

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



UNIVERSITE ZIANE ACHOUR DE DJELFA
FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
Département des Sciences de la Matière



Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

Master académique

Spécialité : **Chimie organique**

Par : **DOUIDI KHADIJA**

*Etude de l'influence des paramètres opératoires sur l'efficacité
inhibitrice de l'extrait brut de trigonella foenum-graecum L vis-
à-vis de la corrosion de l'acier au carbone en milieu d'acide
chlorhydrique 1N HCl*

Soutenu le : 13 Octobre 2014

Devant le jury :

Mr. A. DJEMOUI	Maitre assistant « A »	Université de Djelfa	Président
Dr. A. SAILAA	Maitre de conférences « B »	Université de Djelfa	Examineur
Mr. A. SOUADIA	Maitre assistant « B »	Université de Djelfa	Examineur
Dr. L. SOULI	Maitre de conférences « B »	Université de Djelfa	Rapp

Remerciements

Remerciements

Je remercie tout d'abord **ALLAH** qui nous a donné la volonté et le courage de faire ce travail, en espérant qu'il sera utile de porter quelque chose à la science.

Ce travail à été réalisé sous la direction de monsieur le Dr. **SOULI Lahcene**, que je remercie très vivement, d'avoir proposé, dirigé et suivie ce sujet de recherche. Je l'exprime mes remerciements les plus sincères, pour m'avoir offert la chance de travailler avec lui et sous sa direction scientifique. Je le remercie pour son soutien et encouragement, ainsi que pour ses conseils, sa disponibilité et sa gentillesse.

Je tiens à remercier vivement monsieur **Amar DJEMOUI**, pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury.

Mes remerciements s'adressent également à monsieur le Dr. **Abdelkader SAILAA**, maitre de conférences à l'université de Djelfa, a bien voulu participer au jury en tant qu'examineur.

J'exprime ma gratitude à monsieur **Ahmed SAOUADIA**, maitre assistant « B » à l'université de Djelfa, a accepter de participer au jury en tant qu'examineur.

Un grand merci aux membres de ma famille pour leur aide et tous mes camarades.

Dédicace

Dédicace

à ma mère

à la mémoire de mon père (رحمة الله)

à mon mari et la mère de mon mari

à mes frères et mes sœurs

à tous ceux qui m'ont été d'un soutien moral ou matériel

Table Des Matieres

Table des matières

Table des matières.....I
Liste des symboles et abréviations..... II
Liste des figures..... II
Liste des tableaux..... II
Introduction générale..... 01

Chapitre I

Partie I : Généralité sur l'acier

I.1.Introduction.....07
I.2.Définition d'alliage.....07
I.3. L'acier et ses alliages.....07
I.4. Propriétés et caractéristiques des aciers..... 08
I.5. Métaux ferreux.....08
I.5.1 Acier (et fonte).....08
I.5.2 Fer-blanc.....09
I.5.3. Acier inoxydable (ou inox).....09
I.6.Classification des aciers et des fontes.....10
I.7.Classification des aciers.....10
I.7.1.Aciers de construction.....10
I.7.2.Aciers de construction d'usage général (aciers au carbone).....10
I.7.3.Les aciers calmés.....11
I.7.4.Les aciers effervescents.....11
I.7.5.Les aciers semi-calmés.....11

Partie II : corrosion et protection de l'acier

I.2.1. Introduction13
I.2.2. Définition de la corrosion.....13
I.2.3. Corrosion de l'acier.....14
I.2.4.Bases électrochimiques de la corrosion des métaux.....15
I.2.5.Mécanisme de la corrosion électrochimique.....16
I.2.6.Les facteurs de la corrosion.....16
I.2.7.Nature de l'électrolyte.....17
I.2.8.Conductibilité de l'électrolyte.....17

I.2.9.Le pH du bain.....	17
I.2.10.Température.....	17
Références bibliographiques.....	19

Chapitre II

Partie I : les inhibiteurs de corrosion

II.1.Introduction	23
II.2.Définition d'un inhibiteur de corrosion.....	23
II.3 .Propriétés.....	23
II.4.Utilisations.....	23
II. 5. Fonctions essentielles d'un inhibiteur de corrosion.....	24
II.6.Les classes d'inhibiteurs de corrosion.....	24
II.6.1.Nature des molécules de l'inhibiteur.....	24
II.6.1.1.Les inhibiteurs organiques.....	24
II.6.1.2.Les inhibiteurs minéraux	26
II.6.1.3.Les inhibiteurs de corrosion : huiles et extraits de plantes.....	26
II.6.2.Pouvoir protecteur.....	27
II.6.3.Méthodes d'étude des inhibiteurs de corrosion.....	27
II.6.3.1. Mesure du potentiel de corrosion.....	28
II.6.3.2.Tracé des courbes stationnaires intensité-potentiel.....	28
II.6.3.3. Mesure de la résistance de polarisation linéaire.....	28
II.6.4.Conclusion.....	29

Partie II : Généralité sur le fenugrec ou Trigonella foenum-graecum

II.1.Introduction	31
II.2. Classifications.....	31
II.3. Description.....	32
II.4.Culture.....	32
II.5.Historique.....	32
II.6.Propriétés physiques et chimiques de trigonella foenum-graecum.....	32
II.7.Principaux constituants de Trigonella foenum-graecum.....	33
II.7.1 Les alcaloïdes.....	33
II.7.1.1.La triméthylamine.....	34

II.7.1.2.Carpaine.....	34
II.7.1. 3.Trigonelline.....	35
II.7.1.4.Choline.....	35
II.7.1.5. Betaine.....	35
II.7.1.6.Neurine.....	35
References bibliographiques.....	37

Chapitre III

Procédure Expérimentale

III. 1 Introduction.....	40
III. 2 Conditions expérimentales.....	40
III.3. Préparation de la surface.....	41
III.4. Polissage de l'échantillon pour la méthode potentiostatique.....	41
III.5. Préparation des solutions.....	41
III.5.1. Préparation d'une solution d'acide chlorhydrique.....	41
III.5.2.Préparation de solution l'inhibitrice.....	42
III.5.2.1.Méthodes générales d'extraction.....	42
III.5.2.2.Méthode spécialités.....	43
III. 5 .2.3.Extraction de l'extrait brut de fenugrec.....	43
III. 5 .2.4.Solution inhibitrice.....	44
III.6.ETUDE de l'effet inhibiteur de l'extrait brut sur la corrosion de l'acier au carbone...44	
III.6.1.Etude de corrosion par potentiostatique.....	44
III. 6. 2 Description et principe de fonctionnement de l'appareillage.....	45
III. 6. 3. Manipulation de la technique potentiostatique.....	46
Références bibliographiques.....	48

Chapitre IV

Résultats et Interprétation

IV.1 Introduction.....	50
IV.2. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'inhibiteur à différentes température.....	50
IV. 2. 1 Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 15°C.....	51
IV.2.2.Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 25°C.....	54

Table des matieres

IV.2.3.Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 35°C.....	57
IV.2.4.Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 45°C.....	59
IV.3.Evolution de l'efficacité inhibitrice.....	62
IV.2.7. Conclusion.....	64
Références bibliographiques.....	65
Conclusion générale.....	66
Résumé.....	

Liste Des Abréviations

Liste des abréviations

symboles et abréviation	
M	Métal.
M^{+n}	Ion métallique.
Ox	Oxydant.
Red	Réducteur.
n é	Nombres d'électrons échangés dans la réaction.
rea	réaction.
XO_4^{-n}	Oxo-anion.
I	Intensité de courant.
E	potentiel.
i_{corr}	Densité de courant de corrosion.
i_{corr}^{inh}	Densité de courant de corrosion en présence d'inhibiteur.
E _{corr}	Potentiel de corrosion.
°C	degré Celsius
R _p	la résistance de polarisation
ppm	Partie par million.
ECS	Electrode au calomel saturé.
Log	Logarithme décimal.
I_a	courant anodique.
I_c	courant cathodique.
µm	micromètre.
µA	microampère.
mV	millivolt.
NACE	National Association of Corrosion Engineers.
R	La constante du gaz parfait.
T	Température en °K.
EI	l'efficacité inhibitrice.
ΔG _{ads}	L'énergie libre standard d'adsorption.
Θ	Taux de recouvrement.
K	Constantes d'équilibre de l'adsorption.

Liste Des Figures

Liste Des Figures

Des figures	page
Figure I. 1 : Propagation d'une piqûre en milieu chloruré.	26
Figure I. 2: Réaction électrochimiques à l'interface métal-solution	28
Figure I. 3: Principe général de la « pile de corrosion » (exemple pour l'acier au carbone)	29
Figure I.4. Evolution de l'efficacité d'inhibition de la corrosion de l'acier doux en fonction de la température en H ₂ SO ₄ 0,5, en l'absence et en présence de différentes concentrations de HPMC	31
Figure I.5. La variation de l'efficacité de l'inhibition de la température de 20 à 60°C.	31
Figure II. 1: Les structures chimiques de pyridine-2-thiol et de 2-pyridyl disulfide	38
Figure II. 2 : Structure chimique d'une base de chiffe de thiothène	39
Figure II. 3: Les structures chimiques des principaux constituants de l'extrait de henné	40
Figure II. 4 : Structure chimique de l'acide 5-caffeoylquinoïque	40
Figure II. 5: Les structures chimiques des principaux constituants de l'extrait de feuilles d'Olivier	44
Figure II. 6: Graines de Trigonella foenum-graecum	44
Figure II.7: Formule chimique de la triméthylamine	47
Figure II. 8 : Structure chimique de la Carpaine	47
Figure II. 9 : Structure chimique de la Trigonelline	48
Figure II. 10 : Structure chimique de la Choline.	48
Figure II. 11 : Structure chimique de la Betaine	48
Figure II. 12: Structure chimique de la Neurine	49
Figure III.1. Echantillon utilisé dans la technique potentiostatique.	54
Figure III.2 : Méthode d'extraction : (A) : macération(ou distillation), (B) : filtration, (C) : vaporisation, (D) :l'extrait brut	57
Figure III.3 : Courbe courant – tension donnant les droites de Tafel	58
Figure III.4. Dispositif Expérimental de la technique Potentiostatique	59
Figure III.5 : image de laboratoire la technique potentiostatique	59
Figure IV. 1 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extarit de trigonella foenum-graecum de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à	64

15°C.	
Fig. IV.2. : La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> à 15°C.	65
Figure IV. 3: Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl.	66
Figure IV. 4 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extarit de <i>trigonella foenum-graecum</i> de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 25°C.	67
Figure IV.5: La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> à 25°C.	68
Figure IV. 6: Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl	69
Figure IV. 7 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extarit de <i>trigonella foenum-graecum</i> de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 35°C.	70
Figure IV.8: La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extarit de <i>trigonella foenum-graecum</i> à 35°C.	71
Figure IV. 9: Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl à 35°C.	72
Figure IV. 10 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extarit de <i>trigonella foenum-graecum</i> de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 45°C.	73
Figure IV.8: La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extarit de <i>trigonella foenum-graecum</i> à 45°C.	73
Figure IV. 11: Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl.	74
Figure IV. 12 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à différentes température.	75

Figure IV. 13. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la température de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl par l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i>	76
Figure IV. 14. La variation de l'efficacité de l'inhibition de la température de 20 à 60°C ^[4]	76

Liste Des Tableaux

Liste des tableaux

Titre de tableau	Page
Les alliages de l'acier	21
les principaux facteurs de corrosion	30
Caractéristiques physiques et chimiques de trigonelline	46
Caractéristiques physiques de la triméthylamine	47
Le matériau utilisé est un acier au carbone de composition	53
Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 15C°	64
Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 15C°	65
Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 25C°	67
Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 25C°	69
Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 35C°	70
Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 35C°	71
Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 45C°	72
Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans 1N HCl à 45C°	74
Variation de l'efficacité inhibitrice fonction de la température de l'inhibition de l'acier au carbone par l'extrait brut de <i>trigonella foenum-graecum</i> dans une solution de 1N HCl	75

Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

La majorité des métaux et des alliages placés dans les environnements variés sont affectés par différentes formes de corrosion, à savoir la corrosion uniforme ou localisée. Ces attaques sont particulièrement dangereuses lorsqu'elles sont localisées. L'adoption de mesures préventives contre la corrosion est donc nécessaire et l'utilisation des inhibiteurs est une méthode adaptée et pratique pour protéger les métaux. Elle consiste à utiliser des substances chimiques qui, lorsqu'elles sont ajoutées en faibles concentration en présence d'un milieu agressif, peuvent réduire ou bien stopper la corrosion du métal exposé.

L'acier est un alliage métallique utilisé dans les domaines de la construction métallique et de la construction mécanique. Il est constitué de deux éléments, le fer et le carbone. C'est essentiellement la teneur en carbone qui confère à l'alliage les propriétés du métal qu'on appelle « acier »^[1]. En effet, l'acier au carbone, comme tout matériau, réagit avec son milieu environnant, auquel il est exposé. Il est dégradé par différents milieux corrosifs, acide, basique ou neutre. Ainsi, il est nécessaire de le protéger contre les agressions de ces milieux, afin d'augmenter leur durée de vie. Plusieurs méthodes de lutte contre la corrosion sont proposées. En particulier, la protection est assurée, soit par le dépôt d'un autre métal protecteur, soit par un traitement de conversion de la surface du métal considéré, soit par l'ajout d'un composé organique ou minérale dans le milieu corrosif, qui joue le rôle d'un inhibiteur de corrosion.

Les inhibiteurs de corrosion constituent un moyen à part entière de protection contre la corrosion métallique. Ils présentent l'originalité d'être le seul moyen d'intervention à partir du milieu corrosif, ce qui en fait une méthode de contrôle de la corrosion facile à mettre en œuvre et peu onéreuse, pour que le ou les produits utilisés soient d'un coût modéré. Par ailleurs, plusieurs composés organiques comme les dérivés de l'imidazole le 1,4-bis(N-imidazolylmethyl)-2,5-dimethoxybenzene et le 1,3,5-tris(N-imidazolylmethyl)-2,4,6-trimethoxybenzene^[2] sont utilisés pour l'inhibition de la corrosion de l'acier dans les eaux souterraines, ainsi que les bases de Schiffes comme le 4-(4-bromophenyl)-N'-(2,4-dimethoxybenzylidene) thiazole-2-carbohydrazide, 4-(4-bromophenyl)-N'-(4-methoxybenzylidene) thiazole-2-carbohydrazide, et la 4-(4-bromophenyl)-N'-(4-hydroxybenzylidene) thiazole-2-carbohydrazide, sont utilisés comme inhibiteurs de corrosion de l'acier en milieu d'acide

chlorhydrique^[3] aussi, la corrosion de l'acier est inhibé par le (2-methoxybenzylidene) hydrazono) indolin- 2-one, et par le (2-hydroxybenzylidene) hydrazono) indolin-2-one ^[4].

L'utilisation d'extraits de plantes, comme d'inhibiteurs de corrosion, est une thématique de recherche en développement si on se fie au nombre de publications sortant chaque année. En effet, ces extraits naturels contiennent de nombreuses familles de composés organiques naturels (flavonoïdes, alcaloïdes, tanins...) « écologiques », aisément disponibles et renouvelables. On cite ; la caféine ^[5], l'extrait de l'Artemisia pallens^[6], le polysaccharide^[7], l'extrait de el henna et ses constituants^[8].

Le manuscrit est subdivisé en quatre chapitres.

Le premier chapitre est reparté en deux parties ; la première partie est une généralité sur l'acier et la deuxième partie sur la corrosion et la protection de l'acier. Le deuxième chapitre aussi reparté en deux parties, la première est concept des inhibiteurs de corrosion et la deuxième partie c'est une Généralité sur le fenugrec ou Trigonella foenum-graecum.

Le troisième chapitre traite le procédé expérimental ainsi que les dispositifs expérimentaux utilisés pour la réalisation de ce mémoire.

Les résultats expérimentaux et les discussions sont regroupés dans le quatrième chapitre.

