



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences et de la Technologie  
Département de Génie Mécanique

# MÉMOIRE DE MASTER

**Domaine : Sciences et Techniques**  
**Filière : Génie Mécanique**  
**Spécialité : Génie Métallurgique**

Réf. : Entrez la référence du document

---

Présenté et soutenu par :  
**Salim Aissaoui**

Le : lundi 27 juin 2022

## **Utilisation de l'ALOE VERA comme inhibiteur écologique pour l'acier X70 en milieu HCl**

---

### **Jury :**

Pr.	Boumerzoug Zakaria	Pr	Université de Biskra	Président
Dr.	Bentrah Hamza	MCA	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	Abdelhakim BEGAR	MCA	Université de Biskra	Examineur

Année universitaire : 2021 - 2022

## Remerciement

Je remercie en premier lieu Dieu de m'avoir donné le courage et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

Je tiens surtout à exprimer mes remerciements à mon directeur de recherche **Mr.Bentrah Hamza**. Enseignant à l'université de Biskra, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de m'encadrer pour accomplir ce modeste travail de recherche.

Our ses aides, ses conseils directifs, et son suivi durant la réalisation de cette étude. Nous remercier vivement le président de jury **Pr. Boumerzoug Zakaria** Et l'examineur, **Dr Abdelhakim BEGAR** qui ont bien accepté de juger notre travail.

Nous remercions aussi tous les responsables les personnels de notre département de Génie Mécanique, tous Les participants à notre formation.

Enfin nous tenons à exprimer notre reconnaissance à tous nos amis et collègues, et tous ceux qui nous ont aidé de près ou de loin durant la réalisation de ce travail.

Merci ....

## *Dédicace*

Par le soin de Allah et tout le courage et la patience qu'il m'a apporté de ces années d'étude que j'arrive aujourd'hui à voir le fruit de mon travail ce modeste mémoire.

Je dédie ce travail :

À ma mère et mon père pour leurs affections et amours .

À mes frères et mes sœurs .

À toute ma famille .

Je dédie aussi tous mes respects et toutes mes appréciations a ceux qui mont aidé pendant toute ma carrière.

Vous étiez tous de grand soutien pour moi.

Merci infiniment.

# Table des matières

Listes Des Figures

Liste Des Equations

Liste Des Tableaux

Liste Des Abréviations

Introduction générale.....	1
<b>Chapitre I : Synthèse bibliographique.....</b>	<b>2</b>
I.1 Introduction :.....	2
I.2 Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide : .....	3
I.2.1 Réactions de corrosion en milieu acide : .....	4
I.3 Diagramme potentiel-pH du fer :.....	5
I.4 Utilisation des acides dans l'industrie pétrolière :.....	6
I.4.1 Procédure de l'acidification du puits de pétrole :.....	6
I.4.2 Différentes types de corrosion pour l'acier API 5L X70 :.....	7
I.4.2.1 Corrosion uniforme :.....	9
I.4.2.2 Corrosion par piqûre :.....	10
I.5 Moyens de protection contre la corrosion :.....	10
I.5.1 La protection cathodique : .....	11
I.5.2 Protection par les inhibiteurs de corrosion : .....	12
I.6 Classes d'inhibiteurs : .....	12
I.7 Types des inhibiteurs de corrosion :.....	13
I.7.1 Par leur nature chimique :.....	13
I.7.1.1 Les inhibiteurs organiques : .....	13
I.7.1.2 Les inhibiteurs minéraux :.....	14
I.7.1.3 Les inhibiteurs de corrosion écologiques :.....	14
I.7.2 Par la nature de l'action protectrice : .....	15
I.7.2.1 Les inhibiteurs anodiques :.....	15
I.7.2.2 Les inhibiteurs cathodiques :.....	15

I.7.2.3 Les inhibiteurs mixtes : .....	16
I.8 Adsorption des inhibiteurs organique : .....	16
I.9 L'Aloe Vera : .....	17
I.9.1 Formulations inhibitrices : .....	18
I.9.2 Composition chimique et structure moléculaire L'Aloe Vera : .....	19
<b>Chapitre II : Technique d'étude et conditions expérimentales</b> .....	20
Introduction .....	20
II.1 Techniques d'étude : .....	20
II.1.1 Méthodes électrochimiques : .....	20
II.1.1.1 Courbes de polarisation potentiodynamique : .....	20
II.1.1.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) : .....	22
II.2 Conditions expérimentales : .....	25
II.2.1 Matériaux : .....	25
II.2.2 Milieu électrolytique : .....	25
II.2.3 Inhibiteurs de corrosion : .....	26
II.2.4 Techniques électrochimiques : .....	26
II.2.4.1 Diagrammes d'impédances électrochimiques : .....	27
II.2.4.2 Courbe de polarisation potentiodynamique : .....	29
II.2.5 Techniques d'analyses de surface : .....	30
II.2.5.1 Microscopie optique : .....	30
<b>Chapitre III : Résultats et discussion</b> .....	31
III.1 Partie 1 Essais électrochimiques de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M : .....	31
III.1.1 Courbes de polarisation potentiodynamique: .....	31
III.1.2 Technique de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) : .....	33
III.2 Partie 2 Efficacité inhibitrice de GAV pour l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M : ..	36
III.2.1 Method de la polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl en présence de GAV : .....	36

III.2.2 La spectroscopie d'impédance électrochimique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl en présence de GAV :.....	38
III.3 Analyse de la surface de l'acier en présence le gel d L'Aloe Vera dans un milieu acide HCl 0.5M :.....	41
Références bibliographiques	

## **LISTES DES FIGURES**

## CHAPITRE I : Synthèse bibliographique

Figure I- 1 : Pipeline de petrole brut [4].	3
Figure I- 2 : (a) Une pipe en acier au carbone attaquée par un acide mineral fort, (b) phenomene de precipitation « scale » d'un tubage de puits [6].	4
Figure I- 3 : Diagramme potentiel=f(ph) du fer (activite des especes ioniques en solution 10-6 mol/l) et representation simplifiée des domaines d'immunité, passivité et corrosion en milieu aqueux [7].	5
Figure I- 4 : Les principaux types de corrosion [10].	8
Figure I- 5 :Image de corrosion uniforme [13].	9
Figure I- 6 : Corrosion Par Piqures [15].	10
Figure I- 7 : Densité de courant et potentiel de la protection cathodique [18].	11
Figure I- 8 : Classement des inhibiteurs de corrosion [21].	13
Figure I- 9 : Schema d'adsorption d'un inhibiteur organique sur une surface metallique : molecules amphiphiles : Parties hydrophile et hydrophobe [24].	14
Figure I- 10 : Diagramme d'evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion du a la presence d'un inhibiteur anodique, cathodique ou mixte [28].	16
Figure I- 11 : la feuille d l'aloé vera[31].	18
Figure I- 12 : Composition principale de l'aloé vera [24].	18
Figure I- 13 : Le processus d'obtention du gel d l'aloé vera et présenté schématiquement [24].	19
Figure I- 14 : structures proposees pour les composants principaux de gel l'aloé vera[34].	19

## CHAPITRE II :Technique d'étude et conditions expérimentales

Figure II- 1 : Determination des parametres electrochimiques a partir des droites de tafel	21
Figure II- 2 : Representation de l'impedance sous forme des diagrammes a) nyquist et b) bode [40].	23
Figure II- 3 : Circuit comprenant la resistance de la solution $r_s$ , en serie avec l'ensemble (resistance de polarisation $r_p$ , ici confondue avec la resistance de transfert de charge $r_t$ , en parallele sur la capacite de double couche $c_{dc}$ ). Representation dans le plan de nyquist des variations de son impedance [41].	24
Figure II- 4 : Arbre de l'Aloé Vera.	26
Figure II- 5 : Photo du dispositif experimental utilise pour les mesures electrochimiques.	27

Figure II- 6 : Representation de la spectroscopie d'impedance electrochimique en coordonnees de Nyquist (a), et de Bode (b) de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique 0,5 M.....	28
Figure II- 7 : Courbe de Polarisation de l'acier API 5L X70 en milieu chlorhydrique 0,5M ..	29
Figure II- 8 : Microscope Optique Olympus cx 40 .....	30

### **CHAPITRE III : Résultats et discussion**

Figure III- 1 : La Courbe de polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 dans 0,5 M HCl, (a) Courbe lineaire et (b) Courbe logarithmique.....	32
Figure III- 2 : Diagramme de nyquist pour l'acier API5L X70 en milieu 0,5 M HCl.....	33
Figure III- 3 : Diagramme de bode pour l'acier API5L X70 en milieu 0,5 M HCl (a) module de bode et (b) Angle de phase de Bode.....	34
Figure III- 4 : Circuit equivalent utilise pour ajuster la boucle capacitive. ....	35
Figure III- 5 : Courbes de Polarisation logarithmique (a) et lineaire (b) de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0.5M, en absence et en présence de gav à différent concentrations ...	37
Figure III- 6 : Diagrammes de sie (Nyquist) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec avec addition de differentes concentrations de GAV .....	39
Figure III- 7 : Diagrammes de sie (Bode) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec avec addition de differentes concentrations de GAV .....	39
Figure III- 8 : Diagrammes de sie (Angle de phase) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec addition de differentes concentrations de GAV .....	40
Figure III- 9 :Aspect macroscopique du produit de corrosion de l'acier X70 avant immersion .....	41
Figure III- 10 : Micrographie par le microscope (grossissement x10) de l'acier X70 avant immersion .....	42
Figure III- 11 : Aspect macroscopique du produit de corrosion de l'acier X70 apres immersion en milieu HCl0.5M ,(a) sans l'inhibiteur GAV , (b) avec l'inhibiteur GAV .....	42
Figure III- 12 : La morphologie de produit de corrosion (144 heures) de l'acier API 5L X70 par le microscope optique (grossissement x 10), (a) apres immersion en milieu HCl0.5M ,(b) milieu 0.5 M HCl avec l'inhibiteur GAV .....	43

## **LISTE DES EQUATIONS**

## CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

ÉQUATION I-1:	$\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^-$ .....	4
ÉQUATION I-2 :	$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$ .....	4
ÉQUATION I-3:	$\text{Fe}_{(s)} + 2\text{H}^+_{(aq)} \rightarrow \text{Fe}^{2+}_{(aq)} + \text{H}_{2(g)}$ .....	4
ÉQUATION I-4	$\Delta G^\circ_{\text{ADS}} = -\Delta H^\circ_{\text{ADS}} - T\Delta S^\circ_{\text{ADS}}$ .....	16
ÉQUATION I-5	$Q_{\text{ADS}} = -\Delta H$ .....	16

## CHAPITRE II : Technique d'étude et conditions expérimentales

ÉQUATION II-1	$I_{\text{cor}} = \frac{ b_z  \times  b_c }{2,3 \times ( b_a  +  b_c ) \times R_p}$ .....	21
ÉQUATION II-2	$Z = Z_{\text{RE}} + Z_{\text{IM}}$ .....	24
ÉQUATION II-3	$\eta_{\text{SIE}} \% = \frac{R_t - R'_t}{R_t} \times 100$ .....	27
ÉQUATION II-4	$\theta = \frac{\eta_{\text{SIE}} \%}{100}$ .....	28
ÉQUATION II-5	$\eta_{\text{pol}} \% = \frac{I_{\text{CORR}} - I_{\text{CORR}}(\text{inh})}{I_{\text{CORR}}} \times 100$ .....	29

## CHAPITRE III : Résultats et discussion

ÉQUATION III- 1	$C_{dc} = q \times (2\pi f_{\text{max}})^{n-1}$ .....	35
-----------------	---	----

# LISTE DES TABLEAUX

## **CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

Tableau I- 1: Propriétés de quelques inhibiteurs écologiques de corrosion en milieu HCl[26]. .....	15
---	----

## **CHAPITRE II : Technique d'étude et conditions expérimentales**

Tableau II- 1: Composition chimique de l'acier API 5L-X70 en % massique. ....	25
---	----

## **CHAPITRE III : Résultats et discussion**

Tableau III- 1: Valeurs des paramètres électrochimiques de l'acier API 5 L X70 en milieu HCl 0,5M.....	33
Tableau III- 2: Paramètres d'impédance électrochimique pour l'acier API 5L X70 en milieu 0,5 M HCl.....	35
Tableau III- 3: Paramètres de Polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M en absence et en présence de différentes concentrations de GAV ..	38
Tableau III- 4: Paramètres d'impédance électrochimique de l'acier de pipeline API 5L X70 en milieu 0.5M HCl avant et après addition de différentes concentrations de l'inhibiteur GAV.....	40

# LISTE DES ABREVIATIONS

<b>GAV</b>	Gel d L'Aloe Vera
<b>API</b>	American Petroleum Institute
<b>(s)</b>	Solide
<b>(aq)</b>	Liquide
<b>(g)</b>	Gaz
<b>H<sub>2</sub>S</b>	Gaz composé d'hydrogène et de soufre
<b>pH</b>	Potentiel hydrogène
<b>E</b>	Le potentiel électrode/solution
<b>i</b>	Densité de courant
<b><math>\Delta G^{\circ}</math>ads</b>	Énergie libre standard d'adsorption
<b><math>\Delta H^{\circ}</math>ads</b>	Enthalpie standard d'adsorption
<b><math>\Delta S^{\circ}</math>ads</b>	Entropie standard d'adsorption
<b><math>\Delta H^*</math></b>	Enthalpie d'activation
<b><math>\Delta S^*</math></b>	Entropie d'activation
<b>Qads</b>	Chaleur d'adsorption
<b><math>\Delta H</math></b>	Enthalpie
<b>I<sub>corr</sub></b>	Vitesse de corrosion
<b>E<sub>corr</sub></b>	Potentiel de corrosion
<b>I<sub>corr</sub>(inh)</b>	Densité du courant de corrosion en présence d'inhibiteur (Gel d L'Aloe Vera)
<b>ba</b>	Coefficient de Tafel anodique
<b>bc</b>	Coefficient de Tafel cathodique
<b>R<sub>p</sub></b>	Résistance de polarisation
<b>R<sub>t</sub></b>	Résistance de transfert de charge
<b>R<sub>s</sub></b>	Résistance de l'électrolyte
<b>Ŕ<sub>t</sub></b>	Résistance de transfert de charge en présence d'inhibiteur (Gel d L'Aloe Vera)
<b><math>\eta</math>SIE</b>	Efficacité inhibitrice ou taux d'inhibition (méthode Spectroscopie d'impédance électrochimique)
<b>SIE</b>	Spectroscopie d'impédance électrochimique

<b>CE</b>	Circuit électrique équivalent
<b>Z</b>	Impédance
<b>Z<sub>Re</sub></b>	Partie réelle de l'impédance
<b>Z<sub>Im</sub></b>	Partie imaginaire de l'impédance
<b>C<sub>dc</sub></b>	Capacité de double couche
<b><math>\theta</math></b>	Recouvrement de la surface
<b><math>\eta_{POL}</math></b>	Efficacité inhibitrice ou taux d'inhibition (méthode courbe de polarisation)

# *Introduction générale*



## Introduction générale

L'acier au carbone est le matériau le plus couramment utilisé dans les industries du gaz et du pétrole, et peut être soumis à différents environnements acides. L'acide chlorhydrique est utilisé dans nombreux environnements de service tels que le décapage, le nettoyage des chaudières, le détartrage et l'acidification de puits de pétrole. Afin de réduire la dissolution indésirable de l'acier au carbone par ces procédés, les inhibiteurs de corrosion sont largement utilisés comme solution très efficace et économique. La nouvelle génération de réglementations environnementales exige le remplacement des inhibiteurs toxiques par des inhibiteurs non toxiques. Dans cette perspective, plusieurs inhibiteurs de corrosion respectueux de l'environnement ont maintenant été développés. La classe d'inhibiteurs favorables à l'environnement la plus courante pour différents systèmes métal-environnement est constituée de produits naturels.

Les travaux présentés dans cette étude portent sur l'étude de l'efficacité inhibitrice d'un inhibiteur naturel, Gel d'ALOE VERA(GAV) contre la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique par les analyses de surface et les méthodes électrochimiques. La structure de cette étude traduit cette démarche.

**Le chapitre I : La première partie** est consacrée à la synthèse bibliographique sur le mécanisme de corrosion des aciers au carbone par les acides et les facteurs influençant.

**Le chapitre I : La deuxième partie** est consacrée à la synthèse bibliographique sur les propriétés inhibitrices des inhibiteurs organiques, facteurs influençant et mode d'inhibition.

**Le chapitre II** : expose succinctement l'ensemble des techniques expérimentales employées dans le cadre de cette étude ainsi que les conditions expérimentales adoptées.

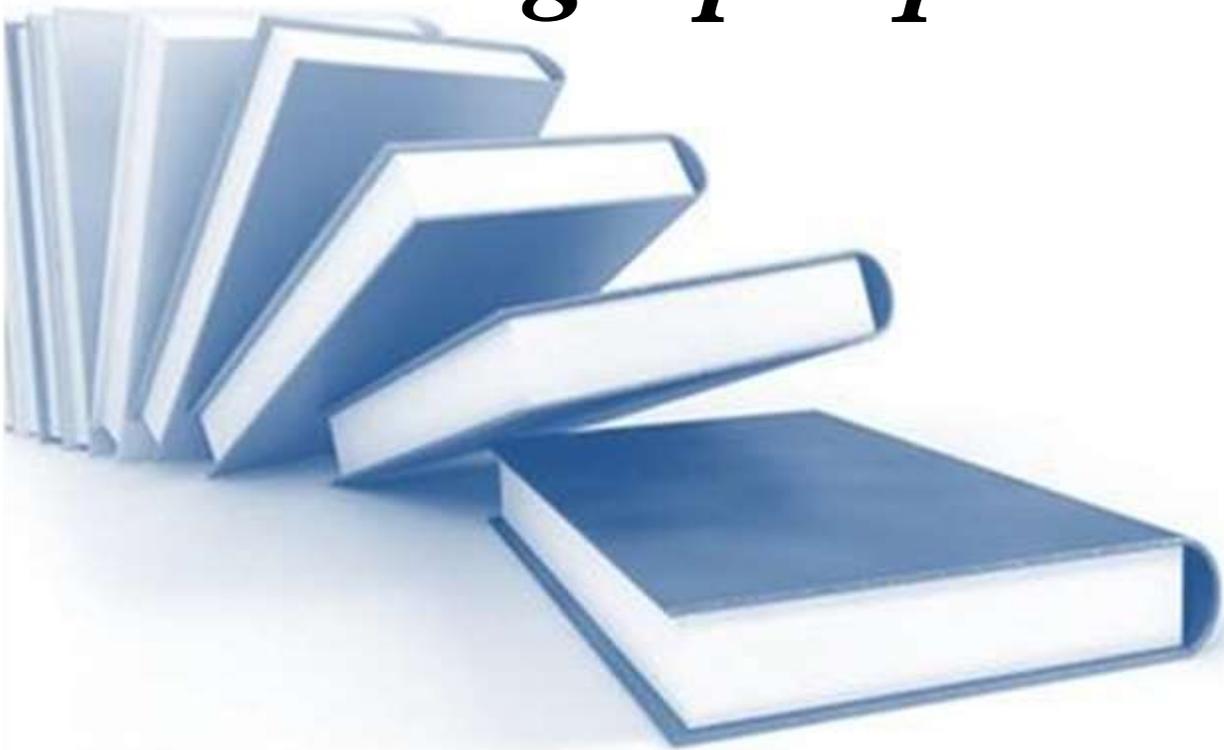
**Le chapitre III** : présente tous les résultats obtenus avec leurs interprétations.

