



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Department de chimie industrielle

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

Haimer Siham

Le : dimanche 7 juillet 2019

La synthèse d'un inhibiteur de corrosion et l'étude de son effet sur l'acier X42 dans un milieu aqueux.

Jury :

Dr	Digheche Kalthoum	MCA	Université de Biskra	Président
Dr	Chérifi- Bennadji Nedjema	MCA	Université de Biskra	Rapporteur
Dr	Ghebghoub Fatima	MCB	Université de Biskra	Examineur

Remerciements

Je remercie, en premier lieu, Allah le tout Puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'Il m'a données pour terminer ce mémoire.

Je tiens à remercier sincèrement M^{me} Chérifi-Bennadji Nedjema, mon encadreur, pour toute son attention, sa disponibilité, ses conseils et pour ses encouragements durant la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à remercier M^{er} Laïadi Chaker

Je tiens à remercier M^{er} Salim Mrerabti

Je tiens aussi à remercier M^{elle} Sara Boughediri pour son aide

Je remercie également les membres du jury d'avoir accepté de juger mon travail.

Je tiens à remercier particulièrement tous mes collègues de chimie industrielle et de génie mécanique de l'Université Mohamed Khider, Biskra.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

A mes parents.

*Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur
de l'amour dont ils ne cessent de me combler.*

Que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

Mes chers frères et sœurs,

A ma famille.

A tous mes amis.

*À tous ceux qui m'ont été d'un soutien moral ou
matériel.*

Listes des figures:

<i>Figure (I.1) : Exemple de la corrosion électrochimique.</i>	7
<i>Figure (I.2) : Diminution du risque de corrosion sous contrainte d'un boulon, contrainte locale élevée (a) et contrainte locale peu élevée (b).</i>	10
<i>Figure (I.3) : Protection cathodique par courant imposé.</i>	11
<i>Figure (I.4) : Protection anodique par courant imposé.</i>	11
<i>Figure (I.5) : Représentation schématique des modes d'adsorption de molécules organiques inhibitrices sur une surface métallique.</i>	15
<i>Figure (I.6) : Représentation du rôle d'un inhibiteur anodique en milieu acide :(a) sans inhibiteur, (b) avec inhibiteur.</i>	16
<i>Figure (I.7) : Représentation du rôle d'un inhibiteur cathodique en milieu acide :(a) sans inhibiteur, (b) avec inhibiteur.</i>	17
<i>Figure (II.1) : Le montage expérimental.</i>	24
<i>Figure (II.2) : Le m-dinitrobenzène obtenus en forme cristaux.</i>	24
<i>Figure (II.3) : Photographie de l'appareil de point de fusion utilisé.</i>	25
<i>Figure (II.4) : Photographie de l'appareil d'IR utilisé.</i>	25
<i>Figure (II.5) : Présentation de l'inhibiteur CHIMEC 1038.</i>	26
<i>Figure (II.6) : Point d'injection de l'inhibiteur de corrosion au niveau du puits.</i>	27
<i>Figure (II.7) : Pompe doseuse responsable à injecter l'inhibiteur de corrosion.</i>	28
<i>Figure (II.8) : Le spectre IR de l'inhibiteur commercial.</i>	29
<i>Figure (II.9) : La méthode de dosage des sulfates.</i>	31
<i>Figure (II.10) : L'apparence de tôle de métal X42 avant (a) et après (b) la découpage.</i>	33
<i>Figure (II.11) : Apparence de l'échantillon de métal X42 après le polissage.</i>	33

<i>Figure (II.12) : La polisseuse.</i>	34
<i>Figure (II.13) : L'éthanol.</i>	34
<i>Figure (II.14) : L'apparence des échantillons X42 avec le revêtement.</i>	35
<i>Figure (II.15) : L'appareil Jar test.</i>	36
<i>Figure (II.16) : L'apparence de l'expérience immersion dans les premiers heures d'agitation.</i>	37
<i>Figure (II.17) : L'apparence de l'échantillon après 3 heures d'immersion.</i>	37
<i>Figure (II.18) : L'apparence de l'échantillon après le nettoyage.</i>	37
<i>Figure (IV.1) : Le spectre IR du nitrobenzène.</i>	47
<i>Figure (IV.2) : Le spectre IR du m-dinitrobenzène.</i>	47
<i>Figure (IV.3) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps d'inhibiteur m-dinitrobenzène</i>	51
<i>Figure (IV.4) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps d'inhibiteur commercial.</i>	52
<i>Figure (IV.5) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps de 50 ppm entre les deux inhibiteur.</i>	53
<i>Figure (IV.6) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps de 100 ppm entre les deux inhibiteurs .</i>	53
<i>Figure (IV.7) : La comparaison des rendements d' inhibiteur m-dinitrobenzène en fonction du temps.</i>	54
<i>Figure (IV.8) : La comparaison des rendements d'inhibiteur commercial en fonction du temps.</i>	55
<i>Figure (IV.9) : La comparaison des rendements entre deux inhibiteurs 50 ppm en fonction du temps.</i>	55
<i>Figure (IV.10) : La comparaison des rendements entre deux inhibiteurs 100 ppm en fonction du temps.</i>	56

Liste des tableaux :

<i>Tableau (I.1) : Les principaux facteurs de la corrosion.</i>	6
<i>Tableau (I.2) : Les différentes formes de corrosion.</i>	8
<i>Tableau (II.1) : Propriétés physiques et chimiques de 1,3-dinitrobenzène (1,3-DNB).</i>	22
<i>Tableau (II.2) : Fiche de sécurité de l'inhibiteur.</i>	27
<i>Tableau (II.3) : Caractéristique physico-chimique de l'eau d'Albien de la région Rhourde -Nouss wilaya d'Illizi.</i>	29
<i>Tableau (II.4) : La Référence de dosage du sulfate.</i>	31
<i>Tableau (II.5) : Composition chimique d'acier X42.</i>	32
<i>Tableau (II.6) : Les milieux corrosifs.</i>	36
<i>Tableau (III.1) : La vitesse de corrosion d'acier X42, sans inhibiteur.</i>	39
<i>Tableau (III.2) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=50 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	40
<i>Tableau (III.3) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=100 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	40
<i>Tableau (III.4) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C= 50 ppm d'inhibiteur commercial.</i>	41
<i>Tableau (III.5) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=100 ppm d'inhibiteur commercial.</i>	41
<i>Tableau (III.6) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C=50 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	42
<i>Tableau (III.7) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C= 100 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	42

<i>Tableau (III.8) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C= 50 ppm d'inhibiteur commercial.</i>	43
<i>Tableau (III.9) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C=100 ppm d'inhibiteur commercial.</i>	43
<i>Tableau (IV.1) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 heures d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	48
<i>Tableau (IV.2) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 jours d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	49
<i>Tableau (IV.3) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 7 jours d'inhibiteur m-dinitrobenzène.</i>	49
<i>Tableau (IV.4) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 heures d'inhibiteur commercial .</i>	50
<i>Tableau (IV.5) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 jours d'inhibiteur commercial.</i>	50
<i>Tableau (IV.6) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 7 jours d'inhibiteur commercial.</i>	51

Liste des schémas :

<i>Schéma (I.1) : Types des revêtements protecteurs.</i>	12
<i>Schéma (I.2) : Classification des inhibiteurs.</i>	13
<i>Schéma (II.1) : La réaction de la formation du m-dinitrobenzène.</i>	23
<i>Schéma (IV.1) : La nitration de nitrobenzène.</i>	46
<i>Schéma (IV.2) : La mécanisme de nitration.</i>	46

Sommaire

Liste des figures.....	i
Liste des tableaux.....	iii
Liste des schémas.....	v
Introduction générale	2
Chapitre I : Généralités sur la corrosion.	
I. Généralités sur la corrosion	6
I. 1. Définition de la corrosion	6
I. 2. Les facteurs de la corrosion	6
I. 3. Les différents types de la corrosion	6
I. 3. 1. La corrosion chimique	7
I. 3. 2. La corrosion biochimique	7
I. 3. 3. La corrosion électrochimique	7
I. 4. Réactions de corrosion	8
I. 5. Les différentes formes de corrosion	8
I. 6. Moyens de protection contre la corrosion	10
I. 6. 1. Prévention par une forme adaptée des pièces	10
I. 6. 2. Protection électrochimique (active)	10
I. 6. 2. 1. Protection cathodique	10
I. 6. 2. 2. Protection anodique	11
I. 6. 3. Prévention par un choix judicieux des matériaux	11
I. 6. 4. Les revêtements protecteurs	12
I. 6. 5. Protection d'inhibition	13
I. 6. 5. 1. Définition d'inhibiteur	13
I. 6. 5. 2. Les mécanismes d'interface et principe d'action (adsorption et/ou formation d'un film)	14
I. 6. 5. 2. 1. Adsorption des molécules inhibitrices à la surface	14

	métallique	
I. 6. 5. 2. 2.	Formation d'un film intégrant les produits de dissolution du substrat	15
I. 6. 5. 3.	Types des inhibiteurs	15
I. 6. 5. 3. 1.	Les inhibiteurs anodiques	15
I. 6. 5. 3. 2.	Les inhibiteurs cathodiques	16
I. 6. 5. 3. 3.	Les inhibiteurs mixtes	17
I. 6. 5. 4.	Domaines d'application	18
I. 7.	Méthodes de mesures de la corrosion	18
I. 7. 1.	Mesures gravimétriques	18
I. 7. 2.	Mesures électrochimiques	19

Chapitre II : Synthèse et caractérisation d'inhibiteur.

II. 1.	Synthèse des dérivés de benzène	22
II. 2.	Généralité	22
II. 3.	Synthèse de m-dinitrobenzène	22
II. 4.	Méthodes d'analyse et de confirmation utilisées	24
II. 4. 1.	Point de fusion	24
II. 4. 2.	Spectrophotométrie IR	25
II. 5.	Les inhibiteurs appliqués à Rhourde –Nouss.....	26
II. 5. 1.	Procédure du traitement.....	27
II. 5. 2.	Principe d'un essai industriel.....	28
II. 5. 3.	Etude d'efficacité de l'inhibiteur CHIMEC 1038.....	28
II. 6.	Caractéristiques physico-chimiques de l'eau d'Albien.....	29
II. 6. 1.	Calcul du taux d'agressivité de l'eau utilisée	30
II. 6. 1. 1.	Le pH	30
II. 6. 1. 2.	Conductivité	30
II. 6. 1. 3.	Dosage des chlorures (Cl⁻)	30

II. 6. 1. 4.	Dosage des sulfates (SO_4^{-2})	30
II. 7.	Matériaux utilisé	31
II. 7. 1.	Présentation de métal de base	31
II. 7. 2.	Conditions expérimentales	32
II. 7. 2. 1.	Etude métallographique	32
II. 7. 2. 2.	Polissage mécanique	33
II. 7. 2. 3.	Nettoyages des échantillons	34
II. 7. 2. 4.	L'isolation de l'échantillon par revêtement	34
II. 7. 2. 5.	Solution corrosive	35
II. 7. 2. 6.	Choix de la vitesse d'écoulement	35
II. 7. 2. 7.	Durée d'expérience d'immersion	35
II. 8.	Les solutions électrolytiques	35
II. 8. 1.	Préparation des solutions	35
II. 8. 2.	Les milieux corrosifs	36
II. 9.	Les immersions avec écoulement	36

Chapitre III : Résultat

III. 1.	Introduction	39
III. 2.	Calcul de la vitesse de corrosion	39
III. 2. 1.	Etude gravimétrique	39

Chapitre IV : Discussion les résultats .

IV. 1.	Introduction	46
IV. 2.	Synthèse de m-dinitrobenzène	46
IV. 3.	Etude de l'efficacité de l'inhibiteur	48
IV. 3. 1.	Les résultats de test d'immersion	48
IV. 3. 1. 1.	Inhibiteur m-dinitrobenzène	48

IV. 3. 1. 2. Inhibiteur commercial	50
Conclusion générale.....	58
Bibliographies	

*Introduction
générale*

Introduction Générale

À un degré ou plus, la corrosion des métaux entraîne de nombreuses catastrophes et problèmes dans les installations industrielles, tels que la détérioration des pièces métalliques, des conduites et des réservoirs pouvant entraîner des incendies, des explosions ou des pannes des installations. La corrosion est un mode d'endommagement lent et progressif qui a conduit par le passé à plusieurs accidents industriels importants. L'accident le plus catastrophique s'est produit à Bhopal, Inde en décembre 1984 et a causé la mort de plus de trois mille personnes. Cet accident a été attribué à la corrosion d'une tuyauterie transportant un fluide toxique sous pression et à haute température.

La corrosion, est l'effondrement qui infecte les structures métalliques résultant de leur interaction avec leurs environnements, elle est une réaction électrochimique qui se produit à la surface d'un métal et conduit à une modification des propriétés physiques ou chimiques ou mécaniques ou électromagnétiques, ou certains d'entre eux ou tous ensemble, on estime qu'environ 5 % du revenu d'un pays industrialisé est consacré à la prévention de la corrosion et à l'entretien ou au remplacement des produits perdus ou contaminés à la suite de réactions de corrosion.

Bien que l'apparition de corrosion et de dégradation environnementale des matériaux semble inévitable, elles peuvent certainement être évitées dans une large mesure d'une manière ou d'une autre. Non seulement pour réduire les coûts, mais aussi pour un environnement plus sûr et sécurité.

L'utilisation d'inhibiteurs est considérée le moyen optimal de contrôler la corrosion des métaux et alliages car elle est facile et peu coûteuse. Les inhibiteurs sont des molécules minérales ou organiques ajoutées en petite quantité, dans le milieu agressif permettent de réduire sensiblement la corrosivité du milieu en interférant directement sur la réaction de corrosion. Dans ce travail, nous nous intéressons à l'utilisation des inhibiteurs de corrosion qui sont devenues indispensables pour limiter l'attaque des matériaux métalliques. Cependant, les méthodes utilisées pour inhiber la corrosion doivent être évaluées en fonction des paramètres particuliers du système, car les mesures préventives utilisées avec succès dans un environnement donné peuvent être néfastes ou inefficace dans d'autres conditions.

L'objectif principal de ce travail est d'étude de la variation de la vitesse d'inhibition de la corrosion électrochimique sur l'acier X42 en milieu aqueux. Par conséquent, c'est l'ensemble de toutes ces considérations qui nous a amené à entreprendre ce travail réparti en quatre chapitres:

- ✚ Dans le premier chapitre, nous avons présenté une approche bibliographique sur la corrosion.
- ✚ Le deuxième chapitre renferme la partie expérimentale dans laquelle une synthèse d'inhibiteur et les tests immersions sont effectuées.
- ✚ Le troisième chapitre est une étude galvanique de l'effet inhibiteur.
- ✚ Le quatrième chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus.