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

Références bibliographiques

- [1] HADJADJ, Noura MEDDOURA, Messaouda DAKMOUCHE et Mokhtar SAIDI, L'INIBITION DE CORROSION DE L'ACIER XC52 À 20% H₂SO₄ PAR, 3-METHYLTHIO-4-TOLYL-1,2-DITHIOLYLIUM CONTRE ANION IMohamed, *Annales des Sciences et Technologie* Vol. 3, N° 1, Juin **2011**.
- [2] D. Gopi, El-Sayed M. Sherif, M. Surendiran, M. Jothi, P. Kumaradhas, L. Kavitha, Experimental and theoretical investigations on the inhibition of mild steel corrosion in the ground water medium using newly synthesized bipodal and tripodal imidazole derivatives, *Materials Chemistry and Physics* 147, 572-582, **2014**.
- [3] C.B. Pradeep Kumar, K.N. Mohana, Corrosion inhibition efficiency and adsorption characteristics of some Schiff bases at mild steel/hydrochloric acid interface, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 45, 1031–1042, **2014**.
- [4] K.R. Ansari, M.A. Quraishi, Bis-Schiff bases of isatin as new and environmentally benign corrosion inhibitor for mild steel, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20, 2819–2829, **2014**.
- [5] Fernando Sílvio de Souza, Cristiano Giacomelli, Reinaldo Simões Gonçalves, Almir Spinelli, Adsorption behavior of caffeine as a green corrosion inhibitor for copper, *Materials Science and Engineering C* 322436–2444, **2012**.
- [6] Subhadra Garai, Saraswati Garai, Parasuraman Jaisankar, J.K. Singh, Adirajan Elango, A comprehensive study on crude methanolic extract of *Artemisia pallens* (Asteraceae) and its active component as effective corrosion inhibitors of mild steel in acid solution, *Corrosion Science* 60, 193–204, **2012**.
- [7] Sitashree Banerjee, Varsha Srivastava, M.M. Singh, Chemically modified natural polysaccharide as green corrosion inhibitor for mild steel in acidic medium, *Corrosion Science* 59, 35–41, **2012**.
- [8] A. Ostovari, S.M. Hoseinie, M. Peikari, S.R. Shadizadeh, S.J. Hashemi, Corrosion inhibition of mild steel in 1 M HCl solution by henna extract: A comparative study of the inhibition by henna and its constituents (Lawson, Gallic acid, a-D-Glucose and Tannic acid), *Corrosion Science* 51, 1935–1949, **2009**.

Chapitre I

Etude Bibliographique Sur La Corrosion Et La Protection De l'acier au carbone

Partie I

Généralité sur l'acier

Généralité sur l'acier

I. 1. 1. Introduction

L'acier est un alliage métallique utilisé dans les domaines de la construction métallique et de la construction mécanique. L'acier est constitué de deux éléments au moins, majoritairement le fer puis le carbone dans des proportions comprises entre 0,02 % et 1,67 % en masse. C'est essentiellement la teneur en carbone qui confère à l'alliage les propriétés du métal qu'on appelle « acier ». Il existe d'autres métaux à base de fer qui ne sont pas des aciers comme les fontes et les ferronickels par exemple. Les aciers sont élaborés pour résister à des sollicitations mécaniques ou des agressions chimiques ou une combinaison des deux ^[1].

I. 1. 2. Définition d'alliage

Un alliage est une combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments chimiques. Le fait d'ajouter d'autres éléments permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques. Ces ajouts permettent également de modifier les caractéristiques chimiques des métaux en particulier leur comportement à la corrosion ou d'améliorer d'autres caractéristiques.

Le métal principal, la plus importante partie du mélange, est appelé « métal de base » ou « Base » les éléments ajoutés volontairement sont appelés « éléments d'alliage » (ou d'addition) et les éléments non désirés sont appelés impuretés. Les éléments d'alliages sont le plus souvent des métaux, mais peuvent également être d'autres éléments chimiques : le carbone dans l'acier ou la fonte, le silicium dans l'aluminium ^[1, 2].

I. 1. 3. L'acier et ses alliages

L'acier est un alliage métallique constitué principalement de fer et de carbone, dans des proportions comprises entre 0,02 % et 2 % en masse ^[1]. C'est essentiellement la teneur en carbone qui confère à l'alliage les propriétés du métal qu'on appelle « acier ». Il existe d'autres métaux à base de fer qui ne sont pas des aciers comme les fontes et les ferronickels par exemple.

I. 1.4 Propriétés et caractéristiques des aciers

L'acier est un alliage essentiellement composé de fer, sa *densité* varie donc autour de celle du fer (7,32 à 7,86), suivant sa composition chimique et ses traitements thermiques. La densité d'un acier inox austénitique est typiquement un peu supérieure à 8, en raison de la structure cristalline. Les autres propriétés varient énormément en fonction de leur composition, du traitement thermomécanique et des traitements de surface auxquels ils ont été soumis. Le traitement thermomécanique est l'association d'un *traitement thermique*, sous la forme d'un cycle chauffage-refroidissement et d'un traitement mécanique, une déformation provoquant de l'*écrouissage* (*laminage, forgeage, tréfilage*). Le traitement de surface consiste à modifier la composition chimique ou la structure d'une couche extérieure d'acier ^[3,4].

Tableau I.1: Les alliages de l'acier^[3]

Métal de base	Éléments ajoutés	Nom de l'alliage
Fer	Carbone < 2%	Acier
	Carbone entre 2 et 6%	Fonte
	Chrome (11 à 25%) + nickel (9 à 15%) + carbone (~ 0,1%) et autres éléments (~ 2%)	Acier inoxydable (inox)
Cuivre	Étain	Bronze
	Zinc	Laiton
	Argent	Billon
Aluminium	Silicium, cuivre, manganèse, magnésium, zinc, en proportions variables mais très faibles	Aluminium

I. 1.5 Métaux ferreux

I. 1.5. 1 Acier (et fonte)

Description

- L'acier est un alliage de fer auquel on ajoute du carbone pour en augmenter la dureté. Il est magnétique et s'oxyde (rouille) facilement en milieu humide.
- La fonte est un métal de même composition, avec un taux de carbone plus élevé. Elle est plus résistante à la corrosion, plus lourde et plus cassante que l'acier.

Utilisation

L'acier est à la base du développement industriel puisqu'il permet notamment de fabriquer les machines. Il est utilisé dans les secteurs suivants:

- Machines industrielles
- Construction (armatures de béton, poutrelles – 7500 tonnes pour la Tour Eiffel)
- Transports (trains, automobiles, bateaux).
- Armement

Rouillant facilement, l'acier «simple» n'est pas tellement utilisé dans les petits objets de la vie courante, qui sont plutôt fabriqués avec de l'acier inoxydable ou du fer-blanc.

La fonte est surtout utilisée pour mouler de grosses pièces (radiateurs «pleins», baignoires, plaques d'égout, mobilier urbain, etc.).

I. 1. 5. 2 Fer-blanc

Description

Le fer-blanc est une mince feuille ou bande d'acier doux, inférieure à 0,50 mm, recouverte d'étain pur sur ses deux faces (étamage). Il existe également du fer chromé, avec la même feuille ou bande d'acier, mais revêtue d'un film de chrome (épaisseur inférieure au micron).

En 2005, quelque 15200 tonnes (environ 2 kg/personne) d'emballages en tôle d'acier (boîtes de conserve) a été utilisées en Suisse, dont la moitié par le secteur de l'alimentation pour animaux ^[5].

Utilisation

- Boîtes de conserve (utilisation principale)
- Ustensiles de cuisine et plats
- Fil de fer enrobé pour éviter la corrosion.

I. 1. 5. 3 Acier inoxydable (ou inox)

L'acier inoxydable est un alliage de fer, de chrome (au moins 12%), de nickel, de carbone (au moins 2%) et d'autres éléments. Quand la surface du métal est en contact avec l'air, le chrome s'oxyde et forme une très fine couche invisible empêchant la corrosion en profondeur.

L'industrie produit un grand nombre de types d'aciers inoxydables différant par leur composition, leurs caractéristiques physico-chimiques (dureté, résistance à la corrosion, etc.) et leurs applications.

Utilisation de l'acier inoxydable

- Ustensiles de cuisine et plans de travail
- Quincaillerie de finition et horlogerie
- Articles industriels
- Transports (avions, trains, voitures)

I. 1.6 Classification des aciers et des fontes

Les aciers et les fontes sont les matériaux métalliques les plus utilisés dans les différentes branches de l'industrie. Un acier est un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est $\leq 2\%$. La fonte est aussi un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est $>2\%$. Selon leur usage, les aciers et les fontes, sont classés en plusieurs groupes.

I. 1.7 Classification des aciers

I. 1.7.1 Aciers de construction

Dans les groupes des aciers de construction, on trouve les aciers au carbone et les aciers alliés, destinés à la fabrication des éléments de machines, utilisés dans la construction des ouvrages d'art et des édifices. La teneur en carbone dans ce groupe d'aciers ne dépassent pas 0,5 à 0,6 %. Un acier de construction doit posséder en plus des bonnes propriétés mécaniques, de bonnes propriétés technologiques telles que se prêter bien au formage (laminage; forgeage, emboutissage, etc.), à l'usinage, au soudage, avoir une pénétration de trempe élevée et une faible aptitude aux déformations et aux tapures de trempe. Il existe des centaines de nuances d'aciers de construction. Les aciers de construction sont élaborés dans des fours martin (acides et basiques), dans des fours électriques ouverts et dans des convertisseurs à soufflage supérieur.

I. 1.7.2 Aciers de construction d'usage général (aciers au carbone)

Les aciers de construction au carbone forment deux classes, celles des aciers courants (ordinaires) et de qualité. D'après les conditions et le degré de désoxydation on distingue trois types de nuances.

I. 1. 7. 3 Les aciers calmés

Les aciers calmés sont obtenus par désoxygénation complète du métal dans le four puis dans une poche de coulée. Ces aciers contiennent une quantité minimale de protoxyde de fer en assurant ainsi une solidification « calme » du métal dans la lingotière, qui s'accompagne de diminution de volume. A la partie supérieure du lingot solidifié, se forme une retassure et une porosité dues au retrait éliminées par chauffage lors du laminage.

I. 1. 7. 4 Les aciers effervescents

Les aciers effervescents sont des aciers insuffisamment désoxygénés et qui contiennent une quantité non négligeable de FeO. Le métal est dit effervescent à cause des bulles de gaz CO qui se dégagent suite à la réaction de FeO avec le carbone du métal. Le grand nombre de bulles de gaz, empêche la formation d'une retassure. Les aciers effervescents sont moins coûteux car les rebuts de leur fabrication sont réduits au minimum. Ils possèdent une plasticité élevée et se prêtent bien à l'emboutissage à froid.

I. 1. 7. 5 Les aciers semi-calmés

Ce sont des aciers intermédiaires entre les aciers calmés et effervescents et trouvent aujourd'hui un emploi toujours plus large.

Partie II

Corrosion et Protection De l'Acier

Corrosion et protection de l'acier

I. 2.1 Introduction

La corrosion en phase aqueuse fait intervenir au moins les quatre phénomènes suivants : une oxydation du métal au niveau des sites anodiques, une réduction d'espèces en solution au niveau des sites cathodiques, une conduction ionique via l'électrolyte entre les deux sites pour l'acheminement des espèces, une conduction électronique au sein du métal pour le transfert des électrons entre les deux sites.

I. 2.2 Définition de la corrosion

La corrosion est la dégradation du matériau par réaction chimique ou électrochimique avec l'environnement. Il subit en effet une perte de matière progressive aux points de contact avec le milieu environnant.

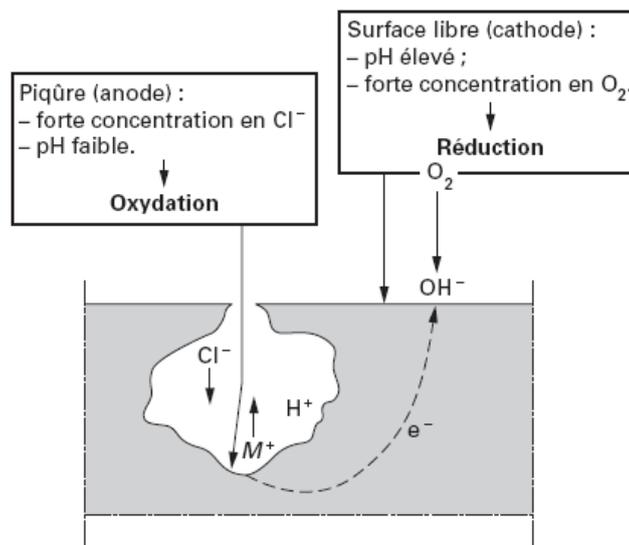


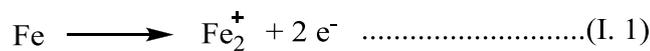
Figure I. 1 : Propagation d'une piqûre en milieu chloruré^[6].

Cette définition admet que la corrosion est un phénomène nuisible : elle détruit le matériau et réduit ses propriétés, ce qui le rend inutilisable pour une application prévue. L'étude de la corrosion et la protection des matériaux englobe donc aussi les phénomènes de dégradation dus aux sollicitations mécaniques et chimiques combinées. Parfois, selon l'utilisation, la corrosion est un phénomène souhaité. Elle réduit à leur état naturel un grand nombre de métaux et alliages abandonnés dans la nature. Certains procédés industriels font appel aussi à la corrosion. Par exemple l'anodisation de l'aluminium est une oxydation de la surface du métal pour former un film d'oxyde décoratif qui protège de la corrosion

atmosphérique, le polissage chimique ou électrochimique des métaux permet par dissolution (corrosion) du métal d'obtenir une surface lisse et brillante, l'absorption de l'hydrogène par l'acier est aussi considérée comme une réaction de corrosion. C'est pourquoi, la corrosion est définie généralement comme une réaction interraticale irréversible d'un matériau avec son environnement ^[7].

I. 2.3 Corrosion de l'acier

La corrosion électrochimique de l'acier peut être décrite de manière simplifiée, l'acier se dissout selon la réaction suivante :



Quand le fer se corrode, la vitesse est généralement contrôlée par la réaction cathodique, qui est beaucoup plus lente (contrôle cathodique).

En solution désaérée, la réaction cathodique est la suivante :



Cette réaction est assez rapide dans les acides mais elle est lente dans les milieux aqueux neutres ou basiques. La réaction cathodique peut être accélérée par l'oxygène dissous suivant la réaction suivante:



En ajoutant les équations (I-1) et (I-3) qui font intervenir la réaction:



On obtient l'équation (I-5)



L'hydroxyde ferreux, $\text{Fe}(\text{OH})_2$ compose la barrière de diffusion à l'interface métal solution à travers laquelle l' O_2 doit diffuser. Le pH de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ saturé est d'environ 9.5. La couleur de $\text{Fe}(\text{OH})_2$ bien que blanche quand il est pur, et normalement verte ou noir-vert à cause d'un début d'oxydation à l'air. La surface extérieure du film d'oxyde exposée à l'oxygène dissous, se transforme d'hydroxyde ferreux en hydroxyde ferrique hydraté ou en hydroxyde ferrique :



I. 2. 4 Bases électrochimiques de la corrosion des métaux

La corrosion des métaux est une réaction de nature électrochimique entre un métal (ou alliage) et une phase aqueuse. Elle se déroule suivant un processus électrochimique complexe lié à la structure atomique de la matière. Celle-ci est constituée de particules élémentaires porteuses de charge électrique, les ions et les électrons, et de particules électriquement neutres, les atomes et les molécules.

Dans le métal, il y a des atomes dont l'environnement électronique est constitué entre autres d'électrons libres capables de se déplacer à l'intérieur de celui-ci.

Dans la phase aqueuse, qui est une solution, on trouve :

- Des ions positifs (les cations) et des ions négatifs (les anions),
- Des molécules neutres, eau et composés divers non dissociés.

A l'interface métal-eau, il y a transfert de charges électriques entraînant des réactions électrochimiques (Figure I. 1).

- L'atome du métal s'oxyde sous forme d'ions M^{n+} libérés dans la phase aqueuse, créant ainsi à l'interface du métal un flux d'électrons dans le sens solution métal. Le courant d'oxydation anodique qui en résulte, i_a , est orienté dans le sens :



- L'ion ou la molécule de la phase aqueuse vient d'être réduit, c'est à dire capter des électrons du métal pour se transformer en une autre espèce chimique, crée ainsi un flux d'électrons à l'intérieur du métal dans.