Il contient deux parties :

**La première 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, la résistance de transfert de charge et la capacité de la double couche ont été déterminés.

**La deuxième partie** est basée sur l'étude de l'efficacité inhibitrice de Gel d'Aloe Vera (GAV) contre la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide 0,5M HCl, où nous avons utilisé différentes techniques électrochimiques : la méthode de polarisation potentiodynamique et la méthode de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

# *Chapitre I : Synthèse bibliographique*



## I.1 Introduction :

Les dégâts causés par la corrosion entraînent dans le monde des pertes qui se chiffrent chaque année à des milliards de Dollars. On pourrait diminuer ces pertes de 25 à 40 % si l'on mettait à profit les possibilités actuelles de la technique. L'énumération ci-après donne un aperçu impressionnant des dépenses résultant des dégâts provoqués par la corrosion dans différents pays : U.S.A: 5,5 Milliards \$, G.B 1,3 Milliards £; R.F A : 1,9 Milliards D.M [1].

Les conditions économiques actuelles dictent que les exploitants de champs pétrolifères maximisent productivité ou injectivité puits/réservoir. Atteindre l'objectif de long terme et à faible coût sources d'hydrocarbures nécessiteront des avancées technologiques importantes dans le domaine de bien stimulé.

Les premiers traitements à l'acide des puits de pétrole ont été réalisés par Herman Frasch, un chimiste à la raffinerie solaire de Lima de Standard Oil Co, et son ami proche John Van Dyke, directeur de la raffinerie solaire en 1895. Ils ont proposé l'utilisation de chlorhydrique l'acide réagit avec le calcaire pour produire du dioxyde de carbone (gaz) et du chlorure de calcium retirer de la formation au fur et à mesure que les fluides du puits sont produits. La prochaine utilisation importante de l'acide dans les puits de pétrole n'a eu lieu qu'en 1928. Un inhibiteur a été utilisé avec l'acide semblable à celui utilisé dans les aciéries pour protéger le fer de la corrosion [2].

La résistance à la corrosion d'un matériau n'est pas une propriété intrinsèque. Elle dépend à la fois des caractéristiques du matériau et de celles du milieu. En plus de ces facteurs, les conditions d'emploi et la durée d'exploitation ont un rôle prépondérant sur les phénomènes de corrosion. Les phénomènes de la corrosion dépendent d'un grand nombre de facteurs et ils peuvent être classés en quatre groupes principaux :

- Facteurs du milieu corrosif
- Facteurs métallurgiques
- Facteurs définissant les conditions d'emploi
- Facteurs dépendant du temps [3].

## I.2 Corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu acide :

Les installations de l'industrie pétrolière et gazière où l'acier au carbone est la forme la plus communément du fer utilisée, il est exposé à des milieux acides où ce sont largement utilisés dans ces équipements.

Ces environnements sont naturellement corrosifs et constituent des agents oxydant pour les métaux et alliages.

Le pipeline X70 définie par API (American Petroleum Institute) pour les qualités utilisé aux transmissions pétrolières et gazières de nuances API 5L X70 ; grade supérieur de longue distance de l'acier au carbone manganèse (Mn), et outre il est sensible à la corrosion.



Figure I- 1 : Pipeline de pétrole brut [4].

### I.2.1 Réactions de corrosion en milieu acide :

En générale, Toute réaction d'oxydo-réductions compose de deux réactions la réaction partielle d'oxydation ou réaction partielle anodique, et la réaction partielle de réduction ou réaction cathodique.

➤ **Réaction Anodique d'oxydation du Fe**



➤ **Réaction Cathodique**



➤ **Réaction électrochimique globale**



Les réactions partielles anodiques et cathodiques font apparaitre explicitement les électrons échangés au cours de la réaction d'oxydo-réduction contrairement la réaction globale. On appelle réaction électrochimique une transformation chimique qui implique un transfert de charges à l'interface entre un conducteur électronique, appelé électrode, et un conducteur ionique, appelé électrolyte. Une réaction électrochimique englobe une ou plusieurs réactions d'électrode. Par exemple, la réaction (Equ.1-3) est réaction électrochimique: chaque atome de fer qui passe en solution implique l'échange de deux électrons entre le métal et les protons. Elle contient deux réactions d'électrode l'oxydation du fer et la réduction du proton. D'après la définition donnée, toutes les réactions de corrosion qui provoquent une oxydation du métal sont des réactions électrochimiques [5].



Figure I- 2 : (a) une pipe en acier au carbone attaquée par un acide minéral fort, (b) Phénomène de précipitation « scale » d'un tubage de puits [6].

### I.3 Diagramme potentiel-pH du fer

Les diagrammes de Pour Baix, aussi appelés diagrammes potentiel-[pH], indiquent sur un plan E-pH les domaines d'existence ou de prédominance d'un élément. Ils sont construits à partir de données thermodynamiques. Figure I.3 donne l'exemple d'un diagramme simplifiée pour Baix du fer Selon le diagramme de la Figure I.3.

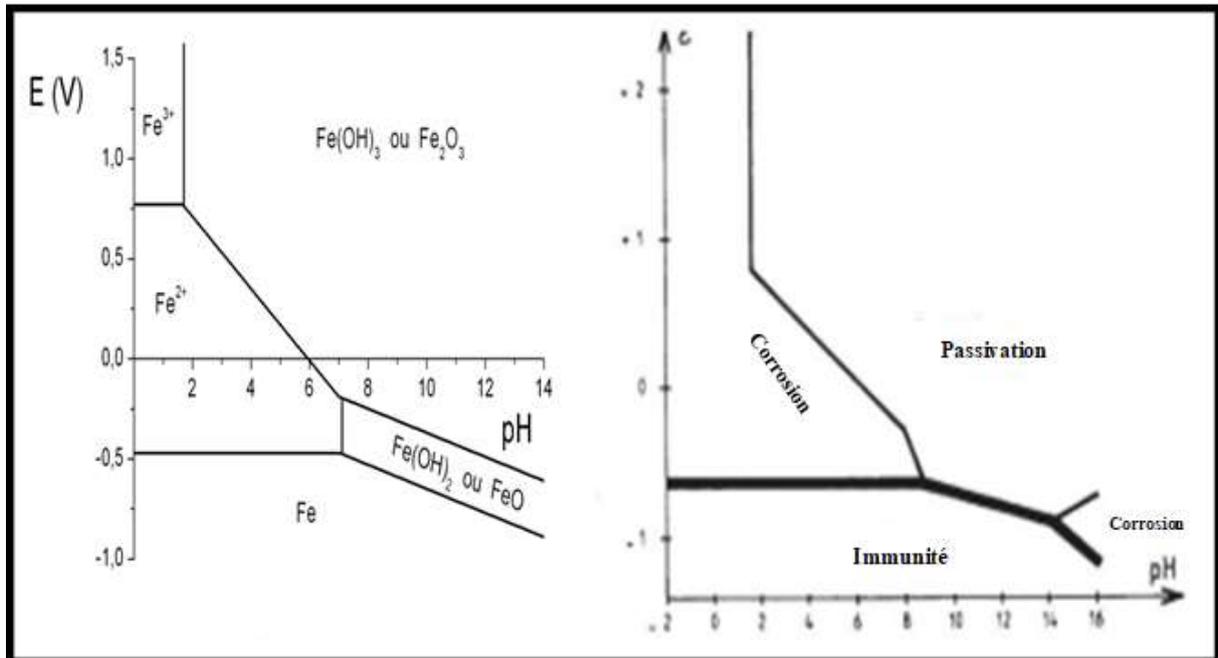


Figure I- 3 : diagramme potentiel=f(Ph) du fer (activité des espèces ioniques en solution 10<sup>-6</sup> mol/L) et représentation simplifiée des domaines d'immunité, passivité et corrosion en milieu aqueux [7].

Le fer peut se trouver dans trois états thermodynamiques suivant son potentiel et le pH de la solution dans laquelle il est immergé:

- **Passivation :**

Zone de **protection** du métal par la formation d'**oxydes** (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ou d'**hydroxydes** à sa surface (FeO(OH) . Fe(OH)<sub>3</sub> ) .

- **Corrosion :**

Zone d'**attaque** du métal avec formation d'**ions** (Fe<sup>3+</sup>, Fe<sup>2+</sup>). On distingue la corrosion en milieu acide ou en milieu basique.

- **Immunité :**

Zone de **stabilité thermodynamique** fer (Fe).

## **I.4 Utilisation des acides dans l'industrie pétrolière :**

Bien que leur utilisation puisse être théoriquement envisagée dans la plupart des cas de corrosion (avec, comme principales limitations, un volume trop important du milieu corrosif ou l'impossibilité éventuelle d'y incorporer des additifs), les inhibiteurs ont plusieurs domaines traditionnels d'application :

Le traitement des eaux (sanitaires, de procédés industriels, de chaudières...).  
L'industrie du pétrole : forage, extraction, raffinage, stockage et transport.  
A tous les stades de cette industrie, l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion est primordiale pour la sauvegarde des installations.

La protection temporaire des métaux, que ce soit pendant le décapage acide, le nettoyage des installations ou le stockage à l'atmosphère (inhibiteurs volatils, incorporation aux huiles et graisses de protection temporaire) ou pour le traitement des huiles de coupe.

L'industrie des peintures sur métaux où les inhibiteurs sont des additifs assurant la protection anticorrosion des métaux [8].

### **I.4.1 Procédure de l'acidification du puits de pétrole :**

Motivée par l'amélioration de la productivité des puits pétrolière l'injection des acides (Les acides forts HCl, les acides faibles, les acides gélifiés, en mousse...etc.) avec une pression inférieure à la pression de génération d'une fracture dans les puits permet en générale de stimuler et multipliant la productivité, cette opération classique et courante appeler l'acidification (Brevet de Pure Oil et Dow couvrant l'injection de HCl avec un inhibiteur qui permettait de stimuler un puits en évitant sa corrosion) son principe a évolué, l'une des objectifs d'éliminer les endommagements aux abords des puits qui réduisent le passage des fluides à produire, où les acides jouent des rôles suivant :

**i.** Dissoudre certaines particules obturant les pores des réservoirs.

**ii.** Permettre lorsque telles particules sont insolubles, leur libération par une attaque de la matrice qu'elles obturent, entraîner une modification de l'état physico chimique de ces particules (cas gonflement des argiles).

**iii.** Le dé colmatage des abords.

Le choix de l'acide de processus pour une situation donnée dépend des caractéristiques de l'équipement souterrain et de l'intention spécifique du traitement [9].

## I.4.2 Différentes types de corrosion pour l'acier API 5L X70 :

On a coutume d'effectuer une classification des principales manifestations visibles de la corrosion, dont certaines sont plus ou moins reliées entre elles. On décrit ci-dessous les grands traits des principales formes de corrosion dont certaines sont, par ailleurs, illustrées par la figure I.4 [10].

\*La corrosion uniforme ou généralisée.

\*La corrosion par piqûres.

\*La corrosion inter granulaire :

Elle se traduit par une décohésion des grains de la structure métallique, ce qui conduit à une perte de la résistance mécanique du métal. C'est le cas des aciers inoxydables après sensibilisation par précipitation du carbure de chrome aux joints de grains.

\*La corrosion sélective :

Un des éléments constitutifs de l'alliage est préférentiellement attaqué ce qui conduit à une perte totale de résistance mécanique sans perte apparente de matière.

\*La corrosion sous tension :

Elle est provoquée par l'effet combiné de tensions mécaniques statiques à l'intérieur du métal et d'une attaque du milieu. C'est le cas de la fragilisation hydrogène de certains aciers en présence de  $H_2S$  , ou celui de la fissuration des aciers inoxydables austénitiques par l'ion chlorure[11].

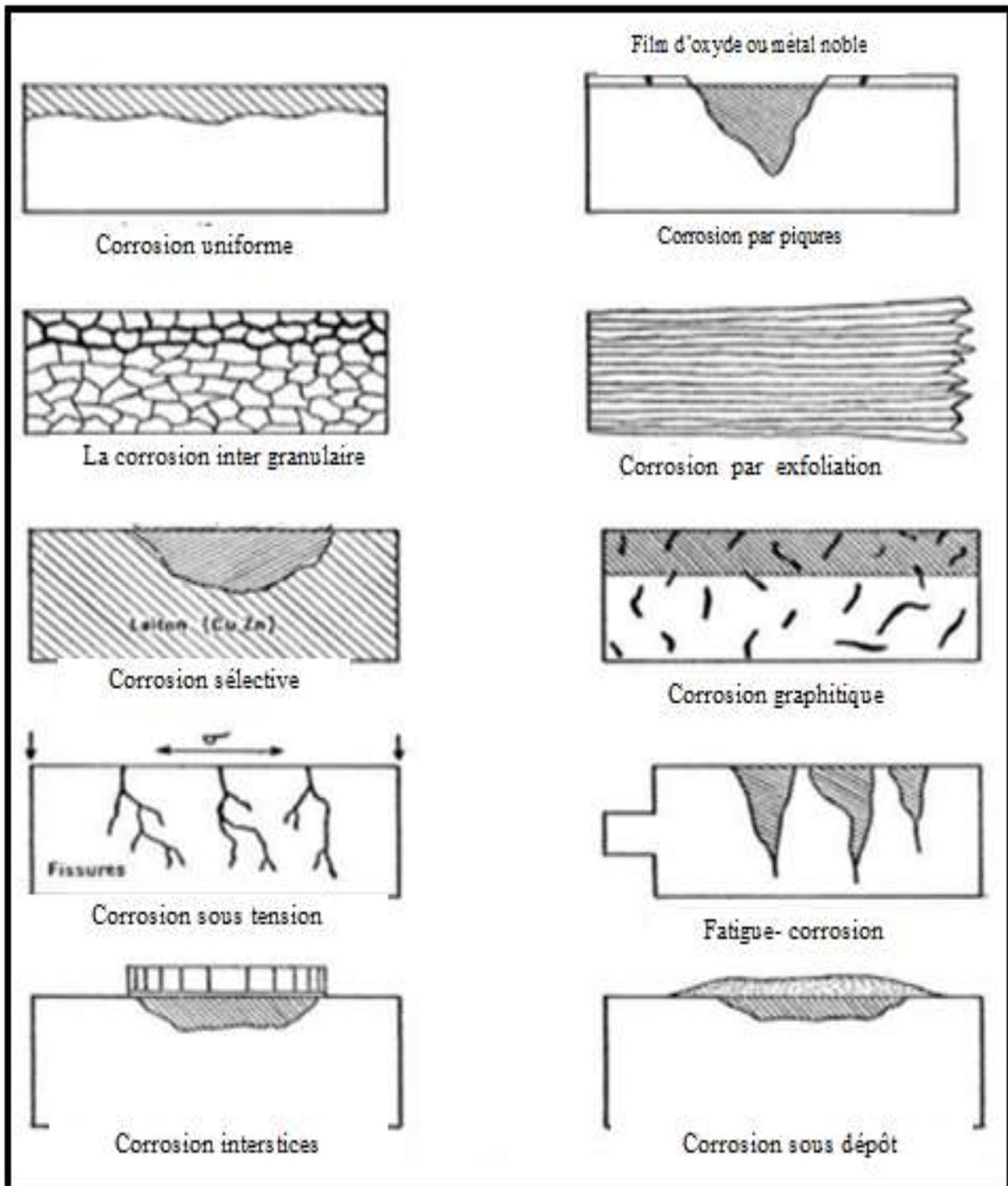


Figure I- 4 : Les principaux types de corrosion [10].

### I.4.2.1 Corrosion uniforme :

C'est le phénomène de corrosion le plus simple et le mieux connu. Il survient dans le cas d'un environnement homogène (absence de gradient de température, de pression ou de concentration le long de l'interface) et lorsque le métal lui-même présente vis à vis de cet environnement un comportement suffisamment homogène. Cette homogénéité de comportement peut être le fait soit d'une homogénéité intrinsèque du matériau due à l'absence d'inclusions ou de défauts structuraux, soit à la non sélectivité de l'environnement vis à vis de ces défauts [12].



Figure I- 5 : Image de corrosion uniforme [13].

### **I.4.2.2 Corrosion par piqûre :**

C'est une forme de corrosion localisée produite par certains anions, notamment les halogènes et plus particulièrement les chlorures, sur les métaux protégés par un film d'oxyde mince. Elle induit typiquement des cavités de quelques dizaines de micromètres de diamètre [14].



Figure I- 6 : Corrosion par Piqûres [15].

### **I.5 Moyens de protection contre la corrosion :**

La corrosion étant le résultat de l'action entre deux partenaires, le métal ou l'alliage d'une part, et la solution (réactif), d'autre part. Il sera impossible de lutter contre ce phénomène, en agissant sur l'un ou l'autre des deux partenaires. En ce qui concerne la solution, il est, la plus part du temps, impossible de modifier sa nature. Seule l'addition de faibles quantités d'un corps appelé inhibiteur de corrosion pourra être faite. Généralement, il est plus facile d'agir sur la nature du métal, par exemple, en utilisant un métal noble ou un alliage inerte chimiquement ou passif dans le milieu considéré.

Donc la protection contre la corrosion a pour but de garantir une certaine durée de vie à un matériau pour un coût minimal. Les méthodes essentielles de protection de prévention contre la corrosion sont les suivantes :

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

Chacune de ces techniques à ses propres avantages et conditions d'utilisation [16].

### I.5.1 La protection cathodique :

La Protection Cathodique d'un ouvrage métallique en contact avec un électrolyte consiste à placer cet ouvrage à un potentiel électrique négatif tel que la corrosion devienne thermodynamiquement impossible. Comme valeur de potentiel, au-dessous duquel l'acier ne peut se corroder dans un milieu ayant un pH compris entre 4 et 9, on admet le critère de -850mV, mesuré par rapport à l'électrode impolarisable au sulfate de cuivre en solution saturée.

Le principe de la Protection Cathodique trouve son application dans la pile élémentaire ou l'une des électrodes (anode) est toujours corrodée alors que l'autre ne l'est pas [17].