Enfin une conclusion générale résume les principaux résultats obtenus lors de ce travail.

Partie théorique

Chapitre I
Généralité sur la
corrosion

I. Généralités sur la corrosion :

I. 1. Définition de la corrosion :

La corrosion est l'attaque destructive d'un métal par réaction chimique ou électrochimique avec son environnement [1] conduisant à la détérioration du matériau et à la perte de ses propriétés ce qui le rend inutilisable pour une application prévue [2].

La corrosion c'est un phénomène naturel très complexe, s'avère que l'interaction interstitielle irréversible peut être vue sous sa forme globale comme une réaction spontanée d'échange d'électrons à l'interface métal / environnement, c'est juste un retour à l'état d'oxyde naturel qui se produit sous l'influence de l'environnement immédiat tel que le sol, l'atmosphère, l'eau ou d'autres fluides [3].

I. 2. Les facteurs de la corrosion :

Le phénomène de corrosion dépend d'un nombre de facteurs généralement en relation les uns avec les autres à la suite de réactions chimiques se produisant à la surface de métaux, d'alliages, sous l'action de l'environnement. Ces facteurs peuvent être d'origine interne ou externe, comme le montre le tableau (I.1) [4]:

Tableau (I.1) : Les principaux facteurs de la corrosion [4].

Facteurs du milieu corrosif.	Facteurs métallurgiques.	Facteurs définissant les conditions d'emploi.	Facteurs dépendant du temps.
<ul style="list-style-type: none">➤ Concentration du réactif➤ Teneur en oxygène➤ pH du milieu➤ Température➤ Pression	<ul style="list-style-type: none">➤ Composition de l'alliage➤ Procédés d'élaboration➤ Impuretés➤ Traitement thermique➤ Traitement mécanique	<ul style="list-style-type: none">➤ Etat de surface➤ Forme des pièces➤ Emploi d'inhibiteur➤ Procédés d'assemblage	<ul style="list-style-type: none">➤ Vieillessement➤ Tensions mécaniques➤ Modification des revêtements protecteurs

I. 3. Les différents types de la corrosion :

La corrosion peut être classée en trois grandes classes : Chimique, biochimique et électrochimique, selon la nature du milieu environnant dans lequel la substance interagit [5].

I. 3. 1. La corrosion chimique :

C'est une réaction hétérogène non électrolyte se déroule à l'interface métal/gaz ou un liquide, peut être causée par les agents atmosphérique (oxygène, humidité anhydride carbonique, anhydride sulfureux et d'autres produits provenant de l'industrie) tels que l'oxydation de l'acier ordinaire à haute température par l'oxygène de l'air [6-8].

I. 3. 2. La corrosion biochimique :

C'est une attaque bactérienne des métaux en particulier dans les canalisations enterrées, due à l'activité vitale des divers microorganismes utilisant le métal comme milieu nutritif ou sécrétant des substances corrosives telles que CO₂, H₂S, H₂SO₄, NH₃ ou d'un acide organique [7, 8].

I. 3. 3. La corrosion électrochimique :

Corrosion électrochimique ou corrosion humide, c'est le phénomène le plus important et le plus fréquent en corrosion, il se traduit par des transferts électroniques entre un métal et une solution électrolytique à son contact (circulation d'un courant électrique) entraînant une oxydation du métal sous forme d'ions ou d'oxydes en présence d'un agent réducteur (H₂O, O₂, H₂, etc.) [9, 10].

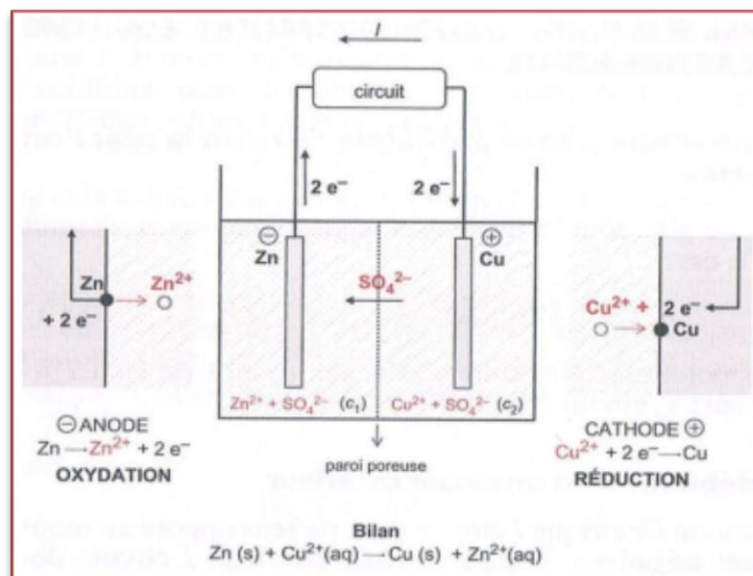
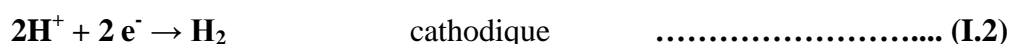


Figure (I.1) : Exemple de la corrosion électrochimique [9].

Ce type de corrosion implique un transfert de charge à l'interface entre un conducteur électronique, appelé électrode, et un conducteur ionique, appelé électrolyte. Une réaction électrochimique peut englober une ou plusieurs réactions d'électrode [11, 12].

I. 4. Réactions de corrosion :

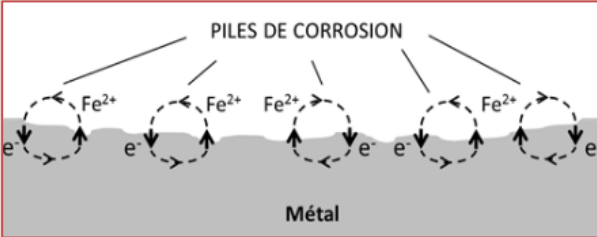
Toute réaction d'oxydo-réduction se compose de deux réactions partielles: la réaction partielle d'oxydation ou réaction partielle anodique, et la réaction partielle de réduction ou réaction partielle cathodique :

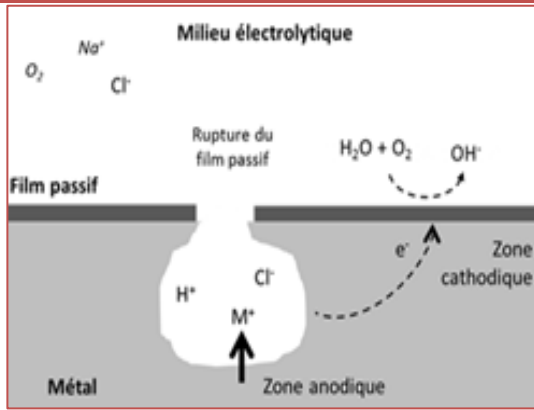


I. 5. Les différentes formes de corrosion :

La corrosion n'est souvent considérée que comme une rouille et un ternissement, cependant, les dommages dus à la corrosion se produisent également d'autres manières, entraînant par exemple une défaillance, une fissure ou une perte de résistance ou de ductilité. On peut distinguer cinq types principaux de corrosion classés en termes d'aspect extérieur ou de propriétés physiques modifiées, sont indiqués dans le tableau (I.2) suivant : [1, 14, 17]

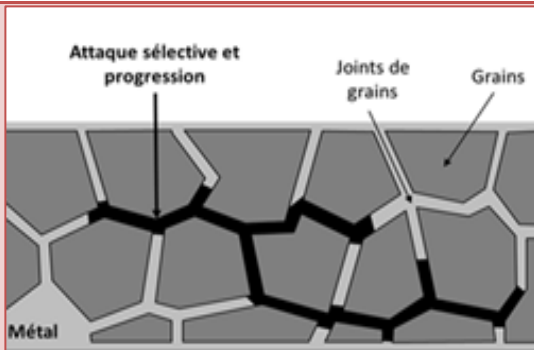
Tableau (I.2) : Les différentes formes de corrosion.

Types	Caractéristiques
 <p style="text-align: center; margin-top: 5px;">corrosion uniforme</p>	<p>Est une perte de matière plus ou moins régulière sur toute la surface. On trouve cette attaque notamment sur les métaux exposés aux milieux acides par exemple oxydation et passivité anodiques ; corrosion atmosphérique [13, 14].</p>



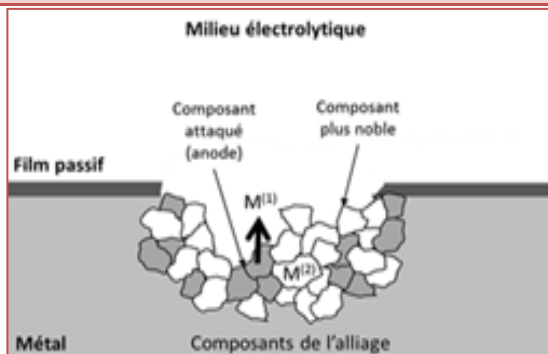
Corrosion par pique

Attaque peut se produire en tout point de la surface d'un acier inoxydable exposée à un milieu chloruré, se limite à des piqûres très localisées et pouvant progresser très rapidement en profondeur avec une perte de poids appréciable de la structure apparaisse, par exemple corrosion par piqûre des métaux passifs tels que les aciers inoxydables [13-15].



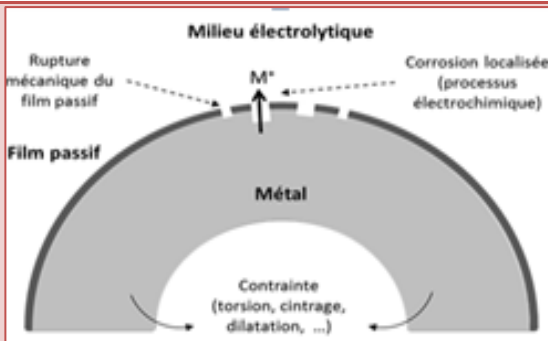
corrosion inter granulaire

Il s'agit d'une dissolution préférentielle aux environs immédiats des joints de grains, qui peut entraîner une décohésion totale des grains, et une perte complète des propriétés mécaniques du métal par exemple les alliages de nickel (cas des gaines de résistances électriques blindées de chauffe-eau) [13, 16].



corrosion sélective

C'est une oxydation sélective de l'un des éléments d'alliage par la corrosion, laissant une structure métallique poreuse, par exemple la corrode préférentiellement du zinc dans un laiton [1, 13].



corrosion sous-contrainte

C'est une fissuration du métal résultant d'une contrainte mécanique de traction répétées ou alternées dans un environnement corrosif par exemple: corrosion sous tension, corrosion par fatigue [1, 14, 17].

I. 6. Moyens de protection contre la corrosion :

I. 6. 1. Prévention par une forme adaptée des pièces :

En donnant une forme adaptée aux objets, on peut diminuer les risques de corrosion car la forme d'un objet peut influencer sa durée de vie de façon déterminante.

La distribution des contraintes dans une pièce influence sa sensibilité à la corrosion sous contrainte. Ainsi annulant la conception des pièces contenant des angles pour éviter la concentration des contraintes tel que la tête d'un boulon dans la figure (I.2).

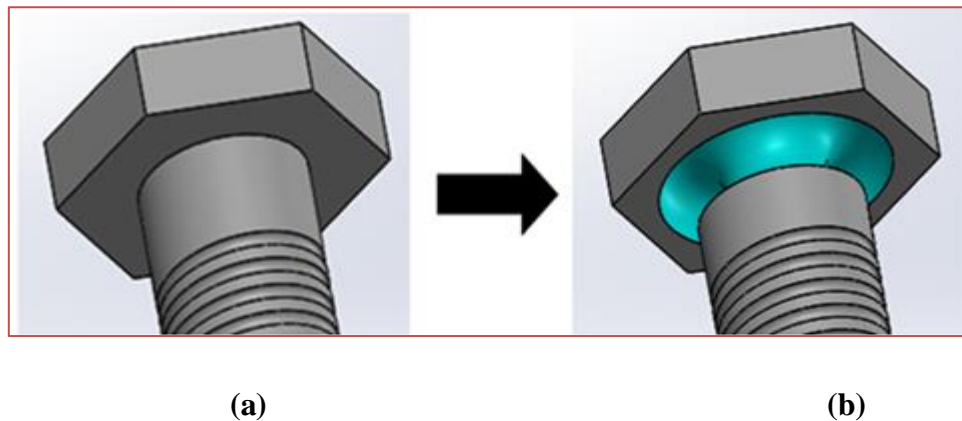


Figure (I.2) : Diminution du risque de corrosion sous contrainte d'un boulon, contrainte locale élevée (a) et contrainte locale peu élevée (b) [17].

I. 6. 2. Protection électrochimique (active) :

I. 6. 2. 1. Protection cathodique :

Soit en grattant mécaniquement ou en absorbant des ions corrosifs tels que Br^- , Cl^- , qui dissout la couche corrosive, en raison de la formation de complexes facilement solubles.

Ce type de protection repose sur le fait d'abaisser le potentiel de corrosion du métal en imposant un potentiel suffisamment bas pour que la vitesse de corrosion devienne négligeable, soit par un contre-courant d'une cathode de pile électrochimique ou bien apporté d'une source de courant extérieure. Par ailleurs le niveau de potentiel doit demeurer en de çà d'une limite pour éviter une dégradation des propriétés mécaniques (fragilisation par l'hydrogène d'un acier à haute résistance) ou du revêtement (décollement/alcalinisation) [18-20].

La protection cathodique est particulièrement utilisée pour protéger les grandes installations de fer telles que les installations pétrolières en mer, les navires, les installations chimiques et les conduites de transport souterraines [21].

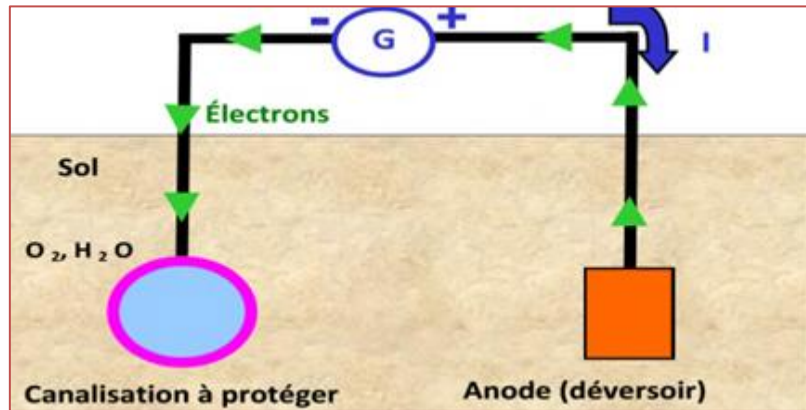


Figure (I.3) : Protection cathodique par courant imposé [22].

