



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa

Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie

Département des sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

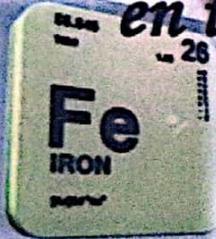
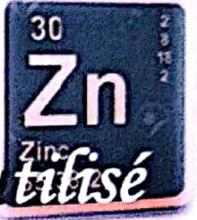
Filière : Chimie

Option: Chimie des produits naturels



Thème

Évaluation de l'impact d'extrait de plante utilisé en tant qu'additif de bain électrolytique dans le processus d'electrozingage

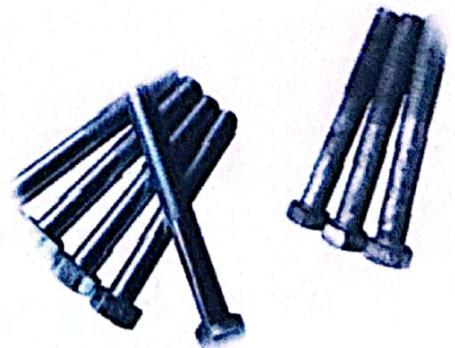


Présenté par : BELHARDI Rania

Devant les membres du jury :

HARKATI	Brahim	Professeur	Université de Tébessa	Président
HANINI	Karima	MCA	Université de Tébessa	Examinatrice
BOUDIBA	Sameh	Professeur	Université de Tébessa	Encadrante

Promotion : 2023/2024



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

يسمح التغليف باستعمال الترسيب الكهربائي بتثبيت تآكل المعدن عن طريق تكوين طبقة حامية على سطحه، وبالتالي تحسين جودته ومقاومته للتآكل. في هذه الدراسة تم تقييم تثبيت التآكل للفولاذ الطري E24-2 من خلال تغليفه بالزنك في وجود تراكيز مختلفة من المستخلص الإيثانولي لـ *Suaeda corniculata*. تم استخدام تقنيات كهروكيميائية مختلفة لدراسة هذا التثبيت في مياه البحر كوسط للتآكل، بما في ذلك الاستقطاب الديناميكي الفعال ومطيافية المقاومة الكهروكيميائية. بالإضافة إلى تحسين جودة الترسيب من خلال الالتصاق القوي للطبقة المترسبة وشبه لمعانها والسمك المعتبر لهذه الطبقة (11.73 ميكرومتر)، كشفت النتائج التي تم الحصول عليها عن كفاءة تثبيطية جيدة تبلغ 85.95 % للمستخلص المدروس والمستعمل على شكل مضاف بتركيز 1.6 غرام/ اللتر بدرجة حرارة الغرفة. وفقا لهذه النتائج فإن إضافة المستخلص الإيثانولي لـ *Suaeda corniculata* أدت إلى تحسين مقاومة التآكل للفولاذ المطلي مما يشير إلى أن المستخلص يمكن أن يكون بديلا فعال للحفاظ على المعدن من التآكل.

الكلمات المفتاحية

التآكل؛ التغليف؛ الترسيب الكهربائي؛ مضاف؛ *Suaeda corniculata*؛ كفاءة تثبيطية؛ جودة الترسيب.

Coating using electroplating inhibits the corrosion of a metal by forming a protective layer on its surface, thereby improving its durability and corrosion resistance. The corrosion inhibition of an E24-2 grade carbon steel was evaluated in this study by coating this steel with zinc in the presence of different concentrations of the ethanolic extract of *Suaeda corniculata*. Different electrochemical techniques were used to assess this inhibition in the seawater environment; these included polarization potentiodynamics and electrochemical impedance spectroscopy. In addition to the improvement in the deposition quality pronounced by strong adhesion of the deposited layers, semi-gloss brightness, and a considerable thickness of this layer (11.73 μm), the obtained results also revealed a good inhibitory efficiency of 85.95% when adding the studied extract as an additive with a concentration of 1.6 g/L at room temperature. According to these results, the addition of the *Suaeda corniculata* ethanolic extract improved the corrosion resistance of the coated steel, which suggests that this extract could be an effective alternative to prevent metals from corrosion.

Keywords

Corrosion; coating; electroplating; additives; *Suaeda corniculata*; inhibitory effectiveness; deposit quality.

Le revêtement par électrodéposition permet d'inhiber la corrosion d'un métal en formant une couche protectrice sur sa surface, améliorant ainsi sa durabilité et sa résistance à la corrosion. L'inhibition de la corrosion d'un acier au carbone de nuance E24-2 a été évaluée dans cette étude en revêtant cet acier de zinc en présence de différentes concentrations d'extrait éthanolique de *Suaeda corniculata*. Différentes techniques électrochimiques ont été utilisées pour évaluer cette inhibition dans l'eau de mer comme, ceux-ci comprenaient la potentiodynamique de polarisation et la spectroscopie de l'impédance électrochimique. En plus de l'amélioration de la qualité de dépôt prononcée par une forte adhérence de la couche déposée, une semi-brillance avec une épaisseur considérable de cette couche (11.73 μm), les résultats obtenus ont révélé aussi une bonne efficacité inhibitrice de 85.95 % lors de l'ajout de l'extrait étudié en tant qu'additif avec une concentration de 1.6 g/L à température ambiante. Selon ces résultats, l'ajout de l'extrait éthanolique de *Suaeda corniculata* a permis d'améliorer la résistance à la corrosion de l'acier revêtu, ce qui suggère que cet extrait pourrait être une alternative efficace pour préserver les métaux de la corrosion.

Mots clés

Corrosion ; revêtement ; électrodéposition ; additifs ; *Suaeda corniculata* ; efficacité inhibitrice ; qualité de dépôt.

Les travaux ayant fait l'objet de ce manuscrit ont été réalisés au laboratoire pédagogique d'encadrement et au Laboratoire de recherche de Chimie Appliquée et Energies Renouvelables (LACRE) à l'université Echahid Cheikh Larbi Tebessi de Tébessa.

*Je souhaite tout d'abord exprimer ma gratitude envers le bon **Dieu** tout-puissant pour m'avoir soutenu tout au long de mes études et pour m'avoir donné la force pour accomplir ce modeste travail.*

*Je tiens à exprimer mes remerciements à mon encadrante, **Pr. BOUDIBA Sameh**, professeure à l'université Echahid Cheikh Larbi Tebessi de Tébessa, pour ses conseils congruents, son aide précieuse, sa disponibilité, ses encouragements et surtout sa patience. Je lui exprime ma gratitude pour son assistance matérielle et morale. Grâce à votre esprit pédagogique et rigoureux, ainsi qu'à vos précieux conseils, j'ai pu compléter avec succès les travaux envisagés.*

*Je souhaite vivement remercier **Pr. Harkati Brahim**, professeur à l'université Echahid Cheikh Larbi Tebessi de Tébessa, pour l'honneur qu'il m'a accordé en acceptant de présider et d'évaluer ce modeste travail.*

*Un vif remerciement au **Dr. Hanini Karima**, maître de conférences classe A à l'université Echahid Cheikh Larbi Tebessi de Tébessa, pour l'honneur et le temps qu'elle a consacré en examinant ce travail.*

*Un grand merci à **M^{lle} Sultani Habiba**, doctorante à l'université Echahid Cheikh Larbi Tebessi de Tébessa, pour sa patience, sa présence et son aide pour la réalisation de ce travail.*

*Un hommage éternel à tous les **enseignants** qui m'ont encadré depuis mes premières années d'études jusqu'aujourd'hui.*

*Je tiens également à remercier les étudiants de doctorat **Hadjar, Adel et Randa**, et je tiens à leur confirmer que je trouve très intéressant mon expérimentation concernant le travail de groupe.*

*Un grand remerciement va au directeur de l'usine **ENAP à Souk-Ahras**, pour son accueil ainsi qu'à **M^{lle} HALFAYA Amel**, cadre à cette usine et son équipe pour leur aide.*

Je dédie ce travail à mes parents

A mes frères et ma sœur

*A mon grand amour et mon petit homme **Iyad***

*Et à mon amie **Soumaya Mokdad** pour son soutien psychologique et
son énergie positive*

TABLE DES MATIÈRES

ملخص

Abstract

Résumé

Remerciements

Dédicace

Table des matières

Liste des abréviations et des symboles

Liste des figures

Liste des schémas

Liste des tableaux

INTRODUCTION GÉNÉRALE 01**I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

1. CORROSION	04
I. 1. 1. Introduction	04
I. 1. 2. Définition	04
I. 1. 2. 1. Définition selon la NACE (National Association of Corrosion Engineers)	04
I. 1. 2. 2. Définition selon l'ISO (International Organization for Standardization) "8044"	04
I. 1. 3. Réaction de corrosion	05
I. 1. 4. Différentes modes de corrosion	05
I. 1. 4. 1. Corrosion chimique	05
I. 1. 4. 2. Corrosion bactérienne (bio-corrosion)	06
I. 1. 4. 3. Corrosion électrochimique (humide)	06
I. 1. 5. Formes de corrosion	06
I. 1. 5. 1. Corrosion uniforme ou générale	06
I. 1. 5. 2. Corrosion localisée	07
I. 1. 6. Facteurs favorisant la corrosion	08

I. 1. 7. Composition de l'eau de mer	08
I. 1. 8. Aciers	09
I. 1. 8. 1. Définition	09
I. 1. 8. 2. Types d'aciers	09
I. 1. 9. Lutte contre la corrosion	09
I. 2. ÉLECTRODÉPOSITION	10
I. 2. 1. Définition	10
I. 2. 2. Principe	10
I. 2. 3. Mécanismes	11
I. 2. 3. 1. Transport de masse	11
I. 2. 3. 2. Transfert de charge	12
I. 2. 4. Cinétique	12
I. 2. 5. Types de revêtement électrolytique	13
I. 2. 6. Influence des paramètres de dépôt sur les processus d'électrodéposition	13
I. 2. 6. 1. Densité du courant	13
I. 2. 6. 2. Agitation	14
I. 2. 6. 3. Concentration de la solution	14
I. 2. 6. 4. pH de la solution	14
I. 2. 6. 5. Ajout des additifs	14

MATÉRIELS ET MÉTHODES

II. 1. MATÉRIÉL	19
II. 1. 1. Matériel végétale	19
II. 1. 1. 1. Rappel botanique	19
II. 1. 1. 2. Choix du mélange d'extraction	21
II. 1. 2. Dosage spectrophotométrique des polyphénols totaux	22
II. 1. 3. Extraction	23
II. 2. ELABORATION DU REVETEMENT	23
II. 2. 1. Produits et matériels	24
II. 2. 1. 1. Produits chimiques	24
II. 2. 1. 2. Matériaux utilisés	24

II. 2 .2. Matériaux	25
II. 2. 2. 1. Substrat utilisé	25
II. 2. 2. 2. Plaque de zinc	25
II. 2. 3. Milieu corrosif	25
II. 2. 4. Bain électrodéposition	26
II. 2. 5. Dispositif d'électrodéposition	26
II. 3. MÉTHODES	26
II. 3. 1. Optimisation des paramètres de revêtements	26
II. 3 .1 .1. Effet du temps	27
II. 3. 1. 2. Effet du pH	27
II. 3. 1. 3. Effet du courant	27
I. 3. 1. 4. Effet de l'agitation	27
II. 3. 1. 5. Effet de la concentration des additifs	27
II. 3. 2. Evaluation de l'inhibition de la corrosion	27
II. 3. 2. 1. Etude électrochimique	27
II. 3. 2. 1. Électrode	29
II. 3. 4. Adhérence du revêtement	30
II. 3. 5. Épaisseur du revêtement	31
II. 3. 6. Mesure de la brillance	31
II. 2. 7. Morphologie de surfaces revêtues	32

RÉSULTATS ET DISCUSSION

III. 1. CHOIX DU SOLVANT ADEQUAT POUR L'EXTRACTION	35
III. 2. TEST DE SOLUBILITÉ	35
III. 3. DOSAGE DES POLYPHÉNOLS TOTAUX	37
III. 4. EXTRACTION	37
III. 5. CONDITION EXPERIMENTALES	38
III. 5. 1. Choix des conditions expérimentales	38
III. 5. 2. Étude de l'effet des extraits de Suaeda corniculata comme additifs dans les bains de zincage de l'acier doux E24-2	39

III. 5. 3. Qualité de la couche de zinc déposée	39
III. 6. ÉVALUATION DE L'INHIBITION DE LA CORROSION DE L'ACIER REVÊTU EN PRESENCE DES EXTRAITS DE "<i>Suaeda corniculata</i>"	42
III. 6. 1. Étude électrochimique	43
III. 6. 1. 1. Suivi de potentiel de corrosion au cours du temps	43
III. 6. 1. 2. Mesures de polarisation potentiodynamique	43
III. 6. 1. 3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (S.I.E)	46

Abréviation / Symbole	Signification
ZnCl ₂	Chlorure de zinc
KCl	Chlorure de potassium
H ₃ BO ₃	Acide borique
min	minute
Cm ²	Centimètre carré
m	mètre
Cm	centimètre
nm	nanomètre
ml	millilitre
g	gramme
C°	Degré Celsius
ml/g	Millilitre par gramme
µl	microlitre
µm	micromètre
mg EAG/g d'extrait	Milligramme d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait
mg EQ/ g d'extrait	Milligramme d'équivalent de quercétine par gramme d'extrait
HCl	Acide chlorhydrique
NaOH	Hydroxyde de sodium
C ₃ H ₆ O	Acétone
pH	Potentiel d'hydrogène
%	pourcentage
Rd%	Rendement
I	Courant
I _{corr}	Courant de corrosion
E	potentiel
SE	Sans extrait
C	Concentration
E _{ocp}	Potentiel libre
I	Courant
I _{corr}	Courant de corrosion
E	Potentiel
β _a	pont de Tafel des réactions anodiques
β _c	pont de Tafel des réactions cathodique
mV/SCE	Millivolt par rapport à l'électrode au calomel saturé
mA.cm ⁻²	Milliampère par centimètre carré
mV.Dec ⁻¹	Millivolt par décade
V _{corr}	Vitesse de corrosion
R _{Ct}	Résistance de transfert de charge

C _{dl}	Capacité de la double couche
$\Omega \cdot \text{cm}^2$	Ohm -centimètre carré
$\mu\text{F}/\text{cm}^2$	Micro Faraday par centimètre carré
V	Vitesse
A	Ampère
GU	unités de Gloss
EES	Extrait éthanolique <i>Suaeda corniculata</i>
APG	Angiosperm Phylogeny Group
TPC	Totaux Polyphénols Concentrations

