



الشعبية الديمقراطية الجزائرية الجمهورية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

العلمي والبحث العالي التعليم وزارة

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - عنابة -

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGENIERIE - ANNABA

Département Génie des Procédés et Energétique

MEMOIRE

En vue d'obtention du diplôme d'INGÉNIEUR D'ETAT

Domaine : Science et Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

IMEN KEROUAZ

Synthèse des inhibiteurs de corrosion verts à partir des feuilles de figuier Et d'olivier

Encadré par

Dr. Nawel NEDJAH

Dr. Mounir NESSAIB

ENSTI Annaba

Membres du jury :

DR. Chaouchi.sarah	Président	ENSTI
DR.Touhami.Imen	Examineur	ENSTI
Dr.Djellel.Adel	Incubateur	ENSTI
Dr.Dekhane. Azzedine	CATI	ENSTI
Dr AATEK Abd Elkarim	Invité	FERTIAL

Année 2024

REMERCIEMENTS

- ❖ Nos remerciements vont tout premièrement à ALLAH tout puissant pour la volonté, la santé et la patience, qu'il nous a données durant ces années d'étude afin que nous puissions arriver à ce stade.
- ❖ En premier lieu, je remercie mes encadrants, **Mme. NEDJAH Nawel et Mr NESSAIB Mounir**, qui se sont montrés disponibles pour me guider avec des conseils et des commentaires rigoureux et pour leurs soutiens tout au long de ce travail.
- ❖ Je remercie vivement les membres du jury qui ont eu l'amabilité de porter une appréciation sur ce travail et de participer au jury de soutenances.
- ❖ Mes remerciements vont également à **Mme. TOUHAMI Aicha** pour toute son attention et sa disponibilité et son expérience ont été d'une aide précieuse.
- ❖ Tous les enseignants de département de génie des procédés pour leur soutien et leurs précieuses contributions tout au long de mon parcours académique.
- ❖ Merci également à tous mes amis, mes collègues, et ma famille pour leur soutien moral, et leur encouragement.
- ❖ Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

*Ma très chère mère **NADJET***

Quoi que je fasse ou que je dise, je ne saurai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.

*Mon cher père : **HICHEM***

Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

*Mon frère : **ACHREF** et ma sœur : **FERIEL***

Puisse Dieu leur donne santé, bonheur, courage et surtout réussite

Toute ma famille et tous ceux que j'aime

Tous mes enseignants Et mes collègues de la promotion du Génie Chimique.

IMEN

ملخص

في وسط حمضي بواسطة مستخلص التين وأوراق الزيتون. تم الحصول على مستخلص التين وأوراق الزيتون C18 يتناول هذا العمل تثبيط تآكل الفولاذ بطريقة الجاذبية انخفض مع زيادة تركيز مستخلص أوراق التين (1M HCl) في وسط حمضي C18 بطريقة النقع الكلاسيكية. وُجد أن معدل تآكل الفولاذ (SEM) والزيتون، مما يشير إلى أن المستخلص له خصائص جيدة في تثبيط تآكل الفولاذ. يكشف التوصيف بواسطة المجهر الإلكتروني بالمسح الضوئي في وجود المثبط عن انخفاض شبه كامل في التنقر و سطح أكثر سلاسة نسبيًا. يشير هذا إلى تكوين طبقة واقية (طبقة مثبّطة) على كامل سطح الفولاذ، مما يدل على الفعالية المثبّطة لمستخلص أوراق التين.

؛ المستخدم كمادة لخطوط C18 يمكن أن يكون المثبط الطبيعي القائم على مستخلص التين وشجرة الزيتون حلاً اقتصاديًا وصديقًا للبيئة لمنع تآكل الفولاذ الأنابيب؛ مع معدلات تثبيط مقبولة

الكلمات المفتاحية: التثبيط، التآكل، الفولاذ، شجرة التين، شجرة الزيتون

Résumé

Ce travail porte sur l'inhibition de la corrosion de l'acier C18 en milieu acide par l'extrait des feuilles de figuier et d'olivier, L'extraction des feuilles de figuier et d'olivier est obtenue par la méthode classique de macération. On a trouvé que la vitesse de la corrosion de l'acier C18 en milieu acide (HCl 1M) par la méthode gravimétrique diminue avec l'augmentation de la concentration de l'extrait de feuille de figuier et d'olivier, cela indique que l'extrait possède de bonnes propriétés inhibitrices de la corrosion de l'acier. Une caractérisation par microscope électronique à balayage (MEB) en présence de l'inhibiteur, révèle une diminution presque totale des piqûres et une surface relativement plus lisse. Cela indique la formation d'un film protecteur (couche inhibitrice) sur toute la surface de l'acier, démontrant l'efficacité inhibitrice de l'extrait de feuille de figuier.

L'inhibiteur naturel à base d'extrait de figuier et d'olivier pourrait être une solution économique et écologique pour prévenir la corrosion de l'acier C18 ; utilisé comme matériau des pipelines ; avec des taux d'inhibition acceptables.

Mots clés : Inhibition, corrosion, acier, figuier, olivier.

Abstract

This work concerns the inhibition of corrosion of C18 steel in an acid medium by fig and olive leaf extract. Fig and olive leaves are extracted using the conventional maceration method. It was found that the rate of corrosion of C18 steel in an acid medium (1M HCl) by the gravimetric method decreased with increasing concentration of fig and olive leaf extract, indicating that the extract has good corrosion inhibiting properties for steel. Characterisation by scanning electron microscope (SEM) in the presence of the inhibitor reveals an almost total reduction in pitting and a relatively smoother surface. This indicates the formation of a protective film (inhibitory layer) over the entire surface of the steel, demonstrating the inhibitory effectiveness of fig leaf extract.

The natural inhibitor based on fig and olive extract could be an economical and environmentally friendly solution for preventing corrosion of C18 steel, used as a pipeline material, with acceptable inhibition rates.

Keywords: Inhibition, corrosion, steel, fig tree, olive tree.

Liste des abréviations

CS	carbone steel
DRX	diffraction des rayons X
Δm	Perte en masse
EFO	Extrait de feuilles d'Olivier
EI %	Efficacité inhibitrice
EDX	Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie
EFF	Extrait de feuilles de figuier
E	Potentiel de corrosion
EI	L'efficacité inhibitrice.
FTIR	Infrarouge à transformée de Fourier
icorr	densité de courant
i_0	Courant de corrosion en l'absence d'inhibiteur de corrosion.
i_{inh}	Courant de corrosion en présence d'inhibiteur de corrosion.
M_f	Masse finale en g de l' extrait après évaporation du solvant.
M_i	Masse initiale en g de la poudre.
m_i	La masse de l' échantillon avant immersion (g).
m_f	La masse de l' échantillon après immersion (g).
MEB	Microscopie électronique à balayage
R	Rendement d'extraction.
Ra	rugosité moyenne
Rp	la résistance de polarisation
S	la surface de l' échantillon (mm ²).
SIE	Spectroscopie d'impédance électrochimique
t	temps d'immersion en h
V_{inh}	Vitesse de corrosion en milieu acide avec inhibiteur.
V_0	Vitesse de corrosion en milieu acide sans inhibiteur.
V_{corr}	Vitesse de corrosion

Liste des Tableaux

Tableaux	Page
Tableau II.1 : Classification botanique de l'Olivier	6
Tableau II.2 : la Classification botanique de figuier	6
Tableau II.3 : Composition photochimique de la feuille du figuier	7
Tableau III. 4 : propriétés chimiques de l'éthanol.	10
Tableau III.5 : Composition chimique de l'acier utilisé.	11
TableauIV.6 : Les valeurs de rugosité moyenne	22
TableauIV.7 : Résultats obtenus à partir des courbes de polarisation	25

Liste des figures

Figures	Page
Figure I.1 : Moulins Amor Benamor	3
Figure II.2. Feuille d'olivier	6
Figure II.3. Feuille de figuier	7
Figure III.4. Préparation de poudre des Feuilles de figuier	8
Figure III.5. Préparation de poudre des Feuilles d'olivier	8
Figure III.6. Etapes de préparation de l'EFF	9
Figure III.7. Evaporateur rotatif.	10
Figure II.8. Préparation des pièces d'acier	11
Figure III.9. les solution inhibitrices mère de EFF-EFO	12
Figure II.10. Dispositif pour l'analyse de perte de poids.	13
Figure III.11. Echantillon d'acier (A) dans la solution corrosive avec inhibiteur (EFF) et (B) dans la solution corrosive sans inhibiteur (HCl 1M).	14
Figure III.12. : Dispositif des mesures électrochimiques.	14
Figure III .13 : Cellule électrochimique utilisée.	15
Figure III.14: Le spectromètre infrarouge (FTIR).	15
Figure IV.15. Spectre FTIR de l'extrait des feuilles de figuier	17
Figure IV.15. Spectre FTIR de l'extrait des feuilles d'olivier	17
Figure IV.16. Perte de masse (g) en fonction du temps (h).	18
Figure IV.17 : La vitesse de corrosion (g/mm ² .h) en fonction du temps (h).	18

Figure IV.18. L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).	19
Figure IV.19. Perte de masse (g) en fonction du temps (h).	19
Figure IV.20 : La vitesse de corrosion (g/mm ² .h) en fonction du temps (h).	20
Figure IV.21. L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).	20
Figure IV.22. Perte de masse (g) en fonction du temps (h).	21
Figure IV.23 : La vitesse de corrosion (g/mm ² .h) en fonction du temps (h).	21
Figure IV.24. L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).	21
Figure IV.25. Topographie 3D de la surface (a) sans immersion, (b) après 4h d'immersion dans Hcl,(c) après 4h d'immersion en présence d'inhibiteur de meilleur concentration de EFO,(d) après 4h d'immersion de synergie d'inhibiteurs de meilleur concentration .	22
Figure IV .26. Morphologie Microscope de l'acier (a) sans immersion, (b) après 5h d'immersion dans HCl ,(c) après 5h d'immersion en présence d'inhibiteur EFO+EFF.	23
Figure IV .27. Morphologie MEB et l'analyse EDX de la surface de l'acier (a) sans immersion, (b) après 5h d'immersion dans Hcl ,(c) après 5h d'immersion en présence d'inhibiteur EFF.	24
Figure IV. 28 : Courbes de polarisation de l'acier en l'absence (Hcl 1M) et en présence de concentrations meilleure de EFF et synergie (EFF+EFO)	25
Figure IV. 29 : Diagrammes de Nyquist de l'acier en l'absence (Hcl 1M) et en présence de concentrations meilleure de EFO et synergie (EFF+EFO)	26
FigureIV.30. Suivi du potentiel en circuit ouvert de l'acier immergé dans 0,1M HCl à la concentration meilleure de l'extrait des feuilles de figuier et la synergie.	26

Sommaire

Introduction générale	01
Chapitre I : Description de l'entreprise du stage	
I. Introduction	02
I.1 Annonce du stage	02
I.2 Bref descriptif de l'entreprise et du déroulement du stage	02
I.3 PRESENTATION DE L'ENTREPRISE	02
I.4 .L'unité de semoulerie	03
I.4.1.Définition de blé dur	03
I.4.2.Composition du blé dur	03
I.4.3. Définition de La semoule	04
I.4.4.Transformation de blé dur en semoule	04
Chapitre II : État de l'art et recherche bibliographique	
I.Introduction	05
II. Les inhibiteurs naturels	05
II .1. L'Olivier	05
II .1.1. Classification botanique	05
II.2.les feuilles d'olivier	06
II .2.1. Caractéristiques	06
II .2.2. Composition chimique des feuilles d'oliviers	06
II .2. Le figuier	06
II .2.1 Classification botanique	06
II.2.les feuilles du figuier	07
II .2.1. Caractéristiques	07
II .2.1. Composition chimique des feuilles de figuier	07
Chapitre III : Solutions proposées et/ou expérimentations menées	
III.1. Matériel végétal	08
III. 2. Méthodes d'extraction	08
III.2.1. Macération	08
III. 3. Propriétés de solvant utilisés	10