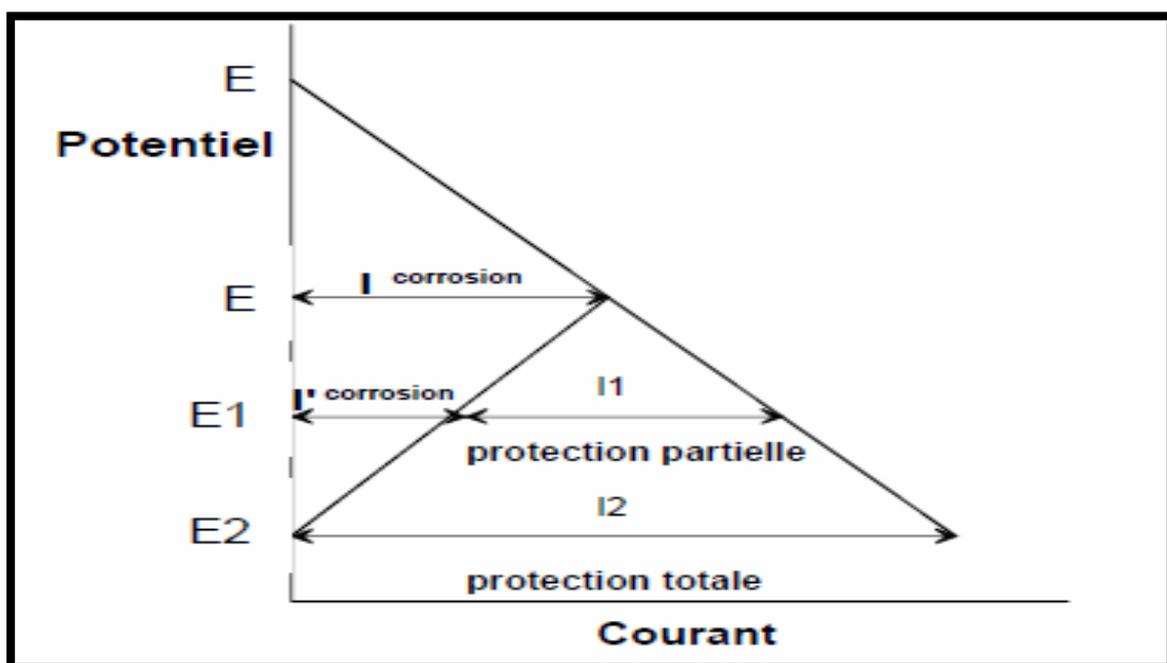


Figure I- 7 : Densité de courant et potentiel de la protection cathodique [18].

## **I.5.2 Protection par les inhibiteurs de corrosion :**

Les inhibiteurs de corrosion constituent un moyen de lutte original contre la corrosion des métaux. L'originalité vient du fait que le traitement anticorrosion ne se fait pas sur le métal lui-même mais par l'intermédiaire du milieu corrosif. Selon la norme ISO 8044, un inhibiteur est une "substance chimique ajoutée au système de corrosion à une concentration choisie pour son efficacité ; celle-ci entraîne une diminution de la vitesse de corrosion du métal sans modifier de manière significative la concentration d'aucun agent corrosif contenu dans le milieu agressif [19].

Les inhibiteurs sont utilisés depuis les années 1940, ce sont des composés chimique dont le principe est également orienté vers une diminution de l'activité du réactif lui-même, qui ajoutés à l'entrée de la canalisation à faible concentration au milieu corrosif, ralentissent ou arrêtent le processus de corrosion et lui permettent d'être protégé sur toute sa longueur à une distance allant jusqu'à plusieurs 100 km [09].

D'une manière générale un inhibiteur doit être :

- Peu onéreux.
- Stable aux températures d'utilisations.
- Efficace à faible concentration.
- Compatible avec la santé et l'environnement, non-toxicité.
- Abaisser la vitesse de corrosion d'un métal, sans en affecter les caractéristiques physico-chimiques, en particulier la résistance mécanique.
- Stable en présence des autres constituants du milieu, en particulier vis-à-vis des oxydants.

## **I.6 Classes d'inhibiteurs :**

Généralement, ils sont classés en fonction de leur domaine d'application, de la formulation des produits (inhibiteur organique, inhibiteur inorganique), de la réaction électrochimique inhibée (inhibiteur cathodique, inhibiteur anodique ou mixte), ou du mécanisme réactionnel mis en jeu (adsorption et/ou formation d'un film), Néanmoins, cette classification n'est pas tout à fait adéquate car un même inhibiteur peut présenter à la fois des caractéristiques propres à chaque groupe de classement[20].

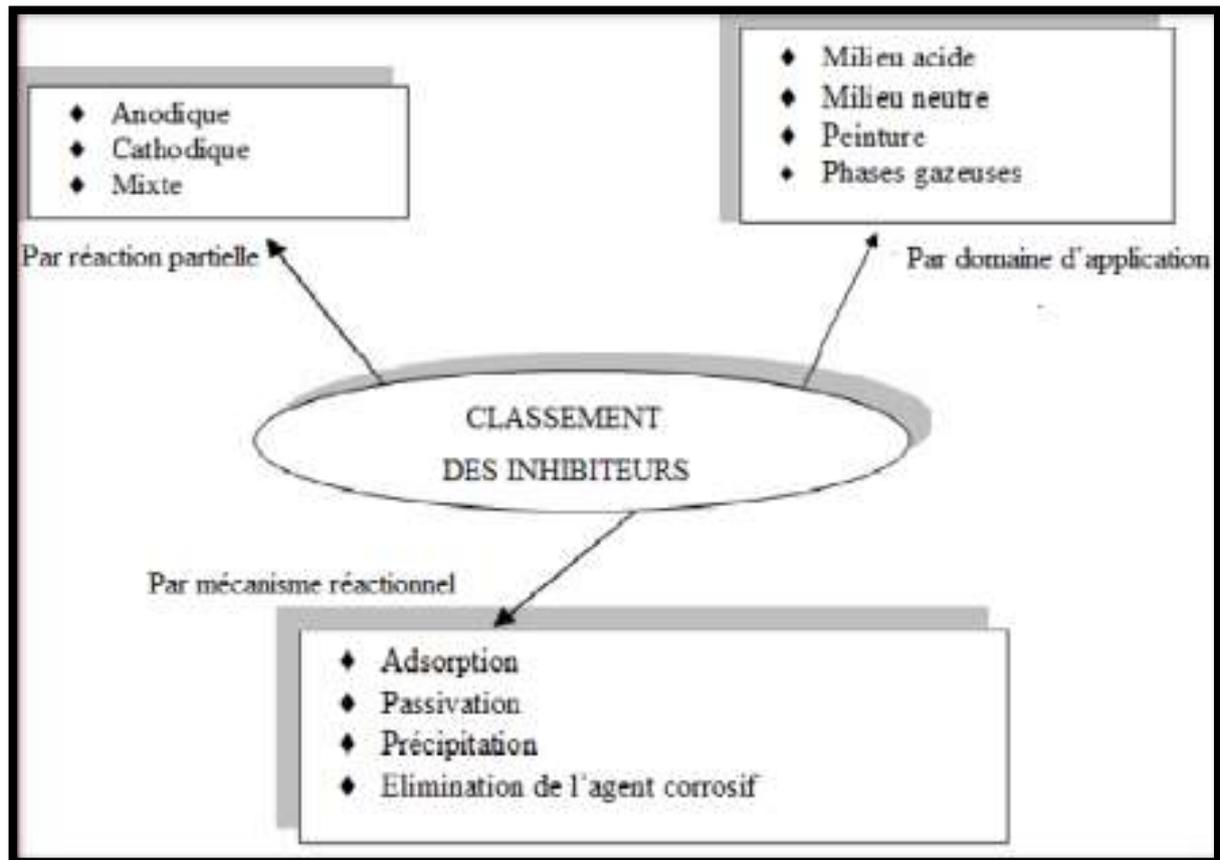


Figure I- 8 : Classement des inhibiteurs de corrosion [21].

## I.7 Types des inhibiteurs de corrosion :

### I.7.1 Par leur nature chimique :

#### I.7.1.1 Les inhibiteurs organiques :

Les molécules organiques sont promises à un développement plus que certain en termes d'inhibiteur de corrosion : leur utilisation est actuellement préférée à celle d'inhibiteurs inorganiques pour des raisons d'écotoxicité essentiellement. Les inhibiteurs organiques sont généralement constitués de sous-produits de l'industrie pétrolière [22].

Ils possèdent au moins un centre actif susceptible d'échanger des électrons avec le métal, tel l'azote, l'oxygène, le phosphore ou le soufre. Les groupes fonctionnels usuels, permettant leur fixation sur le métal, sont :

- \* Le radical aminé (-NH<sub>2</sub>).
- \*Le radical mercapto (-SH).
- \*Le radical hydroxyle (-OH).
- \*Le radical carboxyle (-COOH) [23].

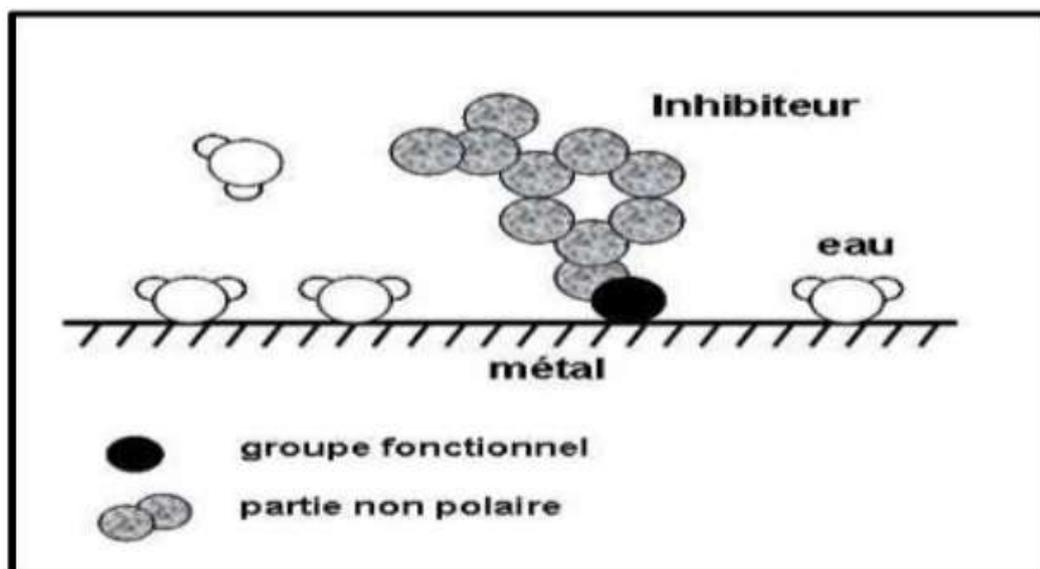


Figure I- 9 : Schéma d'adsorption d'un inhibiteur organique sur une surface Métallique : molécules amphiphiles : parties hydrophile et hydrophobe [24].

### I.7.1.2 Les inhibiteurs minéraux :

Les molécules minérales sont utilisées le plus souvent en milieu proche de la neutralité, voire en milieu alcalin, et plus rarement en milieu acide. Les produits se dissocient en solution, et ce sont leurs produits de dissociation qui assurent les phénomènes d'inhibition (anions ou cations). Les principaux anions inhibiteurs sont les oxo-anions de type  $XO_4^{n-}$  tels les chromates, molybdates, phosphates, silicates,... Les cations sont essentiellement  $Ca^{2+}$  et  $Zn^{2+}$  et ceux qui forment des sels insolubles avec certains anions tels que l'hydroxyle  $OH^-$ . Le nombre de molécules en usage à l'heure actuelle va en se restreignant, car la plupart des produits efficaces présentent un côté néfaste pour l'environnement [25].

### I.7.1.3 Les inhibiteurs de corrosion écologiques :

Les inhibiteurs de corrosion écologiques sont utilisés sous forme d'extraits bruts ou sous forme d'huiles essentielles solubles dans les milieux corrosifs. La plupart du temps, ces inhibiteurs de corrosion naturels ont été étudiés en milieux aqueux à différents pH sur tout acide et/ou avec des chlorures. L'avantage de ces composés naturels est qu'ils sont faciles à utiliser, peu chers et non toxiques pour le manipulateur et l'environnement [17].

Tableau I-1 présenté de quelques inhibiteurs écologiques de corrosion en milieu HCl.

Tableau I- 1: Propriétés de quelques inhibiteurs écologiques de corrosion en milieu HCl [26].

Inhibiteur	Type cathodique, anodique ou mixte	Taux d'inhibition (%)	Milieu (HCl)	Mécanisme d'adsorption
<i>Extrait de Justicia.gendarussa</i>	Mixte	93	HCl (1M)	Physisorption
<i>Extrait de Henna</i>	Mixte	92	HCl (1M)	Chimisorption
<i>Extrait aqueux de feuilles d'olivier</i>	Mixte	88	HCl (2M)	Physisorption
<i>Extrait de grignons d'olive</i>	Mixte	75 - 96	HCl (1M)	Physisorption
<i>Peaux de bananes</i>	Anodique	92	HCl (1M)	Physisorption

## I.7.2 Par la nature de l'action protectrice :

### I.7.2.1 Les inhibiteurs anodiques :

Ces inhibiteurs diminuent la densité du courant partiel anodique et déplacent le potentiel de corrosion dans le sens positif (Figure I-10). 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 [27].

### I.7.2.2 Les 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-10). 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 [27].

### I.7.2.3 Les inhibiteurs mixtes :

Ces inhibiteurs diminuent la vitesse des deux réactions partielles, mais modifient peu le potentiel de corrosion (Figure I-10). Ainsi, le carbonate de calcium forme du carbonate de fer sur les anodes et de l'hydroxyde de calcium sur les cathodes [27].

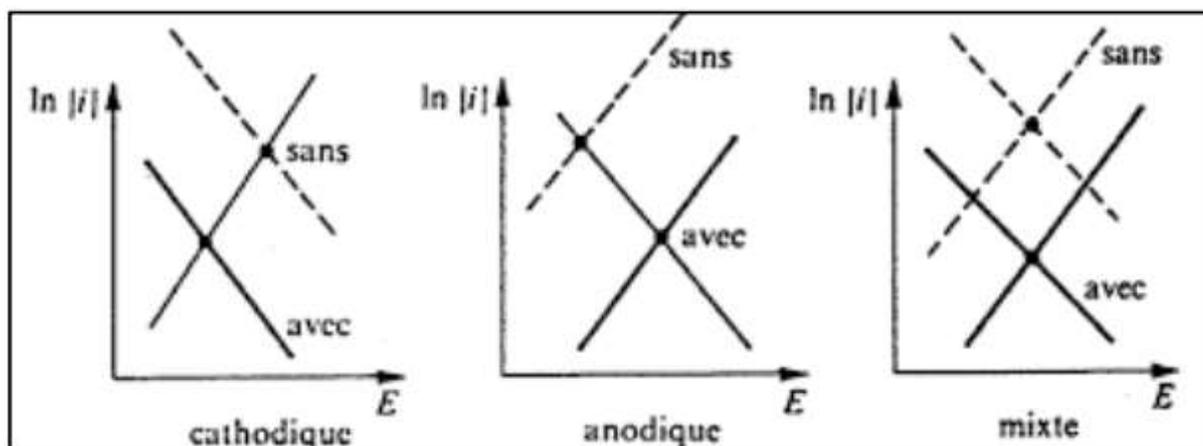


Figure I- 10 : Diagramme d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion dû à la présence d'un inhibiteur anodique, cathodique ou mixte [28].

### I.8 Adsorption des inhibiteurs organique :

Équation de (Equ I-4) donne une relation entre l'enthalpie libre standard d'adsorption  $\Delta G^{\circ}_{ads}$ , l'enthalpie standard d'adsorption  $\Delta H^{\circ}_{ads}$  et l'entropie standard d'adsorption  $\Delta S^{\circ}_{ads}$ .

$$\text{Équation I-4} \quad \Delta G^{\circ}_{ads} = \Delta H^{\circ}_{ads} - T\Delta S^{\circ}_{ads}$$

Pour que l'adsorption soit effective, il faut que  $\Delta G^{\circ}_{ads}$  soit négative.  $\Delta S^{\circ}_{ads}$  étant toujours négative (les atomes perdent des degrés de liberté durant le processus d'adsorption), il s'en suit que  $\Delta H^{\circ}_{ads}$  est négative et donc que l'adsorption est un phénomène exothermique. La chaleur d'adsorption  $Q_{ads}$  est définie comme étant l'opposée de la variation d'enthalpie soit :

$$\text{Équation I-5} \quad Q_{ads} = -\Delta H$$

La valeur de  $Q_{ads}$  va nous permettre de distinguer deux phénomènes d'adsorption, l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

\*L'adsorption physique (physisorption) des inhibiteurs organiques Ce phénomène réversible est dû aux forces faibles, du type Van der Waals ou électrostatique, entre les espèces adsorbées et la surface [29].

\*L'adsorption chimique (chimisorption) des inhibiteurs organiques Le processus d'adsorption chimique met en jeu un transfert ou un partage d'électrons entre les molécules d'inhibiteur et les orbitales « d » vacantes de la surface du métal. Ceci permet de former des liaisons de coordination ou des liaisons covalentes. La chimisorption est un phénomène irréversible et spécifique pour chaque métal. C'est un processus lent, dépendant de la température et caractérisé par une grande énergie d'activation.

La liaison covalente s'effectue par l'intermédiaire d'un centre actif de la molécule inhibitrice. Par son doublet électronique libre, ce centre actif de la molécule se comporte comme un donneur d'électrons vis-à-vis d'un atome métallique de la surface. Le paramètre important est alors la densité électronique autour du centre qui peut contribuer à renforcer l'effet donneur d'électrons de ce centre actif, et donc renforcer la liaison de covalence entre atome donneur et atome métallique. Les principaux centres actifs sont les atomes N, S, P, O. La liaison "p" est générée en présence de composés organiques insaturés, à double ou triple liaison, porteurs d'électrons capables de créer des liaisons avec des atomes métalliques. Une fois réalisée, elle ne sera pas différente de la liaison covalente [30].

### **I.9 L'Aloe Vera :**

L'Aloe Vera. ou Aloe barbadensis Miller est une plante succulente ressemblant à un cactus qui appartient à la famille des Liliacées et pousse généralement dans les climats tropicaux,<sup>5</sup> a une tige courte et une hauteur moyenne allant de 50 cm à 70 cm quand il atteint sa maturité dans quatre ou cinq ans.<sup>6-8</sup> Ses feuilles succulentes disposés en rosace, ils sont composés de trois couches (Figure I-11), l'externe, composé de l'écorce ou de l'exo carpe qui représente 20 à 30% du poids de la plante entière et est verte ou vert bleuâtre ; le parenchyme central appelé, également connu sous le nom de filet, de pulpe ou de gel, qui est transparent et a une matrice gélatineuse et fibreuse et représente 65 à 80 % du poids total de la plante ; et entre l'exo carpe et le parenchyme, occupant toute la surface interne de la feuille, sont les conduits d'aloïne qui sont un groupe de canaux orienté longitudinalement à travers lequel l'acibar aussi appelé latex[31].

