



République Algérienne Démocratique Et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieure et la Recherche
Scientifique



Université Larbi Tébessi - Tébessa

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie

Département : Sciences de la matière

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Option : Chimie organique

Thème

**ETUDE ÉLECTROCHIMIQUE DE L'EFFET SYNERGIQUE
D'EXTRAITS DE DEUX PLANTES MÉDICINALES
ALGÉRIENNES CONTRE LA CORROSION**

Présenté par :

DJEDDI Saliha & HARKAT Samira

Devant les membres du jury :

Boumedjout Meriem	M.C.B	Université Larbi tebessi- Tébessa	Présidente
El Hassasna Souhir	M.A.A	Université Larbi tebessi- Tébessa	Rapporteur
Boukhedenna Wafia	M.C.B	Université Larbi tebessi- Tébessa	Examinatrice

Année Universitaire 2020-2021

Soutenu le 24/06/2021

Remerciements

Avant tout, nous remercions ALLAH Le Tout Puissant qui nous a donné le courage, la volonté et la force pour accomplir ce modeste travail.

Le travail présenté dans cette mémoire a été réalisé au Laboratoire de chimie de la faculté de Technologie de l'Université de Tébessa .

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Mme. « Elhassasna Souhir » maître-assistant A à l'Université de Tébessa, pour nous avoir proposé ce sujet, pour ses conseils scientifiques judicieux et son suivi durant la période de la réalisation de travail malgré ses charges professionnelles.

Nous remercions, Mme « Boumadjout Mariem », Maître de conférences, pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de présider le jury de ce mémoire.

Nous sommes très honorées de la participation de Mme « Boukhdanna Wafia » Maître de conférences A à l'Université de Tébessa, à notre jury de mémoire et on l'en remercie vivement d'avoir accepté d'examiner ce travail

A tous les enseignants qui ont contribué à notre formation trouvent ici l'expression de notre estime, de notre reconnaissance et de notre gratitude.

Un merci spécial est adressé à tous les collègues de notre promotion

À toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement, à la réalisation de ce travail.

Enfin nous ne saurions assez exprimer notre sincère gratitude à l'égard de notre famille pour son soutien sans faille durant toutes ces années.



Dédicace Saliha

Merci Allah "mon dieu" de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir,

La force d'y croire, la patience d'aller jusqu'au bout du rêve et le bonheur de

lever mes mains vers le ciel et de dire " Ya Kayoum "

Je dédie ce modeste travail à celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite.....À ma mère « Aïcha »

À mon cher père « Farid » qui m'a transmis la vie, l'amour et le courage.

J'exprime mes sincères sentiments, pour leur patience illimitée, leur encouragement contenu, leur aide, en témoignage de mon profond amour et respect pour ses grands sacrifices

À mes très chers frères « Kamel. Mounir. Abdelhakim . Abdenour » .

pour l'aide qu'ils

m'ont toujours apporté

A mes chères et adorables sœurs « Warda , Abla , Karima ».

Je vous souhaite un avenir plein d'amour, de bonheur et de succès. Je vous aime beaucoup.

A mon binôme et cher Amie « Samira » et les beaux moments et les beaux souvenirs qu'on a partagé.

A mes meilleurs amis (es) « Bouchra , Sabrina » qui ont partagés avec moi les bons et les mauvais moments durant mes études.

A tous mes professeurs

À tous mes amies et collègues de promotion de Chimie 2021/2020





Dédicace Samira

J'ai le grand honneur de dédicé ce modeste travail à ceux qui ont

tout sacrifié pour moi mes chers parents « Aïcha .Saad » la lumière de ma vie Je vous remercie pour tout le soutien, confiance, et l'amour que vous me portez depuis mon enfance

et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

A mes frères et mes sœurs : Walid, Salah, Fares, Naïma, Samia, Sara Qu'ils trouvent ici Toute ma Gratitude pour leur Soutien Tout au long de mes Etudes

Je dédicé ce mémoire à ma chère meilleur ami Salîha pour son soutien moral infini et ses conseils précieux, malgré que les mots n'expriment pas mes chaleureuses

sentiments et mon éternel gratitude je vous dis merci d'être toujours là pour moi

A mes très chères amies Bicho, Sabi, Imen, Chadia,

À mon cher mari, pour la patience et le soutien dont il a fait preuve pendant toute la durée de ce travail et à qui je voudrais exprimer mes affections et mes gratitudes.



Liste des abréviations

BuOH : n-butanol

DPPH : 2,2_diphényl_1-picrylhydrazyl

EBOFI : Extrait butanolique d'opuntia ficusindica

ECS : Electrode au calomel saturé

HCl : Acide chlorhydrique

1M : Une fois molaire

OX : Oxydant

Red : Réducteur

O, N, S, P : Oxygène, azote, soufre, phosphore

SIE : Spectroscopie d'Impédance Electrochimique

Mg : Milligramme

M : Molaire

Ppm : Parti par million

ECS : Electrode au Calomel Saturé.

NACE : National Association of Corrosion Engineers.

EOCP : Potentiel a Circuit Ouvert.

K : Kelvin.

Hz : Hertz.

AcEt/ MeOH/BuOH : Acétate/ Méthanol/ n-butanol.

EBOFI : Extrait butanolique d'Opuntia ficus-indica.

EBAIV : Extrait butanolique d'Inula Viscosa

Min : Minute

Liste de symboles

C : capacité (F)

C_{inh} : concentration de l'inhibiteur (mg/mol)

CE : contre-électrode

C_{dc} : capacité de la double couche électrochimique (F) F/cm^2

CPE : Élément de phase constante

d : espacement des treillis des échantillons

D.C : double couche

E_a : énergie d'activation ($kJ.mol^{-1}$)

E_{corr} : potentiel de corrosion (V)

EI : L'efficacité inhibitrice (%)

ECS : électrode de calomel saturée

ET : électrode de travail

f : fréquence de la perturbation Hz)

I_{corr} : densité de courant de corrosion ($A.cm^{-2}$)

I_{inh} : densité de courant de corrosion en présence d'inhibiteur ($A.cm^{-2}$)

L : inductance

n : un entier positif

R : constante des gaz parfait ($J.mol^{-1}.K^{-1}$) R : résistance (Ω)

R_p : résistance de polarisation (Ω)

S: surface (cm^{-2}).

SIE : spectroscopie d'impédance électrochimique

t: temps d'immersion (h)

T : température (K)

W : impédance de Warburg

W_{corr} : la vitesse de corrosion en absence de l'inhibiteur ($mg.h^{-1}.cm^{-2}$)

W_{inh} : la vitesse de corrosion en présence de l'inhibiteur ($\text{mg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$)

ZCPE : Impédance de CPE

ZRe : partie réelle de l'impédance électrochimique (Ω)

β_c : pentes de Tafel cathodique

ΔG_{ads} : enthalpie libre d'adsorption ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)

ΔH_a : Enthalpie d'activation ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)

Δm : perte de masse (mg)

θ : taux de recouvrement

ω : vitesse angulaire ($\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$ ou tours par minute tpm)

C : Concentration mg/L

K_{ads} : Constante d'équilibre du processus d'adsorption L/mg

B_a : Coefficient de Tafel Anodique V/décade

B_c : Coefficient de Tafel cathodique V/décade

V_{corr} Vitesse de corrosion $\text{mg}/\text{cm}^2\cdot\text{h}^{-1}$

EI : Efficacité inhibitrice %

T : Temps H

R_{tc} : Résistance de transfert de charge $\Omega\cdot\text{cm}^2$

Liste de figure

Chapitre I

Figure (I.1) : Des différents métaux.	06
Figure (I.2) : Les alliages	06
Figure (I.3) : Les aciers.	07
Figure (I.4) : La corrosion.	07
Figure (I.5) : Corrosion généralisée (rouille) d'une pièce en acier	08
Figure (I.6) : Formes de corrosion (a) corrosion localisée et (b) corrosion uniforme	09
Figure (I.7) : Corrosion galvanique au niveau d'une zone de brasage entre la brasure Cu-P et le tube en cuivre	10
Figure (I.8) : Corrosion par piqûres sur la paroi d'une cuve en acier Inoxydable austénitique Cr18-Ni10	10
Figure (I.9) : Amorçage (a) et propagation (b) d'une piqûre	11
Figure (I.10) : Corrosion intergranulaire d'un inox par hydrochlorure.	11
Figure (I.11) : Corrosion sous contrainte.	11
Figure (I.12) : Corrosion-érosion dans une zone turbulente	12
Figure (I.13) : Corrosion sélective	12
Figure (I.14) : corrosion cavernueuse	13
Figure (I.15) : Corrosion filiforme	13
Figure (I.16) : la corrosion par frottement	14
Figure (I.17) : Influence de la température sur le taux de corrosion	15
Figure (I.18) : Corrosion causée par bactérie	17
Figure (I.19) : Blocage des sites anodiques.	20
Figure (I.20) : L'illustration a montré le mécanisme d'actionnement des inhibiteurs cathodiques.	21

Figure (I. 21) : Diagrammes d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion	21
--	-----------

Chapitre II

Figure (II. 1) : Dispositif expérimental de la technique de la masse perdue	29
Figure (II. 2) : Evaluation des courbes de potentiel en fonction de temps d'immersion.	30
Figure (II. 3) : Représentation schématisée d'une courbe courant – potentiel.	31
Figure (II. 4) : Détermination de la résistance de transfert par spectroscopie d'impédance	32
Figure (II.5) : Représentation schématisée des modes d'adsorption de molécules Organiques inhibitrices sur une surface métallique.	33
Figure (II.6) : Les électrodes dans l'électrolyte.	39
Figure (II.7) : Electrode de travail	39
Figure (II .8) : Voltalabe PGZ301	39
Figure (II .9) : Image photographique des échantillons dans le bain marie.	40
Figure (II.10) : Schéma simplifié du dispositif des mesures électrochimiques.	41

Chapitre III

Figure (III,1) : <i>Inula Viscosa</i>	46
Figure (III,2) : Les fleurs et les feuilles d' <i>Inula Viscosa</i>	47
Figure (III,3) : Protocole d'extraction aqueuse <i>Inula Viscosa</i>	51
Figure (III,4) : Photo de l' <i>Opuntia ficus- Indica</i>	52
Figure (III,5) : Photographie de figuier de barbarie avec ses cladodes(a), fleur(b), fruits(c) et graines(d)	53
Figure (III.6) : Répartition mondiale d' <i>Opuntia ficus- Indica</i>	56

Figure (III.7) : Différentes utilisations de l'*Opuntia ficus –Indica* 57

Chapitre IV

Figure (IV.1): L'isotherme d'adsorption de Freundlich de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures 66

Figure (IV.2) : L'isotherme d'adsorption de Frumkin de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures 66

Figure (IV.3) : L'isotherme d'adsorption de Langmuir de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures 67

Figure (IV.4) : L'isotherme d'adsorption de Tamkin de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures 67

Figure IV.5 : La variation de $\ln K_{ads}$ en fonction de l'inverse de la température 69

Figure (IV.6) : variation du logarithme de la vitesse de corrosion $\ln V_{corr}$ 69

Figure (IV.6) : La variation du $\ln \frac{V_{corr}}{T}$ en fonction de $1/T$ 70

Figure (IV.07) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B en absence et en présence de mélange d'extraits de n-butanol la plante *Inula Viscosa* et n-butanol de la plante d'*Opuntia ficus-Indica*, dans la solution 1M HCl à température 20°C. 72

Figure (IV.08) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B en absence et en présence de mélange d'extraits n-butanol de la plante *Inula Viscosa* et n-butanol de la plante d'*Opuntia ficus-Indica*, dans la solution 1M HCl à température 30°C 72

Figure (IV.09) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B en absence et en présence de mélange d'extraits n-butanol de la plante *Inula Viscosa* et n-butanol de la plante d'*Opuntia ficus-indica*, dans la solution 1M HCl à température 40°C. 73

Figure (IV.10) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B en absence et en présence de mélange d'extraits de n-butanol la plante *Inula Viscosa* et n-butanol de la plante d'*Opuntia ficus-Indica*, dans la solution 1M HCl à température 50°C. 73

Figure (IV.11) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 20°. 75

Figure (IV.12) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 30°. 76

Figure (IV.13) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 40°. 76

Figure (IV.14) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 50°. 76

Liste de schéma

Chapitre I

Schéma (I.1) : Classement des inhibiteurs de corrosion	21
--	----

Chapitre III

Schéma (III.1): Synonymes de <i>Inula Viscosa</i>	50
Schéma (III.02) : les synonymes de la plante <i>O. ficus-Indica</i>	55
Schéma (III.03) : Protocol expérimental d'extraction de la plante « <i>Opuntia ficus Indica</i> »	58
Schéma (III.04) : Protocole d'extraction de la plante d' <i>Opuntia ficus-Indica</i>	59

