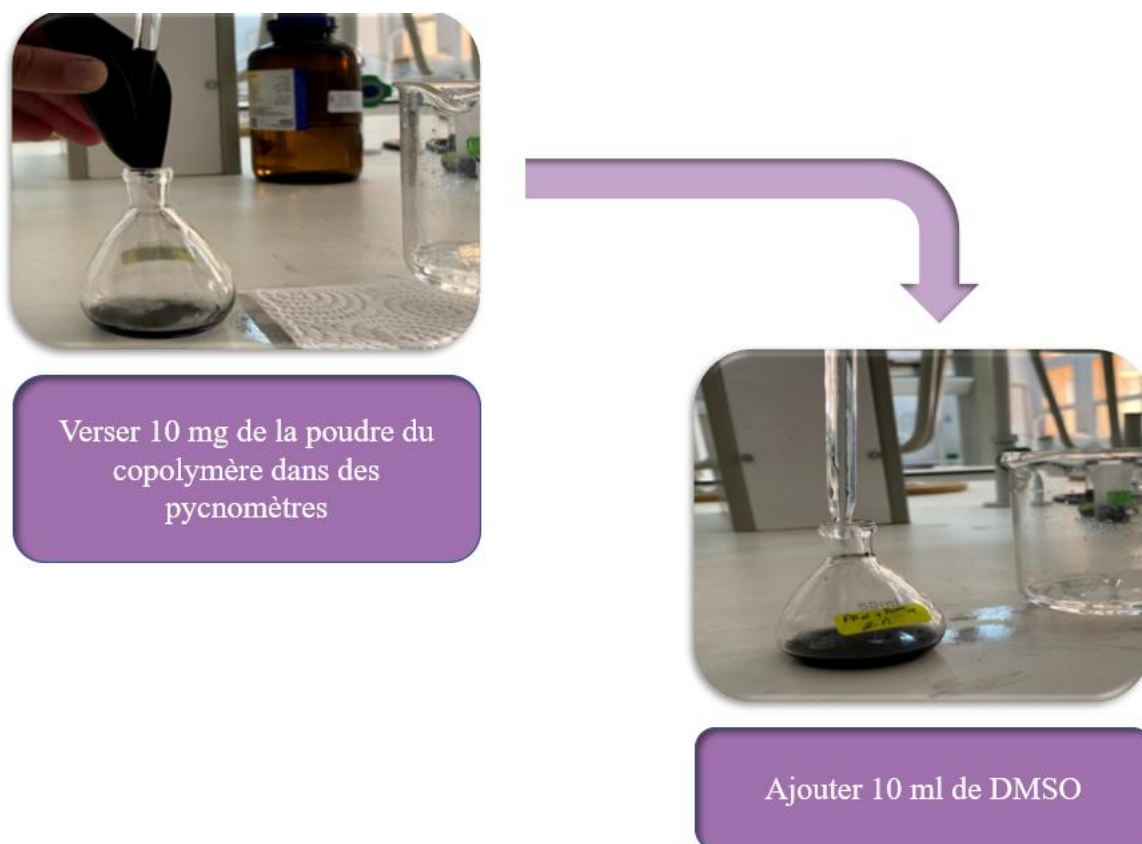


Figure II. 10 : préparation de la solution mère

➤ **1^{er} cas concentration 5 ppm**

On a préparé 6 échantillons de concentration de 5 ppm dans NaCl 3% d'un PH = 6.16



Figure II. 11 : *préparation de milieux acide Na Cl 3%*

➤ **2^{ème} cas concentration 50 ppm**

On a préparé 3 échantillons de concentration de 50 ppm dans NaCL 3% d'un PH = 6.16 et 3 autres échantillons dans HCl 1M.

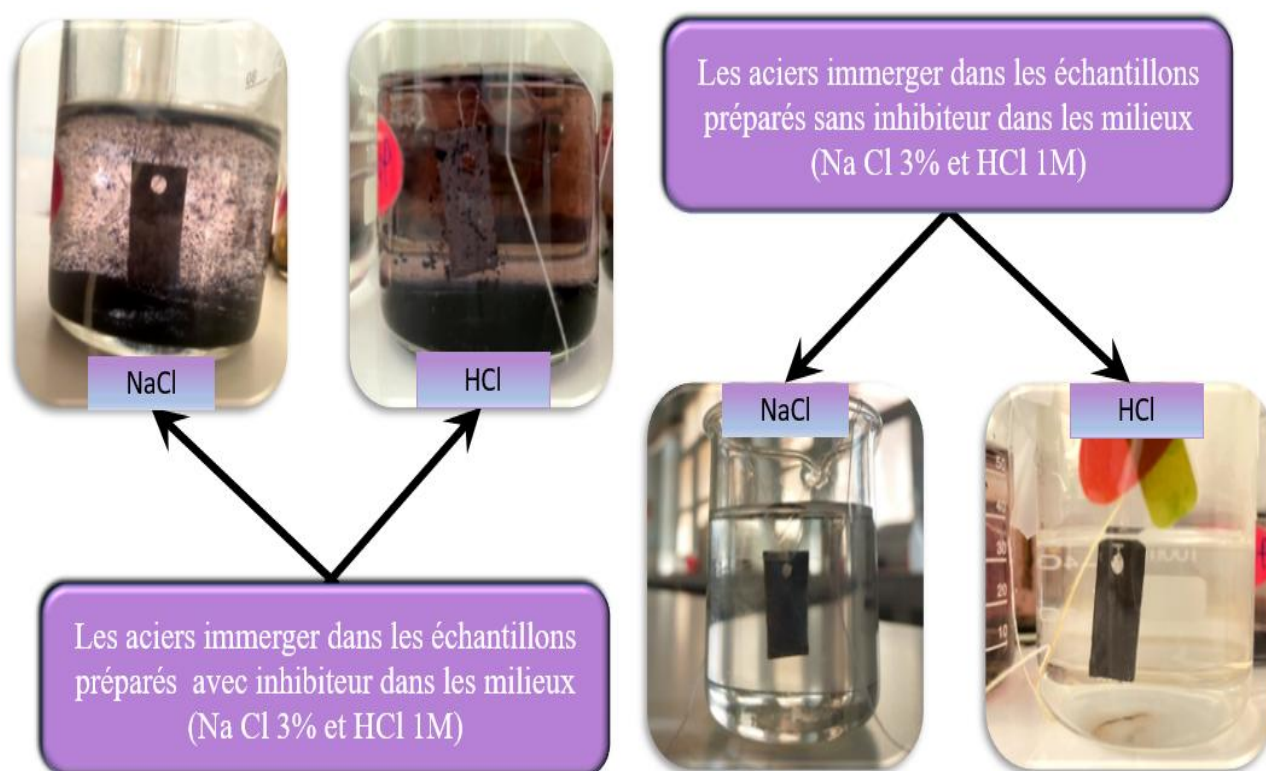


Figure II. 12 : *Les aciers immergés dans les différents milieux corrosifs Na Cl 3% et HCl 1M avec et sans inhibiteur avant corrosion*

REFERENCES CHPITRE II

REFERENCES CHPITRE II

- [1] Guide de la spectroscopie IRTF. (2024). récupéré le 4 juin 2024 sur www.bruker.com
- [2] M^{lle} BRINIS.N << Application des polymères conducteurs à l'inhibition de la corrosion de l'acier : Synthèse d'inhibiteurs solubles et élaboration de revêtements auto-cicatrisants >>. Université Abderrahmane Mira – Béjaïa. 2009.