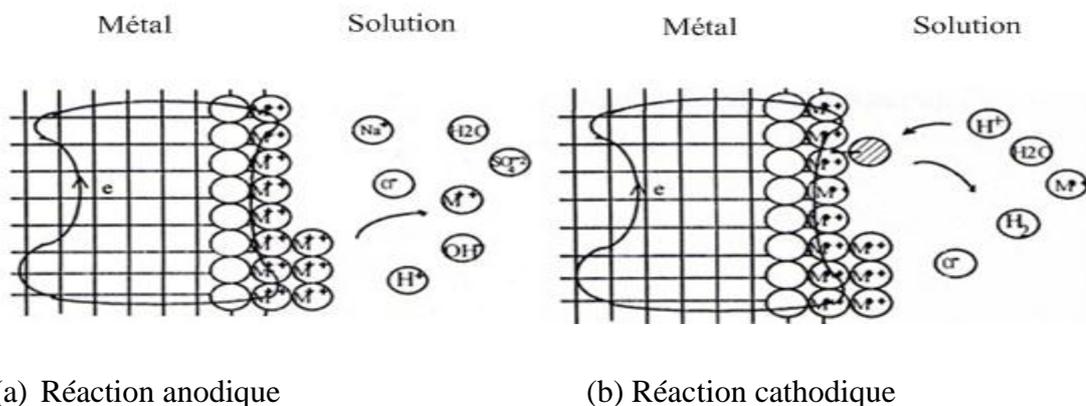
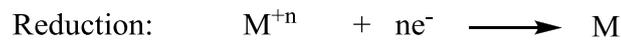
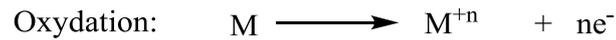


Figure I. 2 : Réaction électrochimiques à l'interface métal-solution ^[8].

I. 2.5 Mécanisme de la corrosion électrochimique

Une réaction d'électrochimique est une réaction mettant en jeu un transfert d'électrons entre deux processus appelés oxydation et réduction. L'oxydation correspond à une libération, ou perte d'électrons par une entité chimique, elle a lieu sur site anodique dit anode. La réduction est un gain d'électrons qui a lieu sur un site cathodique ou cathode.



La figure ci-dessus montre les zones anodiques et les zones cathodiques.

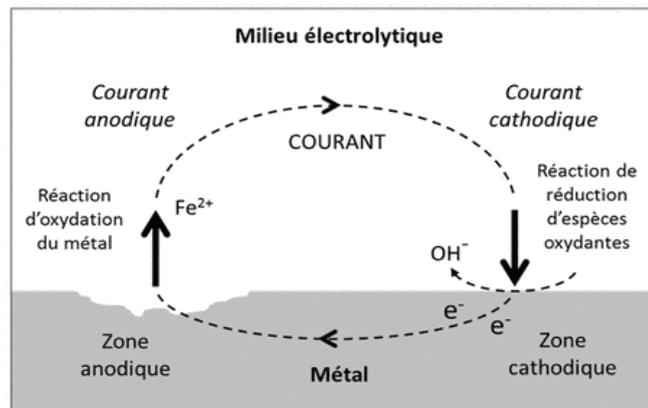


Figure I. 3: Principe général de la « pile de corrosion » (exemple pour l'acier au carbone) ^[9].

I. 2.6 Les facteurs de la corrosion

Les phénomènes de la corrosion dépendent d'un grand nombre de facteurs et ils peuvent être classés en quatre groupes principaux (tableau II.1) ^[10].

Tableau I. 2. les principaux facteurs de corrosion

Facteurs du milieu corrosif	Facteur métallurgique	Facteur définissant les conditions d'emploi	Facteurs dépendant du temps.
Concentration du réactif	Composition de l'alliage	Etat de surface	Vieillessement
Teneur en oxygène	Procédés d'élaboration	Forme des pièces	Tensions mécaniques

pH du milieu	Impuretés	Emploi d'inhibiteur	Modification des revêtements protecteurs.
Pression	Traitement thermique	Procédés emballage	

I. 2.7 Nature de l'électrolyte

L'utilisation de sels complexe donne dépôts très cohérents et qui adhèrent bien au métal. L'expérience a montré que l'électrolyse de sels complexe donne des dépôts de meilleure qualité que ceux obtenus avec les sels simples. Ainsi, le dépôt d'argent réalisé en électrolysant une solution d'un sel simple (par exemple, le nitrate d'argent AgNO_3) est formé de longues aiguilles et est peu consistant alors qu'avec des solutions cyanurées, le dépôt est très compact et très adhérent. Les cristaux sont alors petits.

Les dépôts de fer obtenus à partir d'une solution chlorhydrique sont plus grossiers que ceux obtenus à partir d'une solution sulfurique ^[8].

I. 2.8 Conductibilité de l'électrolyte

L'addition d'électrolytes indifférents, c'est-à-dire qui ne prennent pas part au processus électrolytique mais permettant de diminuer la résistance de l'électrolyte, est souvent intéressante. La tension appliquée à la cellule peut être plus petite dans ce cas et, de ce fait, l'énergie consommée est plus faible ^[11].

I. 2.9 Le pH du bain

Il joue également un rôle important. Dans des bains de nickelage, un pH trop grand donne un dépôt mat. Pour éviter ces inconvénients, les solutions d'électrolytes sont maintenues à un pH constant par addition de substance tampons. Cela permet d'éviter les modifications de qualité du dépôt qui résulteraient des variations de l'acidité ^[12].

I. 2.10 Température

Deux effets opposés peuvent être prévus. Si la température du bain augmente, la vitesse de diffusion des ions et la conductibilité du bain croissent aussi, cela accélère le processus de micro cristallisation. Dans les processus de l'inhibition de corrosion des métaux, le facteur de température joue un rôle très important. I.O. Arukalam ^[13] a trouvé

que l'efficacité inhibitrice varie proportionnellement avec la température (Figure. I. 33), tan disque F.S. de Souza et coll ^[14] ont trouvé le contraire (Figure I. 5).

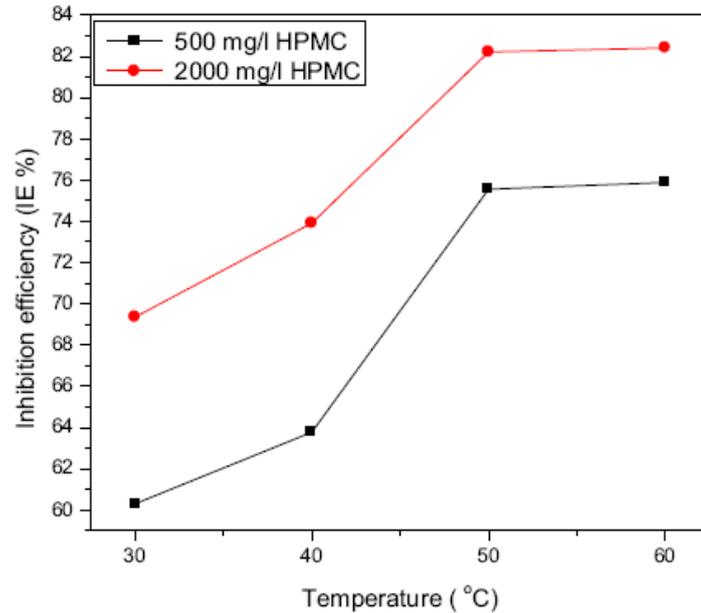


Figure I.4. Evolution de l'efficacité d'inhibition de la corrosion de l'acier doux en fonction de la température en H_2SO_4 0,5, en l'absence et en présence de différentes concentrations de HPMC

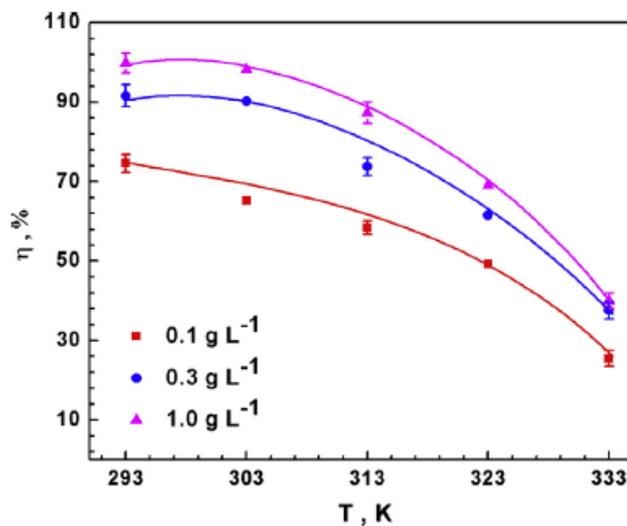


Figure I.5. La variation de l'efficacité de l'inhibition de la température de 20 à 60°C ^[14].

Références bibliographiques

- [1] : BELLOUFI Abderrahim, comportement à la corrosion d'un acier doux, dans un milieu à différents PH, en présence de ZnCl_2 , mémoire de magister. UV hadj lakhdar de batna – 08 décembre 2010.
- [2] : Henri Godfroid, *Métallurgie pour mécaniciens : Propriétés générales des alliages, leur traitement thermique*, Paris, La Chapelle-Montligeon, Impr. de Montligeon, coll. « Société de publications mécaniques », 1950 (réimpr. 1959), In-8° (240 × 160), 378 p., fig., pl. 2 000 fr. [D. L. 4455] (Notice [BnF](#) n° [FRBNF32174558x](#)) (notice [BnF](#) n° [FRBNF321745598](#))
- [3] : J. Barralis et G. Maeder, *Précis de métallurgie*, Paris, Afnor, Nathan, 1991, 4^e éd. (ISBN 978-2-09-194017-5).
- [4] : J.-L. Fanchon, *Guide des sciences et technologies industrielles*, Paris, Afnor, Nathan, 2010 (ISBN 978-2-09-178761-9 et 2-12-494112-7, OCLC 47854031, [présentation en ligne](#)), p. 161-166
- [5] : Guide des achats professionnels responsables matériaux et substances l'acier.
- [6] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade, *Métallurgie, du minerai au matériau*, Paris, Dunod, 2002, 2^e éd. (ISBN 978-2-10-006313-0), p. 8-10, 150-186, 617-623, 651, 654-661, 681-700, 744-752
- [7] : H.El bakouri. Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier doux au carbone en milieu acide orthophosphorique par un antibiotique organique. Mémoire pour du DESA. Université Mohammed 1 – oujda.
- [7] : GUETTOUCH SAMIRA, Mémoire de Magister "Récupération du Sulfarlem et synthèse de leurs dérivés en vue d'application dans l'inhibition de la corrosion" (2003). Université d' Ouargla.
- [8] : Zain T et Sailaà A, Etude de l'efficacité inhibition de l'aminotriazole (ATA) vis-à-vis la corrosion du cupro-nickel (90-10) en solution (Na^+, Cl^-) 3% ,pp. 10-12 ,pp.20-21,(2011).
- [9] :
- [10] : KHOUKHI. F, Etude de l'efficacité de deux inhibiteurs de corrosion dans les milieux multiphasiques (Eau, huile et gaz), (2008).
- [11] : Conway. B et Bockris. J, *Electrochemical Acta*, 3, p.340,(1961).
- [12] : Landolt. D, *Corrosion et Chimie de Surfaces des Métaux*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, lausanne, (1993).

[13] I.O. Arukalam, Durability and synergistic effects of KI on the acid corrosion inhibition of mild steel by hydroxypropyl methylcellulose, Carbohydrate Polymers 112 (2014) 291–299

[14] F.S. de Souza, A. Spinelli, Caffeic acid as a green corrosion inhibitor for mild steel, Corrosion Science 51 (2009) 642–649.

Chapitre II

Les Inhibiteurs De Corrosion

Partie I

Différents Types Des Inhibiteurs De Corrosion

Différents types des inhibiteurs de corrosion

II. 1. Introduction

Plusieurs méthodes sont disponibles pour empêcher ou retarder la corrosion des matériaux métalliques, l'utilisation des inhibiteurs est l'une des meilleures techniques qui assure leur protection lorsqu'ils sont en contact avec des milieux très agressifs tel que le milieu acide chlorhydrique. Les huiles et les extraits de plantes sont devenus une source d'inhibiteurs, écologiques qui garantissent une efficacité élevée à un prix moins cher. Ces types d'inhibiteurs ne contiennent ni des métaux lourds, ni des composés toxiques et ils sont biodégradables. Cette revue présente une synthèse de la majorité des contributions publiées dans la littérature au cours de ces dix dernières années, sur l'utilisation des huiles et des extraits de plantes comme inhibiteur de corrosion dans le milieu acide chlorhydrique.

II. 2. Définition d'un inhibiteur de corrosion

La définition d'un inhibiteur de corrosion n'est pas unique, néanmoins celle retenue par la National Association of Corrosion Engineers (NACE) est la suivante : un inhibiteur est « une substance qui retarde la corrosion lorsqu'elle est ajoutée à un environnement en faible concentration »^[1].

II. 3. Propriétés

Un inhibiteur de corrosion doit abaisser la vitesse de corrosion du métal tout en conservant les caractéristiques physico-chimiques de ce dernier. Il doit être non seulement stable en présence des autres constituants du milieu, mais également ne pas influencer sur la stabilité des espèces contenues dans ce milieu. Un inhibiteur est définitivement reconnu comme tel s'il est stable à la température d'utilisation et efficace à faible concentration.

Il peut être utilisé en vue d'une protection permanente (surveillance primordiale du dispositif) ou plus couramment en vue d'une protection temporaire : durant une période où la pièce est particulièrement sensible à la corrosion (stockage, décapage, nettoyage,...) ou encore lorsque la pièce est soumise à des usinages très sévères comme le perçage, taraudage, forage, filetage^[2].

II. 4. Utilisations

Les inhibiteurs ont plusieurs domaines d'application :

- Le traitement des eaux (eaux sanitaires, eaux des procédés industriels, eaux de

chaudières, etc.

- L'industrie du pétrole : forage, extraction, raffinage, stockage et transport, dans cette industrie. L'utilisation des inhibiteurs de corrosion est primordiale pour la sauvegarde des installations ;
- Les peintures où les inhibiteurs de corrosion sont des additifs assurant la protection anticorrosion des métaux ^[3].

II. 5. Fonctions essentielles d'un inhibiteur de corrosion

D'une manière générale un inhibiteur doit :

- Abaisser la vitesse de corrosion d'un métal, sans en affecter les caractéristiques physico-chimiques, en particulier la résistance mécanique (par exemple, risque de fragilisation par l'hydrogène en milieu acide).
- Etre stable en présence des autres constituants du milieu, en particulier vis-à-vis des oxydants.
- Etre stable aux températures d'utilisation.
- Etre efficace à faible concentration.
- Etre compatible avec les normes de non-toxicité.
- Etre peu onéreux ^[4]

II. 6. Les classes d'inhibiteurs de corrosion

On peut classer les inhibiteurs de plusieurs façons :

- Par domaines d'application (la formulation des produits : inhibiteurs organiques ou minéraux).
- Par mécanisme réactionnel (les mécanismes d'interface et principes d'action (adsorption et / ou formation d'un film).
- Par réaction partielle (les mécanismes d'action électrochimique : inhibiteurs cathodique, anodiques ou mixtes) ^[5].

II. 6. 1 Nature des molécules de l'inhibiteur

II. 6. 1. 1 Les inhibiteurs organiques

Les molécules organiques sont promises à un développement plus que certain en terme 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 ^[23]. 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 : La radicale amine (-NH₂), Le radical mercapto (-SH), le radical hydroxyle (-OH), et le radical carboxyle (-COOH).

A. Kosari et coll.^[6] ont utilisé les deux molécules, Pyridine-2-thiol et 2-Pyridyl disulfide pour l'inhibition de la corrosion de l'acier.

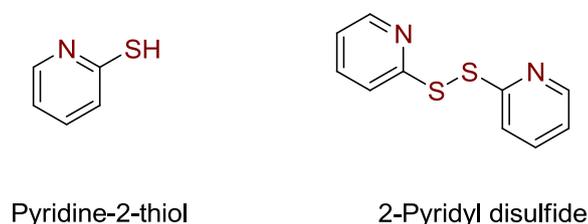


Figure II. 1 : Les structures chimiques de pyridine-2-thiol et de 2-pyridyl disulfide

Djamel Daoud et coll.^[7] ont utilisé la base de chiffe pour l'inhibition de la corrosion de l'acier.

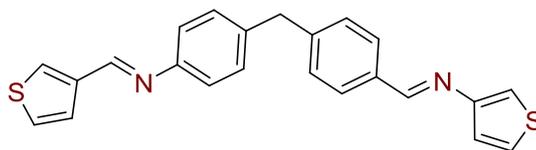
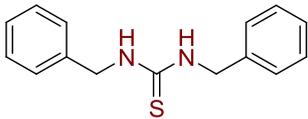
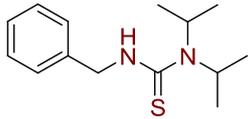
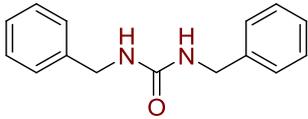


Figure II. 2 : Structure chimique d'une base de chiffe de thiothène

V.V. Torres et coll.^[8] ont utilisé des composés comportent (tableau II. 1) des atomes d'azotes, des atomes de soufre, et des atomes d'oxygènes ainsi que le cycle aromatique qui a un rôle aussi très important pour l'inhibition de la corrosion des métaux.