N°	Titre	Page
Chapitre I		
I. 1	Processus de corrosion atmosphérique : illustration de la corrosion d'un collecteur d'échappement	05
I. 2	Corrosion causé par les bactéries	06
I. 3	a) Corrosion uniforme, (b) Corrosion localisée	07
I. 4	corrosion uniforme et corrosion localisée d'un métal	08
Chapitre II		
II. 1	<i>Suaeda corniculata</i>	19
II. 2	Étapes de l'estimation de rendement	21
II. 3	Étapes de test de solubilité	22
II. 4	Dosage de polyphénols	23
II. 5	Étapes de l'extraction	23
II. 6	Produits chimiques utilisés	24
II. 7	Matériels utilisés	24
II. 8	Images de l'acier doux utilisé	25
II. 9	Dispositif d'électrodéposition	26
II. 10	Substrat revêtu	26
II. 11	Dispositif de mesures électrochimique	29
II. 12	Image d'une électrode auxiliaire	30
II. 13	Test de l'adhérence	31
II. 14	Poly Gloss mètre	32
II. 15	Microscope optique polarisant	33
Chapitre III		
III. 1	Rendements d'extraction calculés en pourcentage (%)	38
III. 2	Evolution du potentiel d'abandon pour les échantillons revêtus sans et avec l'ajoute de l'extrait	43
III. 3	Courbes de polarisation potentiodynamique pour les échantillons revêtus sans et avec l'ajout de différentes concentrations de l'EES immergés dans l'eau de mer	45
III. 4	Courbe d'impédance électrochimique pour les substrats revêtus sans extrait	46
III. 5	Courbe d'impédance électrochimique pour les substrats revêtus avec l'extrait	47

N°	Titre	Page
Chapitre 1		
I. 1	Montage d'une cellule d'électrodéposition	11
I. 2	Effet nivelant des additifs activant des sites de croissance	15

N°	Titre	page
Chapitre I		
I. 1	Principaux facteurs de corrosion	08
I. 2	Concentrations moyennes en sels dissous de l'eau de mer	09
Chapitre II		
II. 1	Classification du <i>Suaeda corniculata</i>	20
II. 2	Composition chimique de l'acier doux de nuance E24-2.	25
II. 3	Valeurs référentielles de la brillance	32
Chapitre III		
III. 1	Rendement d'extraction	35
III. 2	Résultats du test de solubilité	36
III. 3	Quantification des composés phénoliques en fonction du mélange d'extraction	37
III. 4	Optimisation des conditions de revêtements	38
III. 5	Valeurs d'adhérence, de brillance, de l'épaisseur ainsi que la masse de la couche de zinc déposé	39
III. 6	Valeurs de la brillance de revêtement	42
III. 7	Paramètres de polarisation des substrats non revêtu et revêtus en présence et en absence de différentes concentrations de l'EES.	45
III. 8	Paramètres d'impédance électrochimique et valeurs d'efficacité inhibitrice pour les substrats revêtus en présence et en absence de différentes concentrations de l'EES.	48

Introduction Générale



Comme il est bien connu, l'acier doux possède des caractéristiques mécaniques remarquables ; il est relativement bon marché, recyclable et facilement façonnable, ce qui lui permet d'être utilisé dans presque tous les domaines industriels. Toutefois, l'acier doux a une très faible résistance à la corrosion, même dans les environnements industriels où la présence d'anions corrosifs peut causer des dommages [1]

La corrosion est un phénomène contribuant aux pertes économiques et à la pollution environnementale et souvent associée à la dégradation des métaux et de leurs alliages. Afin d'assurer une performance optimale de l'acier plus longtemps, il est nécessaire de ralentir ou d'arrêter la progression de ces dommages. À cette fin, la mise en œuvre d'une ou plusieurs méthodes de protection contre ce problème est nécessaire et il y a plusieurs méthodes de lutte contre la corrosion comme l'utilisation des inhibiteurs ou les revêtements métalliques entre autres [2].

Les revêtements métalliques offrent une protection supplémentaire contre la corrosion et l'usure, ce qui prolonge la durée de vie des pièces métalliques. De plus, ils peuvent également améliorer l'esthétique des objets en leur donnant un aspect brillant ou coloré. Les types de ces revêtements dépendent du matériau utilisé et de l'application finale. Les types les plus courants comme la galvanisation ou l'électrodéposition incluent le zinc, l'aluminium et le chrome. Chaque type de revêtement offre des propriétés spécifiques telles que la résistance à la corrosion, la conductivité électrique ou la finition esthétique.

Notre travail s'intéresse à l'électrodéposition, qui est utilisée pour réduire la corrosion des matériaux métalliques in situ en faisant passer un courant électrique sur un matériau conducteur placé dans une solution contenant un sel du métal protecteur à déposer sur l'acier. Le concept de base de l'électrodéposition est de séparer l'acier de l'environnement corrosif en fixant une couche d'un métal hautement résistant généralement le zinc [1]. Les revêtements de zinc sont largement utilisés dans la production de laiton, d'acier galvanisé et même de batteries primaires et secondaires, non seulement parce que le zinc est anodique par rapport à l'acier et au cuivre et protège ainsi sacrificiellement les métaux de base, mais aussi en raison de son faible coût et de son abondance naturelle [3] dans l'écorce terrestre.

Dans le processus de revêtement métallique par électrodéposition, il est essentiel d'ajouter des additifs dans les bains électrolytiques qui sont essentiels pour améliorer l'efficacité

du processus de dépôt du métal sur la surface. Ces additifs peuvent également contribuer au contrôle de l'épaisseur, la brillance, et la résistance à la corrosion du revêtement final.

L'utilisation d'additifs synthétiques est de plus en plus restreinte et abandonnée en raison de leur toxicité environnementale, de leur caractère cancérigène, et de leur coût élevé [4]. De ce fait et comme les plantes sont une source énorme de composés qui possèdent des structures moléculaires complexes avec différentes propriétés chimiques et physiques, elles peuvent substituer ces composés toxiques car elles sont écologiques, économiquement efficaces et abondamment disponibles. Pour ces avantages, leurs extraits sont largement utilisés comme additives dans les bains électrolytiques [5].

Dans ce contexte, le but de notre étude est d'améliorer la résistance à la corrosion d'un acier doux de nuance E24-2 en le revêtant par du zinc en ajoutant différentes concentrations de l'extrait éthanolique de *Suaeda corniculata* comme additives au processus d'électrodéposition.

Ce manuscrit est donc divisé en trois chapitres précédés d'une introduction générale et conclus par une conclusion générale qui résume les principaux résultats.

✓ Le premier chapitre représente une revue bibliographique portant sur les aciers, la corrosion, les méthodes d'inhibition de la corrosion, le revêtement par électrodéposition, ainsi que les divers paramètres qui affectent le processus de revêtement.

✓ Dans le second chapitre, nous présenterons la partie expérimentale de notre travail, notamment la méthode d'extraction, l'optimisation des conditions opératoires pour obtenir les meilleurs revêtements, les méthodes de caractérisation, ainsi que les diverses techniques utilisées (courbe de polarisation et spectroscopie d'impédance) pour évaluer l'efficacité inhibitrice de la corrosion des aciers revêtus en présence des différentes concentrations de l'extrait étudié.

✓ Le troisième chapitre interprétera et discutera les résultats obtenus.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Loto C, Akinyele M. Effect of ginger, pomegranate and celery extracts on zinc electrodeposition, surface morphology and corrosion inhibition of mild steel. *Alexan Dria Engineering Journal*, 2020; 59:933-41.
- [2] Hanini k, Sameh B, Baya B, Louiza B, Soraya H, Hatem B, et al. Corrosion inhibition impact of pyracantha coccinea m. Roem extracts and their use as additives in zinc electroplating: coating morphology, electrochemical and weight loss investigations. *The Taiwan Institute of Chemical Engineers Journal*, 2021; 121:337-48.
- [3] Yang Y, Liu S, Yu X, Huang C, Chen S, Chen G, et al. Effect of additive on zinc electrodeposition in acidic bath. *Surface Engineering Journal* , 2015;31:446-51.
- [4] Abdelaziz S, Benamira M, Messaadia L, Boughoues Y, Lahmar H, Boudjerda A. Green corrosion inhibition of mild steel in HCl medium using leaves extract of arbutus unedo L. plant: An experimental and computational approach. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects Journal* , 2021;619 :126496.
- [5] Karima H. Inhibition de la corrosion d'un acier au carbone par les plantes taxus baccata et cedrus atlantica et leurs utilisations comme additives dans les bains d'électrodéposition. 2020, Thèse doctorat, Université Larbi Tebessi -Tébessa.

Phénomène complexe et omniprésent, la corrosion est le processus naturel qui altère les matériaux métalliques. De ce fait, comprendre ses mécanismes ainsi que les facteurs qui y contribuent est crucial pour prévenir la dégradation et augmenter la durée de vie des structures et des équipements.

I. 1. CORROSION

I. 1. 1. Introduction

Le processus de corrosion en présence d'une phase liquide a été initialement défini comme un processus électrochimique par Evans, puis par Wagner et Traud [1]. La corrosion est la détérioration progressive d'un matériau ou de ses propriétés mécaniques causée par l'environnement immédiat, qui peut inclure le sol, l'air, l'eau ou d'autres fluides.

La corrosion est généralement définie comme "le processus de dégradation des métaux suite à leur réaction avec leur environnement". Deux types de corrosion sont à identifier, la corrosion dite sèche liée aux milieux gazeux et la corrosion dite humide (milieu aqueux). C'est cette dernière qui sera étudiée ici et qui est responsable de la dégradation en milieu marin [2].

I. 1. 2. Définition

I. 1. 2. 1. Définition selon la NACE (National Association of Corrosion Engineers)

La NACE définit la corrosion comme la décomposition d'un matériau, généralement métallique, résultant d'une interaction avec son environnement. Cette interaction peut se produire dans différents milieux à savoir [3]:

- **Milieu gazeux**, comme l'oxygène de l'air qui réagit avec le métal, entraînant sa corrosion.
- **Milieu liquide**, comme l'eau de mer, qui peut provoquer la corrosion des métaux.
- **Milieu soumis à des contraintes**, mécaniques ou thermiques qui peuvent accélérer la corrosion.
- **Milieu biologique**, comme les bactéries présentes dans les événements industriels chimiques ou pétrochimiques qui peuvent contribuer à la corrosion.

I. 1. 2. 2. Définition selon l'ISO (International Organization for Standardization) "8044"

L'ISO définit la corrosion comme une interaction physicochimique entre le métal et son milieu environnant. Cette interaction peut entraîner des modifications des caractéristiques du métal et potentiellement une détérioration significative de son fonctionnement, ou du système technique auquel il appartient. En général, la corrosion est une réaction inter-faciale et irréversible entre le matériau et

son environnement, entraînant une perte de matière ou la dissolution de l'un des composants de l'environnement dans le matériau [4].

I. 1. 3. Réaction de corrosion

Les causes de la corrosion sont nombreuses et complexes, provenant de réactions chimiques ou d'autres mécanismes comparables.

La compréhension actuelle de la corrosion reste partielle, en raison des limites des tests de laboratoire à prédire avec précision le comportement d'un métal ou alliage donné face à la corrosion. De plus, il n'existe pas de métal universellement résistant à la corrosion, chaque métal ayant une résistance spécifique dans des conditions particulières [5].

I. 1. 4. Différentes modes de corrosion

On peut distinguer trois types de corrosion : la corrosion chimique, la corrosion électrochimique, et la corrosion bactérienne. Chacun de ces types de corrosion peut causer des dommages importants aux matériaux métalliques s'ils ne sont pas correctement protégés. Il est essentiel de mettre en place des mesures préventives pour éviter ces problèmes [6].

I. 1. 4. 1. Corrosion chimique

La corrosion survient lorsqu'un matériau réagit avec une phase gazeuse ou liquide. À haute température, ce phénomène est désigné sous le nom de "corrosion sèche" ou "corrosion à haute température". Pendant la corrosion chimique, l'oxydation du métal et la réduction de l'oxydant se produisent simultanément, les atomes métalliques établissant directement des liaisons chimiques avec l'oxydant, qui arrache les électrons de valence des atomes métalliques [7].

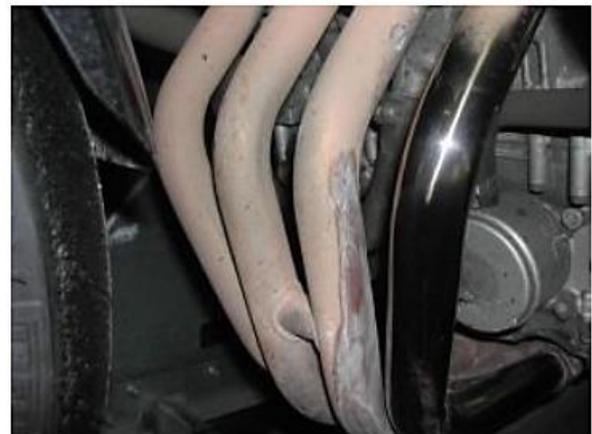
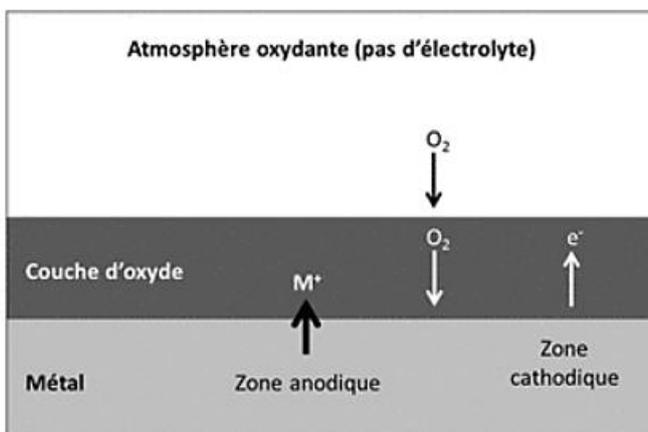


Figure I. 1 : Processus de corrosion atmosphérique : illustration de la corrosion d'un collecteur d'échappement [8].

I. 1. 4. 2. Corrosion bactérienne (bio-corrosion)

Ce type de corrosion (Figure I. 2), également appelé bio-corrosion, peut être défini comme un phénomène où les bactéries jouent un rôle essentiel, soit en accélérant un processus déjà établi, soit en créant les conditions favorables à son établissement [8]. Par exemple, les bactéries anaérobies produisent des composés corrosifs comme le gaz carbonique CO_2 , le dioxyde de soufre SO_2 , le sulfure d'hydrogène H_2S , ou des acides organiques qui corrodent les métaux.