Chapitre III :

Résultats et discussions

Chapitre III : Résultats et discussions

Ce chapitre fournit une analyse détaillée des résultats obtenus par diverses techniques d'analyse spectroscopique pour évaluer l'efficacité des inhibiteurs sur l'acier dans des environnements corrosifs. Les techniques utilisées comprennent la spectroscopie infrarouge (IR), la spectroscopie ultraviolette-visible (UV-vis), la diffraction des rayons X (XRD) et l'analyse gravimétrique. Ces méthodes permettent la caractérisation des copolymères polyaniline (PANI) et poly(o-méthoxyaniline) (POMA) et leur efficacité en tant qu'inhibiteurs de corrosion dans des solutions de NaCl 3 % et de HCl 1 M.

III.1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique essentielle dans la caractérisation des copolymères de polyaniline (PANI) et de poly(o-méthoxyaniline) (POMA). En identifiant les bandes d'absorption spécifiques des liaisons chimiques présentes dans ces polymères, elle permet de comprendre leur structure et leur composition. En détectant les vibrations moléculaires et les groupements fonctionnels caractéristiques

Ainsi, les copolymères synthétisés sont analysés à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier de type JASCO FT-4200,

Le spectre de la poudre du copolymère, sont présenté dans la figure ci-dessous :

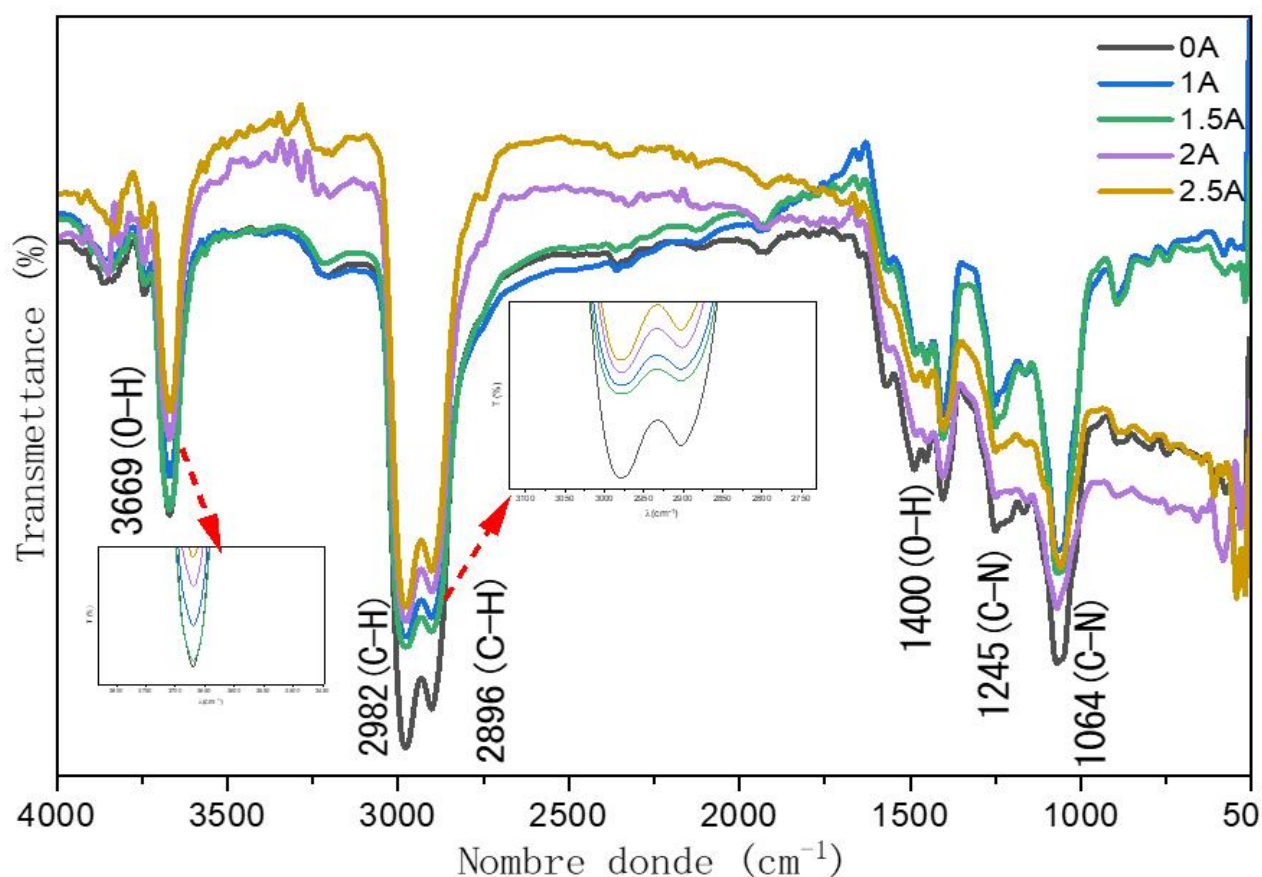


Figure III. 1: Spectre infrarouge de la poudre du copolymère synthétisée par oxydation chimique sans magnétisme (0A) et sous magnétisme (0.5A jusqu'à 2,5A).

Tableau III. 1: Attribution des bandes d'absorption des spectres infrarouge de la poudre du copolymère

Bandes d'absorption (cm)	Attributions
1020-1220	<ul style="list-style-type: none"> Vibration de valence de liaison C-N
1230-1300	<ul style="list-style-type: none"> Vibration de valence de liaison C-N de l'amine secondaire
1260-1410	<ul style="list-style-type: none"> Vibration de déformation de liaison O-H
3669	<ul style="list-style-type: none"> Vibration de valence de O-H non liée et N-H des amines primaires

2977-2898	• Vibrations d'élongation des liaisons C-H insaturées
2850-2970	• Vibration de valence de liaison C-H

D'après l'analyse Infra Rouge, on constate que les différents spectres présentent toutes les bandes d'absorption caractérisant leurs structures et correspondantes aux différentes vibrations de valence et de déformation des liaisons : C-N, C-H, C-H insaturées, O-H non liée.

D'après la figure (III.1) on observe :

L'influence de l'effet magnétique sur les pics :

- **Sans effet magnétique** (ligne noire) : Les pics sont bien définis et correspondent aux vibrations des groupes fonctionnels standards du copolymère PANI+POMA.
- **Sous effet magnétique** (autres lignes de couleurs) : On observe des variations dans l'intensité et la position des pics, ce qui suggère des interactions entre le champ magnétique et les groupes fonctionnels du copolymère lors de la synthèse.

Les spectres IR montrent que l'application d'un champ magnétique a un effet légèrement significatif sur les vibrations des groupes fonctionnels du copolymère PANI+POMA. Ces effets se manifestent par des variations dans l'intensité des pics d'absorption, suggérant des modifications dans la conformation des molécules ou dans les interactions intramoléculaires. Cela indique que le champ magnétique peut influencer la structure et les propriétés du copolymère,

En conclusion, les variations observées dans les spectres IR des échantillons sous effet magnétique par rapport à ceux sans effet magnétique démontrent l'influence du champ magnétique sur les propriétés structurales du copolymère PANI+POMA.

III.2. Caractérisation par spectroscopie UV-Visible

Pour vérifier la formation du polymère, une analyse UV-visible a été utilisée pour identifier les différentes bandes d'absorption de différents polymères synthétiques.

Pour cela, nous avons préparé des solutions de différents polymères dissous dans du DMSO à la même concentration de 25 ppm.