I. 6. 2. 2. Protection anodique :

Le métal pourra être protégé contre la corrosion par élévation de son potentiel dans le domaine de passivation, (réalisable par intervention d'une action oxydante ou par intervention d'un courant électrique imposé [22]).

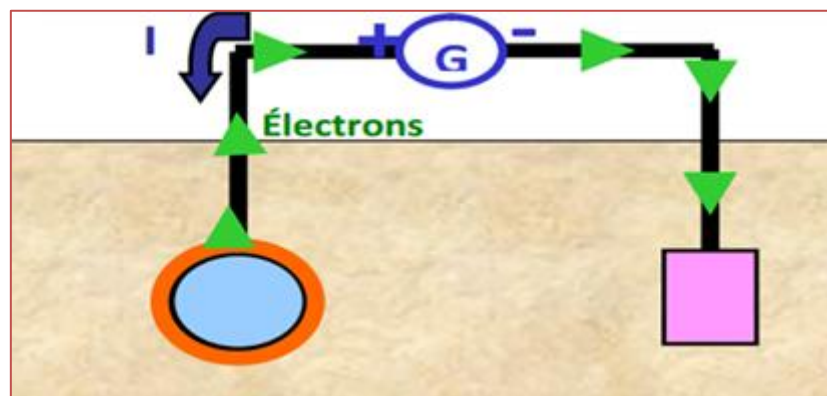


Figure (I.4) : Protection anodique par courant imposé [22].

La protection anodique est d'une utilisation beaucoup plus délicate que la protection cathodique et n'est appliquée que dans des cas particuliers (existence d'un domaine passif) [15].

I. 6. 3. Prévention par un choix judicieux des matériaux :

La méthode la plus usuelle de lutte contre la corrosion, quelles que soient ses formes, consiste en un choix de matériaux appropriés.

Le choix d'un matériau nécessite la prise en compte de nombreux facteurs [23]:

- Domaine d'utilisation.
- Nature et niveau des sollicitations mécaniques et thermiques.
- Traitements sélectionnés.
- Prix et disponibilité des matériaux [24].

I. 6. 4. Les Revêtements protecteurs :

Le traitement de surface par revêtement est une technique de plus en plus utilisée. Elle consiste à augmenter les propriétés à la surface par dépôt d'une couche très mince appelée revêtement, qui agit comme une barrière physique entre le métal et le milieu agressif afin de limiter l'intensité globale de la corrosion, d'augmenter la dureté, d'assurer la protection contre la corrosion ou d'améliorer les propriétés physiques particulières [25-27].

Ce type de revêtement ne fournit pas de protection absolue et définitive en raison des défauts susceptibles de se produire lors de la pose ou au cours de la vie de l'ouvrage. Afin d'être performant, le revêtement appliqué doit répondre à certaines spécifications dont, entre autres, l'adhérence, la bonne résistance à l'impact, le bon isolement électrique et aussi une stabilité durable de sa composition chimique [28].

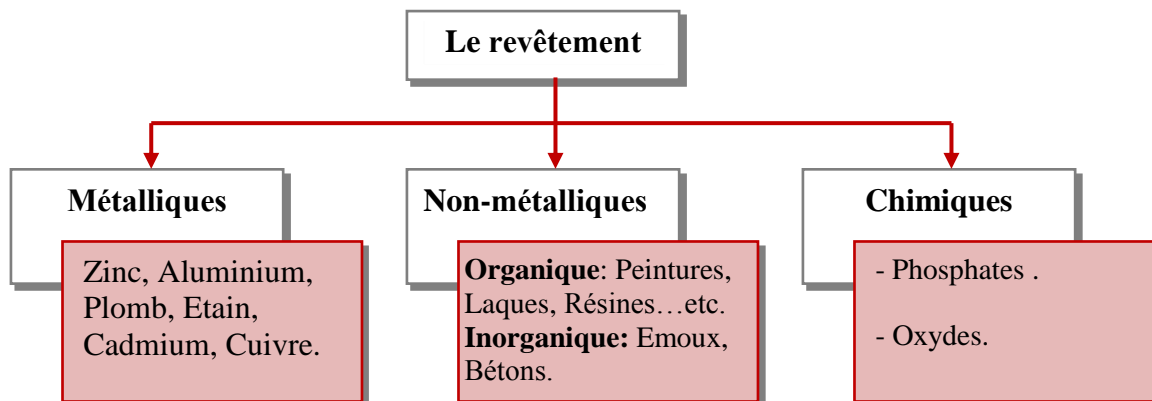


Schéma (I.1) : Types des revêtements protecteurs [17].

I. 6. 5. Protection d'inhibition :

I. 6. 5. 1. Définition d'inhibiteur :

D'après la norme ISO 8044 l'inhibiteur défini comme :

« Substance chimique ajoutée au système de corrosion à une concentration choisie pour son efficacité et qui entraîne une diminution de la vitesse de corrosion sans modifier de manière significative la concentration d'aucun agent corrosif contenu dans le milieu agressif » [22].

Un inhibiteur de corrosion est donc un produit chimique (molécule organique ou inorganique) qui est ajouté en faible quantité au milieu corrosif (en général milieu liquide , plus rarement milieu gazeux) et qui vient protéger le métal contre la corrosion en recouvrant celui-ci d'une barrière isolante (locale ou complète) vis-à-vis du milieu agressif [16].

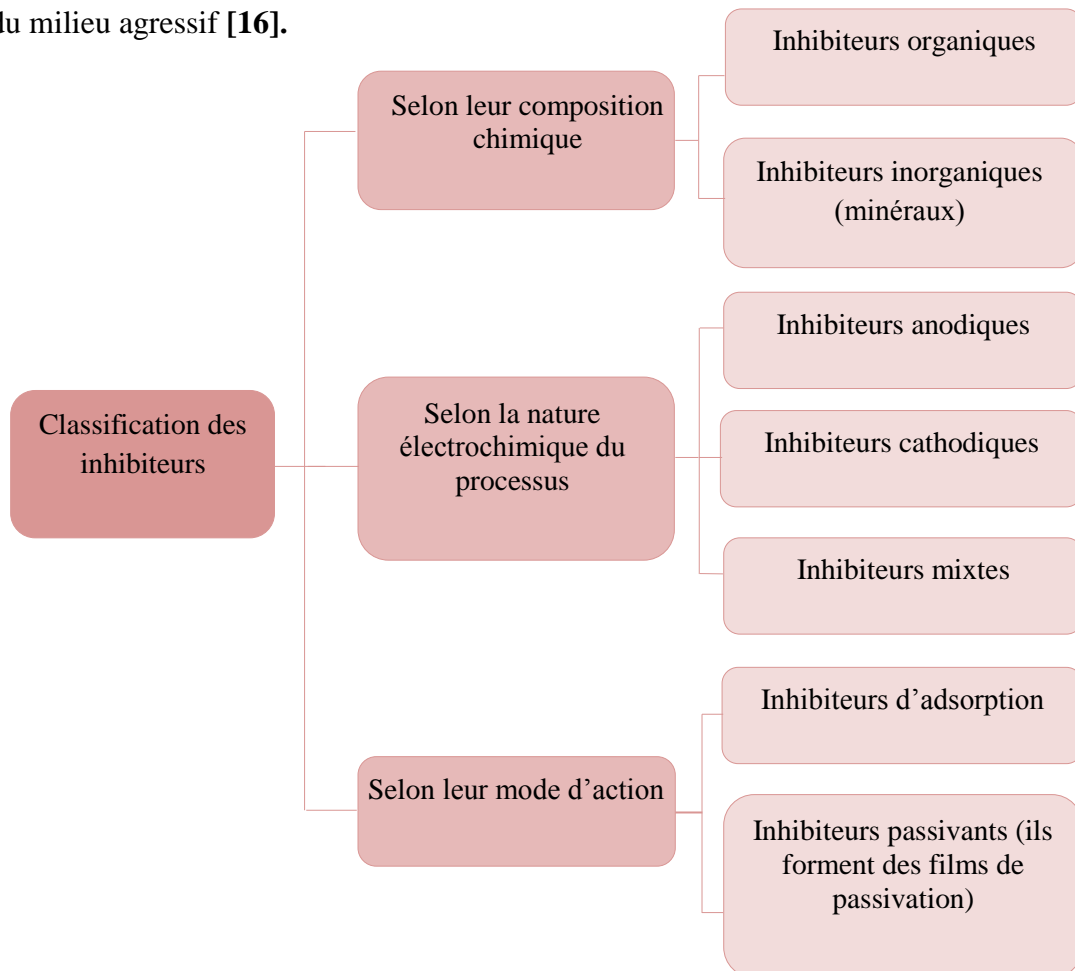


Schéma (I.2) : Classification des inhibiteurs [29, 30].

I. 6. 5. 2. Les mécanismes d'interface et principe d'action (adsorption et/ou formation d'un film) :

I. 6. 5. 2. 1. Adsorption des molécules inhibitrices à la surface

métallique :

L'adsorption est un phénomène de surface universel car toute surface est constituée d'atomes n'ayant pas toutes leurs liaisons chimiques satisfaites. Cette surface a donc tendance à combler ce manque en captant des atomes et des molécules qui se trouvent à proximité. Deux types d'adsorption peuvent être distingués : la physisorption (formation de liaisons faibles) et la chimisorption .

La première, encore appelée adsorption physique conserve l'identité aux molécules adsorbées; trois types de forces sont à distinguer :

- Les forces de dispersion (Van der Waals, London) toujours présentes.
- Les forces polaires, résultant de la présence de champ électrique.
- Les liaisons hydrogène dues aux groupements hydroxyle ou amine [31].

La deuxième, la chimisorption, au contraire, consiste à la formation de liaisons chimiques bien plus stables entre la partie polaire de la molécule (O,S,N,P) et à la surface métallique, car basées sur des énergies due à la mise en commun d'électron [32].

Les molécules organiques utilisées comme inhibiteurs, contiennent une partie non polaire, hydrophobe, constituée principalement d'atomes de carbone et d'hydrogène, et une partie polaire, hydrophile, constituée d'un ou plusieurs groupes fonctionnels, tels que -NH₂ (amine), -SH (mercapto), -OH (hydroxyle), -PO₃⁻² (phosphate)...

La molécule se lie à la surface par son groupe fonctionnel, alors que sa partie non polaire, plus volumineuse, bloque partiellement la surface active, ainsi les chélates peuvent être formés à la surface du métal lorsque le composé organique contient plus d'un groupement fonctionnel figure(I.5) [33].

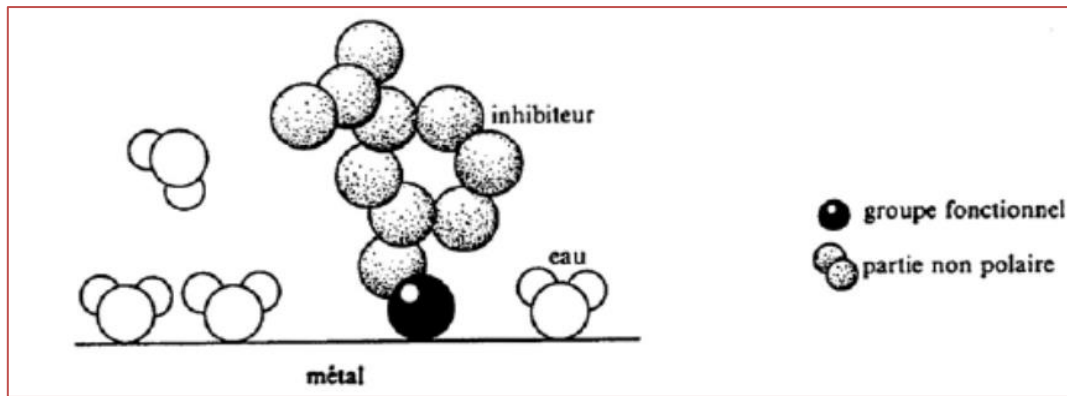


Figure (I.5) : Représentation schématique des modes d'adsorption de molécules organiques inhibitrices sur une surface métallique [17].

I. 6. 5. 2. 2. Formation d'un film intégrant les produits de dissolution

du substrat :

Cette forme d'inhibition, appelée également inhibition «d'interphase » traduit la formation d'un film tridimensionnel entre le substrat corrodé et les molécules d'inhibiteur [34-36].

Les inhibiteurs d'interphase ne se contentent ainsi pas d'être adsorbés aux interfaces métal/oxyde et oxyde/électrolyte, mais sont également incorporés dans les couches barrières (en formant des complexes par exemple) ; ainsi ces molécules inhibitrices d'interphase conduisent à des réseaux homogènes et denses présentant de fait une faible porosité et une bonne stabilité [31].

I. 6. 5. 3. Types des inhibiteurs :

L'adsorption de l'inhibiteur à la surface du metal conduit au blocage de sites réactionnels , ce qui empeche soit les reactions anodiques, soit les reactions cathodiques (ou les deux) et de ce fait , il en résulte une diminution du courant de corrosion [16].

I. 6. 5. 3. 1. Les inhibiteurs anodiques :

Sont les inhibiteurs qui forment une couche mince installée sur la surface du métal, Ils comportent les agents oxydants tels que les chromates et les nitrites, ou d'autres sels comme les hydroxydes, les silicates, les borates, les phosphates, les carbonates et

les benzoates. Ces inhibiteurs diminuent la densité de courant de dissolution du métal et déplacent le potentiel de corrosion dans le sens positif [13, 37].

L'inhibiteur anodique s'adsorbe préférentiellement sur les sites anodiques de dissolution du métal (figure (I.6)).