Liste de tableaux

Chapitre I

Tableau (I.1) : Les principaux facteurs de corrosion	15
--	----

Chapitre II

Tableau (II.01) : Les types d'adsorption.	34
Tableau (II.02) : Les compositions chimique de l'acier « Grade B »	37

Chapitre III

Tableau (III.1) : Caractérisations de <i>Inula Viscosa</i>	48
Tableau (III.2) : Classification de <i>Inula Viscosa</i>	48
Tableaux (III.3) : Caractérisations de la plante d' <i>O.ficus-indica</i>	53
Tableaux (III.4) : Classification de la plante d' <i>Opuntia ficus-indica</i>	54
Tableaux (III.5) : Utilisations de l' <i>O.ficus-Indica</i>	56

Chapitre IV

Tableau (IV.01) : Les phases obtenues après épuisement de la plante <i>d'Opuntia Ficus-Indica</i>	63
Tableau (IV.02) : Phase obtenues après épuisement de la plante <i>Inula Viscosa</i>	63
Tableau (IV.3) : Regroupe les résultats de l'étude gravimétrique.	64
Tableau (IV.4) : Coefficient de corrélation pour chaque modèle d'isotherme à différentes température	65
Tableaux (IV.5) : Les paramètres thermodynamiques relatif à l'adsorption de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier API 5 L Gr – B.	68
Tableaux (IV.6) : Paramètres thermodynamiques relatif à l'adsorption de mélange de l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier grade API 5 L Gr – B.	71
Tableau (IV.07) : Résultat de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice de l'acier B dans la solution à 1M HCl et à différentes concentrations de mélange de l'EBAIV et l'EBOFI à température 20°C.	74
Tableaux (IV.08) : Résultat de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice de l'acier B dans la solution à 1M HCl et à différentes concentrations de mélange de l'EBAIV et l'EBOFI à différentes températures (30, 40 ,50°C).	74
Tableau (IV.09) : les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M sans et avec l'ajout des différentes concentrations de mélange l'EBOFI et l'EBAIV a température 20°C	77
Tableau (IV.10) : les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M sans et avec l'ajout des concentrations de mélange l'EBOFI et l'EBAIV a différentes température (30,40,50°C).	77

Table de Matières

Remerciements	
Liste des abréviations	
Liste de symboles	
Liste de figure	
Liste de schéma	
Liste de tableaux	
Résumé	
Introduction Générale.....	1
I. Synthèse bibliographique	5
I.1. La corrosion définition et introduction	5
I.1.1. Introduction	5
I.1.2. Corrosion de métaux et alliage	5
I.1.2.1. Métaux	5
I.1.3. La corrosion	7
I.1.3.1. Définition	7
I.1.3.2. Modes de la corrosion	8
I.1.3.3. Différentes formes de Corrosion	8
Corrosion généralisé ou uniforme	8
Corrosion localisée	9
Corrosion galvanique.....	9
Corrosion par piqûre	10
Corrosion inter granulaire (inter cristalline)	11
Corrosion sous contrainte et fatigue-corrosion.....	11
Corrosion caverneuse	12
Corrosion filiforme	13
La corrosion par frottement	14
I.1.3.4. Facteurs de la corrosion.....	14
Effet de la température	15

Effet du PH.....	16
Régime hydrodynamique.....	16
La salinité	16
I.1.3.5. Différents types de la corrosion.....	16
Corrosion chimique	16
Corrosion électrochimique	16
I.1.3.6. Lutte contre la corrosion	17
I.2. Les inhibiteurs de corrosion.....	17
I. 2.1. Définition	17
I.2.2. Propriétés des inhibiteurs de corrosion	18
I.2.3. Conditions d'utilisation des inhibiteurs.....	18
I.2.4. Nature de l'inhibiteur	18
I.2.4.1. Les inhibiteurs organiques	18
I.2.5 Les classes d'inhibiteurs.....	19
I.2.5.1. Selon leur influence sur les réactions partielles	20
Les inhibiteurs mixtes :.....	21
I.2.5.2. Classement selon le domaine d'application	21
I.2.5.3. Classification selon mécanisme réactionnel.....	22
I.2.6. Mode d'action des inhibiteurs de corrosion	23
Références	24
II.1. Introduction	28
II.2. Matériels et méthodes	28
II.2.1. Méthodes d'évaluation de la corrosion	28
II.2.1.1. Méthode gravimétrique	28
II.2.1.2. Méthodes électrochimiques	29
II.2.1.2.1. Méthode stationnaire	30
II.2.1.2.1.1. Le suivi du potentiel en circuit ouvert	30
II.2.1.2.1.2. Les courbes de polarisation	30
II.2.1.2.2. Méthode non -stationnaire	31

II.2.1.2.2.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	31
II.3. Phénomène d'adsorption	32
II.3.1. Définition	32
II.3.2. Les types d'adsorption	33
II. 3.2.1. Adsorption physique	33
II. 3.2.2. Adsorption chimique (chimisorption) :.....	33
II.4. Isotherme d'adsorption	35
II.4.1 : Les modèles d'isotherme d'adsorption	35
II.4.1.1. Isotherme de Langmuir	35
II.4.1.2. Isotherme de Temkin	35
II.4.1.3. Isotherme de Frumkin	35
II.4.2. Énergie libre d'adsorption.....	36
II.5. Acier utilisé	37
II.6. Milieu d'étude.....	38
II.7. Inhibiteurs utilisés.....	38
II.8. Montage expérimental	38
II.8.1. Gravimétrie	38
II.8.2. La cellule électrochimique	38
II.8.3. Un potentiostat-galvanostat PGZ301	39
II.8.5. Protocoles expérimentaux	39
II.8.5.1. Perte de masse.....	39
II.8.5.2. Cellule à trois électrodes utilisées	40
II.8.5.3. Courbe de Polarisation intensité-potentiel	41
II.8.5.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique	41
Références	43
III.1. Présentation de la plante <i>Inula Viscosa</i>	46
III.1.2. Caractérisation et classification de la plante d' <i>Inula viscosa</i>	48
III.1.2.1. Caractérisation.....	48
III.1.2.2. Classification	48

III.1.3. Description botanique de la plante	49
III.1.3.1. Partie aérienne	49
III.1.3.2. Partie souterraine	49
III.1.4. Utilisations traditionnelles	49
III.1.5. Synonymes	50
III.1.6. Préparation des extraites de la plante d' <i>Inula Viscosa</i>	50
III.2. Généralités sur le figuier de Barbarie	51
III.2.1. Introduction	51
III.2.2. Description de la plante	52
III.2.3. Caractérisation et classification de la plante d' <i>O.ficus-indica</i>	53
III.2.3.1. Les caractérisations	53
III.2.3.2. Classification	53
III.2.4. Synonymes	55
III.2.5. Aire géographique	55
III.2.6. Utilisations de l' <i>O.ficus-Indica</i>	56
III.2.7. Préparation des extraites de la plante d' <i>Opuntia ficus-indica</i>	57
Références	60
IV : Résultats et discussion	63
IV.I. Rendements d'extraction	63
IV.2. Etude gravimétrique de mélange.....	64
IV.3. Isotherme d'adsorption	65
IV.3.1. Mécanisme d'adsorption de mélange de deux extrait l'EBOFI et l'EBAIV	68
IV.3.2. Energie d'activation apparente	69
IV.4. Méthodes électrochimiques	71
IV.4.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique	71
IV.4.2. Les courbes de polarisation	75
Conclusion Générale	81

Résumé

L'inhibition de la corrosion de l'acier APLI 5 grade B dans HCl et en présence d'un mélange de l'extrait butanolique des deux plante *Inula Viscosa* et *O-Focus.Indica* à 20-50°C a été étudiée en utilisant les techniques de perte de poids, la polarisation potentiodynamique, la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS). L'efficacité d'inhibition augmente avec l'augmentation de la concentration des extraits et la diminution de la température. L'efficacité inhibitrice obtenu à une concentration de 400 ppm (un mélange de 400-400 ppm pour les deux plantes), nous avons remis en cause le modèle de l'isotherme de Langmuir en dépit d'un coefficient de détermination et une pente très proche de l'unité tout en faisant référence à d'autres isothermes qui s'écartent du caractère idéal et hypothétique.

Mots clés

Inhibiteur de corrosion, Acier, *Opuntia ficus Indica*, *Inula Viscosa*.

Abstract

The corrosion inhibition of APLI 5 grade B steel in HCl and in the presence of a mixture of the butanolic extract of the two plants *Inula Viscosa* and *O-Focus.Indica* at 20-50 ° C was studied using weight loss techniques, potentiodynamic polarization, electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The inhibition efficiency increases with increasing concentration of extracts and decreasing temperature. The inhibitory efficacy was obtained at a concentration of 400 ppm (a mixture of 400-400 ppm for the two plants. we have challenged the Langmuir's isotherm model despite having a coefficient of determination and a slope very close to unity while referring to other isotherms that deviate from the ideal character and hypothetical.

Keywords

Corrosion inhibition, carbon steel, *Opuntia ficus Indica*, *Inula Viscosa*.

ملخص

تثبيط تآكل فولاذ APLI 5 درجة B في حمض الهيدروكلوريك وفي وجود خليط من مستخلص البوتانول للنببتين *Inula Viscosa* و *O-Focus.Indica* تمت الدراسة عند 20-50 درجة مئوية باستخدام تقنيات فقدان الوزن ، الاستقطاب الديناميكي الفعال ، مطيافية المعاوقة الكهروكيميائية (EIS). تزداد كفاءة التثبيط مع زيادة تركيز المستخلصات وانخفاض درجة الحرارة. تم الحصول على الفعالية المثبطة بتركيز 400 جزء في المليون (خليط من 400-400 جزء في المليون للنببتين). بالإضافة إلى ذلك ، لقد وجدنا ان نموذج Langmuir هو القريب جداً من الوحدة مقارنة بالنماذج الأخرى.

الكلمات المفتاحية

التآكل ، فولاذ الكربون ، *Opuntia ficus Indica* ، *Inula Viscosa*

INTRODUCTION

GÉNÉRALE

Introduction Générale

La corrosion est l'altération des métaux provoquée par l'action du milieu environnant et consiste plus précisément en un processus spontané d'interface de nature chimique ou électrochimique. Ces phénomènes d'altération engendrent une dégradation rapide des ouvrages métalliques. Les conséquences sont importantes dans divers domaines et en particulier dans l'industrie : arrêt de production, remplacement des pièces corrodées, accidents et risques de pollutions sont des événements fréquents avec parfois de lourdes incidences économiques [1].

En matière de protection, les inhibiteurs de corrosion constituent un moyen à part entière de protection contre la corrosion métallique. Un inhibiteur est un composé chimique que l'on ajoute, en faible quantité au milieu pour diminuer la vitesse de corrosion des matériaux. Les inhibiteurs peuvent interférer avec la réaction anodique ou cathodique et forment une barrière protectrice sur la surface du métal contre les agents corrosifs [2].

Les inhibiteurs les plus habituellement utilisés sont des molécules organiques. Ces inhibiteurs agissent tout d'abord par adsorption à la surface des métaux avant même d'intervenir dans le processus réactionnel de corrosion pour en diminuer la vitesse. Lors de l'incorporation de l'inhibiteurs dans la double couche électrique trouvée à la surface du métal, la molécule polarisée ou l'ion inhibiteur modifie la distribution de charge, et par conséquence le potentiel [3-5].

Lors de notre étude de deux plantes *l'Opuntia ficus-indica* et *Inula Viscosa*, nous avons trouvé que ces plantes possèdent une propriété d'anti-oxydante, ce qui anime nos recherches sur leur efficacité contre la corrosion de l'acier.

Introduction Générale

L'objectif de notre travail est d'étudier l'interaction entre un mélange de deux extraits butanolique pour les deux plantes médicinales l'*Opuntia ficus-Indica* et *Inula Viscosa* sur la surface de l'acier au carbone APLI5 G-B dans un milieu acide (HCl.1M) à différentes température 20°C a 50°C.

Notre travail est subdivisé en quatre chapitres et une conclusion :

- ✓ Le premier chapitre est consacré à une présentation générale de la corrosion des métaux et les inhibiteurs de corrosion.
- ✓ Le second chapitre est consacré aux méthodes utiliser pour l'évaluation de la corrosion (méthode de la masse perdue et méthode électrochimique).
- ✓ Le troisième chapitre est consacré à une étude bibliographique sur deux plantes médicinal *Opuntia ficus- Indica et Inula Viscosa*. Les résultats expérimentaux et les discussions sont regroupés dans le quatrième chapitre.
- ✓ Le quatrième chapitre discutera les résultats obtenus lors de l'emploi des extraits des deux plantes en synergie comme inhibiteurs de corrosion afin d'inhiber l'effet corrosif sur l'acier au carbone API 5L grade B dans une solution chlorhydrique HCl 1M.