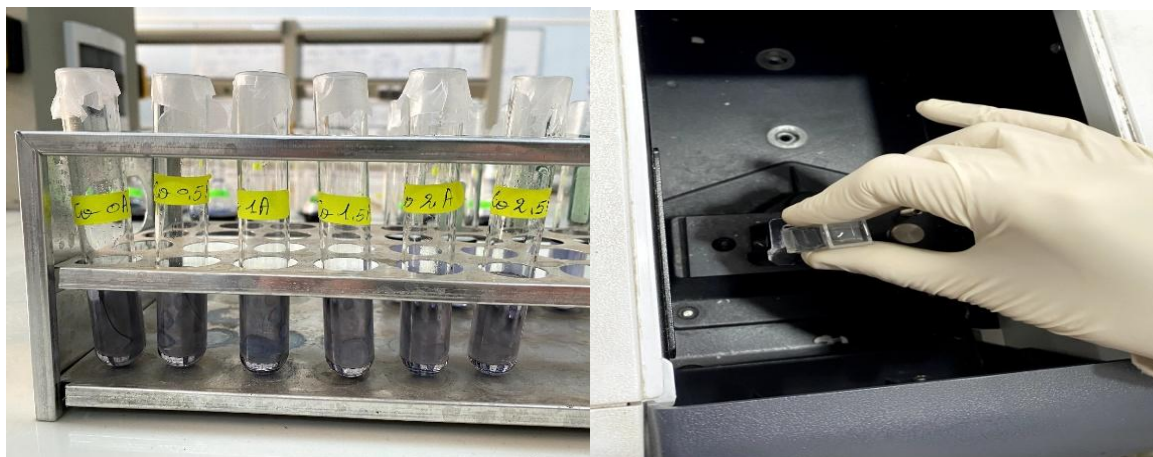


Figure III. 2: *Echantillons de copolymère à analyser par spectroscopie UV-Vis.*

Le spectre de la poudre du copolymère, sont présenté dans la figure ci-dessous :

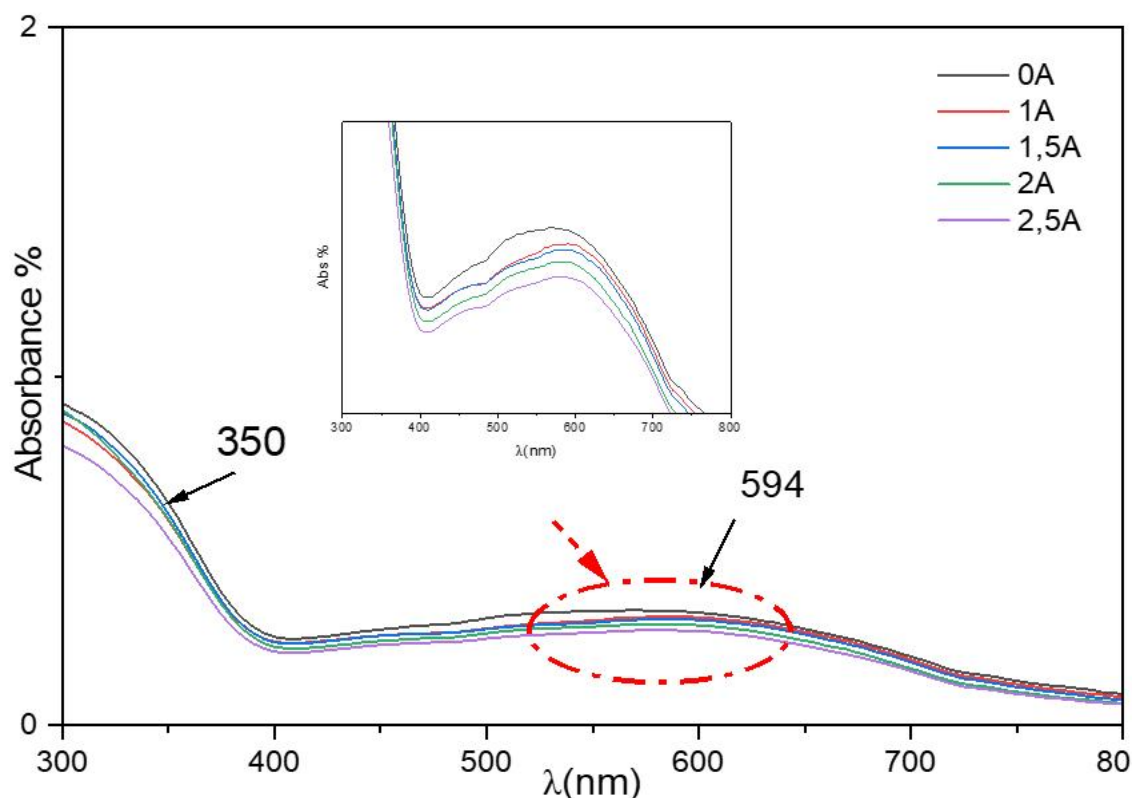


Figure III. 3 : *Spectre UV-VIS de la poudre du copolymère synthétisée par oxydation chimique sans magnétisme (0A) et sous magnétisme (0.5A jusqu'à 2,5A).*

Les observations des bandes d'absorption à 350 nm et 594 nm dans les spectres UV-visible des copolymères PANI et POMA, obtenus dans le solvant organique diméthylsulfoxyde (DMSO) et dans la plage de longueurs d'onde de 200 à 800 nm,

- La bande d'absorption à 350 nm pourrait correspondre à des transitions électroniques associées aux liaisons π - π^* dans la structure des copolymères. Ces transitions sont souvent observées dans les polymères conjugués tels que la polyaniline et la poly-o-méthoxyaniline en raison de la délocalisation électronique le long des chaînes polymères.
- La bande d'absorption à 594 nm pourrait être attribuée à d'autres transitions électroniques, peut-être des transitions n - π^* ou des transitions entre niveaux d'énergie associés à des états excités dans la structure moléculaire des copolymères.

III. 3. Caractérisation par diffraction aux rayons

Après la détermination de notre copolymère, nous avons entrepris la caractérisation de l'état solide des poudres synthétisées en utilisant la diffraction des rayons X, dans le but

d'évaluer le degré de cristallinité de notre produit. Les diffractogrammes des copolymères, synthétisés par voie chimique, sont présentés sur la (figure III. 4).