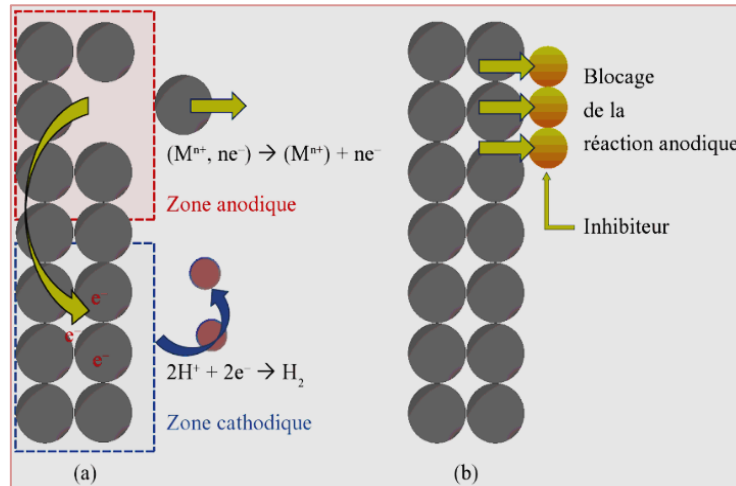


Figure (I.6) : Représentation du rôle d'un inhibiteur anodique en milieu acide :(a) sans inhibiteur, (b) avec inhibiteur [16].

I. 6. 5. 3. 2. Les inhibiteurs cathodiques :

Ils réduisent la réaction cathodique en empêchant l'oxygène d'atteindre la surface à protéger, comprennent des combinaisons de zinc, de nickel, de magnésium, des phosphates alcalins, des combinaisons d'arsenic...etc. Cette fois les inhibiteurs diminuent l'intensité de courant de réduction du solvant et déplacent le potentiel de corrosion dans le sens négatif [13, 27, 37].

L'inhibiteur cathodique s'adsorbe préférentiellement sur les sites cathodiques de réduction d'un oxydant contenu dans la solution (figure(I.7)).

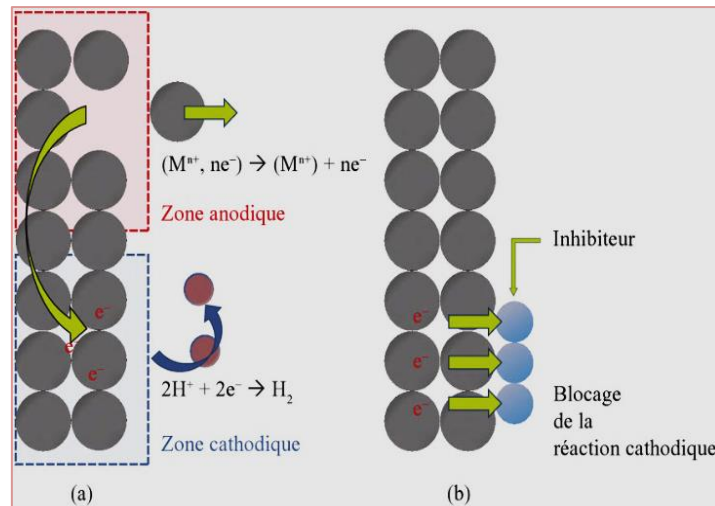


Figure (I.7) : Représentation du rôle d'un inhibiteur cathodique en milieu acide :
(a) sans inhibiteur, (b) avec inhibiteur [16].

I. 6. 5. 3. 3. Les inhibiteurs mixtes :

Les inhibiteurs mixtes agissent en même temps sur les surfaces anodiques et cathodiques, lorsque le film est déposé sélectivement sur la surface anodique, le potentiel de corrosion se déplace vers des valeurs positives. Dans le cas où le film est déposé à la surface cathodique, le potentiel de corrosion balance vers des valeurs négatives. par exemple: le mélange nitrate + benzoate, un ortho phosphate + chromate, les poly phosphates + chromate [13, 27, 37].

Du point de vue des utilisateurs, la différence entre les inhibiteurs anodiques et les inhibiteurs cathodiques peut être résumée comme suite :

- Selon l'efficacité: l'inhibiteurs anodiques , qui bloquent directement la réaction de dissolution du métal, sont généralement plus efficaces que les inhibiteurs cathodiques , qui n'interviennent qu'indirectement sur l'autre produit de la réaction de dissolution (les électrons)
- Selon la sécurité d'utilisation: les inhibiteurs anodiques, plus efficaces, peuvent également s'avérer plus dangereux. Une utilisation à des doses insuffisantes peut, dans certains cas, conduire à une localisation de la corrosion: formation des piqûres [16].

I. 6. 5. 4. Domaines d'application :

Les domaines d'application d'inhibiteurs sont nombreux et leur classification est selon le type d'inhibiteur utilisé: [17]

- En milieu aqueux: utiliser les inhibiteurs pour milieux acides, entre autre, pour éviter une attaque chimique de l'acier lors du décapage.
- Dans l'industrie pétrolière: on les ajoute aux fluides de forage.
- La protéger des circuits d'eau de refroidissement: employer les inhibiteurs pour milieux neutres.
- La protection anti corrosion des métaux: on utilise les peintures où les inhibiteurs de corrosion [38].

I. 7. Méthodes de mesures de la corrosion :

L'interface métal-solution est un système complexe, chaque méthode de la détermination de la vitesse de corrosion conduira donc à une approche différente de cette grandeur, suivant la nature des hypothèses sur lesquelles est fondée la technique utilisée. Les méthodes les plus courantes sont : la gravimétrie qui est une méthode très ancienne de mesure directe, les méthodes électrochimiques stationnaires (courbe de polarisation) et les méthodes électrochimiques transitoires parmi lesquelles les mesures d'impédances électrochimiques [39].

✚ Dans notre travail on s'intéresse seulement à la gravimétrie.

I. 7. 1. Mesures gravimétriques :

La perte de masse est la méthode la plus ancienne de mesure de la corrosion, et qui se base sur la construction réelle du système.

C'est une méthode simple, elle donne des informations très utiles à des prix relativement bas et sans perturbation des systèmes. Son principe est l'immersion de l'échantillon à étudier de surface S dans le milieu corrosif considéré (après sa pesé) pendant une durée bien définie t . Ensuite, l'évaluation se fait visuellement. L'inspection visuelle de la morphologie de la corrosion, puis, après lavage, l'échantillon est de nouveau repesé pour déterminer la masse perdue ΔP (le taux de corrosion) [40].

La vitesse de corrosion est donnée par la relation suivante:

$$W = \Delta M / S \cdot t \quad (\text{mg.cm}^{-2}.\text{h}^{-1}) \dots\dots\dots (\text{I.4})$$

$$\Delta M = M_1 - M_2$$

L'efficacité inhibitrice d'un composé organique est donnée par la relation suivante :

$$E(\%) = \frac{W - W_{inh}}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{I.5})$$

où W et W_{inh} sont les pertes de poids de l'échantillon après immersion dans la solution respectivement sans et avec inhibiteur [41].

L'efficacité des inhibiteurs de corrosion dépend de plusieurs facteurs :

Du point de vue macroscopique elle dépend de la vitesse d'écoulement (ou diffusion des inhibiteurs), de la chimie de la solution, de la température et de la pression.

A l'échelle moléculaire, elle dépend du nombre de sites d'adsorption, de la densité de charge de l'inhibiteur, de la taille des molécules inhibitrices, du mode d'interaction avec la surface du métal et de la structure électronique des molécules [42].

I. 7. 2. Mesures électrochimiques :

Les techniques électrochimiques constituent une méthode plus complète puisqu'elles étudient la base même du phénomène de corrosion, le processus électrochimique. L'aspect quantitatif de ces techniques (courbes de polarisation à vitesse de balayage modérée, spectroscopie d'impédance électrochimique,...) permet d'accéder à des vitesses de réaction et des valeurs de paramètres physiques décrivant l'état du système (capacité de double couche, résistance de transfert de charges, capacité du film,...).

Les méthodes électrochimiques peuvent être classées selon deux groupes distincts : les méthodes stationnaires et les méthodes non-stationnaires dites transitoires [43].

Partie expérimentale

Chapitre II

Synthèse et caractérisation d'inhibiteur

II. 1. Synthèse des dérivés de benzène :

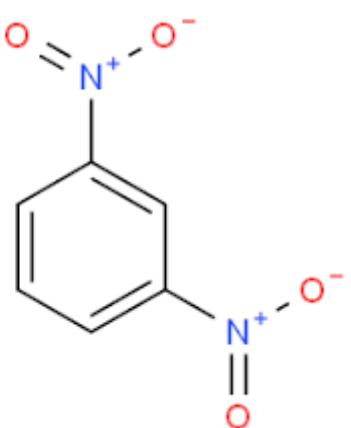
Ce chapitre contient la partie expérimentale de notre étude. Dont le but est de synthétiser un dérivé du nitrobenzène, puis l'étude de l'effet inhibiteur contre la corrosion d'acier X42 en milieu aqueux.

II. 2. Généralité :

Le nitrobenzène a été produit en 1847 par le chimiste britannique Charles Mansfield, en faisant réagir benzène avec acide nitrique.

Le 1-3-dinitrobenzène est un composé de la réaction de l'acide nitrique, l'acide sulfurique et du nitrobenzène. C'est une molécule solide cristallisée aromatique sous forme d'aiguille incolore, utilisée dans la fabrication d'explosifs, de lubrifiants, d'inhibiteurs de polymérisation de la corrosion.

Tableau (II.1) : Propriétés physiques et chimiques de 1,3-dinitrobenzène (1,3-DNB).

Propriétés	(1,3-DNB)	Formule développée
<i>Formule brute</i>	$C_6H_4N_2O_4$ Ou $C_6H_4(NO_2)_2$	
<i>Masse molaire</i>	168,106 g.mol ⁻¹	
<i>Température d'ébullition</i>	291 °C	
<i>Température de fusion</i>	89-90 °C	
<i>Solubilité</i>	500g.l ⁻¹ à (eau, 20 °C)	
<i>Masse volumique</i>	1.5751g.cm ⁻³ à 18 °C	

II. 3. Synthèse de m-dinitrobenzène :

Protocole générale la synthèse du m-dinitrobenzène :

Dans un ballon sec de 250 ml, on incorpore 21 ml d'acide sulfurique concentré et 15 ml d'acide nitrique fumant de densité $d = 1.5$ avec quelques fragments de porcelaine non émaillée, un condenseur à reflux est attaché, le tout est placé dans une haute, on ajoute

lentement 12,5 ml (0,122 mole) de nitrobenzène par portion d'environ 3 ml, avec une agitation après chaque addition pour assurer un mélange parfait, le mélange est chauffé en bain-marie pendant 30 minutes sous agitation puis on laisse refroidir à la température ambiante. Ensuite, il est versé dans 500 ml d'eau froide avec précaution en remuant vigoureusement. Le dinitrobenzène se solidifie rapidement. Le produit est filtré, lavé à l'eau froide et laissé égoutter autant que possible, puis est transféré dans un ballon de 250 ml équipé d'un condenseur à reflux, on ajoute 80 à 100 ml d'alcool industriel et on chauffe au bain-marie pour dissoudre tout le solide. Puis on filtre à travers un papier filtre on obtient des cristaux incolores de m-dinitrobenzène sous forme d'aiguille se dépose pendant refroidissement, avec un rendement de 69 % et un point de fusion mesuré à 89 °C.

Le schéma ci-dessous montre le chemin réactionnel pour obtenir m-dinitrobenzène à partir du nitrobenzène :

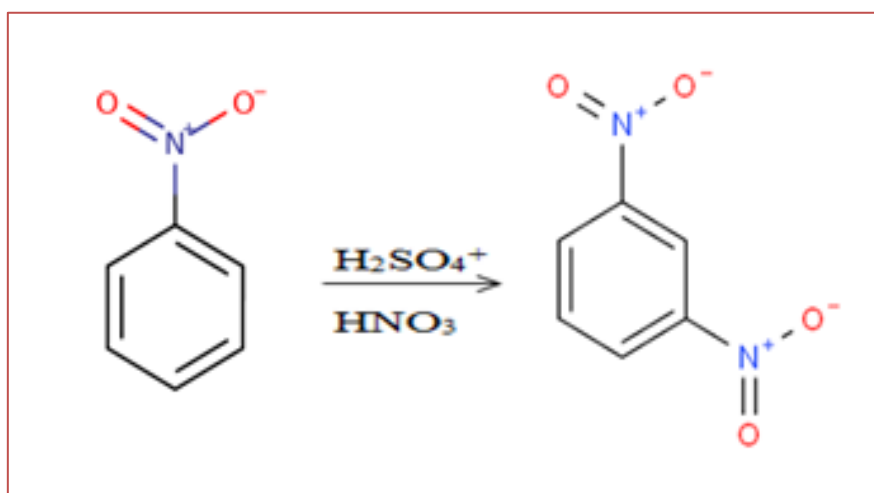


Schéma (II.1) : La réaction de la formation du m-dinitrobenzène.

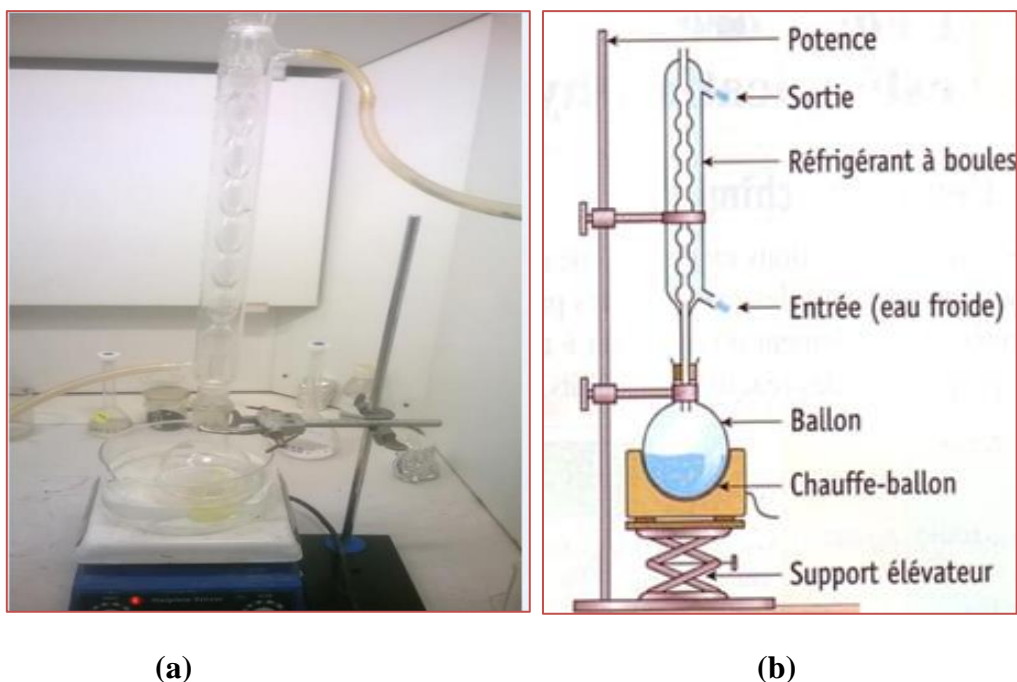


Figure (II.1) : Le montage expérimental.