Ce travail se termine par une conclusion générale résumant l'essentiel des résultats.

Liste de référence introduction générale

- [1] H.H. Ulich, R.W. Revie « Corrosion and Corrosion Control » 3th ed, New York: John Wiley& Sons Ltd. (1985)
- [2] F. Khoukhi, « étude de l'efficacité de deux inhibiteurs de corrosion dans les milieux multiphasique (eau, huile et gaz) », Mémoire de magister, Université de Boumerdes, Algérie (2008).
- [3] H. Bensabra, Cours de Corrosion et Protection des Métaux, Université de Jijel, (2016).
- [4] A. Moulabbas, mémoire de Magister, Université Mohamed Chérif Messaadia –Souk-Ahras, Année universitaire : 2012 – 2013.
- [5] J. Benard, A. Michel, " Métallurgie Générale", Ed. Masson, paris, (1991).

SYNTHÈSE

BIBLIOGRAPHIQUE

I. Synthèse bibliographique

I.1. La corrosion définition et introduction

I.1.1. Introduction

La corrosion est causée par les effets chimiques ou électrochimiques de l'environnement sur les métaux et alliages. Les conséquences sont importantes dans tous les domaines, en particulier dans l'industrie : les arrêts, le remplacement des pièces corrosives, les accidents et les risques de pollution sont des événements fréquents qui entraînent parfois de graves conséquences économiques. [1]

Afin de mieux comprendre les mécanismes de corrosion pour mieux les protéger, de nombreuses recherches ont été menées dans différentes industries chimiques et se poursuivront [2]. En plus de la recherche sur la corrosion, il existe plusieurs méthodes de protection qui peuvent être utilisées en fonction de l'environnement corrosif, qui sont toutes conçues pour ralentir la vitesse de corrosion. L'ajout d'inhibiteurs pour réduire la corrosivité du milieu de culture a un large éventail d'applications industrielles.

L'inhibiteur de corrosion est un moyen totalement efficace pour empêcher la corrosion du métal [3]. Ils sont ingénieux et constituent le seul moyen d'intervenir à partir de l'environnement corrosif, ce qui les rend faciles à mettre en œuvre et des méthodes de contrôle de la corrosion économiques, pour autant que les produits utilisés soient adaptés. Au cours des cinquante dernières années, de nombreuses recherches sur ces composés ont proposé des produits spécifiques ou des mélanges de produits correspondant à un système corrosif donné (paire moyenne métal corrosif). Cependant, chaque situation de corrosion reste une situation particulière, et il est nécessaire de connaître les données de fonctionnement de base de ces inhibiteurs, leurs restrictions d'utilisation et leur toxicité particulière afin de pouvoir les utiliser dans une plage de sécurité suffisante., Chaque matériau a une série d'inhibiteurs pour aider à prévenir la corrosion de manière satisfaisante.

Ce chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur le phénomène de corrosion et les méthodes de protection appliquées. [1]

I.1.2. Corrosion de métaux et alliage

1.1.2.1. Métaux

Les métaux se distinguent des autres matériaux par un ensemble de propriétés physicochimiques en particulier la forte conductivité électrique et thermique, grande facilité

de mise en œuvre. Les composants électroniques contiennent également de nombreux éléments métalliques qui assurent les connexions.

. Cependant, La durabilité des objets métalliques dépend principalement de leur résistance à la corrosion et selon la thermodynamique, les métaux sont instables au contact de l'air et de l'eau .[4]



Figure (I.1) : Des différents métaux.

I.1.2.2. Les alliages : Les alliages sont des combinaisons de métaux et d'un ou plusieurs autres éléments chimiques. L'ajout d'autres éléments peut améliorer les propriétés mécaniques. Ces ajouts permettent également de modifier les propriétés chimiques ou physiques. [5]

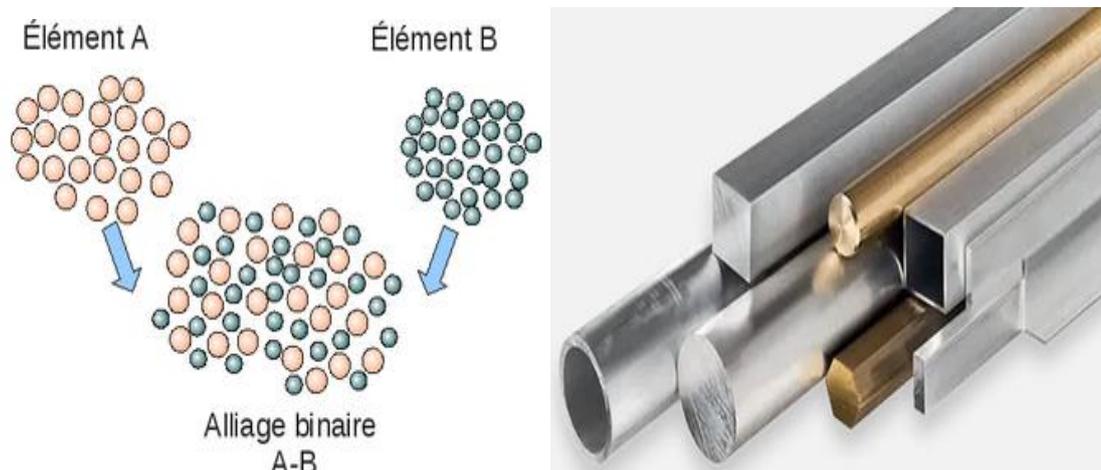


Figure (I.2) : Les alliages

L'acier : est un alliage métallique formé principalement de fer et de carbone, dans des proportions comprises entre 0,02% et 2% en masse. C'est essentiellement la teneur en carbone [6]

qui confère à l'alliage les propriétés du métal qu'on appelle « acier ». Il existe d'autres métaux à base de fer qui ne sont pas des aciers comme les fontes et les ferronickels. [3]



Figure (I.3) : Les aciers.

I.1.3. La corrosion

I.1.3.1. Définition

La corrosion est une réaction chimique ou électrochimique entre des matériaux, ce sont généralement les métaux et l'environnement qui provoquent la dégradation des matériaux chimique et de leurs propriétés. [6]

Selon une autre définition, ce phénomène n'est rien de plus que la restauration des métaux et alliages à leur état minéral naturel. Dans tous les cas, quelle que soit la définition utilisée, la corrosion est une dégradation. Selon le milieu, lorsque la corrosion se produit dans un environnement gazeux et humide, lorsque la corrosion se produit dans un électrolyte liquide, la corrosion est considérée comme sèche. [7]



Figure (I.4) : La corrosion.

I.1.3.2. Modes de la corrosion

En peut classer deux modes de corrosion comme suit :

➤ **Corrosion en milieu humide ou corrosion aqueuse**

Le milieu est constitué par un liquide ou par des vapeurs humides.

➤ **Corrosion par voie sèche**

Elle est généralement associée aux hautes températures.

Pratiquement tous les cas de corrosion peuvent être décrits ou expliqués à partir de concepts électrochimiques même si au premier abord ils apparaissent comme ayant un caractère chimique. [8]

I.1.3.3. Différentes formes de Corrosion

La corrosion affecte les métaux de plusieurs manières selon la nature du métal et les conditions environnementales. Compte tenu de la forme et de l'emplacement de la corrosion, les principaux types de corrosion sont divisés en deux catégories : la corrosion générale et la corrosion localisée, dont la plupart sont causées par l'hétérogénéité de la morphologie du métal [9]. Le processus de corrosion des métaux a de nombreuses formes, qui sont principalement classées selon les formes qui apparaissent sur la surface corrodée. [10]

- **Corrosion généralisé ou uniforme**

Lorsque toute la surface du métal en contact avec la solution s'érode de la même manière, on parle de corrosion uniforme. Dans un environnement acide ou alcalin, la surface métallique en contact avec le corrosif est uniformément dissoute, formant une bonne corrosion uniforme. Voir **figure (I.5)** [11]



Figure (I. 5) : Corrosion généralisé (rouille) d'une pièce en acier

- **Corrosion localisée**

La corrosion localisée est généralement causée par une corrosion uniforme causée par le couplage de courant entre des régions hétérogènes. Une petite anode et une grande cathode sont suffisantes pour produire une perméabilité locale élevée. Ces hétérogénéités locales peuvent préexister dans les métaux ou les milieux corrosifs. C'est différent de la corrosion uniforme. [12]

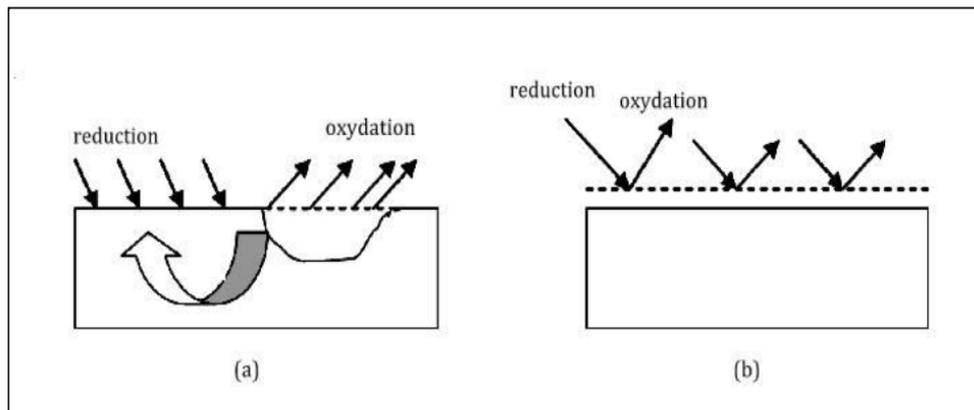


Figure (L.6) : Formes de corrosion (a) corrosion localisée et (b) corrosion uniforme

- **Corrosion galvanique**

Par conséquent, lorsque deux métaux entrent en contact dans un environnement humide, une corrosion galvanique se produit. La moins chère est corrosive, elle s'appelle l'anode et la seconde cathode est partiellement protégée de la corrosion. Ce phénomène est également appelé l'effet des batteries métalliques. La condition nécessaire à la corrosion galvanique est la présence d'électrolytes, même s'il ne s'agit pas d'un contact direct entre deux métaux, il peut aussi être composé d'eau faiblement acide ou même faiblement minéralisée. [7]



Figure (I.7) : Corrosion galvanique au niveau d'une zone de brasage entre la brasure Cu-P et le tube en cuivre

- **Corrosion par piqûre**

Il s'agit d'attaques très ponctuelles, généralement liées à la création de petites anodes à côté de grandes cathodes [11], car le métal se dissout rapidement à des endroits discrets de la surface, alors que le reste de la surface n'est pas attaqué. [13]



Figure (I.8) : Corrosion par piqûres sur la paroi d'une cuve en acier inoxydable austénitique Cr18-Ni10

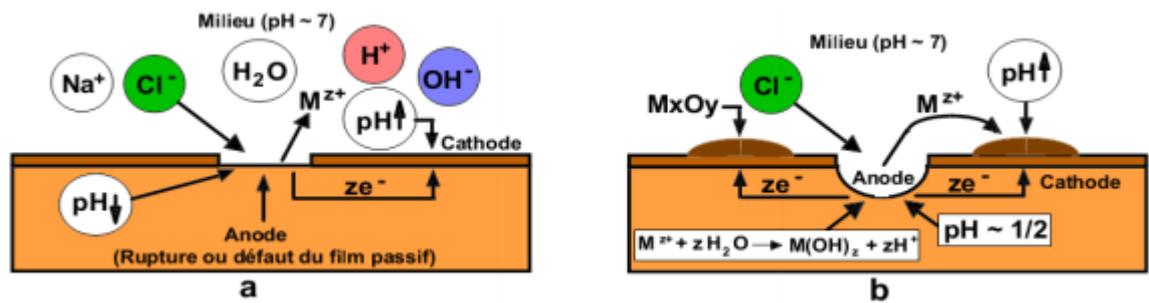


Figure (I.9) : Amorçage (a) et propagation (b) d'une piqûre

- **Corrosion inter granulaire (inter cristalline)**

Ceci est dû à l'attaque sélective de la limite du grain de cristal d'acier causée par la différence physique et chimique entre le centre et le bord du grain. [14]



Figure (I.10) : Corrosion inter granulaire d'un inox par hydro chlorure.

- **Corrosion sous contrainte et fatigue-corrosion**

Il s'agit de la fissuration du métal causée par la synergie des contraintes mécaniques et de la réaction électrochimique. La corrosion sous fatigue est due à l'application répétée de contraintes. [15]



Figure (I.11) : Corrosion sous contrainte.