III. 4. Rendement d'extraction	10
III. 5. Matériau d'étude	10
III.6. Préparation du matériau :	11
III.7. Préparation du Milieu corrosif	12
III.8. préparation de la solution inhibitrice	12
III.9. Méthodes d'étude des inhibiteurs de corrosion	12
III.10. Méthode de la perte de masse (Méthode gravimétrique)	12
III. 11. Méthodes électrochimiques	14
III.11. 1.Courbes de polarisation	14
III.11.2 Cellule électrochimique	15
III.12. Analyse de l'extrait des feuilles de figuier et d'Olivier par infrarouge FTIR	15
III.13. Méthode de contrôle de la surface	16
III.13.1 La rugosité	16
III.13.2 Microscope optique	16
III.13.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)	16
Chapitre IV : Evaluation des solutions proposées, analyse et discussion des résultats	
IV.1. Rendement d'extraction	17
IV.2. Analyse de l'extrait des feuilles de figuier et d'Olivier par infrarouge FTIR	17
IV.3. Étude de l'effet inhibiteur de corrosion de l'extrait des feuilles figuier	17
IV.4. Etude de l'effet inhibiteur de corrosion de l'extrait des feuilles d'Olivier	19
IV.5. Effet de synergie	20
IV.6. Méthode de contrôle de la surface	22
IV.7. Microscope optique	23
IV.8. Caractérisation de la surface par Microscopie à Balayage Electronique (MEB)	23
IV.9. Méthodes électrochimiques :	24
IV.9.1. Courbes de polarisation	24

IV. 9.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	25
IV.9.3. Potentiel en circuit ouvert	26
Conclusion générale	27
Références bibliographiques	29

Introduction générale

L'importance de l'effet de la corrosion des métaux sur l'économie n'est plus à démontrer. On estime que la corrosion détruit un quart de la production annuelle mondiale d'acier, ce qui représente environ 150 millions de tonnes par an. Elle touche tous les domaines de l'économie [1]. Quand on veut utiliser un inhibiteur, on essaye de trouver le meilleur. Cet inhibiteur doit présenter plusieurs caractéristiques, Il doit abaisser la vitesse de corrosion d'un métal ; sans affecter les caractéristiques physiques ; il doit être efficace à faible concentration, il doit être stable en présence des autres constituants du milieu ou aux différentes températures d'utilisation [2]. En raison des préoccupations environnementales, les huiles et les extraits de plantes sont considérés de plus en plus comme une source d'inhibiteurs de corrosion verts. Ils sont utilisés pour la protection de métaux dans l'environnement acide, afin de remplacer les produits chimiques toxiques utilisés actuellement [3].

Le travail que nous présentons dans ce mémoire propose deux extraits des feuilles de figuier et d'olivier comme inhibiteurs naturels de corrosion testé sur un acier au carbone C18. Ce travail est subdivisé en deux parties, une partie bibliographique et la deuxième expérimentale.

Dans la partie bibliographique, on a deux chapitres, on parlera sur la corrosion de l'acier au carbone et sur les inhibiteurs verts.

Dans la partie expérimentale, on décrit les étapes de préparation des extraits de feuilles de figuier et olivier, on va suivre la vitesse de corrosion du métal par méthode gravimétrique, suivi de la corrosion par les méthodes électrochimiques, une analyse par I.R des extraits de feuilles de figuier et d'olivier et en dernier une caractérisation par microscope optique et une caractérisation par microscope électronique à balayage (MEB) du matériau avec et sans inhibiteur.

A la fin de la partie expérimentale, on exposera les résultats et discussion relatifs à l'action des inhibiteurs testés sur la corrosion de l'acier C18 en milieu HCl (1M). La conclusion générale sur l'ensemble de ce travail, viendra clore notre étude.

Chapitre I :

Description de l'entreprise du stage

I. INTRODUCTION

I.1. Annonce du stage :

Du 18 février au 2 avril, j'ai effectué un stage de fin d'études au sein du **groupe Amor Benamor** située à la zone industrielle, El Fedjoudj, Guelma – Algérie. Au cours de ce stage au département de production de semoule, de pâtes et de couscous et dans laboratoire, j'ai pu m'intéresser au différentes composantes de l'entreprises et son fonctionnement plus largement, ce stage a été l'opportunité pour moi d'apprendre encore plus et sur ma formation actuelle.

Au-delà d'enrichir mes connaissances professionnelles, ce stage m'a permis de comprendre dans quelle mesure Comprendre mon domaine d'études dans la vie professionnelle et l'appliquer au milieu de travail approprié en chimie.

I.2. Bref descriptif de l'entreprise et du déroulement du stage :

Leader du secteur agro-alimentaire en Algérie, le Groupe Benamor accompagne les évolutions de son pays en se positionnant comme un véritable acteur de progrès et de performance. Il a à cœur de :

- Répondre aux besoins alimentaires du marché intérieur en concentré de tomates et produits dérivés du blé dur (semoule, pâtes). - Mettre en place les conditions d'un développement à long terme. - Moderniser la filière agro-alimentaire. - Faire rayonner le savoir-faire algérien à l'international. Dans cette perspective, le groupe ne se développe pas seul mais dans une approche gagnant-gagnant avec les différents acteurs de son environnement.

Mon stage au sein de société algérienne d'industrie agroalimentaire **groupe Amor Benamor** a consisté essentiellement pour connaître le Processus de production de la pâte et de semoule, et l'étude des analyses de contrôle de qualité de ses produits.

I.3. PRESENTATION DE L'ENTREPRISE :

Nom : Amor Benamor.

Forme juridique : SARL.

Siège social : Zone industrielle, El Fedjoudj, Guelma – Algérie.

Activité : Industrie agroalimentaire, Immobilier.

Filiales du groupe : Conserverie Amor Benamor, Moulins Amor Benamor, Benamor Promotion Immobilière, Benamor Promotions Touristiques, Méditerranéen Mills Compagnie.

Produits : semoules, pâtes, couscous, concentré de tomate, confiture de fruits, aides culinaires, épices, sauces tomates et harissa. Appartements.

Effectif : 2000 salariés

Chiffre d'affaires : 200 millions d'euros sur l'exercice 2015-2016

I.4. L'unité de semoulerie :

Les Moulins Amor Benamor constituent un important complexe industriel implanté dans la zone industrielle d'El-Fedjoudj dans la wilaya de Guelma à l'Est d'Alger. Créé en septembre 2000, ce complexe occupe une superficie de 42500 m². C'est la partie initiale et plus importante de l'usine. Dans laquelle Le blé dur passe par différentes étapes.



Figure I.1 : Moulins Amor Benamor

I.4.1. Définition de blé dur :

Le blé dur est le blé tétraploïde, seul type de blé qui a une importance commerciale. Il est largement cultivé aujourd'hui. Il a une teneur élevée en protéines. Les caractéristiques de la cruauté sont considérées comme bonnes pour des utilisations spéciales et conviennent particulièrement à la fabrication de nouilles. Le blé dur est largement utilisé dans la fabrication du pain. Cependant, il est toujours approprié, bien que le taux très élevé de protéines et très faible en gluten, et souhaitable de former le réseau nécessaire gluant nécessaire pour obtenir du pain fermenté.

I.4.2. Composition du blé dur

a. Les glucides :

Le blé est composé d'hydrates de carbones. L'amidon est un type de glucide prédominant dans le blé et représente plus de 90 % de la teneur totale en glucides du blé.

b. Les fibres :

Le blé contient un pourcentage élevé de fibres. La teneur en fibres varie de 12% à 15%. La plupart des fibres sont extraites au cours de la mouture et ne sont donc pas trouvées dans la farine raffinée.

c. **Les protéines :** Les protéines de blé représentent entre 7% et 22% du poids sec du blé. Elles sont représentées principalement par les protéines de gluten responsables de l'élasticité et la dureté du blé.

d. Les vitamines et minéraux :

La quantité de grains de métal dépend de la teneur en minéraux du sol qui y sont cultivés.

Parmi les minéraux présents dans le blé on cite :

- Le sélénium, Le magnésium, Le phosphore, Le cuivre

L'acide folique ou la vitamine B9 est l'une des vitamines B présente dans le blé.

I.4.3. Définition de La semoule :

La semoule est l'un des produits obtenus par mouture grossière de blé d'une certaine manière. C'est un produit qui contient un pourcentage élevé des nutriments nécessaires au corps humain, tels que protéines, fibres, glucides, graisses saturées, acide folique, fer et cuivre, en plus d'une teneur élevée en calories. Elle peut être utilisée pour la fabrication de nombreux plats sains qu'il s'agisse de gâteaux ou de plats principaux.

I.4.4. Transformation de blé dur en semoule :

Le blé arrive par des camions de plusieurs sources que ce soit par OAIC (organisation algérienne internationale de céréales), ou des fournisseurs privés, on passe par la réception de blé subventionné, ensuite le déchargement de blé et après le blé être orienter vers des silos pour stocké (capacité de stockage = 275000T) ou vers les moulins. Il y-a deux moulins dans l'usine avec de puissance de production de 400T pour le premier moulin et 350T pour le deuxième. Ces moulins-là sont des constructions de 6 étages, le processus commence au niveau de la 6eme étage en descendant, le rez-de-chaussée est pour le contrôle et le conditionnement de produit orienté à la commercialisation. La première étape de la production de semoule est le **Nettoyage** de blé, le blé arrive dans des petits silos avec des élévateurs à godets, puis le blé arrive dans des machines de nettoyage de déchets qui sont les Séparateur ces machines-là orientent le blé a d'autres machine de nettoyage qui continuent la même fonction mais avec précision qui sont les trieuses optique ces machines éliminent les refus de déchets (pierres, produits divers, corps solides, poussières), les blés noirs et les éléments non compatibles. Après cette étape, arrive une autre étape qui est le **mouillage** qui est l'addition de l'eau, cette étape dépend aux caractéristiques de la matière première (l'humidité et le genre), le mouillage de blé ajoute de l'humidité au blé pour améliorer le et facilite son Décorticage. Le **décorticage** est le détachement du teillage de blé, cette tâche est assurée par des machines à cylindres qui décortiquent les grains, le déchet de cette opération est orienté directement au conditionnement pour l'alimentation des animaux. Puis, D'autres machines cylindres fait le **broyage** de blé, le parallélisme des cylindres assure que le blé sera broyé par le même volume.

Finalement le produit va être trié par des plansichters qui orientent le produit bon pour le conditionnement et la poussière à recyclage dans le système par des tuyaux à l'air comprimé (25° à l'extérieur-81°à l'intérieur), on utilise la même manière pour le produit final avec la chute libre.

Chapitre II :

État de l'art et recherche bibliographique

I. Introduction

L'acier au carbone est largement utilisé dans divers secteurs industriels, en présence de milieux agressifs tels que l'acide chlorhydrique, dans un tel environnement, le métal subit une attaque immédiate, entraînant la corrosion de l'acier conduisant à une réaction d'oxydoréduction irréversible entre le métal (Fe) et un agent oxydant (H⁺) [4].

En conséquence, la corrosion est un problème fréquent pour les métaux industriels, affect directement leur état, coût et leur sécurité [5]. En général, les métaux nobles ne se corrodent pas, mais en raison de leur coût élevé, Ils ne peuvent pas être utilisés à des fins courantes [6].

Ainsi, afin de protéger l'acier au carbone contre la corrosion, nous devons choisir un moyen de protection et qui sont multiple et largement utilisée dans l'industrie, Dans notre cas, le moyen de protection choisi est l'utilisation des inhibiteurs naturels : les feuilles des figuiers et oliviers.

II. Les inhibiteurs naturels

Ces dernières années, à travers les principes de la "chimie verte il y a une croissance de la conscience de l'utilisation des inhibiteurs naturels, appelé inhibiteurs verts, à cause de leur formulation peu toxique et à caractère bio-accumulateur et écologique [7].