Tableau II. 1 : Structure chimique et les noms de thio-urée et urée étudiés

Structure	Nom du composé
	1,3-Dibenzylthiourea
	1-Benzyl-3-diisopropylthiourea
	1,3-Dibenzylurea

II. 6. 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^[2].

II. 6. 1. 3 Les inhibiteurs de corrosion : huiles et extraits de plantes

Les huiles et les extraits sont obtenus des différentes parties d'une plante : des feuilles, des graines, des écorces, des racines ou d'autres structures spéciales. Leur composition est complexe, puisqu'elle est constituée d'un mélange de composés qui appartiennent aux différentes classes de la chimie organique, telle que les phénols, les hydrocarbures, les alcools, les aldéhydes, les cétones.

La composition d'une même espèce peut varier selon la localisation géographique, les conditions climatiques, la période de récolte, la partie de la plante utilisée.

Ostovari et coll^[9] ont étudié l'action inhibitrice de l'extrait de henné et de ses principaux constituants sur l'inhibition de la corrosion de l'acier doux a été étudiée par. L'efficacité d'inhibition maximale (92,06%) est obtenue à 1,2 g / l



Figure II. 3 : Les structures chimiques des principaux constituants de l'extrait de henné

Ainsi que, Torresa et coll^[10] ont étudié l'action inhibitrice de l'extrait du café moulu sur sur l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone dans une solution de 1M de HCl

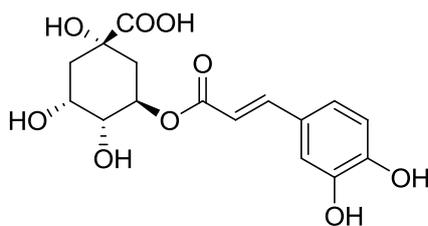


Figure II. 4 : Structure chimique de l'acide 5-caffeoylquinoïque

L'extrait de feuilles d'Olivier (*Olea europaea* L.) a été utilisé comme inhibiteur de corrosion de l'acier au carbone dans milieu d'acide sulfurique 1M. Les principaux composés de cette plante sont les suivants [11].

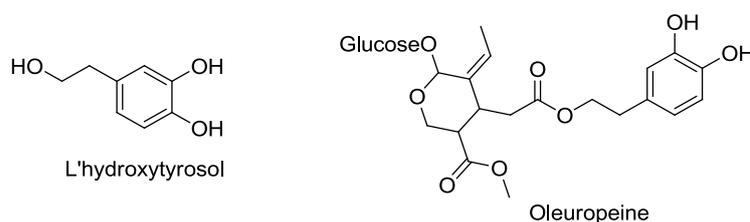


Figure II. 5 : Les structures chimiques des principaux constituants de l'extrait de feuilles d'Olivier

II. 6. 2 Pouvoir protecteur

Quel que soit le mécanisme avec lequel agit l'inhibiteur, le pouvoir protecteur de ce dernier caractérise le ralentissement de la corrosion, c'est-à-dire la diminution du courant de corrosion (ou la vitesse de corrosion).

Le pouvoir protecteur d'un inhibiteur s'exprime par l'équation suivante [20]

$$\text{Pouvoir protecteur \%} = \frac{(i_{corr} - i_{corr}^{inh})}{i_{corr}} \cdot 100$$

i_{corr} et i_{corr}^{inh} représentent respectivement les courants de corrosion en l'absence et en présence d'inhibiteur. Il est possible d'accéder aux valeurs des courants de corrosion de manière expérimentale, en utilisant des techniques électrochimiques [2].

II. 6. 3 Méthodes d'étude des inhibiteurs de corrosion

Les méthodes d'étude des inhibiteurs de corrosion sont celles de la corrosion d'une manière générale, qu'elles soient électrochimiques ou non. Il faut distinguer entre essai à réaliser :

- a) Sur une surface métallique propre,
- b) Surface déjà recouverte par des produits de corrosion.

La plupart des essais électrochimiques de laboratoire sont en général très difficiles à reproduire, dans des milieux artificiels par suite de la formation d'une couche de produits identique à celle formée dans des milieux naturellement.

Les essais dans les conditions (b) peuvent cependant s'avérer indispensables quand il s'agit d'utiliser l'inhibiteur pour stopper un processus de corrosion déjà établi.

II. 6. 3. 1 Mesure du potentiel de corrosion

Cette technique consiste à mesurer le potentiel de l'électrode de travail en fonction du temps d'immersion.

Elle indique le type d'inhibiteur (anodique ou cathodique) suivant le sens de déviation du potentiel par rapport au potentiel mesuré en absence d'inhibiteur. Si l'inhibiteur est à caractère mixte, aucune indication n'est donnée par la faible variation de potentiel^[5].

II. 6. 3. 2 Tracé des courbes stationnaires intensité-potentiel

Il permet de confirmer les indications données par l'évolution du potentiel de corrosion et de les préciser en distinguant l'influence de l'inhibiteur sur chacune des réactions élémentaire anodique et cathodique de l'électrode de travail.

L'interprétation de la courbe $I = f(E)$ doit être faite en tenant compte des possibilités suivantes : Les conditions d'adsorption de l'inhibiteur à la surface peuvent être modifiées par une polarisation croissante de l'électrode : le taux de recouvrement peut varier avec le potentiel appliqué.

- Le courant de corrosion mesuré en présence d'inhibiteur est rapporté à la surface géométrique de l'échantillon et ne donne pas nécessairement la densité de courant de dissolution réelle du métal^[12].

II. 6. 3. 3 Mesure de la résistance de polarisation linéaire

Elle consiste à réaliser un balayage de potentiel au voisinage du potentiel de corrosion de l'électrode de travail. Cette méthode est rapide et particulièrement adaptée à l'étude de l'efficacité inhibitrice de molécules dont l'effet n'est pas connu. Sa validité doit être vérifiée avec soin pour chaque système étudié. Elle peut également permettre un suivi, dans le temps, du comportement de l'inhibiteur^[13].

II. 6. 4 Conclusion

Les inhibiteurs de corrosion constituent un moyen de protection contre la corrosion métallique. Ils présentent l'originalité d'être le seul moyen d'intervention sur le milieu corrosif. Le contrôle de la corrosion devient facile à mettre en œuvre et peu onéreux.

Chaque cas de corrosion reste cependant un cas particulier, et il est nécessaire de connaître les données de base de fonctionnement de ces inhibiteurs, leur limites d'utilisation, leur toxicité particulière, pour pouvoir les utiliser avec une marge suffisante de sécurité.

Partie II

Généralité Sur Le Fenugrec

Ou *Trigonella foenum-graecum*

Généralité sur le fenugrec ou *Trigonella foenum-graecum*

II. 1. Introduction

Le fenugrec, *Trigonella foenum graecum*, du nom arabe l'helba, compte parmi les plus anciennes plantes médicinales et culinaires. Ses graines, grâce à leurs composés chimiques, se révèlent être d'une grande valeur alimentaire et présentent de multiples vertus phytothérapeutiques. Nos résultats montrent que le traitement prolongé de rats à l'extrait aqueux des graines du fenugrec, utilisé dans la pharmacopée traditionnelle marocaine, améliore le profil lipidique avec une baisse du cholestérol total (34 %), des triglycérides (32 %), du LDL-cholestérol (38 %) associée à une augmentation de HDL-cholestérol (36 %). Il facilite également la prise de poids chez les rats en permettant une augmentation de la masse musculaire, tout en limitant (voire en diminuant) l'excès de graisse. Le fenugrec stimule l'appétit et agit comme un anabolisant naturel en permettant une meilleure utilisation des apports nutritifs. Par ailleurs, l'étude macroscopique et histopathologique que nous avons menée sur le foie et le rein de rats traités au fenugrec ne montre aucun signe de cytotoxicité, ce qui suggère que la consommation de l'extrait aqueux des graines de cette plante n'aurait aucun effet néfaste sur le fonctionnement de l'organisme et serait sans danger pour la santé.

II. 2 Classifications

Nom scientifique : *trigonella foenum graecum*

Nom française : fenugrec

Nom arabe : halba ,holba.

Synonymes : trigonelle, sénégrain ^[14].

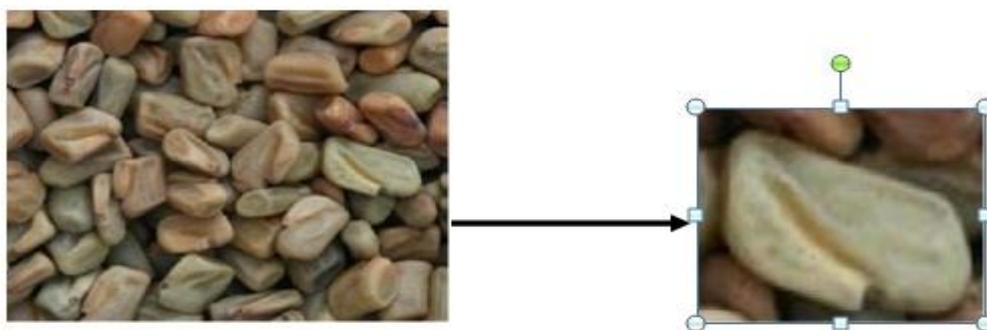


Figure II. 6: Graines de *Trigonella foenum-graecum* ^[15].

II. 3 Description

Le fenugrec, *Trigonella foenum-graecum*, est une légumineuse de la famille des Fabaceae. C'est une petite plante herbacée annuelle de 20 à 50 cm de haut, à fleurs jaunâtres ou blanches et aux feuilles composées de trois folioles, proches de celles du trèfle. Les fruits sont des gousses qui renferment dix à vingt graines à forte odeur caractéristique. Ces graines sont très dures, oblongues, anguleuses et de couleur brun clair.

II. 4 Culture

Le fenugrec apprécie les climats doux, non pluvieux. Il pousse à l'état sauvage en Afrique du nord et plus particulièrement dans les champs, les rocailles et les garrigues jusqu'à 1 000 m d'altitude. C'est une plante largement cultivée en Inde, en Chine, en Egypte, au Liban, en Argentine et en France dans les régions méditerranéennes.

II. 5 Historique

Le fenugrec compte parmi les plus anciennes plantes médicinales et culinaires de l'histoire de l'humanité. On se servait déjà de ses substances aromatiques dans l'Egypte des pharaons, environ 1 500 ans avant notre ère, pour embaumer les morts et purifier l'air des habitations et des lieux de culte. Mille ans après, le médecin grec Hippocrate le mentionne comme un remède apaisant. En plus de ses propriétés digestives, on lui attribuait le pouvoir de combattre les inflammations et de soulager les douleurs rhumatismales. Dès le VII^e siècle avant notre ère, on commença à la cultiver au Moyen-Orient, puis il fut introduit en Inde et en Chine. Il fut rapidement intégré à la pharmacopée ayurvédique et à la médecine traditionnelle chinoise.

II. 6 Propriétés physiques et chimiques de *trigonella foenum-graecum*

Le fenugrec est traditionnellement utilisé pour aider à stimuler le pancréas, donc à favoriser la digestion, l'appétit et la prise de poids. Il peut être utilisé dans le cas d'un amaigrissement, pour contribuer à réguler les sécrétions pancréatiques, notamment la sécrétion d'insuline, qui est souvent perturbée chez les personnes qui perdent involontairement du poids. Par son action régulatrice sur le taux d'insuline, le fenugrec contribue également à contrôler les taux de glucose et de cholestérol. Les saponines contenues dans le fenugrec se lient au cholestérol, entraînant l'excrétion de ce dernier hors de l'organisme. Le fenugrec participe par ailleurs à limiter la formation de plaquettes et de caillots sanguins. La graine de fenugrec aurait également d'autres propriétés, dont celles d'aider les personnes présentant une carence en fer, dont elle est riche. Elle aiderait aussi à

stimuler le métabolisme général et le système neuromusculaire, et aurait une action tonifiante.

Tableau II. 2 : Caractéristiques physiques et chimiques de trigonelline^[16]

Aspect:	Forme: Solide Couleur: Blanchâtre
Odeur:	Inodore
Changement d'état	Point de fusion: ~260°C Point d'ébullition: Non déterminé.
Point d'inflammation:	Non applicable.
Inflammabilité (solide, gazeux)	La substance n'est pas inflammable.
Danger d'explosion	Le produit n'est pas explosif.
Densité:	Non déterminée.
Solubilité dans/miscibilité avec	l'eau: Partiellement soluble
Autres informations	Pas d'autres informations importantes disponibles.

II. 7 Principaux constituants de *Trigonella foenum-graecum*

II. 7.1 Les alcaloïdes

Le terme alcaloïde a été introduit au début du XIX siècle pour désigner des substances naturelles réagissant comme des bases (alcalis)^[17].

Les alcaloïdes sont des composés chimiques complexes présentes dans de nombreuses plantes : café, thé..... qui présentent toujours une réaction basique. la plupart d'entre eux est toxiques. Néanmoins ils trouvent leurs applications en médecine^[18].

L'alcaloïde est une substance végétale azotée, de structure variable, douée d'une activité physiologique souvent intense, responsable d'effets toxiques et quelquefois utilisable à petites doses en thérapeutique^[19].

Dans les végétaux, les alcaloïdes existent sous forme de sels (citrate, tartrates, benzoate,...) ou sous forme d'une combinaison avec les tanins. Leur masse moléculaire variant de 100 à 900g/mol^[17].

les alcaloïdes se rencontrent surtout chez les plantes à fleurs, mais leur répartition est régulière : les monocotylédones, à l'exception des liliacées et les familles voisines, sont pauvres en alcaloïdes. Chez les dicotylédones, on les rencontre surtout chez pour les animaux herbivores et l'homme^[20].

Ce pourrait être des produits d'excrétion du métabolisme azoté, les alcaloïdes jouant chez les plantes le rôle de l'urée ou de l'acide urique chez les animaux. Ils pourraient également servir, dans certaines circonstances, de réserves d'azote.

On retiendra de toute façon leur toxicité bien que cela n'empêche pas l'adaptation de certains prédateurs : ainsi la belladone, toxique pour l'homme peut être broutée par un lapin, celui-ci possédant un enzyme hydrolysant la d'hyoscuamine en acide tropique et terpinol non toxique^[21].

Les alcaloïdes qui trouvent dans les grains de *Trigonella foenum-graecum* sont : Triméthylamine, Neurin, Trigonelline, Choline, Gentianine, Carpaine et Betain.

II. 7. 1. 1 La triméthylamine

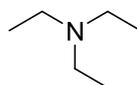


Figure II.7 : Formule chimique de la triméthylamine

La triméthylamine est un liquide mobile, incolore, à forte odeur ammoniacale (seuil olfactif : 0.5 ppm) .elle est miscible à l'eau aux températures inférieures à 18 °C, mais n'est que partiellement soluble à des températures supérieures (5.5 g/100 g d'eau à 30°C). Avec l'eau et dont le point d'ébullition est de 75 °C à pression atmosphérique.

Elle est miscible à l'éthanol et à l'oxyde de diéthyle, et soluble dans un grand nombre d'autres solvants organiques (alcools, cétones, éthers).

Tableau II.3 : Caractéristiques physiques de la triméthylamine^[22,23].

Masse molaire	Point de fusion	Point d'ébullition	Densité (D ²⁰ ₄)	Tension de vapeur
101.19	-115°C	89.5°C	0.7280	7.2 kPa à 20°C

II. 7. 1. 2 Carpaine^[24]

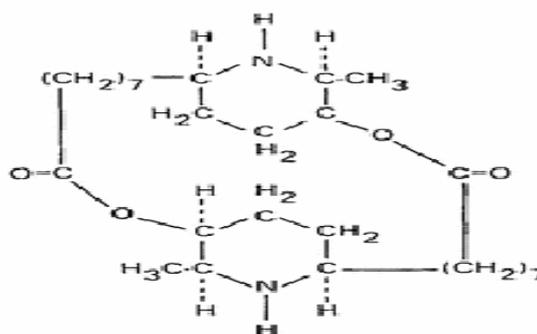


Figure II. 8 : Structure chimique de la Carpaine

II. 7. 1. 3 Trigonelline

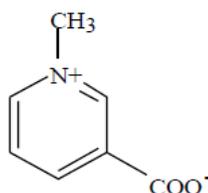


Figure II. 9 : Structure chimique de la Trigonelline

II. 7. 1. 4 Choline

La choline est un constituant essentiel de certains lipides des membranes cellulaires. Elle est présente en quantité importante dans le cerveau. La choline est nécessaire à la synthèse d'acétylcholine, molécule neuromédatrice (transfert d'information entre deux neurones). Elle joue également un rôle dans le transport des acides gras et du cholestérol au travers des membranes cellulaires. La choline n'a pas de toxicité connue. De fortes doses peuvent toutefois entraîner des nausées, des problèmes intestinaux et des diarrhées [24,25].