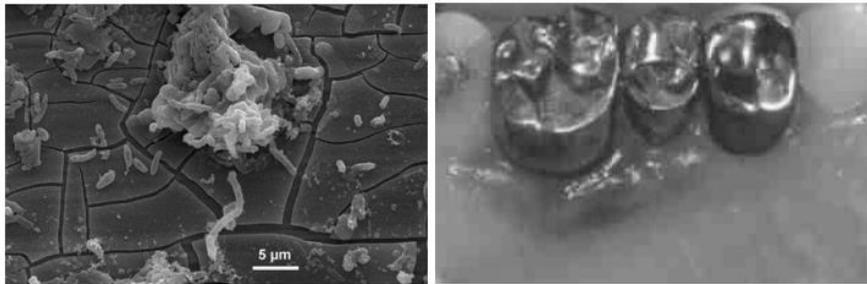


Figure I. 2 : Corrosion causée par les bactéries.

I. 1. 4. 3. Corrosion électrochimique (humide)

Appelée corrosion humide, la corrosion électrochimique représente la grande majorité des problèmes de corrosion rencontrés car elle est liée à la présence de l'eau au contact des métaux. C'est le cas en particulier des environnements naturels, tels que les eaux douces, l'eau de mer ou les sols. C'est aussi le cas de la plupart des milieux liquides de l'industrie, ainsi que des gaz conduisant à des condensations liquides contenant de l'eau [8].

I. 1. 5. Formes de corrosion

Les principales formes sont classées en deux grandes familles : la corrosion généralisée sur toute la surface du matériau qui joue le rôle à la fois d'anode et de cathode et on l'appelle corrosion uniforme, ou la corrosion localisée dans le cas où la réaction de corrosion se déroule à un lieu spécifiquement anodique d'un matériau. En pratique, ce type de corrosion provient d'une hétérogénéité du matériau ou de l'environnement [9].

I. 1. 5. 1. Corrosion uniforme ou générale

Il s'agit du phénomène de corrosion le plus simple et le plus connu, caractérisé par une réaction chimique ou électrochimique qui se produit sur la surface exposée (Figure I. 3). Elle se produit en tous points du métal à la même vitesse, entraînant une diminution régulière de son épaisseur. Cette forme dangereuse peut être évitée par l'utilisation d'un revêtement ou par l'ajout d'un inhibiteur de corrosion [5].



Figure I. 3 : (a) Corrosion uniforme, (b) Corrosion localisée.

De façon globale, la corrosion généralisée progresse sur l'ensemble de la surface du métal exposé au milieu corrosif. Si la progression de cette corrosion généralisée s'accomplit à une vitesse uniforme à tout point de la surface, on parle de corrosion uniforme. Si la progression des vitesses de corrosion est non homogène, on parle de corrosion localisée [5].

I. 1. 5. 2. Corrosion localisée

Elle est définie comme une attaque qui se produit sur une partie du métal représentant un endroit spécifiquement anodique, dont la surface est très petite par rapport au reste de la structure métallique qui constitue la zone cathodique. En pratique, cette forme provient d'une hétérogénéité du matériau ; c'est donc la forme la plus dangereuse, car l'attaque se fait à certains endroits de la surface du métal (Figure I. 4) [10].

Plusieurs types de corrosion localisée sont à distinguer ; on cite quelques exemples :

- Corrosion par piqûre,
- Corrosion galvanique,
- Corrosion par dissolution sélective,
- Corrosion inter-granulaire,
- Corrosion par crevasse,
- Corrosion sous contrainte.

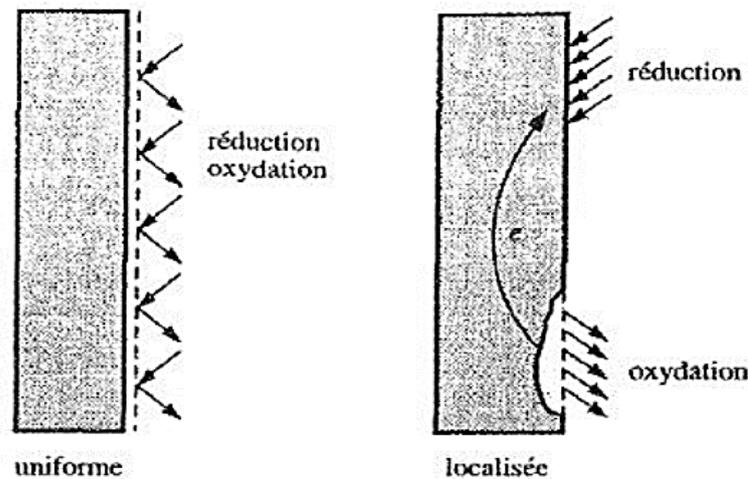


Figure I. 4 : Corrosion uniforme et corrosion localisée d'un métal [10].

I. 1. 6. Facteurs favorisant la corrosion

La corrosion des métaux est influencée par de nombreux éléments qui peuvent être répartis en quatre groupes principaux (Tableau I. 1).

Tableau I. 1 : Principaux facteurs de corrosion [11].

Facteurs du milieu corrosif	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Concentration du réactif ✓ Teneur en oxygène ✓ pH du milieu ✓ Température ✓ Pression
Facteurs définissant le métal ou l'alliage	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Composition chimique ✓ Procédés d'élaboration ✓ Impuretés ✓ Traitement thermique ✓ Traitement mécanique
Facteurs définissant les conditions d'emploi	<ul style="list-style-type: none"> ✓ État de surface ✓ Forme des pièces ✓ procédés d'assemblage
Facteurs dépendant du temps	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Vieillessement ✓ Tensions mécaniques ✓ Température

I. 1. 7. Composition de l'eau de mer

La composition de l'eau de mer est remarquablement stable : les différences au sein d'une même mer sont quasiment insignifiantes et celles d'une mer à l'autre peu prononcées. L'eau de mer est

composée à 96,5% d'eau pure et à 3,5% de composés dissous.

Tableau I. 2 : Concentrations moyennes en sels dissous de l'eau de mer [12].

Éléments	Cl ⁻	Na ⁺	SO ₄ ²⁻	Mg ²⁺	Ca ²⁺	K ⁺	HCO ₃ ⁻	Br ⁻	H ₃ BO ₃	Sr ²⁺	F ⁻
Concentration (mg.kg ⁻¹)	19353	10763	2712	1294	412	399	142	67	25,6	7,9	1,3

I. 1. 8. Acier

I. 1. 8. 1. Définition

L'acier est un alliage à base de fer additionné d'un faible pourcentage de carbone (de 0,008 à environ 2,14 % en masse). La teneur en carbone a une influence considérable et assez complexe sur les propriétés de l'acier : en deçà de 0,008 %, l'alliage est plutôt malléable et on parle de « fer » ; au-delà de 2,14 %, les inclusions de carbone sous forme graphite fragilisent la microstructure, et on parle de fonte. Entre ces deux valeurs, l'augmentation de la teneur en carbone a tendance à améliorer la résistance mécanique et la dureté de l'alliage ; on parle d'aciers « doux, mi- doux, mi-durs, durs ou extra-durs » (classification traditionnelle) [12].

I. 1. 8. 2. Types d'aciers

Les alliages à base de fer sont couramment utilisés dans diverses applications industrielles et métallurgiques. L'acier est l'alliage de fer le plus répandu. Il est obtenu par la fusion du fer et du carbone, avec d'autres éléments ajoutés en fonction du type d'acier recherché. La normalisation NF classe trois familles principales d'aciers à savoir [12] :

- **Acier non allié** : Faible teneur en carbone. Utilisé dans des applications courantes telles que la construction, la chaudronnerie et l'électroménager.
- **Acier inoxydable** : Contient du chrome ou du nickel, ce qui lui confère une résistance à la corrosion. Utilisé dans les ustensiles de cuisine, les équipements médicaux, etc.
- **Aciers faiblement alliés** : Contiennent d'autres éléments en plus du fer et du carbone. Ils offrent des propriétés spécifiques, comme une meilleure résistance mécanique.

Les propriétés mécaniques des aciers comprennent la dureté, la résistance aux déformations et la résistance aux chocs.

I. 1. 9. Lutte contre la corrosion

Face à la complexité des phénomènes de corrosion et aux pertes économiques causés par ce phénomène, il s'avère nécessaire de l'inhiber. Il y a un ensemble de moyens pour lutter contre la

corrosion ; le plus immédiat est de choisir des métaux ou des alliages résistants aux environnements agressifs. Ainsi, dès la conception d'une installation, il faut envisager la prévention de la corrosion pour garantir une certaine durée de vie du matériau [13, 14].

Le contrôle de la corrosion peut se faire par :

- La forme des pièces.
- Le choix judicieux des matériaux.
- La protection par revêtements.
- La protection par l'ajout d'inhibiteurs.
- La protection électrochimique.

Notre étude vise l'évaluation de la protection contre ce phénomène en utilisant le revêtement par électrodéposition.

I. 2. ÉLECTRODÉPOSITION

I. 2. 1. Définition

Ce concept, introduit par le chimiste russe V. Kistiakovski au début du XX^e siècle, réfère à une technique électrochimique de formation de films à base d'oxydes. Cette méthode est largement répandue dans divers secteurs industriels pour le revêtement de métaux ou d'alliages métalliques.

La contribution d'un courant électrique ou d'un potentiel différentiel entre deux électrodes immergées dans une solution saline de métal permet de déposer ce métal. La réalisation de ce procédé dépend entièrement des conditions de traitement, tels que le bain d'électrolyse, le pH, la température, les additifs, la densité de courant, etc. [7, 8, 15].

I. 2. 2. Principe

Le principe de l'électrodéposition (Schéma I. 1) est basé sur une électrolyse ; il s'agit d'une réaction redox ($M^{+n} + n e \rightleftharpoons M$), déclenchée par une source de courant externe. Cette méthode est généralement réalisée dans des bains d'électrodéposition conventionnels. Le bain constitue la plupart du temps, l'élément critique de la cellule électrochimique. Il contient le sel métallique approprié (des sulfates, des chlorures ou d'autres sels), le substrat (électrode de travail) sur lequel doit s'effectuer le dépôt constitue la cathode et l'électrolyte dans lequel il baigne contenant des ions métalliques M^{+n} de charges positives. La polarisation des électrodes va provoquer une migration de ces ions vers la cathode, c'est-à-dire le substrat. L'ion métallique est neutralisé par les électrons fournis par la cathode et se dépose sur celle-ci sous forme de métal M après la réaction [16].

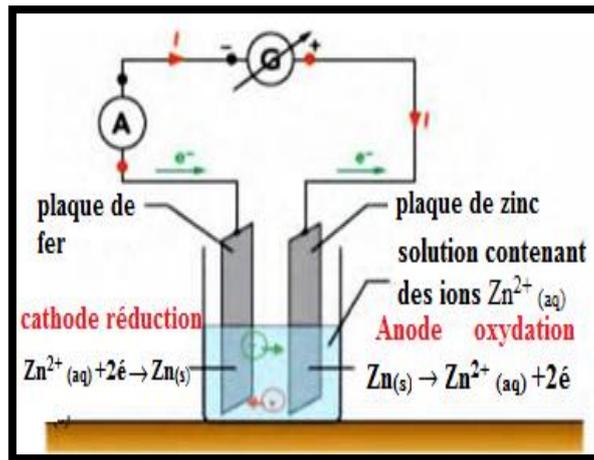


Schéma I. 1 : Montage d'une cellule d'électrodéposition [16].

I. 2. 3. Mécanismes

L'élaboration de l'édifice cristallin fait intervenir des phénomènes de nucléation et de croissance. L'électrodéposition est l'étude de ces deux phénomènes sous l'influence d'un champ électrique. Ces deux étapes se déroulent en compétition, l'une par rapport à l'autre d'après Amblard [17]. Dès lors que modifie l'équilibre établi par la réaction dans le sens de la réduction, soit en polarisant l'électrode ou en appliquant un courant d'électrolyse, les ions métalliques sont réduits et le métal se dépose sur la cathode. Ce processus, appelé aussi électrocristallisation, se déroule en deux étapes : transport de masse et transfert de charge [18].

I. 2. 3. 1. Transport de masse

Le transport de matière qui se fait sous l'action de trois effets distincts, joue un rôle essentiel dans le processus de l'électrodéposition puisque les espèces électroactives présentes à l'interface sont continuellement consommées. Ainsi, on distingue la mobilité ionique responsable du passage du courant, constituée elle-même de plusieurs phénomènes qui coexistent. Ce transport correspond à l'apport d'ions hydratés de l'intérieur de la solution jusqu'à l'interface métal-solution.

Trois facteurs combinés déterminent ce phénomène :

a) Migration

C'est le déplacement des espèces sous l'effet du champ électrique. Au sein de la solution électrolytique, la migration assure le passage du courant électrique pendant l'électrolyse. C'est pour cela qu'il est important d'avoir en solution des espèces de grande conductibilité électrique si on veut augmenter ce courant. Lorsque la solution électrolytique est faiblement concentrée en espèces électroactives, l'électrolyte support assure le transport des espèces vers le voisinage des électrodes, c'est très souvent le cas pour des études fondamentales.

b) Diffusion

Au cours de la réaction électrochimique à l'interface d'une électrode, la transformation des réactifs et l'apparition simultanée de produits à la surface de l'électrode créent naturellement des différences de concentrations dans une zone proche de la surface de l'électrode : la concentration d'une espèce électroactive varie avec sa distance à l'électrode. Le gradient de concentration qui en résulte rend prépondérant le transport de matière par diffusion dans la région proche de l'électrode est appelée couche limite de diffusion d'épaisseur δ . Les autres espèces présentes en solution qui ne réagissent pas subissent également une variation relative beaucoup plus faible afin d'assurer la neutralité de la solution dans la couche de diffusion.

c) Convection

La convection assure le déplacement des espèces sous l'effet d'une agitation forcée ou naturelle. L'agitation homogénéise la solution, mais son effet ne se propage pas jusqu'aux électrodes à cause des forces de frottements visqueux.

I. 2. 3. 2. Transfert de charge

Les théories actuelles sur la formation des dépôts confirment le processus de neutralisation. En effet, il a été remarqué que le centre de l'ion positif se trouve lors de cette réaction, à plusieurs angströms du réseau cristallin. Au cours du transfert de charge, il ne se formerait pas d'atomes proprement dits. En fait, on schématise le mécanisme de transfert de charge à l'interface électrode-solution comme l'illustre l'équation suivante :



M ne représente peut-être pas un atome, on le désigne sous le nom d'adion, par abréviation d'ion adsorbé.

