



Université Mohamed khider –Biskra
Faculté des Sciences et de Technologie
Département de Génie mécanique

MÉMOIRE DE MASTER

Sciences et Technologies
Filière : Génie mécanique
Spécialité : Génie métallurgie
Réf. :

Présenté et soutenu par :
Rayane Charif et Ahmed Ouadie Ariech

Le:mardi 10 juin 2025

Évaluation de l'efficacité d'un nouveau inhibiteur organiques dans la protection contre la corrosion en aciers doux

Jury :

Pr. Bentrach Hamza	Pr Université de Biskra	Président
Dr. Lemmadi Fatima Zohra	MCB Université de Biskra	Encadrante 1
Dr. Ghebghoub Fatima	MCA Université de Biskra	Encadrante 2
Dr. Mazri Radhia	MCA Université de Biskra	Encadrante 2
Dr. Ghamri Amina	MAA Université de biskra	Examinater

Année universitaire : 2024/2025

Resumé :

Ce travail vise à étudier l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion naturel, formulé à partir de pelures de figue de barbarie (PFB), sur l'acier API 5L X70 utilisé dans le transport des hydrocarbures en milieu acide. L'étude repose sur plusieurs techniques : mesures électrochimiques, FTIR, diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB) et EDX. Les résultats montrent que le PFB est un inhibiteur efficace : L'analyse FTIR confirme la présence de groupes fonctionnels capables de former une couche protectrice sur le métal. La spectroscopie d'impédance électrochimique indique une efficacité de 76 % à 1 g/L de PFB dans 1 M HCl. Les courbes de polarisation montrent une inhibition mixte (anodique et cathodique). Le DRX prouve la réduction de la formation d'oxydes de fer. Le MEB/EDX montre une surface moins oxydée, avec une réduction du taux d'oxygène.

Mots clés : Inhibiteur organique de corrosion, acier, Polarisation , DRX, MEB, acide.

Abstract:

This study aims to evaluate the effectiveness of a natural corrosion inhibitor, formulated from prickly pear peel (PFB), on API 5L X70 steel used for hydrocarbon transportation in acidic environments. The study is based on several techniques: electrochemical measurements, FTIR, X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and EDX analysis. The results show that PFB is an effective inhibitor: FTIR analysis confirms the presence of functional groups capable of forming a protective layer on the metal surface. Electrochemical impedance spectroscopy indicates an inhibition efficiency of 76% at 1 g/L of PFB in 1 M HCl. Polarization curves show mixed-type inhibition (both anodic and cathodic). XRD analysis demonstrates a reduction in iron oxide formation. SEM/EDX analysis reveals a less oxidized surface, with a decrease in oxygen content.

Keywords: Organic corrosion inhibitor, steel, polarization, XRD, SEM, acidic medium.

الملخص:

يهدف هذا العمل إلى دراسة فعالية مثبط تآكل طبيعي، تم تحضيره من قشور التين الشوكي (PFB)، على فولاذ API 5L X70 المستخدم في نقل الهيدروكربونات في وسط حمضي. تعتمد الدراسة على عدة تقنيات تحليلية، منها القياسات الكهروكيميائية، تحليل FTIR، حيود الأشعة السينية (XRD)، المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، والتحليل الطيفي للطاقة المشتتة (EDX). أظهرت النتائج أن مستخلص قشور التين الشوكي يُعد مثبطاً فعالاً للتآكل، ويتجلى ذلك فيما يلي: تؤكد تحليل FTIR وجود مجموعات وظيفية قادرة على تكوين طبقة واقية على سطح المعدن. تشير مطيافية الممانعة الكهروكيميائية إلى فعالية تصل إلى 76% عند تركيز 1 غرام/لتر من PFB في محلول HCl تركيزه 1 مول/لتر. تُظهر منحنيات الاستقطاب أن التنشيط من النوع المختلط (أنودي وكاثودي). تُثبت نتائج XRD انخفاض تكوّن أكاسيد الحديد. يكشف تحليل SEM/EDX عن سطح أقل تأكسداً وانخفاض في نسبة الأوكسجين.

الكلمات المفتاحية: مثبط عضوي للتآكل، فولاذ، استقطاب، حيود الأشعة السينية (XRD)، المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وسط حمضي

Remerciements

*Je tiens à exprimer mes plus profonds remerciements et ma sincère reconnaissance à mon encadrante, Madame la Docteure **Fatima Lemmadi**, pour sa disponibilité constante, ses conseils avisés et son accompagnement tout au long de cette recherche. Sa rigueur scientifique et son soutien précieux ont grandement contribué à l'aboutissement de ce travail, et je lui en suis profondément reconnaissant(e).*

*Ma gratitude s'adresse également à Monsieur **Hamza Bentarrafi**, pour avoir eu l'amabilité d'accepter de présider le jury de soutenance, ainsi qu'à Madame **Amina Ghamri**, pour avoir accepté d'évaluer ce mémoire et de faire partie du jury, apportant ainsi une contribution significative à sa valeur scientifique.*

*Je tiens à exprimer ma profonde gratitude aux professeures **Fatima Ghaebghoub** et **Radhia Mazri** pour leur professionnalisme, leur soutien et leur précieuse contribution au renforcement de mes connaissances académiques et techniques tout au long de mon parcours.*

Je remercie également tous les enseignants qui ont participé à ma formation, en particulier ceux du domaine de la métallurgie, pour leur encadrement pédagogique, leur savoir transmis et leur dévouement.

Ma reconnaissance la plus sincère va aussi à ma famille, pour son soutien inconditionnel, ses encouragements constants et sa présence bienveillante à chaque étape de mon parcours.

Enfin, je tiens à adresser mes remerciements à toute personne ayant, de près ou de loin, contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace :

Je dédie ce travail

À ma chère mère et à mon cher père, pour leur amour inconditionnel et leurs sacrifices.

À mes frères et sœurs, pour leur soutien constant.

À tous mes enseignants, pour m'avoir transmis leur savoir avec passion.

À tous mes proches, pour leur présence bienveillante.

À mes amis, pour leur encouragement et leur amitié sincère.

Rayane Charif

À l'âme de mon père bien-aimé, dont l'absence n'a jamais effacé la présence dans mon cœur. Que ce travail soit un humble hommage à sa mémoire, à ses sacrifices et à tout ce qu'il m'a transmis.

À ma chère mère, source inépuisable de courage, d'amour et de prières silencieuses.

À mes frères et sœurs, piliers de ma vie.

À mes enseignants, pour leur savoir partagé avec générosité.

À mes amis fidèles, pour leur soutien tout au long de ce chemin.

Ahmed Ouadie Ariech

Liste des equations :

Chapitre I : Synthèse bibliographiques

Equation I.1 : A solide + B gaz $\rightarrow$ AB solide

Equation I.2 : A solide + B solide $\rightarrow$ AB solide

Equation I.3 : $V(\text{mol/m}^2.\text{S}) = i / nF$ charges

Equation I.4 : $I_{\text{corr}} = A \exp (-E_a / RT)$

Equation I.5 : Taux= m/s.t. 365

Equation I.6 : $El\% = \frac{V_{\text{corr}} - V_{\text{inh}}}{V_{\text{corr}}} \times 100$

Equation I.7 : $\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}_2^+ + 2e^-$

Equation I.8 : $2\text{H}^+ + 2e^- \rightarrow \text{H}_2$

Equation I.9 : $\text{Fe} + 2\text{H}^+ \rightarrow \text{Fe}_2^+ + \text{H}_2$

Chapitre II :Méthode et techniques expérimentals

Equation I.1 : $I_{\text{corr}} = \frac{|ba| \times |bc|}{2.3 \times (|ba| + |bc|) R_p}$

Equation I.2 : $\eta_{\text{pol}}\% = \frac{I_{\text{corr}} - I_{\text{corr}_{\text{inh}}}}{I_{\text{corr}}} \times 100$

Chapitre III :Resultats expérimentals et interpretation

Liste des tableaux :

Chapitre I :

Tableau (I.1) : facture de corrosion.

Tableau (I.2) : Propriété de physisorption et chimisorption.

Chapitre II :

Tableau(II.1) : Composition chimique de l'acier API 5L-X70 (en %massique).

Chapitre III :

Tableau(III. 1) : Paramètres de polarisation Tafel.

Tableau (III. 2) : Paramètres de la spectroscopie EIS.

Tableau (III.3): Pourcentages atomiques des différents éléments issus de l'analyse EDX de la surface de l'acier API 5L X70 en milieu 1M HCl en absence et en présence de l'inhibiteur.

Liste des abreviations :

API: American Petroleum Institute.

HCl : Chlorhydrique.

SIE : Spectroscopie d'impédance électrochimique.

R_p : Résistance de polarisation.

R_t : Résistance de transfert de charge.

R_s : Résistance de la solution.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

EDX : Energie dispersive de rayons X.

η : La surtensi.

E : Le potentiel électrode/solution.

E_{corr} : Potentiel de corrosion.

EEQ : Potentiel d'équilibre.

I_{corr} (inh) : Densité du courant de corrosion en présence d'inhibiteur.

M : Mole par litre.

PFB : pelures de figue de barbarie.

I_{corr} : Vitesse de corrosion.

C : Concentration de l'inhibiteur.

η_{poL} : Efficacité inhibitrice ou taux d'inhibition (méthode courbe de polarisation).

Liste des figures :

Chapitre I :

Figure (I.1): La Corrosion Uniform.....	6
Figure (I.2): La Corrosion Galvanique.....	7
Figure (I.3): La Corrosion Par Piqûre.....	7
Figure (I.4): La Corrosion Crevasse.....	8
Figure (I.5): Variation de la vitesse de corrosion de l'acier en milieu aqueux en fonction du pH	11
Figure(I.6): Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel.....	13
Figure (I.7): Pipeline de pétrole brut.....	14
Figure (I.8): Diagramme de Pourbaix pour le fer.....	16
Figure (I.9): Diagramme d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion dû à la présence inhibiteur anodique, cathodique ou mixte.....	20
Figure (I.10): Schéma explicatif d'adsorption d'un inhibiteur organique sur Une surface Métallique.....	22
Figure (I.11) : Schéma représentatif des modes d'adsorption.....	24

Chapitre II :

Figure (II.1) : fruit de figue de barbarie (<i>Opuntia ficus-indica</i>).....	25
Figure (II.2) : poudre de pelures de figue de barbarie.....	26
Figure(II.3): le mélange après refroidissement à température ambiante.....	27
Figure (II.4): filtration par pompe à vide.....	27
Figure(II.5) : Concentration de l'extrait par Évaporateurrotatif.....	28
Figure (II.6): Séchage de l'extrait concentré	29
Figure (II.7): falcons en verre ambré.....	29
Figure (II.8) : Polisseuse de type struers.....	30
Figure (II.9) : l'échantillons de l'acier API 5L X70 d($3 \times 3 \times 1$ cm) après polissage mécanique.....	31
Figure(II.10) : Spectroscopie d'impedance électrochimique.....	32
Figure (II.11) : spectromètre infrarouge à transformée FTIR.....	33
Figure (II.12): Microscopie électronique à balayage MEB.....	34
Figure (II.13) : Le diffractomètre de rayons X de type RIGAKU	35
Figure (II.14) : Microstructure en acier API 5L X70, microscope optique	36

Chapitre III :

Figure (III.1) : Spectre FTIR de PFB utilisé comme inhibiteur de corrosion.....	38
Figure (III.2) : L'acierAPI 5L X70 dans uns solution HCL pendant 24h (a) sans inhibiteur et(b)avec inhibiteur	40
Figure (III.3) : L'acierAPI 5L X70 dans uns solution HCL pendant 24h (a) sans inhibiteur -(b)avec inhibiteur (sous forme poudre).....	41

Figure (III.4) : L'acier noir dans une solution saline pendant 24h (a) sans inhibiteur et (b)avec inhibiteur	41
Figure (III.5) : Simulation du comportement de l'acier API 5L X70 en milieu HCl avec L'inhibiteur PFB.....	42
Figure (III.6): Courbe EIS pour l'acier API 5L X70 dans un milieu de HCl 1M sans et avec différentes concentrations de pfb , diagrammes de nyquist.....	42
Figure (III.7): courbe de polarization de l'acier API X70 en milieu HCl 1M.....	43
Figure (III.8): Diagramme de Bode issu de l'EIS.....	43
Figure (III.9) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API5LX70.....	46
Figure(III.10) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API 5L X70après immersion (HCl 1M)pendant 72h	47
Figure (III.11) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API 5L X70après immersion (HCl 1M +PFB(1 g/L) pendant 72h.....	47
Figure (III-12) : MEB-EDX de l'acier API 5L X70 en milieu 1M HCL à 30 °C (a) l'acier avant immersion, (b) l'acier après 72h d'immersion, (c) l'acier après 72h immersion en présence 1g/L PFB.....	49

Table des matières:

Introduction générale.....	1
Chapitre I: Synthèse bibliographique.....	4
I.1. Définition de la corrosion.....	4
I.2. Les types de la corrosion	4
I.2.1. Corrosion chimique (sèche)	4
I.2.2. Corrosion biochimique (bactérienne).....	5
I.2.3. Corrosion électrochimique (humide)	5
I.3. Classification des différents types de la corrosion.. ..	5
I.3.1. Corrosion généralisée ou uniforme	5
I.3.2. Corrosion galvanique	6
I.3.3. Corrosion par piqure.....	7
I.3.4. Corrosion par crevasse	8
I.4. Réaction de corrosion	9
I.4.1. Facteurs de corrosion	9
I.4.2. Cinétique électrochimique	10
a. La vitesse de corrosion	10
b. Effet du pH	10
c. Effet de température	11
I.4.3. Méthodes d'étude de la corrosion	11
I.4.3.1. Méthodes non électrochimiques	11
I.4.3.2. Méthodes électrochimiques	12
I.5. Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide	14
I.5.1. Réactions Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide.....	14
I.5.2. Diagramme POURBAIX de Fer	15
I.6. Définition d'un inhibiteur de corrosion	16
1.6.1. Domaines d'utilisation	17