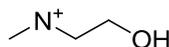


Figure II. 10 : Structure chimique de la Choline.

II. 7. 1. 5 Betaine

Le terme «bétaine » est utilisé pour désigner la glycine bétaine, mais également ses dérivés et un composé organique portant un azote quaternaire. La glycine bétaine est un petit composé amphotérique, très polaire qui agit comme osmoprotecteur chez les végétaux et agent protecteur du foie, du cœur et des vaisseaux chez l'homme [26].

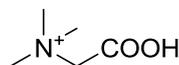


Figure II. 11 : Structure chimique de la Betaine

II. 7. 1. 6 Neurine

La neurine ou hydroxyde de triméthylvinylammonium est un alcaloïde présent dans le jaune d'œuf, le cerveau, la bile et les cadavres. Elle se forme lors de la putréfaction des tissus biologiques par déshydratation de la choline. Elle se présente sous la forme d'un liquide sirupeux toxique à l'odeur de poisson. Elle est instable et se décompose facilement en triméthylamine. Elle ne doit pas être confondue avec la neuridine (nom archaïque de la spermine), aussi présente dans le cerveau, mais non-toxique [27].

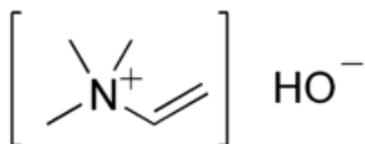


Figure II. 12 : Structure chimique de la Neurine

References bibliographiques

- [1] Nace glossary of corrosion terms, materials protection, Vol 4, n° 1, pp 79-80. **1965**
- [2] D. Nadir; R. Rabah. Introduction à la corrosion et aux inhibiteurs de corrosion. Edition: 1.03.4278. **2004**. Pages (6-7).
- [3] Hack H P., Taylor. D, Metals Handbook, Corrosion, Vol .13, Ohio: Metals Park, P.238, **1990**.
- [4] BELLOUFI Abderrahim, comportement à la corrosion d'un acier doux, dans un milieu à différents PH, en présence de $zncl_2$, mémoire de magister. UV hadj lakhdar de batna – 08 décembre **2010**.
- [5] R. Mehibil. Etude de l'efficacité inhibitrice de quelques nouveaux inhibiteurs, dits non polluants, sur la corrosion de deux types d'alliages d'aluminium. Magister **2008**. Université de Skikda.
- [6] A. Kosari, M.H. Moayed, A. Davoodi, R. Parvizi, M. Momeni, H. Eshghi, H. Moradi, Electrochemical and quantum chemical assessment of two organic compounds from pyridine derivatives as corrosion inhibitors for mild steel in HCl solution under stagnant condition and hydrodynamic flow, *Corrosion Science* 78 (**2014**) 138–150
- [7] Djamel Daoud, Tahar Douadi, Saifi Issaadi, Salah Chafaa, Adsorption and corrosion inhibition of new synthesized thiophene Schiff base on mild steel X52 in HCl and H₂SO₄ solutions, *Corrosion Science* 79 (**2014**) 50–58
- [8] V.V. Torres, V.A. Rayol, M. Magalhães, G.M. Viana, L.C.S. Aguiar, S.P. Machado, H. Orofino, E. D'Elia, Study of thioureas derivatives synthesized from a green route as corrosion inhibitors for mild steel in HCl solution, *Corrosion Science* 79 (**2014**) 108–118
- [9] J.-L. Fanchon, Guide des sciences et technologies industrielles, Paris, Afnor, Nathan, 2010 (ISBN 978-2-09-178761-9 et 2-12-494112-7, OCLC 47854031, présentation en ligne), p. 161-166
- [10] 72. Torresa, V.V., Amado, R.S., Faia de Sá, C., Fernandez, T.L., Riehl, C.A. da S., Torres, A.G., D'Elia, E., *Corrosion Science*, 53, , 2385–2392, **2011**.
- [11] El-Etre, A.Y., *Applied Surface Science*, 252, 8521–8525, **2006**.
- [12] GROSGOGÉAT. B, COLON. P, la Corrosion Societe Francophone de Biomateriaux Dentaires, **2009-2010**.
- [13] KHOUKHI. F, Etude de l'efficacité de deux inhibiteurs de corrosion dans les milieux multiphasiques (Eau, huile et gaz), **2008**.

- [14] Conway. B et Bockris. J, *Electrochemical Acta*, 3, p.340, **1961**.
- [15] Zakanda F. Nsimba , Michel Paquot , Lelo G. Mvumbi , Magali Deleu, Les dérivés tensioactifs de la glycine bêtaïne : méthodes de synthèse et potentialités d'utilisation.p.737, **2010**.
- [16] Fiche de données de sécurité selon Règlement (CE) No. 1907/2006, p.3. **2011**.
- [17] Bruneton J., *Pharmacognosie, Phyto-chimie, Plantes médicinales*, troisième Edition. lavoisistec dec, Paris. P. 915. **1999**.
- [18] Baba aissa F., *Encyclopédie des plantes utiles d'Algérie* .Edition librairie moderne Rouiba .Algérie, P.368, **1999**.
- [19] Debelmas AM et Delaveau P., *Guides des plantes dangereuses*, Edition Maloine S. A .2 édition .France , P .200, **1983**.
- [20] Guinard J., *Abrégé de biochimie végétale* .Edition Masson, Paris, P.255. **1996**.
- [21] Guinard. J, cosson .L et Hery. M., *Abrégé de photochimie*. Edition Masson. Paris, P. 224. **1985**.
- [22] Triéthylamine – Fiche de données de sécurité. Paris – La Défense, Atochem. **1988**.
- [23] KUHN R., BIRETT K. –Merkblätter gefährliche Arbeitsstoffe. Lech. Verlag Moderne Industrie, **1981**, Blatt N° T16.
- [24] Fortisource, <http://63.236.6.35/frt/monographs/profmono.asp>
- [25] Apports nutritionnels conseillés pour la population française, 3^{ème} édition, CNERNA-CNRS, **2001**.
- [26] Landolt. D, *Corrosion et Chimie de Surfaces des Métaux*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, lausanne, **1993**.
- [27] (en) « Neurine » sur ChemIDplus, consulté le 30 juin **2013**

Chapitre III

Procédure Expérimentale

Procédure Expérimentale

III. 1 Introduction

Les plantes sont connues depuis longtemps dans plusieurs domaines spécialement les plantes médicinales, qui sont riches en alcaloïdes et les flavonoïdes. Le fenugrec (*Trigonella foenum graecum*) est une plante beaucoup utilisé dans la médecine traditionnelle, et récemment a été utilisé dans la chimie verte comme inhibiteur de corrosion. En effet, dans notre travail on utilise l'extrait brut de *Trigonella foenum graecum* pour étudier l'effet inhibiteur de corrosion de l'acier en utilisant la technique potentiostatique afin de déterminer les concentrations optimales pour chaque température.

III. 2 Conditions expérimentales

L'extrait brut de trigonella est un liquide jaune visqueux, la solution inhibitrice est obtenue en mettant 1g de l'extrait brut dans un litre d'eau distillée pour avoir une solution de 1000ppm. Les autres solutions sont préparés par dilution à partir de 1000ppm.

La solution corrosive est une solution de HCl 1N, obtenue par dilution de l'acide commerciale concentré à 37% avec de l'eau distillée. Le milieu d'essai est préalablement aéré pendant une heure de travail.

Tableau III. 1: Le matériau utilisé est un acier au carbone de composition^[1]

Acier	C	Mn	Si	S	P	Al	Cu	Cr	Ni	Mo	N
I1	0,61	21,5	0,49	0,001	0,016	0,003	0,02	0,053	0,044	0,009	0,01
I2	0,68	22,8	0,17	0,001	0,004	0,005	0,005	0,005	0,005	0,01	0,003
R1	0,19	1,9	0,33	0,003	0,03	0,025	0,019	0,02		0,09	
R2	0,20	1,7	1,6	0,003	0,080	0,050	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001

Les échantillons d'acier sont préparés, avant immersion dans les solutions, par un polissage mécanique puis on en continue au papier abrasif de granulométrie décroissante allant jusqu'à 4000, puis ils sont rincés à l'eau distillée.

Le dispositif expérimental utilisé pour le tracé des courbes de polarisation et l'ensemble Potentiostat / Galvanostat PGP 201 associé au logiciel «VoltaMaster1»

Les courbes intensité-potentiel sont obtenues en mode galvanostatique du -750 mV à -1000 mV pendant 40 min, avec une vitesse de balayage de 10 mV/mn.

nous avons utilisé une cellule à trois électrodes à double paroi. L'électrode auxiliaire est une électrode de platine. L'électrode de référence est une électrode au calomel saturée (ECS). L'électrode de travail est sous forme d'un disque de surface 0.33cm^2 , de masse atomique 55.85g/mol et de densité de 7.86 avec une valence de 3 .

III. 3 Préparation de la surface

Puisque la corrosion est un phénomène interfacial entre le métal et son environnement, alors l'état de surface joue un rôle très important dans le comportement du métal vis-à-vis de la corrosion. La préparation de surface de l'échantillon a été effectuée en utilisant le matériel suivant: Une polisseuse mécanique et du papier abrasif.

III.4. Polissage de l'échantillon pour la méthode potentiostatique

L'opération de polissage a été effectuée avec du papier abrasif de différentes granulométries: 180 , 400 , 600 et 1000 . Ensuite, la pièce a été rincée avec de l'eau distillée et l'acétone.

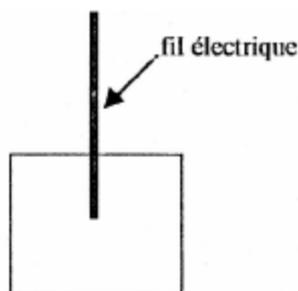


Figure III.1 Echantillon utilisé dans la technique potentiostatique.

III. 5 Préparation des solutions

III. 5. 1 Préparation d'une solution d'acide chlorhydrique

La préparation de la solution électrolytique ou corrosive (1N HCl) a été obtenue en brassage 40.64ml HCl par ordre concentré dans un 500ml d'eau distillée. L'électrolyte obtenu a été stocké dans de fiole jaugée.

III. 5. 2 Préparation de solution l'inhibitrice

III. 5. 2. 1 Méthodes générales d'extraction

La première méthode générale d'extraction consiste à traiter directement la poudre végétale par une base qui libère les alcaloïdes présents. Ensuite, par épuisement du milieu au moyen d'un solvant organique approprié, l'on obtient une extraction qui, après évaporation du solvant donne l'alcaloïde brut. Ce dernier sera soumis enfin à différentes techniques de purification ou de fractionnement quand il s'agit d'un bloc alcaloïdique.

Des techniques de purification réalisent de nouveau formation de sels solubles dans l'eau ; elles mettent à profit des caractères différentiels de solubilité des divers sels. L'opération finale, est la libération de l'alcaloïde par une base.

La deuxième méthode générale d'extraction traite la poudre Végétale directement par de l'eau ou de l'alcool acidulé.

Les alcaloïdes vont passer alors dans le solvant sous forme de solution de sels d'alcaloïdes.

Par concentration de la solution, l'on obtient un extrait qui pourra être soumis à plusieurs types de traitement :

- un premier type de traitement est la libération de l'alcaloïde par un alcali, suivie de l'épuisement par un solvant organique
- un deuxième type de traitement est la précipitation directe de l'alcaloïde à partir de la solution de sel par l'action d'une base, suivie de la séparation par filtration et de la dessiccation du précipité d'alcaloïde.
- un troisième type de traitement est la séparation de l'alcaloïde par chromatographie sur colonne : cette séparation réalise dans un premier temps le passage de la solution sur une résine échangeuse d'ions (résine anionique) qui fixe la base. Dans un deuxième temps, l'alcalinisation de la résine libère l'alcaloïde qui sera déplacé par un solvant organique approprié.

Dans le cas de blocs alcaloïdiques, l'élution à des pH variables permet un fractionnement des différents constituants.

Il convient de signaler aussi que d'autres traitements comme la précipitation sous forme de complexes métalliques permettent tout l'isolement des alcaloïdes ^[2].

III. 5. 2. 2 Méthode spécialités

Pour les alcaloïdes volatils l'extraction est réalisée par traitement de poudre végétale par de la soude en présence d'éther. En effet, l'élimination de l'éther par évaporation à basse température donne une extraction qui est soumise à la distillation à la vapeur, l'alcaloïde volatil, comme dans le cas de la nicotine, est alors entraîné par la vapeur.

Pour les alcaloïdes donnant des combinaisons avec les bases fixes en raison de la présence d'une fonction phénol, il ne se produit pas de précipitation avec les bases : les phénolates restent solubles dans l'eau.

- Dans le cas de la morphine, l'extraction est réalisée, à partir de la poudre d'opium traitée par du lait de chaux, la fonction d'une combinaison calcique soluble.

L'action de l'acide chlorhydrique donne une solution de chlorhydrique qui est purifiée par traitement au chlorure de calcium.

Après concentration, la préparation sélective de la morphine seule est réalisée par action de l'ammoniaque.

- Dans le cadre de la néphéline, la séparation sélective part de la solution extractive de sulfate d'alcaloïde. L'action de l'ammoniaque en présence d'éther donne une solution étherée d'alcaloïde.

Après concentration, l'action de la soude en présence de solvant organique donne d'une part une solution organique d'alcaloïde des non phénolique et d'autre part une solution aqueuse alcaline renfermant la néphéline que l'ion pourra précipiter par neutralisation^[2].

III. 5. 2. 3 Extraction de l'extrait brut de fenugrec

Les grains de la plante fenugrec (*Trigonella foenum graecum*), séchés puis broyés sous forme de poudre. 5 g de ce dernier est avec 100 ml d'éthanol au bain-marie (distillation) pendant 4 heures (figure III.2. A). après cela la filtration de la solution (papier filtre) (figure III.2.B). Puis vaporiser la solution (rota vapeur) (figure III.2.C), obtention du résidu il est l'extrait brut (figure III.2.D).



(A)

(B)

(C)

(D)

Figure III. 2 : Méthode d'extraction : (A) : macération(ou distillation), (B) : filtration, (C) : vaporisation, (D) : l'extrait brut

III. 5 .2.4.Solution inhibitrice

Dans un ballon de 400 ml de solution HCl 1N (32.48ml) on introduit 0.4g de l'inhibiteur de l'extrait brut de fenugrec pour obtenir 1000 ppm de solution mère. Ainsi on préparer des différentes concentrations de l'inhibiteur par dilution de la solution mère : 100ppm ; 200ppm ; 300ppm ; 500ppm ; 700ppm ; 1000ppm par rapport à la solution mère et la solution électrolytique.

III. 6 Etude de l'effet inhibiteur de l'extrait brut sur la corrosion de l'acier au carbone

III. 6. 1 Etude de corrosion par potentiostatique

La méthode potentiostatique est une méthode électrochimique qui permet de prédire et d'évaluer les processus de corrosion. La polarisation anodique dans les tests potentiostatique est utilisée pour accélérer la vitesse de corrosion des métaux. L'orsqu'un courant est appliqué, le débit des réactions anodique et cathodique change de manière à amener la différence de potentiel à la même valeur que celle du courant appliqué. Le potentiel varie du potentiel de corrosion naturel fixe à une nouvelle valeur. Cette différence de potentiel favorise les réactions d'oxydo-réduction. Cette méthode est extrêmement utile pour étudier le phénomène de corrosion, elle est basée sur le fait que dans le domaine compris entre 10 mV et 20 mV autour du potentiel de corrosion (E_{corr}), ce dernier varie linéairement avec le courant appliqué ^[4]. En général, cette technique a été utilisée pour étudier l'efficacité de l'inhibiteur.