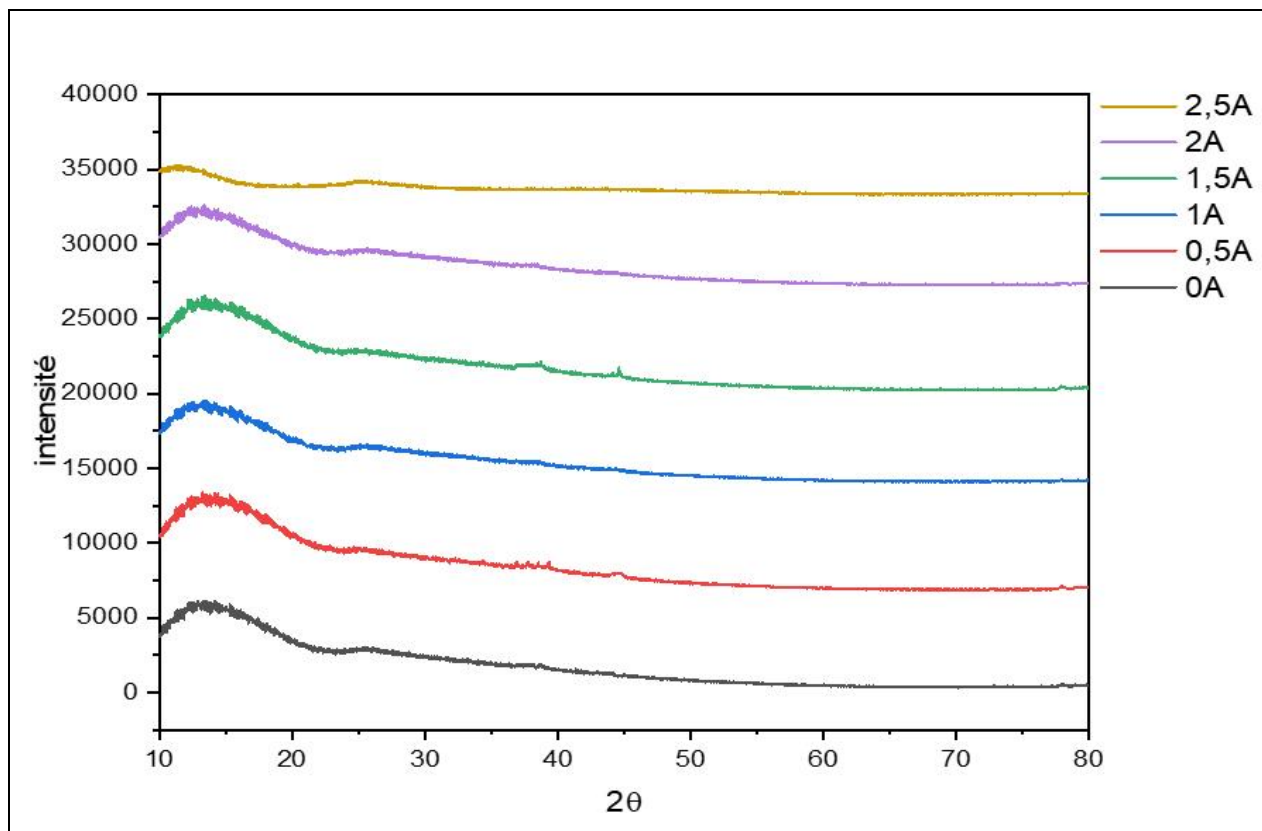


Figure III. 4 : *Spectres DRX de la poudre de copolymères*

En examinant les spectres obtenus, une tendance similaire se dégage, caractérisée par des pics plus larges apparaissant dans la plage d'angles de 2θ allant de 10° à 20° . Cette observation est particulièrement significative étant donné que le PANI et le POMA sont des polymères organiques, typiquement amorphes. L'amorphisme implique une absence de structure cristalline ordonnée au niveau moléculaire. Par conséquent, les pics observés dans les données de diffraction des rayons X (DRX) ne peuvent être attribués à des réflexions cristallines spécifiques.

III. 4 Protection contre la corrosion de l'acier au carbone en milieux NaCl 3% et HCl 1M en présence et en absence de l'inhibiteur

III.4 .1 Étude gravimétrique

En suivant la méthodologie précédemment détaillée, nous présentons ci-après les résultats obtenus concernant la protection contre la corrosion de l'acier en utilisant différentes intensités de courant : 0A, 0,5A, 1A, 1,5A, 2A et 2,5A.

❖ 1^{er} cas concentration 5 ppm

Tableau III. 2: les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 5 ppm dans le milieu NaCl 3%)

Echantillons	Sans inhibiteur	0A	0,5A	1A	1,5A	2A	2,5A
La masse (en g)							
La masse de l'acier avant corrosion	1,1801	1,2583	1,1916	1,1727	1,0984	1,1870	1,3057
La masse de l'acier après corrosion	1,1676	1,2453	1,1788	1,1608	1,0862	1,1744	1,2931
La perte	0,0125	0,013	0,0128	0,0119	0,0122	0,0126	0,0126
Surface cm ²	4,659	4,5975	4,485	4,5	4,3925	4,6365	4,905
$\Delta m/s$ (mg/cm ²)	2,6829	2,8276	2,8539	2,6444	2,7774	2,7175	2,5688

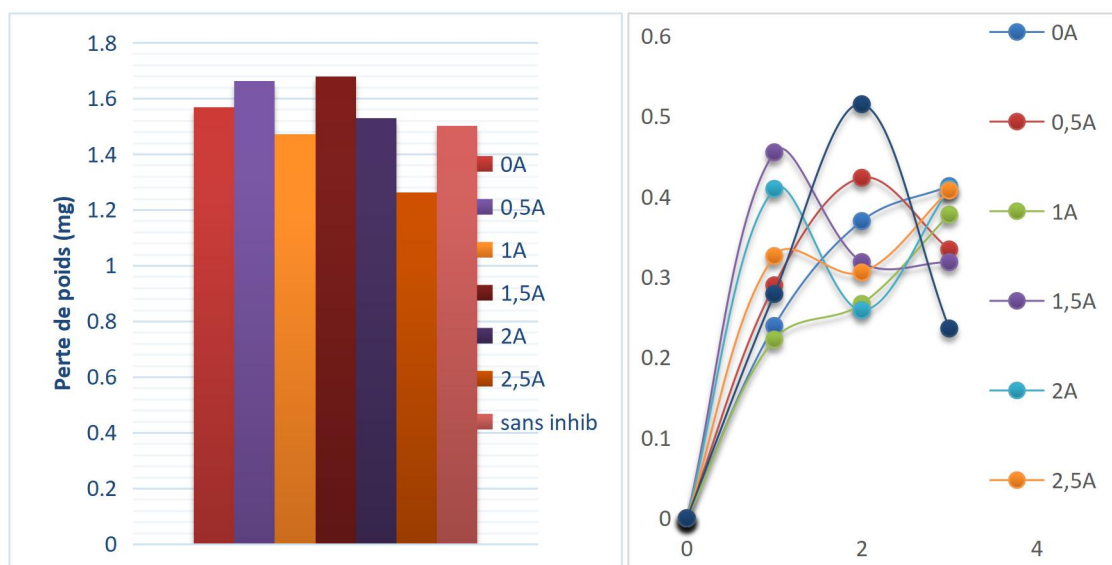


Figure III. 5 : *Variation de la perte de poids avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant (0A, 0,5A, 1A, 1,5A, 2A, et 2,5A) en fonction de temps (jours) en milieu NaCl 3%*

Les résultats montrent que l'inhibiteur de copolymère [PANI+POMA] à faible concentration (5 ppm) n'offre pas une protection efficace contre la corrosion de l'acier dans une solution de NaCl 3% sous différentes intensités de courant, à l'exception d'une légère protection observée à 1A et 2,5A.

On peut expliquer la faible perte en poids dans le cas sans inhibiteur par la formation d'une couche d'oxydes protectrice (passivation) ce qui lui confère une certaine résistance à la corrosion. Cette couche d'oxydes agit comme une barrière physique qui réduit la vitesse de réaction entre le métal sous-jacent et les agents corrosifs dans le milieu environnant. La passivation est un phénomène courant dans certains métaux, où les oxydes formés sont stables et adhérents, offrant ainsi une protection supplémentaire contre la corrosion continue.

Les pertes en masses durant les premiers jours expliquent parfaitement le phénomène de passivation (voir la figure suivante).

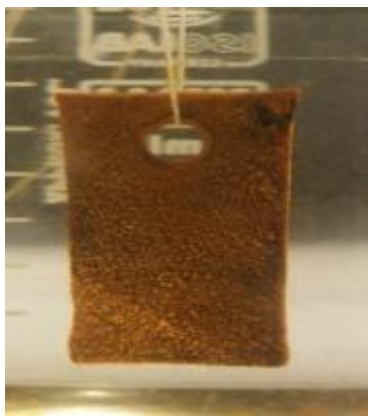


Figure III. 6 : *La formation d'une couche d'oxydes dans le cas sans inhibiteur*

En résumé, une faible concentration (5ppm) de l'inhibiteur [PANI+POMA] n'est pas suffisante pour protéger efficacement l'acier contre la corrosion induite par courant dans une solution de NaCl 3%.