- **Corrosion – érosion**

Elle est liée à l'effet combiné de la corrosion électrochimique et de l'usure mécanique provoquée par le débit du fluide. [15].



Figure (I.12) : Corrosion-érosion dans une zone turbulente

- **Corrosion sélective**

Ce qui est très dangereux car non détectable. Il consiste en une dissolution sélective des éléments d'alliage, et les autres éléments ne sont pas attaqués. Le métal devient poreux et perd de sa résistance. [16]



Figure (I.13) : Corrosion sélective

- **Corrosion caverneuse**

Cette forme d'érosion est généralement liée à la présence de petites quantités de solution stagnante dans les vides, sous les sédiments et les joints, ou dans les cavernes ou les crevasses (par exemple, sous les écrous et les têtes de rivets). Le sable, la poussière, le tartre et les produits de corrosion sont tous solides et peuvent former des zones où il est difficile de remplacer les liquides. Il en est de même pour les joints en matériaux souples, poreux ou

fibreux (bois, plastique, caoutchouc, ciment, amiante, tissu, etc.). Cette forme de corrosion est due à la différence de disponibilité en oxygène entre les deux parties de la structure, formant ainsi des piliers. [17]

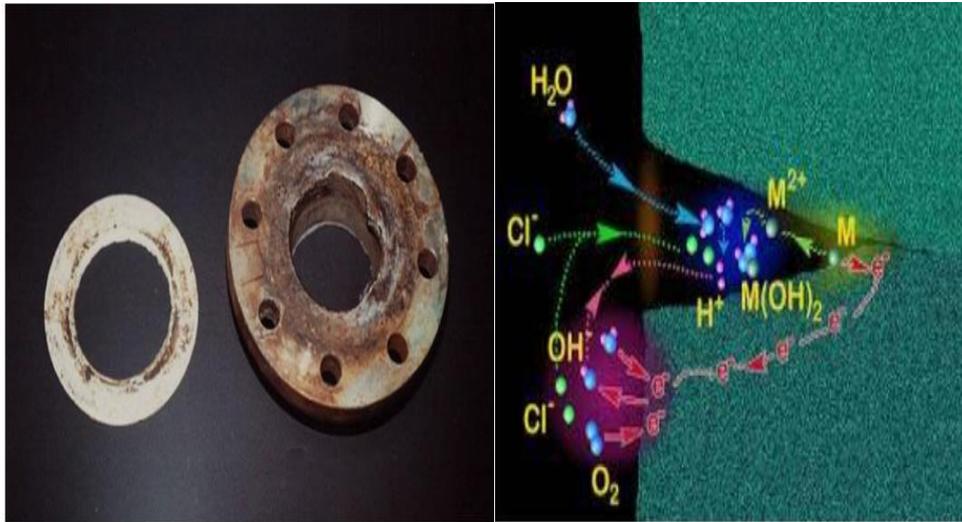


Figure (I. 14) : Corrosion caverneuse

- **Corrosion filiforme**

Elle est généralement liée à la présence d'une couche protectrice (peinture, vernis, etc.), semi-perméable à l'oxygène et à l'eau. Cette érosion se manifeste par des filaments qui sont émis par les défauts de revêtement dans toutes les directions, quand entre 20 °C et 30 °C l'oxygène et l'eau sont les réactifs nécessaires pour produire une corrosion linéaire. [18] La présence d'ions corrosifs tels que Cl^- , SO_4^{2-} et CO_3^{2-} est propice à l'acidification locale pour initier cette corrosion. Selon la mesure du potentiel et du pH , le fil de corrosion linéaire est composé d'une tête contenant une solution aqueuse acide et d'une queue alcaline contenant des produits de corrosion. Les conditions alcalines sont propices au pelage du revêtement. [19]



Figure (I.15) : Corrosion filiforme

- **La corrosion par frottement**

La corrosion et le faible glissement alternatif des deux surfaces ensemble provoquent une détérioration à l'interface entre les surfaces en contact. [11]



Figure (I.16) : la corrosion par frottement

I.1.3.4. Facteurs de la corrosion

La résistance à la corrosion du matériau n'est pas une caractéristique intrinsèque. Cela dépend des caractéristiques du matériau et des caractéristiques de l'environnement. Outre ces facteurs, les conditions d'utilisation et la durée de fonctionnement jouent également un rôle majeur dans le phénomène de corrosion. [20]

Tableau (I.1) : les principaux facteurs de corrosion

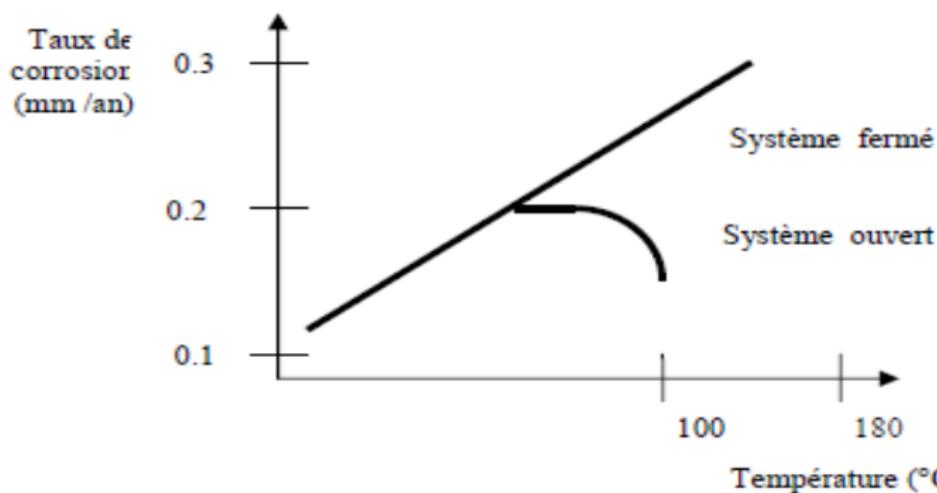
Facteurs du milieu corrosif	Facteur métallurgique	Facteur définissant les conditions d'emploi	Facteurs dépendant du temps.
<ul style="list-style-type: none"> - Concentration du réactif - Teneur en oxygène - pH du milieu - Température - Pression 	<ul style="list-style-type: none"> - composition de l'alliage - Procédés d'élaboration - Impuretés - Traitement thermique - traitement mécanique 	<ul style="list-style-type: none"> - Etat de surface - Forme des pièces - Emploi d'inhibiteur - Procédés d'assy ;emblage 	<ul style="list-style-type: none"> - Vieillessement - Tensions mécaniques - Modification des revêtements protecteurs.

La vitesse de corrosion des métaux dans un environnement corrosif dépend des caractéristiques de ces deux paramètres. [11]

La température et le pH ont un effet direct sur la vitesse de corrosion, mais ont un effet indirect sur la phase aqueuse (eau de condensation, eau de production). Les conditions d'écoulement, le film formé sur la surface métallique et la pression sont directement affectés par la pression partielle de CO₂. [21]

✓ Effet de la température

Généralement, une augmentation de température accélérera le phénomène de corrosion, car elle réduira la plage de stabilité du métal et accélérera la cinétique de réaction et de transport. Cependant, le degré de son influence varie en fonction de l'environnement corrosif dans lequel se trouve le matériau. [22]

**Figure (I.17) : Influence de la température sur le taux de corrosion**

✓ Effet du pH

Le pH de la solution est un facteur qui peut affecter la stabilité du film de passivation, l'augmentation de l'acidité et donc la quantité de protons a tendance à rendre le film de passivation instable. Un milieu très acide ralentira la déprotonation provoquée par la formation du film passif, et même provoquera la dissolution du film formé. [11]

✓ Régime hydrodynamique

Le transport des réactifs vers l'interface et les produits de la réaction électrolytique est susceptible de modifier la cinétique de la réaction électrochimique en modifiant la concentration de la substance et donc le potentiel d'équilibre. Les conditions hydrodynamiques contrôlent le transport de la substance en établissant une couche limite (appelée couche de Nernst) à travers laquelle la substance diffuse, fixant ainsi la vitesse de réaction, ce qui illustre l'importance d'agiter l'électrolyte pendant le test de corrosion. [23]

✓ La salinité

Les chlorures sont des ions agressifs, souvent à l'origine de corrosions localisées, leur présence en solution s'accompagne d'effets complémentaires, d'une part, leur concentration locale induit une acidification du milieu et d'autre part, la salinité a une influence sur la conductivité du milieu aqueux.[24]

I.1.3.5. Différents types de la corrosion

La corrosion d'un métal ou d'un alliage pouvant être de différentes formes:

Uniforme, localisée, etc..., peut se développer selon différents processus, qui caractérisent chacun un type de corrosion. On peut classer trois types de corrosion: chimique, électrochimique ou biochimique ou bactérienne.[25]

✚ Corrosion chimique

C'est le cas de l'interaction chimique directe entre les métaux et le milieu environnant, par exemple, on peut citer l'O₂ dans l'air pour oxyder le fer à haute température. Habituellement, il est principalement corrodé par le gaz et le liquide (pas l'électrolyte). [25]

✚ Corrosion électrochimique

Corrosion électrochimique : Ce type de corrosion fait intervenir des milieux corrosifs conducteurs (milieux aqueux, sel fondu). Dans ce cas, les principaux agents corrosifs sont les protons solvatés, l'oxygène dissous, les cations métalliques, les anions et les gaz dissous. Ce type d'environnement corrosif transporte l'oxydant vers la surface métallique et transporte les produits de corrosion vers le liquide corrosif. [26]

✚ **La corrosion biologique** : C'est l'attaque des bactéries sur le métal. Cela peut conduire à la formation de composés endommageant les métaux tels que le dioxyde de

carbone, le dioxyde de soufre ou les acides organiques. La corrosion biologique se produit en particulier dans les tuyaux enterrés et les coques de navires.[27]



Figure (I.18) : Corrosion causé par bactérie.

I.1.3.6. Lutte contre la corrosion

La lutte contre la corrosion représente toutes les mesures qu'on peut prendre pour Protéger les matériaux métalliques contre l'action destructive du milieu. La mesure de protection la plus directe est de choisir un métal ou un alliage capable de résister à des environnements corrosifs. De plus, dès la conception de l'installation, des mesures anticorrosion doivent être envisagées pour éviter de nombreux problèmes et assurer une certaine durée de vie. La solution adoptée doit être compatible avec les exigences de protection de l'environnement et les exigences de recyclage ou d'élimination de divers composants après utilisation. Il existe plusieurs techniques de protection, qui peuvent être classées comme suit : (Nous n'énumérons ici que les principaux procédés applicables à l'anticorrosion) [28]

- ✓ Protection cathodique.
- ✓ Protection anodique.
- ✓ Protection par revêtements.
- ✓ Protection par inhibiteurs

I.2. Les inhibiteurs de corrosion

I. 2.1. Définition

Les inhibiteurs de corrosion sont généralement des molécules minérales ou organiques, ajoutées en petite quantité à la solution, peuvent réduire considérablement la corrosivité de l'environnement en interférant directement avec la réaction de corrosion. [29]

Autre définition La définition d'un inhibiteur de corrosion n'est pas unique, néanmoins celle retenue par la National Association of Corrosion Engineers (NACE) est la suivante : un inhibiteur est « une substance qui retarde la corrosion lorsqu'elle est ajoutée à un environnement en faible concentration ». [29]

I.2.2. Propriétés des inhibiteurs de corrosion

L'inhibiteur de corrosion doit réduire la vitesse de corrosion du métal tout en conservant les propriétés physiques et chimiques du métal. Il doit non seulement rester stable en présence d'autres composants du milieu, mais également ne pas affecter la stabilité des substances contenues dans le milieu. Si l'inhibiteur est stable à la température d'utilisation et efficace à de faibles concentrations, l'inhibiteur peut être confirmé avec certitude. [30]

I.2.3. Conditions d'utilisation des inhibiteurs

Les inhibiteurs (ou mélanges d'inhibiteurs) peuvent être utilisés comme seul moyen de protéger les métaux de la corrosion.

- Soit comme protecteur permanent.
- Soit comme temporaire, exemples : stockage, décapage, nettoyage, etc.