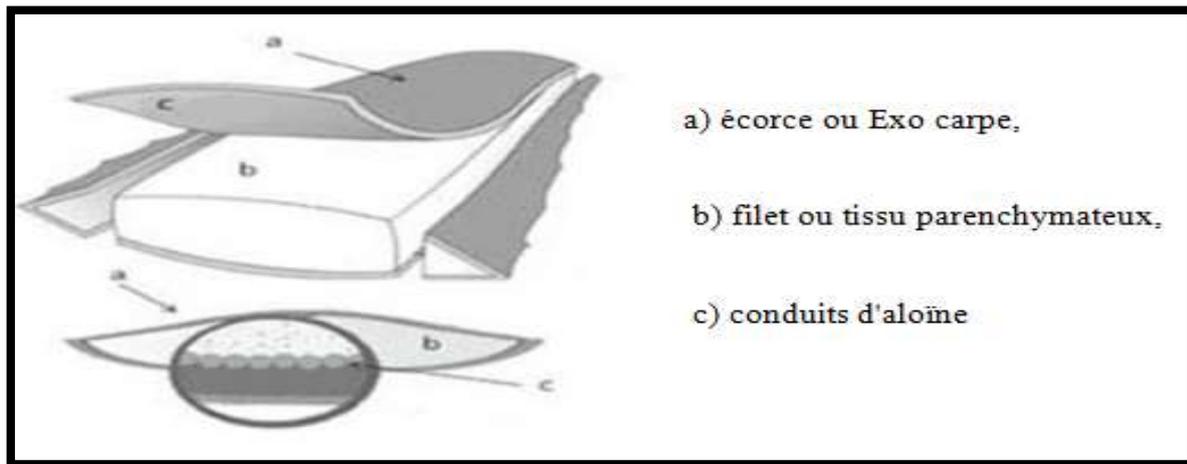


Figure I- 11 : la feuille d L'Aloe Vera[31].

### I.9.1 Formulations inhibitrices :

Les formulations testées sont constituées de composés extraits de la plante Aloe Vera. L'Aloe Vera est une plante qui est utilisée pour des applications variées en raison des nombreuses variétés de produits que l'on peut extraire. L'Aloe Vera fait partie des organismes extrêmophiles qui permettent de résister aux conditions sévères de température et de pH. La structure de la feuille est constituée principalement d'une substance transparente gélatineuse (gel) recouverte d'une mince couche de liquide jaune (Acibar). Le tout est protégé pour une écorce externe verte [13]. La composition de l'Aloe Vera est schématisée sur la (Figure I-12).

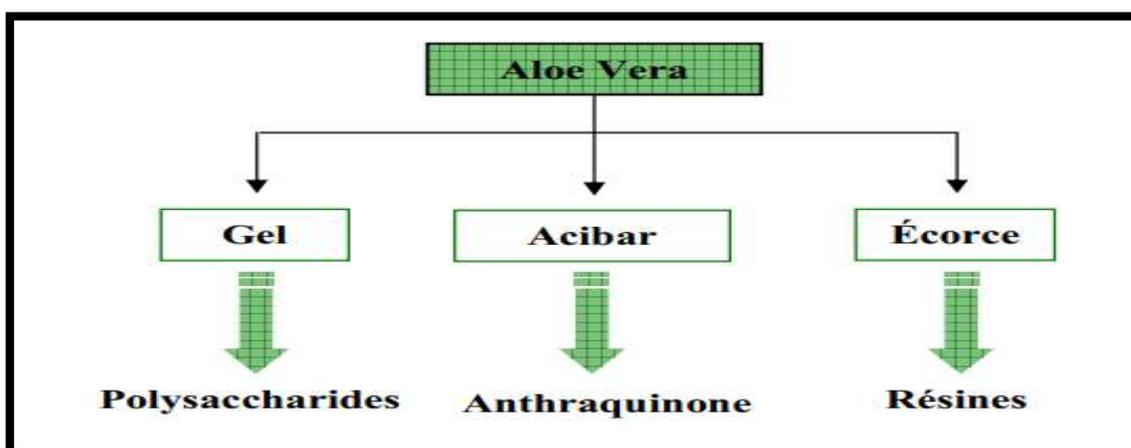
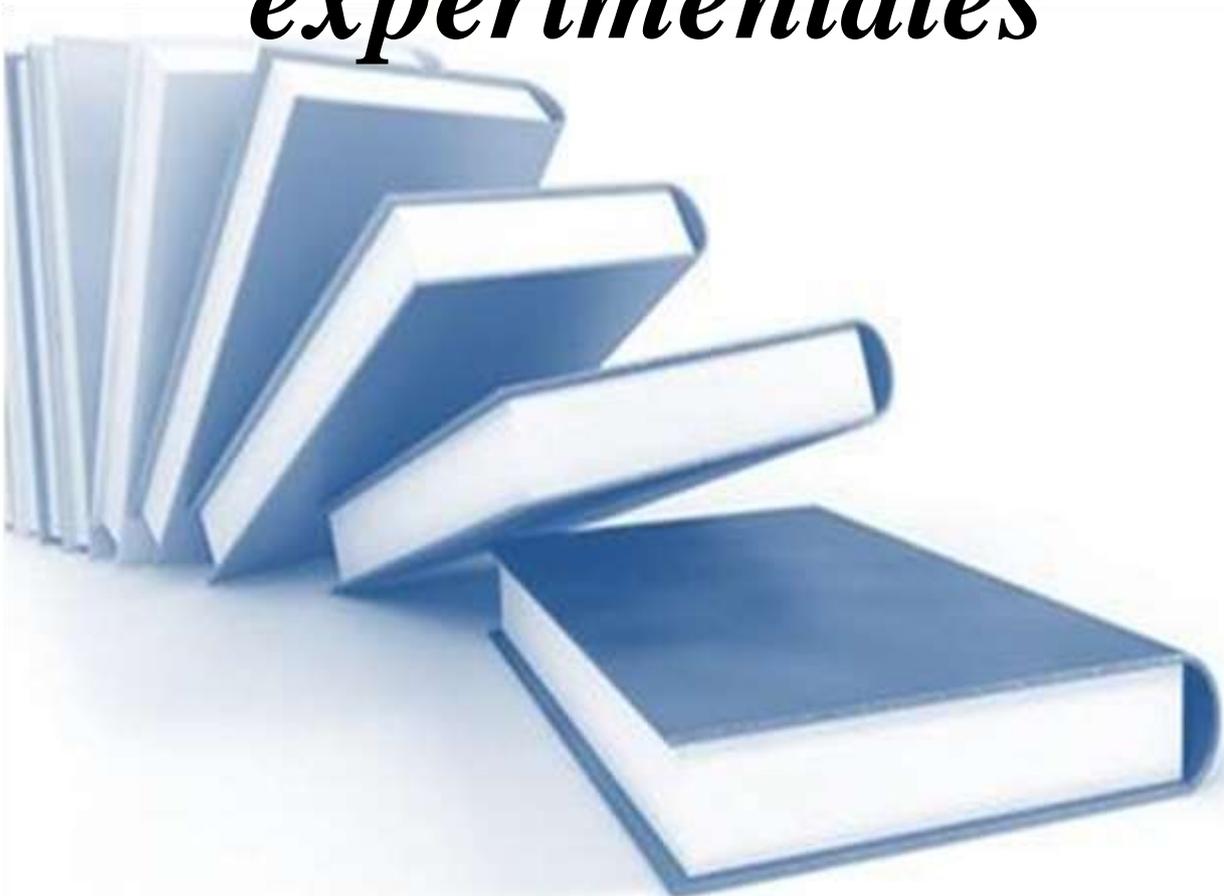


Figure I- 12 : Composition principale de l'Aloe Vera [24].

Les parties les plus utilisés industriellement sont : le Gel d'Aloe Vera. Le gel représente la plus grande partie de la feuille après l'enlèvement de l'écorce. Il est utilisé dans de nombreux domaines, comme par exemple dans l'industrie cosmétique et alimentaire [33].



***Chapitre II :***  
***Technique d'étude et***  
***conditions***  
***expérimentales***



## Introduction

Ce chapitre donne une brève présentation des techniques d'étude et conditions expérimentales employées dans le contexte de cette étude, des renseignements indispensables à la compréhension de la démarche expérimentale est présenté, afin de mieux évaluer le Gel d'ALOE VERA comme inhibiteur de corrosion pour l'acier au carbone API 5L X70.

### II.1 Techniques d'étude :

Pour étudier le comportement de l'inhibiteur l'ALOE VERA en milieu HCl, deux types de méthode ont été retenus:

→ Les méthodes électrochimiques permettent tout d'abord de tester le système l'ALOE VERA comme inhibiteur de corrosion et de déterminer les concentrations efficaces pour une bonne protection contre la corrosion, puis elles sont utilisées pour déterminer les mécanismes d'action de ce système.

→ Les analyses de surface sont utilisées pour vérifier l'efficacité inhibitrice et déterminer les compositions des films protecteurs.

#### II.1.1 Méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques utilisées permettant l'étude du phénomène de corrosion peuvent être divisées en deux catégories :

- Méthodes électrochimiques stationnaires (Exemple : les courbes de polarisation).
- Méthodes électrochimiques transitoires. (Exemple : spectroscopie d'impédance électrochimique).

##### II.1.1.1 Courbes de polarisation potentiodynamique :

Les courbes de polarisation de l'interface métal-solution sont une caractéristique fondamentale de la cinétique électrochimique, mais ne rend compte que de l'étape la plus lente du processus global (transport de matière, adsorption des espèces sur l'électrode...) à l'interface électrochimique. Pour déterminer les courbes de polarisation, on applique, différents potentiels entre l'électrode de travail et une électrode de référence, par le biais d'un protocole de balayage imposant l'incrément. On mesure le courant stationnaire qui s'établit après un certain temps dans le circuit électrique entre l'électrode de travail et la contre-électrode.

Cette méthode permet de déterminer d'une façon précise les paramètres électrochimiques d'un métal au contact d'un électrolyte à savoir: le courant de corrosion ( $I_{\text{corr}}$ ), le potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ), les pentes de Tafel, la résistance de polarisation ( $R_p$ ). Elle donne des mesures rapides et sa mise en œuvre est relativement simple. La détermination de la vitesse de corrosion à partir des courbes de polarisation est étroitement liée à la cinétique régissant le processus électrochimique [35.36].

On distingue trois principaux types de cinétique:

- Cinétique de transfert de charge (activation),
- Cinétique mixte de transfert de charge - diffusion,
- Cinétique de diffusion.

Pour déterminer expérimentalement les paramètres électrochimiques à savoir la vitesse de corrosion ( $I_{\text{corr}}$ ), le potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ), le coefficient de droite de Tafel anodique ( $b_a$ ) et le coefficient de droite de Tafel cathodique ( $b_c$ ), 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 II. 1)

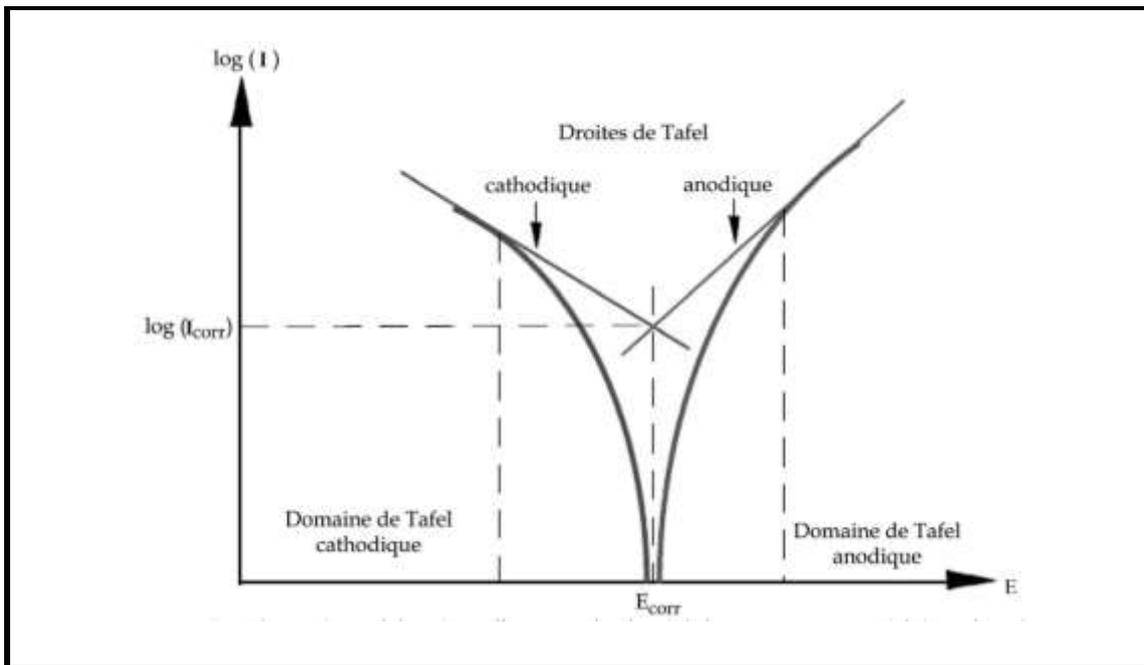


Figure II- 1 : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel

Une autre méthode est largement utilisée pour déterminer la vitesse de corrosion à travers l'équation de Stern–Geary [37, 38] :

$$\text{Équation 0-1} \quad I_{\text{cor}} = \frac{|b_a| \times |b_c|}{2,3 \times (|b_a| + |b_c|) \times R_p}$$

Où  $R_p$  est la résistance de polarisation ( $\Omega \text{ cm}^2$ ).

Cette méthode stationnaire reste toutefois insuffisante pour caractériser des mécanismes complexes, mettant en jeu plusieurs étapes réactionnelles et ayant des cinétiques caractéristiques différentes (ce qui est le cas lors des processus d'inhibition). L'utilisation des techniques transitoires devient alors indispensable.

### II.1.1.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) :

Les méthodes électrochimiques transitoires aident à étudier les mécanismes de corrosion et de protection des métaux. Certaines d'entre elles, notamment la méthode d'impédance, servent également à déterminer la vitesse de corrosion. Contrairement aux méthodes stationnaires, les méthodes transitoires permettent de différencier les phénomènes réactionnels par leurs temps de relaxation. Par exemple, les réactions à l'interface (adsorption, transfert de charge) sont souvent plus rapides que les phénomènes de transport en solution [39].

Le principe de cette technique consiste à enregistrer la réponse électrique du système d'électrodes face à une excitation de courant variable. Pour ce faire, on réalise la mesure électrochimique en injectant un signal électrique alternatif de fréquence variable.

Ce balayage en fréquence s'opère de manière discontinue (par paliers à des valeurs prédéterminées) et porte sur une large gamme, typiquement sur 7 ou 8 décades. Les mesures à basse fréquence nécessitent des temps d'acquisition longs et parfois même prohibitifs sur le plan pratique. La mesure s'effectue aussi bien en mode potentiostatique que galvanostatique [40].

La réponse enregistrée est traduite en terme de résistance électrique et exprimée en séparant la composante résistive (partie réelle) de la composante capacitive (partie imaginaire). Ce signal est ensuite tracé suivant des représentations classiques pour les nombres complexes: diagrammes de Nyquist ou de Bode (figure II.2).

Sur ces représentations, certains phénomènes ou types de comportement ressortent plus facilement.

Une autre utilisation fréquente de l'SIE consiste à évaluer la vitesse de corrosion ; Pour ce faire, on extrait du diagramme de Nyquist la valeur de la résistance de transfert charge, qui est alors assimilée à la résistance de polarisation  $R_p$ , et on en tire une estimation du courant de corrosion, comme pour la méthode de la résistance de polarisation linéaire. Compte tenu du délai de la mesure (quelques dizaines de minutes), il est clair que cet usage ne justifie le recours à l'SIE que si le milieu est très peu conducteur [40].

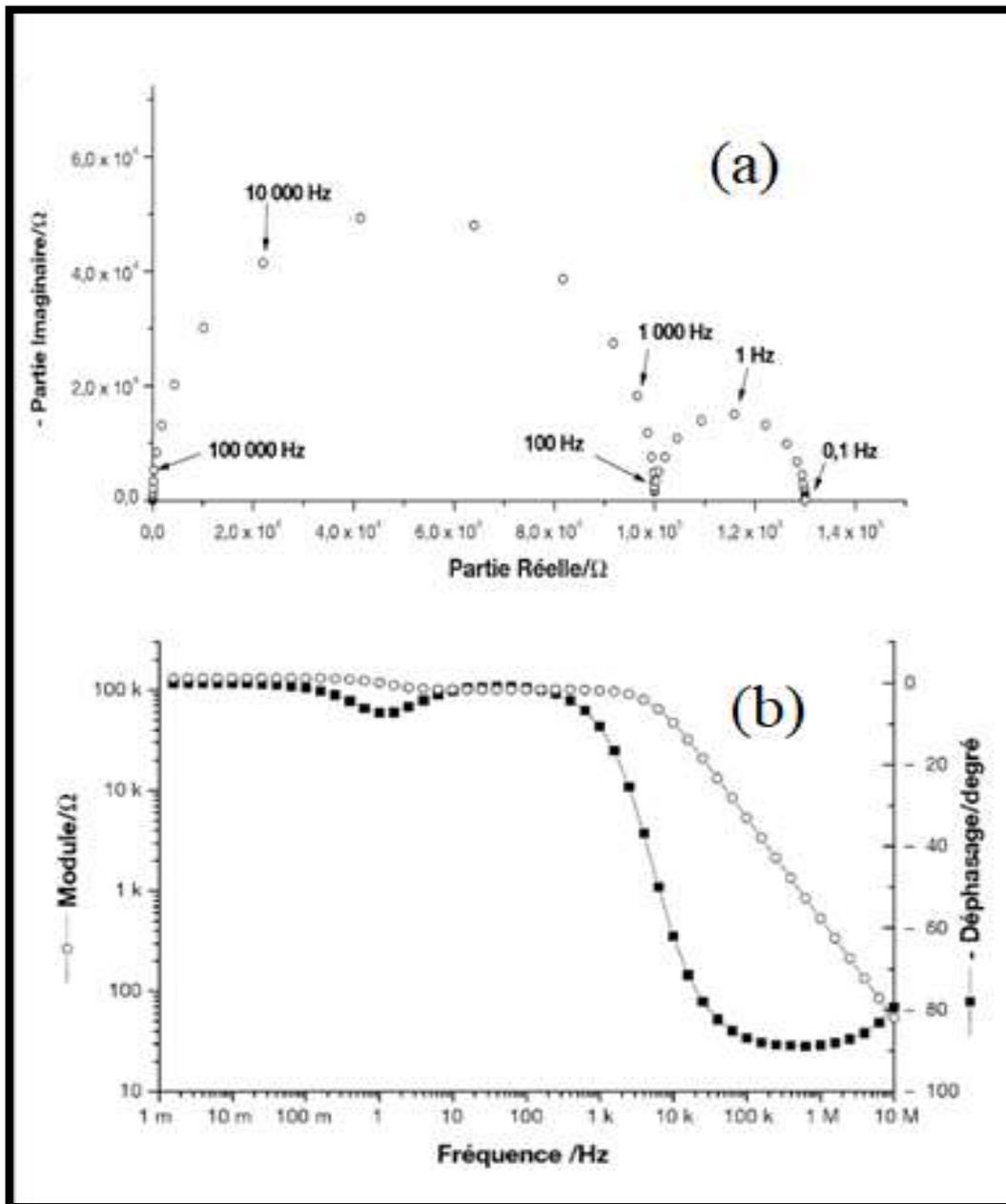


Figure II- 2 : Représentation de l'impédance sous forme des diagrammes a) Nyquist et b) Bode [40]

L'impédance d'un système électrochimique peut être assimilée par analogie à une impédance électrique. Chaque phénomène physico-chimique qui se déroule à l'interface électrode de travail/électrolyte peut être modélisé par un composant électrique (résistance, condensateur, bobine) placé en série ou en parallèle avec d'autres composants pour constituer un circuit électrique équivalent. Parmi les éléments constituant le circuit électrique équivalent (CE), on distingue :

\*Les composantes non faradiques et la capacité de double-couche limitent à hautes fréquences de l'impédance faradique est associée à la résistance de transfert de charge ( $R_t$ ), cette résistance est la plus étroitement corrélée à la vitesse de corrosion.