I.6.2. Classement selon la nature des molécules de d'inhibiteur.....	18
I.6.2.1. Les inhibiteurs organiques	18
I.6.2.2. Les inhibiteurs minéraux	18
I.6.3. Classement selon la réaction partielle	19
I.6.3.1. Les inhibiteurs anodiques	19
I.6.3.2. Inhibiteurs cathodiques	19
I.6.3.3. Inhibiteurs mixtes	19
I.6.4. Les inhibiteurs organiques	20
I.6.4.1. Mécanisme d'inhibiteur	20
I.6.4.2. Modes d'adsorption	20
I.7. Conclusion	24
Chapitre II: méthode et techniques expérimentales.....	25
II.1. L'inhibiteur de corrosion.....	25
II.2. Méthode de préparation de l'extrait de pelures de figue de barbarie (Opuntia ficus-indica).....	25
a. Collecte et nettoyage	26
b. Séchage	26
c. Broyage	26
d. Extraction	26
e. Filtration	27
f. Concentration de l'extrait – Rotavap (évaporateur rotatif)....	28
g. Séchage	28
h. Conservation	29
II.3. Le matériau étudié	29
II.4. Techniques électrochimiques	31
II.5. Techniques d'analyses expérimentales	32
II.5.1. Analyse par FTIR	32

II.5.2. La microscopie électronique à balayage	33
II.5.3. La diffraction des rayons X (DRX)	34
II.6. Conditions expérimentales	35
II.6.1. Les électrodes de travail	35
a- Étude métallographique	35
b. Milieu électrolytique	36
c. Mesures électrochimiques.....	36
II.6.2. Les courbes intensité-potentiel (courbes de polarisation)	37
Chapitre III :Rsultats expérimentals et interpretation.....	38
III.1.Résultats de l'analyse FTIR.....	38
III.2. Testede l'efficacité de l'inhibiteur	39
a.Teste de l'efficacité de l'inhibiteur pour l'acier API 5L X70	39
b.Test d'efficacité de l'inhibiteur PFB sous forme poudre appliqué à l'acier API 5L X70	40
c. Acier noir ASTM A106.....	41
III.3. Étude visuelle et électrochimique.....	42
III.4. Résultats électrochimiques.....	44
III.5.Les analyses par diffractions des rayons X	45
III.6.Analyse de la surface de l'acier API 5L X70 par le MEB en milieu HCL pour PFB.....	48
Conclusion Générale.....	51

Introduction générale

Introduction générale :

La corrosion des métaux constitue un phénomène naturel et inévitable qui affecte de manière significative la durabilité et la performance des matériaux métalliques, en particulier dans les environnements agressifs tels que les industries pétrolières et gazières. Ce processus électrochimique, responsable de la dégradation progressive des surfaces métalliques, représente un défi majeur dans la conception et la maintenance des infrastructures industrielles.

Les conséquences de la corrosion ne se limitent pas à l'endommagement des équipements : elles engendrent également des pertes économiques considérables. En effet, les coûts liés à la réparation, au remplacement des structures corrodées, à l'arrêt des installations ainsi qu'aux pertes de production sont estimés à plusieurs milliards de dollars chaque année à l'échelle mondiale. À cela s'ajoutent des implications techniques, sécuritaires et environnementales non négligeables.

Afin de limiter ces effets, plusieurs méthodes de protection contre la corrosion ont été développées, parmi lesquelles l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion s'est révélée être l'une des plus efficaces et les plus simples à mettre en œuvre. Ces composés, ajoutés en faibles concentrations au milieu corrosif, agissent en formant une barrière protectrice à la surface du métal. Toutefois, un grand nombre d'inhibiteurs couramment utilisés sont d'origine synthétique, et certains présentent une toxicité importante pour l'homme et l'environnement. Cette problématique a conduit la communauté scientifique à rechercher des inhibiteurs alternatifs, dits "verts", d'origine naturelle, biodégradables et non toxiques.

Introduction générale

Dans ce contexte, l'utilisation de déchets agricoles et de ressources végétales locales comme sources d'inhibiteurs de corrosion suscite un intérêt croissant. Parmi ces alternatives, les peaux de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*), riches en composés organiques fonctionnels (flavonoïdes, tanins, acides phénoliques), présentent un potentiel inhibiteur prometteur. Leur abondance dans les régions arides et semi-arides, leur biodégradabilité ainsi que leur faible coût en font un choix judicieux pour des applications industrielles respectueuses de l'environnement.

Le présent travail vise à évaluer l'efficacité inhibitrice des extraits de peaux de figue de barbarie sur la corrosion de l'acier API 5L X70 dans un milieu acide) fréquemment utilisé lors des opérations de décapage et de nettoyage dans l'industrie pétrolière. L'étude repose sur une approche expérimentale combinant des analyses électrochimiques et des caractérisations de surface, dans le but de mieux comprendre le comportement du matériau en présence de l'inhibiteur naturel et d'en déduire les mécanismes de protection impliqués.

Le présent du travail est organisé comme suit :

- Le chapitre I présenter la partie bibliographie sur la corrosion des aciers, les mécanismes d'action des inhibiteurs, et les perspectives liées à l'utilisation d'inhibiteurs verts.
- Chapitre II: dans ce chapitre nous allons voir le choix des matériaux et les méthodes expérimentales et d'analyses. les différentes techniques expérimentales utilisées, notamment les méthodes électrochimiques et les protocoles de préparation des extraits végétaux.
- Le troisième chapitre est consacré à la présentation, l'analyse et la discussion des résultats obtenus.

Introduction générale

- Et à la fin nous essayerons de résumer cet travail à travers une conclusion générale.

Chapitre I:
Synthèse bibliographique

Chapitre I: Synthèse bibliographique

La corrosion est le phénomène suivant lequel les métaux ont tendance, sous l'action d'agents atmosphériques ou de réactifs chimiques, à retourner à leur état original d'oxyde, carbonate, plus stable par rapport au milieu considéré, et ainsi à subir une détérioration de leurs propriétés. Le problème de la corrosion a pris de nos jours une importance considérable, étant donnée l'utilisation de plus grande des métaux et alliages dans la vie moderne. L'étude de la corrosion se situe à croisée de divers domaines :

Electrochimie, physique du solide, métallurgie, chimie, physique, thermodynamique... outre son intérêt scientifique interdisciplinaire, elle répond à un enjeu industriel important [1].

I.1. Définition de la corrosion :

La corrosion est le phénomène d'interaction entre un métal ou alliage métallique et son environnement et qui entraîne une détérioration des propriétés utiles du métal permettant ainsi un retour à la situation stable de sulfure, d'oxyde [4] qui était la sienne avant les opérations d'élaboration et d'extraction. Les composés non métalliques ne sont pas inclus dans la présente définition, les plastiques peuvent être gonfler ou craquer, le bois peut se fondre ou s'ouvrir, le granit peut s'éroder et le ciment portland peut se lessiver mais le terme corrosion est ici limité à l'attaque chimique des métaux [2].

I.2. Les types de la corrosion :

Le type de corrosion peut être déterminé en fonction de la nature de l'environnement et de son interaction avec le métal. Ainsi, on distingue plusieurs types de corrosion, dont les plus courants sont:

I.2.1. Corrosion chimique (sèche) :

La corrosion chimique est l'attaque directe du métal par son environnement. Ce type de corrosion se développe dans une solution non électrolyte ou sur action des gazeux d'(O₂, H₂S et CO₂). Lorsque le réactif est gazeux ou cette corrosion se produit à haute

température, elle est alors appelée : Corrosion sèche ou corrosion à haute température [3,4].

La réaction qui se produit est de la forme : **A solide + B gaz AB solide** .Equ I.1

I.2.2. Corrosion biochimique (bactérienne) :

La corrosion bactérienne est due à la présence de colonies importantes de bactéries dites anaérobies qui se développent dans les eaux contenant des sulfates. La lutte contre cette forme de corrosion est à l'heure actuelle essentiellement d'ordre biologique, elle est réalisée par injection de produits bactéricides dans les milieux corrosifs [5].

I.2.3. Corrosion électrochimique (humide) :

Si le réactif est liquide, il est en général, accompagné d'une corrosion électrochimique produite essentiellement par l'oxydation d'un métal sous forme d'ions ou d'oxydes et réduite l'agent corrosif existant dans la solution électrolyte. Par ailleurs, elle se produit par des transferts électroniques entre un métal et une solution électrolytique à son contact (circulation d'un courant électrique) [3,6]. Pour une corrosion électrochimique on a :

A solide +B solide→AB solide Equ I.2

I.3. Classification des différents types de la corrosion :

I.3.1. Corrosion généralisée ou uniforme :

La corrosion uniforme ou généralisée se manifeste avec la même vitesse en tous les points du métal entraînant une diminution régulière de l'épaisseur de celui-ci ou simplement un changement de coloration (ternissement). [7]



Figure (I.1): La Corrosion Uniform.

I.3.2. Corrosion galvanique :

Il s'agit de l'attaque préférentielle de la phase la moins noble d'un alliage comportant deux phases ou de la corrosion pouvant exister entre au moins deux matériaux métalliques placés dans le même environnement.

Il y a formation d'une pile. En cas de métalliques placés dans le même environnement. Il y a formation d'une pile. En cas de couplage, plus les métaux en présence sont éloignés sur l'échelle galvanique, plus la pile formée dispose d'énergie pour provoquer les transformations. Les phénomènes de corrosion sont amplifiés à la fois dans la cinétique de dégradation et dans la génération d'ions dans le milieu biologique. La partie la moins noble est l'anode et la plus noble est la cathode. Le rapport de surface anode/cathode joue un rôle très important. Il faut retenir que, plus l'anode est de petite taille, plus la vitesse de dissolution est élevée. Ce fait a une grande importance dans la pratique clinique en odontologie, en particulier lors du choix des alliages utilisés pour les réalisations prothétiques. [8]

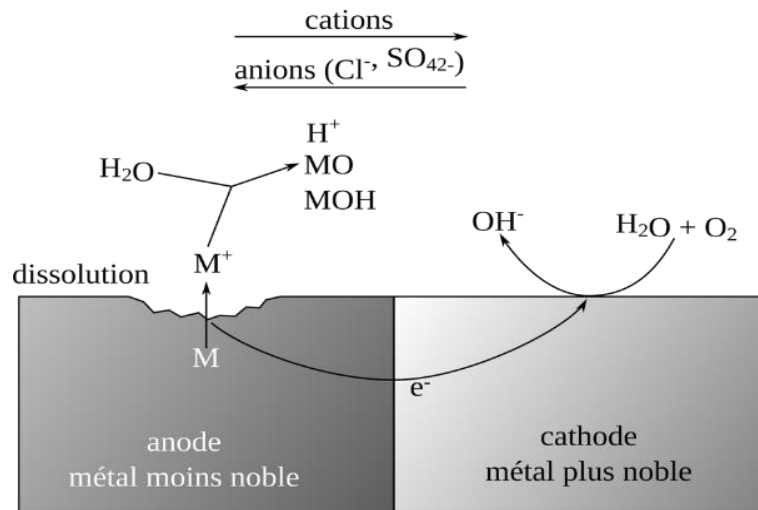


Figure (I.2): La Corrosion Galvanique.

I.3.3. Corrosion par piqure:

Dans certaines conditions d'environnement, les métaux et alliages protégés par un film peuvent subir une attaque par piqûration, lorsqu'il se produit une rupture localisée passif peuvent subir une attaque par piqûration, lorsqu'il se produit une rupture localisée du film. Ces piqures se localisent en certains points de la surface métallique, elles développent de son insidieuse et s'auto propagent : au fond de la cavité créée, l'hydrolyse des ions métalliques dissous entraîne une augmentation du degré d'acidité, ce qui entretient le phénomène de corrosion [7].



Figure (I.3): La Corrosion Par Piqure.

I.3.4. Corrosion par crevasse :

Le processus de la corrosion caverneuse est proche de celui par piqure. Il est généralement associé à la présence de petits volumes de solution stagnante dans des trous, sous des dépôts et dans des joints ou crevasses. Cette solution s'appauvrit en oxygène et s'acidifie [9].



Figure (I.4): La Corrosion Crevasse.

I.4. Réaction de corrosion :

La corrosion générale résultait de l'existence simultanée de deux réactions électrochimiques uniformément réparties sur la surface du matériau : qui correspond à l'oxydation du métal (formation d'un oxyde, passage en solution), et la réaction cathodique qui correspond à la réduction de l'oxydant présent dans le milieu (H^+ , O_2 dissous...) [10].

- une réaction d'oxydation : $M \rightarrow n + e$ (réaction anodique).
- une réaction de réduction : $Ox + e \rightarrow Red$ (réaction cathodique).

I.4.1. Facteurs de corrosion :

Les phénomènes de corrosion dépendent d'un grand nombre de facteurs généralement en relation les uns avec les autres de manière complexe pouvant réagir avec un effet de

Chapitre I: Synthèse bibliographique

synergie. Ces facteurs sont de deux types : externe et interne et sont résumés dans le tableau1: [11].

Tableau (I.1) : facture de corrosion.

Facteurs définissant le mode d'attaque	• Concentration du réactif • Teneur en Oxygène, en impuretés en gaz dissous (NH_3, H_2S,...) • Acidité du milieu, salinité, résistivité. • Température, pression. • Présence de bactérie
Facteurs Métallurgiques	• composition d'alliage, hétérogénéités cristallines • Procédés d'élaboration • Impuretés dans l'alliage, inclusions. • Traitements thermiques, mécaniques • Additions protectrices.
Facteurs définissant les conditions d'emploi	• Etat de surface, défauts de fabrication. • Formes sollicitations mécaniques. • Emplois d'inhibiteurs • Procédés d'assemblage (couples galvaniques, etc.) • Croûtes d'oxydes superficiels • Force électromotrice extérieure (électrolyse).
facteurs dépendant du	• Vieillessement

temps	• Tensions mécaniques internes ou externes. • Température- modalité d'accès de l'oxygène o gaz Dissout. • Modification des revêtementsprotecteurs. • Apparition d'un dépôt (calcique ou autre).
-------	---

I.4.2. Cinétique électrochimique :

a. La vitesse de corrosion :

Dans le cas des réaction électrochimiques, qui mettent en jeu un transfert de on exprimera la vitesse de corrosion en terme :

$$V(\text{mol/m}^2.\text{S}) = i / nF \text{ charges,} \quad \text{Equ I.3}$$

Avec:

V :la vitesse de réaction (mol/m².S).

i :la densité de courant de transfert de charge(A/ m²).

n :valence du métal (son nombre d'oxydation).