I. 2. 4. Cinétique

Pour réaliser une électrodéposition, le substrat est placé sur la cathode de la cellule d'électrolyse, qui contient un électrolyte avec des ions du métal à déposer, et selon le cas, un sel porteur, un agent tampon, ou des additifs.

Le générateur fait circuler un courant entre les deux électrodes dont le potentiel diffère de leur potentiel d'équilibre [19].

Le choix de l'électrolyte se fait selon le dépôt souhaité. La couche obtenue possède des caractéristiques précises dépendant de différents aspects du processus électrolytique [20], dont la

résistance à la corrosion, l'aspect (mat, semi-brillant, brillant), la soudabilité, la conductibilité, la dureté, la ductilité, etc.

I. 2. 5. Types de revêtement électrolytique

Les revêtements électrolytiques se déclinent en plusieurs catégories, chacune possédant des propriétés spécifiques et des applications dédiées. Ci-dessous quelques-uns [3]:

- **Zingage électrolytique** : Le zingage électrolytique est une technique à la fois simple et rentable. Cette technique consiste à faire baigner un objet métallique dans une solution aqueuse comprenant des sels métalliques et non métalliques. La composition de ces sels varie en fonction de l'utilisation prévue et des caractéristiques recherchées pour le revêtement. L'élément zinc est fréquemment employé en tant qu'anode, offrant ainsi une protection efficace contre la corrosion grâce au revêtement obtenu, ce procédé est couramment utilisé dans de nombreuses applications.
- **Galvanisation à chaud** : La galvanisation à chaud implique l'immersion d'une pièce métallique dans un bain de zinc fondu. Ce processus est largement répandu et offre une protection de grande qualité contre la corrosion.
- **Nickelage électrolytique** : Le nickelage électrolytique est utilisé pour améliorer la résistance à l'usure et à la corrosion des pièces métalliques. Il est couramment utilisé dans l'industrie automobile et aéronautique.
- **Chromatation** : La chromatation est un traitement de conversion qui permet de stabiliser l'aspect du dépôt de zinc tout en renforçant sa tenue à la corrosion. Elle est souvent utilisée en complément du zingage électrolytique.
- **Cuivrage électrolytique** : Le cuivrage électrolytique est utilisé pour déposer une fine couche de cuivre sur une pièce métallique. Il améliore la conductivité électrique et l'adhérence d'autres revêtements.
- **Anodisation** : L'anodisation est un procédé qui consiste à former une couche d'oxyde protectrice sur des pièces en aluminium. Elle améliore la résistance à la corrosion et peut également être

Utilisée à des fins esthétiques.

I. 2. 6. Influence des paramètres de dépôt sur les processus d'électrodéposition

Il existe plusieurs paramètres qui influencent le processus d'électrodéposition tels que :

I. 2. 6. 1. Densité du courant

L'effet de la densité de courant sur la structure des revêtements est particulièrement important, car il modifie grandement le potentiel cathodique. Cependant, un processus secondaire est généré : la

réaction d'évolution de l'hydrogène sera également produite à la cathode. Une augmentation de la densité de courant favorise le phénomène de la germination aux dépens du phénomène de croissance, conduisant à une structure plus fine de l'élément à déposer. Une densité de courant trop faible favorise la formation d'un dépôt mat à cause de la présence des gros cristaux [21].

I. 2. 6. 2. Agitation

Généralement, l'agitation de la solution est nécessaire, car elle augmente le transport d'ions vers le substrat et diminue l'épaisseur de la couche de diffusion. L'agitation est réalisée par des agitateurs magnétiques ou par air comprimé, et celle par ultrasons, qui est très efficace. Ce paramètre ne change pas les propriétés du dépôt résultant, mais il modifie la densité optimale du courant à des valeurs plus grandes [22].

I. 2. 6. 3. Concentration de la solution

L'augmentation d'une concentration conduit à une meilleure micro-cristallisation, alors que la diminution de la concentration conduit à des dépôts non consistants. En effet, lorsque la concentration augmente, les ions sont plus nombreux, leur vitesse d'évacuation augmente, et cela favorise le dépôt de grains fins. Par exemple, des dépôts d'étain compacts peuvent être obtenus en utilisant des solutions très concentrées de chlorure stanneux, bien que ce métal fournisse généralement des dépôts à gros grains. Cependant, lorsque la concentration dépasse un certain seuil, les noyaux ne peuvent plus croître et le dépôt devient poudreux [23].

I. 2. 6. 4. PH de la solution

Le pH affecte beaucoup la structure des dépôts, car les protons provoquent l'élévation de la surtension et posent un problème pour les métaux possédant une surtension plus négative que l'hydrogène. Un pH trop grand donne un dépôt mat et formation d'hydroxydes au niveau de la cathode. Pour éviter ces inconvénients, les solutions d'électrolytes sont maintenues à un pH constant par addition de substances tampons. Cela permet d'éviter les modifications de qualité du dépôt qui résulteraient des variations de l'acidité [24].

I. 2. 6. 5. Ajout des additifs

Toute la technique d'obtention d'un bain d'électrolyse adaptée consiste à ajouter de faibles concentrations d'additifs, qui sont de nature organique ou inorganique et qui ont un effet déterminant. En général, ils interviennent en favorisant ou en bloquant la réduction des espèces électroactives et permettent de maîtriser la qualité du dépôt [25, 26]. Ces additifs modifieront le mécanisme d'électrodéposition en agissant de manière sélective sur le taux de germination ou de croissance.

L'utilisation d'additifs se traduit par une réduction de la rugosité de la surface, une augmentation de la dureté, et une amélioration de la brillance du dépôt [27].

a) Classification des additifs

Selon leur fonction et leur origine, les additifs peuvent être classés en différentes catégories. Certains additifs sont naturels, tandis que d'autres sont synthétiques.

- **Agent mouillant** : Les bains de revêtement contiennent généralement des agents mouillants, également appelés tensioactifs. Ceux-ci sont caractérisés par leur asymétrie et leur nature dipolaire. Ils possèdent une tête hydrophile et une queue hydrophobe. Les tensioactifs peuvent être anioniques, cationiques ou non ioniques en fonction de la charge de l'extrémité hydrophile. Ces composés sont des molécules actives qui permettent d'améliorer la qualité du dépôt [28, 29].
- **Agent affineur-brillant** : La présence de certains additifs organiques dans le bain d'électrolyse engendre le plus souvent des dépôts brillants. Cette caractéristique est mise en évidence si la taille des cristallites qui le compose est inférieure à la longueur d'onde de la lumière visible (400 nm). En revanche, le dépôt doit présenter une structure granulaire orientée, mais le premier critère ne suffit pas, car la luminosité dépend du degré d'orientation dans un même plan [21].
- **Agent nivelant** : La suppression des irrégularités de surface est l'un des effets macroscopiques intéressants provoqués par les additifs. Cet effet est appelé « effet de nivellement » [30]. Les additifs peuvent inhiber certains sites de la surface de la cathode, notamment les points hauts de la cathode. Par conséquent, le dépôt de métal a lieu dans la cavité (surface concave) car l'agent de nivellement n'est pas adsorbé dans la cavité [31]. Ce mécanisme est illustré sur le schéma ci-dessous :

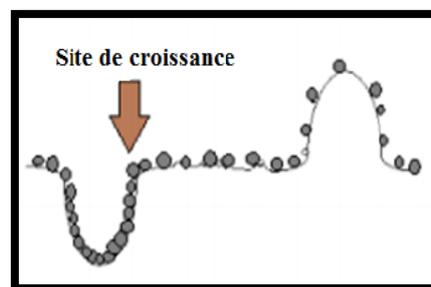


Schéma I. 2 : Effet nivelant des additifs activant des sites de croissance [31].

b) Additifs à base des plantes

Compte tenu de leur toxicité à la fois pour l'homme et pour l'environnement, les additifs synthétiques tels que le furfural et la thiourée sont extrêmement préoccupants. Par conséquent, les



recherches actuelles s'orientent vers leur remplacement par des additifs d'origine naturelle. [32, 33]. D'après des études antérieures, les additifs d'origine naturelle présente de bonne qualité de dépôt et de résistance à la corrosion [7].

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Wagner C, Traud W. Über die Deutung von Korrosionsvorgängen durch Überlagerung von elektrochemischen Teilvorgängen und über die Potentialbildung an Mischelektroden. Zeitschrift für Elektrochemie und angewandte physikalische Chemie 1938;44:391-402.
- [2] Bardal E. Corrosion and protection: Springer; 2004.
- [3] Norman E. NACE glossary of corrosion terms. Materials Protection 1965;4:79.
- [4] Popoola A, Olorunniwo O, Ige O. Corrosion resistance through the application of anti-corrosion coatings. Developments in corrosion protection 2014;13:241-70.
- [5] Landolt D. Corrosion et chimie de surfaces des métaux: PPUR presses polytechniques; 2003. Book.
- [6] François R. Corrosion et dégradation des matériaux métalliques: compréhension des phénomènes et applications dans l'industrie pétrolière et des procédés: Editions TECHNIP; 2009.
- [7] Karima H. Inhibition de la corrosion d'un acier au carbone par les plantes *taxus baccata* et *cedrus atlantica* et leurs utilisations comme additives dans les bains d'électrodéposition. 2020, Thèse doctorat, Université Larbi Tebessi -Tébessa.
- [8] Bensabra DH. Cours de corrosion et protection des métaux. Université de Jijel 2016:3-4.
- [9] Omayma B. Contribution à l'étude de l'inhibition de la corrosion d'un acier C38 en milieu acide chlorhydrique molaire par deux composés organiques dérivés de pyrazoles-Thiazoles. 2016.
- [10] Frankel G. Pitting corrosion of metals: a review of the critical factors. Journal of the Electrochemical society 1998;145:2186.
- [11] Duboscq J. Corrosion des aciers en milieu marin: processus se déroulant dans les zones cathodiques: Université de La Rochelle; 2019. Thèse doctorat.
- [12] MARMY H. Amélioration de la résistance à la corrosion électrochimique des aciers par utilisation des inhibiteurs: Université Mohamed Khider-Biskra; 2017.
- [13] Popova A, Sokolova E, Raicheva S, Christov M. AC and DC study of the temperature effect on mild steel corrosion in acid media in the presence of benzimidazole derivatives. Corrosion science 2003;45:33-58.
- [14] Constantin F. Etude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement: INSA de Lyon; Universitatea din Pitești. Facultatea de Litere (România); 2011. Thèse doctorat.
- [15] Mansouri N. Cinétique d'électrodéposition du système Fe-Ni dans un bain Sulfate: UMMTO; 2013.
- [16] BOUZIDI B. Dépôt par électrodéposition et caractérisation de matériaux destinés à la fabrication de cellules photovoltaïques à base de couches minces 2018.
- [17] Amblard J, Maurin G, Wiart R. Electrocrystallisation-Aspects fondamentaux. Techniques de l'Ingénieur D 1976;906.
- [18] Emmanuel R. Elaboration Electrochimique et Caractérisations de Nanofils d'Antimoine et d'Or: Université de Reims; 2002.
- [19] DAUFIN G, TALBOT J. Etude de quelques problèmes de corrosion dans l'industrie laitière. Première partie. Généralités sur la corrosion des métaux et alliages. Le Lait 1971;51:375-98.
- [20] REZGUI M. Etude de l'effet du pH sur les dépôts électrolytiques à base de nickel par voie électrochimique renforcés par des particules solides en TiO₂.
- [21] HAMADA A. Optimisation de la procédure d'électrodéposition des revêtements anti-corrosifs nickel-alumine réalisés sur des substrats en acier: Université de Batna 2; 2017.
- [22] AIDAOUI E. L'effet des paramètres d'électrolyse sur le comportement de dépôts composites Ni-Cr électro-déposés: Université Mohamed Khider-Biskra; 2020. Thèse doctorat.

- [23] Rezgui I. Résistance à la Corrosion des Dépôts Composites nickel-alumine en Présence d'Additifs: Université de Batna 2; 2010.
- [24] Li J-m, Chao C, Song L-x, Li J-f, Zhang Z, Xue M-z, et al. Electrodeposition and characterization of nano-structured black nickel thin films. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 2013;23:2300-6.
- [25] Sadeli F, Younes R, Mazit S. Influence des paramètres de dépôt de cuivre par électrolyse, 2020, université Abderahmene Mira. Bejaia.
- [26] Meudre C. Obtention de revêtements électrochimiques de bronze en milieu acide avec ajout d'additifs organique à base de gélatine: Université de Franche-Comté; 2015.
- [27] Oniciu L, Mureşan L. Some fundamental aspects of levelling and brightening in metal electrodeposition. Journal of applied electrochemistry 1991;21:565-74.
- [28] Franklin TC. Some mechanisms of the action of additives in electrodeposition processes. Plating and surface finishing 1994;81:62-7.
- [29] Kanani N. Electroplating: basic principles, processes and practice: Elsevier; 2004.
- [30] Plieth W. Additives in the electrocrystallization process. Electrochimica acta 1992;37:2115-21.
- [31] Ghalmi Y. Etude du comportement électrochimique et optique de couches minces d'oxyde de nickel (NiO): application en photovoltaïques 2019.
- [32] Arts JH, Muijser H, Appel MJ, Kuper CF, Bessems JG, Woutersen RA. Subacute (28-day) toxicity of furfural in Fischer 344 rats: a comparison of the oral and inhalation route. Food and chemical toxicology 2004;42:1389-99.
- [33] Gamburg YD, Zangari G. Theory and practice of metal electrodeposition: Springer Science & Business Media; 2011.

Chapitre 2

Matériels et Méthodes



II. 1. MATÉRIÉL

II. 1. 1. Matériel végétale

Suaeda corniculata, est une plante thérophyte, et elle est verte, parfois violet. Ces plantes ont des tiges couchées ou dressées, simples ou ramifiées. Également connue sous le nom de salicorne annuelle ou seepweed, est une plante annuelle appartenant à la famille des Chénopodiacées. C'est une plante succulente qui pousse généralement jusqu'à 50 cm de haut et prospère dans les habitats de sol salins ou alcalins, comme les marais salants côtiers et les zones humides intertidales [1].



Figure II. 1 : Suaeda corniculata.