\*Aux basses fréquences apparait la contribution du processus faradique sous forme capacitive, inductive ou d'éléments disposant d'une distribution de fréquence (impédance de diffusion par exemple).

Spectroscopie d'impédance électrochimique, en fonction de la fréquence, peuvent être représentées soit dans le plant Bode, sous la forme de deux courbes [41]:

\* Log du module de Z-log de la fréquence.

\* Phase-log de la fréquence.

Soit sous la forme paramétrée en fréquence, dans le plan complexe dit de Nyquist :

\* Partie réelle-opposée de la partie imaginaire.

\* Dans le plan de Nyquist, chaque élément de circuit simple (résistance-condensateur ou résistance-self inductance en parallèle) engendre un lieu géométrique, ou diagramme d'impédance, semi-circulaire comme on le voit sur la figure II-3.

Le diagramme de Nyquist obtenu comprend un (ou plusieurs) demi-cercle (s) dont l'écart à l'origine indique la résistance de l'électrolyte  $R_s$  et l'amplitude indique la résistance de transfert de charge  $R_t$ .

$Z_{Re}$  et  $Z_{Im}$  sont la partie réelle et imaginaire de l'impédance  $Z$  mesurés expérimentalement.

$$\text{Équation 0-2} \quad Z = Z_{Re} + Z_{Im}$$

La mesure d'impédance offre la possibilité de débarrasser les valeurs de  $R_p$  brutes de leur composante parasite  $R_s$ . Cette correction du terme ohmique est de première importance dans les milieux peu conducteurs.

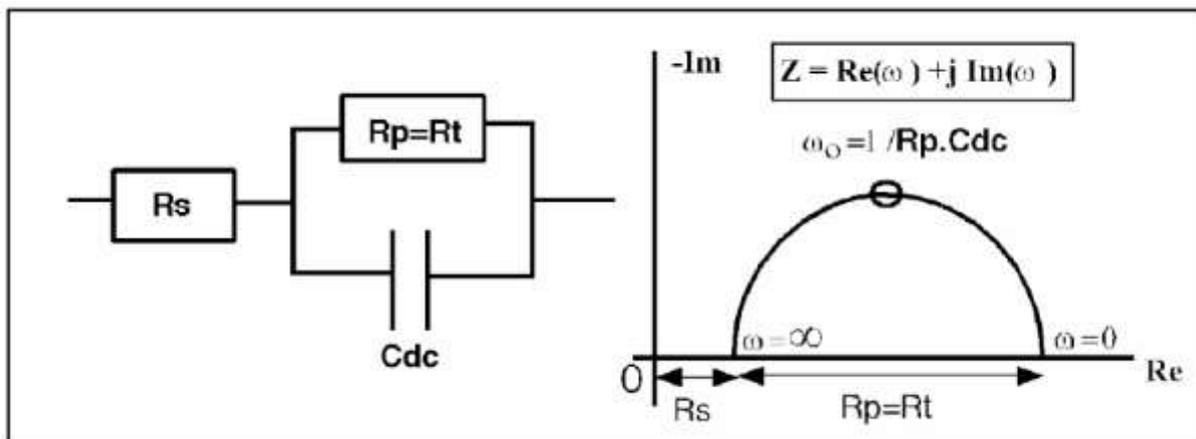


Figure II- 3 : Circuit comprenant la résistance de la solution  $R_s$ , en série avec l'ensemble (résistance de polarisation  $R_p$ , ici confondue avec la résistance de transfert de charge  $R_t$ , en parallèle sur la capacité de double couche  $C_{dc}$ ). Représentation dans le plan de Nyquist des variations de son impédance [41]

## II.2 Conditions expérimentales

### II.2.1 Matériaux

Le matériau utilisé comme électrode de travail est un acier au carbone utilisé pour le transport des hydrocarbures de nomination API 5L X70, est répond à la spécification imposée par la norme API. La composition chimique est donnée dans le tableau II- 1.

La norme API (American Petroleum Institute) est conçue pour être admissible à l'industrie de pétrole selon les exigences de la législation et de l'environnement. L'acier API 5L X70 est désigné par sa limite élastique (70).

- API 5L signifie : pipeline.
- X70 signifie : le grade de l'acier. Les autres grades sont, par exemple, A, B, X60, X70.
- Le chiffre 70 signifie : 70000 psi, c'est la limite élastique de l'acier en psi « pound per square inch » (livre par pouce carré).

**Tableau II- 1:Composition chimique de l'acier API 5L-X70 en % massique [06].**

<b>Fe</b>	<b>Mn (max)</b>	<b>Si (min)</b>	<b>P (max)</b>	<b>S (max)</b>	<b>Cr (max)</b>	<b>Ni (max)</b>	<b>Nb (max)</b>	<b>Ti (max)</b>	<b>C (max)</b>
Bal	1,68	0,27	0,012	0,005	0,051	0,04	0,033	0,03	0,12

Les électrodes de travail (acier API 5L X70) destinées à l'analyse électrochimique ont été coupés sous forme carré de dimension 3×3×1 cm.

Les échantillons ont été montés dans la cellule électrochimique (Gamry paracell) et la surface de chaque électrode exposée à l'électrolyte est 2,85 cm<sup>2</sup>. Pour les différentes analyses électrochimiques et examens de la surface, chaque échantillon a été poli aux papiers abrasifs P120, P180, P340, P600 ,P800 et P1000, rincé à l'eau distillée, et dégraissé à l'acétone.

### II.2.2 Milieu électrolytique.

La finalité industrielle de l'étude a orienté le choix de l'électrolyte vers l'acide chlorhydrique de concentration 0,5 M, les solutions agressives de HCl ont été préparées par dilution de l'acide HCl 36% avec de l'eau distillée.

### II.2.3 Inhibiteurs de corrosion :

Dans ce travail, nous avons fait appel à un type d'inhibiteur naturel, c'est le Gel d'Aloe Vera.



Figure II- 4 : Arbre de L'Aloe Vera.

### II.2.4 Techniques électrochimiques :

Deux méthodes électrochimiques à savoir : les courbes de polarisation potentiodynamique et la spectroscopie d'impédance électrochimique ont été utilisées pour étudier l'effet synergétique entre les inhibiteurs sélectionnés et les halogènes en milieu acide chlorhydrique et acide sulfurique. Les mesures électrochimiques ont été effectuées en utilisant Potentiostat-Galvanostat-ZRA Gamry Référence 3000 (Figure II-5) avec un logiciel opérationnel Gamry Instruments Framework (version 7.05).

Une cellule électrochimique (Gamry Paracell) à trois électrodes a été utilisée, une électrode de travail (API 5L X70), une électrode de référence Ag/AgCl (le potentiel de l'électrode Ag/AgCl est le même que le potentiel de l'électrode au calomel saturé qui égale 240 mV vs ENH) et une contre-électrode inerte chimiquement en graphite. L'électrode de travail est reliée par un fil de cuivre à l'arrière et installée dans la cellule où la surface qui est en contact avec l'électrolyte égale à 2,85 cm<sup>2</sup>. Toutes les expériences ont été effectuées dans des solutions aérées sans agitation. Le temps d'immersion des échantillons avant les tests électrochimiques est égal à 60 minutes pour atteindre un stable potentiel de circuit ouvert. Les analyses des expériences électrochimiques ont été effectuées en utilisant Echem Analyst (un logiciel commercial développé par Gamry).

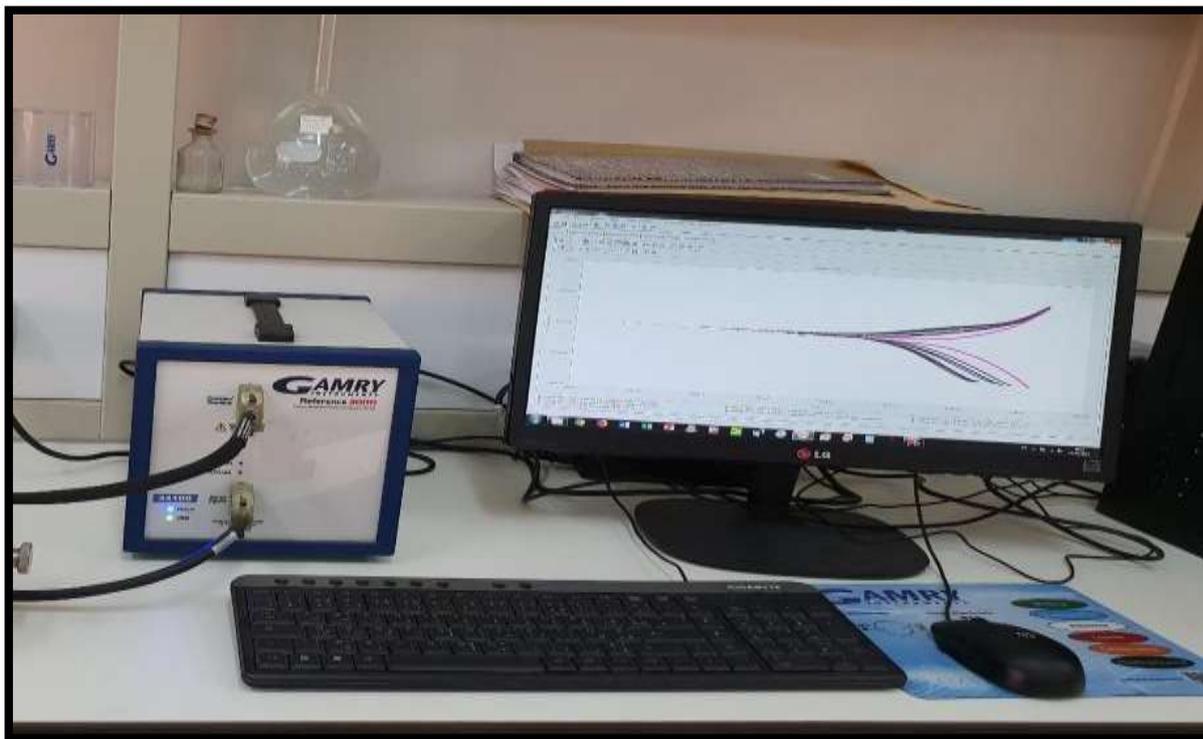


Figure II- 5 : Photo du dispositif expérimental utilisé pour les mesures électrochimiques.

#### II.2.4.1 Diagrammes d'impédances électrochimiques

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) a été réalisée au potentiel en circuit ouvert dans la gamme de fréquences de 20 kHz à 50 mHz avec une amplitude de 10 mV. Le calcul de l'efficacité inhibitrice  $\eta_{\text{SIE}}$  est basé sur l'utilisation de l'équation (Eq II-3).

$$\text{Équation 0-3} \quad \eta_{\text{SIE}} \% = \frac{R_t - R'_t}{R_t} \times 100$$

Où  $R'_t$  est la valeur de la résistance de transfert de charge de l'acide chlorhydrique, et  $R_t$  est la valeur de la résistance de transfert de charge en présence de l'inhibiteur ou l'inhibiteur +halogène.

La figure II-6, réalisé dans le cadre de cette étude, représente le diagramme de la spectroscopie d'impédance électrochimique en coordonnées de Nyquist (a), et de Bode (b) de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique 0,5M.

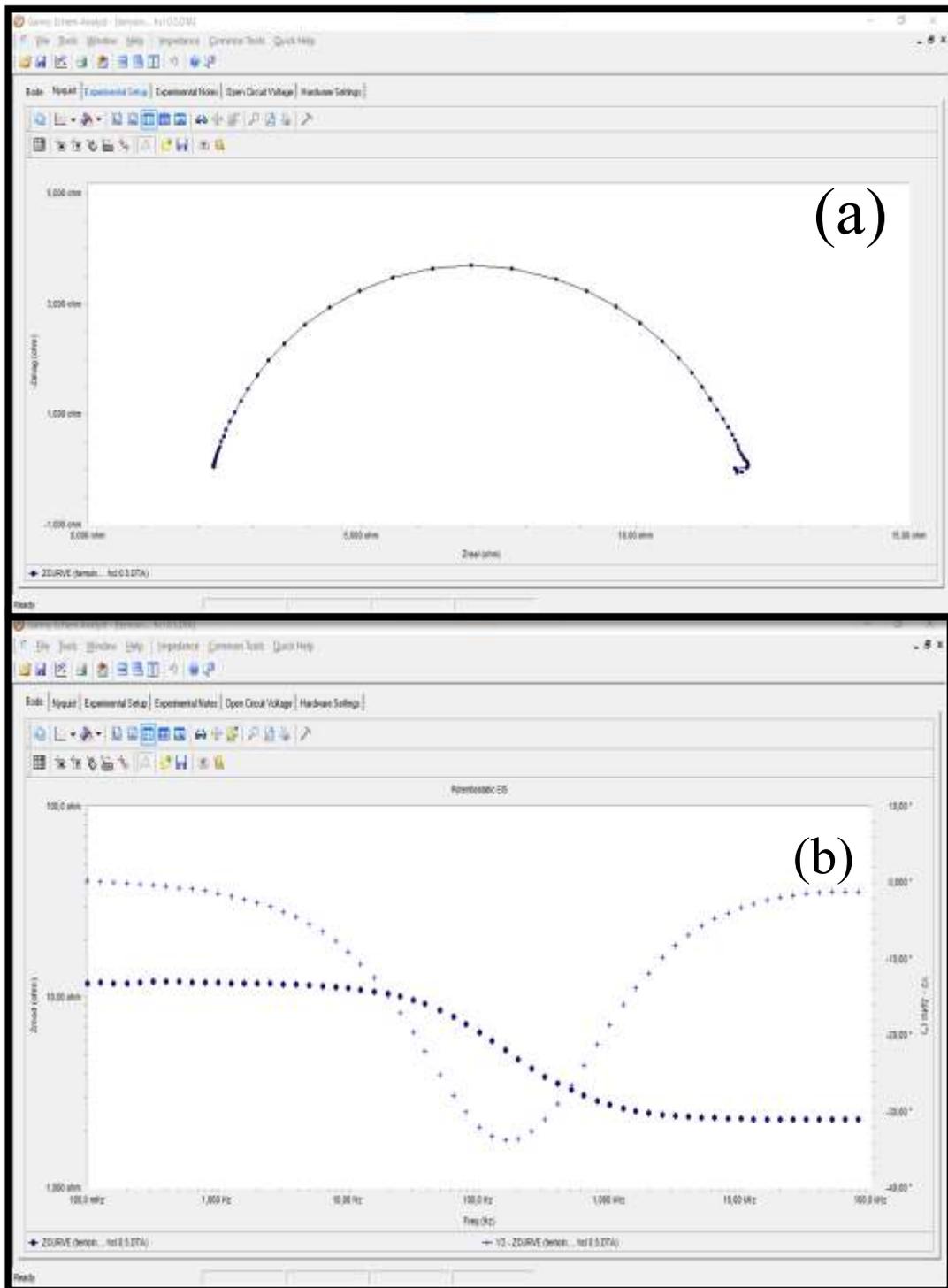


Figure II- 6 : Représentation de la spectroscopie d'impédance électrochimique en coordonnées de Nyquist (a), et de Bode (b) de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique 0,5M

Le recouvrement de la surface  $\theta$  est défini par :

Équation 0-4 
$$\theta = \frac{\eta_{SIE}\%}{100}$$

### II.2.4.2 Courbe de polarisation potentiodynamique

Les études de polarisation potentiodynamique ont été effectuées à partir du potentiel cathodique (-250 mV) vers le potentiel anodique (+250 mV) par rapport au potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ) à une vitesse de balayage de  $0,5 \text{ mV s}^{-1}$ .

En raison de la présence d'un degré de non-linéarité des pentes de Tafel, les coefficients de Tafel ( $b_a$  et  $b_c$ ) ont été calculés à partir de la pente des points après 50 mV de potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$ . Nous avons adopté la méthode graphique pour déterminer la vitesse de corrosion.

Le calcul de l'efficacité inhibitrice  $\eta_{\text{pol}}$  est basé sur l'utilisation de l'équation (Equ.II-5)

$$\text{Équation 0-5} \quad \eta_{\text{pol}} \% = \frac{I_{\text{corr}} - I_{\text{corr}}(\text{inh})}{I_{\text{corr}}} \times 100$$

Où  $I_{\text{corr}}$  est la valeur de courant de corrosion sans inhibiteur, et  $I_{\text{corr}}(\text{inh})$  est le courant de corrosion en présence de l'inhibiteur ou l'inhibiteur +halogène.

La figure II-7, réalisée dans le cadre de cette étude, représente une courbe de polarisation de l'acier API 5L X70 en milieu acide chlorhydrique 0,5M.