❖ **2^{eme} cas concentration 50 ppm**

Pour améliorer l'efficacité inhibitrice du copolymère [PANI+POMA], il serait probablement nécessaire d'augmenter sa concentration

➤ **Pour le milieu NaCl 3%**

Tableau III. 3 : les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 50 ppm dans le milieu NaCl 3%)

Echantillons	Sans inhibiteur	0A	1A	2A
La masse (en g)				
La masse de l'acier avant corrosion	1,1801	1,2455	1,1789	1,1612
La masse de l'acier après corrosion	1,1676	1,2408	1,1748	1,1568
La perte	0,0125	0,0046	0,0041	0,0044
Surface	4,659	4,5975	4,485	4,5
$\Delta m/s$ (mg/cm²)	2,6829	1,0005	0,9141	0,9777

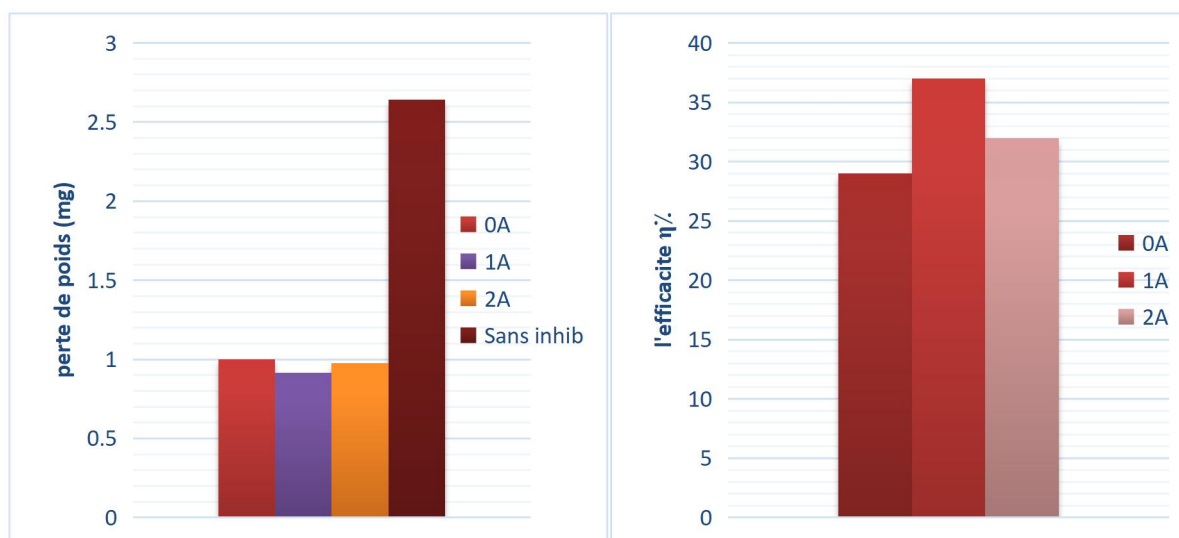


Figure III.7: Variation (A) de la perte de poids et (B) l'efficacité inhibitrice avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant en milieu NaCl 3%.

Dans les conditions expérimentales décrites, les observations démontrent que l'ajout d'un inhibiteur de copolymère [PANI+POMA] synthétisé sous différentes intensités de courant à une concentration de 50 ppm conduit à une protection significative contre la corrosion de l'acier dans un milieu NaCl 3%. Plus précisément, les résultats mettent en évidence une réduction notable de la perte de poids de l'acier en présence de l'inhibiteur synthétisés sous des intensités de courant de 0A, 1A et 2A, comparativement aux échantillons sans inhibiteur. Cette observation suggère que le copolymère [PANI+POMA] agit efficacement comme inhibiteur de corrosion dans ces conditions expérimentales spécifiques, offrant ainsi des perspectives prometteuses pour son utilisation dans la protection des matériaux métalliques contre la corrosion en milieu salin.

➤ Pour le milieu HCl

La corrosion des aciers au carbone dans un milieu HCl 1M est un sujet d'intérêt majeur dans le domaine de la corrosion des matériaux métalliques. L'acide chlorhydrique (HCl) est un acide fort qui peut provoquer une corrosion sévère des aciers au carbone en raison de sa nature corrosive et de sa capacité à réagir avec le métal.

Tableau III. 4 : les pertes au poids des aciers avant et après la corrosion (concentration de 50 ppm dans le milieu HCl 1M)

Echantillons	Sans inhibiteur	0A	1A	2A
La masse (en g)				
La masse de l'acier avant corrosion	1,1671	1,0862	1,746	1,2931
La masse de l'acier après corrosion	1,0238	1,0682	1,1528	1,2725
La perte	0,1433	0,018	0,0218	0,0206
Surface	4,5975	4,3925	4,6365	4,905
$\Delta m/s$ (mg/cm ²)	31,1691	4,0978	4,7018	4,1997

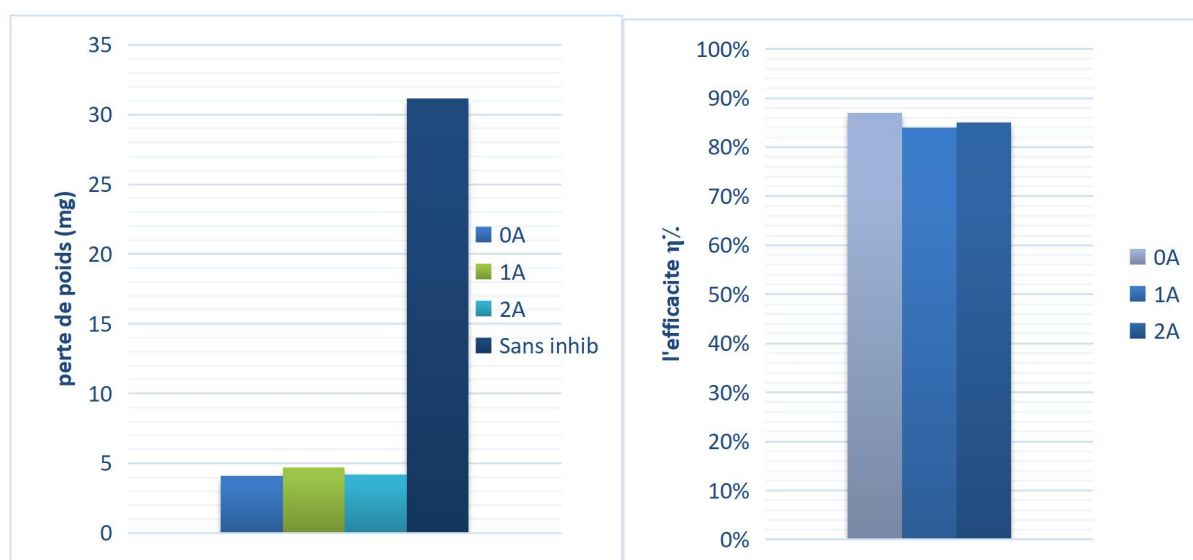


Figure III.8: Variation (A) de la perte de poids et l'efficacité (B) avec et sans inhibiteur synthétisé sous différentes intensités de courant en milieu HCl (1M).

L'analyse des résultats suggère que l'ajout d'un inhibiteur de copolymère [PANI+POMA] à une concentration de 50 ppm offre une protection remarquablement efficace contre la corrosion de l'acier dans un milieu HCl, particulièrement les poudres synthétisées sous certaines intensités de courant qui révèlent que la perte de poids de l'acier est considérablement réduite en présence de l'inhibiteur par rapport aux échantillons sans inhibiteur. Cette observation indique que le copolymère [PANI+POMA] agit de manière très efficace comme inhibiteur de corrosion dans ces conditions expérimentales spécifiques. La concentration de 50 ppm se révèle donc être plus que suffisante pour fournir une protection efficace dans cet environnement corrosif, soulignant ainsi le potentiel exceptionnel de ce copolymère en tant qu'agent de protection contre la corrosion dans les milieux acides.

Après analyse des résultats ci-dessous, il est observé que la concentration d'inhibiteur influence significativement la protection contre la corrosion. Dans notre étude, une concentration de 5 ppm n'a pas suffi à protéger l'acier contre la corrosion dans un milieu NaCl 3%. En revanche, l'utilisation d'une concentration de 50 ppm dans des milieux NaCl 3% et HCl 1M a entraîné une protection notablement accrue, particulièrement dans le milieu HCl 1M.