Un inhibiteur (ou un mélange d'inhibiteurs) peut être combiné à un autre moyen de Protection, exemple : addition à un revêtement de surface tel que la peinture.[30]

I.2.4. Nature de l'inhibiteur

I.2.4.1. Les inhibiteurs organiques

En termes d'inhibiteurs de corrosion, les molécules organiques devraient connaître un développement plus important que dans certains domaines : principalement pour des raisons d'écotoxicité, l'utilisation actuelle de molécules organiques est meilleure que les inhibiteurs organiques. Les inhibiteurs organiques sont généralement fabriqués à partir de sous-produits de l'industrie pétrolière. Ils ont au moins un atome comme centre actif de connexion aux métaux, tels que l'azote (amine, sel d'ammonium quaternaire, amide, imidazoline, triazole, etc.), l'oxygène (alcynol, carboxylate, oxadiazole, etc.), le soufre (Thiourée dérivés, mercaptans, sulfoxydes, thiazoles ...) ou phosphore (phosphonates). L'une des limites de l'utilisation de ces produits peut être l'augmentation de la température, car les molécules organiques sont généralement instables à des températures élevées. [31]

I.2.4.2 Les inhibiteurs minéraux

Les molécules minérales sont le plus souvent utilisées dans les milieux quasi neutres, même dans les milieux alcalins, mais rarement dans les milieux acides. Les produits se

dissocient dans la solution, et ce sont généralement leurs produits de dissociation qui assurent la suppression du phénomène (anions ou cations). Les cations inhibiteurs sont principalement Ca^{2+} et Zn^{2+} , ainsi que des cations qui forment des sels insolubles avec certains anions (comme l'hydroxyl OH^-). Le principal anion inhibiteur est l'anion oxygéné de type XO_4^{n-} , tel que le chromate, le molybdate, le phosphate, le silicate, etc. Les produits les plus efficaces étant nocifs pour l'environnement, le nombre de molécules utilisées aujourd'hui diminue. Dans ce cas, en coopération avec la nouvelle société des Couleurs Zinciques (SNCZ), une méthode de préparation de nouveaux complexes organiques de chrome trivalent organique de chrome a été développée. et d'autres cations (Zn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Sr^{2+} , Al^{3+} , Zr^{4+} , Fe^{2+} ...) efficaces contre la corrosion et non toxiques. [32]

I.2.5 Les classes d'inhibiteurs

On peut classer les inhibiteurs de différentes façons **Schéma(I.1)**.

- Selon domaine d'application,
- Selon réaction partielle,
- Selon mécanisme réactionnel. [33]

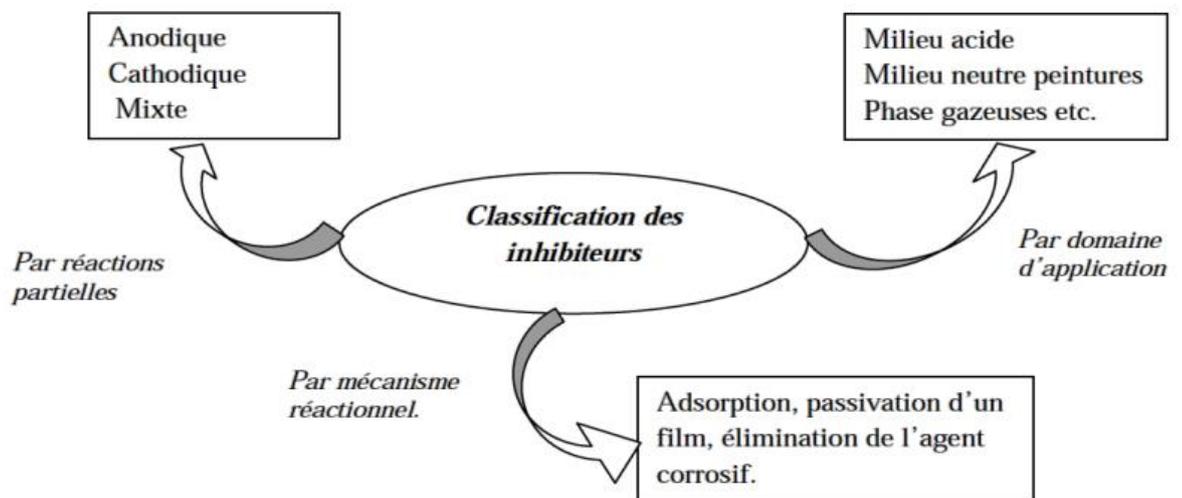


Schéma (I.1) : Classement des inhibiteurs de corrosion

- Soit à partir de la formation des produits (inhibiteurs organiques ou minéraux)
- Soit à partir de leur mécanisme d'action électrochimique (inhibiteurs cathodiques, anodiques ou mixtes).

- Soit à partir de leurs mécanismes d'interface et principes d'action (adsorption à la surface du métal et/ou formation d'un film protecteur). [34]

I.2.5.1. Selon leur influence sur les réactions partielles

On peut classer trois types d'inhibiteurs d'après leur influence sur la vitesse des réactions électrochimiques partielles :

✓ Les inhibiteurs anodiques

Les inhibiteurs anodiques sont très nombreux. Ce sont des substances inorganiques comme les orthophosphates, silicates, chromates,.. Leur mode d'action consiste à élever la valeur du potentiel de corrosion du matériau afin de l'amener à une valeur pour laquelle il y a formation d'un film passif protecteur sur l'anode [35].

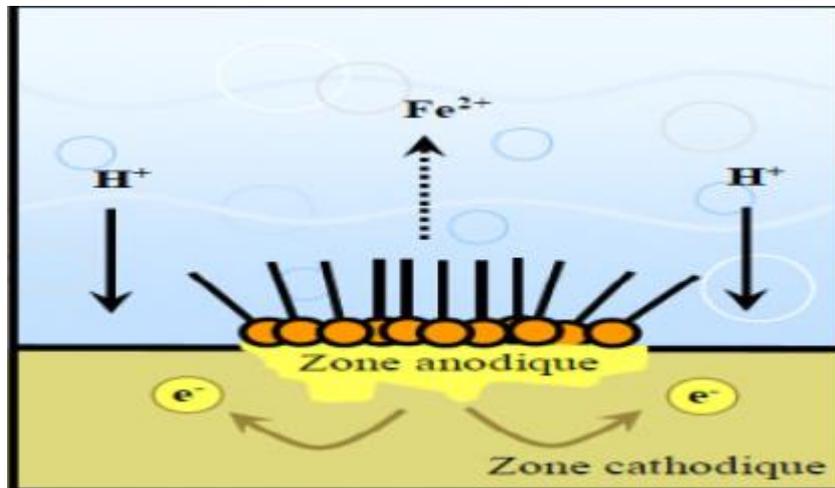


Figure (I. 19) : Blocage des sites anodiques.

✓ Les inhibiteurs cathodiques

L'action de ces inhibiteurs se traduit par une diminution de la vitesse de la réaction cathodique et donc par un déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs moins nobles.[36]

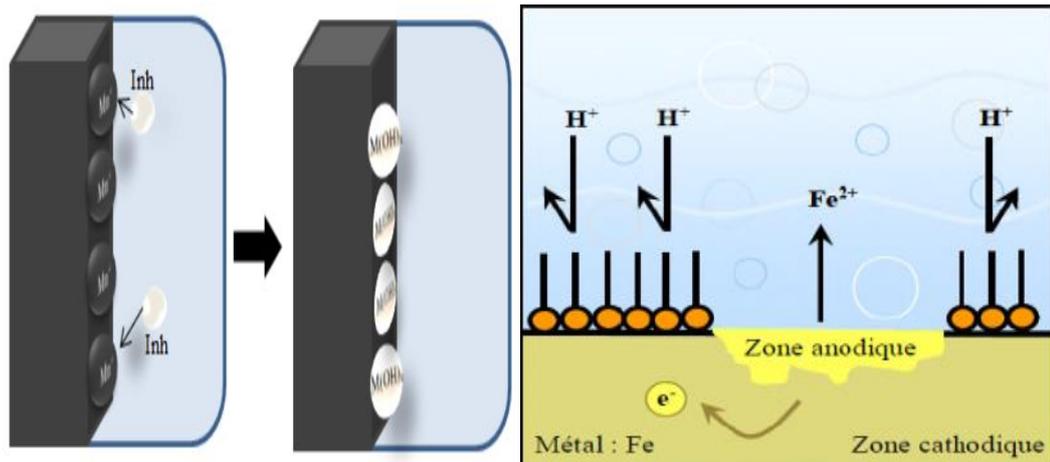


Figure (I.20) : L'illustration a montré le mécanisme d'actionnement des inhibiteurs cathodiques.

✓ Les inhibiteurs mixtes

Les inhibiteurs mixtes diminuent la vitesse des deux réactions partielles en modifiant peu le potentiel de corrosion. [36]

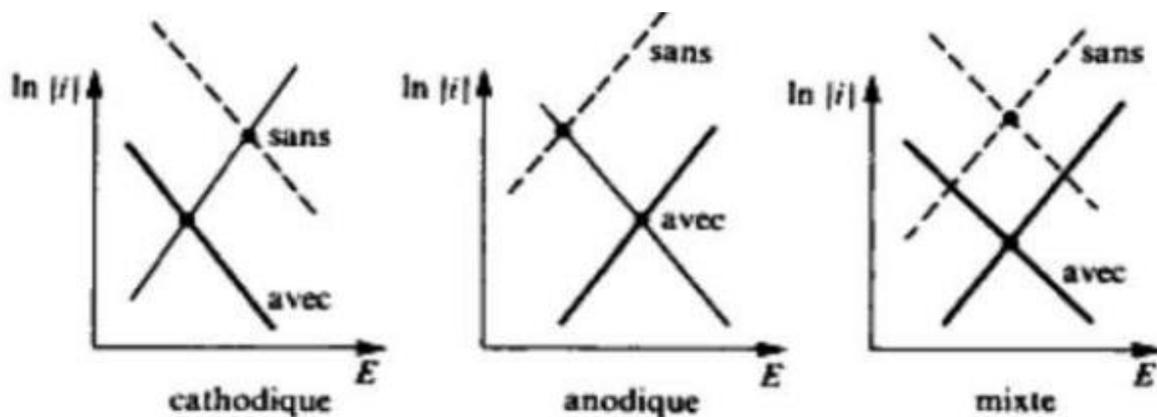


Figure (I.21) : Diagrammes d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion

I.2.5.2. Classement selon le domaine d'application

On distingue :

Inhibiteurs dans les milieux acides. Ils sont utilisés pour empêcher la corrosion électrochimique de l'acier lors du décapage

-L'inhibiteur dans un environnement neutre est d'abord utilisé pour protéger le circuit de refroidissement. -Inhibiteurs dans les milieux organiques (inhibiteurs dans l'huile de graissage moteur et l'essence).

-Inhibiteurs de phase gazeuse, généralement utilisés pour protéger temporairement divers articles emballés (par exemple: les amines) pendant le transport.. [16]

I.2.5.3. Classification selon mécanisme réactionnel

➤ Par adsorption

La corrosion sur la surface métallique ralentira la vitesse. Le degré d'inhibition dépend de l'équilibre entre les espèces dissoutes et adsorbées, exprimé en isothermes d'adsorption. Ces mécanismes sont particulièrement importants dans les environnements acides. [11]

➤ Par passivation

Les inhibiteurs par passivation sont généralement des inhibiteurs minéraux. Ils peuvent passiver le métal spontanément en améliorant la couche d'oxyde qui se forme naturellement à la surface du métal. Ils sont réduits dans les pores de la couche d'oxyde / hydroxyde plus ou moins protectrice qui se forme naturellement sur la surface métallique. L'ion chromate est un excellent inhibiteur de passivation, mais sa cancérogénicité et sa forte toxicité réduisent considérablement son utilisation. Dans certains cas, des tampons qui augmentent le pH près de la surface métallique peuvent également favoriser la passivation. [37]

➤ Par précipitation

Ce sont des inhibiteurs qui provoquent la formation d'un film de surface par précipitation de sels inorganiques ou de complexes organiques peu solubles. Ces membranes réduisent l'accès de la surface à l'oxygène, et en plus, elles empêchent partiellement l'anode de se dissoudre. Le poly phosphate (NaPO_3) n et le phosphate organique font partie de cette inhibition. [11]

I.2.5.4. Inhibition de la corrosion par des substances naturelles

De nombreux inhibiteurs utilisés aujourd'hui sont synthétisés à partir de matières premières bon marché ou sont produits à partir de composés organiques qui ont des hétéroatomes (tels que l'azote, le soufre, le phosphore ou l'oxygène) dans leur système aromatique ou leur chaîne carbonée. Cependant, bien que ces substances anticorrosion aient de bons effets inhibiteurs, la plupart d'entre elles sont toxiques ou cancérigènes et nocives pour l'environnement. En conséquence, ces lacunes ont focalisé la recherche sur les substances naturelles, qui peuvent également conférer des propriétés d'inhibition aux métaux et alliages. L'intérêt de ce domaine de recherche réside principalement dans le fait que les produits naturels sont biodégradables, écologiques, peu coûteux et disponibles en abondance.

Ces produits sont utilisés sous forme d'extraits ou d'huiles essentielles solubles en milieu corrosif. [10]

I.2.6. Mode d'action des inhibiteurs de corrosion

Le mécanisme de l'inhibiteur de corrosion dépend du système de corrosion (métal + milieu) dans lequel il se trouve. Quel que soit le mécanisme exact par lequel chaque inhibiteur agit dans les conditions dans lesquelles il se trouve, il existe de nombreuses considérations de base pour tous les inhibiteurs.