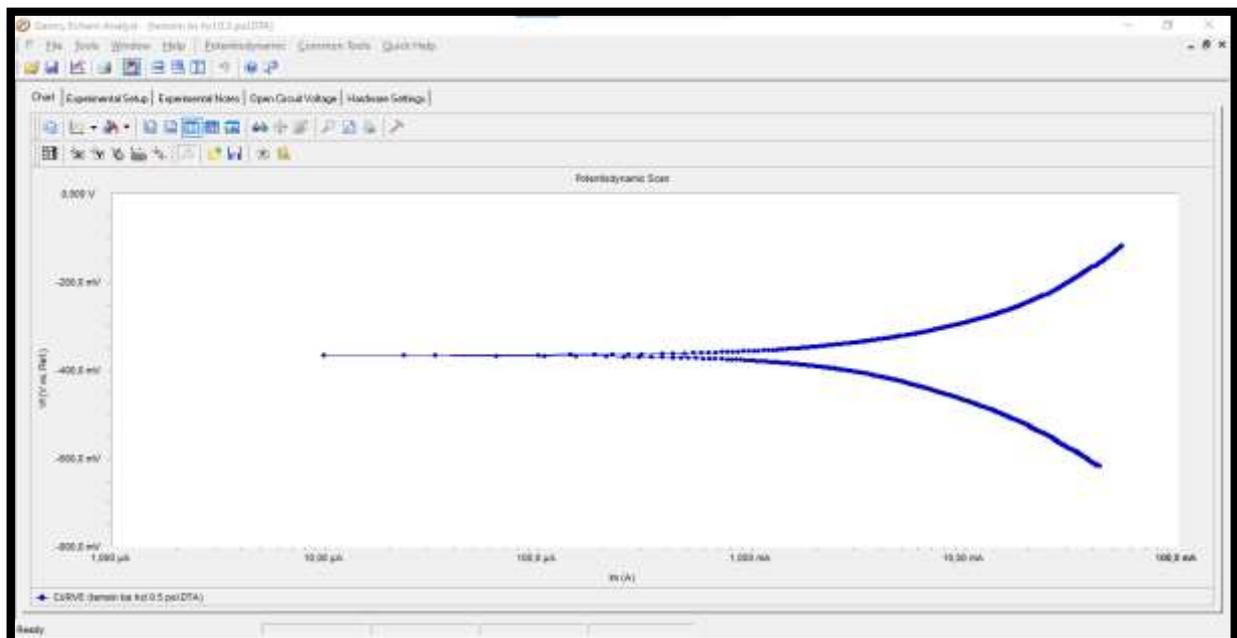


Figure II- 7 : Courbe de polarisation de l'acier API 5L X70 en milieu chlorhydrique 0,5M

## II.2.5 Techniques d'analyses de surface

### II.2.5.1 Microscopie optique

Les observations de la structure métallographique à l'état de réception et des piqûres qui apparaissent après les tests d'immersion ont été effectuées avec un microscope optique de type (Olympus CX 40 microscope(X10, X20, X50 et X100)) (Figure II-8)



Figure II- 8 : Microscope optique Olympus CX 40

# *Chapitre III :*

## *Résultats et discussion*



**Introduction :**

Cette partie est consacrée à l'évaluation de la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M. Pour cela, une série d'essais électrochimiques. A partir des essais électrochimiques la vitesse de corrosion et le potentiel de corrosion ont été déterminés.

**III.1 Partie 1 : Essais électrochimiques de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M :****III.1.1 Courbes de polarisation potentiodynamique:**

Pour définir le comportement électrochimique de l'acier API 5L X70 dans l'acide HCl 0,5 M, la technique de polarisation potentiodynamique a été utilisée. Cette technique a pour but de déterminer les différents domaines de potentiel (le domaine actif et le domaine passif) de l'acier API 5L X70.

Les réactions de corrosion contiennent au moins une réaction anodique partielle et une réaction cathodique partielle. Les électrons libérés par la dissolution active (réaction anodique) sont repris par les protons du milieu (réaction cathodique) pour former des molécules de gaz d'hydrogène. La cinétique de corrosion est entièrement fixée par les réactions de transfert de charge.

Avec une vitesse de balayage de 0,3 mv/s, à 20 ° C et 1 heure de temps d'immersion, la polarisation anodique et cathodique de quelques millivolts autour du potentiel de corrosion a été tracée pour déterminer la vitesse de corrosion Figure III.1.

La courbe de polarisation de l'acier API 5L X70 (Figure III.1) présente deux zones différentes :

- Zone I: représente le domaine cathodique (Réaction de réduction):



- Zone II: représente le domaine anodique (dissolution active, Réaction d'oxydation):



Il est important de noter ici l'absence de la zone de passivation en milieu HCl. Cela s'explique souvent par la présence des anions Cl<sup>-</sup>.

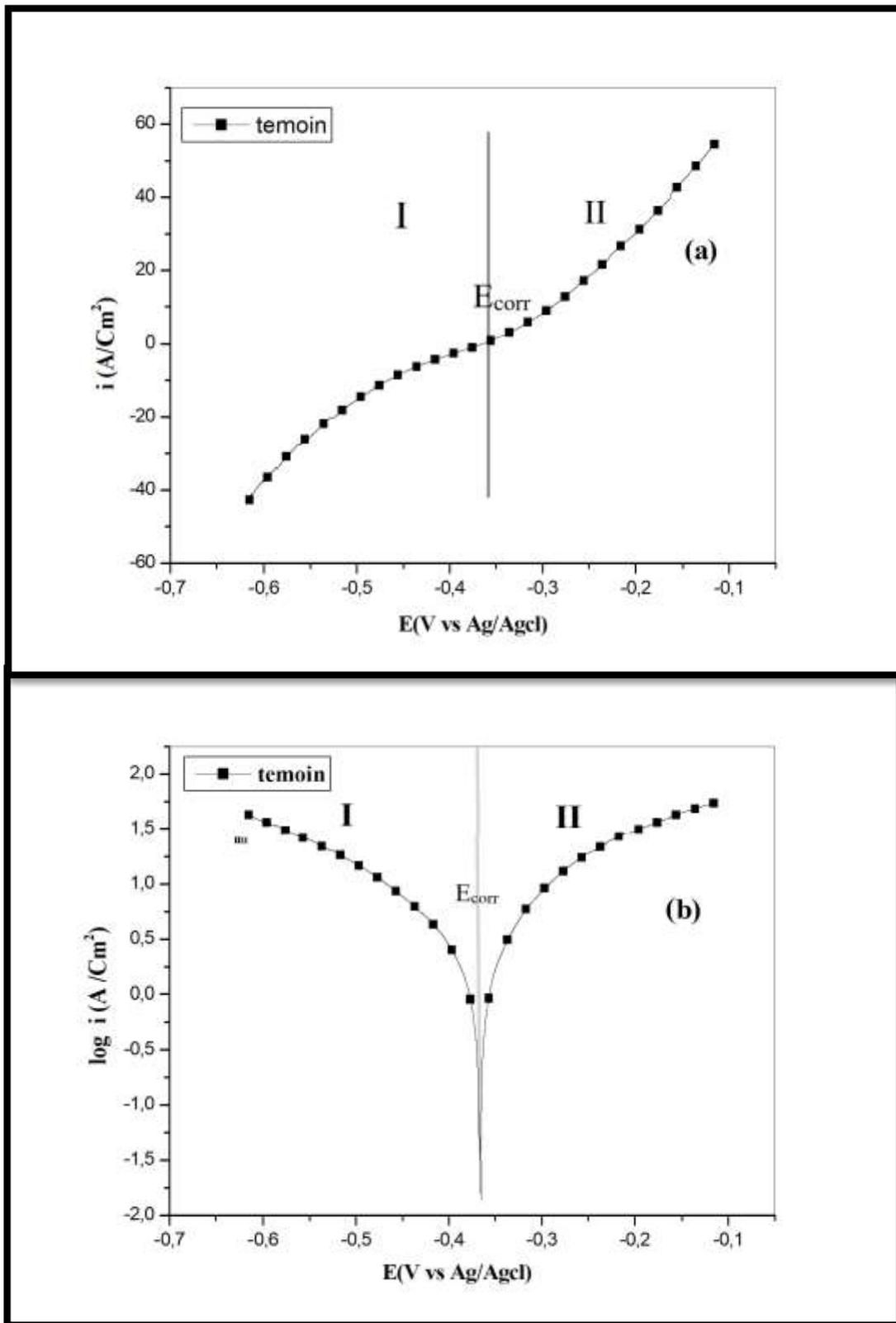


Figure III- 1 : la courbe de polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 dans 0,5 M HCl, (a) courbe linéaire et (b) courbe logarithmique.

Le tableau III-1 regroupe les valeurs des paramètres électrochimiques déterminées à partir des courbes de polarisation de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M.

**Tableau III- 1:: Valeurs des paramètres électrochimiques de l'acier API 5 L X70 en milieu HCl 0,5M.**

Milieu	E <sub>corr</sub> (mV vs Ag/Agcl)	I <sub>corr</sub> ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	-bc (mV/dec)	ba (mV/dec)	R <sub>p</sub>
HCl 0,5M	-362.287	2344.500	170.5	117.6	10.9

### III.1.2 Technique de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) :

Les figures (III-2 et III-3) représentent respectivement le diagramme de Nyquist et le diagramme de Bode de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5 M HCl. La SIE a été utilisée pour déterminer essentiellement la résistance de transfert de charge R<sub>t</sub>. Le tableau 3.2 résume les différents paramètres électrochimiques obtenus à partir de la spectroscopie d'impédance électrochimique de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5 M HCl.

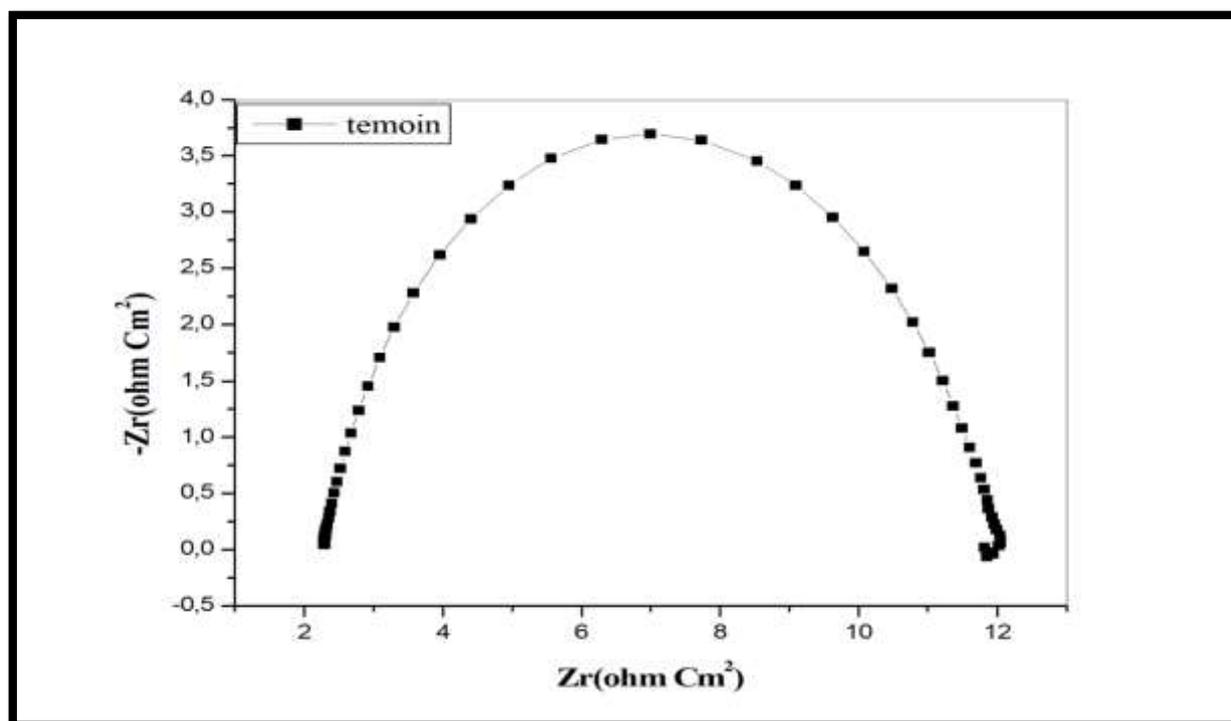


Figure III- 2 : Diagramme de Nyquist pour l'acier API5L X70 en milieu 0,5 M HCl

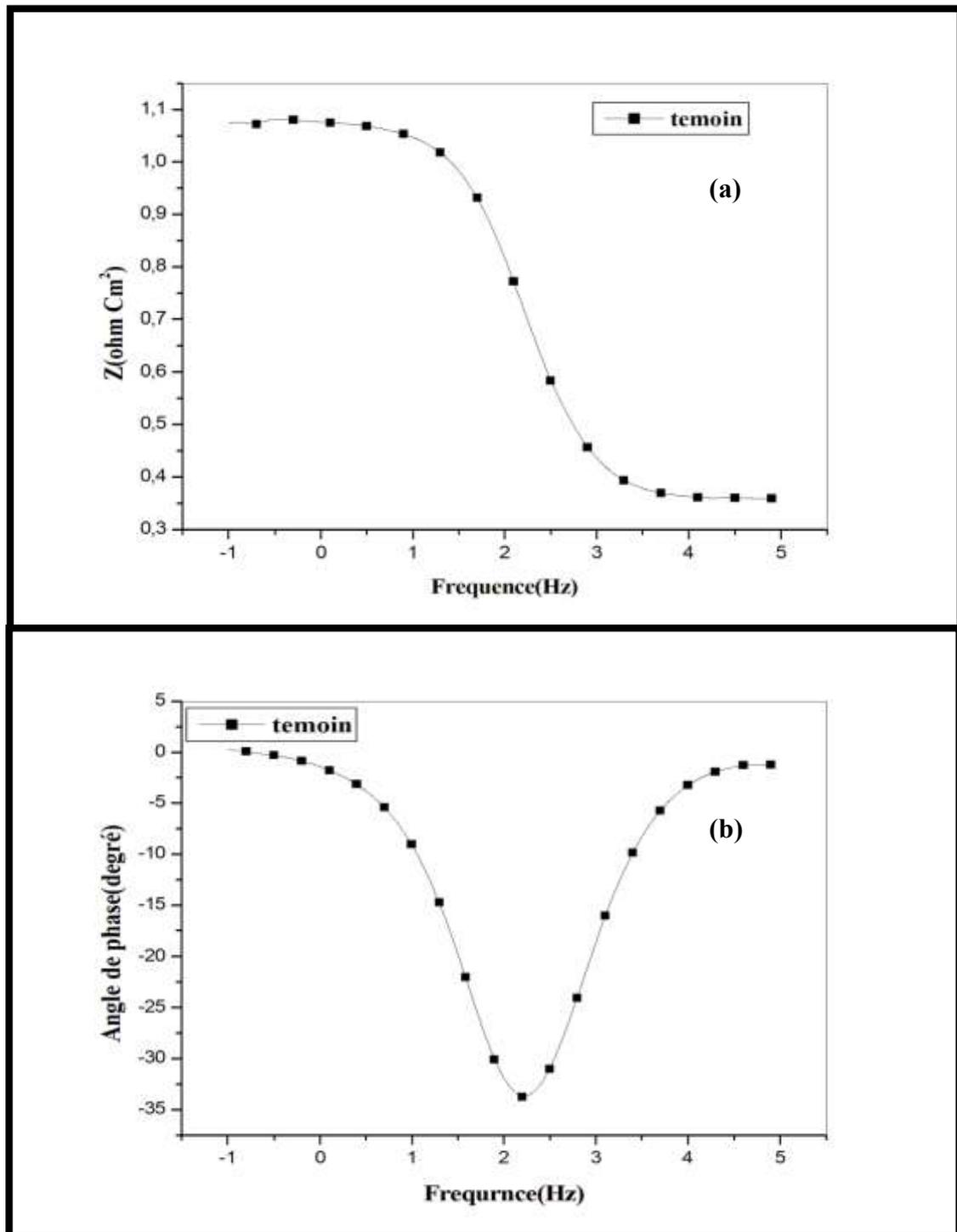


Figure III- 3 : Diagramme de Bode pour l'acier API5L X70 en milieu 0,5 M HCl (a) module de Bode et (b) angle de phase de Bode

Le digramme est constitué d'une boucle capacitive à moyennes fréquences. Cette allure est typiquement observée sur le diagramme d'impédance obtenue pour l'acier API 5 L X70 en milieu acide chlorhydrique. La boucle Capacitive observée à moyennes fréquences est généralement décrite comme étant représentative de la résistance de transfert de charge sur le

métal nu (notre cas) ou dans les pores d'une couche de produits de corrosion déposés sur la surface métallique.

La valeur des résistances  $R_s$  et  $R_t$  est reportée dans le tableau III-2.

**Tableau III- 2: Paramètres d'impédance électrochimique pour l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M**

Milieu	$R_s$ ( $\Omega\text{cm}^2$ )	$Y_0$ ( $\mu\Omega\text{ S}^n\text{ cm}^{-2}$ )	n	$R_t$ ( $\Omega\text{cm}^2$ )
0,5 HCl	2,268	729,5	0.832	9,689

La boucle capacitive est simulée par le circuit équivalent représenté sur la figure III.4, ce circuit composé de la résistance d'électrolyte  $R_s$ , en série avec une résistance de transfert de charge  $R_t$ , en parallèle avec une capacité  $C_{dc}$ . Pour prendre en compte les imperfections de la surface, la capacité est classiquement remplacée par un élément de phase constante (CPE) [42].

**Équation III- 2**

$$C_{dc} = Q \times (2\pi f_{max})^{n-1}$$

Où  $f_{max}$  représente la fréquence à laquelle la valeur imaginaire atteint un maximum sur le diagramme de Nyquist.

CPE est caractérisé par deux paramètres :  $Y_0$  le coefficient de proportionnalité, et n qui traduit l'intensité de la déviation par rapport à un système idéal. Si n est égal à 1, le coefficient  $Y_0$  devient la capacité [122].

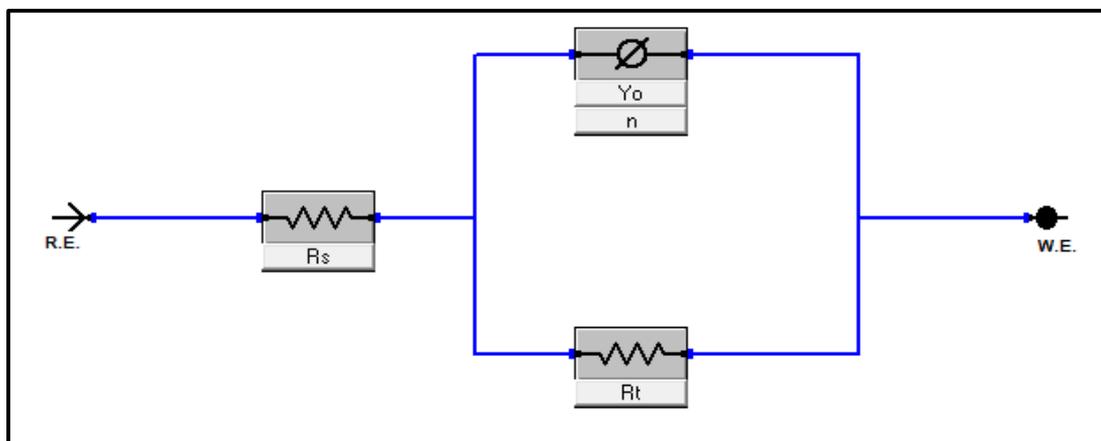


Figure III- 4 : Circuit équivalent utilisé pour ajuster la boucle capacitive.