F : constante de faraday(96500 C/mol).

Associés à l'ionisation de chaque atome de métal et F est la constante de Faraday (96500 C.mol⁻¹) [12].

b. Effet du pH :

Chapitre I: Synthèse bibliographique

En milieu aqueux, la corrosion des aciers au carbone dépend du pH (figure I-6) [13]. Aux pH bas, les protons sont réduits plus facilement, ce qui intensifie le phénomène de corrosion dans les milieux acides.

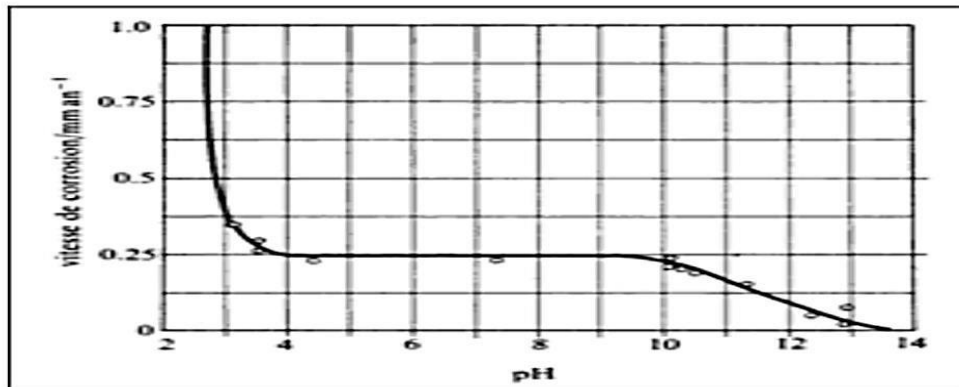


Figure (I.5): Variation de la vitesse de corrosion de l'acier en milieu aqueux en fonction du pH [13].

c. Effet de température :

La température peut affecter sur la corrosion de plusieurs façons. Si la vitesse de corrosion est dirigée complètement par le processus élémentaire de l'oxydation du métal, La vitesse de corrosion augmente de façon exponentielle avec l'augmentation de la température.

Cette relation se traduit par l'expression d'Arrhenius [14]:

$$I_{\text{corr}} = A \exp (-E_a / RT) \quad \text{Equ I.4}$$

Où I_{corr} est la vitesse de corrosion, A est le facteur pré-exponentiel, E_a est l'énergie d'activation, R est la constante universelle des gaz parfaits et T est la température absolue.

I.4.3.Méthodes d'étude de la corrosion :

I.4.3.1.Méthodes non électrochimiques :

Parmi les méthodes non électrochimiques, on distingue :

a- Examen visuel et microscopique :

b- Méthode pondéral, par perte de masse :

La méthode perte de masse consiste à évaluer le taux de corrosion d'un échantillon plongé dans un milieu corrosif. Le taux de corrosion est calculé à partir de la formule :

$$\text{Taux} = \frac{m}{s.t. 365} \quad \text{Equ I.5}$$

T :Taux de corrosion d'un échantillon en (g/cm² .an).

S : surface soumise au test en (cm²).

t :Temps de l'expérience en (jours).

m :différence de masse en (g) .

m : = m_i m_f (i : avant le test , f : après le test) [15].

L'efficacité inhibitrice est mesurée par la relation suivante :

$$EI\% = \frac{V_{corr} - V_{inh}}{V_{corr}} = 100 \quad \text{Equ I.6}$$

Avec V_{corr} et V_{inh} sont les vitesses de corrosion de l'échantillon après immersion dans la solution respectivement sans et avec inhibiteur [16].

I.4.3.2.Méthodes électrochimiques :

Les méthodes électrochimiques utilisées pour l'étude du phénomène de corrosion reposent notamment sur l'analyse des courbes de polarisation.La courbe de polarisation de l'interface métal-solution représente une caractéristique essentielle de la cinétique électrochimique, bien qu'elle ne reflète que l'étape la plus lente du processus global à l'interface.

Chapitre I: Synthèse bibliographique

Pour obtenir une courbe de polarisation en mode potentiostatique, on applique, à l'aide d'un potentiostat, une série de potentiels entre l'électrode de travail et une électrode de référence. Le courant stabilisé qui s'établit ensuite est mesuré dans le circuit entre l'électrode de travail et une contre-électrode.

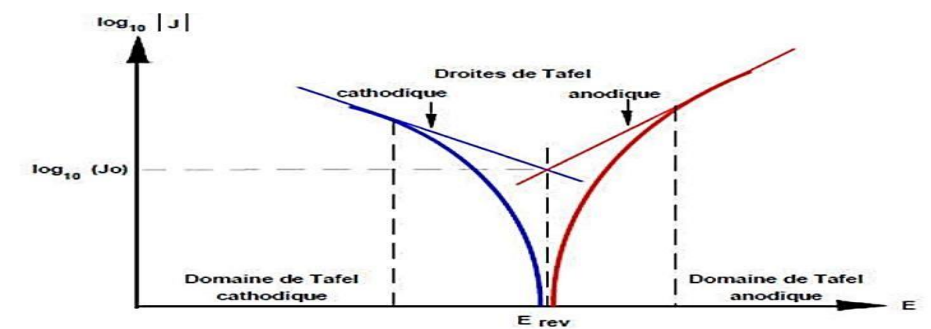
Cette technique permet une détermination précise de plusieurs paramètres électrochimiques du métal en contact avec l'électrolyte, notamment :

- la **vitesse instantanée de corrosion** (I_{corr})
- le **potentiel de corrosion** (E_{corr})
- les **pentés de Tafel**,
- la **résistance de polarisation** (R_p)
- et les **courants limites de diffusion**.

La méthode est non seulement rapide, mais aussi relativement simple à mettre en œuvre.

La détermination de la vitesse de corrosion à partir des courbes de polarisation est directement liée à la cinétique du processus électrochimique.

Pour déterminer expérimentalement les paramètres électrochimiques (I_{corr} , E_{corr}) une présentation logarithmique de la densité de courant est en général préférable, car elle met en évidence la relation linéaire entre le logarithme de la densité de courant et le potentiel (figure I.6). [17]



Figure(I.6): Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel

I.5. Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide :

Dans le secteur de l'industrie pétrolière et gazière, l'acier au carbone est fréquemment utilisé comme une des principales formes de fer. Il est souvent exposé à des environnements acides, ce qui en fait un matériau sujet à la corrosion. Ces équipements, très répandus dans ce domaine, doivent donc faire preuve d'une résistance élevée à la corrosion.

Les conditions environnementales dans ces installations sont naturellement agressives et favorisent l'oxydation des métaux et de leurs alliages. L'acier X70, conforme aux normes de l'API (American Petroleum Institute) pour les pipelines de transport de pétrole et de gaz, est un acier au carbone au manganèse (Mn) de haute performance, conçu pour les longues distances. Toutefois, il demeure particulièrement vulnérable à la corrosion.

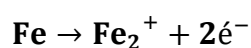


Figure (I.7): Pipeline de pétrole brut.

I.5.1. Réactions Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide :

Sur le plan électrochimique, la corrosion en milieu acide résulte de l'association de deux demi-réactions électrochimiques couplées.

- Une réaction anodique d'oxydation du fer :



Equ I.7

- Une réaction cathodique de réduction des protons solvaté :



- La réaction électrochimique globale s'écrit ainsi :



La corrosion est influencée principalement par des variables telles que la température la concentration d'acide et la présence d'agents oxydants.

I.5.2. Diagramme POURBAIX de Fer :

Le pH constitue un paramètre fondamental influençant le potentiel électrochimique réversible de nombreuses réactions d'électrode, en particulier celles impliquant la formation ou la dissolution d'oxydes métalliques. Les diagrammes de Pourbaix, également appelés diagrammes potentiel-pH, permettent de représenter les domaines de stabilité thermodynamique des espèces métalliques en solution, en s'appuyant sur l'équation de Nernst pour le calcul du potentiel en fonction du pH.

Ces représentations graphiques sont largement utilisées pour prédire les conditions de passivation, d'immunité ou de corrosion active d'un métal donné, en fonction de son environnement électrochimique, c'est-à-dire le pH du milieu et le potentiel électrode imposé ou mesuré.

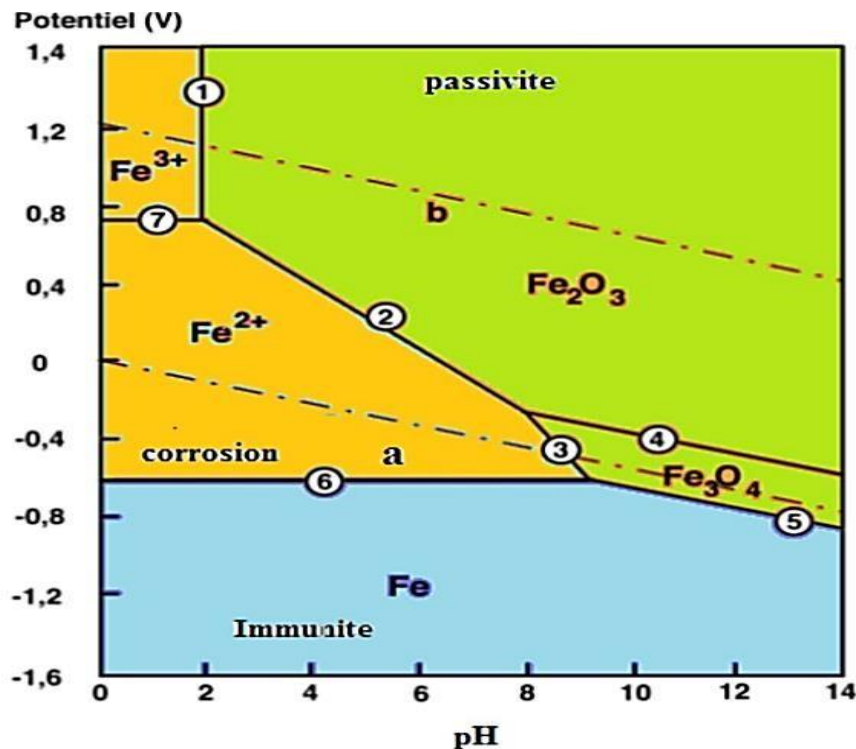


Figure (I.8): Diagramme de Pourbaix pour le fer.

On distingue généralement trois domaines principaux du comportement d'un métal en milieu donné :

- **Zone de corrosion** : c'est la zone où la dissolution anodique du métal peut se produire, entraînant ainsi sa dégradation.
- **Zone d'immunité** : dans ce domaine, la corrosion est thermodynamiquement impossible; le métal reste stable et ne subit aucune altération.
- **Zone de passivation** : dans cette zone, la corrosion du métal conduit à la formation d'un produit de corrosion susceptible de jouer un rôle protecteur. Si cette couche protectrice est suffisamment (ou presque totalement) efficace pour empêcher la poursuite de la corrosion, on considère alors que le métal est en état de passivation.

I.6. Définition d'un inhibiteur de corrosion :

Chapitre I: Synthèse bibliographique

Un inhibiteur de corrosion est une substance chimique ajoutée en faible concentration à un milieu agressif, dans le but de ralentir ou de stopper le processus de corrosion d'un métal, et selon leur mode d'action, ces inhibiteurs se classent en plusieurs types : les inhibiteurs anodiques, qui empêchent la formation des produits de corrosion à l'anode ; les inhibiteurs cathodiques, qui freinent les réactions de réduction à la cathode ; les inhibiteurs filmogènes, qui forment une couche protectrice sur la surface métallique ; et les absorbants d'oxygène, qui diminuent la teneur en oxygène dans le milieu, et tous jouent un rôle essentiel dans des secteurs comme l'industrie pétrolière et gazière, où ils permettent de protéger efficacement les équipements métalliques contre la dégradation.

1.6.1. Domaines d'utilisation :

Les inhibiteurs de corrosion sont largement utilisés dans divers secteurs afin de protéger les métaux contre la dégradation, un phénomène pouvant entraîner des conséquences économiques importantes ainsi que des impacts environnementaux considérables. Voici quelques-uns des principaux domaines d'application de ces produits:

Treatment of waters: Inhibitors are used in the treatment of different types of water, such as sanitary water, process water in industries, and water in boilers. They help prevent corrosion caused by the presence of impurities and the action of microorganisms [18].

Petroleum industry: Inhibitors are used in all stages of the petroleum industry, including drilling, extraction, refining, storage, and transportation. They help protect equipment and pipelines from corrosion caused by the presence of acids, water, and other corrosive substances [18].

Paints: Inhibitors are used as additives in paints to provide anticorrosive protection to metals. They help prevent corrosion caused by the action of the environment, such as humidity, temperature changes, and atmospheric pollutants [18].

I.6.2. Classement selon la nature des molécules de d'inhibiteur :

I.6.2.1. Les inhibiteurs organiques :

Les inhibiteurs de corrosion organiques, qui constituent une catégorie très importante, sont fréquemment utilisés dans les milieux acides. Toutefois, en raison de leur toxicité potentielle pour l'environnement, leur utilisation tend aujourd'hui à se développer dans des environnements neutres à alcalins, plus respectueux de l'écosystème. Leur efficacité repose sur plusieurs facteurs :

Ils possèdent une structure amphiphile, composée d'une partie non polaire et hydrophobe (généralement constituée d'une ou plusieurs chaînes hydrocarbonées), et d'une partie polaire et hydrophile contenant un ou plusieurs groupes fonctionnels. Parmi les plus courants, on trouve les groupes ammonium ($-NH_2$), hydroxyle ($-OH$), mercapto ($-SH$), phosphonate ($-PO_3H_2$), sulfonate ($-SO_3H$), carboxyle ($-COOH$) et leurs dérivés, capables de s'adsorber efficacement à la surface métallique.