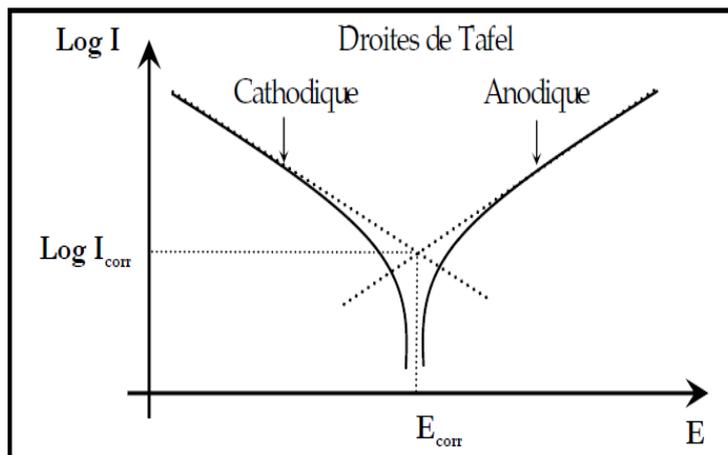


Figure III.3 : Courbe courant – tension donnant les droites de Tafel

III. 6. 2 Description et principe de fonctionnement de l'appareillage

Cette technique nécessite le matériel de laboratoire suivant:

Un appareil potentiostat/ galvanostat assisté par un microordinateur et avec un logiciel pour le trace des courbes de Tafel. L'appareil connecté à une cellule électrochimique thermostaté avec trois électrodes :

- Electrode de travail en acier au carbone
- Electrode de référence au calomel saturé.
- Electrode auxiliaire en Platine.

L'électrode de travail (acier), l'électrode de référence (calomel saturé) et l'électrode auxiliaire (platine) sont immergées dans une solution électrolytique et connectées à un Potentiostatique, qui est une source de courant dont le rôle principal est de maintenir le potentiel constant entre l'électrode de travail et l'électrode de référence au moyen d'un amplificateur. L'ensemble est lié à un micro-ordinateur muni d'un logiciel (Volatalb 4) permettant le tracé des courbes $E = f(I)$ et $E = f(\log i)$, et détermine ainsi le taux de corrosion en (mm / an) et la vitesse de corrosion en (A/ cm²).

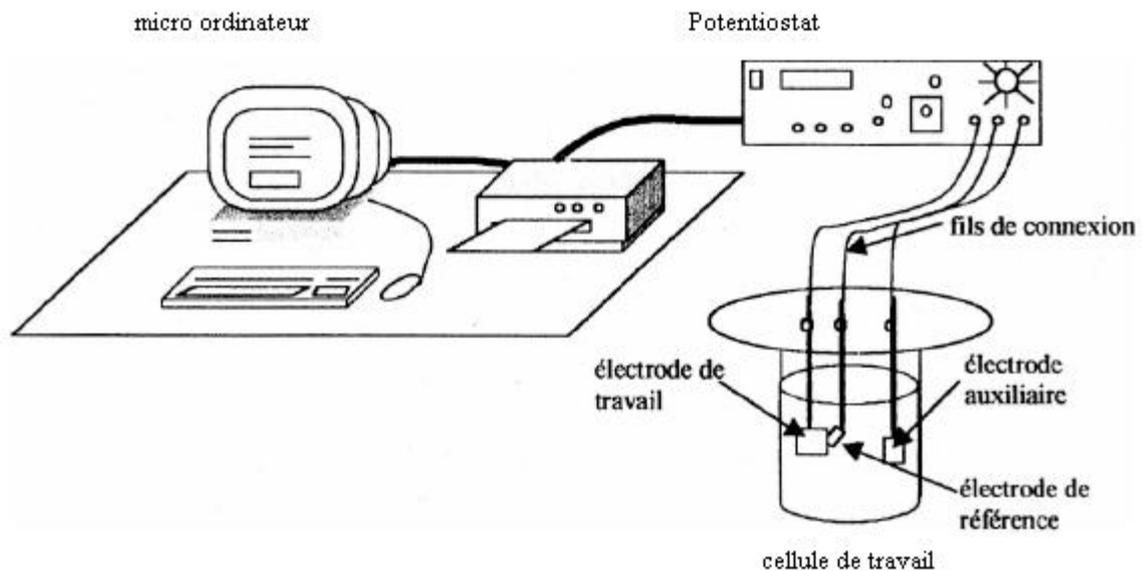


Figure III.4. Dispositif Expérimental de la technique Potentiostatique^[3]

III. 6. 3. Manipulation de la technique potentiostatique

L'électrode de travail (l'acier), l'électrode de référence (Ag /AgCl dans KCl saturé) et l'électrode auxiliaire (contre électrode) ont été immergées dans 200ml d'une solution (1N de HCl en présence et en absence d'inhibiteur) elles ont été connectées a un potentiostat. L'ensemble a été liée a un micro ordinateur muni d'un logiciel permettant le tracé des courbes : $I=f(E)$ et $\log I=f(E)$ ainsi que l'obtention du taux de corrosion en (mm /an) et de la vitesse de corrosion en (A/cm^2) tous ça pour les différentes concentrations d'inhibiteur (100ppm, 200ppm, 300ppm, 500ppm, 700ppm, 1000ppm) le température $15C^\circ$, $25C^\circ$, $35C^\circ$, $45C^\circ$. Le dispositif expérimental de cette technique est représenté sur la figure III.4

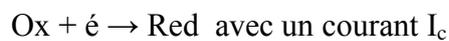
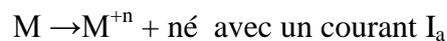
La fonction du potentiostat est de maintenir une différence de potentiel fixe entre l'électrode de travail et l'électrode de référence en appliquant un courant variable entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire.

L'électrode de référence est conçue à partir d'un matériau spécial qui, en combinaison avec l'électrolyte, maintient un potentiel stable utilisé comme point de référence pour les mesures de potentiel. On utilise généralement des électrodes au calomel (Ag/AgCl dans KCl saturé). Cette électrode est placée de manière à ne pas avoir une chute de tension importante entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire. L'électrode auxiliaire est conçue à partir de matériau inerte tel que le graphite ou le platine.



Figure III.5 : image de laboratoire la technique potentiostatique

L'étude du comportement anodique et cathodique du matériau s'effectue comme suit : on commence par appliquer un potentiel bas ($E < E_{\text{corr}}$), le métal constitue alors la cathode puis on augmente le potentiel jusqu'à atteindre ($E > E_{\text{corr}}$), le métal, à ce moment, constitue l'anode. Si l'électrode de travail est un métal corrodable, on a un couplage de deux systèmes redox avec le potentiel du métal.



I_a : courant anodique, il est positif pour la réaction d'oxydation;

I_c : courant cathodique, négatif pour la réaction de réduction.

D'après la loi de Tafel, ces courants varient en fonction du potentiel (E). On obtient des courbes élémentaires qui ne sont pas accessibles par l'expérience. C'est la courbe globale qui est la résultante des courbes élémentaires qui donne : $i = i_a - |i_c|$ en fonction de E . Le courant i est le courant qui passe entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire.

Le potentiel de corrosion E_{corr} , correspond au cas où: $|i_c| = |i_a| = i_{\text{corr}}$.

Au point E_{corr} , la vitesse de corrosion est donnée par : $i_{\text{corr}} = |i_a| = |i_c|$, c'est cette densité de courant qui doit être déterminée.

Références bibliographiques

[1] : WO2005019483A1

[2] : Oumaz-SYLLA., DELA TECHNOLOGIE DE L'EXTRACTION DES ALCALOIDES, pp. 135-137.

[3] : BELLOUFI Abderrahim, comportement à la corrosion d'un acier doux, dans un milieu à différents PH, en présence de $zncl_2$, mémoire de magister. UV hadj lakhdar de batna – 08 décembre **2010**.

[4] : Guinard. J, cosson .L et Hery. M., Abrégé de photochimie. Edition Masson. Paris, P. 224. **1985**.

Chapitre IV

Résultats et discussion

Résultats et Interprétation

IV.1 Introduction

Les taux de corrosion de l'acier immergé dans la solution déterminé par technique de potentiostatique. Les séries d'expérience ci-dessous sont réalisés avec l'addition d'un inhibiteur de corrosion (l'extrait brut fenugrec), dans le but de déterminer les concentrations optimales assurant une protection maximale du matériau considéré. Dans cette méthode nous allons présenter les résultats obtenus par la technique potentiostatique et les commentaires des essais de l'inhibition de la corrosion de l'acier dans 1N HCl, en absence et en présence de l'inhibiteur. Les concentrations d'inhibiteur utilisées sont : 100ppm, 200ppm, 300ppm, 500ppm, 700ppm, 1000ppm. L'efficacité inhibitrice de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* est donnée par la relation suivante :

$$EI(\%) = \frac{i_{corr} - i_{corr}^{inh}}{i_{corr}} \cdot 100 \quad (IV. 1)$$

Où I_{corr} et E_{corr} représentent les densités de courant de corrosion déterminés par extrapolation des droites cathodiques et anodiques de Tafel au potentiel de corrosion, en se servant du logiciel Volta Master 4, avec et sans addition de l'inhibiteur. Elle est aussi calculée par la relation suivante :

$$EI(\%) = \frac{Rp_{corr} - Rp_{corr}^{inh}}{Rp_{corr}} * 100 \quad (IV. 2)$$

IV.2. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'inhibiteur à différentes température

Les séries d'expériences de l'inhibition de corrosion de l'acier au carbone sont réalisés avec l'addition de différentes concentrations de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* dans 1N HCl, ainsi que, à différentes températures (15, 25, 35, et 45°C) dans le but de déterminer la concentration optimale et la meilleur température qui assurant une protection maximale du matériau considéré (l'efficacité inhibitrice EI%). Ces résultats sont présentés sous forme de tableaux et de graphes.

IV. 2. 1 Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 15°C

IV. 2. 1. 1 Etude cinétique

Les expériences sont réalisées à une température constante (15°C), en variant uniquement la concentration de l'inhibiteur, les résultats obtenus sont enregistrés sur le tableau IV.1.

Tableau IV.1 Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* dans 1N HCl à 15°C.

Concentration de l'inhibiteur (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
EI%	/	36.95	48.37	51.91	63.62	58.08	61.63

Les résultats du tableau IV.1 sont présentés sur la figure ci-dessous.

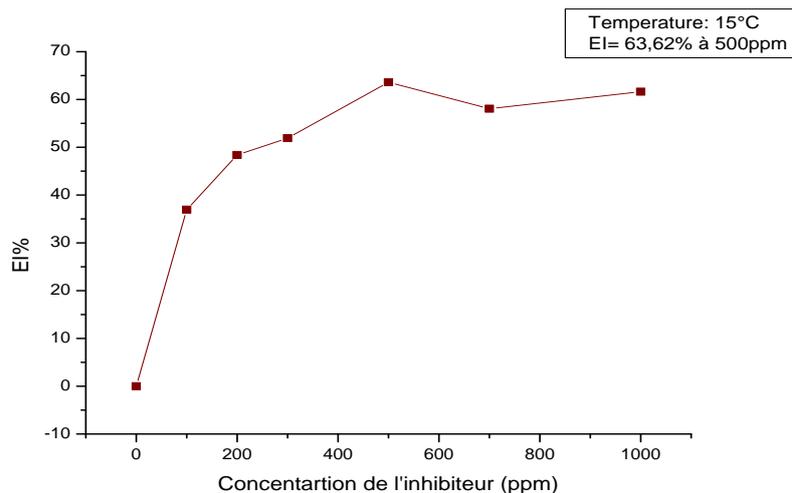


Figure IV. 1 : Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait de *trigonella foenum-graecum* de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 15°C.

Dans l'intervalle de concentration de l'inhibiteur de corrosion de l'extrait brut (100 à 500ppm), l'efficacité inhibitrice augmente lorsque la concentration en inhibiteur augmente. Cependant, au-dessus de 500ppm l'efficacité commence à diminuer pour 700 et 1000ppm. Donc la concentration de 500ppm est la concentration optimale.

La figure IV. 2. représente les courbes de polarisation cathodiques et anodiques du l'acier au carbone en milieu 1N HCl désaéré avec l'addition de l'extrait de *trigonella foenum-graecum* à différentes concentrations. Les paramètres électrochimiques tirés de ces courbes sont données dans le tableau IV. 2 suivant.

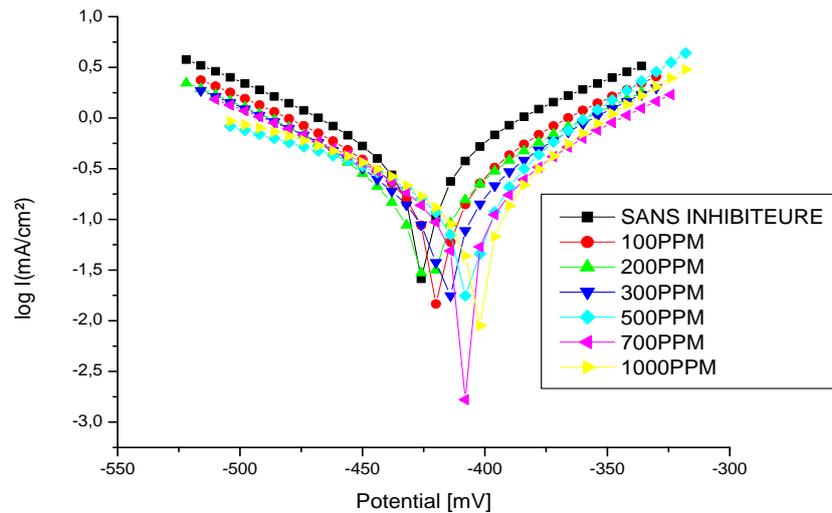


Figure. IV. 2. La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de trigonella foenum-graecum à 15°C.

Tableau IV. 2. Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de trigonella foenum-graecum dans 1N HCl à 15°C°

Concentration (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
E (i=0) (mV)	- 425.7	- 420.2	- 423.8	- 418.1	- 412.2	- 410.7	- 407.1
R_p (ohm.cm²)	37.22	59.04	72.10	77.41	102.31	88.80	97.01
I_{corr} (mA/cm²)	0.4162	0.2403	0.2146	0.1864	0.1506	0.1684	0.1447
EI(%)	/	36.95	48.37	51.91	63.62	58.08	61.63
Θ		0,3695	0,4837	0,5191	0,6362	0,5808	0,6163

En absence de l'inhibiteur, la valeur de la résistance de polarisation R_p de corrosion est de l'ordre de 37.22 (ohm.cm²). La R_p est augmentée en présence de différentes concentrations de l'inhibiteur jusqu'à une concentration de 500ppm, à partir de cette dernière elle commence à diminuer. Donc la meilleure efficacité inhibitrice est obtenue à 500ppm.

IV. 2. 1. 2 Mécanisme d'adsorption

Le taux de recouvrement θ , est déterminé par la relation suivante [1] :

$$\frac{C}{\theta} = C + \frac{1}{K} \quad (\text{IV. 3})$$

où θ est le taux de recouvrement à différentes concentration de l'inhibiteur C , est la concentration de l'inhibiteur et K , la constante d'équilibre d'adsorption, cette dernière est reliée à l'enthalpie libre standard d'adsorption (ΔG_{ads}°) par la relation [2] :

$$K = \left(\frac{1}{55.5}\right) \exp\left(\frac{\Delta G_{ads}^{\circ}}{RT}\right) \quad (\text{IV. 4})$$

Où R est la constante du gaz parfait et T la température.

La figure. IV.3, représente la variation de $\frac{C}{\theta}$ en fonction de la concentration C en inhibiteur.

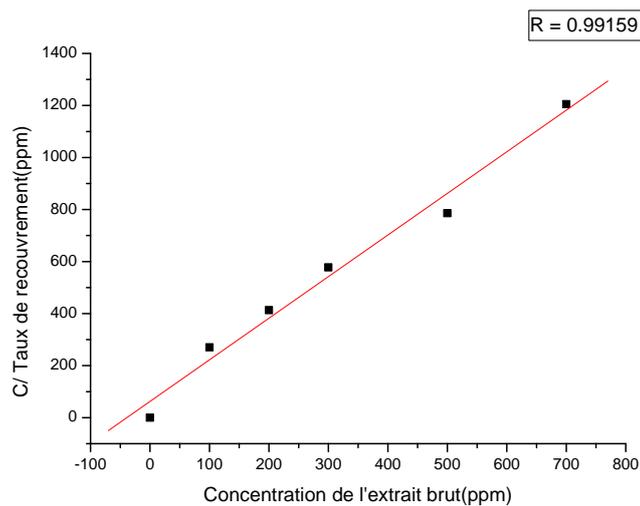


Figure IV. 3. Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl.