## **III.2 Partie 2 : Efficacité inhibitrice de GAV pour l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M**

Cette partie est consacrée à l'évaluation d'un traitement contre la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M. Les concentrations de GAV ont été optimisées afin d'obtenir un inhibiteur qui puisse assurer à moindre coût une bonne protection vis-à-vis de la corrosion en milieu acide. Aussi, le mode d'action a été étudié. Les techniques électrochimiques ont été utilisées pour déterminer les paramètres électrochimiques tels que la vitesse de corrosion et le taux d'inhibition. Tous les essais électrochimiques ont été effectués dans des solutions aérées. Pour confirmer les résultats des testes électrochimiques.

### **III.2.1 Method de la polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl en présence de GAV :**

Les courbes de polarisation de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M, en absence et en présence de différentes concentrations de GAV, sont présentées dans la figure III-5. Les paramètres électrochimiques  $E_{corr}$ ,  $I_{corr}$ ,  $b_a$  et  $b_c$ , et  $\eta_{pol}\%$  obtenus par la méthode de polarisation potentiodynamique sont représentés dans le tableau III- 3.

La Figure III-5 montre qu'en présence de GAV, la densité de courant de la branche cathodique et anodique des courbes de polarisation est déplacée vers des valeurs inférieures à celles enregistrées dans la solution témoin.

Les valeurs du potentiel de corrosion sont légèrement déplacées. En général, si le déplacement de  $E_{corr}$  est supérieur à 85 mV par rapport à  $E_{corr}$  en solution non inhibée, le type d'inhibiteur peut être considéré comme anodique ou cathodique [44-45]. Dans notre étude, le maximum déplacement est 21mV, ce qui indique que la GAV agit comme un inhibiteur mixte.

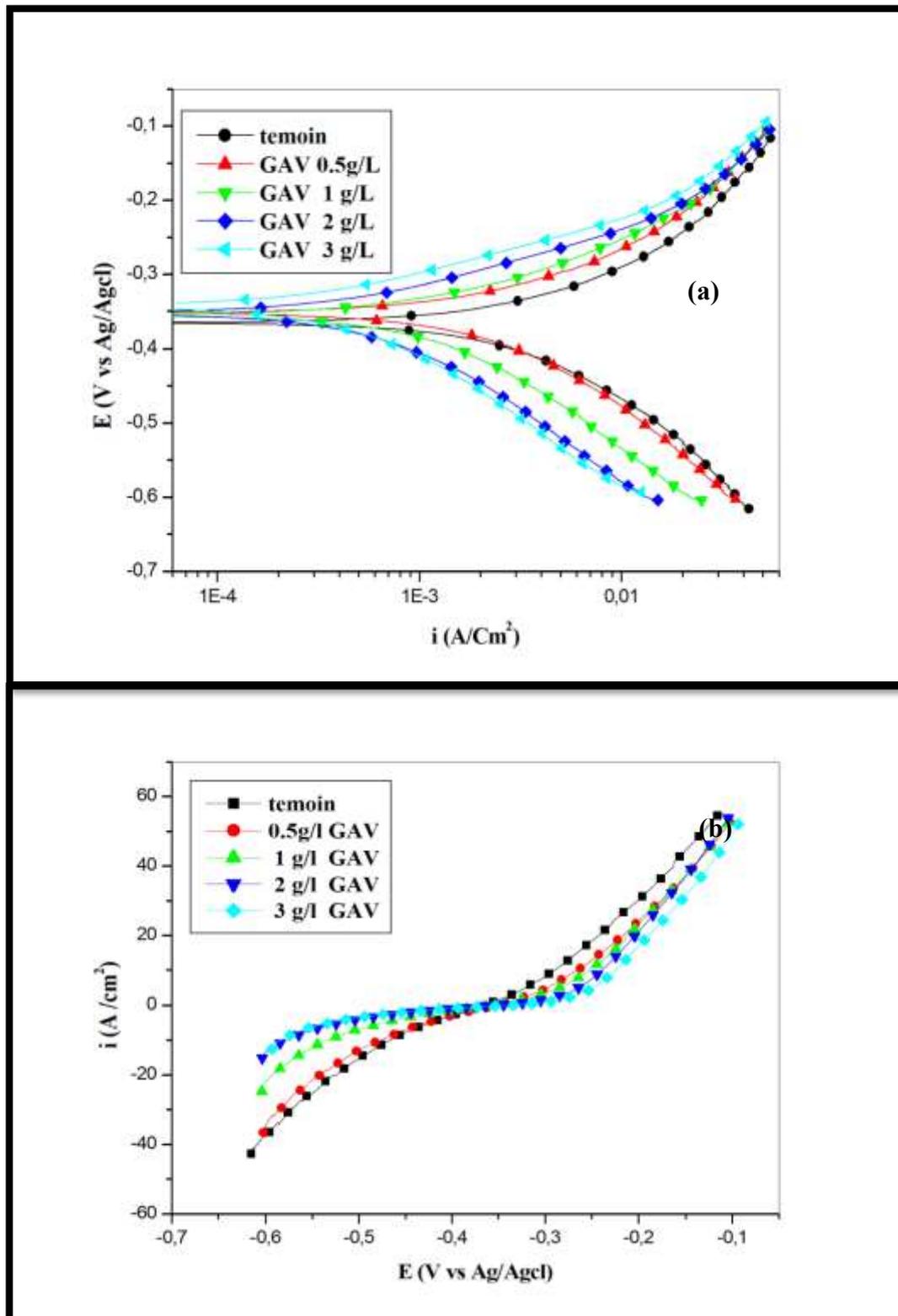


Figure III- 5 : Courbes de polarisation logarithmique (a) et linéaire (b) de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0.5M, en absence et en présence de GAV à différentes concentrations.

**Tableau III- 4: Paramètres de polarisation potentiodynamique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl 0,5 M en absence et en présence de différentes concentrations de GAV**

Concentration	$E_{corr}$ (V vs. Ag /AgCl)	$I_{corr}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	-bc (mV/dec)	ba (mV/dec)	$R_p$ (Ohm)	$\eta_{pol}$ %
Témoin	-362.287	2344.5	170.5	117.6	10.9	///
0.5 g/L GAV	-351.475	1557.517	157	107.1	15.2	33
1 g/L GAV	-353.899	822.426	151.3	89.2	25.9	64.9
2 g/L GAV	-347.367	409.01	145.9	77	48.7	82.55
3 g/L GAV	-341	253.28	117.6	71.6	63.5	89.19

L'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration de l'inhibiteur et atteint 82.55% (par la méthode de SIE) et 89.19% (polarisation potentiodynamique). Ces résultats montrent que les efficacités inhibitrices estimées par la polarisation potentiodynamique et SIE sont en accord .en milieu HCl.

### III.2.2 La spectroscopie d'impédance électrochimique de l'acier API 5L X70 en milieu HCl en présence de GAV.

La figure III-6 montre les tracés SIE obtenus pour l'acier API 5L X70 en l'absence de milieu HCl 0,5 M en présence de différentes concentrations de GAV.

Valeurs des paramètres électrochimiques pour différentes concentrations d'Application du GAV obtenu par SIE pour la corrosion des tubes acier API 5 L X70 en moyenne 0,5 M HCl est répertorié dans le tableau III-4.

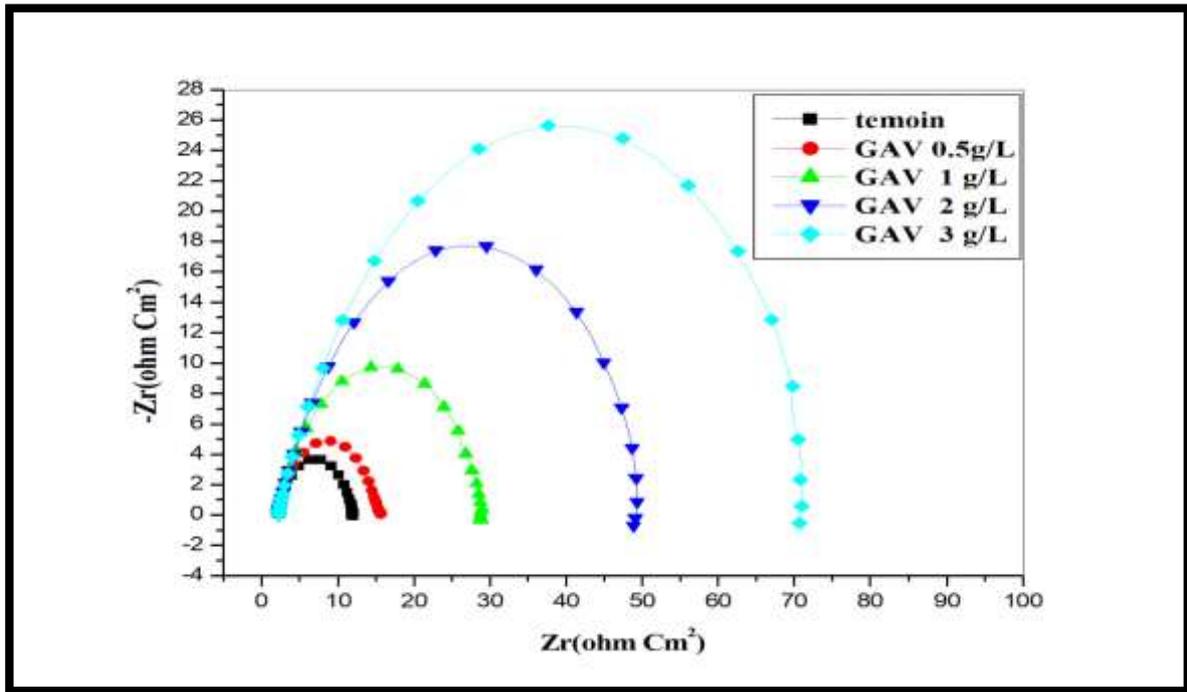


Figure III- 6 : Diagrammes de SIE (Nyquist) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec addition de différentes concentrations de GAV.

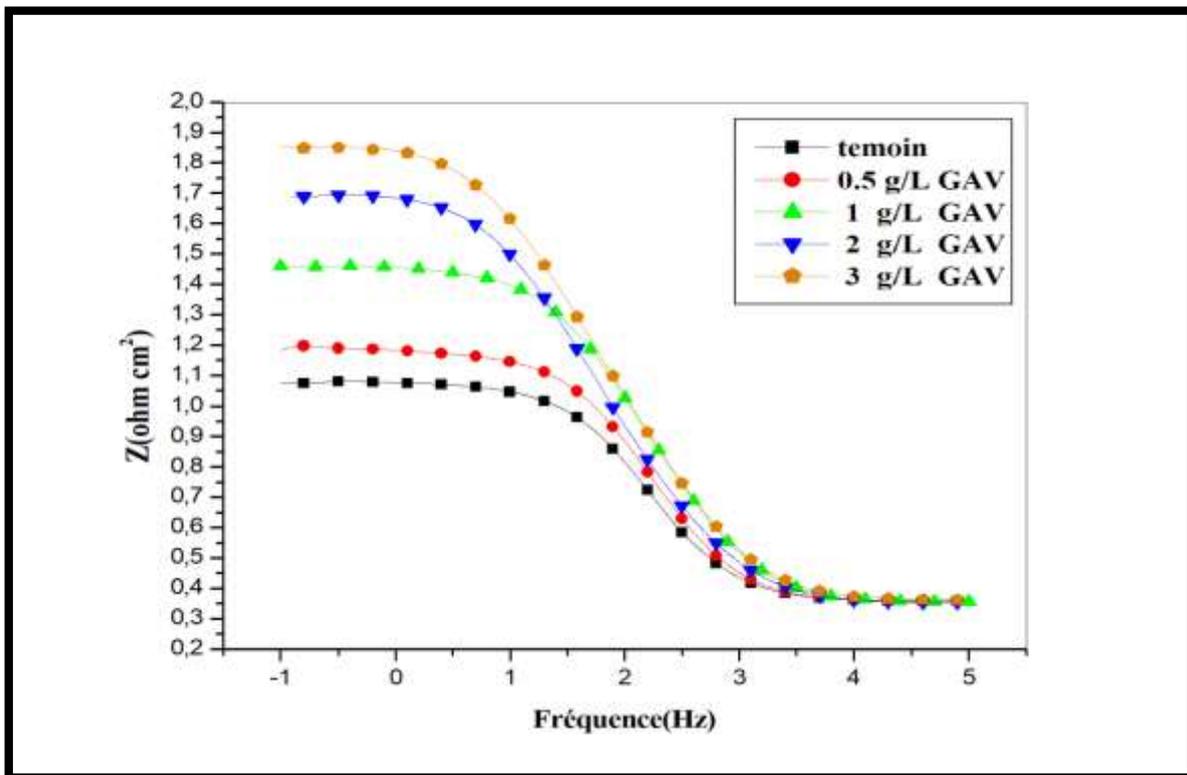


Figure III- 7 : Diagrammes de SIE (Bode) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec addition de différentes concentrations de GAV.

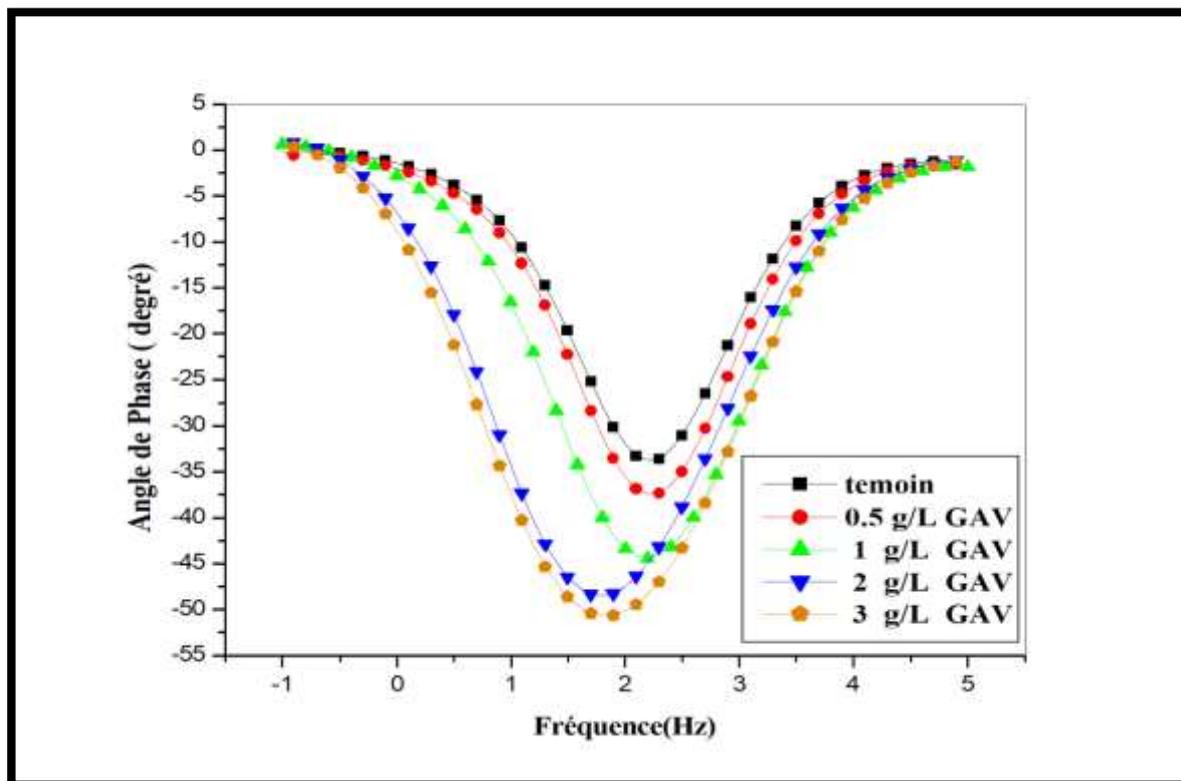


Figure III- 8 : Diagrammes de SIE (angle de phase) de l'acier API 5L X70 en milieu 0,5M HCl sans et avec addition de différentes concentrations de GAV .

Tableau III- 5: Paramètres d'impédance électrochimique de l'acier de pipeline API 5L X70 en milieu 0.5MHCl avant et après addition de différentes concentrations de l'inhibiteur GAV.

0,5M HCl						
GAV	$R_s$ ( $\Omega \text{ cm}^2$ )	$Y_0$ $\mu\Omega \text{ S}^n \text{ cm}^{-2}$	n	$R_t$ ( $\Omega \text{ cm}^2$ )	Cdl	L'efficacité inhibitrice ( $\eta_{EIS}$ )%
témoin	2,268	729.5	0.832	9,689	365.82	/
0.5g/L GAV	2.246	635.8	0.825	13.1	293.86	26.03
1 g/L GAV	2.235	527.3	0.798	26.81	187.82	63.86
2 g/L GAV	2.236	865.1	0.771	49.06	232.86	80.25
3 g/L GAV	2.261	705.8	0.765	71.88	167.82	86.55

L'analyse de ces résultats révèle que:

→ Les diamètres des demi-boucles capacitatives augmentent avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur GAV, indiquant que l'efficacité inhibitrice est affectée par l'augmentation des concentrations de la GAV en milieu 0,5M HCl.

→ L'augmentation de la concentration de l'inhibiteur entraîne également une augmentation de la résistance de transfert de charges (de  $9.689 \Omega \text{ cm}^2$  à  $71.88 \Omega \text{ cm}^2$ ) et une diminution de la capacité de la double couche (de  $365.82 \mu\text{F cm}^{-2}$  à  $167.82 \mu\text{F cm}^{-2}$ ). Cette diminution est associée à l'adsorption croissante de la GAV à la surface de l'acier API 5L X70.

→ L'efficacité inhibitrice ( $\eta_{\text{EIS}} \%$ ), augmente avec l'accroissement de la concentration de l'inhibiteur. Il convient de noter que lorsque la concentration de la GAV est supérieure de 3 g/L en milieu 0,5M HCl, la valeur de l'efficacité inhibitrice a atteint certaine valeur (80.25 %) et ne change pas de façon marquée.