Leur mode d'action repose sur leur adsorption à la surface du métal, formant ainsi une couche protectrice qui agit simultanément sur les réactions anodiques et cathodiques, réduisant ainsi le taux global de corrosion.

Enfin, leur poids moléculaire et leur profil écologique favorable en font des candidats privilégiés pour des applications dans des contextes soucieux de la durabilité environnementale.

I.6.2.2. Les inhibiteurs minéraux :

Les inhibiteurs minéraux sont principalement utilisés dans des milieux neutres ou alcalins, mais leur emploi dans les milieux acides reste rare. En solution, ces molécules se dissocient en anions et cations, lesquels jouent un rôle essentiel dans l'inhibition de la corrosion. Parmi les

anions inhibiteurs, on retrouve notamment les chromates, phosphates, molybdates, nitrates, nitrites et silicates. Du côté des cations, les ions calcium (Ca^{2+}) et zinc (Zn^{2+}) sont les plus couramment utilisés. Cependant, en raison de leur toxicité environnementale, l'utilisation des inhibiteurs minéraux tend à diminuer, et ceux-ci ne sont aujourd'hui employés que dans certains systèmes à circuit fermé, où le contrôle du milieu est strictement assuré.

I.6.3. Classement selon la réaction partielle :

I.6.3.1. Les inhibiteurs anodiques :

Ces inhibiteurs diminuent la densité du courant partiel anodique et déplacent le potentiel de corrosion dans le sens positif (Figure I-9). Ils ne modifient pas l'apparence du métal, mais un film mince s'y installe. Ils comportent des agents oxydants tels que les chromates et les nitrites, ou d'autres sels comme les hydroxydes, les silicates, les borates les carbonates et les benzoates. Ces derniers nécessitent de l'oxygène, lorsque leur teneur en oxygène est insuffisante, les inhibiteurs anodiques peuvent augmenter la corrosion [19].

I.6.3.2. Inhibiteurs cathodiques :

Ces inhibiteurs réduisent la réaction cathodique en empêchant l'oxygène d'atteindre la surface à protéger et déplacent le potentiel de corrosion dans le sens négatif (Figure I-9).

Les sels de magnésium, de manganèse, de zinc et de nickel font partie de ces inhibiteurs. Ces sels diminuent le taux de corrosion du fer et de l'acier. Les inhibiteurs cathodiques forment un film visible sur le métal mais n'arrêtent pas complètement l'attaque [19].

I.6.3.3. Inhibiteurs mixtes :

Ces inhibiteurs diminuent la vitesse des deux réactions partielles, mais modifient peu le potentiel de corrosion (Figure I-9). Ainsi, le carbonate de calcium forme du carbonate de fer sur les anodes et de l'hydroxyde de calcium sur les cathodes [19].

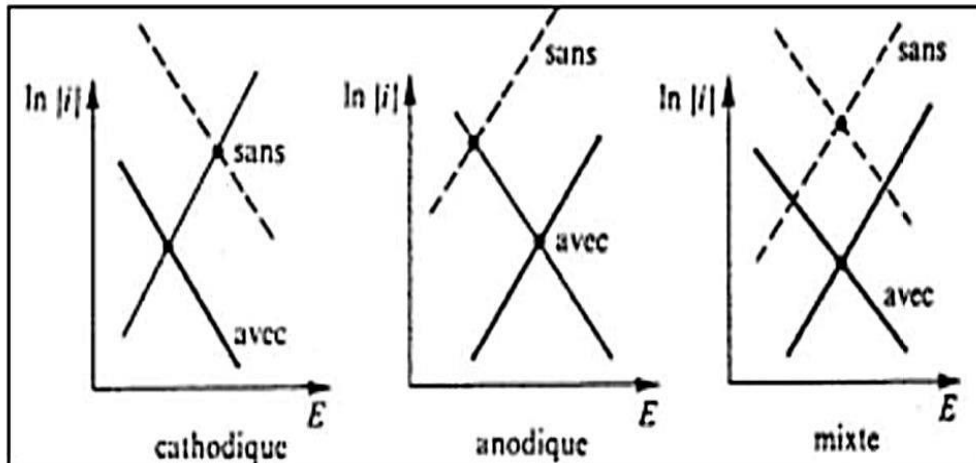


Figure (I.9): Diagramme d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion dû à la présence d'inhibiteur anodique, cathodique ou mixte [20]

I.6.4. Les inhibiteurs organiques :

I.6.4.1. Mécanisme d'inhibiteur :

Dans la classification liée au mécanisme réactionnel mis en jeu en fonction de leur mode d'action, on peut distinguer différents types d'inhibiteurs [21].

- Par passivation.
- Par précipitation.
- Par adsorption

I.6.4.2. Modes d'adsorption :

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 atomes et molécules se trouvant à proximité [22].

On distingue deux types principaux d'adsorption :

Chapitre I: Synthèse bibliographique

- la physisorption (formation de liaisons faibles) et la chimisorption.
- utilisation de l'extrait de datte comme inhibiteur de corrosion vert

Les inhibiteurs verts ou organiques sont des composés extraits de plantes (telles que les tiges, les feuilles et les graines) en raison de leur biodégradabilité, de leur respect de l'environnement et de la santé, ainsi que de leur coût abordable et de leur disponibilité.

Actuellement, l'industrie pétrolière/gazière utilise principalement des inhibiteurs de corrosion organiques, car ils sont considérés comme le meilleur choix pour protéger les aciers au carbone dans des environnements acides [23].

Les inhibiteurs de corrosion verts renferment une large gamme de composés organiques, tels que les acides aminés, alcaloïdes, pigments, tanins, etc. Ces substances sont généralement considérées comme des agents filmogènes, formés de molécules amphiphiles possédant à la fois des propriétés hydrophiles et hydrophobes.

L'adsorption des groupes fonctionnels hydrophiles (tels que $-NH_2$, $-SH$, $-OH$, $-COOH$) sur la surface métallique permet la formation d'un film protecteur. Ce film, principalement constitué de chaînes hydrocarbonées hydrophobes (souvent longues et saturées), agit comme une barrière physique empêchant les molécules corrosives d'atteindre la surface du métal. Ainsi, une couche imperméable se forme, assurant une protection efficace contre la corrosion en isolant le métal de son environnement agressif. La figure (I.10) montre les deux parties des inhibiteurs organiques :

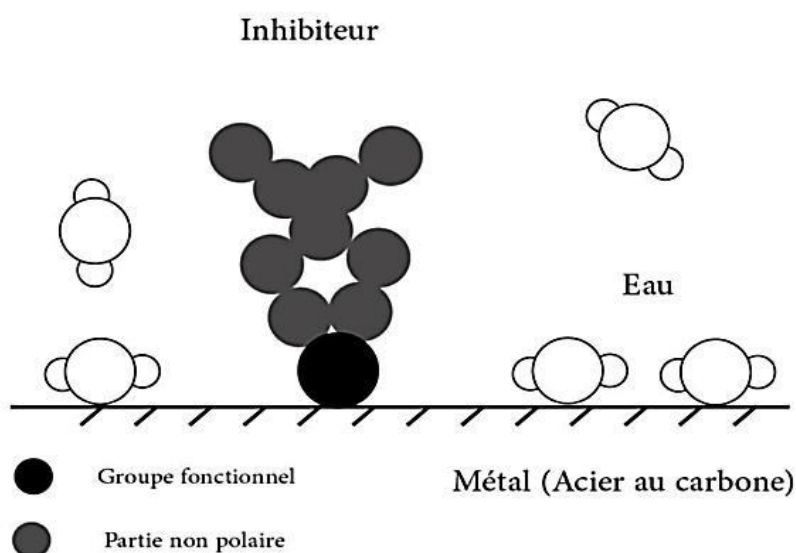


Figure (I.10): Schéma explicatif d'adsorption d'un inhibiteur organique sur Une surface métallique [23].

L'adsorption est un phénomène qui résulte de l'interaction entre l'adsorbant et la surface du matériau, laquelle est composée d'atomes présentant des liaisons chimiques non saturées, ce qui favorise la fixation des molécules adsorbées.

Deux types d'adsorption peuvent être distingués (montré dans le tableau I-2) [24] entre l'inhibiteur et le métal : l'adsorption physique (physisorption) et la chimisorption. Le type d'adsorption dépend de plusieurs facteurs, notamment la nature et la charge du métal, la structure chimique de l'inhibiteur, ainsi que le type d'électrolyte présent dans le milieu.

Tableau (I.2) : Propriété de physisorption et chimisorption.

Physisorption: Adsorption physique	Chimisorption: Adsorption chimique
------------------------------------	------------------------------------

Chapitre I: Synthèse bibliographique

-Adsorption à faible chaleur généralement $<40 \text{ kJ.mol}^{-1}$ -La force d'attraction sont les forces de Van der Waals -II se déroule généralement à basse température et diminue avec l'augmentation de la température - Il est réversible - Il est lié à la facilité de liquéfaction du gaz -Ce n'est pas spécifique -II forme des couches multimoléculaires -Il ne nécessite aucune énergie d'activation	-Adsorption à haute chaleur généralement $>40 \text{ kJ.mol}^{-1}$ -La force d'attraction est une liaison chimique. - Il a lieu à haute température. -C'est irréversible -L'adsorption extérieur est généralement non lié à la liquéfaction du gaz. -C'est très spécifique II forme des couches monoléculaires -Requiert l'énergie d'activation
---	---

L'adsorption des molécules inhibitrices sur la surface métallique permet la formation de liaisons multiples, conduisant à la création de complexes de surface (ou couches protectrices) qui jouent le rôle de barrière physique entre le métal et le milieu corrosif, limitant ainsi son interaction avec les agents agressifs.

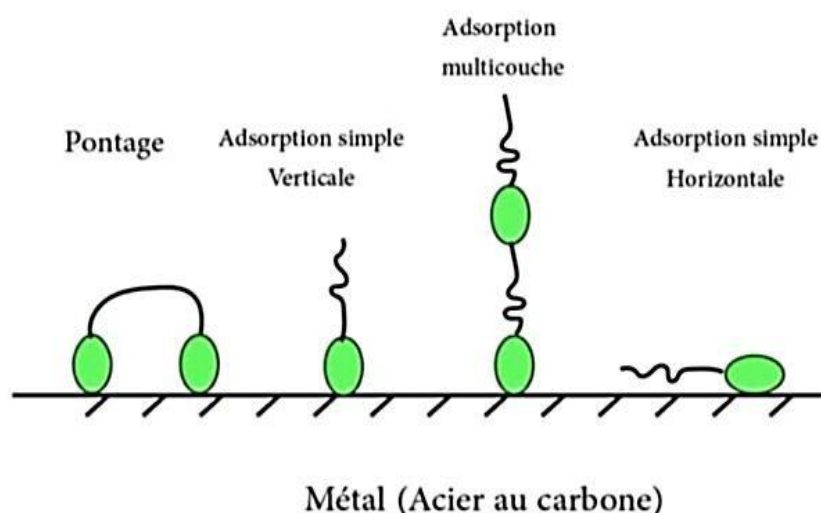


Figure (I.11) : Schéma représentatif des modes d'adsorption [23].

I.7. Conclusion :

Les inhibiteurs de corrosion jouent un rôle fondamental dans la protection des métaux contre les agressions corrosives. Leur principal atout réside dans leur capacité à agir directement depuis le milieu corrosif, ce qui en fait une solution pratique, facilement applicable et, dans certains cas, économiquement avantageuse, à condition que les substances utilisées restent d'un coût raisonnable. Les nombreuses recherches menées depuis plus d'un demi-siècle ont permis de proposer des formulations optimales, qu'il s'agisse de composés isolés ou de combinaisons spécifiques, adaptées à des systèmes métal/solution bien définis. Toutefois, chaque situation de corrosion présente ses spécificités, et une bonne connaissance du mécanisme d'action des inhibiteurs, de leurs limites d'efficacité, ainsi que de leur toxicité potentielle, est indispensable pour une utilisation maîtrisée et sécurisée.

Chapitre II:
Méthode et techniques
expérimentals

Chapitre II:Méthode et techniques expérimentals

Ce chapitre présente aux outils et les méthodes et techniques expérimentales les plus importants utilisés Dans l'évaluation des mécanismes de corrosion en milieu acide chlorhydrique et de l'efficacité des inhibiteurs dits "verts",. Notre approche s'articule autour des méthodes suivantes :

II.1. L'inhibiteur de corrosion : Extrait de pelures de figue de barbarie [**PFB**] (*Opuntia ficus-indica*):

Les pelures de figue de barbarie utilisées dans cette étude ont été collectées dans la région de Qantra, située dans la wilaya de Biskra, une zone semi-aride caractérisée par une abondance de cactus du genre *Opuntia*. Ce résidu agro-industriel a été sélectionné en tant que source potentielle de composés bioactifs, notamment des polyphénols, flavonoïdes et autres antioxydants naturels, susceptibles de jouer un rôle efficace en tant qu'inhibiteurs de corrosion écologiques.



Figure (II.1) : fruit de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*).

II.2. Méthode de préparation de l'extrait de pelures de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*):

a. Collecte et nettoyage : Les PFB fraîches ont été récupérées, soigneusement lavées à l'eau distillée pour éliminer les impuretés et les résidus de poussière.

b. Séchage : Les PFB propres ont été séchées à l'air libre pendant plusieurs jours à température ambiante, à l'abri de la lumière directe du soleil, jusqu'à l'obtention d'un matériau sec et cassant.

c. Broyage : Les PFB séchées ont été broyées à l'aide d'un moulin électrique pour obtenir une poudre fine et homogène.



Figure (II.2) : poudre de pelures de figue de barbarie.

d. Extraction : Pour la préparation de l'extrait aqueux, 30 grammes de poudre sèche de pelures de figue de barbarie ont été utilisées. Un volume de 300 mL d'eau distillée a été porté à ébullition, puis retiré immédiatement de la source de chaleur. La poudre a ensuite été ajoutée à l'eau chaude, et le mélange a été maintenu sous infusion pendant 10 minutes, en le gardant sur une plaque chauffante éteinte afin de conserver la température sans ébullition, Après l'infusion, le mélange a été laissé à refroidir à température ambiante.