Les inhibiteurs naturels sont des substances ajoutées en petites quantités pour protéger complètement les métaux et les alliages contre la corrosion. Ils présentent de nombreux avantages tels que leur faible coût, leur sécurité environnementale, leur disponibilité et leur caractère renouvelable. Certains extraits de plantes ont été utilisés avec succès et se sont avérés efficaces pour la protection de l'acier au carbone (CS) dans des environnements acides [8]. Ils peuvent être utilisés dans diverses applications, notamment dans l'industrie pétrolière et gazière, ainsi que pour la préservation d'artefacts historiques. De plus, ces inhibiteurs sont, biodégradables et sans danger pour l'exposition humaine, ce qui les rend adaptés à des industries telles que l'alimentation et la pharmacie [9].

Dans notre étude se concentrée sur l'utilisation des extraits des feuilles de figuier et d'Olivier comme inhibiteur naturel, ces extraits sont obtenus par une macération. Cette méthode d'extraction est très répandue, facile et peut être mise en œuvre tant à petite qu'à grande échelle sans endommager les composés sensibles à la chaleur [10]. Cette technique classique consiste à broyer une quantité d'échantillon végétal solide, qui est ensuite dissoute dans un solvant. Le mélange doit être agitée, puis filtrée pour obtenir la solution finale [11]. Dans notre cas le solvant utilisées est l'éthanol et l'échantillon végétale est les feuilles de figuier et olivier.

II.1. L'Olivier

II.1.1. Classification botanique :

L'olivier est un arbre de la famille des oléacées, de taille moyenne, dont la hauteur diffère selon les variétés. La production d'huile d'olive est l'utilisation la plus connue de l'olivier. Cette huile, composant essentiel du régime méditerranéen [12]. La classification botanique de l'olivier est la suivante [13] :

Tableau II.1 : Classification botanique de l'Olivier



Figure II.2. Feuille d'Olivier

II.2.les feuilles d'olivier

II .2.1. Caractéristiques

La face supérieure de feuille, de couleur vert foncé, est luisante, tandis que la face inférieure présente un aspect argenté dû à une pruine. En moyenne, ces feuilles mesurent de 2 à 8 centimètres de long et de 0,5 à 1,5 centimètre de large [14-15].

II .2.2. Composition chimique des feuilles d'oliviers

Les feuilles d'olivier sont particulièrement riches en carbohydrates. La composition chimique globale de ces feuilles. La matière organique se compose de protéines, de lipides, de monomères et de polymères phénoliques (comme les tanins), et principalement de polysaccharides (tels que la cellulose et les hémicelluloses). Elles contiennent également divers acides aminés, bien que leur teneur en protéines soit faible [16].

II .2. Le figuier

II .2.1 Classification botanique :

Tableau II.2 : Classification botanique de figuier

Le figuier, un membre de la famille des Moraceae et de l'ordre des Rosales. Il appartient au vaste genre *Ficus*, réputé pour abriter le plus grand nombre d'espèces parmi les genres

Règne	Végétal
Embranchement	Phanérogames
Sous-embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Hamamélidées
Série	Apétales unisexuées
Ordre	Urticales
Famille	Moracées
Genre	<i>Ficus</i>
Espèce	<i>Ficus carica</i> L.

botaniques, avec entre 600 et 1500 espèces. Ces espèces sont réparties en six subgenres et sont principalement localisées dans les régions tropicales et subtropicales [17]. La classification botanique de figuier est représenté dans le tableau II.2 [18] .

II.2.les feuilles du figuier

II .2.1. Caractéristiques

Les feuilles du figuier sont très polymorphes, caduques, grandes, et à nervation palmée. Elles sont larges (25 cm), épaisse, et fortement lobées (3 à 5 ou 7 lobes profonds selon les variétés). La face supérieure est rugueuse et de couleur vert foncé. Quant à la face inférieure, elle présente des nervures très saillantes de couleur vert clair [19].



Figure II.3 Feuille de figuier.

II .2.1. Composition chimique des feuilles de figuier

Les feuilles de figuier contiennent des composés naturels y compris des phytoconstituants tels que les acides organiques, les composés phénoliques, les flavonoïdes, les coumarines, En plus d'autres métabolites secondaires, ils constituent une riche source de tanins, d'hydrocarbures et les constituants volatils [20]. Le tableau II.4 présente la composition chimique globale de ces feuilles [10].

Tableau II.3 : Composition photochimique de la feuille du figuier

Composition chimique	Feuille de figue (%)
Humidité	65.90
Cendre	5,3
Protéine	5.90
Lipide	0.81
Fibre	4.50
Hydrates de carbone	17.59

Chapitre III :

**Solutions proposées et/ou
expérimentations menées**

III.1. Matériel végétal

Le travail s'intéresse à l'étude des feuilles du figuier (*Ficus carica* L) et les feuilles d'Olivier (*Olea europaea* subsp.cuspidata) . Elles ont été récoltées à la région D'ANNABA. Les feuilles sont séchées à température ambiante dans le laboratoire. Ensuite, elles ont été broyées l'aide d'un moulin jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Cette dernière est stockée jusqu'à son utilisation.



Figure III.4. Préparation de poudre des Feuilles de figuier



Figure III.5. Préparation de poudre des Feuilles d'Olivier.

III. 2. Méthodes d'extraction

III.2.1. Macération

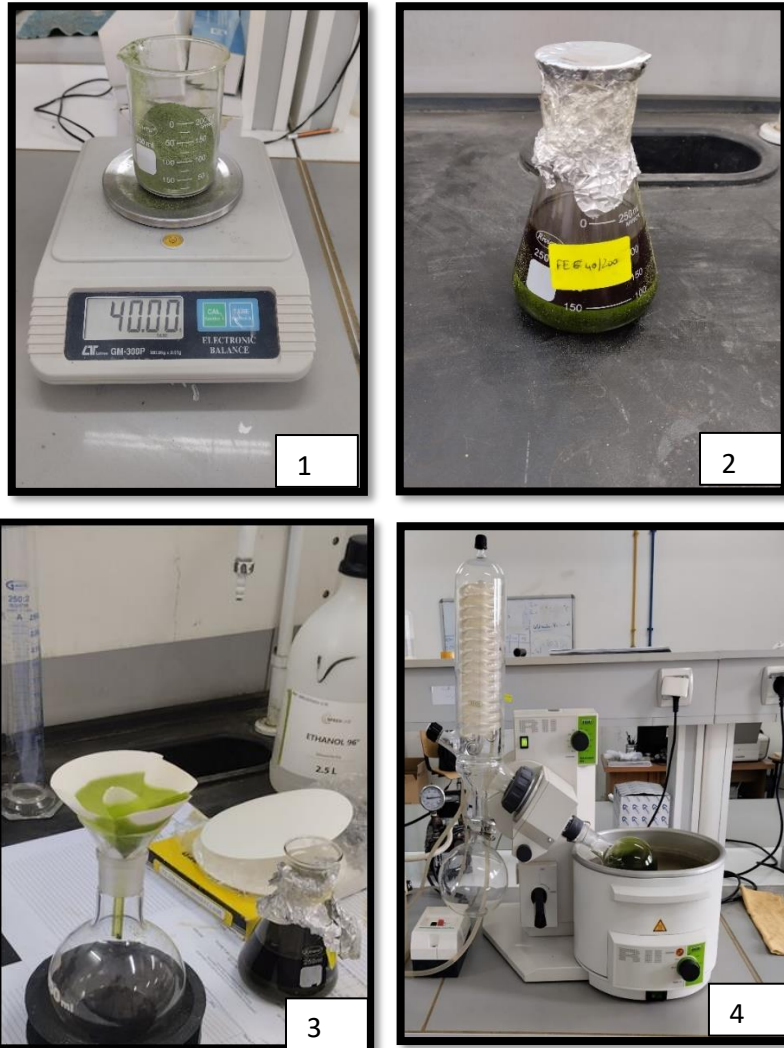
A/ Matériels utilisés :

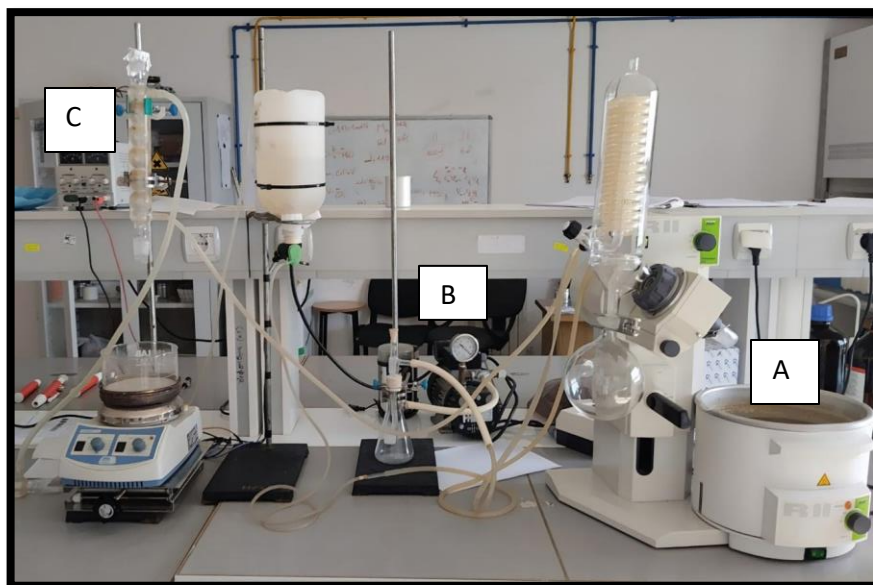
- Balance électronique.
- Bécher de 250ml.
- Erlenmeyer de 250ml.
- Eprouvette de 250ml.
- Entonnoir.
- Papier filtre.
- Ballon à fond rond col rodé.

B/ Préparation de l'extrait des feuilles :

- Dans le bécher, on a pesé 40 g de poudre des feuilles.
- On a mélangé 200 ml d'éthanol avec 40 g de poudre dans l'erenmeyer.

- Le mélange a été récupéré après 7 jours.
- Après l'extraction, une filtration a été effectuée à travers un entonnoir dans le ballon pour récupérer le filtrat.
- Le filtrat est évaporé à l'aide d'un rota vapeur à 78 °C, ce qui permet de récupérer le solvant. Ensuite, le filtrat récupéré est conservé dans une petite bouteille opaque.





(A) : Evaporateur rotatif – (B) : Pompe – (C) : Générateur

Figure III.7. Evaporateur rotatif.

III. 3. Propriétés de solvant utilisés

Tableau III. 4: propriétés chimiques de l'éthanol.

Produit	Formule	Masse molaire (g/mol)	Densité à 20 °C	Point d'ébullition	Tension de vapeur
Éthanol	C ₂ H ₆ O	46,068	0,7893	78,29 °C à 1atm.	7,87 KPa à 25°C

III. 4. Rendement d'extraction

Après l'extraction en utilisant les 3 méthodes, nous avons calculé le rendement selon la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{M_f}{M_i} \times 100 \quad (\text{III.1})$$

R (%) : Rendement d'extraction.

M_f : Masse finale en g de l' extrait après évaporation du solvant.

M_i : Masse initiale en g de la poudre.