II. 1. 1. 1. Rappel botanique

Suaeda corniculata, également connue sous le nom de "corniculée à fruits en forme de corne", est une plante herbacée annuelle appartenant à la famille des Amaranthacées [2].

a) Famille des Amaranthacées

Les Amaranthaceae, connues sous le nom de famille amarantes, dans l'ordre des Caryophyllales, sont une famille de plantes à fleurs, comprenant l'ancienne famille des Chénopodiaceae selon le système APG basé sur le gène et le système APG II, montrant des paraphylétiques, contenant environ 165 genres avec environ 2040 espèces à ce jour, ce qui fait de la famille la lignée la plus riche en espèces parmi les plantes à fleurs des Caryophyllales [3].

b) Nom scientifique

Suaeda acuminata [4] l'ancien nom scientifique, *Suaeda maritima ssp* autres noms communs: Glaucostatis acuminatus, Salsola acuminata , salicorne, passe-pierre maritime.

c) Classification

La classification botanique du *Suaeda corniculata* est présentée dans le tableau II. 1

Tableau II. 1 : Classification du *Suaeda corniculata* [4].

Classification	Plante
Règne	Plantae
Clade	Tracheophytes
Ordre	Caryophyllales
Famille :	Amaranthacées
Sous-famille	Suaedoideae
Genre	<i>Suaeda</i>
Espèce	<i>Suaeda corniculata</i>

d) Description

Suaeda corniculata, membre du genre *Suaeda*, présente une tolérance aux alcalis plus élevée que *S. salsa* et peut survivre dans un sol salin-sodique avec des valeurs de pH allant de 10 à 15,5. Cependant, les mécanismes sous-jacents de la réponse de *Suaeda corniculata* au stress alcalin ne sont pas bien compris. Les racines des plantes constituent le principal site de perception des signaux salins, et leurs activités physiologiques et métaboliques reflètent en grande partie les informations réglementaires qui dictent la manière dont les plantes s'adaptent aux environnements stressants [5] .

Les tiges de *Suaeda corniculata* sont succulentes, ce qui signifie qu'elles sont charnues et stockent l'eau. Cette adaptation permet à la plante de survivre dans des environnements secs et salins qui possèdent des glandes à sel sur ses feuilles, qui aident à excréter l'excès de sel. Il s'agit d'une autre adaptation à la vie dans des environnements salins. Et les feuilles sont petites et squameuses, ce qui permet de réduire la perte d'eau par transpiration. Les fleurs de *Suaeda corniculata* sont pollinisées par le vent, ce qui signifie qu'elles n'ont pas besoin d'insectes pour être

pollinisées. Pour Les fruits de *Suaeda corniculata* sont à une graine, ce qui est une autre adaptation à la vie dans des environnements difficiles [6].

e) Origine et répartition géographique

Suaeda corniculata, jusqu'ici largement circonscrit, est une halophyte annuelle qui pousse dans les zones forestières-steppes, steppes et semi-désertiques sur des solonchaks de soude ou de chlorure inondés au printemps et s'asséchant à divers degrés en été et en automne. Les communautés végétales respectives sont principalement constituées de quelques espèces de chénopodes annuelles. L'aire de répartition de *Suaeda corniculata* s'étend du sud-est de la Russie européenne jusqu'à l'est de la Sibérie, le Kazakhstan, la Mongolie, l'ouest, le centre et le nord-est de la Chine [6].

II. 1. 1. 2. Choix du mélange d'extraction

a) Estimation du rendement d'extraction

Pour optimiser le rendement d'extraction et obtenir le maximum de principes actifs possibles, il est nécessaire d'optimiser le mélange d'extraction utilisé. Afin d'accomplir cela, différentes proportions de solvant ont été employées selon le protocole suivant : 20 g de matière végétale séchée à l'ombre ont été broyés puis extraits par macération dans un mélange entre l'éthanol et l'eau distillée à différents pourcentages pendant 24 heures à température ambiante. Cette opération a été répétée trois fois afin de récupérer le maximum de principes actifs. Après chaque filtration, les filtrats obtenus ont été évaporés à l'aide d'un évaporateur rotatif sous pression réduite à 40 °C, jusqu'à l'obtention d'un résidu. Après le calcul des rendements de chaque extrait selon la loi suivant :

$$R (\%) = \frac{\text{masse de l'extrait obtenue}}{\text{masse de la matière végétale}} * 100$$



1) Macération



2) Filtration



3) Evaporation

Figure II. 2 : Étapes de l'estimation du rendement.

b) Test de solubilité

Test de solubilité est une méthode utilisée pour déterminer la quantité maximale d'une substance pouvant se dissoudre dans un volume spécifique d'eau ou de solvant à une température donnée. Et pour choisis le solvant qui dessoude toutes les extraits on va mettre 1 g de l'extrait avec 10 ml de solvant dans cette travail ont été utilisée les solvants suivant : acétone, éthanol, méthanol, dichlorométhane (figure II. 3).



Test avec DCM



Test avec l'actéon



Test avec méthanol

Figure II. 3 : Étapes des tests de solubilité.

II. 1. 2. Dosage spectrophotométrique des polyphénols totaux

La détermination quantitative des phénols totaux dans l'extrait préparé a été réalisé par la méthode de Folin-Ciocalteau légèrement modifié effectué par spectrophotomètre XD 7500 [7].

A un volume de 200 μ L d'extrait (1 ml/g) ont été ajoutés 600 μ L de réactif de Folin-Ciocalteau dilué 10 fois puis 3 ml de solution de carbonate de sodium à 3,5% y ont été ajoutés. Le mélange obtenu a été ensuite incubée à 40C° à l'ombre pendant 30 min. La lecture de l'absorbance a été réalisée au spectrophotomètre UV-visible à une longueur d'onde de 765 nm.

L'acide gallique a été utilisé comme standard de référence pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et pour la quantification des teneurs en polyphénols totaux exprimées en mg d'équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait (mg EAG/g d'extrait). Les essais ont été réalisés en triplé pour chaque échantillon .



1) Spectrophotomètre

2) Essais de l'acide
gallique

3) Essais de l'extrait

Figure II. 4 : Dosage de polyphénols.

II. 1. 3. Extraction

87 g de matière végétale séchée à l'ombre ont été broyée puis extraites par macération dans mélange entre 20 ml de l'éthanol et 80 ml d'eau distillée chaud pendant 24 heures à température ambiante et avec agitation par ultrason pendant quelque minute. Cette opération a été répétée trois fois afin de récupérer le maximum de principes actifs. Après chaque filtration, les filtrats obtenus ont été évaporés à l'aide d'un évaporateur rotatif sous pression réduite à 40°C, jusqu'à l'obtention d'un résidu. Ce dernier a été recouvert par de l'eau bouillante puis tenu au repos toute une nuit, cette opération est effectuée pour se débarrasser aussi bien de la chlorophylle que des matières grasses. Une partie de la solution aqueuse a été recueillie, puis évaporée à sec pour donner l'extrait éthanolique. Les étapes réalisées lors de l'extraction sont illustrées sur la figure II. 5.



1) Macération

2) Filtration

3) Evaporation

Figure II. 5 : Étapes de l'extraction.

II. 2. ÉLABORATION DU REVÊTEMENT

II. 2. 1. Produits et matériels

II. 2. 1. 1. Produits chimiques

- Acide chlorhydrique (HCl).
- Hydroxyde de sodium (NaOH).
- Acétone (C_3H_6O).
- Chlorure de zinc ($ZnCl_2$).
- Acide borique (H_3BO_3).
- Chlorure de potassium (KCl).



Figure II. 6 : Produits chimiques utilisés.

II. 2. 1. 2. Matériels utilisés

- Générateur de courant (model PS-303D).
- Agitateur magnétique.
- Balance analytique.
- pH-mètre.



Générateur de courant



Agitateur magnétique



PH- mètre

Figure II. 7 : Matériels utilisés.

II. 2 .2. Matériaux

II. 2. 2. 1. Substrat utilisé

Les tests effectués pendant le processus d'électrodéposition du zinc, avec l'utilisation d'extrait obtenus comme additifs dans les bains d'électrodéposition, ont été réalisés en utilisant un acier doux de grade E24-2, dont la composition est spécifiée dans le tableau II. 2.

Tableau II. 2 : Composition chimique de l'acier doux de nuance E24-2.

Elément	C	Mn	P	S	Si	Al	N	Fe
%	0.17	0.6	0.035	0.035	0.04	0.02 à 0.05	0.05	99.05 à 99.02

Les plaque, mesurant 2cm 4cm 0.1cm, ont été enduites de résine époxy sur une seule face (voir figure II. 8) et marquées sur une longueur de 1.5cm pour identifier la zone de dépôt. Avant chaque expérience, les surfaces ont été abrasées mécaniquement avec différents types de papier émeri au carbure de silicium, nettoyées à l'acétone, rincées à l'eau distillée, puis séchées.



Figure II. 8 : Images de l'acier doux utilisé.

II. 2. 2. 2. Plaque de zinc

Grâce à sa grande résistance contre la corrosion atmosphérique et aqueuse, le zinc est un élément incontournable pour le revêtement des structures en acier [8]. Son emploi dans le revêtement métallique des structures en acier pour lutter contre la corrosion est l'application qui nous intéresse et a fait l'objet de cette étude.

II. 2. 3. Milieu corrosif

Le milieu marin corrosif est employé pour évaluer l'efficacité inhibitrice de la corrosion sur l'acier étudié. L'eau de mer utilisée provient de la région de Boumer dès et possède une salinité de 48 g/L [9]. Il est important de noter que la salinité de l'eau de mer augmente avec la profondeur [10].

II. 2. 4. Bain électrodeposition

Le bain d'électrodeposition est une solution aqueuse contenant un composé métallique ($ZnCl_2$, 65g/L), un sel (KCl, 200 g/L), un acide (H_3BO_3 , 20 g/L) et différentes concentrations d'extraits de la plante utilisés comme additif [11].

II. 2. 5. Dispositif d'électrodeposition

Les échantillons ont été revêtus dans un milieu aéré avec agitation douce, à des valeurs de pH et de courant spécifiques, pendant un temps approprié. L'échantillon d'acier et l'électrode de zinc (99.91%) ont été partiellement immergés dans le bain électrolytique. L'acier a servi de cathode et la plaque de zinc d'anode, avec une distance d'environ 1cm entre eux (voir figure II. 9) .pour mesurer le poids du zinc déposé, les échantillons ont été pesés avant et après le revêtement .Ensuite, ils ont été retirés du bain, rincés à l'eau distillée et séchés (voir figure II. 10).



Figure II. 9 : Dispositif d'électrodeposition.



Figure II. 10 : Substrat revêtu.

II. 3. MÉTHODES

II. 3. 1. Optimisation des paramètres de revêtements

Le dépôt électrolytique constitue une méthode polyvalente et efficace pour appliquer des revêtements sur les surfaces. Parmi les caractéristiques essentielles de ces revêtements, on compte

leur résistance à la corrosion, ainsi que la porosité et l'adhérence de la couche déposée. De plus, plusieurs paramètres peuvent influencer la formation du dépôt, notamment la durée du traitement, le pH de la solution, l'intensité du courant électrique, le niveau d'agitation, ainsi que les additifs utilisés [10] .

II. 3. 1. 1. Effet du temps

Afin d'optimiser la qualité du revêtement et étant donné que la durée du revêtement influe sur la qualité du dépôt, plusieurs expériences ont été menées sur une plage de temps allant de 15 à 30 minutes.

II. 3. 1. 2. Effet du pH

La stabilité du pH dans le bain électrolytique revêt une importance capitale en raison de son impact sur le dépôt. Après avoir déterminé la durée de revêtement adéquate, l'optimisation de la valeur du pH a été entreprise pour trouver la meilleure valeur garantissant un bon dépôt, en testant une plage de pH allant de 1 à 5.5.

II. 3. 1. 3. Effet du courant

Etant donné que la valeur de courant influence considérablement le revêtement, plusieurs essais ont été réalisés en modifiant les valeurs de courant de 0.01 à 0.1 ampère, tout en maintenant constants les autres paramètres étudiés.

II. 3. 1. 4. Effet de l'agitation

Durant le processus d'électrodéposition, la concentration de l'électrolyte aux électrodes diminue, d'où la nécessité de maintenir une agitation constante pour homogénéiser les concentrations et garantir un dépôt continu et uniforme.

II. 3. 1. 5. Effet de la concentration des additifs

Les additifs sont des composés chimiques ajoutés aux bains d'électrodéposition pour améliorer la qualité du revêtement. Dans cette étude, différentes concentrations d'un extrait éthanolique de la plante investiguée ont été testées à cet effet.

II. 3. 2. Evaluation de l'inhibition de la corrosion

II. 3. 2. 1. Etude électrochimique

a) Potentiel à circuit ouvert (O.C.P)

Le potentiel de corrosion en circuit ouvert, également connu sous les termes de potentiel d'abandon ou potentiel libre, représente la grandeur électrochimique la plus immédiatement mesurable. Cette méthode simple fournit des informations préliminaires sur les processus en cours à l'interface métal/électrolyte, tels que la corrosion et la passivation.

L'expérience se résume à mesurer le potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence sans appliquer de courant. En effet, ce potentiel représente la tension d'une électrode par rapport à une électrode de référence. Lorsqu'aucun courant ne traverse l'électrode de travail, la détermination du potentiel de corrosion à courant nul est essentielle avant chaque mesure électrochimique. Son évolution dans le temps fournit une indication sur les changements à la surface de l'électrode. Ce potentiel est propre à chaque métal et dépend des conditions expérimentales, notamment la nature du milieu, sa concentration et sa température [12].

b) Courbe de polarisation

Dans un environnement électrolytique, un métal tend à se dissoudre et à acquérir une charge électrique, formant ainsi une double couche électrochimique semblable à un condensateur. Après un certain temps, un équilibre est atteint, et l'électrode métallique prend un potentiel par rapport à la solution, appelé potentiel de corrosion (E_{corr}). Lorsqu'un courant est appliqué à travers l'électrode métallique à l'aide d'un générateur externe et d'une contre-électrode, son état d'équilibre est altéré et sa surface atteint un nouveau potentiel. Les courbes d'intensité-potentiel ($E = f(I)$ ou $I = f(E)$) obtenues ainsi représentent les courbes de polarisation.