1. L'interposition d'une barrière entre le métal et le milieu corrosif.
2. Le renforcement d'une barrière préexistante.
3. La formation d'une barrière par l'interaction entre l'inhibiteur et une ou plusieurs espèces du milieu [29]

Références

- [1] A.FIALA, Synthèses et caractérisations de nouvelles molécules contenant du soufre et de l'azote, études de leur effet inhibiteur sur la corrosion des métaux de transition application à la protection du cuivre en milieux acides, Thèse doctorat d'état en Chimie, Faculté des Sciences, Département de Chimie , Université Frères Mentouri Constantine, (2007).
- [2] R.-W.-R. H Huligh, Corrosion and corrosion control, 3 éd., Newyork: John wily & sons Ltd, 1985.
- [3] M. K. Amine, etude théorique et expérimentales de l'effet d'inhibition de la corrosion d'un acier au carbon par les diériverée de base de schiff en milieu acide chlorodique, Algérie: Mémoire maister, université de telemcen, 2013.
- [4] BEN SEBTI. I, BEN KADDOUR. R, étude theorique par DFT D'une serie diinhibiteurs de la corrosion, biskra, 2019-2020.
- [5] D. khadija, etude de l'influence des paramètres opératoire sur l'efficacité inhibitrice de l'extrait Brust de trigonella foenum gaecum L vis-a-vis de la corrosion de l'acier au carbone en milieu d'acide chlorohydrique 1N HCl, Algérie: Université Djelfa, 13 Octobre 2014.
- [6] D. Elmouldi, Extraction et caractérisatin biologiques et électrochimique d'une plante de la flore algériene, Tébessa, 2016.
- [7] S. Saadoune, Setif, Algérie: Thèse de magistère, 2010.
- [8] O. Abderazek, Contribution a l'etude d'impact de la corrosion marine sur les installation, etude du cas et proposition des solutions, Algerie: Université Alger, 2017.
- [9] B. Lefferre, Corrosion des aciers revetues de zinc dans les zone confinees des carrossiers automobiles., France: Université de peierre et marie curie, Paris VI, 2014.
- [10] D. L. F. Boumedjent, etude de l'inhibiteur de la corrosion de zinc dans l'acide Chlorohydrique par l'extrait de la plante d'ortie en genie chimique, Algerie: université Bejaia, 2017.
- [11] D. Landolt, Traité des matérieux, Paris, France: Polytech,iques et université romandes, 1993.

- [12] C. Smith, The corrosion story, Lead and Aluminium, Anti-corrosion, 3 éd., vol. 24, Newyork: Wily, 1977.
- [13] ISBN, Corrosion et inhibition, Paris: Masson, 1981.
- [14] C. L. e. H. S. G. mankoviski, corrosion localisée,, France: Science physique, 1994.
- [15] N. Djamel, Optémisation des methodes de réparation des gazodnes, Algerie: Université Ouran, 2019-2020.
- [16] L. Oussama, Contribution à l'étude de l'inhibition de corrosion d'un acier au carbone par des composés organiques en milieu acide agressif, Algerie: Université Telemcen, 2017.
- [17] B. I. B. Naoui, Effet inhibiteur des extraits de coloquinte sur la corrosion d'aciers c38 en milieu acide chlorhydrique (HCL)0,5M, djelfa, 2014.
- [18] O. Amel, effets de inhibiteurs verts sur la corrosion des aciers ordinaires dans deux milieux acides, Algerie: university Annaba, 2019.
- [19] W. Osman, Inhibition de la corrosion des alliages de cuivre par des substances organiques naturelles, djelfa, 2014.
- [20] H. M. C. S. S. Audidio, Métaux et alliages, corrosion et génie industeriel, France: INSA, Lyon, 1984.
- [21] NACE, Materiel protection, lossary of corrosion, France: Ed, 1965.
- [22] H. Z. Saouli, Etude d'effet inhibitrice de corrosion d'une serie de liand dérive du salisylé Aldéhyde, Algerie: Université Kasdi Marbah, Ouargla, 2017.
- [23] M. A. G. S. Yotnsi, Etude de corrosion bactérienne, evaluation de la contamination bactérienne du champs petrolier d'edjeleh, par les bactérie sulfatoréductrices, SONATRACH, Centre de reccherche et developpement: Labo de traitement des hydrocarbures Département corrosion, 1999.
- [24] V.-f. Isabelle, Sensibilité de la technique d'emission acoustique ala corrosion des armatures dans le béton, Algerie: Thèse Doctorat, université de Toulouse III Paul Sabatier, 2009.

- [25] B. soumia, etude de l'ffet inhibiteur de dérive de dihydropyrimidinon vis-a-vis la corrosion l'acier Xc18 en milieu d'acide chlorhydrique 0.5N.
- [26] B. Grosgeat, P.Colon, Cours sur la corrosion, p. (5) (2010)
- [27] L. Siham, contribution A l'etude de la resistance a la corrosion des aciers inoxydables Fe-Cr en milieu chlorure, Alger, 2004.
- [28] J.Barralis et G. Maeder, Précis de Métallurgie : Elaboration, Structures-Propriétés et Normalisation, 5e édition, Nathan 1990
- [29] A. Karima, Etude de pouvoire faiblement et de l'effecacité inhibitrice de l'oscotec-Fu et de la tetrathiafulvalene sur la corrosion de Cu en milieu salinaqueux, Algerie: Annaba, 2017.
- [30] A. Ghaffari, Etude de l'efficacité inhibitrice de tetra (2-hydroxy-3(méthcryloyloxy) propyl benzéne-1,2,4,5-tetracarboxy late (HMBC) vis-à-vis de la corrosion du cuivre en milieu d'acide chlorhydrique Hcl 0,5 N, Djelfa, 2015.
- [31] C.Fiaud, "Inhibiteur de Corrosion, Techniques de l'ingénieur" , Traité de corrosion, Vieillessement, Vol. Cor. 1005, 1-14,2006
- [32] M. A. C. Hadjira, Etude du pouvoir inhibiteur du Tryptophane et de la Proline sur la corrosion d'un acier doux. - Effets de température et de synergie, Université Djilali Bounaâma de Khemis Miliana , 2017.
- [33] J.M.Godinez, Alvarez, J.L.Mora, Mendoza, E.Rodriguez, Institut Mexicain du Pétrole, NACE International, Corrosion 2004, paper n° 04412, Houston, TX ,2004
- [34] P. Bommersbash, INSA Lyon, Décembre 2005, pp 15 – 24
- [35] D. Landolt, Corrosion et Chimie de Surface des Métaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1993.
- [36] C. Fiaud, Inhibiteurs de corrosion, techniques-ingenieur, 1990.
- [37] M. Hayat, Amélioration de la résistance à la corrosion électrochimique des aciers par utilisation des inhibiteurs, Biskra, 2017
- [38] A.Popova, E.Sokolova, S.Raicheva, and M.Christov, Corrosion Science 45, (2003).
- [39] B. Mezhoud, Des inhibiteurz contre la corrosion des aciers, Algerie: Thèse de magistère, université algerienne, 2011.

CHAPITRE II

MATÉRIELS ET MÉTHODES

II.1. Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter une méthode expérimentale, une description des matériaux, de l'électrolyte et du montage effectué et également donnée et expliquer le choix des techniques expérimentales et l'analyse utilisées dans cette étude afin d'assurer une bonne reproductibilité des résultats.

II.2. Matériels et méthodes

II.2.1. Méthodes d'évaluation de la corrosion

Les méthodes les plus courantes sont : la gravimétrie qui est une méthode très ancienne de mesure directe, les méthodes électrochimiques stationnaires (courbe de polarisation) est les méthodes électrochimiques transitoires: les mesures d'impédances électrochimique.[1]

Nous décrivons ci-dessous les méthodes et techniques expérimentales utiliser lors de cette étude.

II.2.1.1. Méthode gravimétrique

Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple, de ne pas nécessiter un appareillage important, mais ne permet pas l'approche des mécanismes mis en jeu lors de la corrosion. Son principe repose sur la mesure de la perte de poids Δm subie par un échantillon de surface S , pendant le temps t d'immersion dans une solution corrosive, Les essais de perte de masse sont réalisés à une gamme de température allant de 20 à 50 °C. [2]

La différence entre la masse de l'échantillon avant et après l'essai est donnée par l'équation suivante :

$$\Delta m = ma - mb \dots\dots\dots(1)$$

- ✓ La vitesse de corrosion est calculée après deux (02) heures d'immersion des échantillons, par l'équation suivante :

$$V_{corr} = \Delta m / t * S \dots\dots\dots(2)$$

- ✓ Le taux d'inhibition (taux de recouvrement de la surface de l'acier par l'inhibiteur) :

$$\theta = \frac{V_{corr}^0 - V_{corr}^{inh}}{V_{corr}^0} \dots\dots\dots(3)$$

- ✓ L'efficacité inhibitrice :

$$EI = \left(\frac{V_{corr}^0 - V_{corr}^{inh}}{V_{corr}^0} \right) 100 \dots\dots\dots(4)$$

$$EI = \theta \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

m1: masse de l'échantillon avant l'essai en (mg).

m2: masse de l'échantillon après l'essai en (mg).

Δm : La perte en masse en mg.

S: La surface des échantillons en (cm²).

t : Le temps d'immersion des échantillons dans la solution en(heurs).

V_{corr} : La vitesse de corrosion (mg/cm².h).

V_{corr}^{inh} : La vitesse de corrosion en présence de l'inhibiteur.

V_{corr}° : La vitesse de corrosion en absence de l'inhibiteur.

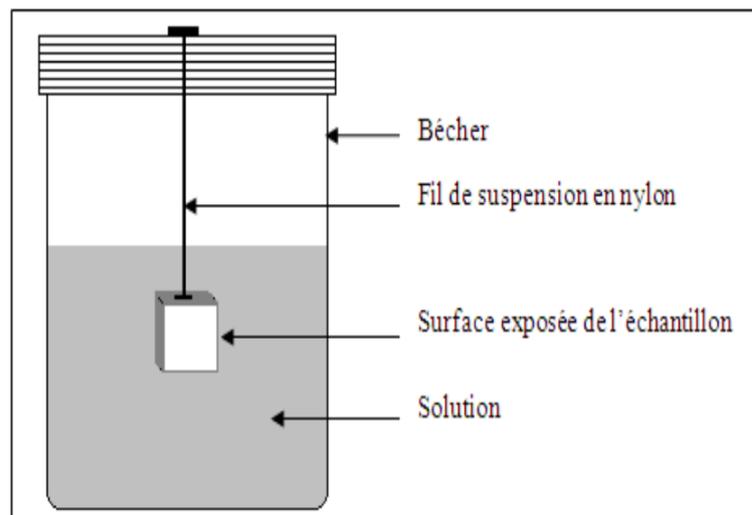


Figure (II. 1) : Dispositif expérimental de la technique de la perte de masse

II.2.1.2. Méthodes électrochimiques

La méthode électrochimique utilisée permet d'étudier le phénomène de la corrosion et peut être divisée en deux catégories :

- ✓ Méthode stationnaire
- ✓ Méthode non-stationnaires (transitoire)

II.2.1.2.1. Méthode stationnaire

Les techniques stationnaires permettent d'étudier un système se trouvant dans un état quasiment d'équilibre thermodynamique ; elles prennent en compte tous les couples rédox dans la solution [3]

II.2.1.2.1.1. Le suivi du potentiel en circuit ouvert

Egalement désigné par potentiel d'abandon ou potentiel libre, il s'agit de la grandeur électrochimique la plus immédiatement mesurable. Cette technique simple offre Informations préliminaires sur la nature du processus en cours sur l'interface Métal/électrolyte : corrosion, passivation,... [3].

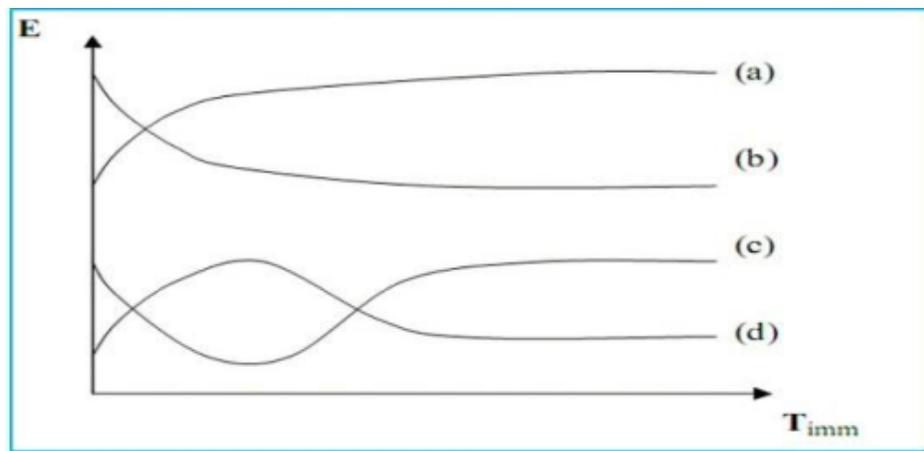


Figure (II.02) : Evaluation des courbes de potentiel en fonction de temps d'immersion.