Figure(II.3):le mélange après refroidissement à température ambiante.

e.Filtration :le mélange est filtré à l'aide d'un entonnoir Büchner et d'une pompe à vide. Cette méthode permet une séparation rapide et efficace de l'extrait liquide en retenant les résidus solides sur un papier filtre. La filtration sous vide accélère le processus tout en améliorant la clarté de l'extrait obtenu.



Figure (II.4): filtration par pompe à vide.

f.Concentration de l'extrait – Rotavap (évaporateur rotatif) : L'extrait filtré est concentré à l'aide d'un évaporateur rotatif (rotavap) afin d'éliminer le solvant sous pression réduite et à basse température. Cette étape permet d'obtenir un extrait plus concentré tout en préservant les composés bioactifs sensibles à la chaleur.



Figure(II.5) : Concentration de l'extrait par Évaporateurrotatif

g.Séchage : Après la concentration de l'extrait par évaporation sous vide à l'aide d'un rotavap, le concentrat obtenu a été transféré dans des boîtes de pétri propres, puis placé dans un fourdeséchage à une température constante de 45 °C pendant 48heures.



Figure (II.6): Séchage de l'extrait concentré

h.Conservation :



Figure (II.7): falcons en verre ambré.

II.3.Le matériau étudier :

L'acier au carbone API 5L X70 est utilisé comme électrode de travail pour le transport des hydrocarbures. Il respecte les spécifications requises par la norme API (American Petroleum Institute). Il est conçu pour être utilisé dans l'industrie pétrolière. Comme : [25]

Chapitre II:Méthode et techniques expérimentals

- **API 5L signifie** : pipeline qualités normales.
- **X70 signifie** : grade supérieur de longue distance (acier au carbone manganèse Mn)
- **Le chiffre 70 signifie** : 70000 psi

Tableau(II.1) : Composition chimique de l'acier API 5L-X70 (en %massique) :

C (max)	Mn (max)	Si (min)	P (max)	S (max)	Cr (max)	Ni (max)	Nb (max)	Ti (max)	Fe
0.12	1.68	0.27	0.012	0.005	0.051	0.04	0.033	0.03	Bal

Les électrodes de travail utilisées pour les analyses électrochimiques ont été découpées sous forme de carrés de dimensions $3 \times 3 \times 1$ cm. Chaque échantillon a été monté dans une cellule électrochimique de type GamryParacell, avec une surface exposée à l'électrolyte fixée à $2,85\text{cm}^2$.

Avant chaque analyse électrochimique ainsi que pour les examens de surface, les échantillons ont subi une préparation mécanique consistant en un polissage progressif avec une polisseuse figure (II.8) à l'aide de papiers abrasifs de granulométries croissantes : P120, P180, P340, P600,.... et P1200.



Figure (II.8) : Polisseuse de type struers.

Cette étape a été suivie d'un rinçage à l'eau distillée, puis d'un dégraissage à l'acétone afin de garantir une surface propre et exempte de contaminants.



Figure (II.9) : l'échantillons de l'acier API 5L X70 d($3 \times 3 \times 1$ cm) après polissage mécanique

II.4. Techniques électrochimiques :

Toutes les expériences électrochimiques ont été réalisées dans des solutions acides chlorhydriques aérées et sans agitation mécanique. Un temps d'immersion de 30 minutes a été respecté pour chaque échantillon avant les mesures, afin d'assurer la stabilisation du potentiel de circuit ouvert (OCP).

Les mesures ont été conduites à l'aide d'une cellule électrochimique à trois électrodes (GamryParacell). L'électrode de travail est constituée d'un acier API 5L X70, reliée électriquement à l'aide d'un fil de cuivre fixé à l'arrière. La surface exposée à l'électrolyte est de $2,85 \text{ cm}^2$. L'électrode de référence utilisée est une électrode Ag/AgCl, dont le potentiel est équivalent à celui d'une électrode au calomel saturée (soit $+240 \text{ mV}$ vs ENH). Une électrode contre en graphite, chimiquement inerte, a été utilisée pour compléter le montage.

Chapitre II:Méthode et techniques expérimentals

L'acquisition et l'analyse des données électrochimiques ont été effectuées à l'aide du logiciel EchemAnalyst, un outil commercial développé par **Gamry Instruments**.



Figure(II.10) : Spectroscopie d'impédance électrochimique.

II.5.Techniquesd'analyses expérimentales :

II.5.1. Analyse par FTIR :

L'analyse a été réalisée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) afin d'identifier les groupes fonctionnels de notre inhibiteur. Les spectres infrarouges ont été enregistrés dans la plage de 4000 à 400 cm^{-1} à l'aide d'un spectromètre FTIR.



Figure (II.11) : spectromètre infrarouge à transformée FTIR.

II.5.2. La microscopie électronique à balayage :

La microscopie électronique à balayage est basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images à haute résolution de la surface d'un échantillon. Le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Ces particules sont analysées par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface. Le MEB équipé par un détecteur à électrons secondaires et un système d'analyse chimique élémentaire par spectrométrie en dispersion d'énergie (EDX), permet d'obtenir une image en contraste chimique. Cette technique, basée sur l'analyse des photons X émis par un échantillon bombardé par le faisceau d'électrons incident, a permis de caractériser de manière qualitative la composition chimique de la surface des échantillons [26].



Figure (II.12):Microscopie électronique à balayage MEB.

II.5.3. La diffraction des rayons X (DRX) :

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée afin d'examiner la structure cristalline de la surface de l'acier après traitement et d'identifier les phases présentes. Cette technique permet de détecter les modifications structurales éventuelles, telles que la formation de nouveaux composés ou les variations dans la taille des cristallites, résultant de l'exposition à un milieu acide ou de l'adsorption de l'inhibiteur. Les spectres de diffraction ont été enregistrés dans une plage angulaire appropriée à l'aide d'un diffractomètre disponible au laboratoire d'analyses physiques.



Figure (II.13) :Le diffractomètre de rayons X de type RIGAKU .

II.6. Conditions expérimentales :

II.6.1. Les électrodes de travail :

a.Étude métallographique :

L'acier API5LX70, après le polissage mécanique été soigneusement rincé à l'eau distillée, nettoyé à l'alcool , puis séché à l'eau claire. À la suite de l'attaque métallographique de la surface de l'acier API 5L X70, les différentes phases constituant sa microstructure ont pu être mises en évidence. Cette révélation a été obtenue en immergeant l'échantillon préalablement poli dans une solution de Nital à 4 % (composée de 4 % d'acide nitrique et de 96 % d'éthanol).

L'observation au microscope optique a mis en évidence une microstructure caractéristique des aciers ferrito-perlitiques, comme illustré à la figure (II.15).

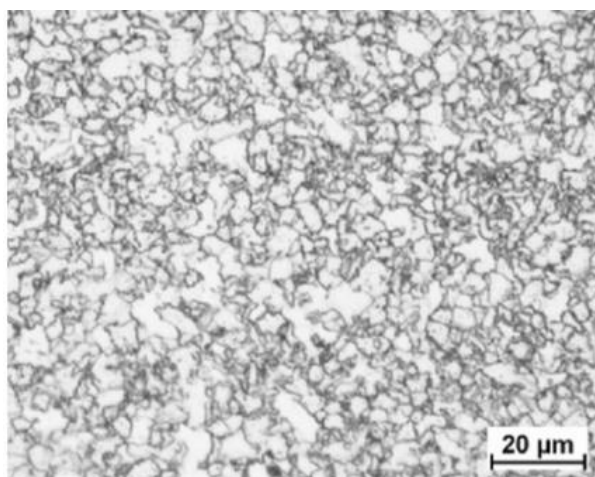


Figure (II.14) : Microstructure en acier API 5L X70, microscope optique [27].

b.Milieu électrolytique :

Dans un souci d'applicabilité industrielle, le choix de l'électrolyte s'est porté sur l'acide chlorhydrique à une concentration de 1 M. Les solutions agressives de HCl ont été obtenues par dilution de l'acide chlorhydrique concentré (37 %) avec de l'eau distillée.

c. Mesures électrochimiques

Deux techniques électrochimiques, à savoir la polarisation potentiodynamique et la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), ont été mises en œuvre afin d'évaluer le comportement à la corrosion de l'acier API5LX70 dans une solution d'acide chlorhydrique. Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un potentiostat/galvanostat/ZRAGamryReference3000, piloté par le logiciel GamryInstrumentsFramework (version 7.05).

Une cellule électrochimique à trois électrodes (GamryParacell) a été utilisée, comprenant :

- une électrode de travail en acier API5LX70,
- une électrode de référence Ag/AgCl, dont le potentiel est équivalent à celui de l'électrode au calomel saturé (+240 mV vs ENH)
- et une contre-électrode chimiquement inerte en graphite.

L'électrode de travail a été connectée par un fil de cuivre et installée dans la cellule de manière à exposer une surface effective de 2,85 cm² à l'électrolyte. Les tests ont été réalisés dans des solutions aérées, sans agitation. Avant chaque essai, les échantillons ont été immergés pendant 30 minutes afin de permettre la stabilisation du potentiel de circuit ouvert (OCP).

L'analyse des données électrochimiques a été effectuée à l'aide du logiciel EchemAnalyst, développé par Gamry Instruments.

II.6.2. Les courbes intensité-potentiel (courbes de polarisation) :

Les branches anodiques et cathodiques ont été obtenues consécutivement de -700 mV/ECS à -300 mV/ECS à la vitesse de balayage de 0.3 mV/sec. La densité du courant de corrosion I_{corr} (μA/cm²) a été calculée à partir de l'équation de Stern-Geary [27]:

$$I_{corr} = \frac{|b_a| \times |b_c|}{2.3 \times (|b_a| + |b_c|) R_p} \quad \text{Equ II.1}$$

Où b_a et b_c représentent respectivement les coefficients de Tafel anodique et cathodique, et R_p désigne la résistance de polarisation (exprimée en Ω·cm²). En raison du caractère non linéaire observé dans les pentes des courbes de Tafel, ces coefficients ont été déterminés à partir de la pente obtenue au-delà de ±50 mV/ECS autour du potentiel de corrosion E_{corr} . L'efficacité inhibitrice par la méthode de polarisation, notée η_{pol} , a été calculée en appliquant l'équation suivante :

$$\eta_{pol}\% = \frac{I_{corr} - I_{corr_{inh}}}{I_{corr}} \times 100 \quad \text{Equ II.2}$$

Chapitre III:
Résultats expérimentalset
interpretation

Cette partie est consacrée à l'évaluation de la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique. Pour cela, une série d'essais électrochimiques et d'analyses de surface ont été réalisées. A partir des essais électrochimiques la vitesse de corrosion, le potentiel de corrosion. L'examen de la surface par la microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectrométrie en dispersion d'énergie (EDX) ont été utilisés afin de déterminer le type de corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu HCl .

III.1.Résultats de l'analyse FTIR:

L'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été réalisée afin d'identifier les groupes fonctionnels présents dans l'extrait de pelures de figue de barbarie utilisé comme inhibiteur de corrosion. Cette technique permet de caractériser les liaisons chimiques au sein des molécules à partir des vibrations infrarouges absorbées par les différentes fonctions.

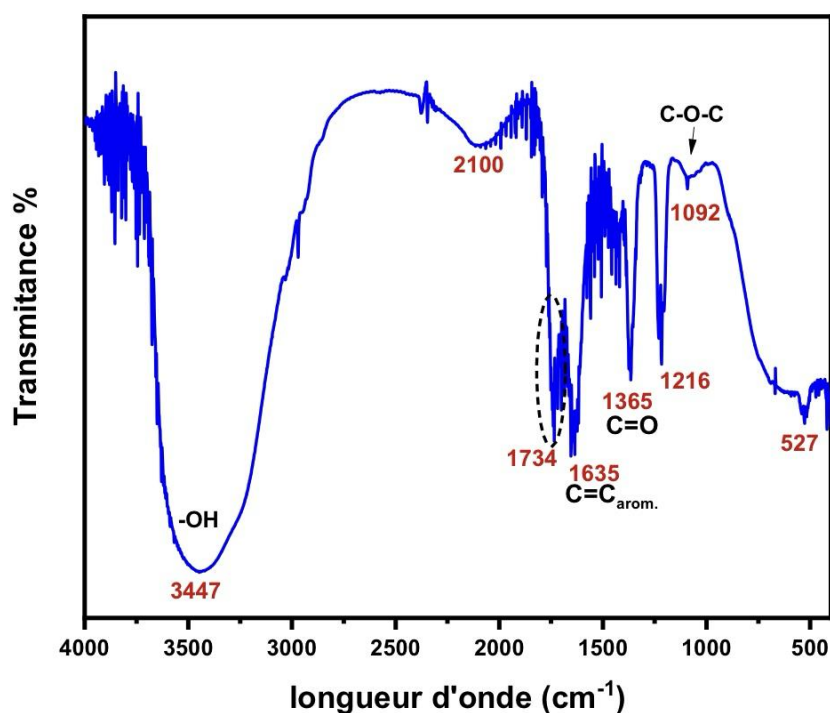


Figure (III.1) : Spectre FTIR de **PFB** utilisé comme inhibiteur de corrosion.

Le spectre FTIR analysé révèle plusieurs bandes caractéristiques permettant d'identifier la présence probable de composés polyphénoliques de type flavonoïdes. Une large bande d'absorption centrée autour de **3447 cm^{-1}** correspond à la vibration d'élongation **O–H**, typique des groupes hydroxyles phénoliques abondants dans les flavonoïdes [9]. La bande à **1635 cm^{-1}** est attribuée aux vibrations de valence des doubles liaisons **C=C aromatiques**, ce qui confirme la présence de cycles benzéniques [30]. Une bande nette à **1734 cm^{-1}** est observée et correspond à une vibration d'élongation **C=O conjuguée**, caractéristique des groupes carbonyles présents dans les flavones et flavonols [31]. La bande autour de **1365 cm^{-1}** peut être liée à une vibration secondaire du groupe carbonyle ou à des déformations du squelette aromatique [32]. Par ailleurs, les pics situés à **1216 cm^{-1}** et **1092 cm^{-1}** indiquent la présence de liaisons **C–O–C** ou **C–OH**, ce qui soutient l'hypothèse de flavonoïdes glycosylés [33]. flavonoïdes rapportés dans la littérature, suggérant fortement leur présence dans l'échantillon étudié.