L'analyse des courbes de polarisation permet d'appréhender la cinétique de la réaction la plus lente impliquée dans le processus global de corrosion, comprenant diverses réactions élémentaires telles que le transfert de charge, le transport de matière et l'adsorption d'espèces sur l'électrode. Étant donné que la vitesse de la réaction globale est dictée par celle de l'étape la plus lente, l'exploitation des courbes de polarisation permet de mesurer la vitesse de corrosion[13].

c) Spectroscopie d'impédance électrochimique(SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) étudie la réaction d'un système électrochimique suite à une perturbation généralement sous forme d'un signal alternatif de faible amplitude. Cette méthode permet de distinguer les réactions selon leur temps de réponse : les processus rapides sont caractérisés à des fréquences élevées, tandis que les étapes plus lentes telles

que les phénomènes de transport ou de diffusion en solution se manifestent à des fréquences plus basses [14, 15].

En pratique, la mesure d'impédance implique la superposition d'une perturbation sinusoïdale de faible amplitude, ΔE , sur le potentiel de corrosion. Cela induit une réponse en courant sinusoïdal, ΔI , et l'impédance est simplement le rapport $\Delta E/\Delta I$ [16].

L'impédance, Z , se définit alors comme le rapport entre ΔE et ΔI , conformément à la loi d'Ohm :

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E(\omega)}{\Delta i(\omega)}$$

$$\omega = 2\pi f$$

ω : fréquence angulaire en rad.s^{-1}

f : la fréquence en Hertz (Hz).

Dans ce travail, l'étude électrochimique a été menée en utilisant un potentiostat Radiomètres (PGZ301) (voir Figure II. 11), couplé avec le logiciel Volta Master 4. La cellule électrochimique (en verre pyrex, d'une capacité de 200 ml) est équipée de trois électrodes : une électrode de travail en acier doux revêtu, une électrode de référence au calomel saturé (ECS) et une contre-électrode inerte chimiquement en platine. Avant chaque expérience, la cellule a été préalablement nettoyée à l'acétone, rincée à l'eau distillée puis séchée.

Pour l'analyse des données électrochimiques, y compris le traçage des courbes et l'évaluation des mesures, tous les résultats ont été exportés du logiciel Volta Master 4 vers Origin 8.5, un logiciel de traitement et d'analyse de données scientifiques.

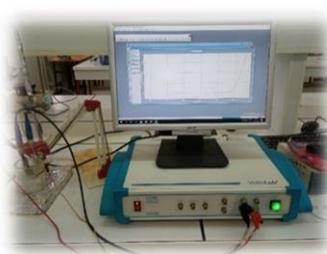


Figure II. 11 : Dispositif de mesures électrochimique.

II. 3. 2. 1. Électrodes

a) Électrode de travail

Les réactions électrochimiques se déroulent là où l'électrode de travail entre en contact.

Ces réactions sont influencées par la composition chimique et l'état de surface de cette électrode. Dans toutes les expériences menées dans cette étude, l'électrode de travail utilisée était en acier doux de type E24-2, tantôt avec une surface nue et tantôt avec une couche de zinc ajoutée (avec ou sans extraits de plantes).

b) Électrode de référence

L'électrode de référence joue un rôle crucial dans toute cellule électrochimique, offrant un potentiel constant dans son environnement. Dans cette étude, l'électrode de référence est l'électrode au calomel saturé ECS ($\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{Hg}/\text{KCl}$). Son potentiel par rapport à l'électrode normale à hydrogène (ENH) est de 0,245 V.

c) Électrode auxiliaire

L'électrode auxiliaire, également appelée contre-électrode (un fil inerte en platine, Pt), est un matériau conducteur essentiel pour boucler le circuit électrique. Dans cette configuration, la contre-électrode, placée en regard de l'électrode de travail, garantit une distribution uniforme du courant.



Figure II. 12 : Image d'une électrode auxiliaire.

II. 3. 4. Adhérence du revêtement

Pour évaluer l'adhérence de la couche de zinc appliquée sur le substrat, la méthode ASTM D3359 [17] a été utilisée. Cette méthode implique de graver un signe "X" sur la couche de zinc déposée, puis d'appliquer et de retirer fermement un film adhésif sur les surfaces revêtues. Ce test, bien que qualitatif et réalisé à une échelle macroscopique, permet de déterminer l'adhérence du revêtement : l'absence de zinc sur le film indique une bonne adhérence (voir Figure II. 13).



1) Graver le signe X

2) Poser un film adhésif

Figure II. 13 : Test de l'adhérence.

II. 3. 5. Épaisseur du revêtement

La qualité du zinc électro déposé est évaluée à travers les paramètres du dépôt tels que la luminosité, une forte adhérence et l'épaisseur. L'épaisseur a été calculée selon la loi de Faraday comme indiqué dans l'équation [11] :

$$e = \frac{m}{\rho * s} * 10000$$

Où, la constante 10000 sont utilisées pour convertir le cm en μm .

e: Épaisseur du dépôt (cm)

ρ : Masse volumique de dépôt (g/cm^3)

s : Surface soumise au test (cm^2)

m : Masse de dépôt (g) / $m_{\text{dépôt}} = \Delta m = m_f - m_i$

m_f : Masse de l'échantillon après revêtement (g)

m_i : Masse de l'échantillon avant revêtement (g)

II. 3. 6. Mesure de la brillance

L'appareil Poly Gloss-mètre a été conçu pour permettre une mesure non destructive, rapide et précise de la brillance (voir Figure II. 13). La brillance, l'une des propriétés optiques d'une surface, se manifeste lorsque la lumière la frappe directement puis est réfléchi. Elle est quantifiée en unités de brillance (GU). Le résultat est la moyenne des mesures exprimées en Gloss (GU). Les angles de mesure sont les suivants : 20° pour les surfaces très brillantes, 60° pour les surfaces semi-brillantes ou satinées, et 85° pour les surfaces mates. Ces mesures de brillance sont conformes aux normes ASTM D 523, ASTM D 2457, BS 3900, NF EN ISO 2813 et DIN 67530 [8].



Figure II. 13: Poly Gloss mètre.

La lecture des valeurs mesurées sur l'appareil se fait par l'angle et l'appréciation de la brillance selon le tableau II. 3.

Tableau II. 3 : Valeurs référentielles de la brillance

Sélection de la géométrie	Unité GU	Degré de brillance
Hautement brillant 20°	70-100	Surface très brillante à peu brillante
Semi brillant ou satiné 60°	10-70	Surface satinée à mate
Très faiblement brillant 85°	0-10	Surface mate à mat profond

II. 2. 7. Morphologie de surfaces revêtues

Pour mieux inspecter la morphologie des surfaces des couches déposées sur les substrats revêtus de zinc en présence de différentes concentration des extraits investigués utilisés comme additifs dans les bains d'électrodéposition, nous avons utilisé un microscope optique polarisant portable LCD (modèle G1200) offrant des grossissements de 4 à 50 fois (voir figure II. 14).

Les images des différentes microstructures des surfaces étudiées ont été capturées à l'aide d'un capteur numérique monté sur ce microscope, via un appareil photo.



Figure II. 14 : Microscope optique polarisant.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Lomonosova M, Nikonova D, Kutsev M, Dorogina O, Korolyuk AY. Genetic differentiation in the polyploid complex of *Suaeda corniculata* (CA Mey.) Bunge in Eastern Siberia. *Russian Journal of Genetics* 2017;53:596-605.
- [2] Lindgren AR, Pankey MS, Hochberg FG, Oakley TH. A multi-gene phylogeny of Cephalopoda supports convergent morphological evolution in association with multiple habitat shifts in the marine environment. *BMC evolutionary biology* 2012;12:1-15.
- [3] Xu Z, Deng M. Identification and control of common weeds: Volume 2: Springer; 2017. Book.
- [4] Lomonosova M, Brandt R, Freitag H. *Suaeda corniculata* (Chenopodiaceae) and related new taxa from Eurasia. *Willdenowia* 2008;38:81-109, 29.
- [5] Pang Q, Zhang A, Zang W, Wei L, Yan X. Integrated proteomics and metabolomics for dissecting the mechanism of global responses to salt and alkali stress in *Suaeda corniculata*. *Plant and soil* 2016;402:379-94.
- [6] Kadereit G, Borsch T, Weising K, Freitag H. Phylogeny of Amaranthaceae and Chenopodiaceae and the evolution of C4 photosynthesis. *International journal of plant sciences* 2003;164:959-86.
- [7] Deniz FSS, Orhan IE, Duman H. Profiling cosmeceutical effects of various herbal extracts through elastase, collagenase, tyrosinase inhibitory and antioxidant assays. *Phytochemistry Letters Journal* 2021;45:171-83.
- [8] Karima H. Inhibition de la corrosion d'un acier au carbone par les plantes *taxus baccata* et *cedrus atlantica* et leurs utilisations comme additives dans les bains d'électrodéposition. 2020, Thèse doctorat, Université Larbi Tebessi -Tébessa.
- [9] Abir S, Loubna T. Impact environnemental d'additifs naturels dans l'électrodéposition d'un métal: Université Laarbi Tebessi Tebessa; 2021. Thème master.
- [10] Lacombe H. Caractères hydrologiques et circulation des eaux en Méditerranée. *The Mediterranean Sea: A natural sedimentation laboratory Journal* 1972.
- [11] Hanini k, Sameh B, Baya B, Louiza B, Soraya H, Hatem B, et al. Corrosion inhibition impact of *pyracantha coccinea* m. Roem extracts and their use as additives in zinc electroplating: coating morphology, electrochemical and weight loss investigations. *The Taiwan Institute of Chemical Engineers Journal* 2021;121:337-48.
- [12] El-Etre A. Inhibition of C-steel corrosion in acidic solution using the aqueous extract of zallouh root. *Materials Chemistry and Physics Journal* 2008;108:278-82.
- [13] Stansbury EE, Buchanan RA. *Fundamentals of electrochemical corrosion: ASM international; 2000. Book.*
- [14] Muthukrishnan P, Saravana Kumar K, Jeyaprabha B, Prakash P. Anticorrosive activity of *Kigelia pinnata* leaves extract on mild steel in acidic media. *Metallurgical and Materials Transactions A Journal* 2014;45:4510-24.
- [15] Landolt D. *Corrosion et chimie de surfaces des métaux: PPUR presses polytechniques; 2003. Book.*
- [16] Orazem ME, Pébère N, Tribollet B. Enhanced graphical representation of electrochemical impedance data. *The Electrochemical Society Journal* 2006;153:B129.
- [17] Vázquez-Rodríguez C, De La Garza-Garza M, Tiburcio CG, Maldonado B, Baltazar-Zamora M, García R, et al. Characterization of corrosion behavior of Painted Galvanized steel under accelerated conditions. *Electrochemical Science International Journal* 2015;10:4654-65.

Chapitre 3

Résultats et discussion





III. 1. CHOIX DU SOLVANT ADEQUAT POUR L'EXTRACTION

Afin d'optimiser le rendement d'extraction de *Suaeda corniculata*, une macération a été réalisée en utilisant un mélange d'éthanol et d'eau distillée à différentes proportions. Le rendement des différents extraits envisagés a été exprimés en pourcentage et sont représentés ci-dessous (Tableau III. 1).

Tableau III. 1 : Rendement d'extraction

Mélange d'extraction	Masse de la plante (g)	Masse de l'extrait (g)	Rendements (%)T
ETOH 10%	20	4.55	22.77
ETOH 20%	20	1.18	05.91
ETOH 30%	20	3.25	16.27
ETOH 40%	20	2.67	13.39
ETOH 50%	20	1.71	08.58
ETOH 60%	20	1.86	09.32
ETOH 70%	20	1.67	08.39
ETOH 80%	20	1.61	08.09
ETOH 90%	20	1.41	07.05

Selon les résultats illustrés dans le tableau III. 1, on constate que l'extrait obtenu à partir du mélange 10 % ETOH a donné le meilleur rendement. Ce mélange semble offrir un équilibre optimal entre solubilité, polarité et interactions avec la matrice de la plante, ce qui conduit à un rendement d'extraction plus élevé comparé aux autres mélanges testées. L'augmentation du rendement d'extraction à 10 % d'éthanol par rapport aux autres concentrations peut être attribuée à cet équilibre optimal de polarité, à la synergie des solvants et aux conditions d'extraction optimisées. Des études récentes confirment ces observations, montrant que les mélanges de solvants peuvent offrir des rendements d'extraction supérieurs grâce à une meilleure interaction avec les divers composés bioactifs des plantes [1, 2].

III. 2. TEST DE SOLUBILITÉ

Pour déterminer le solvant le plus efficace pour dissoudre l'extrait éthanolique à différents pourcentages du mélange (eau distillée et éthanol), nous avons effectué des tests en utilisant divers solvants : acétone, éthanol, méthanol et dichlorométhane. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III. 2.



Tableau III. 2 : Résultats des tests de solubilité.

Solvant Extrait	Acétone	Ethanol	Méthanol	Dichlorométhane
ETOH 10%	Non soluble	Peu soluble	Soluble	Soluble
ETOH 20%	Non soluble	Peu soluble	Soluble	Soluble
ETOH 30%	Non soluble	Non soluble	Soluble	Non soluble
ETOH 40%	Non soluble	Non soluble	Soluble	Non soluble
ETOH 50%	Non soluble	Non soluble	Soluble	Non soluble
ETOH 60%	Non soluble	Non soluble	Soluble	Peu soluble
ETOH 70%	Non soluble	Non soluble	Soluble	Peu soluble
ETOH 80%	Non soluble	Peu soluble	Soluble	Non soluble
ETOH 90 %	Peu soluble	Peu soluble	Soluble	Non soluble

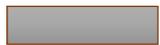
D'après les résultats obtenus, on remarque que le test effectué en utilisant l'acétone a montré une insolubilité de tous les extraits dissous à l'exception de celui obtenu à partir du mélange ETOH 90 à %. Cela est probablement dû à la polarité de l'acétone, un solvant polaire aprotique qui ne dissout pas bien certains composés polaires ou ceux ayant fortes interactions hydrogènes [3].

Concernant le test effectué en utilisant l'éthanol, les extraits d'ETOH à 10 %, 20 %, 80, et 90 % sont peu solubles, tandis que ceux à 30 %, 40 %, 50 %, 60 % et 70 % sont insolubles. L'éthanol est un solvant polaire protique, capable de former des liaisons hydrogènes [4]. Ces résultats suggèrent que la concentration d'éthanol utilisée n'est pas suffisante pour dissoudre complètement certains composés. Cela est probablement dû à la polarité de ces composés et aux interactions hydrogènes requises pour leur dissolution [5].

Comme prévu, tous les extraits sont solubles dans le méthanol, ce solvant polaire protique similaire à l'éthanol mais avec une polarité plus élevée, ce qui lui permet de mieux dissoudre une variété de composés polaires et ceux capables de former des liaisons hydrogènes [6].