(a) : Le potentiel devient plus cathodique, il y a formation d'un film protecteur, dit film de passivation.

(b) : Destruction de l'oxyde métallique, le potentiel devient de moins en moins noble.

(c) : Passivation apparaissant après un début d'attaque.

(d) : Disparition d'un film protecteur préexistant à l'immersion.

II.2.1.2.1.2. Les courbes de polarisation

Les valeurs du potentiel de corrosion (E_{corr}), la densité de courant de corrosion (I_{corr}) anodique et cathodique des pentes de Tafel (ba et bc) peuvent être évaluées à partir de la région anodique et cathodique des parcelles de Tafel. Les segments linéaires de Tafel, des

courbes anodiques et cathodiques, ont été extrapolés au potentiel de corrosion pour obtenir les densités de courant de corrosion (i_{corr}) (Figure II.3).[4]

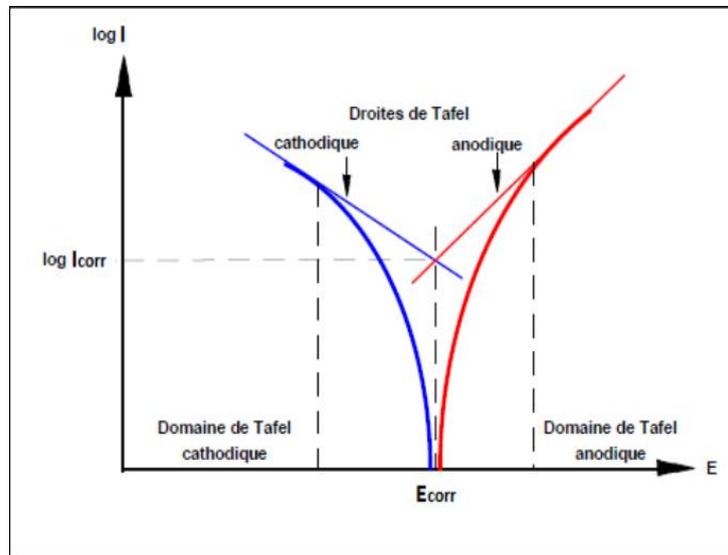


Figure (II. 3) : Représentation schématique d'une courbe courant – potentiel.

Pour la méthode de polarisation de Tafel, l'efficacité d'inhibition de la corrosion ($EI\%$) est déterminé à partir des valeurs corrélées d' I_{corr} en utilisant la relation

$$EI\% = \left(\frac{I_{corr} - I_{inh}}{I_{corr}} \right) 100 \dots\dots\dots(6)$$

Où I_{corr} et I_{inh} sont les densités de courant de corrosion en absence et en présence de l'inhibiteur

II.2.1.2.2. Méthode non -stationnaire

II.2.1.2.2.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique Transitoire, fournissant des informations sur la phase de base L'ensemble du processus électrochimique se produit à l'interface électrode/électrolyte Le principe est de superposer une modulation au potentiel d'électrode Potentiel sinusoïdal de faible amplitude et à suivre la réponse en courant pour différentes fréquences du signal perturbateur. La réponse en courant est également sinusoïdale, superposée à un courant stationnaire mais déphasée d'un angle \emptyset par rapport au potentiel. Inversement, un courant peut être imposé et le potentiel enregistré.[5] Il y'a deux modes pour la représentation des diagrammes d'impédance :

Mode01 : Une représentation plane de Nyquist.

Mode02 : Une représentation de Bode.

Dans notre travail les diagrammes d'impédance sont utilisés est Nyquist. Figure (II.02).

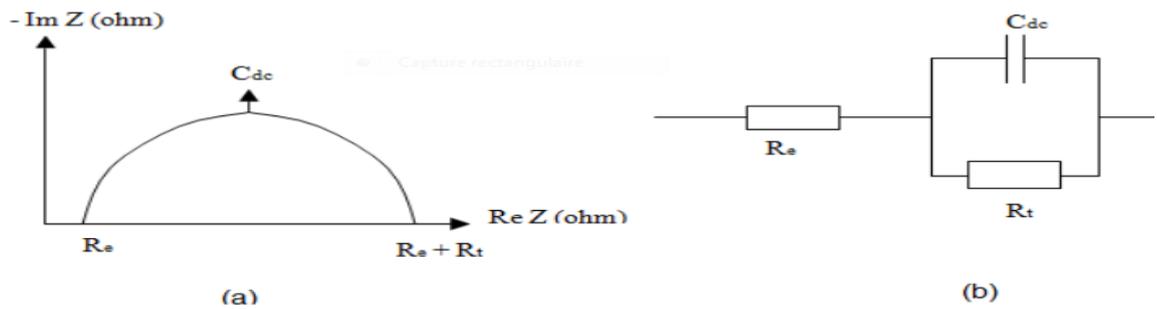


Figure (II .4) : Détermination de la résistance de transfert par spectroscopie d'impédance électrochimique :(a) diagramme classique (coordonnées de Nyquist) (b) circuit électrique équivalent.

A partir du diagramme obtenu de l'impédance électrochimique donne des plusieurs paramètres sont :

- R_s : la résistance de la solution.
- R_{tc} : la résistance de transfert de charges.
- C_{dc} : la capacité de double couche.

L'efficacité inhibitrice est calculée par la relation suivante (Eq. 01) [06 ; 07]

$$EI\% = \left(\frac{R_{tc} - R^0_{tc}}{R_{tc}} \right) 100 \dots\dots\dots(7)$$

II.3. Phénomène d'adsorption

II.3.1. Définition

On parle d'adsorption lorsqu'il y a une simple fixation des molécules sur la surface d'un solide, Le corps qui s'adsorbe à la surface est appelé adsorbât, par contre, le support est nommé substrat ou adsorbant [8].

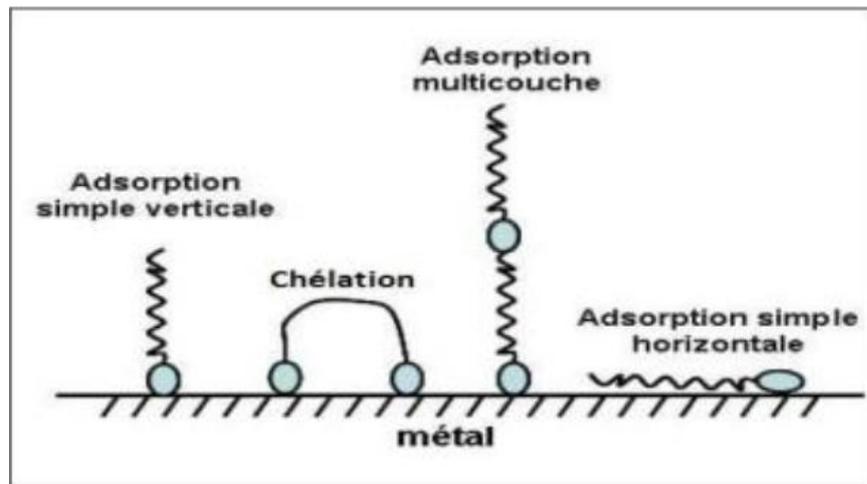


Figure (II.5) : Représentation schématique des modes d'adsorption de molécules organiques inhibitrices sur une surface métallique.

II.3.2. Les types d'adsorption

Il existe deux types d'adsorption sont :

II. 3.2.1. Adsorption physique

Ce phénomène est dû aux forces faibles, du type *Van der Waals*, entre les espèces adsorbées et la surface. Phénomène réversible, elle n'implique aucune énergie d'activation.[9]

II. 3.2.2. Adsorption chimique (chimisorption)

L'adsorption chimique, qui implique des liaisons fortes. Ce processus nécessite parfois une énergie d'activation. Généralement, une seule couche d'atomes ou de molécules est adsorbée [10]. Les critères qui permettent de différencier ces deux modes d'adsorption sont unis dans le tableau (II.01).

Tableau (II.01) : Les types d'adsorption.

	Adsorption chimique.	Adsorption physique.
Nature des interactions.	Liaisons fortes (grande affinité adsorbant/adsorbât).	Liaisons faibles (forces de Vanderwaals).
Quantité adsorbée.	Quantité adsorbée déterminées par le nombre de sites de la surface (monocouche au maximum).	Possibilité de superposition de plusieurs couches d'atomes adsorbés.
caractères de la surface.	Hétérogène : les sites ne sont pas équivalents de point de vu énergétique.	Plus ou moins homogène.
caractérisation du phénomène.	Spécifique.	Non spécifique.
Chaleur d'adsorption.	Ne dépassé pas 50Kjmol^{-1}	De 100 à 500Kjmol^{-1} Vitesse d'adsorption P
Vitesse d'adsorption.	Parfois lente à cause de la grande barrière d'activation.	Rapide sauf s'il y a diffusion dans des micropores.
Nature des interactions.	Limitée.	Très marquée.
Mobilité des espèces adsorbées.	Limitée.	Très grande.
Influence de l'élévation de La température.	Faible et parfois favorable suite à l'activation de la surface.	Diminue avec l'augmentation de la température.

II.4. Isotherme d'adsorption

II.4.1 : Les modèles d'isotherme d'adsorption

II.4.1.1. Isotherme de Langmuir

Le modèle de Langmuir suppose qu'il existe à la surface un nombre fixe de sites. Chacun de ces sites ne peut adsorber qu'une seule particule. De plus, comme on néglige les interactions entre particules adsorbées, l'énergie d'adsorption est constante [11]. La vitesse d'adsorption est proportionnelle à la concentration en inhibiteur et à la fraction de sites d'adsorption non occupée (1- θ).

$$V_{ads} = K_{ads}(1 - \theta)C_{inh} \dots\dots\dots(8)$$

$$\frac{C}{\theta} = \frac{1}{K} + C \dots\dots\dots(9)$$

L'équivalence de sites actifs d'adsorption

Où θ : est le taux de recouvrement de la surface.

K : la constante d'équilibre de processus d'adsorption.

C : la concentration de l'extrait dans la solution (mg/L).

II.4.1.2. Isotherme de Temkin

L'isotherme de Temkin tient compte du fait que la chaleur d'adsorption de l'ensemble des molécules de la couche de recouvrement diminue linéairement avec le recouvrement en raison de la diminution des interactions adsorbant-adsorbat. L'adsorption est caractérisée par une distribution uniforme des énergies de liaison en surface. L'isotherme de Temkin est exprimée sous la forme [12]

$$\theta = \frac{1}{\alpha} \log K + \frac{1}{\alpha} \log C \dots\dots\dots(10)$$

Où

α : est une constante d'interaction entre particules adsorbées

K : désigne le coefficient d'adsorption

C : est la concentration de l'inhibiteur dans l'électrolyte. (13)

II.4.1.3. Isotherme de Frumkin

L'isotherme de Frumkin est établie par une méthode statistique et permet de tenir compte des interactions entre les molécules adsorbées. La variation du taux de recouvrement en fonction de la concentration est donnée par la relation suivante :

$$\frac{\theta}{1-\theta} \exp(-\alpha\theta) = KC_{inh} \dots\dots\dots(11)$$

Où :

K : Constante d'équilibre de la réaction d'adsorption.

C_{inh} : Concentration de l'inhibiteur.

θ : Paramètre d'interaction qui lie la variation de l'énergie d'adsorption en fonction du taux de recouvrement.[13]

II.4.1.4. Isotherme de freundlich

Le modèle d'adsorption de Freundlich est utilisé dans le cas de formation possible de plus d'une couche sur la surface et les sites sont hétérogènes avec des énergies de fixation différentes.[13] L'équation de freundlich est la suivante

$$\log\theta = \log K_{ads} + a \log C \dots\dots\dots(12)$$

α : est un paramètre qui tient compte l'hétérogénéité de la surface et des interactions intermoléculaires dans la couche adsorbée.