Ces résultats confirment la présence de composés riches en groupes fonctionnels actifs tels que **-OH**, **C=O** et **C=C**, connus pour leur capacité à interagir avec la surface métallique et former une couche protectrice par adsorption. Ainsi, le PFB étudié présente un potentiel intéressant en tant qu'inhibiteur de corrosion naturel.

III.2. Test de l'efficacité de l'inhibiteur :

a. Test de l'efficacité de l'inhibiteur pour l'acier API 5L X70 :

Évaluer l'efficacité d'un PFB à une concentration de 1 g/L comme inhibiteur de la corrosion de l'acier **API 5L X70** dans de l'acide chlorhydrique concentré (37%) pendant 24 heures à température ambiante (20 °C).

La figure (III.2) illustre l'efficacité d'inhibiteur où nous observons (a)-Échantillon dans l'HCl seul : corrosion sévère, surface fortement attaquée, perte de masse importante.

et-Échantillon (b) dans HCl avec l'inhibiteur : très bonne protection observée, surface peu affectée, formation visible d'un film protecteur sur le métal.

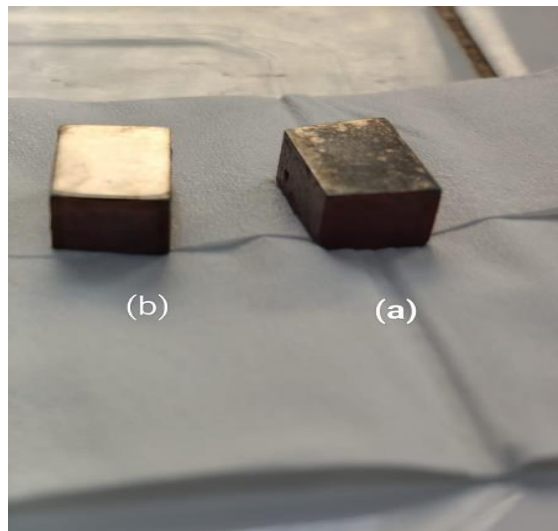


Figure (III.2) : L'acier API 5L X70 dans une solution HCl pendant 24h (a) sans inhibiteur et (b) avec inhibiteur.

b. Test d'efficacité de l'inhibiteur PFB sous forme poudre appliqué à l'acier API 5L X70 :

Le PFB sous forme poudre (1 g/L) assure une protection efficace de l'acier API 5L X70 exposé à l'HCl concentré (1 M) pendant 24 h à 20 °C. En son absence, l'acier est fortement dégradé, tandis qu'en sa présence, un film protecteur limite significativement la corrosion."

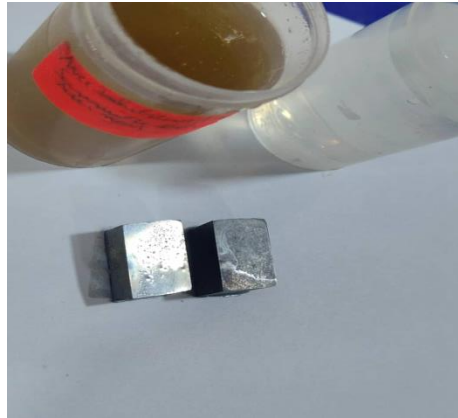


Figure (III.3) : L'acier API 5L X70 dans une solution HCL pendant 24h (a) sans inhibiteur
-(b) avec inhibiteur (sous forme poudre).

c. Acier noir ASTM A106:

Une expérience comparative a été réalisée entre deux échantillons d'acier noir utilisés dans la complexe ENACEL immergés dans une solution saline industrielle obtenue à partir de la phase de dissolution, dont l'un contient un inhibiteur naturel PFB (1 g/L), et l'autre sans inhibiteur, période d'immersion était de 24 heures à température ambiante (30 °C).

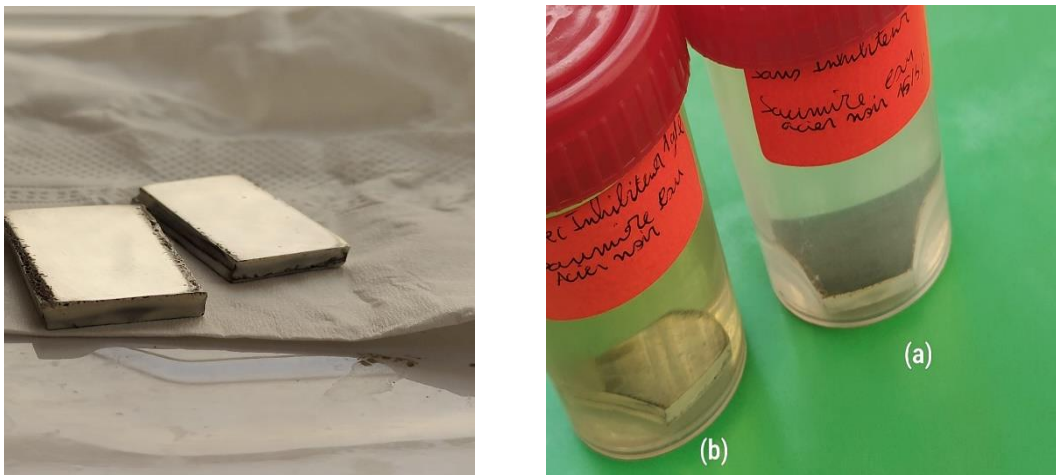


Figure (III.4) : L'acier noir dans une solution saline pendant 24h (a) sans inhibiteur et
(b) avec inhibiteur .

La figure (III.4) illustre que l'échantillon (a) non protégé a montré une corrosion visible à travers un changement de couleur, l'apparition de taches sombres et une rugosité à la surface. Tandis que le deuxième échantillon (b) a conservé son éclat relatif avec une surface propre, presque exempte de signes de corrosion.

Ces résultats visuels confirment l'efficacité de l'inhibiteur PFB pour réduire le taux de corrosion même dans un environnement très agressif comme les solutions salines industrielles.

III.3. Étude visuelle et électrochimique:

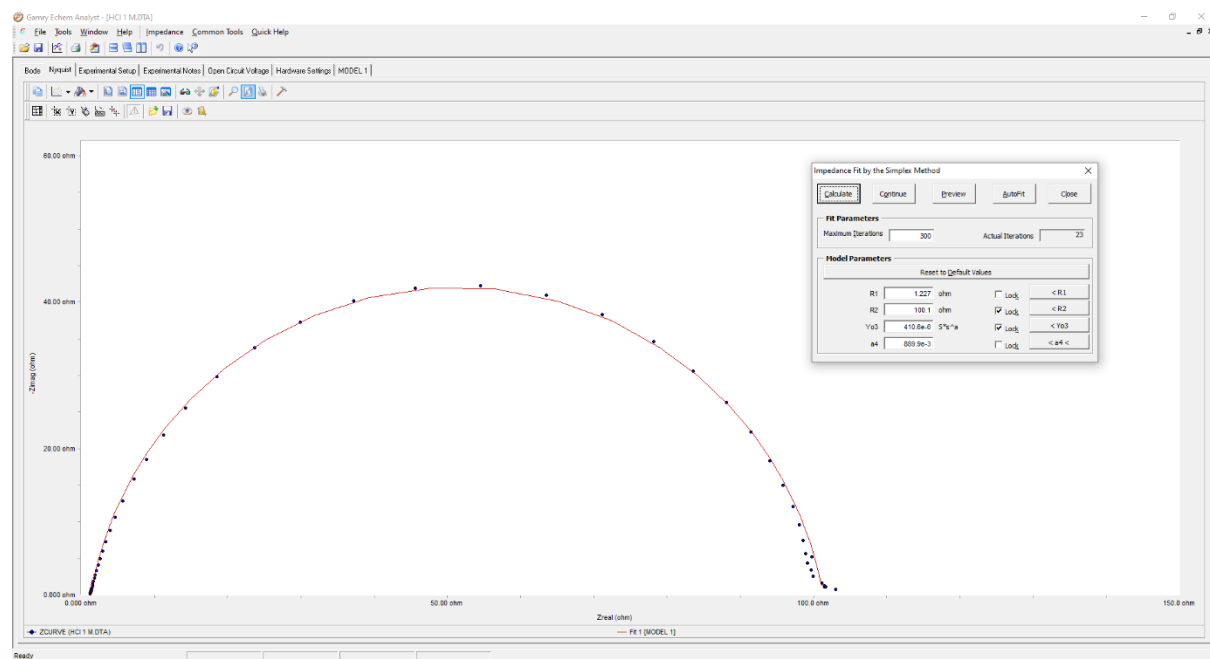


Figure (III.5) : Simulation du comportement de l'acier API 5L X70 en milieu HCl avec L'inhibiteur PFB.

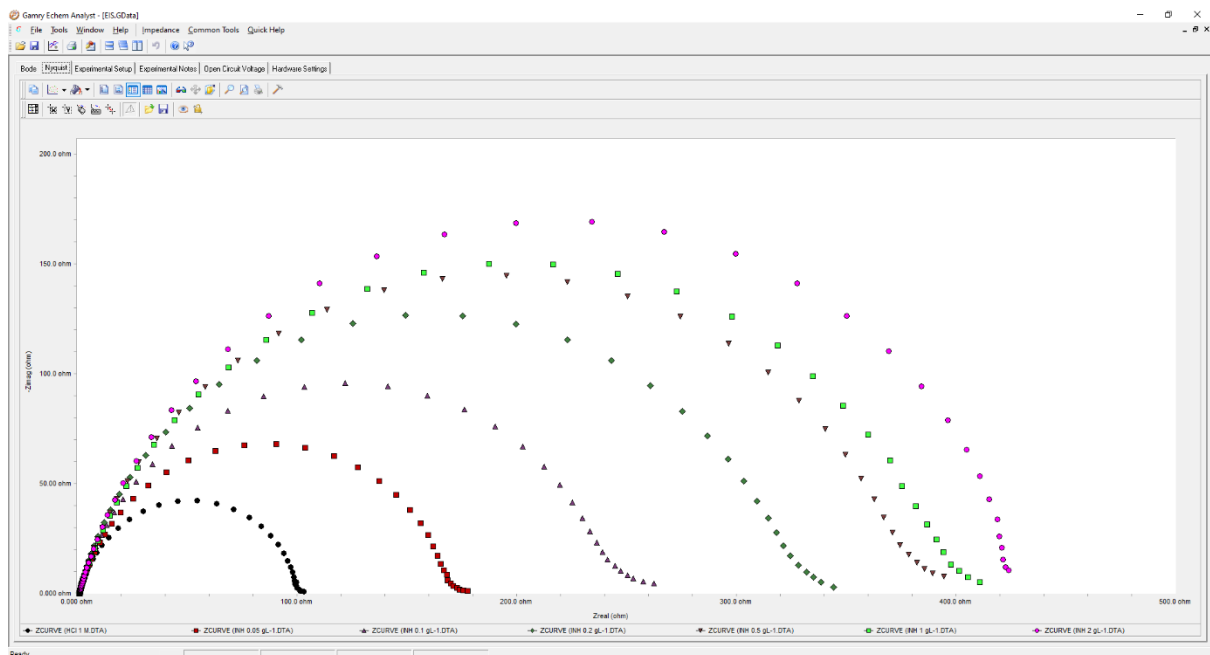


Figure (III.6): Courbe EIS pour l'acier API 5L X70 dans un milieu de HCl 1M sans et avec différentes concentrations de pfb , diagrammes de nyquist.

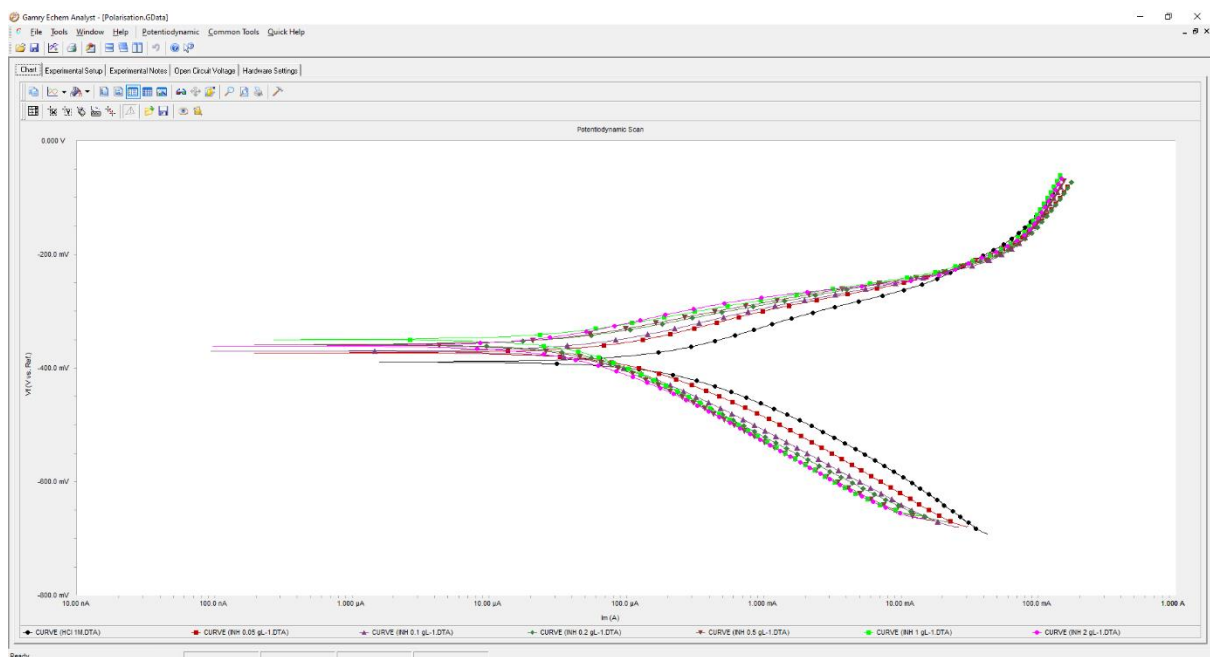


Figure (III.7): courbe de polarization de l'acier API X70 en milieu HCl 1M.