III. 5. Matériau d'étude :

Les études sont effectuées sur des échantillons en acier C 18 sous forme rectangulaire, dont la composition chimique (%) est donnée dans le tableau suivant :

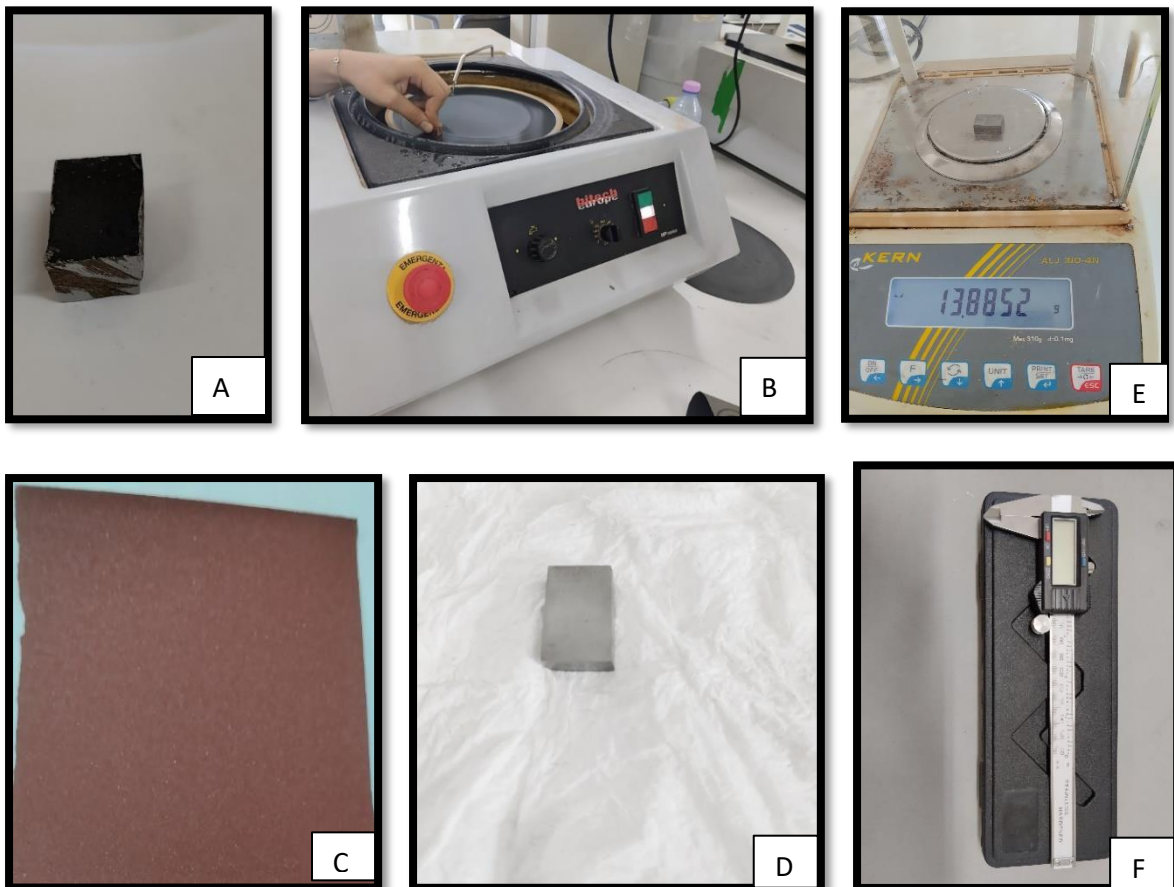
Tableau III.5 : Composition chimique de l'acier utilisé.

Élément Chimique	C%	Mn %	Si % Max	P % Max	S% max	Al %
C18	0,15-0,20	1,20-1,50	0,15-0,30	0.020	0.020	0,020-0,080

III.6. Préparation du matériau :

Découper l'acier sous formes des plaques rectangulaires, Les échantillons ont subi un polissage réalisé par une polisseuse mécanique (figure III.20-B) avec du papier abrasif, de granulométries décroissantes (180,220,240,320,400,600,800,1200,1500et 2000) (figure III.20-C). Ensuite, la surface des échantillons a été rincée avec de l'eau distillée, puis avec l'acétone. Et enfin un séchage avec du papier absorbant, pour obtenir le résultat D'une surface finie à l'état miroir (figure III.20-D).

La deuxième étape est mesurée la masse initiale des échantillons (m_0) à l'aide d'une balance de précision 10^{-4} (figure III.20-E) et son Dimensions (longueur, largeur, hauteur) à l'aide d'un pied à coulisse pour calculer la surface(S) (figure III.20-F).



(A) Echantillon avant polissage – (D) Echantillon après polissage

Figure III.8. Préparation des pièces d'acier

III.7. Préparation du Milieu corrosif :

La solution corrosive utilisée est une solution d'acide chlorhydrique (HCl) à une concentration de 1M. Elle a été préparée dans une fiole de 100 ml à partir d'une solution commerciale d'acide chlorhydrique à 37 %, en la mélangeant avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

III.8. Préparation de la solution inhibitrice

Tout d'abord, nous avons commencé par la préparation de la solution mère de figuier et d'olivier en mélangeant 2,89 g d'extrait de feuille de figuier avec 2,89 ml d'éthanol dans une fiole de 1 L, puis en remplissant avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge pour obtenir une solution inhibitrice à une concentration de 1000 ppm. Pour l'olivier, nous avons mélangé 1,6 g d'extrait de feuille avec 1,6 ml d'éthanol dans une fiole de 1 L, puis on remplit avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge pour obtenir une solution inhibitrice à une concentration de 1000 ppm [21].

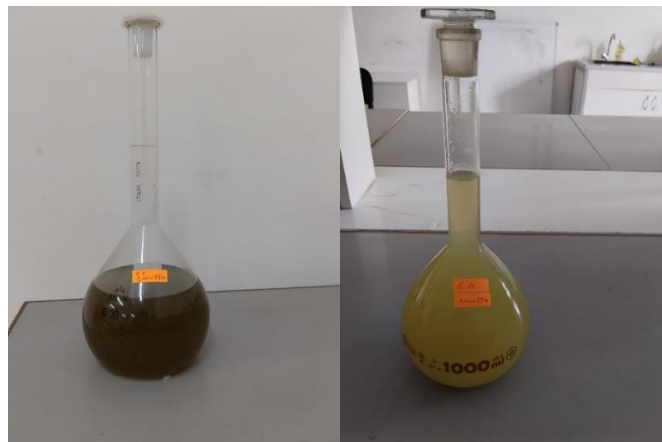


Figure III.9.les solution inhibitrices mère de EFF-EFO

Ensuite, nous avons préparé les solutions filles inhibitrices de EFF-EFO à différentes concentrations (0ppm,100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm) dans des fioles de 100 ml en mélangeant respectivement les quantités (0ml,10 ml, 20 ml, 30 ml, 40 ml) des solutions inhibitrices mère avec une quantité d'eau distillée et 8,3 ml de HCl dans les fioles, puis on remplit avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge pour obtenir les solutions inhibitrices. Enfin, nous avons placé les solutions dans des béchers de 100 ml.

III.9. Méthodes d'étude des inhibiteurs de corrosion

III.9. 1. Méthode de la perte de masse (Méthode gravimétrique)

Cette méthode est très simple elle ne nécessite pas un appareillage important, elle nécessite juste une balance électronique très sensible aux faibles mesures de la perte de poids. Elle consiste à exposer des échantillons de surface (S) dans un milieu corrosif maintenue à température constante pendant un temps (t), et à mesurer la différence de masse (Δm).

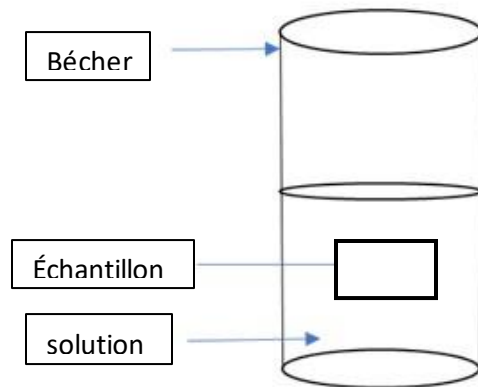


Figure III.10 Dispositif expérimental pour l'analyse de perte de poids.

La formule suivante a été utilisé pour calculer la perte de masse :

$$\Delta m = m_i - m_f \quad (\text{III.2})$$

Δm : la masse perdue de l'échantillon (g).

m_i : la masse de l' échantillon avant immersion (g).

m_f : la masse de l' échantillon après immersion (g).

On peut après calculer la vitesse de corrosion avec la formule suivante :

$$V_{cor} = \frac{\Delta m}{st} \quad (\text{III.3})$$

V_{cor} : la vitesse de corrosion.

Δm : la masse perdue (g).

S : la surface de l' échantillon (mm^2).

t : le temps d' immersion (h).

L' efficacité inhibitrice est déterminée par la formule suivante :

$$EI = \frac{V_0 - V_{inh}}{V_0} \times 100 \quad (\text{III.4})$$

EI : l' efficacité inhibitrice.

V_0 : vitesse de corrosion en milieu acide sans inhibiteur.

V_{inh} : vitesse de corrosion en milieu acide avec inhibiteur.

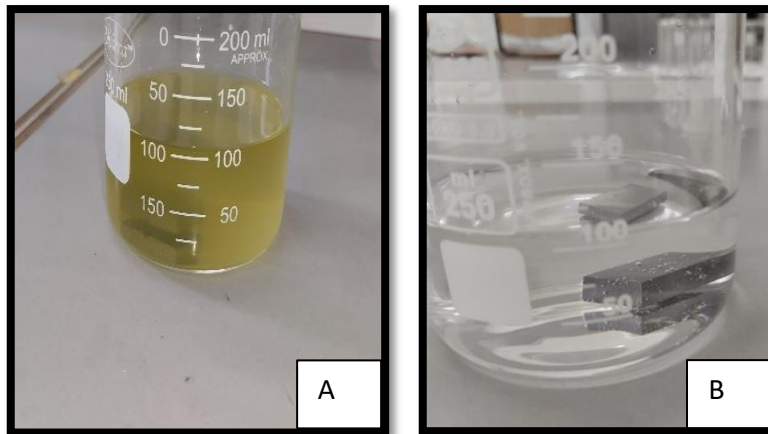


Figure III.11. Echantillon d'acier (A) dans la solution corrosive avec inhibiteur (EFF) et (B) dans la solution corrosive sans inhibiteur (HCl 1M).

Au cours de l'expérience, un dégagement de gaz et la formation d'une couche inhibitrice sur la surface de l'acier ont été observés.

III.10. Méthodes électrochimiques

II.10. 1. Courbes de polarisation

L'étude électrochimique a été réalisée au niveau du laboratoire de corrosion de département de métallurgie de l'université de technologie, Université Badji Mokhtar-Annaba. À l'aide d'un POTENTIOSTAT/GALVANOSTAT/ZRA GAMRY référence 600+. Cet appareil est relié à un PC fonctionnant avec le logiciel opérationnel Gamry Instruments FRAMEWORK, les courbes obtenues sont ensuite exportées vers un logiciel EC-Lab et traitées par Origin 2021. Cette méthode permet de déterminer : la vitesse instantanée de corrosion (i_{corr}), le potentiel de corrosion (E_{corr}), les pentes de Tafel, les résistances de polarisations (R_p), les courants limites de diffusion, pourcentage d'efficacité d'inhibition s'exprime selon l'équation (III.8) suivante :

$$\%IE = ((i_0 - i_{inh}) / i_0) \times 100 \quad (III.4)$$

Avec : %IE : Efficacité d'inhibition., i_0 : courant de corrosion en l'absence d'inhibiteur de corrosion., i_{inh} : courant de corrosion en présence d'inhibiteur de corrosion.

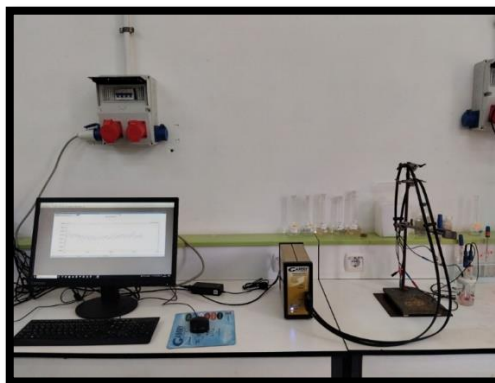


Figure III.12. Dispositif des mesures électrochimiques.

III.11.2 Cellule électrochimique :

Les tests électrochimiques ont été réalisés dans une cellule électrochimique à trois électrodes :

- 1- une contre électrode en platine.
- 2- une électrode de référence de chlorure d'argent (Ag/AgCl).
- 3- une électrode de travail en acier d'étude.



Figure III.13. Cellule électrochimique utilisée.