Figure (II.2) : Le *m*-dinitrobenzène obtenu en forme cristaux.

II. 4. Méthodes d'analyse et de confirmation utilisées :

II. 4. 1. Point de fusion :

La détermination du point de fusion par la méthode capillaire dans un appareil à point de fusion BUCHI 510 avec une vitesse de chauffage de 1°C par minute.



Figure (II.3) : Photographie de l'appareil de point de fusion utilisé.

II. 4. 2. Spectrophotométrie IR :

Les spectres infrarouges ont été enregistrés par un appareil à transformée de Fourier FTIR 830 marque SHIMADZU. Les produits solides sont analysés sous forme de pastille avec (ou dans) le KBr et aussi les techniques IRTF de transmission et de réflexion sont utilisées essentiellement pour connaître les différentes fonctions chimiques à la surfaces des matériaux élaborés (Si-O-Si, -OH, Al-O, C=C, C-N....).



Figure (II.4) : Photographie de l'appareil d'IR utilisé.

II. 5. Les inhibiteurs appliqués à Rhourde -Nous :

La stratégie retenue pour le champ de Rhourde -Nous consiste à injecter un type d'inhibiteur à base d'amine, qui est :

CHIMEC 1038 : est un inhibiteur filmant/neutralisant, qui offre une fonction filmant permettant d'isoler l'eau agressive du métal, et une fonction neutralisante de l'acidité carbonique par l'élévation de pH du milieu, et cet inhibiteur est actuellement utilisé dans la région.



Figure (II.5) : Présentation de l'inhibiteur CHIMEC 1038.

Tableau (II.2) : Fiche de sécurité de l'inhibiteur.

	Propriétés physiques	Compatibilité avec les matériaux	Application sur site
CHIMEC 1038	<ul style="list-style-type: none"> - Liquide, - Couleur : ambre, brune, - Densité à 20°C est 885 kg/m³ ±0.02, - Viscosité à 20°C : < 50 mPa.s, 	<ul style="list-style-type: none"> - Le produit peut être corrosif vis-à-vis de l'acier, il est recommandé d'utiliser de l'acier inox ou plastic pour les cuves de stockage et lignes d'injection. 	<ul style="list-style-type: none"> - Peut être utilisé concentré ou dilué, - Peut être injecté en continu ou en batch.

- Soluble en hydrocarbures et dispersible en eau.		
---	--	--

II. 5. 1. Procédure du traitement :

Le traitement par inhibiteur de corrosion s'effectue par une injection continue dans la première manchette en aval de porte-duse à l'aide d'une pompe doseuse, calibrée pour donner la concentration optimale de l'inhibiteur. Le traitement continu est réalisé en deux étapes :

- La première consiste à réaliser un traitement choc nécessaire à la formation du film de l'inhibiteur (la période de cette étape peut atteindre 24 heures).
- La deuxième étape consiste à entretenir le film, la concentration de l'inhibiteur est réduite à une faible dose dans ce mode du traitement, et l'opérateur doit veiller au bon fonctionnement des pompes doseuses et à la disponibilité permanente de l'inhibiteur de corrosion.



Figure (II.6) : Point d'injection de l'inhibiteur de corrosion au niveau du puits.



Figure (II.7) : Pompe doseuse responsable à injecter l'inhibiteur de corrosion.

II. 5. 2. Principe d'un essai industriel :

L'inhibiteur fourni par le fournisseur doit être soumis à un ensemble de tests s'appelle "essai industriel" avant d'être utilisé dans le champ. Cet essai contient plusieurs étapes à suivre pour une durée de vie peut atteindre 6 mois ou plus :

- ✓ Période d'observation du processus et des analyses chimiques avant inhibition,
- ✓ Période de filmage (24 à 48 heures) 20 à 50 g/m²/jour pour former une couche protectrice à la surface du métal.
- ✓ Optimisation du taux d'injection en fonction des résultats.
- ✓ Période d'observation du processus et des analyses chimiques après injection.

Cette période assez longue nous permet de contrôler l'efficacité de l'inhibiteur, ses répercussions sur le processus et de vérifier le rendement de l'inhibition.

II. 5. 3. Etude d'efficacité de l'inhibiteur CHIMEC 1038 :

Cette étude permet d'évaluer l'efficacité de cet inhibiteur sur nos équipements de production de surface après l'injection entre la tête du puits et la duse, et de faire mesurer la vitesse de corrosion.

❖ Les spectres IR obtenus pour l'inhibiteur commercial :

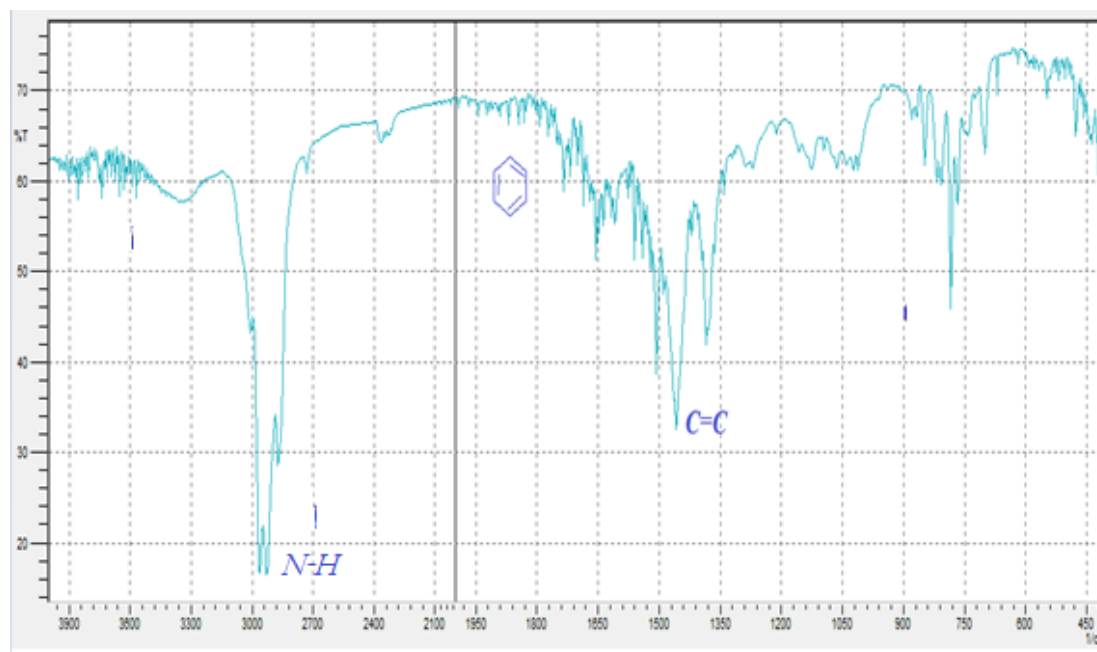


Figure (II.8) : Le spectre IR de l'inhibiteur commercial.

II. 6. Caractéristiques physico-chimiques de l'eau d'Albien :

Tableau (II.3) : Caractéristique physico-chimique de l'eau d'Albien de la région Rhourde - Nouss wilaya d'Illizi.

Paramètres	Valeurs	Norme OMS (2006)
Salinité	1872	-
Fe (mg/l)	6.2	-
SO ₄ ²⁻ (mg/l)	100	250
Ca ²⁺ (mg/l)	2004	75
pH	7.68	6.5-8
Conductivité (ms/cm)	1.70	180-1000
Cl ⁻ (mg/l)	35.5	200
Cu ²⁺ (mg/l)	1.1	2
T(°C)	23	25

II. 6. 1. Calcule du taux d'agressivité de l'eau utilisée :

II. 6. 1. 1. Le pH :

Le pH (potentiel hydrogène) est un nombre entre 0 et 14 fonction de la concentration en ions H^+ (acide) dans l'eau ($pH = - \log [H^+]$).

II. 6. 1. 2. Conductivité :

La conductivité permet de mesurer la concentration en ions de la phase liquide d'un substrat en utilisant la propriété d'une solution aqueuse de conduire l'électricité proportionnellement à sa concentration en ions.

II. 6. 1. 3. Dosage des chlorures (Cl^-) :

Les chlorures sont dosés selon la méthode de Mohr, dont le titrage se fait par la solution neutre de nitrate d'argent ($AgNO_3$), après l'ajout de chromate de potassium (K_2CrO_4), jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge brique.

II. 6. 1. 4. Dosage des sulfates (SO_4^{2-}) :

Le dosage se fait par un photomètre PALINTEST (figure II.9) réglé à une longueur d'onde de 520 nm, la gamme de mesure varie de 0 à 200 mg/l.



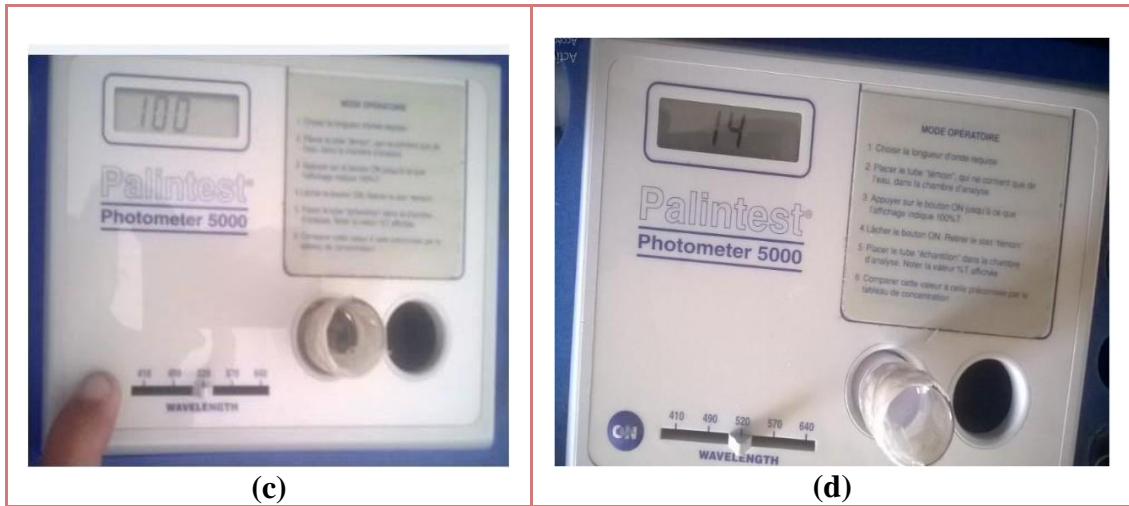


Figure (II.9) : La méthode de dosage des sulfates.

Tableau (II.4) : La référence de dosage des sulfates.

mg/l	SULPHATE SULFAT			SULPHATE SULFAAT			SULFATOS			520 nm
% T	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
90	3	5	7	8	9	10	12	13	14	15
80	16	17	18	19	20	21	22	24	25	26
70	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36
60	37	38	39	40	42	43	45	46	48	49
50	50	52	53	54	56	57	59	60	62	64
40	65	67	68	70	72	74	75	77	79	81
30	83	85	87	90	93	95	97	100	103	107
20	110	113	116	120	124	128	133	138	143	148
10	155	162	170	178	185	193	200	-	-	-

II. 7. Matériaux utilisé :

II. 7. 1. Présentation de métal de base :

Le métal de base utilisé dans notre travail est fourni par la société Algérienne COSIDER, qui constitué d'un acier X42 sous forme de tôle.

❖ Identification du métal de base :

L'acier API 5L X42 est un acier au carbone sont utilisés dans la construction des pipelines désigné par sa limite élastique et résistance mécanique.

Les significations de ces dernières désignations sont comme suit :

- **API** : American Petroleum Institute.
- **5L** : Spécification pour le pipeline.
- **X42** : Le grade de l'acier. Les autres grades sont, par exemple, A, B, X60, X70.
- **Le chiffre 42** : 42000 psi, c'est la limite élastique de l'acier en psi « pound per square inch » (livre par pouce carré).

❖ *Composition chimique :*

La composition chimique d'acier X42 elle est présentée dans le tableau (II.5)

Tableau (II.5) : *Composition chimique d'acier X42.*

Eléments(%)	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	Cu
Min	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Max	0.200	-	1.30	0.030	0.030	-	-	-	-
Produit	0.18	0.29	0.85	0.003	0.010	0.06	0.06	0.013	0.150

Elément(%)	V	Al	Ti	Sn	Ca	N	B	Nb	CE
Min	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Max	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Produit	0.001	0.026	0.001	0.009	0.0013	0.0056	0.0006	0.0010	0.35

II. 7. 2. Conditions expérimentales :

II. 7. 2. 1. Etude métallographique :

À partir de métal brute d'acier X42 prendre une tôle dimensions (15x15) cm et découper en cinq échantillons sous forme cylindrique d'une surface de 1.54 cm² et une hauteur d'environ 1,5 cm. Le découpage est fait par une machine sous pression.



(a)

(b)

Figure (II.10) : L'apparence de la tôle du métal X42 avant (a) et après (b) la découpage.

II. 7. 2. 2. Polissage mécanique :

Chaque échantillon subit un polissage pour les deux faces cylindriques au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fin avec une lubrification à l'eau et une vitesse 250 tours / min (grade 80,120, 180, 320, 400, 600) et 600 tours /min dans (grade 800, 1000, 1200, 2000) pour atteindre une surface miroir.



Figure (II.11) : Apparence de l'échantillon de métal X42 après le polissage.



Figure (II.12) : La polisseuse.

II. 7. 2. 3. Nettoyages des échantillons :

On rince les échantillons à l'eau distillée, on dégraisse à l'éthanol et on sèche à l'aide d'un séchoir électrique enfin on couvre bien avec du papier transparent.

★ **Remarque** : Lors du passage d'une granulométrie à une autre, l'échantillon est dégraissé à l'eau distillée et à l'éthanol.



Figure (II.13) : L'éthanol.

II. 7. 2. 4. L'isolation de l'échantillon par revêtement :

Pour l'isolation de milieu aqueux corrosif, nous avons utilisé le vernis à angles non dégradable dans le milieu aqueux sur tous les échantillons, on laisse toujours une seule surface transversale.



Figure (II.14) : L'apparence des échantillons X42 avec le revêtement.