La solubilité des extraits dans le DCM est plus complexe. Ils sont solubles pour les mélanges de 10 % et 20 %, peu solubles pour ceux à 60%, 70 %, et 90 % et insoluble pour les autres mélanges. Le DCM est un solvant organique moins polaire, et sa capacité à dissoudre l'extrait dépend de la présence de composés non polaire ou faiblement polaire dans l'extrait [7].

La solubilité d'un extrait de plante dans différents solvants dépend fortement de la nature chimique des composés présents dans l'extrait et des propriétés physico-chimique des solvants. Le méthanol, avec sa capacité à former des liaisons hydrogènes fortes, se révèle être le meilleur solvant pour ce type d'extrait de plante. Les autres solvants montrent une solubilité limitée, ce qui indique que l'extrait contient probablement une majorité de composés polaires ou hydrophile.



III. 3. DOSAGE DES POLYPHÉNOLS TOTAUX

Le dosage des phénols totaux dans les extraits préparés a donné les résultats rapportés ci-après. L'équation de la courbe d'étalonnage préparée par l'acide gallique est la suivante :

$$Y=9.0043 X +0.1319 \text{ et } R^2=0.9947$$

Y : l'absorbance mesurée par le spectrophotomètre.

X : la concentration de la solution de l'acide gallique (mg/L).

La concentration des phénols totaux dans l'extrait, exprimé comme l'équivalent d'acide gallique (EAG), est calculée par l'équation précédente comme suit :

$$X=C= (y + 0.1319)/X$$

Y : l'absorbance de la solution analysée de l'extrait, mesurée par le spectrophotomètre.

C : la concentration des phénols totaux

Les taux des phénols totaux calculés sont regroupés dans le tableau III. 3 :

Tableau III. 3 : Quantification des composés phénoliques en fonction du mélange d'extraction.

Les extraits	TPC
ETOH 10%	58.83
ETOH 20%	83.82
ETOH 30%	58.90
ETOH 40%	44.58
ETOH 50%	27.36
ETOH 60%	21.26
ETOH 70%	15.74
ETOH 80%	14.18
ETOH 90%	62.84

Le taux élevé de polyphénols observé pour l'extrait à 20 % d'éthanol peut s'expliquer par une solubilité optimale de ces composés [8]. Des études rapportent que des mélanges éthanol-eau modérés permettent une meilleure extraction des polyphénols totaux en équilibrant la polarité du solvant [9]. De plus, les concentrations intermédiaires d'éthanol évitent l'extraction excessive de tannins et autre composés complexes [10].

III. 4. EXTRACTION

L'extraction a été réalisée par macération de la matière végétale séchée dans le mélange choisie (20 % d'éthanol), suivie d'une évaporation. Pour éliminer la chlorophylle, l'extrait a été dissous dans de l'eau bouillante, laissé à décanter pendant une nuit, puis filtré et de nouveau évaporé à sec pour obtenir l'extrait souhaité. L'opération a été répéter trois fois et le rendement des extraits obtenus



a été calculé par rapport à la matière végétale sèche macérée. Les résultats, exprimés en pourcentage, sont présentés ci-dessous (Figure III. 1). Le rendement de l'extraction a été calculé en utilisant l'équation suivante :

$$R(\%) = \frac{\text{masse de l'extrait obtenue}}{\text{masse de la matière végétale}} * 100$$

Le résultat exprimé en pourcentage est présenté ci-dessous (Figure III. 1).

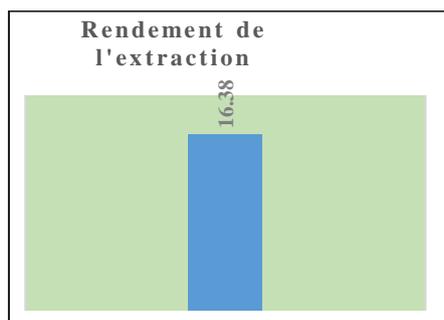


Figure III. 1 : Rendement d'extraction calculé en pourcentage (%).

Selon les résultats illustrés dans la figure III. 1, l'extrait éthanolique a été obtenu avec un rendement de 16.38 %.

III. 5. CONDITION EXPERIMENTALES

III. 5. 1. Choix des conditions expérimentales

Pour optimiser la qualité du revêtement élaboré, nous avons évalué l'effet de la concentration de l'extrait comme indiqué dans le tableau ci-dessous.

Tableau III. 4 : Optimisation de la qualité du revêtement.

Courant (A)	PH	Agitation	Temps (min)	Résultat
0.04	5	1	30	Absence de revêtement
0.05	5	1	30	/
0.06	3	1	30	/
0.07	4	1	30	/
0.08	5	1	30	/
0.08	3	1	30	/
0.09	4,5	1	30	Présence de revêtement

Après plusieurs tests, les conditions expérimentales optimales pour obtenir une bonne qualité de dépôt étaient les suivantes:

- ✓ pH du bain d'électrodéposition : pH= 4.5.

- ✓ Intensité de courant : $I = 0.09$.
- ✓ Temps d'électrodéposition $T = 30$ min.
- ✓ Agitation douce.
- ✓ Température ambiante.

L'échantillon d'acier E24-2 représente l'anode de la cellule électrochimique, tandis que la plaque de zinc (99.91%) représente la cathode en laissant une distance de 1cm entre eux. Les plaques ont été pesées avant et après l'électrodéposition pour déterminer le poids de zinc déposé sur les surfaces

III. 5. 2. Étude de l'effet des extraits de *Suaeda corniculata* comme additifs dans les bains de zingage de l'acier doux E24-2

III. 5. 3. Qualité de la couche de zinc déposée

Pour évaluer la qualité du zinc électrodéposé, on examine plusieurs paramètres de dépôt, notamment la brillance, l'adhérence et l'épaisseur. Les valeurs de masse, d'épaisseur, de brillance et l'adhérence, de la couche de zinc déposée en utilisant différentes concentrations d'extraits comme additifs sont présentées dans le tableau III. 5.

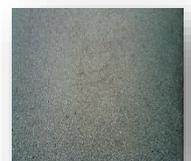
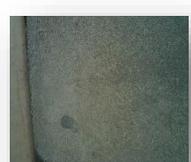
Tableau III. 5 : Valeurs d'adhérence, de brillance, de l'épaisseur ainsi que de la masse de la couche de zinc déposée.

C (g/l)	Masse déposé (g)	Epaisseur (μm)	Adhésion	Brillance(GU)	Photos
0.0	0,0681	35,3747	++	10.4	
0.4	0,0603	30,2043	+	43.7	
0.6	0,0351	18,0324	++	32.7	



0.8	0,0472	24,7011	++	24.1	
1.0	0,0466	23,3420	++	26.5	
1.2	0,0409	20,4868	+++	24.2	
1.4	0,0264	13,2238	+++	26.3	
1.6	0,0226	11,7396	+++	32.2	
1.8	0,0594	29,7535	++	33.5	
2.0	0,0334	17,3497	+++	32.3	



2.2	0,0407	20,7573	+++	43.2	
2.4	0,0504	25,2454	++	19.7	
2.6	0,0636	32,6741	++	24.2	
2.8	0,0465	23,2919	+	35.8	
3.0	0,0566	29,0779	+++	11.94	
3.2	0,0341	17,5187	++	47.2	
3.4	0.0563	28.2007	+	39	



3.6	0.0437	22,7001	++	19.7	
-----	--------	---------	----	------	---

Où : + l'adhérence est faible, ++ l'adhérence est forte, +++ l'adhérence est très forte.

Il est rappelé que les additifs sont généralement ajoutés en petites quantités pour augmenter la brillance, diminuer la porosité et modifier la structure et la morphologie des dépôts. On distingue que toutes les épaisseurs mesurées étaient conformes aux normes ASTM A879 et B633 [11, 12].

Concernant l'analyse de la morphologie et de l'épaisseur des surfaces revêtues, ainsi que l'évaluation des résultats d'adhérence, les meilleurs revêtements ont été obtenus avec des concentrations spécifiques d'additifs (1.2 g/L, 1.4 g/L, 1.6 g/L, 2.0 g/L, 2.2 g/L et 3.0 g/L). Ces résultats mettent en évidence l'impact positif de l'additif sur la qualité des dépôts.

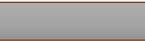
D'autre part, les valeurs de brillance prélevées sur les surfaces d'acier revêtues, en ce qui concerne leur aspect extérieur, ont été conformes aux normes ASTM D 523, ASTM D 2457, BS 3900, DIN EN ISO 2813 et DIN 67530 [13, 14]. Ces valeurs de brillance ont oscillé entre semi-brillant et mat, comme le montrent les résultats répertoriés dans le tableau III. 6.

Tableau III. 6 : Valeurs de la brillance du revêtement.

	Semi-brillant	Matte
Concentration (g/L)	0.4	0.8
	0.6	1.1
	1.6	1.2
	1.8	1.4
	2	2.6
	2.2	3
	2.8	3.6
	3.2	
	3.4	

En conclusion, de manière générale, les échantillons revêtus ont démontré une amélioration significative en termes de brillance, de porosité et d'épaisseur grâce à la présence d'EES comme additif dans les bains d'électrodéposition, comparativement à son absence.

III. 6. ÉVALUATION DE L'INHIBITION DE LA CORROSION DE L'ACIER REVÊTU EN PRESENCE DES EXTRAITS DE "*Suaeda corniculata*"



III. 6. 1. Étude électrochimique

III. 6. 1. 1. Suivi de potentiel de corrosion au cours du temps

Le suivi temporel du potentiel de corrosion est essentiel pour maintenir un potentiel appelé potentiel à circuit ouvert E_{ocp} stable, ce qui est crucial pour établir des courbes de polarisation et des diagrammes d'impédance électrochimique. Il permet également de déterminer le temps nécessaire pour atteindre un régime stationnaire. À cette fin, des plaques revêtues sont immergées dans de l'eau de mer sans agitation pendant une période de 15 minutes, tantôt en présence, tantôt en l'absence de différentes concentrations d'additifs.

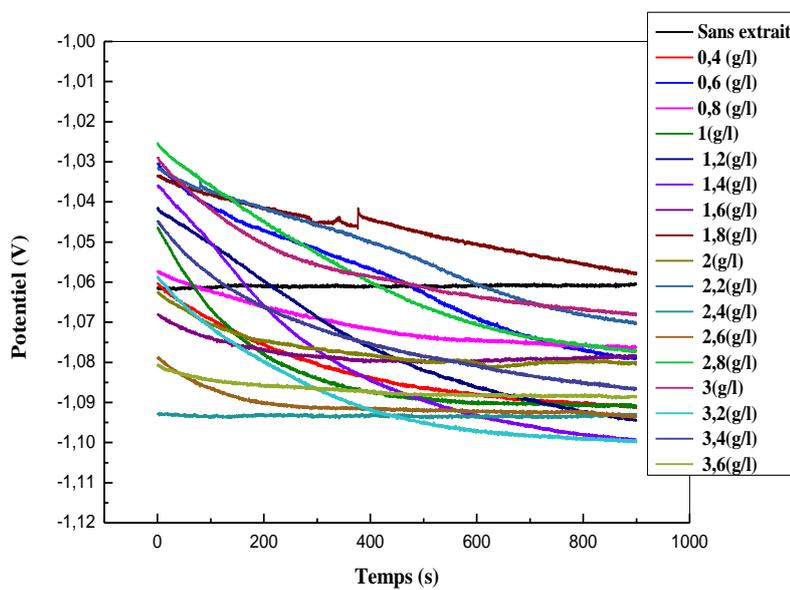


Figure III. 2 : Evolution du potentiel d'abandon pour les échantillons revêtus sans et avec l'ajoute de l'extrait.

Après un délai d'attente de 30 minutes, l'électrode de travail parvient à atteindre sa stabilité optimale, permettant ainsi la prise de mesures avec précision.

III. 6. 1. 2. Mesures de polarisation potentiodynamique

Les mesures de polarisation potentiodynamique ont été réalisées à température ambiante dans un environnement d'eau de mer corrosive, en utilisant des échantillons revêtus comme électrode de travail. Cette étude s'est déroulée sur une plage de potentiel allant de ± 250 mV autour du potentiel à circuit ouvert, sur une durée de 15 minutes, avec une vitesse de balayage de 1 m/s [15].

La mesure de la porosité des surfaces revêtues a été déterminée en utilisant la relation suivante:

$$P = \frac{R_{ps}}{R_p} 10^{\Delta E_{corr}/\beta a}$$

Avec

$$\Delta E_{corr} = E_{corr} - E_{corrFe}$$

Où :

P: porosité de la couche de zinc déposée.

R_{ps} : résistance de polarisation du substrat non revêtu ($\Omega \cdot cm^2$).

R_p : résistance de polarisation des substrats revêtus ($\Omega \cdot cm^2$).

ΔE_{corr} : potentiel de corrosion.

βa : constante de Tafel des réactions anodiques ($mV \cdot Dec^{-1}$).

E_{corr} : potentiel de corrosion du substrat revêtu (V).

E_{corrFe} : potentiel de corrosion du fer (V).

L'efficacité inhibitrice a été déterminée par la relation suivante [15] :

$$EI\% = \frac{I^{\circ}corr - I_{corr}}{I^{\circ}corr} \cdot 100 \quad (5)$$

Où :

$I^{\circ}corr$: intensité de courant de corrosion en absence de l'extrait.

I_{corr} : intensité de courant de corrosion en présence de l'extrait.

Les paramètres électrochimiques : ΔE_{corr} , βa , βc , $I^{\circ}corr$, R_{ps} , R_p , **P**, ainsi que l'efficacité d'inhibition (**EI%**) sont relevées dans le tableau III. 7. La courbe de polarisation de Tafel anodique et cathodique des différentes concentrations d'extraits sont représentées dans la figure III. 3

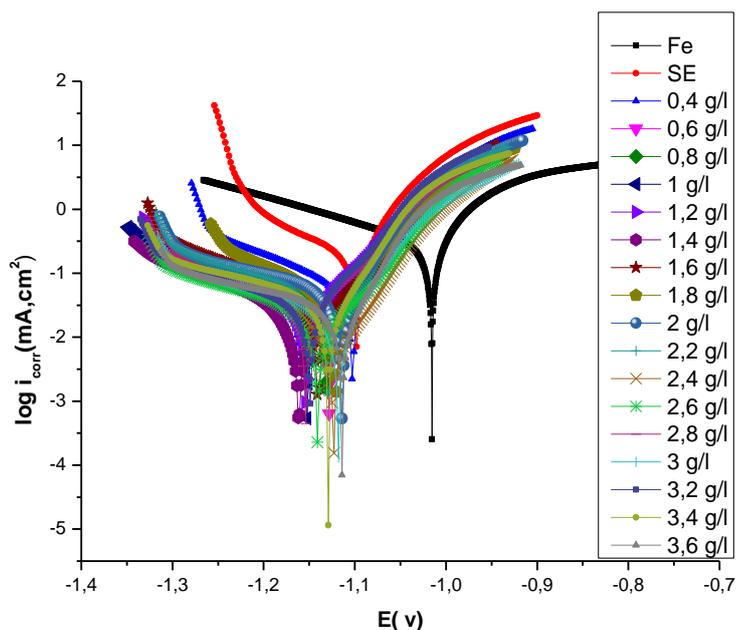


Figure III. 3 : Courbes de polarisation potentiodynamique pour les échantillons revêtus sans et avec l'ajout de différentes concentrations de l'EES immergés dans l'eau de mer

Tableau III. 7 : Paramètres de polarisation des substrats non revêtu et revêtus en présence et en absence de différentes concentrations de l'EES.