III.12. Analyse de l'extrait des feuilles de figuier et d'Olivier par infrarouge FTIR :

L'appareil utilisé dans cette analyse est un spectrophotomètre infrarouge FTIR, modèle IRSpirit de la marque Shimadzu, équipé de l'accessoire QATR-S. Il est piloté par un micro-ordinateur menu d'un logiciel pour contrôler les mesures et analyser les données spectrales.



Figure III.14: Le spectromètre infrarouge (FTIR).

III.13. Méthode de contrôle de la surface**III.13.1 La rugosité**

L'appareil utilisé est le profilomètre 3d, Une des principales caractéristiques de la qualité de l'état de surface est la rugosité. Une surface de très bonne qualité, donc à faible rugosité, permet de détecter rapidement les irrégularités micro-géométriques ou macro-géométriques de la surface. C'est ainsi que la pièce peut être désignée conforme ou non conforme lors du processus de contrôle qualité.

III.13.2 Microscope optique

L'appareil utilisé est microscope optique de type NIKON DS-F12, disponible à l'école. Il a été employé pour observer la surface de l'échantillon testé dans un environnement agressif à un degré associé. Le type de microscopie utilisé est une loupe optique Olympus.

III.13.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'appareil utilisé est MEB-EDX Quanta 250 de la compagnie FEI, disponible à l'école des mines, Il a été employé pour examiner la topographie de la surface des échantillons avant et après les tests d'immersion, que ce soit en l'absence ou en présence des d'inhibiteurs (meilleures concentrations) [4]. Le microscope électronique à balayage (MEB), équipé d'un détecteur à électrons secondaires et d'un système d'analyse chimique élémentaire par spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX), offre la possibilité de générer des images avec un contraste basé sur la composition chimique. Cette méthode permet de caractériser la composition de la surface des échantillons analysés [22].

CHAPITRE IV

*Evaluation des solutions proposées,
analyse et discussion des résultats*

IV.1. Rendement d'extraction par macération

L'extraction de l'extrait des feuilles de figuier et d'Olivier a été effectuée par macération. Le rendement a été calculé selon la formule (III.1).

EFF :7,45%

EFO :6,8%

IV.2. Analyse de l'extrait des feuilles de figuier et d'Olivier par infrarouge FTIR :

Le spectre infrarouge d'extrait de feuille de figuier est indiqué dans la figure IV.15, montre la présence d'une bande large entre $(3200-3650)cm^{-1}$ correspond au groupe hydroxyle OH associé pour les alcools phénoliques. La bande entre $(1600-1500)$ pour le groupement C=C des aromatiques tels que les phénols. La bande entre $(1700-1670) cm^{-1}$ montre la présence du groupe carbonyle C=O des cétones, aldéhyde, et les acides qui présent dans les flavonoïdes et tanins. La bande entre $(1000-650)$ correspond au groupe C-H aromatique pour la coumarine.

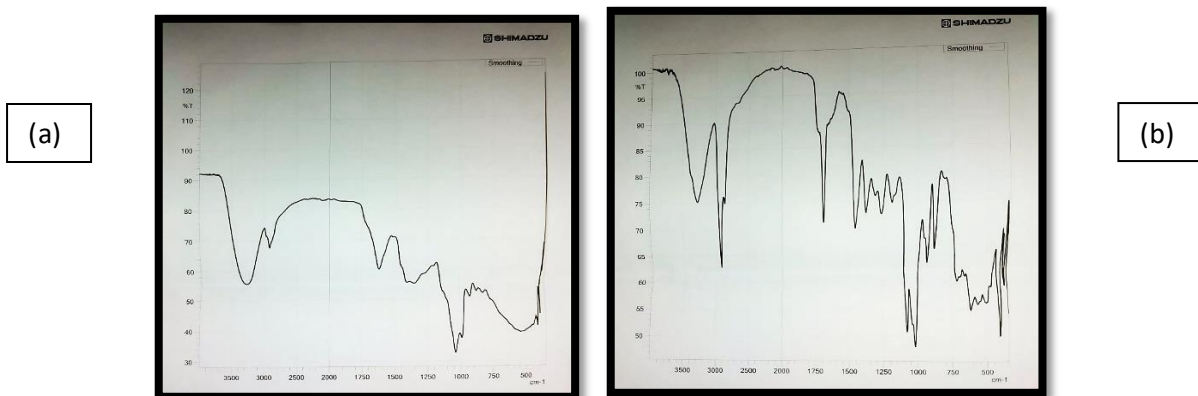


Figure IV.15. Spectre FTIR de l'extrait des feuilles de figuier (a) et olivier(b)

Le spectre infrarouge d'extrait de feuille d'olivier est indiqué dans la figure IV.15, montre la présence d'une bande large autour de $3400 cm^{-1}$ correspond au groupe hydroxyle pour les alcools phénoliques. La bande entre $(2920-2850)$ pour le groupement C-H des composés organique tels que l'oleuropéine et l'hydroxytyrosol. Le bande autour $1700 cm^{-1}$ montre la présence du groupe carbonyle C=O des cétones, aldéhyde, et les acides qui présent dans les flavonoïdes. La bande entre $(1600-1500)$ pour le groupement C=C des aromatiques tels que les phénols.la bande autour $(1200-1000)$ indiquer la liaison C-O dans les alcools.

IV.3. Etude de l'effet inhibiteur de corrosion de l'extrait des feuilles figuier

Dans cette étude, les échantillons d'acier sont immergés dans une solution de HCl à 1 M, sans et avec addition de l'extrait de feuilles de figuier à différentes concentrations. Les paramètres relatifs à la corrosion, tels que la perte de masse (Δm), la vitesse de corrosion (V_{corr}) et l'efficacité inhibitrice (EI%), sont déterminés après 2h, 4h et 24h d'immersion, à température ambiante.

IV.3.1 L'effet de perte de masse

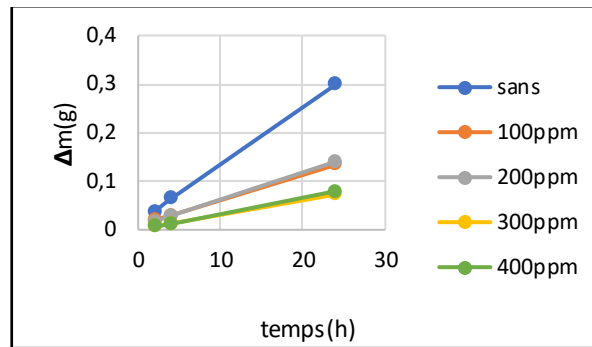


Figure IV.16. La perte de masse (g) en fonction du temps (h).

D'après les résultats de figure (IV.16), on peut remarquer que la meilleure concentration est celle de 400 ppm, suivie par la concentration de 300 ppm, où la perte de masse était minimale par rapport aux autres concentrations, comme 100 ppm, où la perte de masse était plus importante que dans la solution sans inhibiteur. Cette observation suggère que l'EFF présente de bonnes propriétés inhibitrices contre la corrosion de l'acier lorsqu'il est utilisé à la bonne concentration. Les résultats obtenus montrent clairement que la perte de masse a été diminuée avec l'augmentation de la concentration de l'extrait.

IV.3.2. Vitesse de corrosion

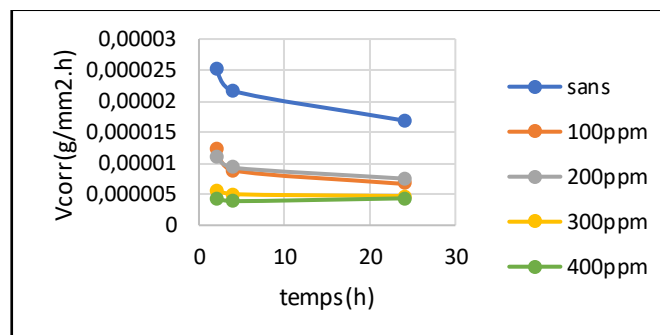


Figure IV.17. La vitesse de corrosion ($\text{g}/\text{mm}^2.\text{h}$) en fonction du temps (h).

La figure IV.17 montre clairement que la vitesse de corrosion en présence de l'inhibiteur est nettement inférieure à celle dans le HCl 1M sans inhibiteur. On observe également que V_{corr} diminue dans les solutions inhibitrices à des concentrations de 400 ppm et 300 ppm, avec une valeur minimale de vitesse de corrosion $3,88648 \times 10^{-6}$ ($\text{g}/\text{mm}^2.\text{h}$) après 4h d'immersion à 400 ppm. Ainsi, à partir de ces résultats, on remarque que la vitesse de corrosion de l'acier diminue avec l'augmentation de la concentration de l'extrait de feuille de figuier.

IV.3.2. L'efficacité inhibitrice

D'après les résultats présentés dans la figure IV.18, on peut conclure que l'efficacité inhibitrice augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur. Cela indique que l'extrait possède de bonnes propriétés inhibitrices contre la corrosion de l'acier. De plus, ces résultats montrent que la concentration optimale de cet extrait est de 400 ppm, offrant une efficacité maximale de l'ordre de 82,96 %.

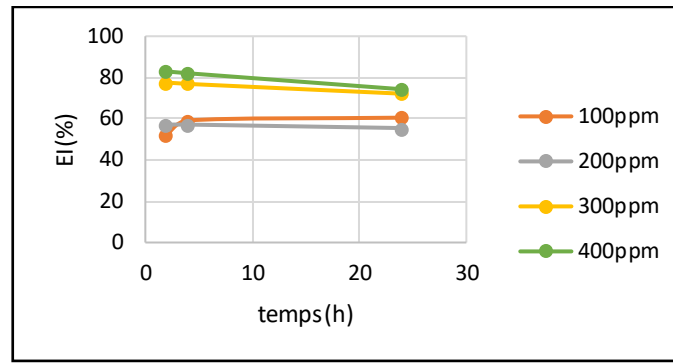


Figure IV.18. L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).

IV.4. Etude de l'effet inhibiteur de corrosion de l'extrait des feuilles d'Olivier

Dans cette étude, les échantillons d'acier sont immergés dans une solution de HCl à 1 M, sans et avec addition de l'extrait de feuilles d'Olivier à différentes concentrations. Les paramètres relatifs à la corrosion, tels que la perte de masse (Δm), la vitesse de corrosion (V_{corr}) et l'efficacité inhibitrice (EI%), sont déterminés après 2h, 4h et 24h d'immersion, à température ambiante.

IV.4.1 L'effet de perte de masse

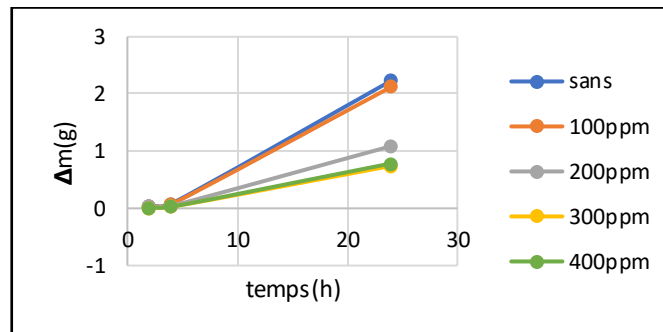


Figure IV.19. La perte de masse (g) en fonction du temps (h).

D'après les résultats de figure (IV.19), on peut remarquer que la meilleure concentration est celle de 400 ppm, suivie par la concentration de 300 ppm, où la perte de masse était minimale par rapport aux autres concentrations, comme 100 ppm, par rapport la perte de masse importante dans la solution sans inhibiteur. Les résultats obtenus montrent clairement que la perte de masse a été diminué avec l'augmentation de la concentration de l'extrait des feuilles d'olivier.