La courbe est une droite ce qui explique que l'adsorption suivant le mécanisme de Langmuir, d'après la courbe, on peut tirer les paramètres thermodynamiques suivants :

$$K = 1,6 \cdot 10^{-2}$$

$\Delta G^{\circ} = 282,43 \text{ J. mol}^{-1}$, Donc on a une adsorption chimique.

En général, si les valeurs de ΔG° de moins de -20 kJ / mol , on a une adsorption physique de l'inhibiteur sur la surface du métal tandis que ceux qui l'entourent de -40 kJ / mol ou supérieur signifient que l'adsorption est une adsorption chimique [3].

Les résultats obtenus sont en bon accord avec littératures. F.S. de Souza et coll ^[4], ont trouvé que la caféine est adsorbé a la surface de l'acier doux suivant l'isotherme de Langmuir (figure IV. 4).

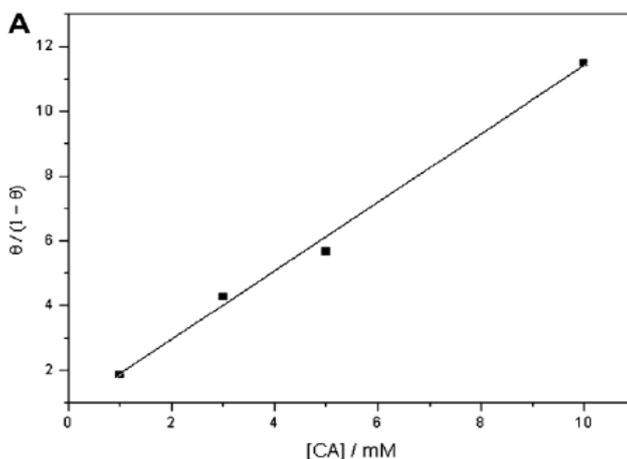


Figure IV. 4 : L'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'acide caféique sur la surface de l'acier doux dans 0,1 M de H₂SO₄. ^[3]

IV. 2. 2. Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 25°C

IV. 2. 2. 1 Etude cinétique

A une température fixe (25°C), on fait des expériences en variant la concentration de l'inhibiteur, les résultats obtenus sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV. 3. Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* dans 1N HCl à 25°C°

Concentration de l'inhibiteur (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
EI%	/	23.90	40.32	17.03	53.91	9.49	21.22

Les résultats du Tableau IV.3 sont représentés sur la figure suivante.

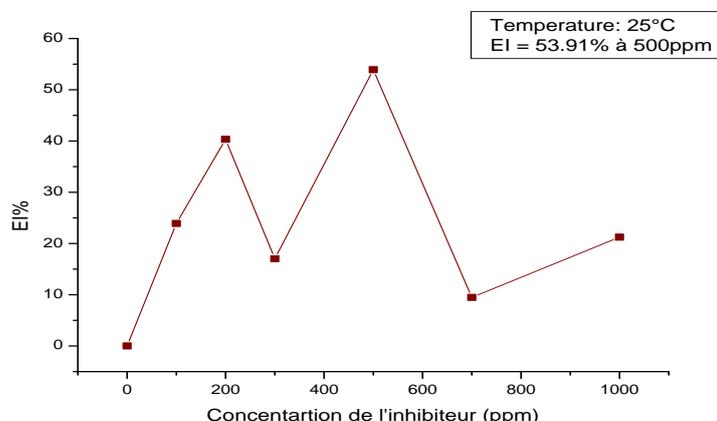


Figure IV. 5. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait de *trigonella foenum-graecum* de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 25°C.

Sur la courbe représentant l'évolution de l'efficacité en fonction de la concentration de l'inhibiteur qui est extrait brut de *trigonella foenum-graecum*, on remarque que, l'efficacité inhibitrice augmente jusqu'à une concentration de 300ppm. Elle est diminuée à une valeur de 17.03%, puis elle augmente à 500ppm en donnant une valeur 53.91%. Cette dernière est la meilleure efficacité de l'inhibitrice puisque elle commence à diminué encore une fois (Figure IV. 4).

Les courbes de Tafel sont présentées sur la figure suivante :

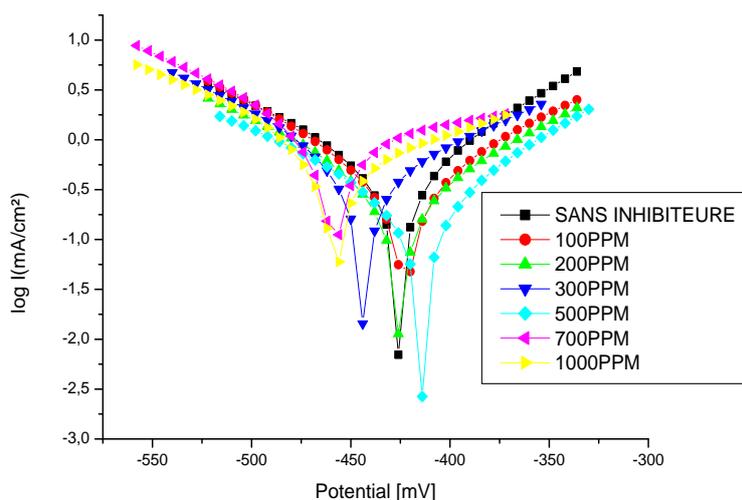


Figure IV. 6. La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de *trigonella foenum-graecum* à 25°C.

D'après les courbes de Tafel, l'inhibiteur est un inhibiteur mixte.

Les Paramètres de corrosion de l'acier au carbone sont résumés dans le tableau IV.4.

Tableau IV.4. Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de *trigonella foenum-graecum* dans 1N HCl à 25°C°

Concentration (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
E (i=0) (mV)	-426.2	-423.4	-424.4	-441.6	-416.4	-456.0	-454.6
R_p (ohm.cm²)	33.55	44.09	56.22	40.44	72.80	37.07	42.59
I_{corr} (mA/cm²)	0.3806	0.3682	0.3126	0.5264	0.1811	0.9759	0.7586
EI(%)	—	23.90%	40.32%	17.03%	53.91%	9.49%	21.22%
Θ		0,2390	0,4032	0,1703	0,5391	0,949	0,2122

En l'absence d'inhibiteur, la résistance de polarisation R_p de corrosion est de l'ordre de $33.55 \text{ (ohm.cm}^2\text{)}$. En présence de l'inhibiteur, les valeurs de la résistance de polarisation R_p sont augmentent. Dans l'intervalle de concentration de 100 à 500 ppm, l'efficacité inhibitrice augmente, lorsque la concentration en inhibiteur augmente sauf à 300ppm, on trouve une chute de l'efficacité inhibitrice. La meilleure protection est obtenue à une concentration de 500 ppm (EI= 53.91%). Au delà de 500ppm l'efficacité inhibitrice diminue, lorsque la concentration en inhibiteur augmente.

IV. 2.2.2. Mécanisme d'adsorption

Afin d'évaluer le procédé d'adsorption de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* sur la surface de l'acier au carbone, on trace la courbe de $C/\theta = f(C)$.

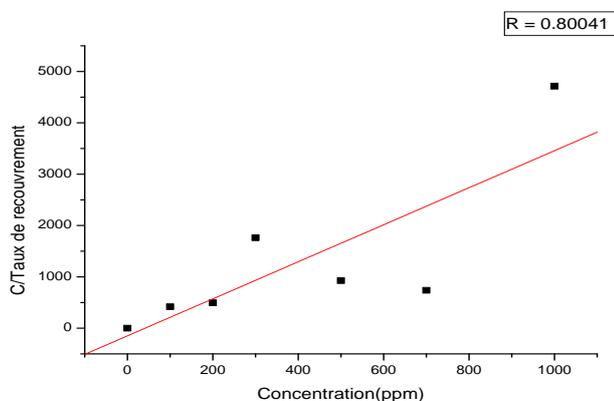


Figure IV. 7. Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl à 25°C.

Ajustement linéaire des point donnant une droite, notre résultats est en bon accord avec la littérature ^[5] ce qui explique que l'adsorption suivant le mécanisme de Langmuir.

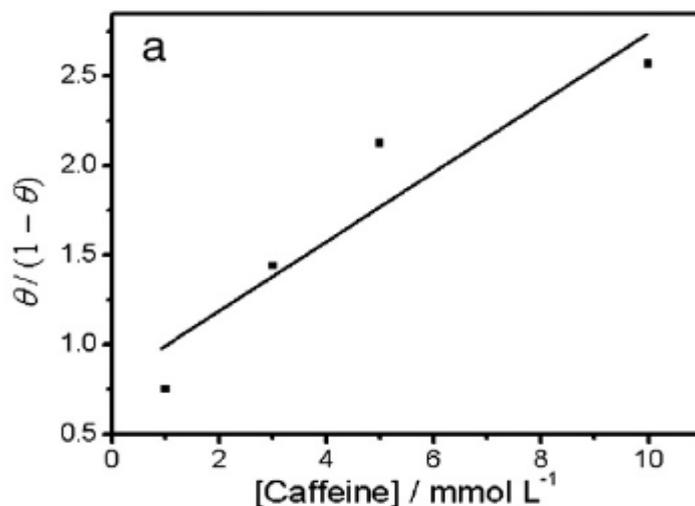


Figure IV. 8. Isotherme d'adsorption de Langmuir de la caféine sur la surface de cuivre à $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de H_2SO_4 ^[5].

IV. 2.3. Etude de l'efficacité inhibitrice à T = 35°C

IV. 2. 3. 1 Etude cinétique

Tableau IV. 5. Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* dans 1N HCl à 35°C°

Concentration de l'inhibiteur (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
EI%	/	16.13	31.26	14.64	42.23	36.25	19.17

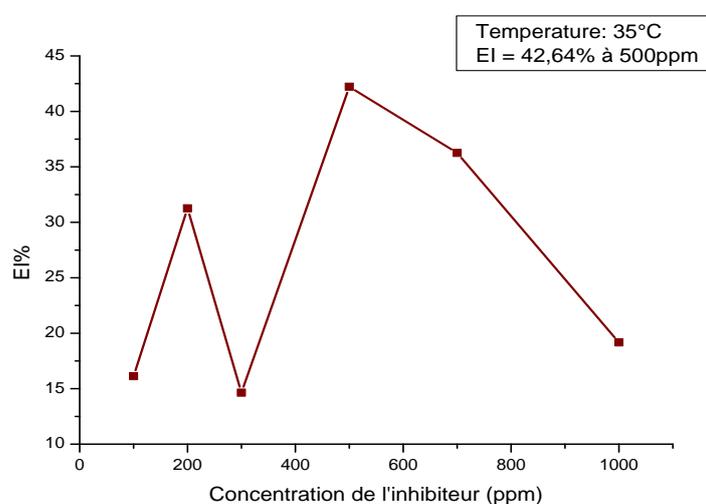


Figure IV. 9. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait de *trigonella foenum-graecum* de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 35°C.

Dans l'intervalle de concentration de l'inhibiteur de corrosion de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* (100 à 500ppm), l'efficacité inhibitrice augmente lorsque la concentration en inhibiteur augmente, mais à 300 ppm elle est diminuée, malgré on avait répété l'expérience plusieurs fois. Cependant, au-dessus de 500ppm l'efficacité est diminuée pour les concentrations 700 et 1000ppm. Donc la concentration de 500ppm est la concentration optimale, qui nous a donnée une efficacité d'inhibitrice de 42.23%.

Les résultats obtenus sont résumés sur le tableau IV. 6. Et représentés sur la figure IV.7

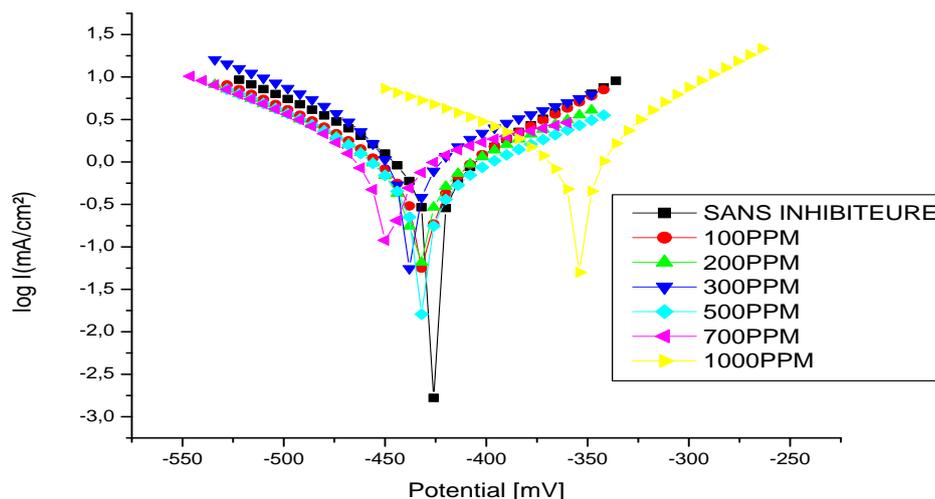


Figure IV. 10. La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de trigonella foenum-graecum à 35°C.

Tableau IV. 6. Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de trigonella foenum-graecum dans 1N HCl à 35°C°

Concentration (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
E (i=0) (mV)	-425.4	-430.4	-432.9	-434.8	-429.5	-445.7	-357.4
Rp (ohm.cm ²)	15.70	18.72	22.84	13.40	27.18	24.63	12.69
icorr (mA/Cm ²)	0.7071	0.6265	0.6440	1.2802	0.5260	1.0181	1.4170
EI(%)	—	16.13%	31.26%	14.64%	<u>42.23%</u>	36.25%	19.17%
Θ		0,1613	0,3126	0,1464	0,4223	0,3625	0,1917

En l'absence d'inhibiteur, la résistance de polarisation Rp de corrosion est de l'ordre de 15.70 (ohm.cm²). En présence de l'inhibiteur, les valeurs de la résistance de polarisation Rp sont augmentées avec l'augmentation de la concentration. La meilleure protection est obtenue à une concentration de 500 ppm (EI = 42.23%). À partir de 500 ppm, l'efficacité inhibitrice diminue, lorsque la concentration en inhibiteur augmente.

IV. 2. 3. 2 Mécanisme d'adsorption

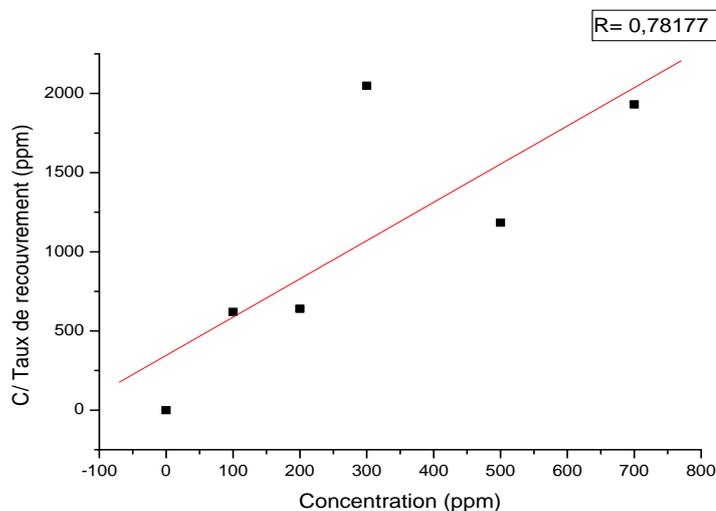


Figure IV. 11. Model de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl à 35°C.

L'ajustement linéaire des point donnant une droite ($R = 0.78$), ce qui explique que l'adsorption suivant le mécanisme de Langmuir. Mais on ne peut pas calculer les paramètres thermodynamique puisque la corrélation est très faible.