II. 7. 2. 5. Solution corrosive :

La solution corrosive choisie est l'eau Albien de la source de la région Rhourde- Nous de la wilaya d'Ilizi.

II. 7. 2. 6. Choix de la vitesse d'écoulement :

Dans notre travail on a choisi une vitesse d'écoulement ($V_{\text{ecoul}}= 135 \text{ t/min}$) .

II. 7. 2. 7. Durée d'expérience d'immersion :

Le choix de ces durées 3 h, 3 j et 7 jours est nécessaire pour mieux comprendre et observer le phénomène d'adsorption d'inhibiteur et son efficacité de minimiser la corrosion en milieu aqueux par la formation d'un film inhibiteur sur la surface métallique des échantillons à une température ambiante.

II. 8. Les solutions électrolytiques :

II. 8. 1. Préparation des solutions :

- Apporter une capacité de 100 ml et ajouter 0,01 g de notre inhibiteur de m-dinitrobenzène, et compléter jusqu'à la linge de la fiole avec de l'eau d'Albein, de la même manière on prépare la solution d'une concentration 50 ppm.
- On prépare les mêmes concentrations pour l'inhibiteur commercial (50 ppm et 100 ppm).

II. 8. 2. Les milieux corrosifs :

Pour calculer la vitesse de corrosion , on a préparé cinq bains corrosifs d'un milieu aqueux d'eaux d'Albien, le premier sans inhibiteur, deux avec l' inhibiteur (m-dinitrobenzène) de différents concentrations (50 ppm et 100 ppm) et les deux autres bains avec l'inhibiteur commercial dans l'eau d'Albien comme il est présenté dans le tableau II.6 suivant :

Tableau (II.6) : *Les milieux corrosifs.*

Sans inhibiteur	Bain 1	L'eau Albien
Avec inhibiteur (m-dinitrobenzène)	Bain 2	Solution de 50 ppm de concentration de m-dinitrobenzène
	Bain 3	Solution de 100 ppm de concentration de m-dinitrobenzène
Avec inhibiteur (commercial)	Bain 4	Solution de 50 ppm de concentration d'inhibiteur commercial
	Bain 5	Solution de 100 ppm de concentration d'inhibiteur commercial

II. 9. Les immersions avec écoulement :

Dans cette méthode on a immergé les échantillons dans des cristallisoirs qui contient des solutions préparées dans l'appareil JAR TEST basée sur l'agitation (tours par minute) comme le représente la figure suivante :



Figure (II.15) : *L'appareil Jar test.*



Figure (II.16) : *L'apparence de l'expérience immersion dans les premières heures d'agitation.*



Figure (II.17) : *L'apparence de l'échantillon après 3 heures d'immersion.*



Figure (II.18) : *L'apparence de l'échantillon après le nettoyage.*

Chapitre III
Les résultats

III. 1. Introduction :

La méthode gravimétrique (perte de masse). sera appliquée dans le but de mesurer la vitesse de corrosion.

III. 2. Calcul de la vitesse de corrosion :

III. 2. 1. Etude gravimétrique :

On immerge les échantillons préparés de l'acier X42, dans l'eau d'Albien en absence et en présence de l'inhibiteur m-dinitrobenzène pour l'inhibiteur commercial avec les concentrations: 50 ppm, 100 ppm, après plusieurs durées d'immersion: 3 h, 3 j et 7 jours à la température ambiante, les résultats des tests de l'inhibition de la corrosion de l'acier X42 ont été obtenus par la méthode expérimentale : masse perdue

On peut déterminer la valeur de vitesse de corrosion, avec la relation suivante:

$$T = \Delta m / (S \cdot t) \dots\dots\dots (III .1)$$

La vitesse de corrosion (T) sans inhibiteur en fonction du temps est présentée dans le tableau (III.1) suivant :

Tableau (III.1) : La vitesse de corrosion d'acier X42, sans inhibiteur.

Condition d'immersion Les durées	S(mm ²)	Poids (g)			T (g/mm ² .jour)
		Avant	Après	Différence	
t = 3 h	154.158	5.3500	5.3499	0.0001	0.000005189
t = 3 j	154.158	5.3500	5.3447	0.0053	0.000011460
t = 7 j	154.158	5.3500	5.3424	0.0076	0.000007042

❖ Etude de la corrosion avec la présence de l'inhibiteur m-dinitrobenzène :

La vitesse de corrosion (T) avec la présence de l'inhibiteur m-dinitrobenzène en fonction du temps est présenté dans les tableaux suivants :

Tableau (III.2) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=50 ppm d'inhibiteur *m*-dinitrobenzène.

Condition d'immersion Les durées	S(mm ²)	Poids (g)			T (g/mm ² .jour)
		Avant	Après	Différence	
t = 3 h	154.158	4.3250	4.3200	0.005	0.000259474
t = 3 j	154.158	4.3250	4.3204	0.0046	0.000009946
t = 7 j	154.158	4.3250	4.3149	0.0101	0.000009359

Tableau (III.3) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=100 ppm d'inhibiteur *m*-dinitrobenzène.

Condition d'immersion Les durées	S(mm ²)	Poids (g)			T (g/mm ² .jour)
		Avant	Après	Différence	
t = 3 h	154.158	4.3194	4.3191	0.0003	0.000015568
t = 3 j	154.158	4.3194	4.3161	0.0033	0.000007135
t = 7 j	154.158	4.3194	4.3138	0.0056	0.000005189

Ces tableaux présentent des comparaisons entre les poids de nos échantillons avant et après l'immersion dans un milieu aqueux sans inhibiteur, l'eau d'Albien, avec *m*-dinitrobenzène pour les concentrations : 50 ppm et 100 ppm à des durées de 3 h, 3 j et 7 jours pour chaque concentration.

Ceci montre le début de la formation d'un film fin dès les premiers heures sur la surface de nos échantillons des X42 pour toutes les concentrations choisis, ce qui explique l'efficacité du *m*-dinitrobenzène.

❖ **Etude de la corrosion avec la présence de l'inhibiteur commercial :**

Tableau (III.4) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C= 50 ppm d'inhibiteur commercial.

Condition d'immersion Les durées	S(mm ²)	Poids (g)			T (g/mm ² .jour)
		Avant	Après	Différence	
t = 3 h	154.158	5.2297	5.1922	0.0375	0.001946055
t = 3 j	154.158	5.2297	5.1933	0.0364	0.000078707
t = 7 j	154.158	5.2297	5.1876	0.0421	0.000039013

Tableau (III.5) : La vitesse de corrosion d'acier X42, à C=100 ppm d'inhibiteur commercial.

Condition d'immersion Les durées	S(mm ²)	Poids (g)			T (g/mm ² .jour)
		Avant	Après	Différence	
t = 3 h	154.158	5.2474	5.2462	0.0012	0.000062273
t = 3 j	154.158	5.2474	5.2455	0.0019	0.000004108
t = 7 j	154.158	5.2474	5.2365	0.0109	0.000010100

Aussi ces tableaux présentent des comparaisons entre les poids de nos échantillons avant et après l'immersion dans un milieu aqueux sans inhibiteur, l'eau d'Albien, et avec de l'inhibiteur commercial pour les concentrations : 50 ppm et 100 ppm à des durées de 3 h, 3 j et 7 jours pour chaque concentration.

Ceci montre le début de la formation d'un film fin dès les premiers heures sur la surface de nos échantillons des X42 pour toute les concentrations choisi, ce qui explique l'efficacité de l'inhibiteur commercial

❖ **Le rendement de l'inhibition par m-dinitrobenzène :**

Le rendement de l'inhibiteur est déterminé après ces durées d'immersion, à une température ambiante.

Le rendement inhibiteur (R%) avec la présence de l'inhibiteur en fonction du temps est présenté dans les tableaux suivants :

Tableau (III.6) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C=50 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.

Condition d'immersion Les durées	Poids (g)		Rendement %
	Avant	Après	
t = 3 h	4.3250	4.3200	99.884
t = 3 j	4.3250	4.3204	99.893
t = 7 j	4.3250	4.3149	99.76

Tableau (III.7) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C= 100 ppm d'inhibiteur m-dinitrobenzène.

Condition d'immersion Les durées	Poids (g)		Rendement %
	Avant	Après	
t = 3 h	4.3194	4.3191	99.993
t = 3 j	4.3194	4.3161	99.923
t = 7 j	4.3194	4.3138	99.870

Ces tableaux présentent des comparaisons entre le rendement dans un milieu aqueux sans inhibiteur, l'eau d'Albien, et avec m-dinitrobenzène pour les

concentrations : 50 ppm et 100 ppm à des durées de 3 h, 3 j et 7 jours pour chaque concentration.

Ceci montre que le m-dinitrobenzène est efficace pour toutes les concentrations car le rendement est supérieur à 99.76 %.

❖ **Le rendement de l'inhibiteur commercial :**

Tableau (III.8) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C= 50 ppm d'inhibiteur commercial.

Condition d'immersion Les durées	Poids (g)		Rendement %
	Avant	Après	
t = 3 h	5.3297	5.1922	99.28
t = 3 j	5.3297	5.1933	99.30
t = 7 j	5.3297	5.1876	99.19

Tableau (III.9) : Rendement inhibiteur du métal X42, à C=100 ppm d'inhibiteur commercial.

Condition d'immersion Les durées	Poids (g)		Rendement %
	Avant	Après	
t = 3 h	5.2474	5.2462	99.977
t = 3 j	5.2474	5.2455	99.963
t = 7 j	5.2474	5.2365	99.792

Ces tableaux présentent des comparaisons entre le rendement dans un milieu aqueux sans inhibiteur, l'eau d'Albien, et avec l'inhibiteur commercial pour les

concentrations : 50 ppm et 100 ppm à des durées de 3 h, 3 j et 7 jours pour chaque concentration.

Ceci montre que l'inhibiteur commercial est efficace pour toutes les concentrations car le rendement est supérieur à 98.28 %.

Chapitre IV
Discussion les
résultats

IV. 1. Introduction :

Dans ce chapitre, on va discuter les résultats obtenus, comme notre produit synthétisé et son efficacité inhibitrice de la vitesse de la corrosion d'acier X42 en milieu Albien.

IV. 2. Synthèse de m-dinitrobenzène :

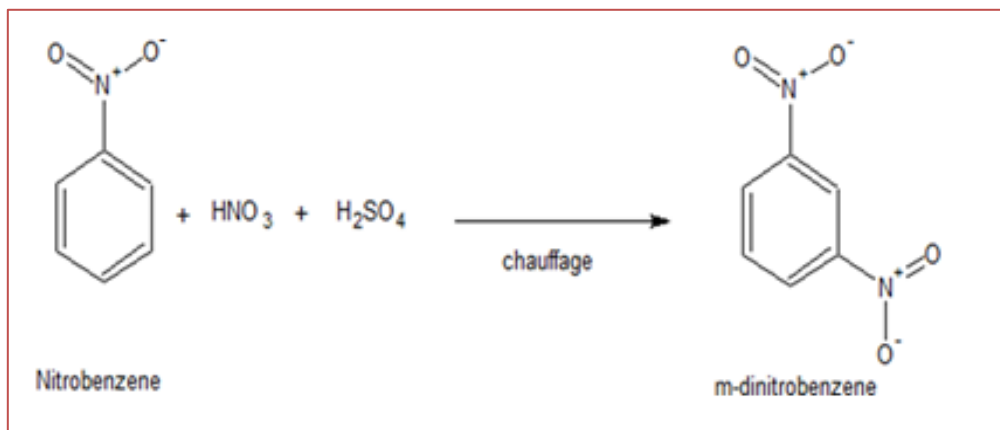


Schéma (IV.1) : La nitration de nitrobenzène.

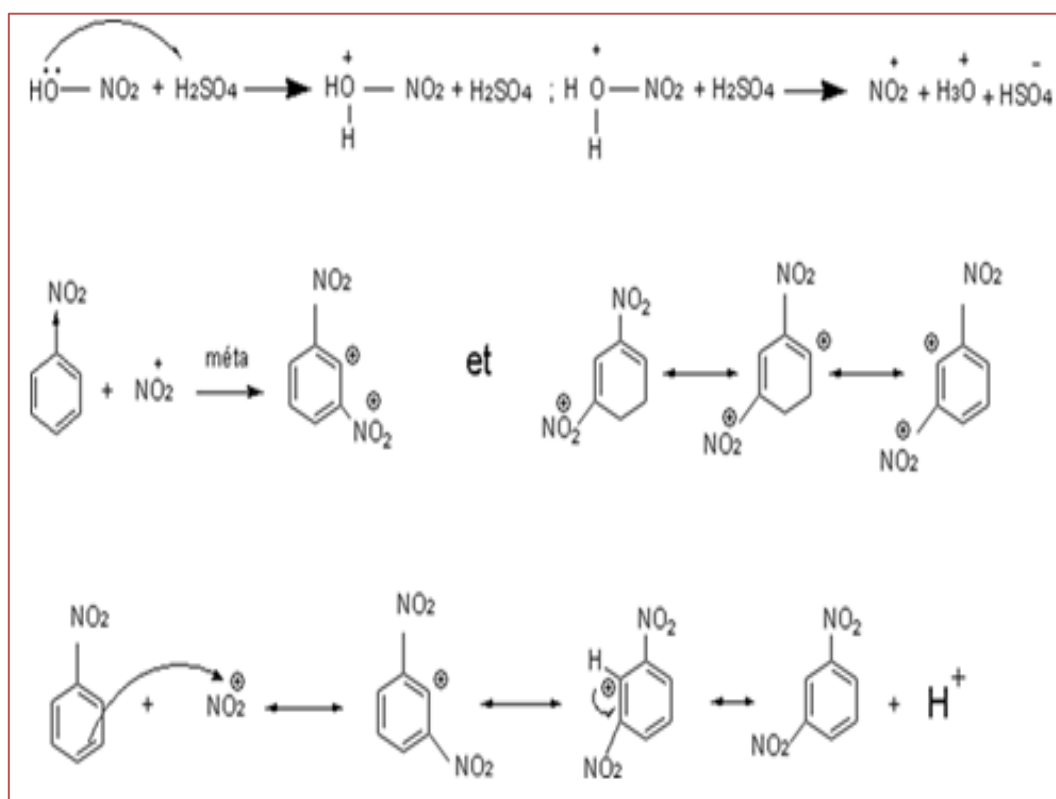


Schéma (IV.2) : La mécanisme réactionnel de nitration.