C (g/L)	$-E_{corr}$ (mV/SCE)	i_{corr} (mA.cm ⁻²)	βa (mV.Dec ⁻¹)	$-\beta c$ (mV.Dec ⁻¹)	V_{corr} (mm/y)	R_p (Ω .cm ²)	EI (%)	P
Non revêtu	1015,50	0,323	95,40	264,80	3,78	62,20	/	
SE	1097,70	0,141	63,00	130,80	1,65	91,32	/	0,0337
0,4	1103,30	0,045	40,00	158,70	531,20	315,23	67,89	0,0012
0,6	1127,50	0,028	59,00	235,40	0,32	751,94	80,19	
0,8	1130,80	0,046	67,50	333,00	0,54	636,61	66,97	0,0019
1,0	1152,10	0,057	86,10	277,40	600,97	665,87	59,33	0,0026
1,2	1153,30	0,037	77,50	228,50	0,43	649,42	73,55	0,0015
1,4	1161,30	0,023	79,10	186,80	1270,00	0,27	83,09	0,0007
1,6	1140,10	0,014	76,10	182,30	0,16	1910,00	89,88	0,0007
1,8	1120,70	0,045	64,10	172,60	0,53	493,25	67,82	0,0028
2,0	1113,80	0,039	51,50	245,00	0,46	478,93	72,06	0,0016
2,2	1129,00	0,037	62,30	216,50	0,44	680,95	73,19	0,0013
2,4	1123,30	0,024	74,20	233,30	0,28	1720,00	82,81	0,0012

2.6	1140,70	0,026	78,30	267,40	0,31	1200,00	81,11	0,0013
2.8	1153,70	0,037	79,50	226,70	0,43	661,88	73,76	0,0017
3.0	1117,90	0,020	60,00	228,00	0,24	1150,00	85,36	0,0010
3.2	1149,50	0,028	64,20	219,60	0,33	680,84	79,84	0,0007
3.4	1128,90	0,037	61,10	281,00	0,43	646,99	73,40	0,0013
3.6	1113,90	0,023	52,60	271,80	0,27	865,24	83,38	0,0009

Les données issues des figures précédentes et des résultats du tableau III. 7 mettent en évidence une tendance notable : l'incorporation d'additifs dans le revêtement des substrats entraîne une réduction significative des densités de courant et de la vitesse de corrosion, comparativement aux substrats non revêtus et aux substrats revêtus sans additifs. Ces observations indiquent que l'extrait étudié a considérablement amélioré la qualité du dépôt en produisant des revêtements plus résistants à la corrosion, en particulier à la concentration de 1.6 g/L, avec une efficacité atteignant 89.88%. Les potentiels d'abandon des substrats revêtus obtenus en présence d'extrait étaient plus cathodiques par rapport aux potentiels de dépôts obtenus en l'absence d'additifs.

Il est important de noter que la corrélation entre la densité du courant, la vitesse de corrosion et la concentration d'additifs ne suivait pas une relation linéaire. Cette observation suggère qu'il existe probablement une concentration optimale d'additifs dans chaque processus d'électrodéposition, permettant d'obtenir des dépôts de meilleure qualité [16].

III. 6. 1. 3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (S.I.E)

Les figures III. 4 et III. 5 présentent respectivement les spectres d'impédance de Nyquist des substrats revêtus, sans et avec l'addition d'extrait comme additif.

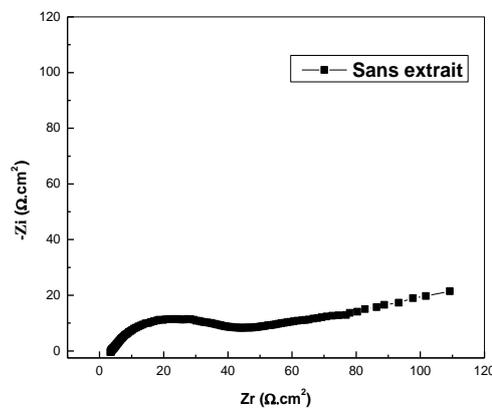


Figure III. 4 : Courbe d'impédance électrochimique pour les substrats revêtus sans extrait.

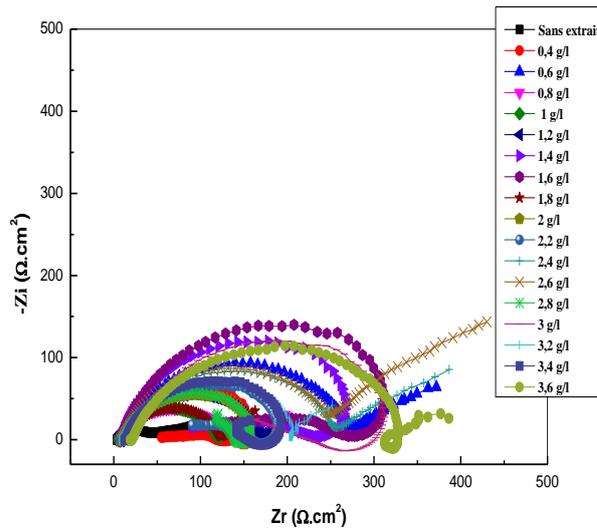


Figure III. 5 : Courbes d'impédance électrochimique pour les substrats revêtus avec l'extrait.

L'analyse de ces courbes permet de conclure les points suivants :

- ✓ Le diamètre de la boucle capacitive pour les échantillons revêtus en présence de différentes concentrations d'extrait en tant qu'additifs est plus grand que celui observé en leur absence. Cela indique que les plaques revêtues en présence d'extrait sont plus résistantes à la corrosion que celles revêtues sans la présence d'additifs.
- ✓ Les boucles capacitives observées à hautes fréquences sont attribuées au transfert de charge [11].

On distingue deux types des diagrammes d'impédance :

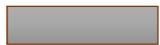
Pour les concentrations (1.4 g/L, 2.6 g/L, et 3.2 g/L) le diagramme d'impédance est représenté par une boucle capacitive, suivi par une ligne droite à 45° d'angle par rapport à l'axe horizontal pour les basses fréquences, cette distorsion est observée en raison de l'impédance de Warburg. Ceci indique une corrosion appréciable du revêtement due à l'effet de diffusion [17].

Pour l'autre concentration, le diagramme est représenté par une boucle capacitive suivi par une boucle inductive. Cette dernière indique l'adsorption.

En pratique, l'efficacité de l'inhibition ($EI\%$) est définie comme suit [18] :

$$EI\% = \frac{Rp - Rp^\circ}{Rp} * 100 \quad (6)$$

Où : Rp et Rp° , sont les valeurs de résistances de polarisation obtenues avec et sans l'ajout d'additifs respectivement.



Les paramètres électrochimiques, résistance de transfert de charge (R_{ct}), (C_{dl}), et l'efficacité inhibitrice ($EI\%$) sont listés dans le tableau III. 8 :

Tableau III. 8 : Paramètres d'impédance électrochimique, et valeurs d'efficacité inhibitrice pour les substrats revêtus en présence et en absence de différentes concentrations de l'EES.

Concentration	Rtc	Cdc	Efficacité
0.0	45,04	176,60	/
0.4	146,20	17,19	69,19
0.6	269,30	42,06	83,27
0.8	129,60	245,50	65,24
1.0	114,50	87,80	60,66
1.2	163,60	61,46	72,46
1.4	268,10	14,83	83,20
1.6	320,70	12,40	85,95
1.8	115,10	61,92	60,86
2.0	154,70	32,49	70,88
2.2	184,20	21,59	75,54
2.4	251,10	63,37	82,06
2.6	254,80	69,94	82,32
2.8	149,50	23,83	69,87
3.0	307,50	14,49	85,35
3.2	200,90	56,37	77,58
3.4	182,10	27,61	75,26
3.6	318,90	27,94	85,87

D'après les données du tableau III. 8, il a été observé que la variation des valeurs de la résistance de transfert de charge, de la capacité de la double couche et de la concentration d'additif n'était pas linéaire. Ceci est probablement dû aussi au fait qu'il existe une concentration d'additif optimale pour chaque procédé d'électrodéposition, améliorant ainsi la qualité du dépôt [19].

L'efficacité inhibitrice maximale obtenue de l'extrait investigué était de : 85.95 % avec une concentration de 1.6 g/L.



RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Elboughdiri N. Effect of time, solvent-solid ratio, ethanol concentration and temperature on extraction yield of phenolic compounds from olive leaves. *Eng Techno Appl Sci Res Journal*, 2018; 8:2805-8.
- [2] Liga S, Paul C, Péter F. Flavonoids: Overview of biosynthesis, biological activity, and current extraction techniques. *Plants Journal*, 2023; 12:2732.
- [3] Solomons T, Fryhle C. *WP Course Organic Chemistry*: John Wiley & Sons; 2011, Book.
- [4] Bruice P, Zalesky A. *Organic Chemistry*: London; 2016, Book.
- [5] Morrison R, Boyd R. *Organic Chemistry*, Prentice-Hall. New Jersey Journal, 1992.
- [6] Smith M. *March has advanced organic chemistry: reactions, mechanisms, and structure*: John Wiley & Sons; 2020. Book.
- [7] Truong D, Nguyen H, Ta NTA, Bui AV, Do TH, Nguyen HC. Evaluation of the use of different solvents for phytochemical constituents, antioxidants, and in vitro anti-inflammatory activities of *Severinia buxifolia*. *Food Quality Journal*, 2019.
- [8] Vuong Q, Hirun S, Roach P, Bowyer M, Phillips P, Scarlett C. Effect of extraction conditions on total phenolic compounds and antioxidant activities of *Carica papaya* leaf aqueous extracts. *Herbal Medicine Journal*, 2013; 3: 104-11.
- [9] Do Q, Angkawijaya A, Tran-Nguyen P, Huynh L, Soetaredjo F, Ismadji S, et al. Effect of extraction solvent on total phenol content, total flavonoid content, and antioxidant activity of *limnophila aromatica*. *Food and Drug Analysis Journal*, 2014; 22:296-302.
- [10] Markom M, Hasan M, Daud W, Singh H, Jahim J. Extraction of hydrolysable tannins from *phyllanthus niruri* Linn: Effects of solvents and extraction methods. *Separation and purification technology Journal*, 2007; 52:487-96.
- [11] ASTM C. A879/A879M-06–Standard Specification for Steel Sheet. Zinc Coated by the Electrolytic Process for Application Requiring Designation of the Coating Mass on Each Surface.
- [12] ASTM D. 3359-02. Standard test methods for measuring adhesion by tape test. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2002.
- [13] ASTM D. 523-89, Standard test method for specular Gloss. ASTM International Journal 1999.
- [14] Gurleyen L, Ayata U, Esteves B, Cakicier N. Effects of heat treatment on the adhesion strength, pendulum hardness, surface roughness, color and glossiness of Scots pine laminated parquet with two different types of UV varnish application. *Maderas Ciencia y Tecnología Journal* 2017 ; 19:213-24.
- [15] Marmi h. Amélioration de la résistance à la corrosion électrochimique des aciers par utilisation des inhibiteurs. 2017, thèse doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [16] Muresan L, Varvara S. Leveling and brightening mechanisms in metal electrodeposition. *Metal electrodeposition*; 2005. Book.
- [17] Rout TK. Electrochemical impedance spectroscopy study on multi-layered coated steel sheets. *Corrosion Science Journal*, 2007 ; 49:794-817.
- [18] Gu T, Chen Z, Jiang X, Zhou L, Liao Y, Duan M, et al. Synthesis and inhibition of N-alkyl-2-(4-hydroxybut-2-ynyl) pyridinium bromide for mild steel in acid solution: Box–Behnken design optimization and mechanism probe. *Corrosion Science Journal*, 2015 ; 90:118-32.
- [19] Karima H. Inhibition de la corrosion d'un acier au carbone par les plantes *taxus baccata* et *cedrus atlantica* et leurs utilisations comme additives dans les bains d'électrodéposition. 2020, thèse doctorat, Université Larbi Tebessi -Tébessa.

Conclusion Générale



Dans le but de contribuer aux efforts de recherche contre la corrosion, nous avons étudié le revêtement de l'acier doux E24-2 avec du zinc, en ajoutant l'extraits de *Suaeda corniculata* dans les bains de revêtement par électrodéposition.

Les études menées à cet effet comprennent l'utilisation de méthodes électrochimiques telles que la polarisation potentiodynamique et la spectroscopie d'impédance (EIS), accompagnées de techniques de caractérisation de surface telles que la microscopie optique, et l'évaluation de l'adhérence de la couche déposée.

L'ensemble de ces résultats a permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'ajout des extraits examinés dans les bains électrolytiques a clairement amélioré la qualité du revêtement, en réduisant la porosité, en renforçant l'adhérence, et en augmentant la brillance de la couche déposée.
- En ce qui concerne la résistance à la corrosion, les échantillons revêtus en présence de ces extraits ont démontré une meilleure résistance par rapport aux échantillons revêtus sans ces extraits ainsi qu'à l'échantillon non revêtu, ils ont révélé aussi une bonne efficacité inhibitrice de 85,95 % lors de l'ajout de l'extrait étudié en tant qu'additif avec une concentration de 1.6 g/L à température ambiante.
- En plus de l'amélioration de la qualité de dépôt prononcée par une forte adhérence de la couche déposée, une semi-brillance et une épaisseur appréciable de cette couche (11.73 μm) a été constaté.

Il convient de souligner que cet extrait s'est avérés être un bon additif pour l'elctrozingage, offrant une protection efficace contre la corrosion de l'acier doux tout en préservant l'environnement.