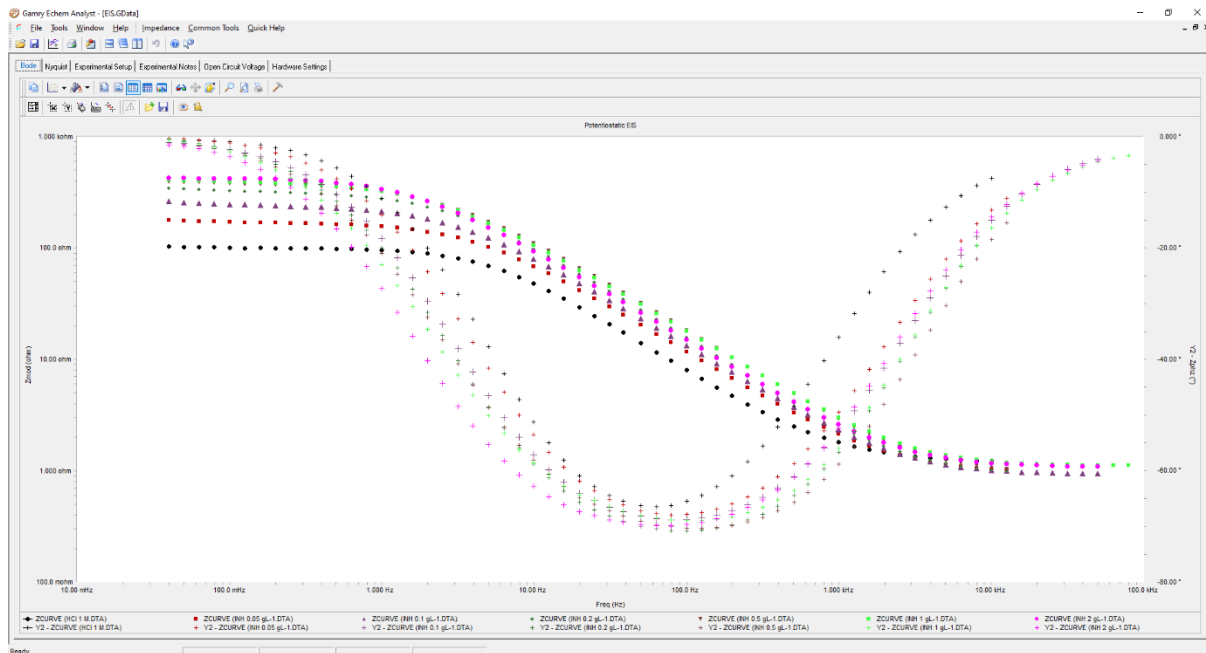


Figure (III.8):Diagramme de Bode issu de l'EIS.

La Figure (III.5) présente une simulation du comportement de l'acier API 5L X70 immergé dans l'acide chlorhydrique. Les Figures 2, 3 et 4 montrent les résultats électrochimiques obtenus : la courbe de polarisation Tafel indique une réduction du courant de corrosion en présence d'inhibiteur, tandis que les diagrammes de Nyquist et de Bode confirment une amélioration de la résistance de charge et des propriétés capacitives du système, démontrant l'efficacité de la couche protectrice formée à la surface du métal.[34, 35]

III.4. Résultats électrochimiques:

Les données expérimentales obtenues par polarisation Tafel et spectroscopie EIS sont regroupées dans les tableaux suivants. Elles permettent de quantifier l'effet de différentes concentrations de l'inhibiteur PFB sur le comportement électrochimique de l'acier.

Tableau(III. 1) : Paramètres de polarisation Tafel.

echantillon	E_corr (mV)	I_corr (μA)	β_c (mV/dec)	β_a (mV/dec)	η_{pol} (%)
Blank	-376	220.0	123	73	-
0.05 g/L	-374	131.2	127	69	40
0.10 g/L	-370	83.2	129	60	62
0.20 g/L	-359	54.1	127	53	75
0.50 g/L	-358	52.2	134	52	76
1.00 g/L	-350	50.1	133	48	77
2.00 g/L	-361	47.7	125	50	78

Tableau (III. 2) : Paramètres de la spectroscopie EIS.

Échantillon	R_s ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	Y_o ($\mu\text{S} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^{-2}$)	N	R_t ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	η_{EIS} (%)
Blank	1.22	410	0.88	101	-
0.05 g/L	1.00	369	0.84	172.3	41
0.10 g/L	1.00	339	0.83	248.7	59
0.20 g/L	1.00	267	0.85	328.1	69
0.50 g/L	1.00	246	0.84	380	73
1.00 g/L	1.06	268	0.83	398	75

L'analyse croisée des données issues des techniques Tafel et EIS met en évidence l'efficacité croissante de l'inhibiteur naturel avec l'augmentation de sa concentration. Une baisse importante du courant de corrosion (I_{corr}), observée dans les courbes de polarisation, indique une protection notable de la surface métallique. Par ailleurs, les diagrammes de Nyquist montrent une augmentation de la résistance de transfert de charge (R_t), confirmant la formation d'un film protecteur stable à l'interface métal/solution. Les valeurs de Y_0 (capacité double couche) diminuent légèrement, ce qui reflète une réduction de la surface active exposée à la solution mais avec une efficacité inhibitrice maximale de 76% qui est moins importante à celle obtenue avec concentration FPB. 1g/l .[35].

Les paramètres électrochimiques déduits des courbes de polarisation potentiodynamique (Tableau III.1), confirment nos observations, c'est-à-dire que l'augmentation de la

concentration de FPB fait déplacer le potentiel de corrosion vers des valeurs anodiques, diminue les densités de courant des branches anodiques et cathodiques et augmente l'efficacité inhibitrice. Ce dernier se comporte comme un inhibiteur mixte, puisqu'il agit sur les deux branches anodique et cathodique, [36]

En résumé, les résultats obtenus démontrent que PFB est un inhibiteur écologique efficace et mixte contre la corrosion de l'acier API 5L X70 dans un milieu acide.

III.5.Les analyses par diffractions des rayons X :

Les figures (III.8,9,10) illustrent Les spectres de diffraction des rayons X de trois échantillons d'acier API 5L X70.

La figure (III.8) de l'acier à l'état brut nous avons observé la présence de trois pics de fer à les positions $2\theta \approx 44.7^\circ, 65.0^\circ, 82.3^\circ$

La figure (III.9) de l'acier API 5L X70 après une immersion dans une solution 1 mol/L HCl pendant 72 heures, Le spectre montre l'apparition de nouveaux pics de Fe_2O_3 , selon la ICDD, et nous observons la diminution des intensités des pics de fer par rapport à l'état brut, dans ce cas nous pouvons l'expliquer par un phénomène de corrosion.

La figure (III.10) de l'acier après une immersion HCl, avec l'ajout de **PFB** concentration de 1 g/L. pendant 72 heures, le spectre montre la disparition des pics de Fe_2O_3 et l'augmentation des intensités des pics de fer par rapport à l'acier après l'immersion sans inhibiteur, après ce résultat de DRX nous montrent l'efficacité de notre inhibiteur PFB.

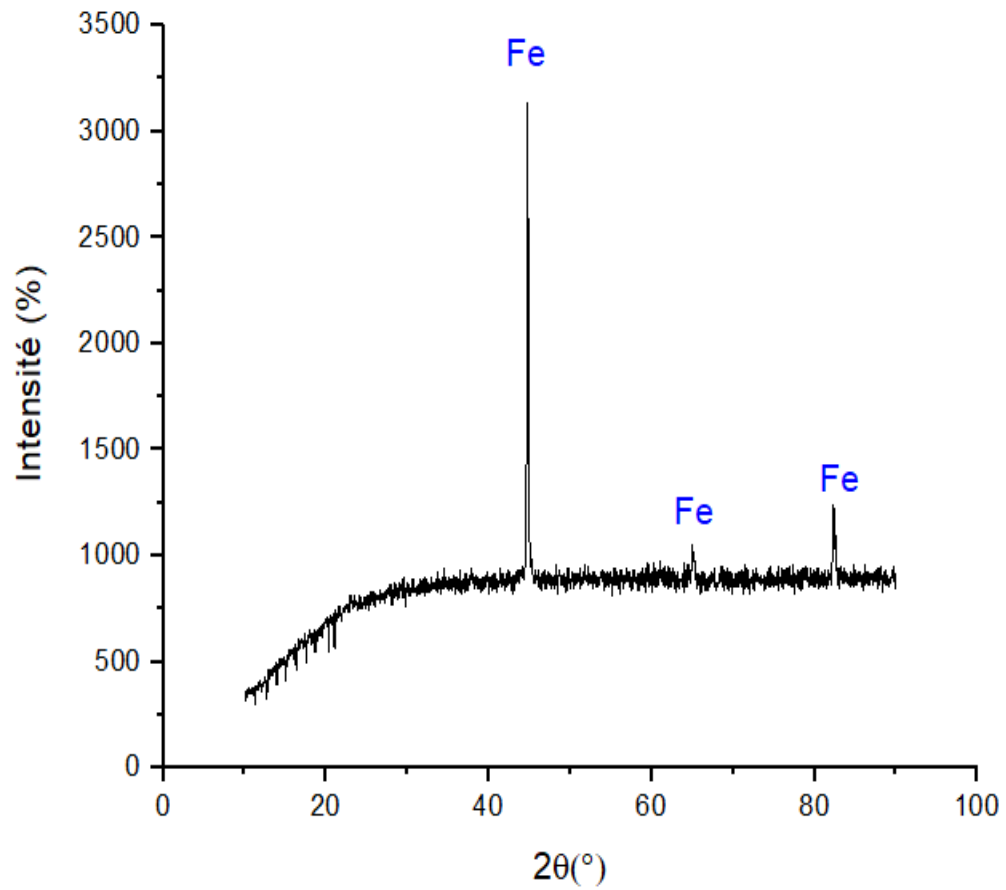
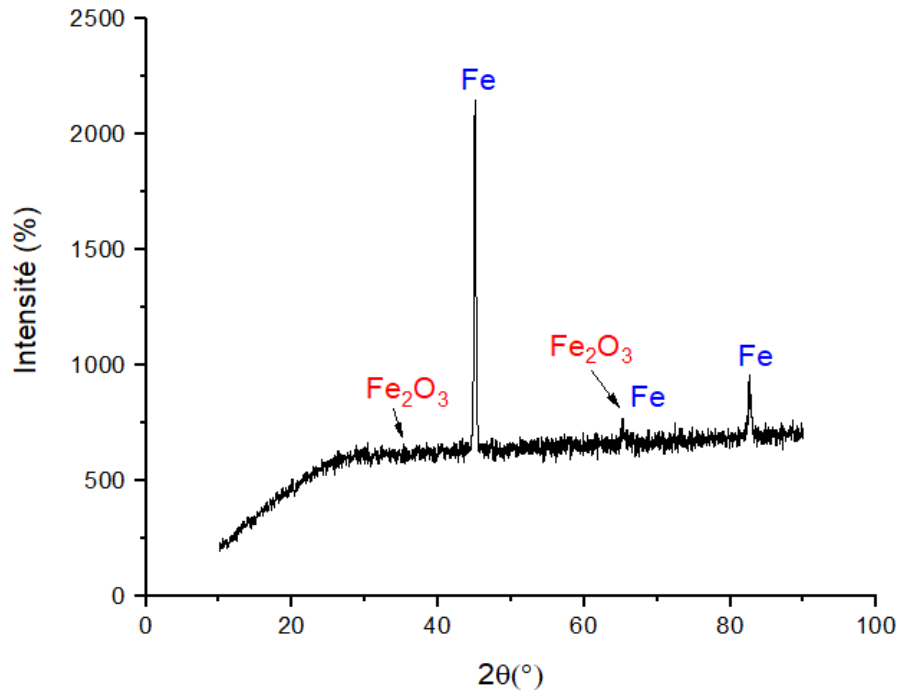


Figure (III.9) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API5LX70.



Figure(III.10) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API 5L X70après immersion
(HCl 1M)pendant 72h .

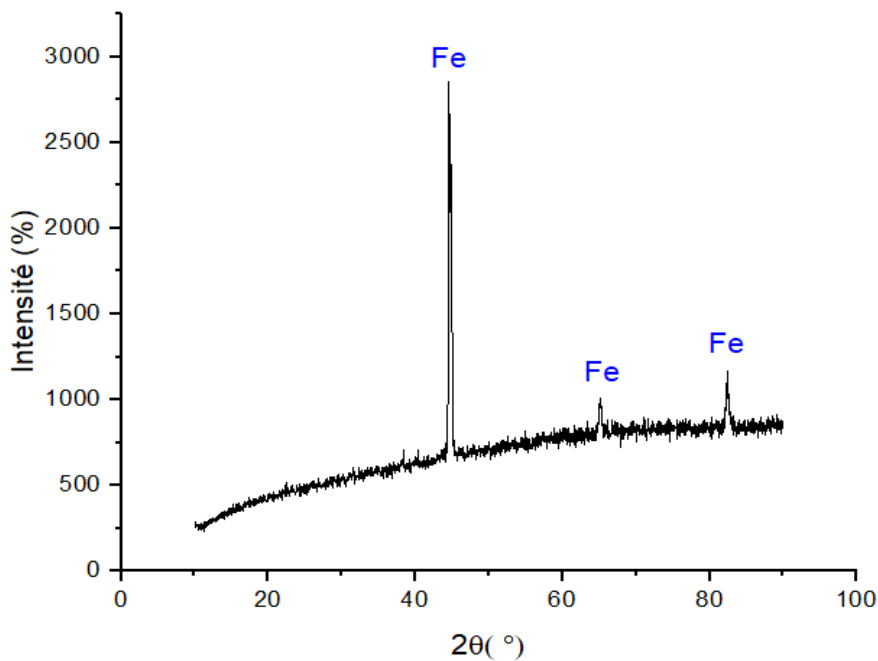


Figure (III.11) : Spectre de diffraction des rayons X de l'acier API 5L X70après immersion
(HCl 1M +PFB(1 g/L) pendant 72h.