❖ Les spectres IR obtenus pour l'inhibiteur m-dinitrobenzène :

Les spectres IR représentés dans les figures suivant :

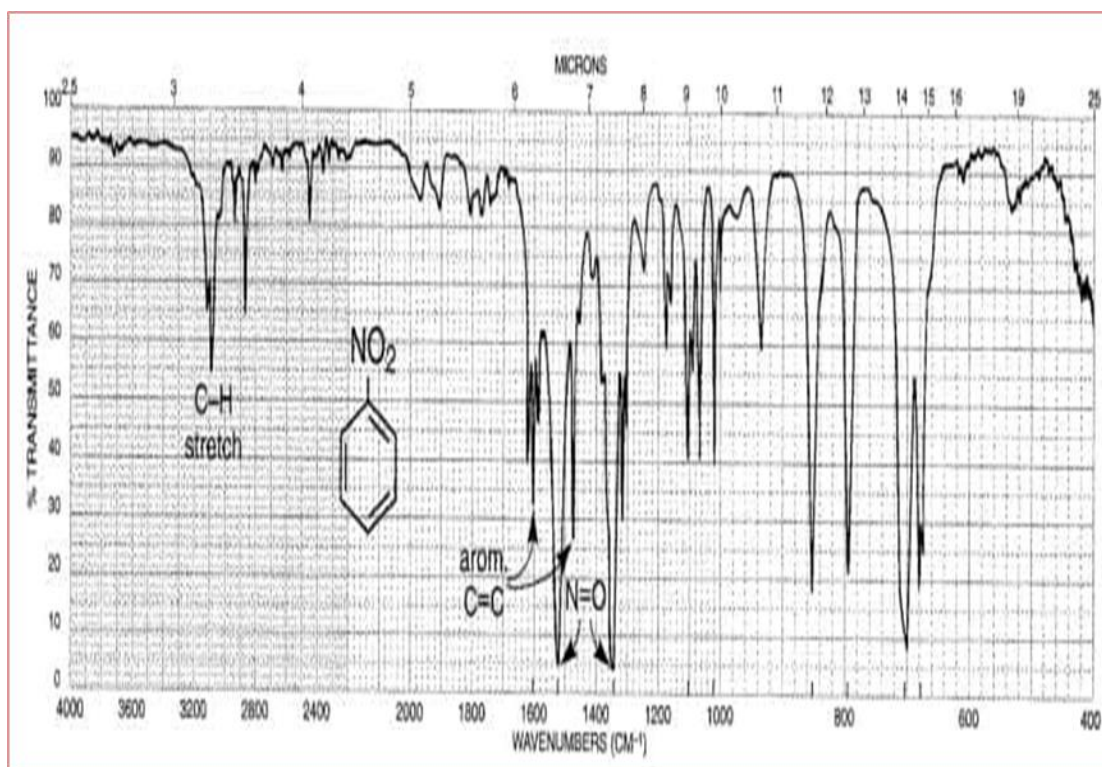


Figure (IV.1) : Le spectre IR du nitrobenzène.

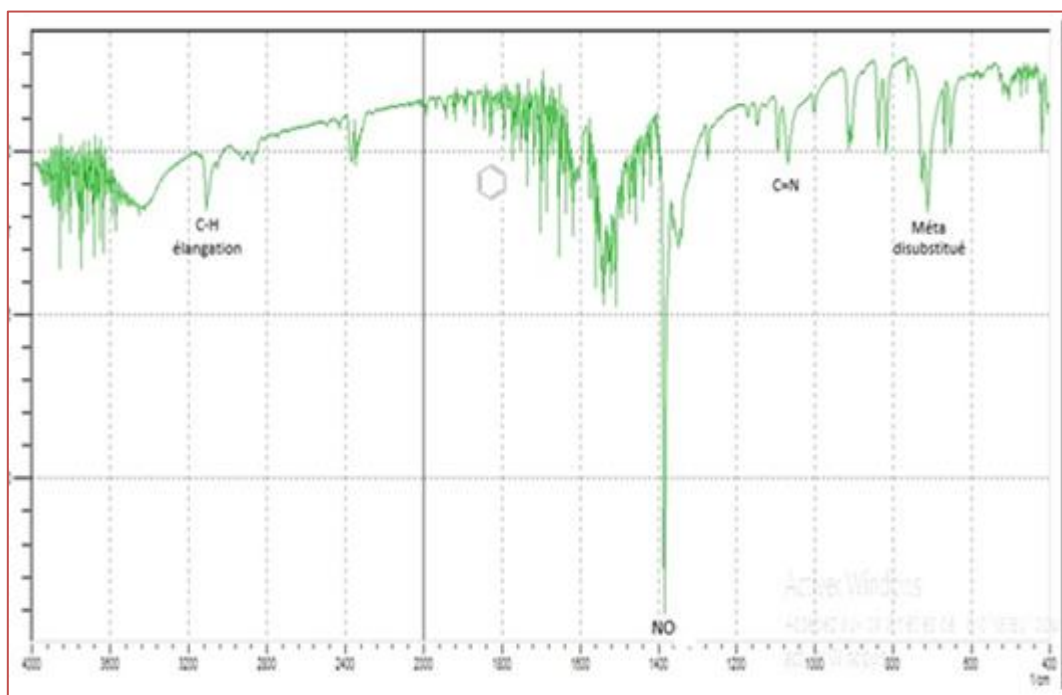


Figure (IV.2) : Le spectre IR du m-dinitrobenzène.

✚ On observe que les bandes caractéristiques correspondent à celle de la référence (IR (KBr, disk) : 1800 ; 800 ; 1400 ; 1700 ; 3100 et 700 cm^{-1}).

1800 : aromaticité

760 : méta disubstitué

1400 : NO

3100 : C-H

IV. 3. Etude de l'efficacité de l'inhibiteur :

IV. 3. 1. Les résultats de test d'immersion :

IV. 3. 1. 1. Inhibiteur m-dinitrobenzène :

❖ L'efficacité inhibitrice :

Tableau (IV.1) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 heures d'inhibiteur m-dinitrobenzène.

Condition d'immersion	Concentration (ppm)	t = 3 heures	
		T ($\text{g}/\text{mm}^2 \cdot \text{jour}$)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000005189	/
Avec inhibiteur m-dinitrobenzène	50	0.000259474	49.004
	100	0.000015568	2.0001

On remarque que le meilleur résultat est pour une concentration de 50 ppm pendant 3 heures.

Tableau (IV.2) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 jours d'inhibiteur m-dinitrobenzène .

		t = 3 jours	
Condition d'immersion	Concentration (ppm)	T (g/mm².jour)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000011460	/
Avec inhibiteur m-dinitrobenzène	50	0.000009946	0.1321
	100	0.000007135	0.3773

On remarque que le meilleur résultat est pour une concentration de 100 ppm pendant 3 jours.

Tableau (IV.3) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 7 jours d'inhibiteur m-dinitrobenzène.

		t = 7 jours	
Condition d'immersion	Concentration (ppm)	T (g/mm².jour)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000007042	/
Avec inhibiteur m-dinitrobenzène	50	0.000009359	0.3290
	100	0.000005189	0.2631

On remarque que le meilleur résultat pour une concentration de 50 ppm pendant 7 jours.

IV. 3. 1. 2. Inhibiteur commercial :

❖ **L'efficacité inhibitrice :**

Tableau (IV.4) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 heures d'inhibiteur commercial .

		t = 3 heures	
Condition d'immersion	Concentration (ppm)	T (g/mm².jour)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000005189	/
Avec inhibiteur Commercial	50	0.001946055	3.7403
	100	0.000062273	11.0009

On remarque que le meilleur résultat pour une concentration de 100 ppm pendant 3 h.

Tableau (IV.5) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 3 jours d'inhibiteur commercial .

		t = 3 jours	
Condition d'immersion	Concentration (ppm)	T (g/mm².jour)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000011460	/
Avec inhibiteur Commercial	50	0.000078707	0.0586
	100	0.000004108	0.6415

On remarque que le meilleur résultat pour une concentration de 100 ppm pendant 3 jours.

Tableau (IV.6) : La comparaison de l'efficacité inhibitrice du métal X42, temps d'immersion 7 jours d'inhibiteur commercial.

Condition d'immersion	Concentration (ppm)	t = 7 jours	
		T (g/mm ² .jour)	L'efficacité inhibitrice EI%
Sans inhibiteur	/	0.000007042	/
Avec inhibiteur commercial	50	0.000039013	4.54
	100	0.000010100	0.43425

En remarque que le meilleur résultat pour une concentration de 50 ppm pendant 7 jours.

❖ **La vitesse de corrosion :**

Les résultats obtenus sont représentés dans les courbes suivantes :

✚ **Comparaison de la vitesse de corrosion utilisés par concentration :**

La figure IV.3 suivante présente une comparaison des vitesses de corrosion entre les concentrations de notre inhibiteur synthétisé par rapport au temps, on observe que la vitesse de corrosion la plus minimale est pour 7 jours où elle est d'une moyenne de $7.274 \cdot 10^{-6}$ g/mm². jour pour une concentration de 50 ppm et 100 ppm.

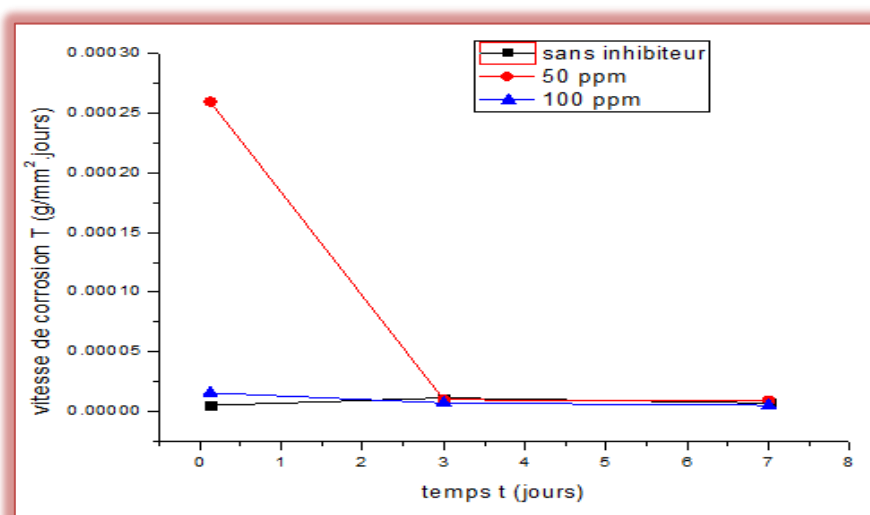


Figure (IV.3) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps d'inhibiteur m-dinitrobenzène

La figure IV.4 montre une comparaison entre les vitesses de corrosion en fonction du temps pour l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail, on remarque que la vitesse de corrosion la plus minimale est pour 7 jours pour 100 ppm de concentration où elle égale à $1.01.10^{-5}$ g/mm².jour.

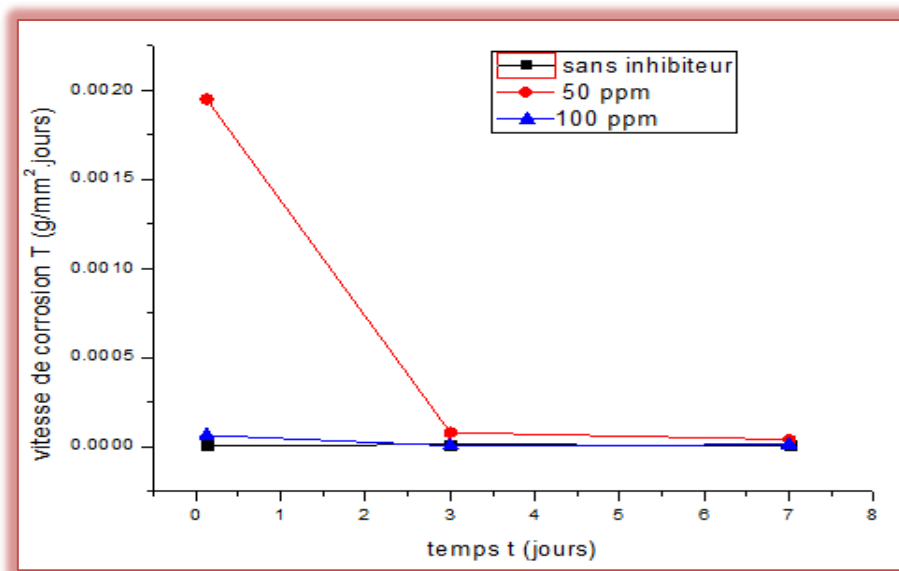


Figure (IV.4) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps d'inhibiteur commercial.

On peut conclure qu'il y a une réaction d'adsorption entre notre inhibiteur et le métal X42, alors il s'agit d'un inhibiteur efficace avec des faibles concentrations dans les milieux aqueux et aussi la durabilité du film protecteur formé.

✚ Comparaison de la vitesse de corrosion utilisés entre les inhibiteurs :

La figure IV.5 suivante présente une comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps entre l'inhibiteur synthétisé et l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail de même concentration à 50 ppm, on observe que la vitesse de corrosion la plus minimale est pour 7 jours pour l'inhibiteur m-dinitrobenzène où elle égale à $9.359.10^{-6}$ g/mm².jour.

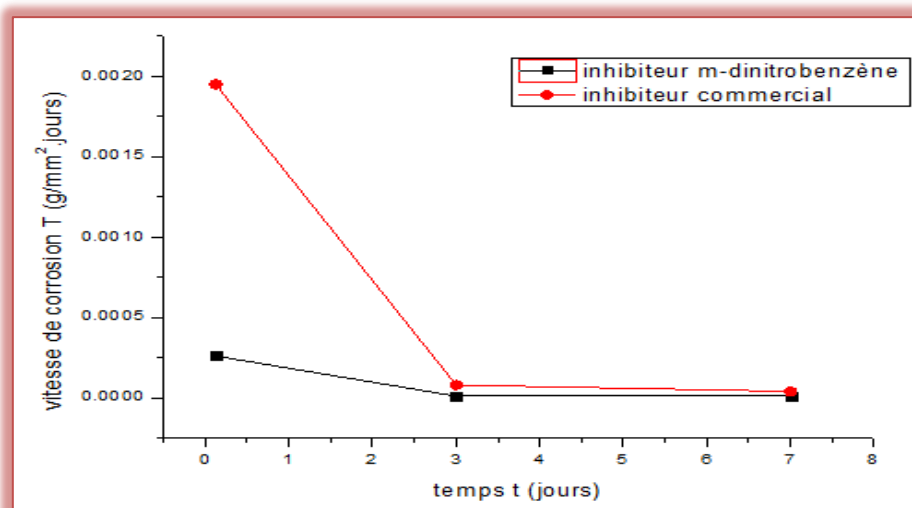


Figure (IV.5) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps de 50 ppm entre les deux inhibiteur.