### III.3 Analyse de la surface de l'acier en présence le gel d L'Aloe Vera dans un milieu acide HCl 0.5M

On a immergé des échantillons dans un bain de solution HCL 0.5 M pendant une durée (144 heures).

La figure.III-9 L'aspect macroscopique des produits avant corrosion est représenté sur API 5L X 70. Surface en acier.

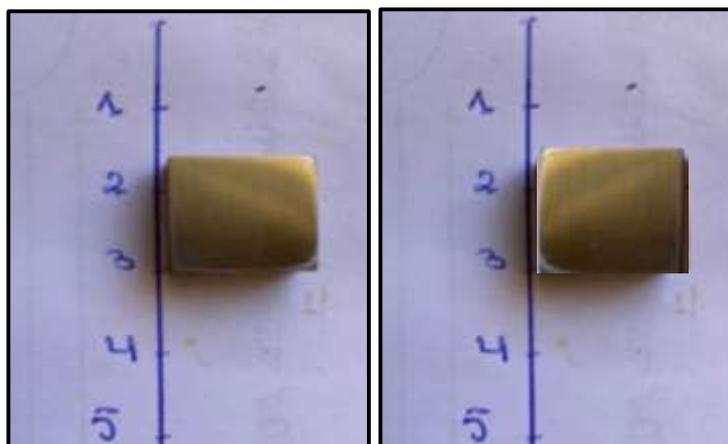


Figure III- 9 :Aspect macroscopique du produit de corrosion de l'acier X70 avant immersion



Figure III- 10 : Micrographie par le microscope (grossissement X10) de l'acier X70 avant immersion

Illustre le côté homogène de la microstructure de l'échantillon brut avant corrosion: on constate que la structure est lisse et non endommagée et présente quelques rayures à sa surface.

Figure III 11 représente l'aspect macroscopique des produits de corrosion de l'acier API 5L X 70 après 144 heures d'immersion en milieu HCl 0.5M, Où nous avons fait le processus de polissage 10 secondes en utilisant du papier abrasif 1200.

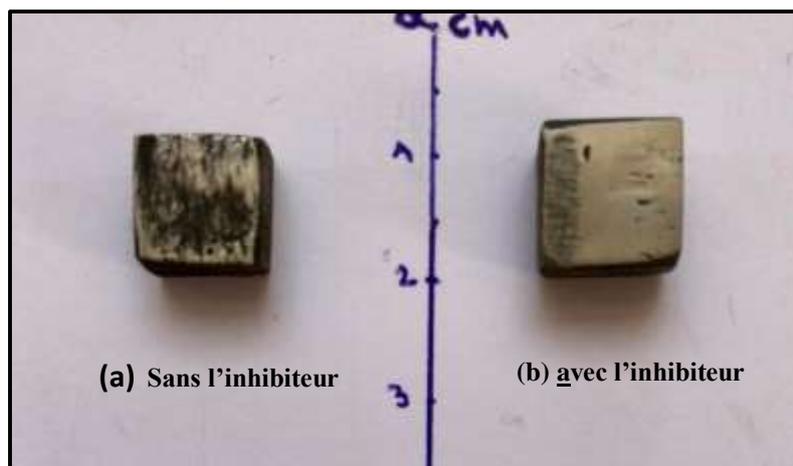


Figure III- 11 : Aspect macroscopique du produit de corrosion de l'acier X70 après immersion en milieu HCL0.5M ,(a) sans l'inhibiteur GAV , (b) avec l'inhibiteur GAV.

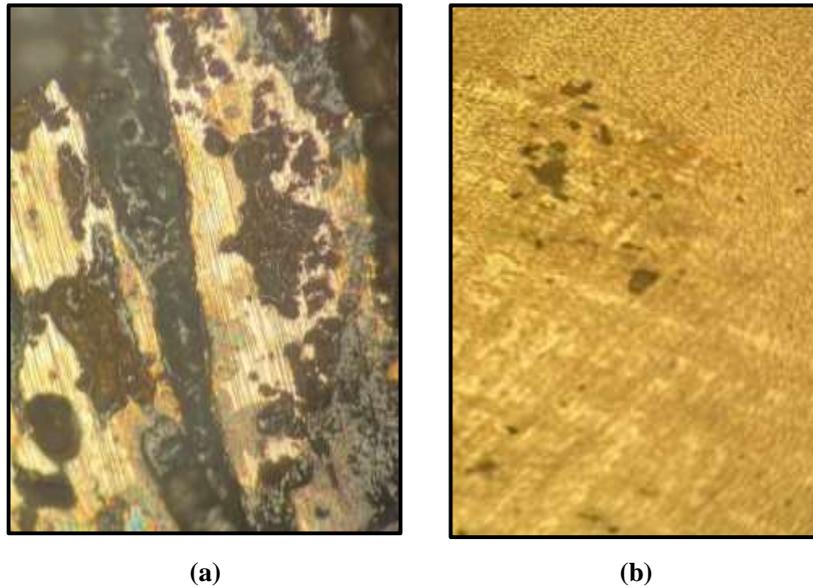


Figure III- 12 : la morphologie de produit de corrosion (144 heures) de l'acier API 5L X70 par le microscope optique (grossissement x 10), (a) après immersion en milieu HCL0.5M ,(b) milieu 0.5M HCl avec l'inhibiteur GAV

La couleur brun gris de la surface d'acier, figure III-12 (a), c'est la couleur de l'hématite.

Les zones lumineuses de l'image (a) de la figure III-12 représente la corrosion généralisée, par contre les zones sombres représentent probablement la corrosion par piqûre, aussi l'image (b) les zones lumineuses représente une corrosion généralisé avec des points de piqures éparpillés qui indique l'effet de protection de l'inhibiteur GAV.

*Conclusion*

*générale*



Le but principal de ce mémoire était d'évaluer les propriétés inhibitrices d'un composé naturel, proposé pour utiliser comme inhibiteur de corrosion dans l'industrie pétrolière, qui n'a aucun impact négatif sur l'environnement et la santé humaine. Pour cela, l'efficacité inhibitrice de la résine de Gel d'Aloe Vera a été déterminée principalement par des mesures électrochimiques et d'analyses de surface. Ce produit a été choisi car il est caractérisé par : non toxicité, biodégradabilité, pas cher, facilement disponible à partir des sources renouvelables.

Les résultats de SIE ont révélé que l'inhibiteur GAV a une bonne efficacité inhibitrice pour l'acier API 5L X70 en milieu HCl. Une concentration de 2g/L GAV donne un taux d'inhibition égale à 80.25 % .Les diagrammes d'impédance présentent une seule boucle capacitive, ce qui indique que la corrosion de l'acier est principalement contrôlée par le processus de transfert de charge. Le circuit équivalent se compose de la résistance d'électrolyte,  $R_s$ , en série avec une résistance de transfert de charge,  $R_t$ , en parallèle avec l'élément de phase constante CPE.

Les résultats de la polarisation potentiodynamique ont montré que l'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration de l'inhibiteur GAV et atteint 82.52 % en présence de 2 g/L de GAV. La GAV ne change pas le mécanisme de dissolution de l'acier. La GAV agit comme un inhibiteur mixte en milieu HCl.

Comme perspectives, nous envisagerons de faire les travaux suivants:

- ✚ Il serait également souhaitable que cette étude fasse appel à des techniques de caractérisation de surface telles que la spectroscopie des photoélectrons XPS (X-Ray Photoélectron Spectroscopie) et spectroscopie Raman afin d'établir avec plus de précision la formation de produits de corrosion et leur interaction avec le Gel d'Aloe Vera, dans le but d'améliorer leurs capacités de protection contre la corrosion.
- ✚ Il serait plus judicieux d'étudier l'influence des conditions hydrodynamiques, dans les mêmes conditions opératoires, sur l'efficacité de le Gel d'Aloe Vera.
- ✚ Il serait très utile d'étudier l'efficacité inhibitrice de le Gel d'Aloe Vera dans d'autres milieux agressifs, ainsi que sur d'autres métaux tels que le cuivre et l'aluminium.

## Références bibliographiques

- [1]. Nadir, D. & Rehamnia, R. (2002). Introduction à la corrosion et aux inhibiteurs de corrosion. Office des publications universitaires, Alger [Algérie].
- [2]. Robertson, J.O. and G.V. Chilingarian, Chapter 5 Acidizing Oilwells. 1989. 19: p.161-190.
- [3]. Hireche, B. Ferhat, H. «Etude de l'effet inhibiteur des huiles essentielles de Cyprès (*Cupressus Sempervirens*. L) sur la corrosion de l'acier X70 (sans et avec soudure) Mémoire de Master Université Mohamed Khider Biskra, (2019)
- [4]. Par The\_MaghrebTimes\_com - June 13, 2021 Morocco blocks renewal of gas pipeline between Algeria and Spain. <https://themaghrebtimes.com/morocco-blocks-renewal-of-gas-pipeline-between-algeria-and-spain/>. Consulté le 26 mars 2022.
- [5]. Landolt, D., Corrosion et chimie de surfaces des métaux. 1997: Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [6]. Djellab, M. (2019). Corrosion des installations pétrolières: Effet de la synergie des ions iodures et des inhibiteurs naturels sur la protection contre la corrosion de l'acier API 5L X70 en milieux acides (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider-Biskra).
- [7]. Normand, B. Prévention et lutte contre la corrosion : une approche scientifique et technique. 2004: Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [8]. Laiadhi, H. (2020) Protection de l'acier API 5L X70 contre la corrosion par un inhibiteur organique.
- [9]. Reguiai, W. (2021) Protection de l'acier API 5L X70 contre la corrosion par un inhibiteur naturel.
- [10]. François, R. Corrosion et dégradation des matériaux métalliques: Compréhension des phénomènes et applications dans l'industrie pétrolière et des procédés, Éditions TECHNIP, 2009.
- [11]. Djeghlaf, M. (2019) La synergie entre l'ion iodure et un inhibiteur vert contre la corrosion de l'acier API 5LX70 en milieu HCl.
- [12]. Boukabache, M.C et Touiker, M. « Corrosion et Protection » Centre des Techniques Appliquées SKIKDA (SEMINAIRE). Avril 2008.
- [13]. Frédéric, M. Corrosion humide <https://www.f-legrand.fr/scidoc/docmml/sciphys/electrochim/corrosion/corrosion.html>. Consulté le 18 février 2022.
- [14]. Benyounes, A., & Sara, A. (2017). Effet des ions chromates sur La corrosion par piqûre d'alliage d'Aluminium-6060 (Doctoral dissertation, Université Mohamed BOUDIAF de

M'Sila).

- [15]. Par chem-in-expertises.com, Piqures de corrosion d'une citerne routière en inox transportant des effluents chimiques [.http://www.chem-in-expertises.com/fr/content/piques-de-corrosion-dune-citerne-routiere-en-inox-transportant-des-effluents-chimiques](http://www.chem-in-expertises.com/fr/content/piques-de-corrosion-dune-citerne-routiere-en-inox-transportant-des-effluents-chimiques). Consulté le 13 décembre 2021.
- [16]. Bensaada, S. Cours de corrosion <https://www.univ-biskra.dz/enseignant/bensaada/corrosion.pdf>. Consulté le 20 Avril 2022.
- [17]. Brahimi, M. (2019) La résine de Schinus molle comme inhibiteur de corrosion en milieu acide pour l'acier API 5L X42.
- [18]. Roberge, R. Hand book of corrosion Engineering. 1999.
- [19]. TrabANELLI, G. Corrosion Science and Technology. Plenum Press, 1972.
- [20]. Hireche, B. ferhat, H. «Etude de l'effet inhibiteur des huiles essentielles de Cypresse (Cupressus Sempervirens. L) sur la corrosion de l'acier X70 (sans et avec soudure) Mémoire de Master Université Mohamed Khider Biskra, (2019).
- [21] Kouache, A. 2011, Synthèse et application à l'inhibition de la corrosion acide d'acier <https://www.semanticscholar.org/paper/AMMONIUM-QUATERNAIRE-DU-PLATFORMAT-%3A-SYNTHESE-ET-A-Kouache/9431e7516b15a5b2d208c30903498723cd756289/figure/5>. Consulté le 05 Mars 2022.
- [22]. Fiaud, C. Lemaitre, C. Pébère, N. Corrosion et anticorrosion, chapitre 13. Lavoisier paris(2002).
- [23]. Landolt, D. Corrosion et chimie de surfaces des métaux. 1993: Presses Polytechniques et Universitaires Romande].
- [24]. Henriquez Gonzalez, M. (2011). Etude d'un traitement multifonctionnel vert pour la protection contre la corrosion de l'acier au carbone API 5L-X65 en milieu CO<sub>2</sub> (Doctoral dissertation).
- [25]. Boukerche .S. Mémoire de Magistère , université Badji Mokhtar Annaba (2012).
- [26]. Bentrach, H., & Chala, A. (2015). Corrosion des ouvrages pétroliers: Utilisation de la gomme arabique comme inhibiteur environnemental pour l'acier API 5L X42. Université Mohamad Khider, BISKRA, Doctorat.
- [27]. Barr, A. Corrosion et protection des ouvrages pétroliers : Procédure de l'acidification des puits de pétrole.
- [28]. 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<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- [29]. Mccafferty, E. Introduction to Corrosion Science. 2010: Springer.

- [30]. Gonzalez, M. H. Etude d'un traitement multifonctionnel vert pour la protection contre la corrosion de l'acier au carbone API 5L-X65 en milieu CO<sub>2</sub>, in Institut National Polytechnique de Toulouse. Doctorat 2011, UNIVERSITÉ DE TOULOUSE.
- [31]. Bonilla, M. J. B., & Herrera, L. G. J. (2016). Industrial potentialities of Aloe Vera. *Revista Cubana de Farmacia*, 50(1), 139-150.
- [32]. Ramírez. T,N.: Evaluación del efecto protector de recubrimientos de aloe utilizando diagramas de impedancia electroquímica. Centro de Investigaciones Tecnológicas (CITEC). Programa de Ingeniería Química. Área de Tecnología. Punto Fijo Estado Falcón. (2003)
- [33]. Sánchez, B. Chacón, L. Trujillo.R. Tesis: Estudio de competitividad en el estado Lara. Sector cultivo de la sábila (2001).
- [34]. Taii-Nin, J. Williamson, D.A. Yates, K. M. Goux W. J..Chemical Characterization of the Immunomodulating Polysaccharide of Aloe vera L.The University of Texas at Dallas (2004).
- [35]. Kelly, R. G. Scully, J. R. Shoesmith, D. and Buchheit, R. G. *Electrochemical Techniques in Corrosion Science and Engineering*. 2002: CRC Press.
- [36]. Perez, N. *Electrochemistry and Corrosion Science*. 2016: Springer International Publishing.
- [37]. Nguyen, W. Duncan, J. F. Devine, T. M. and Ostertag, C. P. Electrochemical polarization and impedance of reinforced concrete and hybrid fiber-reinforced concrete under cracked matrix conditions. *Electrochimica Acta*, 2018. 271: p. 319-336.
- [38]. Goyal, A. Pouya, H. S. Ganjian, E. Olubanwo, A. O. and Khorami, M. Predicting the corrosion rate of steel in cathodically protected concrete using potential shift. *Construction and Building Materials*, 2019. 194: p. 344-349.
- [39]. Landolt, D. *Corrosion et chimie de surfaces des métaux*. 1997: Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [40]. François, R. *Corrosion et dégradation des matériaux métalliques: Compréhension des phénomènes et applications dans l'industrie pétrolière et des procédés*. 2009: Éd. Technip.
- [41]. Normand, B. *Prévention et lutte contre la corrosion: une approche scientifique et technique*. 2004: Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [42]. Deng H. Fu, X.Li, S. Triazolyl blue tetrazolium bromide as a novel corrosion inhibitor for steel in HCl and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solutions. *Corrosion Science*, (2011). 53(1), p : 302-309.

- [43] . Orazem, M. E. Pébère, N. and Tribollet, B. Enhanced graphical representation of electrochemical impedance data. *Journal of The Electrochemical Society*, **2006. 153**: p. B129-B136
- [44] : Deng, H. Fu, X. Li, S. Synergism between red tetrazolium and uracil on the corrosion of cold rolled steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution. *Corrosion Science*, (2009). 51(6): p. 1344-1355.
- [45] . Ferreira, E. S. Giacomelli, F. C. Spinelli, A. Evaluation of the inhibitor effect of l-ascorbic acid on the corrosion of mild steel. *Materials Chemistry and Physics*,(2004). 83(1): p. 129-134.

## ملخص

هدف عمل هذه المذكرة إلى دراسة تأثير هلام الألوفيرا كمثبط تآكل الفولاذ (API 5L X70) في حمض كلور الماء (HCl) باستخدام تقنيات مختلفة : منحنيات الاستقطاب , مطياف الممانعة الكهروكيميائية (SIE) المجهر الضوئي , تم اختيار هذا المثبط (GAV) لأنه يتميز بانعدام السمية , قابلية التحلل الحيوي , رخيص الثمن ومتوفر . وتبين نتائج مطياف الممانعة الكهروكيميائية (SIE) أن المثبط يعمل كمثبط مختلط مع كفاءة تثبيط تصل الى 82.25% في وسط حمض كلور الماء (HCl) (0.5 مول/ل) حيث بينت نتائج تحليل السطح كفاءة تثبيط عالية لهلام الألوفيرا على سطح الفولاذ بالمجهر الضوئي. والذي يؤكد النتائج التي تم الحصول عليها بواسطة التقنيات الكهروكيميائية.

### الكلمات المفتاحية:

هلام الألوفيرا ، GA ، API ، معهد البترول الأمريكي ، حمض الهيدروكلوريك ، الفولاذ ، مطياف الممانعة الكهروكيميائية ، منحنيات الاستقطاب

## Résumé

Le but de ce thème est d'étudier l'effet du Gel d'Aloe Vera comme inhibiteur de corrosion de l'acier (API5L X70) sur l'acide chlorhydrique (HCl), à l'aide de différentes techniques : Courbes de Polarisation, Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) et Microscopie Optique. Ces inhibiteurs (GAV) ont été choisis car ils sont caractérisés par : non toxicité, biodégradabilité, Pas cher et disponible. Les résultats de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) montrent que l'inhibiteur agit comme un inhibiteur mixte avec une efficacité d'inhibition allant jusqu'à 82,25% dans l'acide chlorhydrique (0,5 mol/L) HCl. Les résultats de l'analyse de surface ont montré une efficacité d'inhibition élevée du Gel d'Aloe Vera. Sur la surface de l'acier avec un microscope optique. Ce qui confirme les résultats parfaits obtenus par les techniques électrochimiques.

**Les mots clés :** Gel d'Aloe Vera, GAV, API American Petroleum Institute, acide chlorhydrique, les techniques électrochimiques, SIE.