III.4 .1 Étude de l'inhibition de la corrosion de l'acier dans le milieu NaCl 3% et HCl 1M

Dans cette étude, nous examinons l'effet de la corrosion sur l'acier immergé dans deux milieux corrosifs couramment rencontrés : le NaCl 3% et le HCl 1M. Nous évaluons également l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion dans la prévention des dommages causés par la corrosion dans ces environnements. Les photos présentées illustrent visuellement les différences dans l'apparence de l'acier, avec et sans l'utilisation de l'inhibiteur, fournissant ainsi des informations précieuses sur l'efficacité de la protection contre la corrosion.

III.4 .1.1 Cas de NaCl

a) Sans inhibiteur

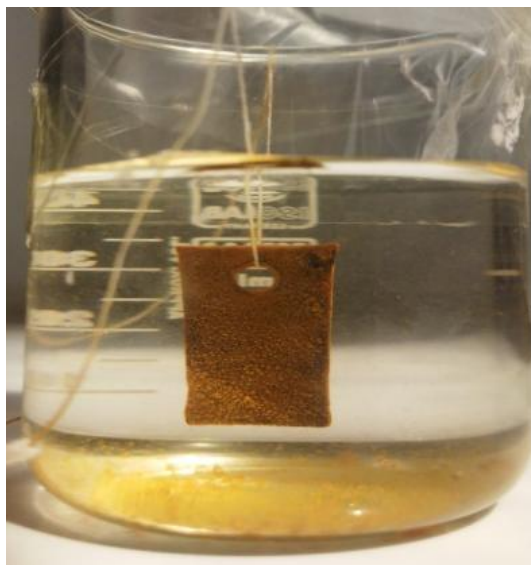


Figure III. 9 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% sans inhibiteur

- **Observation :** La surface de l'échantillon montre des signes visibles de corrosion, tels que des piqûres et des dépôts de rouille. Après 7 jours, la formation de bulles est également observée sur la surface.
- **Interprétation :** L'absence d'inhibiteur permet aux ions chlorure (Cl^-) présents dans la solution de NaCl d'attaquer l'acier, entraînant une corrosion généralisée. Les bulles indiquent des réactions électrochimiques actives sur la surface de l'acier, probablement dues à la libération de gaz (hydrogène) lors de la corrosion.

b) Avec inhibiteur :



Figure III. 10 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% avec inhibiteur d'une concentration de 5ppm.

- **Observation** : La surface de l'échantillon semble moins corrodée que celle sans inhibiteur, mais présente encore des piqûres et quelques signes de rouille. Des bulles sont également observées après 7 jours, bien que moins nombreuses.
- **Interprétation** : L'inhibiteur à 5 ppm offre une certaine protection contre la corrosion, mais l'efficacité est limitée. L'inhibiteur forme une couche partielle qui réduit l'attaque des ions chlorure sur l'acier, mais la formation de bulles indique que des réactions corrosives sont toujours en cours.

III.4 .1.2 Cas de HCl 1M

A) Sans inhibiteur

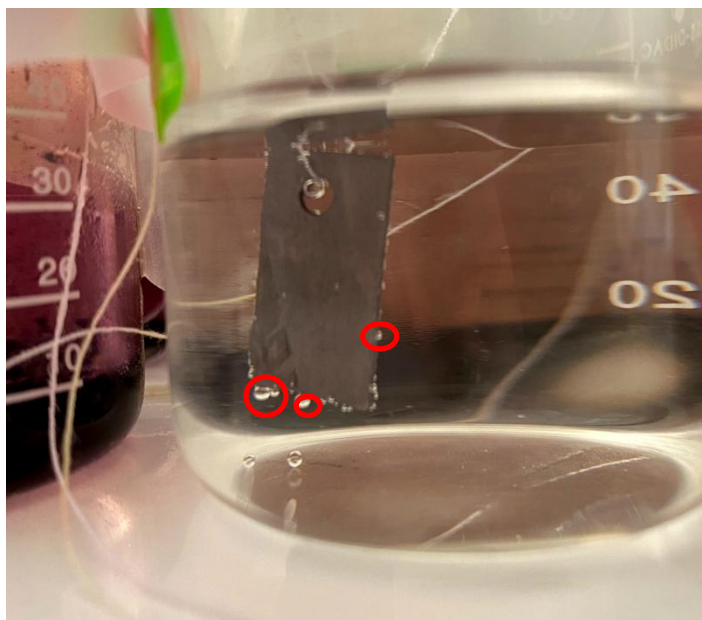
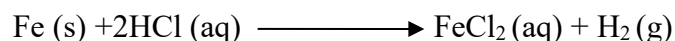


Figure III. 11 : *Échantillon d'acier immergé dans une solution de HCl 1M sans inhibiteur*

- **Observation** : L'échantillon présente une corrosion sévère, avec une surface très dégradée et de nombreuses piqûres profondes. Des bulles se forment rapidement et en grande quantité après 7 jours.
- **Interprétation** : La formation de bulles sur la surface de l'acier immergé dans une solution de HCl (acide chlorhydrique) pendant une période prolongée peut être due à plusieurs facteurs.

1. **Réaction chimique** : L'acier réagit avec l'acide chlorhydrique pour former des chlorures métalliques et du dihydrogène gazeux. Cette réaction peut être représentée par l'équation chimique suivante :



L'hydrogène gazeux produit peut former des bulles à la surface de l'acier.

2. **Corrosion** : L'acide chlorhydrique peut corroder la surface de l'acier, enlevant ainsi des couches de métal et formant des cavités ou des pores. L'hydrogène gazeux peut être piégé dans ces cavités, formant des bulles à mesure qu'il se dégage.

B) Avec inhibiteur

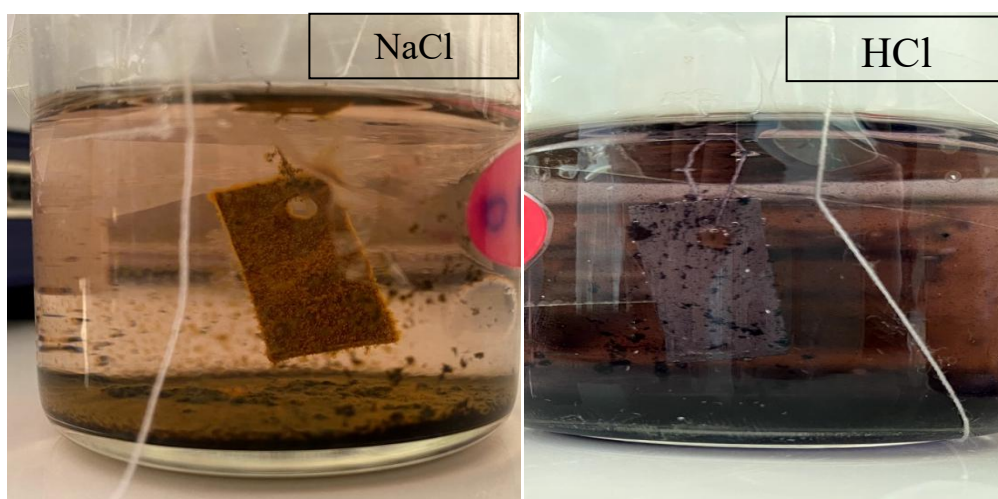


Figure III. 12 : Échantillons d'acier immergés dans une solution de NaCl 3% et HCl 1M avec inhibiteur dans une concentration de 50 ppm.

- **Observation** : La surface de l'échantillon est beaucoup moins corrodée que celle de sans inhibiteur, avec une réduction significative des piqûres et des signes de dégradation.
- **Interprétation** : L'inhibiteur à 50 ppm offre une protection très efficace contre l'attaque acide. La concentration élevée permet de former une couche protectrice robuste, empêchant l'interaction directe de l'acide avec l'acier et réduisant considérablement la vitesse de corrosion.