IV.4.2. Vitesse de corrosion

La figure IV.20 montre clairement que la vitesse de corrosion en présence de l'inhibiteur est nettement inférieure à celle dans le HCl 1M sans inhibiteur. On observe également que V_{corr} diminue dans les solutions inhibitrices à des concentrations de 400 ppm et 300 ppm, avec une valeur minimale de vitesse de corrosion $1,07001 \times 10^{-5}$ ($g/mm^2.h$) après 24h d'immersion à 400 ppm. Ainsi, à partir de ces résultats, on remarque que la vitesse de corrosion de l'acier diminue avec l'augmentation de la concentration de l'extrait de feuille d'Olivier

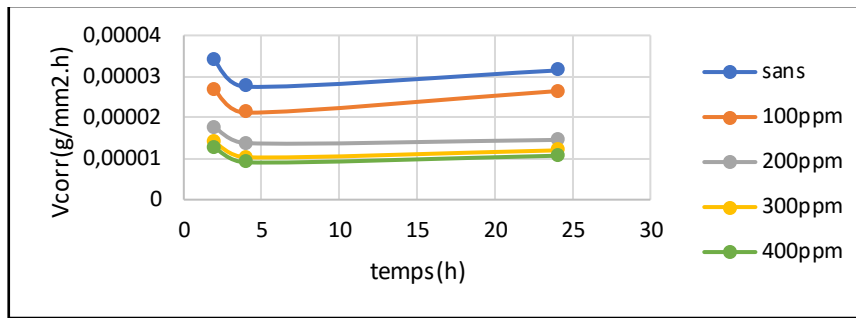


Figure IV.20 : La vitesse de corrosion (g/mm².h) en fonction du temps (h).

IV.4.3. L'efficacité inhibitrice

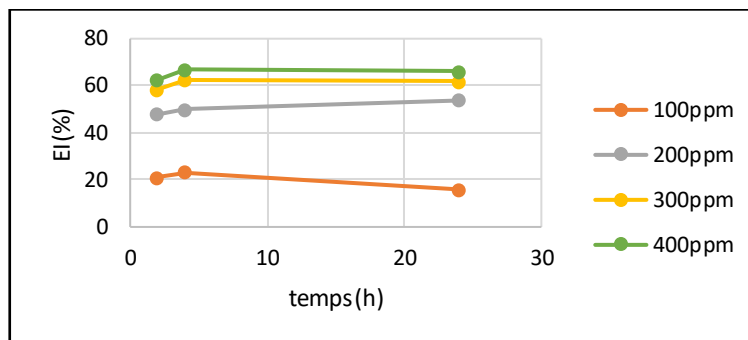


Figure IV.21. L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).

D'après les résultats présentés dans la figure IV.21, on peut conclure que l'efficacité inhibitrice augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur. Cela indique que l'extrait possède des propriétés inhibitrices contre la corrosion de l'acier. De plus, ces résultats montrent que la concentration optimale de cet extrait est de 400 ppm, offrant une efficacité maximale de l'ordre de 65,99%

IV.5. Effet de synergie

Cette partie consiste à étudier l'effet synergique de l'effet inhibitrice de l'extrait des feuilles de figuier et d'olivier contre la corrosion de l'acier C18 en milieu acide 1M HCl, où on a utilisé la méthode gravimétrique et la technique électrochimiques, avec l'analyse de la rugosité de surface.

Dans la méthode de perte de masse les échantillons d'acier sont immergés dans les deux solutions de l'extrait de feuilles de figuier et d'olivier à la meilleure concentration 400ppm, et dans la solution hybride EFF+EFO par un rapport (1/ 1). Les paramètres relatifs à la corrosion, tels que la perte de masse (Δm), la vitesse de corrosion (V_{corr}) et l'efficacité inhibitrice (EI%), sont déterminés après 2h, 4h et 24h d'immersion, à température ambiante.

IV.5.1. L'effet de perte de masse

D'après les résultats de figure IV.22, on peut constater que l'effet inhibiteur de l'EFF et de la synergie est meilleur par rapport à l'EFO, où la perte de masse est plus minimale dans cette solution.

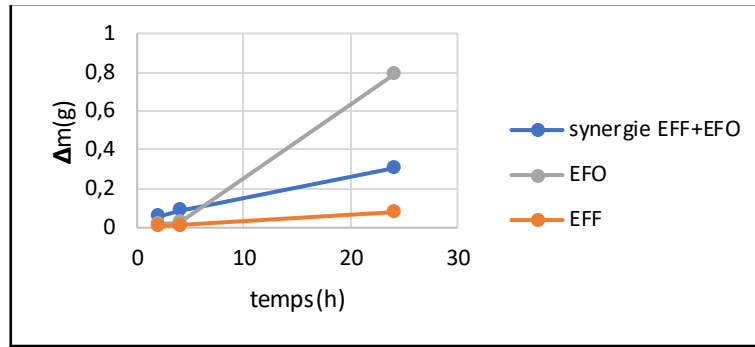


Figure IV.22. La perte de masse (g) en fonction du temps (h).

IV.5.2. Vitesse de corrosion

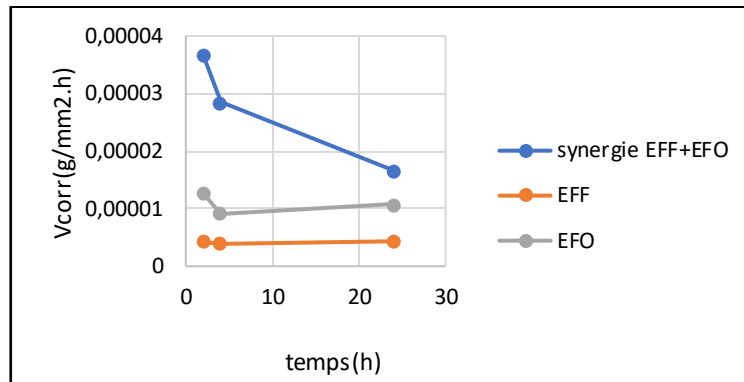


Figure IV.23 . La vitesse de corrosion (g/mm².h) en fonction du temps (h).

La figure IV.23 montre clairement que la vitesse de corrosion initiale (V_{corr}) de la synergie est plus élevée, puis diminue rapidement, ce qui suggère que les conditions protectrices contre la corrosion deviennent plus efficaces avec le temps. Les courbes de l'EFF et de l'EFO montrent une vitesse de corrosion très faible et stable, ce qui les rend efficaces pour inhiber la corrosion.

IV.5.3. L'efficacité inhibitrice

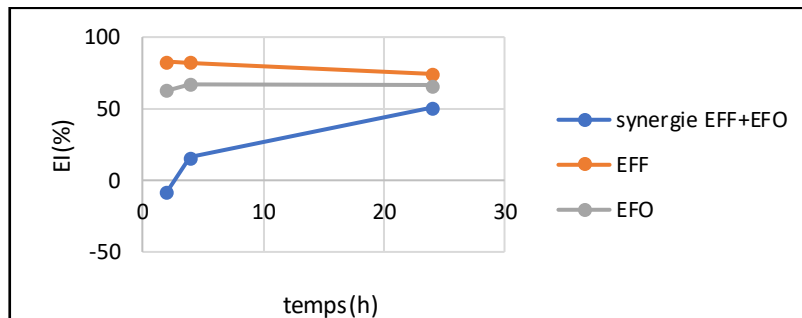


Figure IV.24 L'efficacité inhibitrice (%) en fonction du temps (h).

D'après la figure IV.24 on a observé que, la courbe de la synergie montre une augmentation rapide initiale d'environ 20 % après 5 heures, puis continue à augmenter progressivement pour atteindre 50,79 % après 24 heures. Cela indique que l'effet hybride de l'EFF et de l'EFO devient de plus en plus efficace pour offrir une protection contre la corrosion au fil du temps. En revanche, les courbes de l'EFF et de l'EFO montrent une efficacité élevée au début, avec une légère diminution, puis restent progressivement stables.

D'après les résultats des figures (IV.22 -IV.24), on a observé que l'effet inhibiteur est meilleur par rapport à l'extrait de feuilles de figuier seule . Il est donc proposé d'étudier la synergie en utilisant des rapports (EFF/EFO) de (2/1), (3/1) et (4/1). Donc d'après ces résultats on peut résulter que l'effet des inhibiteur seule est plus efficace contre la corrosion.

IV.6. Méthode de contrôle de la surface

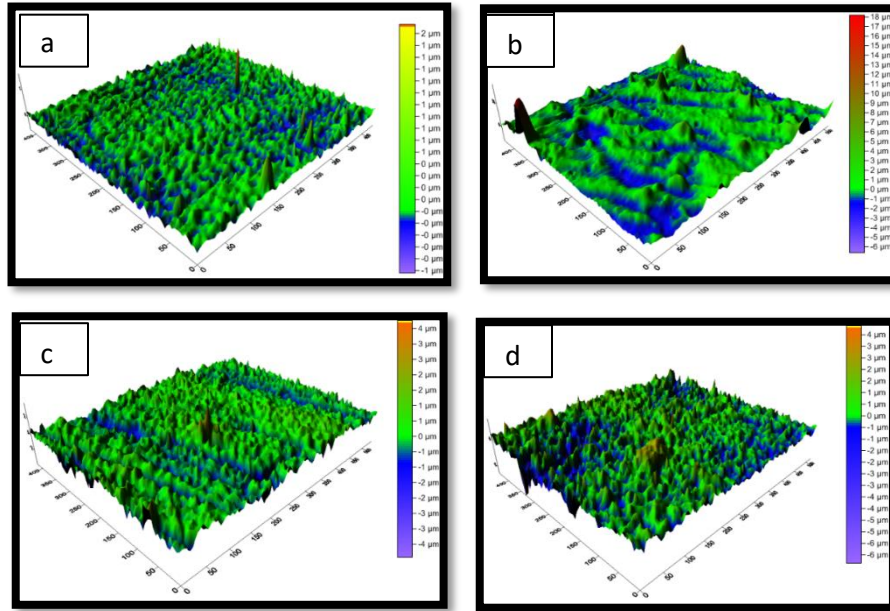


Figure IV.25. Topographie 3D de la surface (a) sans immersion, (b) après 4h d’immersion dans Hcl,(c) après 4h d’immersion en présence d’inhibiteur de meilleur concentration de EFF,(d) après 4h d’immersion de synergie d’inhibiteurs de meilleur concentration .

Tableau IV.6 : les valeurs de rugosité moyenne

Solution	Rugosité Ra(um)
Sans inhibiteur	0,06
Dans HCL 1M	0,42
Avec inhibiteur	0,21
Synergie	0,35

La morphologie de la surface et les valeurs de rugosité moyenne de l'acier sont illustrées par la Figure IV.25 et le tableau IV.6. La Figure IV.25 a montre la surface de l'acier polie à l'état miroir, qui est plus lisse avec une rugosité très faible, Ra = 0,06 µm. En l'absence d'inhibiteurs de corrosion (Figure IV.25 b), dans une solution de HCl 1M, la surface devient irrégulière avec des pics et des creux à cause de la corrosion due à l'exposition à HCl, ce qui augmente la rugosité de surface à Ra = 0,42 µm.

En revanche, l'impact de l'inhibiteur extrait des feuilles de figuier (EFF) est clairement démontré dans la Figure IV.25 c. La surface devient plus lisse, moins rugueuse et plus régulière par rapport à celle sans inhibiteur. La rugosité de surface (Ra) est réduite à 0,21 µm, soulignant la capacité remarquable de l'EFF à former un film passivant efficace, offrant ainsi une protection robuste contre la corrosion de l'acier.

Dans le cas de la synergie (Figure IV.25 d), il y a des pics, mais moins nombreux que dans la solution de HCl seule, avec une rugosité de surface $R_a = 0,35 \mu\text{m}$.