IV. 2.4. Etude de l'efficacité inhibitrice à $T = 45^{\circ}\text{C}$

IV. 2. 4.1. Etude cinétique

Tableau IV.7. Variation de l'efficacité inhibitrice (EI%) de la corrosion de l'acier au carbone en fonction de la concentration de l'extrait brut de trigonella foenum-graecum dans 1N HCl à 45°C°

Concentration de l'inhibiteur (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
EI%	/	19.72	9.16	40.30	<u>53.86</u>	25.95	50.97

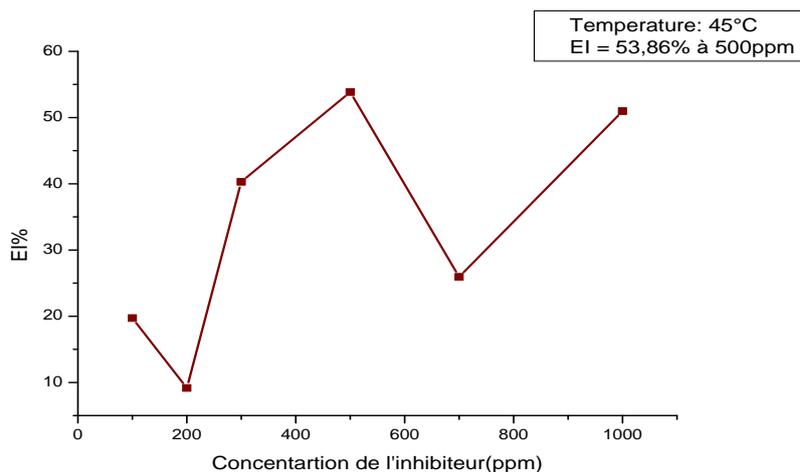


Figure IV. 12. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait de trigonella foenum-graecum de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à 45°C.

Dans l'intervalle de concentration de l'inhibiteur de corrosion de l'extrait brut (100 500ppm), l'efficacité inhibitrice augmente lorsque la concentration en inhibiteur augmente mais à concentration 200 ppm diminuée, et la diminution des valeurs de corrosion. cependant, au-dessous de 500ppm l'efficacité commence à diminuer jusqu'à 700 et 1000ppm. Donc la concentration de 500ppm est la concentration optimale.

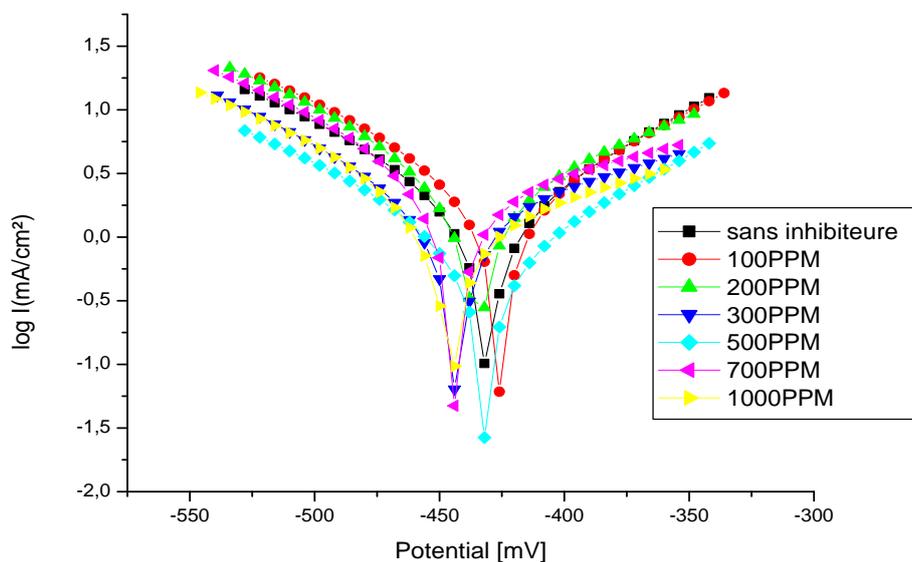


Figure IV. 13. La superposition des courbes de polarisation de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl avec les concentrations de l'extrait de trigonella foenum-graecum à 45°C.

On remarque qu'à 45°C l'extrait brut de trigonella foenum-graecum est un inhibiteur mixte

Tableau IV. 8. Paramètres de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait de trigonella foenum-graecum dans 1N HCl à 45°C

Concentration (ppm)	0	100	200	300	500	700	1000
E (i=0) (mV)	-430.3	-424.7	-433.5	-442.8	-430.5	-440.5	-441.3
R _p (ohm.cm ²)	10.04	8.42	9.12	16.82	21.76	13.56	20.48
I _{corr} (mA/Cm ²)	1.2409	1.5855	1.8126	1.3198	0.5792	1.8490	1.6049
EI(%)	—	19.72%	9.16%	40.30%	53.86%	25.95%	50.97%
Θ		0,1972	0,916	0,4030	0,5386	0,2595	0,5097

- En l'absence d'inhibiteur, la résistance de polarisation R_p de corrosion est de l'ordre de 10.04 (ohm.cm²). En présence de l'inhibiteur, la résistance de polarisation R_p sont diminuée avec l'augmentation de la densité de courant de corrosion.
- L'efficacité inhibitrice change et augmente et diminue, lorsque la concentration en inhibiteur augmente. La meilleure protection est obtenue à une concentration de 500 ppm (EI=53.86%).
- La différence de température affecte l'efficacité quand l'efficacité augmente, la température diminue l'efficacité.

IV. 2. 4. 2. Mécanisme d'adsorption

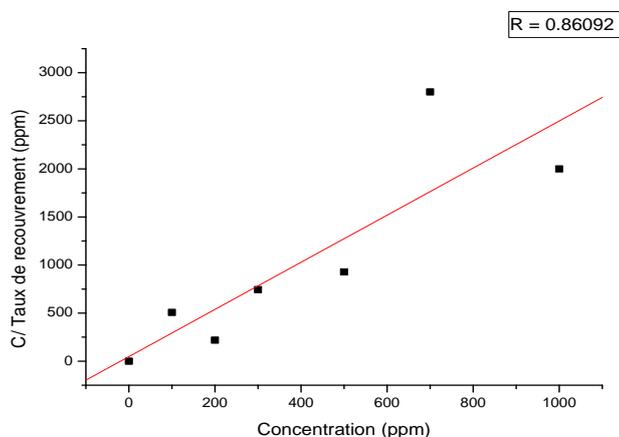


Figure IV. 14. Modèle de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption de l'extrait brut de fenugrec sur la surface de l'acier au carbone dans une solution de 1N de HCl à 45°C.

L'ajustement linéaire des points donnant une droite avec une corrélation de $R=0.86092$, ce qui explique que l'adsorption suit le mécanisme de Langmuir.

IV. 3. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la température

La température est un facteur cinétique important qui influence sur le taux de corrosion de métal et modifie l'adsorption de l'inhibiteur sur la surface de l'électrode. Afin d'étudier l'effet de la température sur les caractéristiques d'inhibition, des expériences ont été menées à 15-25-35-45°C à concentrations (100, 200, 300, 500, 700, 1000 ppm).

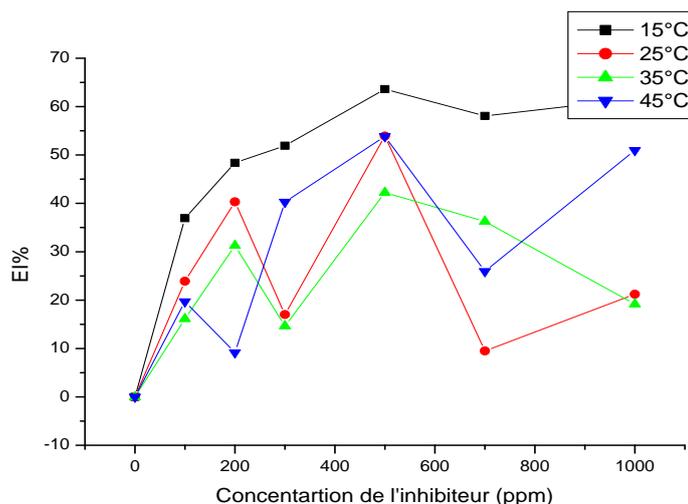


Figure IV. 15. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la concentration de l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl à différentes températures.

La température joue un rôle très important dans le phénomène de la corrosion, alors, plus que la température augmente plus que, l'efficacité inhibitrice diminue. Donc la meilleure inhibition de la corrosion de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl est obtenue à 15°C avec une concentration de 500 ppm.

Tableau IV. 9. Variation de l'efficacité inhibitrice en fonction de la température de l'inhibition de l'acier au carbone par l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* dans une solution de 1N HCl

Température °C	15	25	35	45
L'efficacité inhibitrice %	63.62	53.91	42.23	53.86

D'après les résultats obtenus à 15°C, on a une efficacité plus grande que pour les trois températures 25 et 35°C et 45°C.

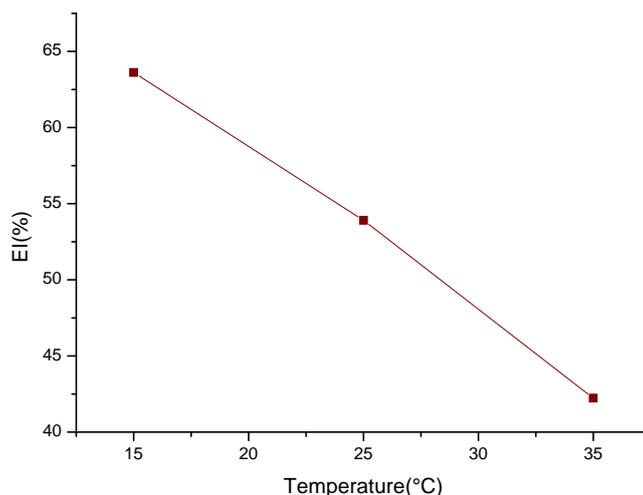


Figure IV. 16. Evolution de l'efficacité inhibitrice en fonction de la température de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone dans une solution de 1N HCl par l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum*.

Il est clair que l'efficacité d'inhibition diminue avec la température expérimentale, qui peut être attribuée à ce que les températures plus élevées peuvent provoquer la désorption de molécules de l'inhibiteur de la surface du métal, On observe sur la figure IV. 10, que l'efficacité inhibitrice diminue avec l'augmentation de la température et ceci en bon accord avec les résultats obtenus de l'inhibition de la corrosion de l'acier par un extrait de *Tagetes erecta*^[6]

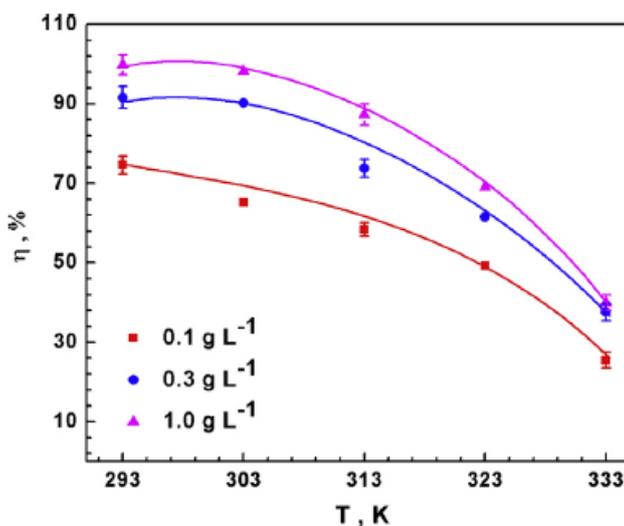


Figure IV. 17. La variation de l'efficacité de l'inhibition de la température de 20 à 60°C^[4].

IV.4. Conclusion

En conclusion, nous avons trouvé que l'extrait brut de *trigonella foenum-graecum* ajouté au milieu corrosif conduit à une bonne protection de l'acier pour une concentration optimale de 500 ppm pour les températures étudiées mais avec différentes efficacités. l'effet de la température a été négatif car elle a quand augmente la température diminue l'efficacité.

References bibliographiques

- [1] P. Zhang, Z. Wu, G. Zhang, G. Zeng, H. zhang, J. Li, X. Song, J. Dong, Coagulation and characterization of polyaluminum chlorides PAC- Al_{30} on humic acid removal from water, *Sep. Purif, Technol*, 63, 642-647, **2008**.
- [2] I. Sekine and Y. Hirakawa, “effect of 1-hydroxyethylene-1, 1-diphosphoric acid on the corrosion of SS 41steel in 0.3% sodium chloride solution,” *Corrosion*, vol. 42, no. 5, pp. 272-277, **1986**.
- [3] S. Bilgic, M. Sahin, The corrosion inhibition of austenitic chromium–nickel steel in H₂SO₄ by 2-butyn-1-ol, *Materials Chemistry and Physics* 70 (2001) 290–5. [http://dx.doi.org/10.1016/S0254-0584\(00\)00534-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0254-0584(00)00534-4).
- [4] F.S. de Souza, A. Spinelli, Caffeic acid as a green corrosion inhibitor for mild steel, *Corrosion Science* 51 (**2009**) 642–649.
- [5] Fernando Sílvia de Souza, Cristiano Giacomelli, Reinaldo Simões Gonçalves, Almir Spinelli, Adsorption behavior of caffeine as a green corrosion inhibitor for copper, *Materials Science and Engineering C* 32 (**2012**) 2436–2444
- [6] Punita Mourya, Sitashree Banerjee, M.M. Singh, Corrosion inhibition of mild steel in acidic solution by *Tagetes erecta* (Marigold flower) extract as a green inhibitor, *Corrosion Science* 85 (**2014**) 352–363

conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail décrit l'étude de comportement de la corrosion de l'alliage d'acier en milieu acide (HCl 1N) et l'utilisation d'un composé végétal « l'extrait brut de fenugrec », l'étude a été réalisée par méthode électrochimique (analyse potentiostatique) dans un domaine de température de 15°C. 25°C. 35°C. 45°C avec concentration de milieu 1N HCl, avec différentes concentrations de l'inhibiteur l'extrait brut de fenugrec (100ppm ; 200ppm ; 300ppm ; 500ppm, 700ppm, 1000ppm).

D'après les résultats obtenus on constate que la meilleure protection de l'alliage d'acier contre la corrosion est dans le milieu 1N HCl à 15°C et l'efficacité inhibitrice la plus élevée est obtenue avec une concentration de 500 ppm des l'extrait brut de fenugrec (63.62% dans la méthode électrochimique).

Cette étude nous a montré que :

L'essai de polarisation est montré une bonne efficacité de l'inhibiteur

- 63.62% pour la température 15°C ; et une concentration de 500 ppm
- 53.91% pour la température 25°C ; et une concentration de 500 ppm
- 42.23% pour la température 35°C ; et une concentration de 500 ppm
- 53.86% pour la température 45°C ; et une concentration de 500 ppm

Enfin l'effet de la température a été négatif car elle a quand augmente la température diminue l'efficacité.

ملخص

نظرا لتواجد الماء على سطح الأرض، فإن اضرار التآكل مست جميع نشاطات الإنسان ، ابتداء من النشاط العمراني إلى غاية المنشآت و الآلات المتطورة مثل الطائرات ، المحطات النووية و الدارات الالكترونية، مرورا بالمصانع الكيماوية، والمنشآت البترولية و المعادن الملامسة لماء البحر. الهدف من هذا العمل هو دراسة وسيلة للوقاية من تآكل الفولاذ باستعمال مثبت للتآكل (l'extrait brut)، في HCl 1N عند تراكيز مختلفة ودرجات حرارة : 45°C ; 35°C ; 25°C ; 15°C. حققنا هذه الدراسة باستعمال طريقة تجريبية هي طريقة الاستقطاب. الكلمات المفتاحية : التآكل، مثبت التآكل ، الاستقطاب، الفولاذ.

Résumé

Compte tenu de la présence quasi universelle de l'eau sur la terre, les dégâts occasionnés par la corrosion aqueuse affectent pratiquement tous les domaines de l'activité humaine, depuis le bâtiment jusqu'aux installations et appareils les plus sophistiqués tels les avions, les centrales nucléaires et les circuits électroniques, en passant par les usines chimiques, les installations pétrolières et les matériaux en contact avec l'eau de mer. L'objectif de ce travail est l'étude d'un moyen de lutte contre la corrosion de l'acier par l'utilisation d'inhibiteur de corrosion, l'extrait brut (fenugrec), dans 1N HCl à Concentration différente et température 15°C ; 25°C ; 35°C ; 45°C. Cette étude a été réalisée par méthode expérimentale : la méthode potentiostatique.

Mots clés : Corrosion, inhibiteur de corrosion, polarisation, acier.

Abstract

Taking into account the quasi universal presence of water on the ground, the damage caused by aqueous corrosion affects practically all the human activity, from the building to the most sophisticated installations and apparatuses such planes, the nuclear thermal powerstations and the electronic circuits, while passing by the chemical factories, the oil installations and the materials in contact with sea water. The objective of this work is the study of a means of fight against the corrosion of the mild steel by the use of corrosion inhibitor, l'extrait brut (fenugrec), in 1N HCl with concentrations différentes and température : 15°C ; 25°C ; 35°C ; 45°C. This study was carried out by experimental method: potentiostatic method.

Key words: Corrosion, corrosion inhibitor, polarization, mild.