Nous examinons les diagrammes de diffraction de l'acier en présence et en absence d'inhibiteurs de corrosion dans deux milieux corrosifs distincts : une solution de NaCl à 3% et une solution d'acide chlorhydrique (HCl) à 1M, comme le montre les figures ci-dessous. Cette comparaison nous permettra de comprendre les possibles changements structuraux provoqués par l'utilisation d'inhibiteurs et d'évaluer leur impact sur la stabilité et la résistance à la corrosion de la structure cristalline de l'acier.

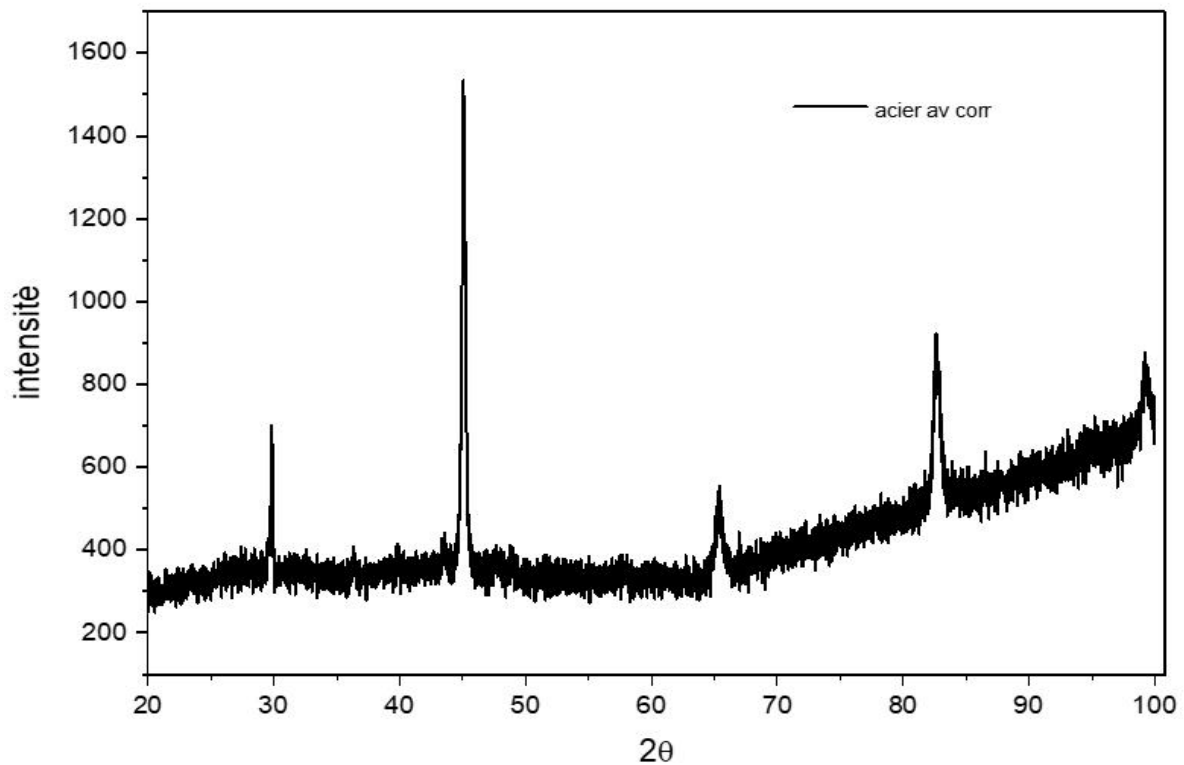


Figure III. 13 : *Spectres DRX de l'acier avant corrosion*

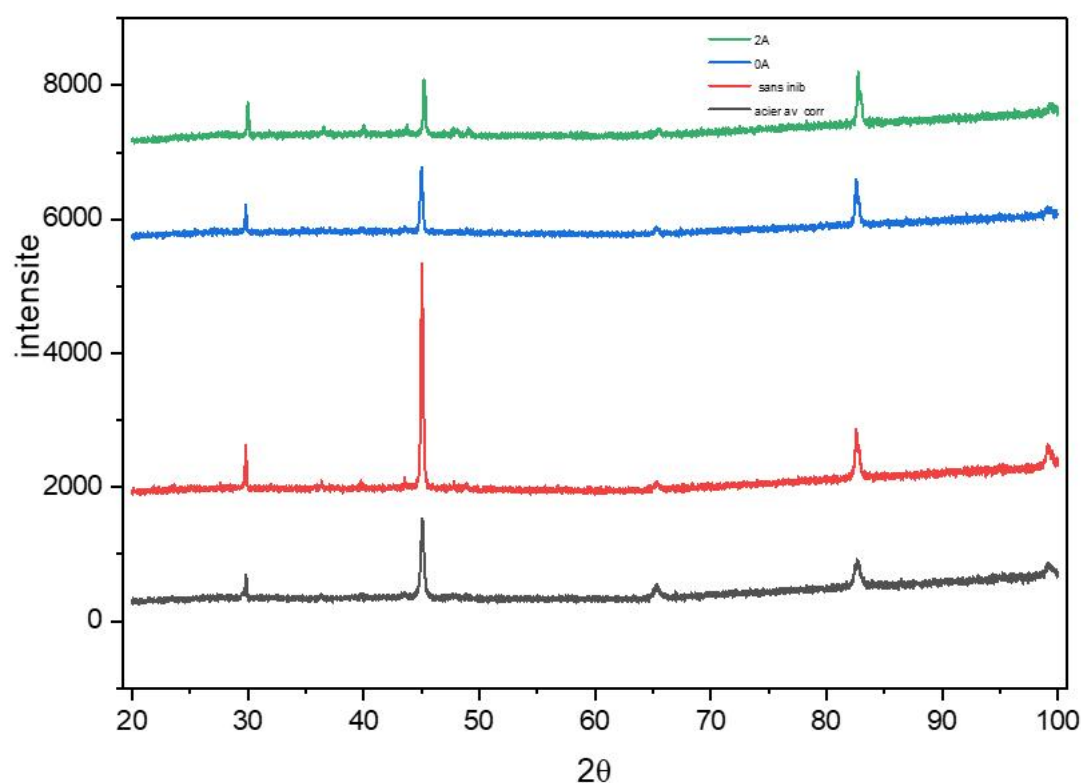


Figure III. 14 : Spectres DRX des aciers immergés dans une solution de NaCl 3% avec et sans inhibiteur de corrosion