IV.7. Microscope optique

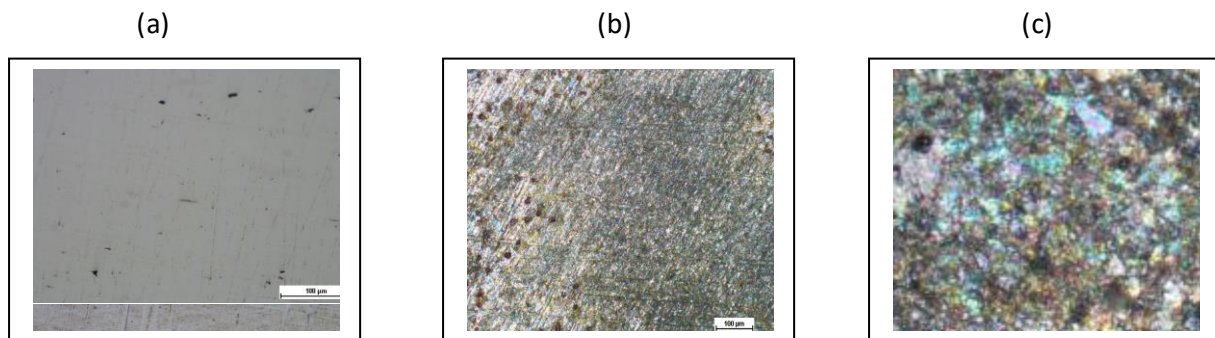


Figure IV.26. Morphologie Microscope de l'acier (a) sans immersion, (b) après 5h d'immersion dans HCl, (c) après 5h d'immersion en présence d'inhibiteur EFO+EFF.

La figure IV.26 représente la microscopie optique de l'échantillon, FigureIV.35a sans immersion, FigureIV.35b avec immersion dans HCl sans inhibiteur, et FigureIV.35c en présence de l'inhibiteur cas de synergie. D'après cette figure nous observons que la corrosion apparaît sur la surface sous forme d'une dégradation généralisée et localisée. Pour les états (c) cas de synergie nous observons que l'attaque est moins agressive par rapport à celle sans inhibiteur, cela est dû à la formation du film inhibiteur qui se forme sur la surface de l'acier .

IV.8. Caractérisation de la surface par Microscopie à Balayage Electronique (MEB-EDX)

La figure IV.27 a montré la morphologie de la surface polie de l'acier sans immersion. La figureIV.27 b illustre l'état de la surface de l'acier après 5 heures d'immersion dans HCl 1M. et la figureIV.27 c présente l'acier après 5 heures d'immersion en présence de l'inhibiteur EFF à la concentration optimale de 400 ppm.

On a réalisé aussi des analyses EDX afin d'identifier les différents éléments présents à la surface de l'acier. La figure IV.27 a montre le spectre EDX réalisé sur la surface sans immersion, et Les Figure IV.27 b et Figure IV.27c montrent les spectre EDX obtenus après 5 heures d'immersion en milieu 1M HCl et en présence d'inhibiteur EFF.

La figure IV.27 a montré la morphologie lisse de la surface de l'acier. La figure IV.27 b montre clairement que l'échantillon a subi une corrosion uniforme sur toute la surface, avec des piqûres de petite taille. La texture granulaire de la matrice suggère une rugosité notable. En revanche, la figure IV.27 c, en présence de l'inhibiteur, révèle une diminution presque totale des piqûres et une surface relativement plus lisse. Cela indique la formation d'un film protecteur (couche inhibitrice) sur toute la surface de l'acier, démontrant l'efficacité inhibitrice de l'extrait de feuille de figuier. Ces résultats confirment ceux obtenus précédemment par l'étude de la perte de masse. La comparaison des deux spectres (Figure IV.27 d et Figure IV.27 e) montre l'apparition du pic d'oxygène de pourcentage atomique 44.04 % et diminution de pourcentage atomique de fer en raison de la corrosion de l'acier. Sur le spectre EDX de l'acier en présence d'inhibiteur figure IV.27 f le pourcentage atomique de l'oxygène devient 5,65% avec augmentation de pourcentage atomique de fer donc formation d'une couche protectrice

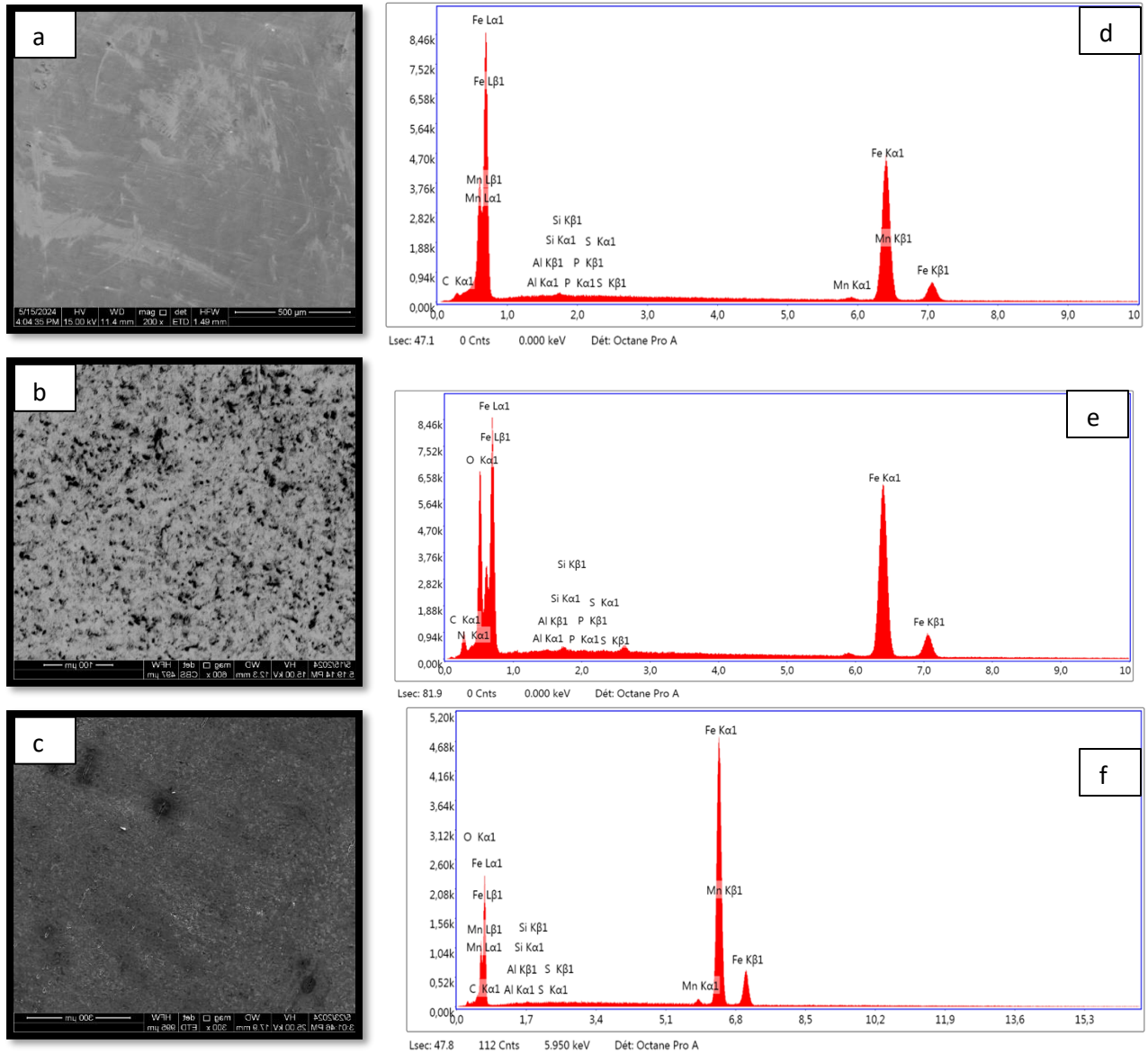


Figure IV .27. Morphologie MEB et l’analyse EDX de la surface de l’acier (a) sans immersion, (b) après 5h d’immersion dans Hcl ,(c) après 5h d’immersion en présence d’inhibiteur EFF.

IV.9. Méthodes électrochimiques :

IV.9.1. Courbes de polarisation :

Pour déterminer l'effet de l'inhibiteur bio-organique extrait des feuilles de figuier et l'effet de synergie sur les réactions partielles cathodiques et anodiques de l'acier dans un milieu corrosif de HCl 1M à la meilleure concentration, les courbes de polarisation sont illustrées par la figure IV.28. Les valeurs associées aux paramètres électrochimiques, déterminées à partir de ces courbes, ainsi que les efficacités inhibitrices (EI %) sont regroupées dans le tableau IV.7.

D’après les courbes de polarisation, on peut observer un abaissement plus important de l’intensité du courant anodique et cathodique à la concentration de 400 ppm d’EFF par rapport à la solution sans inhibiteur et à celle dans la synergie. De plus, ces résultats montrent que la performance de l’inhibiteur seule est meilleure que celle dans la synergie (EFF+EFO), et l’addition de cet inhibiteur retarde à la fois les réactions anodiques et cathodiques.

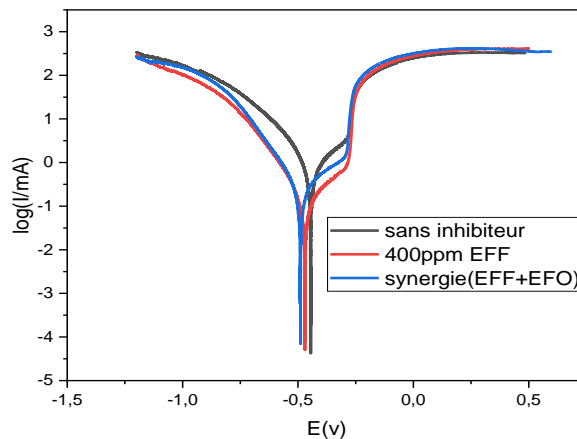


Figure IV. 28: Courbes de polarisation de l'acier en l'absence (HCl 1M) et en présence de concentrations meilleures de EFF et synergie (EFF+EFO)

D'après les courbes de polarisation, on peut observer un abaissement plus important de l'intensité du courant anodique et cathodique à la concentration de 400 ppm d'EFF par rapport à la solution sans inhibiteur et à celle dans la synergie. De plus, ces résultats montrent que la performance de l'inhibiteur seule est meilleure que celle dans la synergie (EFF+EFO), et l'addition de cet inhibiteur retarde à la fois les réactions anodiques et cathodiques. Le déplacement du potentiel de corrosion vers une valeur élevée environ $30 \text{ mV} < 85 \text{ mV}$ par rapport la solution HCl 1M sans inhibiteur confirme que l'EFF fonctionne comme un inhibiteur de type mixte [23].

Tableau IV.7 : Résultats obtenus à partir des courbes de polarisation

Concentration de l'extrait ppm	$E_{\text{corr}}(\text{mv})$	$i_{\text{corr}} (\mu\text{A}.\text{cm}^2)$	$B_a(\text{mv})$	$B_c(\text{mv})$	$R_p(\text{ohm})$	EI (%)
0	-444,655	422,614	137,9	110,2	42,9	-
400	-468,215	94,552	166,7	108,5	236	77,63
Synergie	-489,461	246,070	261,3	135,4	127	41,77

À partir du tableau IV.7, on a remarqué que, dans le cas de l'EFF seul, la meilleure concentration d'inhibiteur fait augmenter le potentiel de corrosion de $-444,655 \text{ mV}$ à $-468,215 \text{ mV}$, et diminuer la densité de courant de $422,614$ à $94,552 \mu\text{A}/\text{cm}^{-2}$, traduisant un changement de l'état de surface par la présence d'un film inhibiteur. L'efficacité inhibitrice est significative, de l'ordre de $77,63 \%$. En revanche, dans le cas de la synergie, le potentiel de corrosion est plus élevé par rapport à l'EFF seul, atteignant $-489,461 \text{ mV}$, avec une augmentation de la densité de courant à $246,070 \text{ cm}^{-2}$. De plus, l'efficacité inhibitrice est de l'ordre de $41,77 \%$.

IV. 9.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

Les diagrammes d'impédance électrochimique en représentation de Nyquist s à partir des mesures EIS dans 1M HCl ont été tracés en absence et en présence de l'EFF a la concentration de 400ppm, et l'effet de synergie figure IV.29.