III.6.Analyse de la surface de l'acier API 5L X70 par le MEB en milieu HCL pour PFB:

Les observations au MEB effectuées après 72h immersion, pour PFB sont présentées sur la figure (III-12).

Les produits de corrosion de la figure (III-12). (c) montre une bonne inhibition de l'acier API 5L X70 dans le système, PFB où la surface n'a subi aucune dégradation,

La figure (III-12) présente aussi le spectre EDX réalisé sur la surface de l'acier API 5L X70 après 72 heures d'immersion dans le system HCL+ PFB et dans un milieu HCL , avec le spectre EDX de l'acier API 5L X70.

Les spectres ne sont pas comparables dans ce qui concerne les pics du fer et d'oxygène. Pour les pics de fer et d'oxygène le pourcentage atomique a été 37.76% et 36.18% respectivement (Tableau III.3). Ce résultat indique à la formation des oxydes de fer sur la surface d'acier en présence de HCL.

Et nous avons les pourcentages de fer et d'oxygène 75,13% et 5,32 %respectivement dans le système HCl /PFB, (Tableau III.3), alors qu'en présence de HCL /PFB la formation des oxydes faible et le pourcentage de fer augmente pa rapport à l'echentillon immergé dans HCL . donc on à une protection contre la corrosion et ces resultats montrent l'efficacité de notre 'inhibiteur PFB .

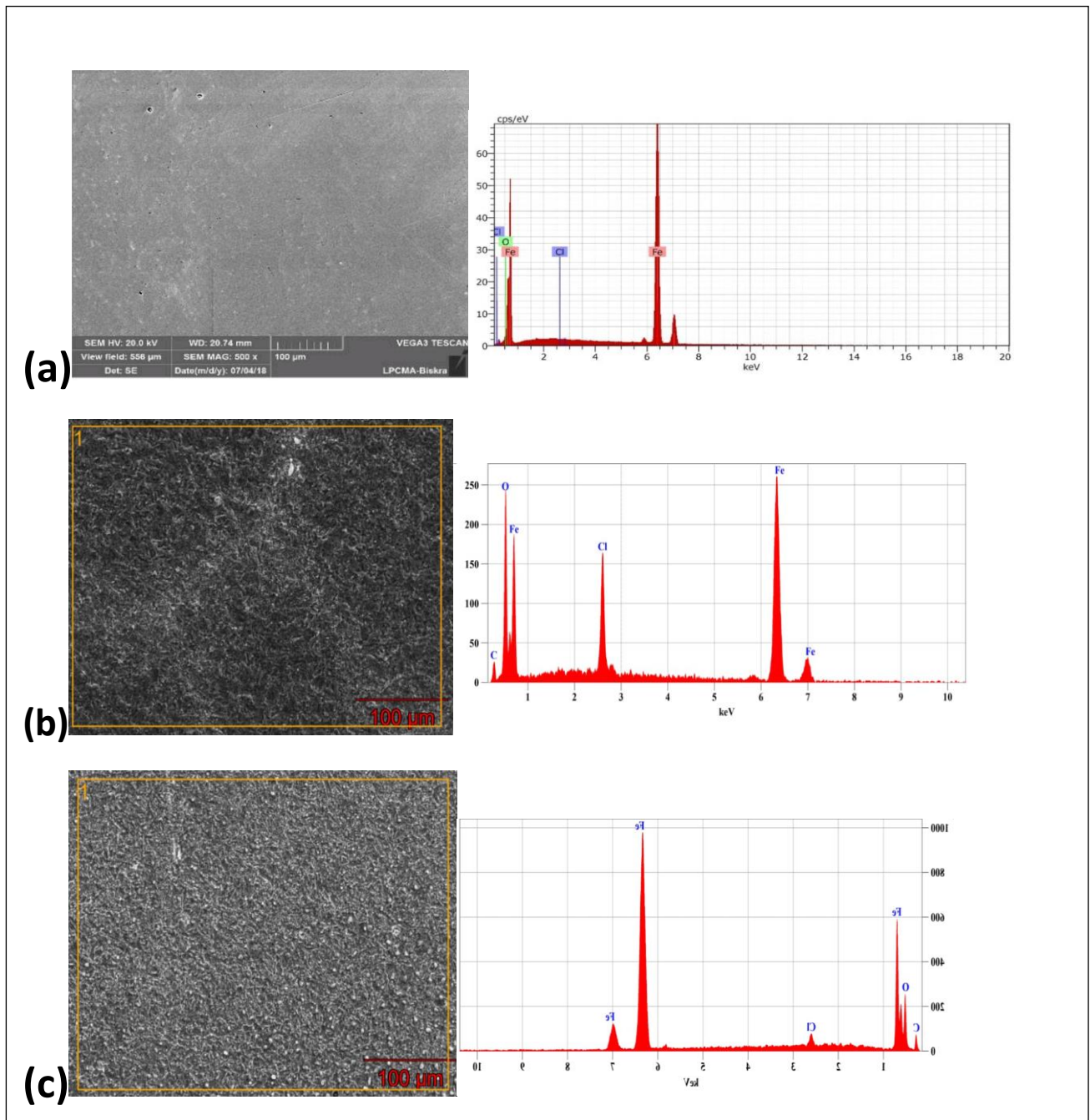


Figure (III-12) : MEB-EDX de l'acier API 5L X70 en milieu 1M HCL à 30 °C (a) l'acier avant immersion[36] , (b) l'acier après 72h d'immersion, (c) l'acier après 72h immersion en présence 1g/L PFB.

Tableau (III.3): Pourcentages atomiques des différents éléments issus de l'analyse EDX de la surface de l'acier API 5L X70 en milieu 1M HCl en absence et en présence de l'inhibiteur .

Eléments	% Atom de X70	% Atom X70+HCl	% Atom X70+HCl+PFB
Fe	96.47	37.76	75.13
O	3.53	36.18	5.32
Cl	-	9.06	1.87
C	-	16.99	17.68

Conclusion Générale

Conclusion Générale :

Le but principal de ce travail est d'étudier l'efficacité d'un inhibiteur naturel sur l'acier API5LX70 utilisé pour le transport des hydrocarbures dans un milieu acide dans l'industrie pétrolière.

Pour cela, l'efficacité inhibitrice de PFB a été déterminée principalement par des mesures électrochimiques. Ces inhibiteurs ont été choisis car ils sont caractérisés par : naturelle, non toxicité, biodégradabilité, pas cher, facilement disponible.

Pour cela nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentielles : mesures électrochimiques, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage.

Les principaux résultats de ce travail peuvent se résumer de la manière suivante :

- L'analyse FTIR confirme la présence de composés riches en groupes fonctionnels actifs tels que -OH, C=O et C=C, connus pour leur capacité à interagir avec la surface métallique et former une couche protectrice par adsorption. Ainsi, le PFB étudié présente un potentiel intéressant en tant qu'inhibiteur de corrosion naturel.
- Les tests d'efficacité visuelle montrent que le inhibiteur PFB est efficace dans le milieu acide et le milieu salin.
- Les résultats de SIE ont montré que l'efficacité inhibitrice augmente en milieu 1M HCl, pour une concentration de PFB égale à 1 g/L, de 76%.
- Les courbes de polarisation potentiodynamique ont montré que le PFB agit sur les réactions anodiques et cathodiques, ce qui en fait un inhibiteur de type mixte.
- Les analyses de diffraction des rayons X confirment l'efficacité de l'inhibiteur PFB où l'oxyde de fer a disparu dans le cas d'échantillon immergé dans HCl + PFB.

Conclusion Générale

La microscopie électronique à balayage et EDX montrent que le PFB est un inhibiteur efficace où le pourcentage de l'oxygène est diminué à 5.23%.

Bibliographie

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Wahiba. Herzallah, Préparation et Caractérisation de Dépôts Composites Electrodéposé en Présence d'inhibiteurs Organiques, Mémoire de magistère, Université Mohamed Khider Biskra, 2006.
- [2] MarmiSaida, Effets des inclusions sur la corrosion des aciers au carbone, Mémoire de magistère, Université Mohamed Khider Biskra, 2003.
- [3] R. Mehibil(2008). Etude de l'efficacité inhibitrice de quelques nouveaux inhibiteurs, dits non polluants, sur la corrosion de deux types d'alliages d'aluminium. Université de Skikda.
- [4] D. Nadir ; R. Rabah(2004). Introduction à la corrosion et aux inhibiteurs de corrosion,.
- [5] K. Rouibah(2003). Contribution à l'étude du comportement électrochimique du couple galvanique acier au carbone/anodes de zinc dans l'eau de mer naturelle"
- [6] S. Bensaada. Effet des inhibiteurs de corrosion $ZnCl_2$, Na_2MoO_4 et $ZnCl_2+Na_2MoO_4$ sur le comportement de l'acier pour armature a beton en milieu oxydant NaCl
- [7] O.Alloui (2006). L'effet inhibitrice de méthoxyméthyltriphenylphosphoniumchloride contre la corrosion dans un millieu H_2SO_4 0.5M. Université kasdimerbahouargla.
- [8] B. Grosgeat, P.Colon, La Corrosion ; Support de cours (version PDF), Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, 2009-2010
- [9] N.Bouamama , S.Madene(2015). Elaboration d'un revêtement à base d'oxyde de cérium destiné à la protection de la corrosion de l'acier en milieu marin. Université Abderrahmane MIRA Bejaia.
- [10] K.Dob (2018). Etude électrochimique de l'efficacité inhibitrice de substances vertes sur la corrosion de l'acier au carbone dans un milieu aqueux. Université 20 Août 1955 Skikda.

BIBLIOGRAPHIE

- [11] L. Dong, L. Yuanhua, D. Yigang, Z. Dezhi, (2011), Anti-corrosion Methods and Materials, 58,205p
- [12] M. Boulkroune, (2014), Inhibition de la corrosion de zinc en milieu acide, Algérie, Thèse de doctorat, Université de Constantine 1.
- [13] Hamza Bentrach , Corrosion des ouvrages pétroliers : Utilisation de la gomme arabique comme inhibiteur environnemental pour l'acier API 5L X42 ,Thèse de doctorat , Université Mohamed Khider Biskra, 2015.
- [14] Abdelali FIALA , Synthèses et caractérisations de nouvelles molécules contenant au soufre et de l'azote ,études de leur effet inhibiteur sur la corrosion des métaux de transition application a la protection du cuivre en milieux acides, Thèse de doctorat d'état en chimie , Université Mentouri Constantine , 25 /12 / 2007
- [15] MarmiSaida, Effets des inclusions sur la corrosion des aciers au carbone, Mémoire de magistère, Université Mohamed Khider Biskra, 2003.
- [16] N.Saigaà(2016). Étude physicochimique de l'inhibition de la corrosion d'un acier au carbone en milieu acide sulfurique. Université LarbiTébessiTébessa.
- [17] D.C.Zocher, Mater. Perform. , 15, 33(1976).
- [18] Afaf, YUCEF AZOUZ (2010). EFFETS DE LA CONCENTRATION DE NaCl SUR LA CORROSION DE L'ACIER DOUX EN PRESENCE DES CATIONS Zn^{2+} ET ANIONS CrO_4^{2-} . Magister thesis, Université de Batna 2. echniques,
- [19] Barr,A. Corrosion et protection des ouvrages pétroliers : Procédure de l'acidification des puits de pétrole.
- [20] Gadag (2007). Engineering Chemistry, I. K. International Pvt Ltd,
- [21] Belhachani, L. (2019). Effet synergique de la résine de Schinus molle et l'ion iodure pour l'inhibition de la corrosion de pipeline en milieu H_2SO_4 .

BIBLIOGRAPHIE

- [22] F.MAnsfeld, et all (1985). Inhibition in Neutral, Aerated Media. Journal of Electrochemical Society. Vol 32 .
- [23] REG.Walid (202)1 . Protection de l'acier API 5L X70 contre la corrosion par un inhibiteur naturel. Mémoire master.
- [24] Mccafferty (2010). E., Introduction to Corrosion Science. Springer-Verlag New York, Vol.1 P: 302
- [25] h. Bentrah (2015): Utilisation de la gomme arabique comme inhibiteur environnemental pour l'acier API 5L X42. Doctoral thesis, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [26] A. Ul-Hamid, A Beginners' Guide to Scanning Electron Microscopy. 2018: SpringerInternational Publishing.
- [27] Microstructure of steel API 5L X70 (L485), light Microstructure.
- [28] K. Gu, L. Lv, Z. Lu, H. Yang, F. Mao J. Tang (2013). Electrochemicalcorrosion and impedance study of SAE1045 steel under gel-like environment.Corrosion Science, 74(0): p. 408-413.
- [29] Harborne, J. B., and C. A. Williams. "Advances in Flavonoid Research since 1992." Phytochemistry, vol. 55, no. 6, 2000, pp. 481–504.
- [30] Stuart, Barbara H. Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, 2004.
- [31] Silverstein, Robert M., et al. Spectrometric Identification of Organic Compounds. 7th ed., Wiley, 2005.

BIBLIOGRAPHIE

- [32] Coates, John. "Interpretation of Infrared Spectra: A Practical Approach." Encyclopedia of Analytical Chemistry, edited by R. A. Meyers, Wiley, 2000, pp. 10815–10837.
- [33] Pavia, Donald L., et al. "Introduction to spectroscopy, 4th." Brooks/Cole, USA (2009): 691-695.
- [34] H.taoui , H. Bentrach et al , material and corrosion Vol 2018 (1-10).
- [35] Slimane Kheriefa, Mounir Djellaba, et all , Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces, 2023.
- [36] Mounir Djelab these doctorat université Biskra 2019.