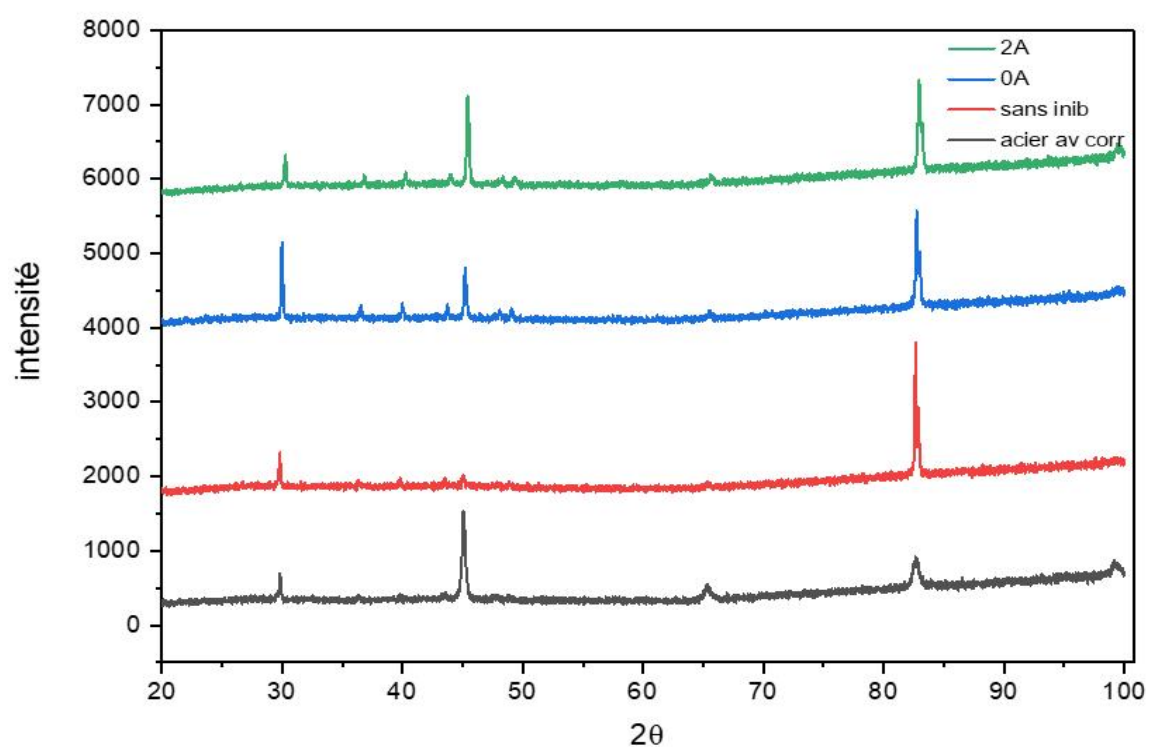


Figure III.15 : Spectres DRX des aciers immergés dans une solution de HCL 1M avec et sans inhibiteur de corrosion

D'après les diffractogrammes nous constatons :

Pour le NaCl 3%

Dans le cas sans inhibiteur on observe une augmentation de pic de fer par rapport à l'état initial de l'acier avant corrosion. Cela suggère une accumulation de fer à la surface ou une modification de la structure cristalline de l'acier due à la corrosion dans la solution de NaCl, Dans les spectres où l'inhibiteur de corrosion est utilisé, les pics sont très proches de ceux de l'état initial de l'acier. Cela indique que l'inhibiteur a effectivement protégé l'acier contre la corrosion, empêchant ou réduisant significativement les changements structuraux ou la perte de matériau due à la corrosion

Pour le HCL 1M

Dans le cas sans inhibiteur on observe une disparition de pic de fer et une augmentation notable des pics d'oxyde de fer par rapport à l'état initial de l'acier cela indique que l'acier a subi une corrosion en présence de la solution d'HCL ou le métal se transforme en oxyde de fer, en revanche les échantillons avec inhibiteur ont montré une protection efficace contre la corrosion on observe une préservation des pics de fer métallique à des niveaux proches de l'acier avant corrosion et les pics d'oxyde de fer sont présentes mais à un niveau inférieur par rapport au spectre sans inhibiteur cela suggère que l'inhibiteur réduit la corrosion et retarde la formation d'oxyde de fer, notamment en présence d'inhibiteur synthétisé sous magnétisme était encore mieux préservé comparé à l'inhibiteurs sans effet de magnétisme .

Ces résultats indiquent que l'inhibiteur de corrosion est efficace pour prévenir la détérioration de l'acier en milieu acide avec un bénéfice supplémentaire observe en présence de magnétisme.

Conclusion générale

Conclusion

Dans ce travail, nous avons mis au point la synthèse chimique d'un copolymère (PANI et POMA) en milieu aqueux d'acide chlorhydrique en présence d'un oxydant fort (persulfate d'ammonium). Ce copolymère est principalement soluble dans le diméthylsulfoxyde (DMSO). Ce copolymère a été appliqué comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans les milieux NaCl 3% et HCl 1M.

L'utilisation des différentes techniques et de caractérisation par spectroscopie infrarouge, UV visible et DRX indiquent que la synthèse de copolymère a été réalisée avec succès dans ce travail par la présence des bandes caractéristiques des groupements C-N, C=C, C-H et O-H et l'existence des bandes d'absorption à 350 nm et à 590 nm ces bandes assignées comme transition $\pi-\pi^*$ et $n-\pi^*$, et la diffraction des rayons X, nous a montré que les poudres synthétisées, par voie chimique, sont amorphes.

L'étude gravimétrique a révélée également l'efficacité significative de nos inhibiteurs dans la protection de l'acier et confirment les résultats obtenus. En comparant les effets protecteurs de ces deux concentrations (5ppm et 50ppm) sur l'acier dans des environnements HCl 1M et NaCl 3%.

* En milieu NaCl 3% (5 ppm) l'inhibiteur de copolymère n'offre pas une protection efficace contre la corrosion de l'acier.

* Le meilleur résultat d'inhibition est enregistré à 50 ppm en milieu de NaCl à 3%, et il est remarquablement efficace dans le milieu HCl 1 M.

Les résultats de l'immersion des aciers dans deux milieux, NaCl 3% et HCl 1M, avec et sans inhibiteur, fournissent des informations essentielles sur l'efficacité de l'inhibiteur dans la protection contre la corrosion. Ces études démontrent clairement que l'inhibiteur de corrosion joue un rôle efficace dans la prévention de la détérioration de l'acier.

En perspectives, des analyses plus meilleures doivent être effectuées afin de mieux caractériser les poudres synthétisées et tirer plus d'information sur l'effet de magnétisme sur la structure des polymères. Il est intéressant de faire l'étude de la corrosion par les différentes

techniques électrochimiques afin de comprendre mieux les mécanismes réactionnels mis en jeu.

Il est aussi intéressant d'envisager d'autres applications dans les domaines électroniques et électrochimiques vu la conductivité des poudres obtenues.

Résumé

Résumé

Dans cette étude, nous avons exploré la synthèse de copolymères conducteur, la polyaniline et la poly-o-méthoxyaniline (POMA), par oxydation chimique en milieu aqueux d'acide chlorhydrique, utilisant le persulfate d'ammonium comme oxydant, et en intégrant l'effet du magnétisme dans le processus de synthèse.

Le copolymère obtenu a été caractérisés à travers diverses techniques d'analyse avancées telles que la spectroscopie UV-Visible pour étudier leurs propriétés d'absorption, DRX pour évaluer leur structure cristalline, et la spectroscopie infrarouge (IR) pour analyser leurs groupes fonctionnels et leur composition chimique.

En mettant en avant ces copolymères conducteurs, notre étude a exploré leur potentiel d'application en tant qu'inhibiteurs de corrosion pour l'acier, testés dans deux environnements corrosifs : NaCl 3% et HCl 1M. Cette approche multidisciplinaire vise à comprendre et à exploiter les propriétés fonctionnelles de ces matériaux pour des applications pratiques dans le domaine de la protection contre la corrosion

Mots clés : polyaniline, poly-o-méthoxyaniline, copolymère oxydation chimique, magnétisme, inhibiteurs de corrosion, la corrosion.

Abstract

In this study, we explored the synthesis of conductive copolymers, polyaniline and poly-o-methoxyaniline (POMA), by chemical oxidation in an aqueous medium of hydrochloric acid, using ammonium persulfate as oxidant, and integrating the effect of magnetism in the synthesis process.

The obtained copolymer was characterized through various advanced analytical techniques such as UV-Visible spectroscopy to study their absorption properties, XRD to evaluate their crystal structure, and infrared (IR) spectroscopy to analyze their functional groups and their chemical composition.

By highlighting these conductive copolymers, our study explored their potential application as corrosion inhibitors for steel, tested in two corrosive environments: 3% NaCl and 1M HCl. This multidisciplinary approach aims to understand and exploit the functional properties of these materials for practical applications in the field of corrosion protection.

Keywords: polyaniline, poly-o-methoxyaniline, chemical oxidation, magnetism, corrosion inhibitors, corrosion.