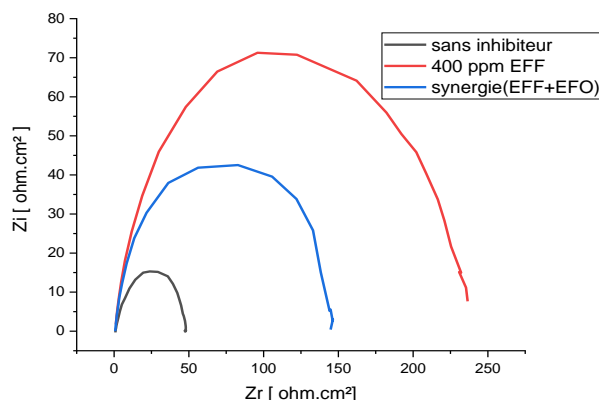
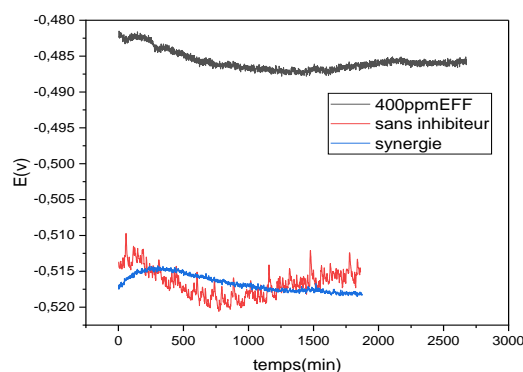


Figure IV.29: Diagrammes de Nyquist de l'acier en l'absence (HCl 1M) et en présence de concentrations meilleure de EFF et synergie (EFF+EFO)

D'après la figure IV.29, nous avons observé l'existence d'une boucle capacitive aux hautes fréquences, dont le diamètre est plus élevé à la concentration de 400 ppm d'EFF. Cela est dû à la formation d'un film protecteur en présence de l'inhibiteur. Aux basses fréquences, une boucle inductive est présente. Dans le cas de la synergie, le diamètre de la boucle diminue, ce qui montre que l'EFF seul est plus efficace que la synergie. Ce type de diagramme indique généralement que la réaction de corrosion est régulée par un processus de transfert de charge sur une électrode solide avec une surface hétérogène et irrégulière.

IV.8.3. Potentiel en circuit ouvert

L'évolution du potentiel en fonction du temps est illustrée dans la figure IV.30 ci-dessous.



FigureIV.30. Suivi du potentiel en circuit ouvert de l'acier immergé dans 0,1M HCl à la concentration meilleure de l'extrait des feuilles de figuier et la synergie.

D'après la figure IV.30, Sans inhibiteur, le potentiel OCP de l'acier tend à se stabiliser à une valeur de $-0,515$ v contre que le potentiel de corrosion en présence inhibiteur à se stabiliser à des valeurs supérieures $-0,485$ v. Ceci reflète la formation d'un film protecteur résultant de l'adsorption des molécules inhibitrices à la surface métallique [24].

Conclusion générale

La corrosion des métaux est un phénomène universellement connu qui entraîne chaque année des pertes matérielles considérables pour l'industrie et la collectivité. Elle peut provoquer des dommages irréversibles à l'environnement et sur l'industrie pétrolière (les coûts de remplacement et l'arrêt d'installation pendant la réparation des structures et machines corrodées) et même des pertes en vie humaine puisqu'elle est susceptible d'entraîner des problèmes de santé. Il existe plusieurs méthodes disponibles pour protéger les métaux de la corrosion dans un milieu agressif, comme l'utilisation d'une barrière de protection, la galvanisation, la protection cathodique, l'utilisation des solutions antirouille ou des inhibiteurs de corrosion [25,26]. Sur ce point, notre travail s'est concentré, en proposant l'utilisation des inhibiteurs verts de corrosion. On s'est concentrée sur l'utilisation de extraits de feuilles de figuier et d'olivier comme inhibiteur naturel de corrosion.

Le figuier est largement cultivé dans l'agriculture de montagne en Algérie, ces feuilles est une richesse en composés naturels, des phytoconstituants tels que les acides organiques, les composés phénoliques, les flavonoïdes, les coumarines, en plus d'autres métabolites secondaires, ils constituent une riche de source de tanins, d'hydrocarbures et les constituants volatils, de même les feuilles d'olivier sont particulièrement riches en carbohydrates, en protéines, lipides, monomères et de polymères phénoliques (comme les tanins), et principalement de polysaccharides et enfin divers acides aminés. Ces feuilles sont particulièrement utilisées dans le domaine alimentaire et pharmaceutique.

Le but de notre travail de recherche consiste à proposer une solution économique et écologique pour prévenir et diminuer le problème de corrosion des aciers au carbone ; en milieu acide agressif ; utilisés en abondance dans l'industrie pétrolière et gazière, par l'application de ces extraits de feuilles de figuier et olivier comme inhibiteurs verts de corrosion.

Vu le caractère cancérigène et leur effet nocif sur l'environnement, l'utilisation des inhibiteurs chimique dont la plupart sont des dérivés de pétrole, sont toxiques pour la santé humaine et aussi pour l'environnement. Pour ces raisons, ces extraits d'origine végétale, sont une alternative aux solvants toxiques, ces extraits de feuilles de figuier EFF et d'olivier EFO utilisés comme inhibiteurs naturels de corrosion testé sur un acier au carbone AC18, leur développement donne de jour en jour des résultats prometteurs.

Le présent travail se focalise sur la préparation des extraits de figuier et d'olivier, utilisés comme inhibiteurs verts de corrosion sur le métal C18.

Nous avons débuté notre manuscrit par un bref rappel sur le phénomène de corrosion et les moyens préventifs en utilisant les inhibiteurs verts.

D'après les résultats de notre étude expérimentale, et d'après les courbes de polarisation, on a observé un abaissement plus important de l'intensité du courant anodique et cathodique à la concentration de 400 ppm d'EFF par rapport à la solution sans inhibiteur et à celle dans la synergie.

De plus, ces résultats montrent que la performance de l'inhibiteur seule est meilleure que celle dans la synergie (EFF+EFO), et l'addition de cet inhibiteur retarde à la fois les réactions anodiques et cathodiques.

De plus, et d'après les courbes d'impédance, nous avons observé l'existence d'une boucle capacitive aux hautes fréquences, dont le diamètre est plus élevé à la concentration de 400 ppm d'EFF. Cela est dû à la formation d'un film protecteur en présence de l'inhibiteur. Aux basses fréquences, une boucle inductive est présente.

Dans le cas de la synergie, le diamètre de la boucle diminue, ce qui montre que l'EFF seul est plus efficace que la synergie. Ce type de diagramme indique généralement que la réaction de corrosion est régulée par un processus de transfert de charge sur une électrode solide avec une surface hétérogène et irrégulière.

A la fin, nous concluons que l'efficacité inhibitrice des extraits choisis (EFF, EFO), est significative et prometteuse, elle pourra remplacer les inhibiteurs minéraux et organiques provenant des dérivés du pétrole, vu leurs caractères environnementale et économique.

Références bibliographiques

- [1] D. Landot, Corrosion et Chimie de Surface des Métaux, Vol12, presses polytechniques et universitaires Romandes, Lausanne, 1993.
- [2] Ratiba Mehibel, Étude de l'efficacité inhibitrice de quelques nouveaux inhibiteurs, dits non polluants, sur la corrosion de deux types d'alliages d'aluminium, mémoire de magister, université de 20 aout 1955 de Skikda, 2008.
- [3] Florina Constantin, Étude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement, autre .INSA de Lyon, Français, 2011
- [4] M. BENARIOUA, *Etude de l'Inhibition de la Corrosion d'un Acier Doux en Milieu Acide par l'Emploi d'Inhibiteurs à Base de Plantes*, these de doctorat, Université de Batna 2, Algérie, 2019
- [5] L. Chen, D. Lu, and Y. Zhang, "Organic Compounds as Corrosion Inhibitors for Carbon Steel in HCl Solution: A Comprehensive Review," *Materials*, vol. 15, no. 6. MDPI, Mar. 01, 2022. doi: 10.3390/ma15062023.
- [6] J.Kaur, N.Daksh, and A.Saxena, "Corrosion inhibition applications of natural and eco-friendly corrosion inhibitors on steel in the acidic environment": an overview. *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2022, 47(1), 57-74.
- [7] KHAMIS, AlHanash. Herbs as new type of green inhibitors for acidic corrosion of steel. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Entwicklung, Fertigung, Prüfung, Eigenschaften und Anwendungen technischer Werkstoffe* 33, no. 9, 2002, pp. 550-554.
- [8] M. El-Zekred, A. Nofal, M. Shalabi, and K.Fouda, "Ficus carica extract as environmentally friendly inhibitor for the corrosion of L-80 carbon steel in 0.5 M H₂SO₄ media": *Journal of the Indian Chemical Society*, 2021, 98(9), 100128.
- [9] A.Al-Amiery, A. Isahak, and W. Al-Azzawi, "Corrosion inhibitors": natural and synthetic organic inhibitors. *Lubricants*, 2023, 11(4), 174.
- [10] A.Gori, B. Boucherle, A.Rey, M.Rome, N.Fuzzati, and M.Peuchmaur, "Development of an innovative maceration technique to optimize extraction and phase partition of natural products". *Fitoterapia*, 2021, 148, 104798.
- [11] M.Oroian, F.Dranca, and F. Ursachi, "Comparative evaluation of maceration, microwave and ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds from propolis" *Journal of Food Science and Technology*, 2020, 57(1), 70-78.
- [12] BENDJABALLAH, S; BENMEGGOURA, S; TAOUTAOU, S. Anti-inflammatoire et antioxydantes propriétés des extraits des feuilles d'olivier récoltées de différentes régions mémoire de master, Université des Frères Mentouri Constantine, 2021.

- [13] CRONQUIST A; An integrated system of classification of flowering plants. Columbia University Press. Diseases, 1981, 18, 127-132.
- [14] DOUATR. Guide complet de la culture de Olivier Paris: De Vecchi, 1998, Bop. Chapitre II Généralités sur l'olivier et le figuier.
- [15] PELLECUER J. Connaître, trouver, identifier, utiliser les plantes médicinales des régions méditerranéennes Edition SAEP, 1985, 145p
- [16] Fettam, A., & Bourezeg, A. Effets des polyphénols extraits par ultrasons à partir des feuilles de ;olivier (*Olea europaea* L) et les feuilles des figuiers (région de Djelfa) sur la stabilité oxydative de l'huile olive ,Mémoire de master, Université De Ziane Achour, 2023.
- [17] Berg, C. C. Flora Malesiana precursor for the treatment of Moraceae 1: the main subdivision of Ficus: the subgenera. Blumea-Biodiversity, Evolution and Biogeography of Plants, 2003, 48(1), 166-177.
- [18] Gaussen, H., Leroy, J.F et Ozenda, P. (1982) .Précis de botanique, tome II : végétaux supérieures : 558-560 pp
- [19] Vidaud, J. (1997). Le Figuier: Monographie. Edition Centre Technique Interprofessionnel des Fruits et Légumes.
- [20] Shiraishi, C. S., Zbiss, Y., Roriz, C. L., Dias, M. I., Prieto, M. A., Calhella, R. C., ... & Barros, L. Fig Leaves (*Ficus carica* L.): Source of Bioactive Ingredients for Industrial Valorization. Processes, 2023, 11(4), 1179.
- [21] Carlos S.H. Shiraishi, Yosra Zbiss and al, “ Fig Leaves (*Ficus carica* L.): Source of Bioactive Ingredients for Industrial Valorisation”, process, MDPI, 2023.
- [22] A. Ul-Hamid, A Beginners; Guide to Scanning Electron Microscopy. 2018: Springer International Publishing.
- [23] M. Messali, H. Lgaz, R. Dassanayake, R. Salghi, S. Jodeh, N. Abidi, and O. Hamed, J. Mol. Struct. 1145 ,2017, 43–54.
- [24] FLORINA, Constantin. Etude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement. Thèse de doctorat. Université de pitești-roumanie, 2011, 175p.
- [25] :J. Benard, A. Michel, J. Philibert et J. Talbot, Métallurgie générale , Masson édition, France, 1969
- [26] K. Abiola, Y. Tobun, Chinese Chemical Letters, 21 vol, pp 1449–1452 ,2010