La figure IV.6 suivante présente une comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps entre l'inhibiteur synthétisé et l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail de même concentration à 100 ppm, on remarque que la vitesse de corrosion la plus minimale est pour 3 jours pour l'inhibiteur commercial où elle égale à $4.108.10^{-6}$ g/mm².jour .

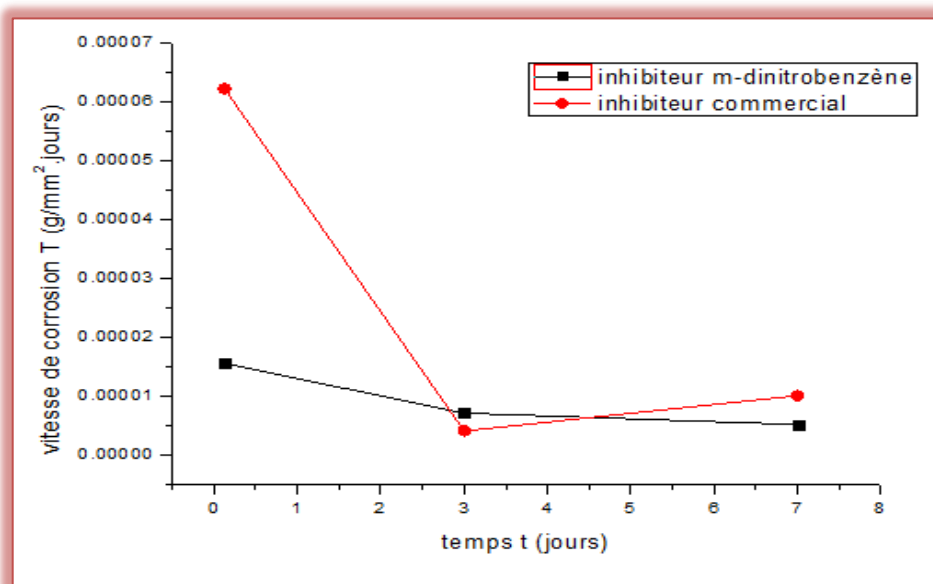


Figure (IV.6) : Comparaison des vitesses de corrosion en fonction du temps de 100 ppm entre les deux inhibiteurs .

❖ **Le rendement d'inhibition:**

✚ **Comparaison des rendements des inhibiteurs utilisés par concentration :**

La figure IV.7 suivante présente une comparaison des rendements entre les concentrations de notre inhibiteur synthétisé par rapport au temps, on remarque que le rendement le plus maximal est pour 3 heures pour 100 ppm de concentration où elle égale à 99.99 %.

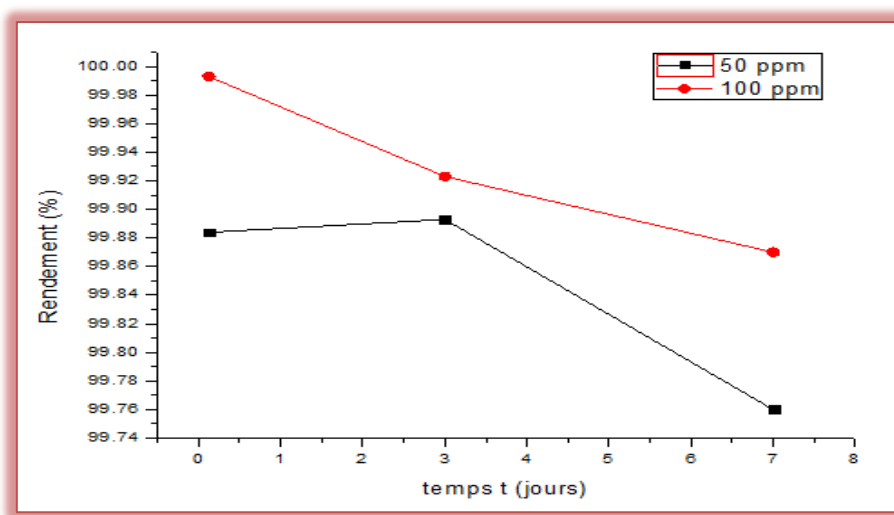


Figure (IV.7) : *La comparaison des rendements d' inhibiteur m-dinitrobenzène en fonction du temps.*

L'idée de calculer le rendement d'inhibition à montrer que notre inhibiteur le m-dinitrobenzène est efficace pour toutes les concentrations dans les premiers jours d'immersion où le rendement est supérieur à 99.70 %.

Du même pour les autres durées d'immersion, le rendement d'inhibition reste toujours supérieur à 99.70 %.

La figure IV.8 montre une comparaison entre des rendements en fonction du temps pour l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail, on observe que le rendement le plus maximal est pour 3 heures pour 100 ppm de concentration où elle égale à 99.97 %

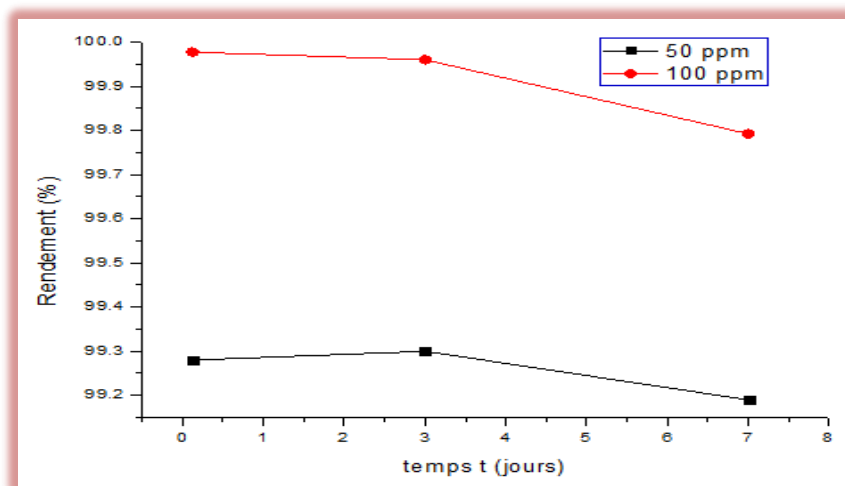


Figure (IV.8) : La comparaison des rendements d'inhibiteur commercial en fonction du temps.

L'observation à montrer que inhibiteur commercial est efficace pour toutes les concentrations dans les premières heures d'immersion où le rendement supérieur à 99,2 %.

Du même pour les autres durées d'immersion, le rendement d'inhibition reste toujours supérieur à 99,1 %.

Comparaison des rendements des inhibiteurs utilisés entre les inhibiteurs :

La figure IV.9 suivante présente une comparaison des rendements en fonction du temps entre l'inhibiteur synthétisé et l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail de même concentration à 50 ppm, on remarque que le rendement le plus maximal est pour 3 jours pour l'inhibiteur m-dinitrobenzène où elle égale à 99.89 %

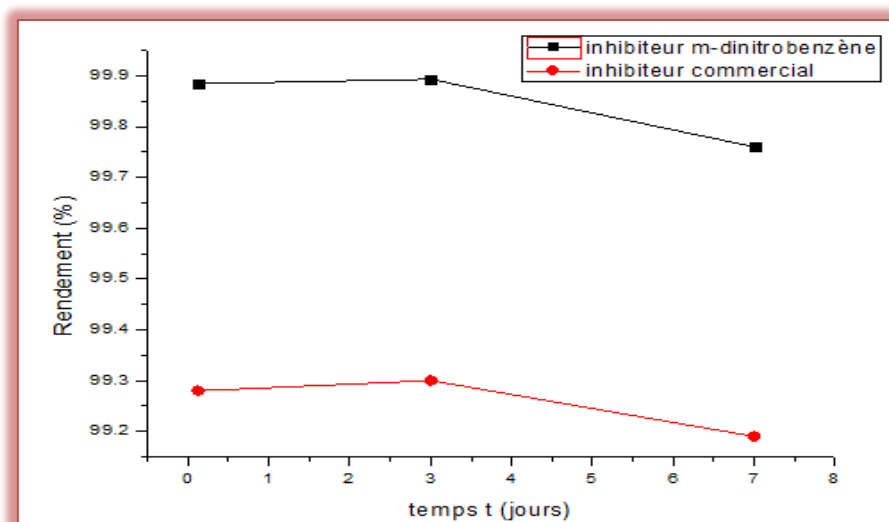


Figure (IV.9) : La comparaison des rendements entre deux inhibiteurs 50 ppm en fonction du temps.

La figure IV.10 montre une comparaison des rendements en fonction du temps entre l'inhibiteur synthétisé et l'inhibiteur commercial utilisé dans notre travail de même concentration à 100 ppm, on observe que le rendement le plus maximal est pour 3 heures pour l'inhibiteur m-dinitrobenzène où elle égale à 99.99 %.

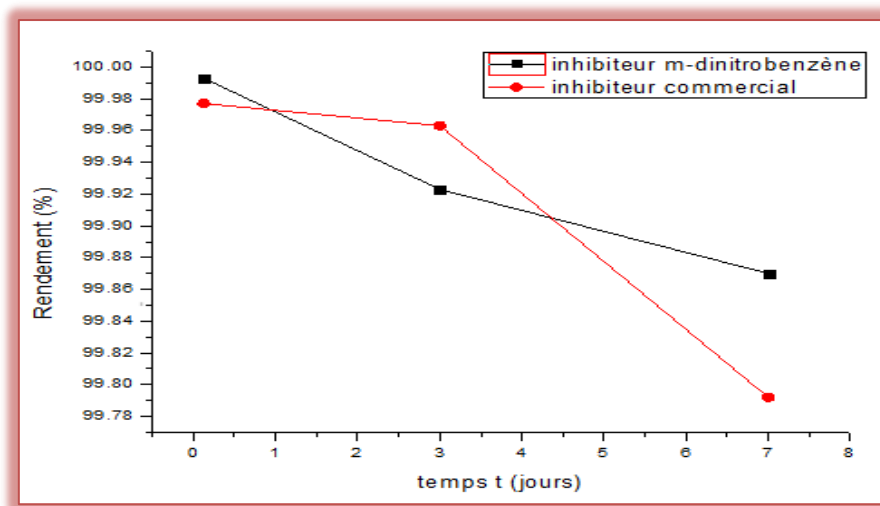


Figure (IV.10) : La comparaison des rendements entre deux inhibiteurs 100 ppm en fonction du temps.

Conclusion générale

Conclusion

À la suite de ce travail scientifique qui vise à synthétiser un m-dinitrobenzène issu du benzène pour l'étude de son effet inhibiteur sur la corrosion de l'acier X42 dans un milieu aqueux, de l'eau d'Albien, puis une comparaison avec un inhibiteur commercial provient du Rhourde -Nous d'Ilizi, où nous nous sommes basé sur la méthode gravimétrique.

Au début, nous avons atteint à un rendement de 69 % de m-dinitrobenzène synthétisé.

Après caractérisation de l'eau d'Albien obtenu de Rhourde –Nous, willaya d'Ilizi, que nous allons l'utiliser dans notre étude comme milieu aqueux. Une étude de comportement de l'acier X42 dans le milieu aqueux, avec les facteurs qui affectent l'inhibition de la vitesse de la corrosion comme le temps d'immersion et les concentrations à choisir, nous avons trouvé que la vitesse de corrosion a une relation avec l'augmentation du temps d'immersion.

À partir de l'étude menée sur le m-dinitrobenzène, aux différentes concentrations, nous avons constaté un rendement égal à 99.92 % et une efficacité inhibitrice égale à 37.73 % pour une concentration de 100 ppm pendant 3 jours.

Concernant l'inhibiteur commercial aux ces différentes concentrations, nous avons noté un rendement égal à 99.96 % et une efficacité inhibitrice égale à 64.15 % pour une concentration de 100 ppm pendant 3 jours.

On peut constater que notre inhibiteur a une efficacité impotente pour réduire la vitesse de la corrosion pour une très faible concentration, ce qui explique que notre inhibiteur a une force d'adsorption chimique et physique sur la surface du métal, on formant un film durable et non dégradable dans le milieu aqueux.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet inhibiteur du m-dinitrobenzène sur la corrosion de l'acier X42 en milieu aqueux (l'eau d'Albien), une comparaison entre l'inhibiteur aminé synthétisé et l'inhibiteur commercial utilisé par l'industrie pétrolière Rhourde -Nous, willaya d'Ilizi.

Cette étude est basée sur l'utilisation de la méthode gravimétrique (perte de masse) pour mieux comprendre l'efficacité de notre inhibiteur pour réduire la vitesse de la corrosion.

L'inhibiteur synthétisé à montrer une efficacité inhibitrice à partir de la formation d'un film microscopique non dégradable protecteur contre la corrosion dès les premières heures dans le milieu aqueux, avec un rendement d'inhibition de 99.99% pour une concentration de 100 ppm .

Abstract

The aim of this research is to investigate the inhibitory effect of m-dinitrobenzen on the corrosion of steel X42 in an aqueous meduim (Albein Water) and to compare between a synthesized inhibitive amine and a commercial one that is used by the petroleum industry of Rhourde-Nouss, Illizi.

The present study was conducted through a gravimetric method (a loss of mass) for a better illustration of the efficiency of the inhibitive amine in order to reduce the rate of steel corrosion.

The synthesized amine used had proved an inhibitive efficiency through applying a microscopic non-degradable film which works as a protector to steel corrosion during the first hours in the aqueous meduim, and with an inhibitive efficiency estimated by 99,99 % per 100 ppm.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير مينا-دينتروبانزان على تآكل الفولاذ في الوسط المائي (الماء الابيض) بالإضافة الى المقارنة بين المثبط الاميني المركب والمثبط التجاري المستعمل في صناعة البترولية في غرد النص ولاية ايليزي.

تعتمد هذه الدراسة على استخدام طريقة الجاذبية (فقدان الكتلة) من اجل فهم افضل لفعالية هذا المانع وتقليل من معدل التآكل.

تم تصنيع هذا المانع لإظهار فعالية التثبيط عن طريق تكوين فيلم واقى مجهري غير قابل للتحلل وضد التآكل وذلك في الساعات الاولى في الوسط المائي بكفاءة تثبيط قدرت ب 99.99 بالمئة وتركيز يعادل 100 جزء في المليون.