II.4.2. Énergie libre d'adsorption

L'énergie libre d'adsorption (ΔG°_{ads}) peut être estimée, en connaissant la valeur de la constante d'équilibre déterminée à partir de l'équation de l'isotherme correspondant, par la formule :

$$\Delta G^{\circ}_{ads} = -RT \ln(55,5)$$

La valeur 55,5 est la concentration de l'eau en solution (mol. L⁻¹) [14]

Les valeurs négatives de l'énergie libre d'adsorption (ΔG_{ads}) indiquent la spontanéité du processus d'adsorption de l' **EBOFI** et l'**EBIV** sur la surface de l'acier . Généralement, les valeurs de ΔG°_{ads} , voisines de -20 kJ/mol ou inférieures, sont liées à des interactions électrostatiques entre les molécules chargées et le métal chargé (adsorption physique), alors que celles proches de -40 kJ/mol ou supérieures impliquent un transfert de charges entre les molécules organiques et la surface métallique (chimisorption) , les valeurs de ΔG°_{ads} calculées sont voisines de - 20kJ/mol, montrant la physisorption de l' **EBOFI** et l'**EBIV** sur la surface métallique.[15]

L'enthalpie standard d'adsorption (ΔH°_{ads}) peut être calculée en utilisant la relation de Van'tHoff [19] :

$$\frac{d \ln K_{ads}}{dT} = \frac{\Delta H^{\circ}_{ads}}{RT^2} \dots\dots\dots(13)$$

Par intégration, l'équation devient comme suit :

$$\ln K_{ads} = -\frac{\Delta H^{\circ}_{ads}}{RT} + A \dots\dots\dots(14)$$

A: constante d'intégration.

Le tracé de la variation de $\ln k_{ads}$ en fonction de l'inverse de la température ($1/T$) donne une droite avec une pente $\frac{\Delta H^{\circ}_{ads}}{R}$, dont on déduit la valeur de ΔH°_{ads} . L'entropie standard d'adsorption (ΔS°_{ads}) peut être calculée par l'équation de **Gibbs-Helmholtz**: [15]

$$\Delta G^{\circ}_{ads} = \Delta H^{\circ}_{ads} - T\Delta S^{\circ}_{ads} \dots\dots\dots(15)$$

$$\text{Alors } \Delta S^{\circ}_{ads} = \frac{\Delta H^{\circ}_{ads} - \Delta G^{\circ}_{ads}}{T} \dots\dots\dots(16)$$

Si les valeurs de ΔH sont positives, la nature de la réaction chimique est dite (endothermique), est (absorption de chaleur).

Si les valeurs sont négatives, la nature de la réaction chimique est dite (exothermique) (perte de chaleur durant la réaction) $\Delta S > 0$ une réaction où le désordre augmente ceci explique que l'adsorption des molécules inhibitrices sur le métal associée avec une désorption des molécules d'eau sur l'électrode.

$\Delta S < 0$ cela indique une diminution de désordre des molécules d'eau lors de la transformation des réactifs en complexe actif inhibiteur et métal. [16]

II.5. Acier utilisé

L'acier utilisé dans ce travail est un acier au carbone de type « APLI5 Grade B », l'épaisseur est de 0,98mm. Sa composition chimique est tabulée comme il est illustré dans le tableau (II.02) suivant :

Tableau (II.02) : Les compositions chimiques de l'acier «APLI5 Grade B »

Eléments	Compositions
C	0.147
Si	0.199
S	0.004
P	0.013
Mn	0.424
Ni	0.005
Cr	0.01
Mo	0.008
Ti	0.002
Cu	0.007

Nb	0.002
V	0.002
Fe	reste

II.6. Milieu d'étude

La solution corrosive utilisée dans cette étude est une solution d'acide chlorhydrique (HCl) 1M (avec ou sans inhibiteur), obtenue par dilution à partir de l'acide commercial concentré 37%.

II.7. Inhibiteurs utilisés

Dans notre travail, on a étudié l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier Grade B pour le mélange des deux extraits des deux plantes *Opuntia ficus-indica*: l'extrait butanolique et *Inula Viscosa* : l'extrait butanolique.

II.8. Montage expérimental

II.8.1. Gravimétrie

La méthode gravimétrique se base essentiellement sur les essais de perte de masse d'un échantillon placé dans un milieu donné, dans des conditions de température .

II.8.2. La cellule électrochimique

L'expérience électrochimique est équipée d'un montage classique a trois électrodes

- ✓ L'acier comme électrode de travail (**ET**).
- ✓ Une électrode de platine (**CE**) (assure la fermeture du circuit électrique).
- ✓ Une électrode de référence (**ER**) au calomel $\text{Hg}_2/\text{Cl}_2/\text{KCl}$

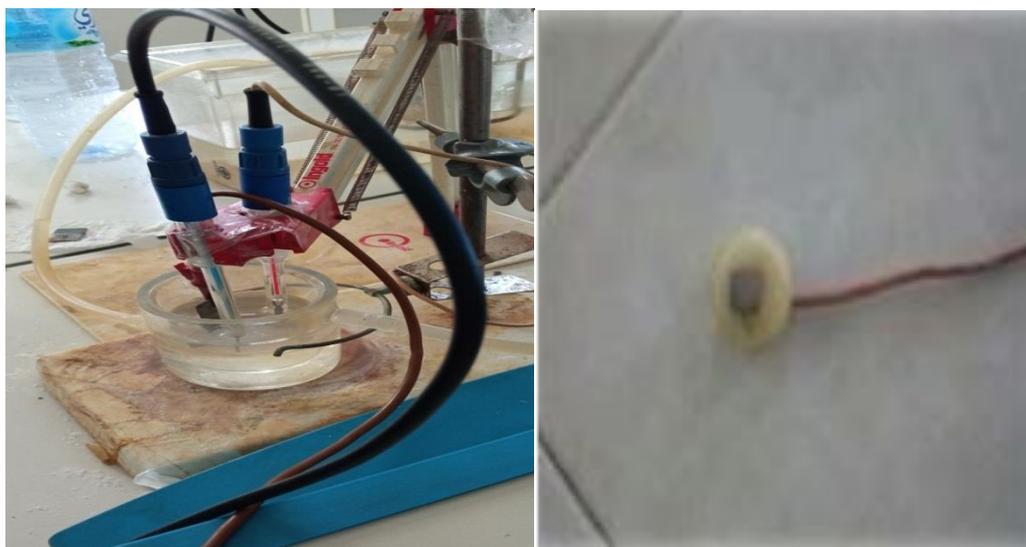


Figure (II.6) : Les électrodes dans l'électrolyte. **Figure (II.7) :** Electrode de travaille

II.8.3. Un potentiostat-galvanostat PGZ301

Les mesures électrochimiques sont réalisées à l'aide d'un montage comprenant un potentiostat-galvanostat PGZ301 de type VOLTALAB 40 et de marque Radiomètre, piloté par un logiciel d'analyse Volta Master 4.

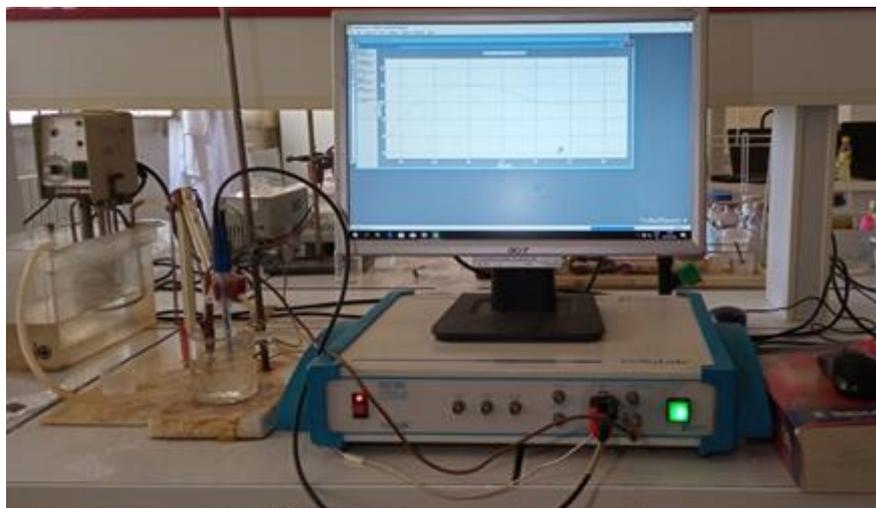


Figure (II .8) : Voltalabe PGZ301.

II.8.5. Protocoles expérimentaux

II.8.5.1. Perte de masse

Après polissage, ses surfaces doivent être nettoyées par (acétone et l'eau distillée). On pèse l'échantillon métallique ensuite on l'introduit dans un bêcher contenant différentes concentrations en deux extraits inhibiteurs dans une solution HCl (1M). La durée d'immersion est 2 heures.

Une fois la durée est achevée, l'échantillon est retiré de la solution, nettoyé avec de l'eau afin d'éliminer les produits de corrosion déposés à la surface. Après rinçage à l'eau distillée et séché à l'air avant utilisation, l'échantillon est repesé et on note sa nouvelle masse.



Figure (II.9) : Image photographique des échantillons dans le bain marie.

II.8.5.2. Cellule à trois électrodes utilisées

Dans le présent travail toutes les essais électrochimiques ont été réalisés à l' aide d' un potentiostat Radiometer PGZ301 avec un logiciel Volta Master 4, dans une cellule classique (en verre pyrex d'une contenance de 200 ml) à trois électrodes, une électrode de travail (acier API 5L Grade B), une électrode de référence au calomel saturé (ECS) couplée à un capillaire fin dont l' extrémité est placée près de l' électrode de travail afin de minimiser la contribution ohmique, et une contre-électrode inerte chimiquement (en platine). Avant chaque expérience, la cellule a été nettoyée à l'éthanol, rincée à l'eau distillée et séchée avec du papier absorbant. Le système a été connecté à un ordinateur. Avant la mesure, l'électrode de travail est plongée dans la solution d'essai au potentiel en circuit ouvert pendant 1 heure pour atteindre un état stable. Notons qu'un bain thermostaté a été utilisé pour maintenir la température de la solution à la valeur désirée (Figure II.8). Pour tracer les courbes, traiter et analyser les mesures électrochimiques, tous les résultats sont transférés du logiciel Volta Master 4 à ORIGIN 6.0 (logiciel de traitement et d'analyse de données scientifiques).

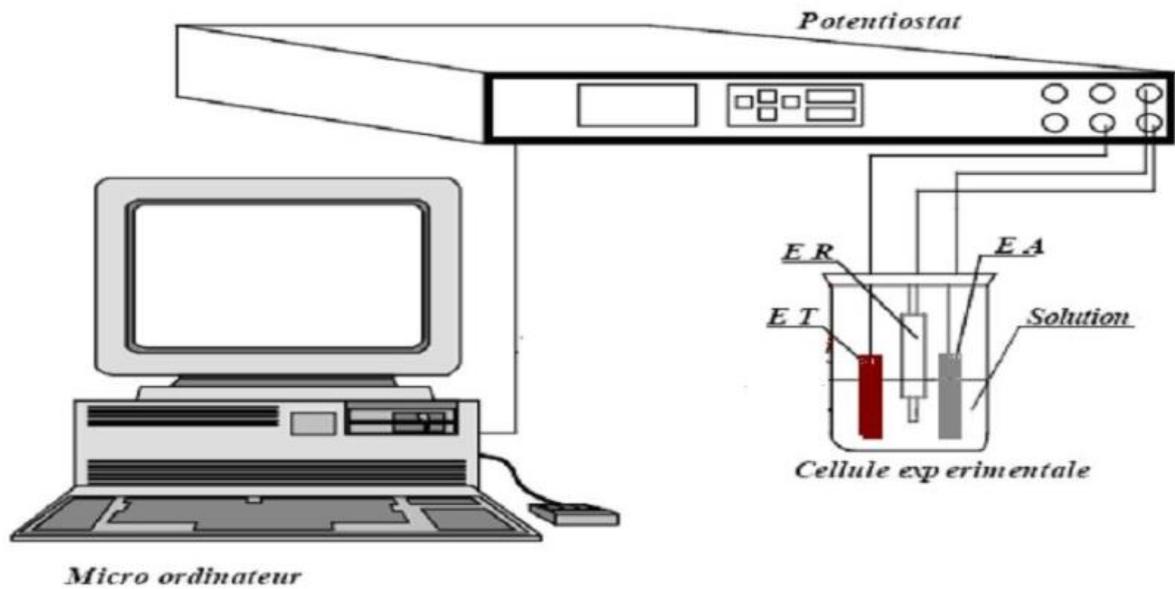


Figure (II.10). Schéma simplifié du dispositif des mesures électrochimiques.

II.8.5.3. Courbe de Polarisation intensité-potentiel

Les courbes intensité-potentiel sont obtenues en mode potentiodynamique. Le potentiel appliqué à l'échantillon varie de façon continue, avec une vitesse de balayage égale à 1mV s^{-1} , de 700 à -200 mV. Avant le tracé des courbes de polarisation, (Cathodiques puis Anodique) l'électrode de travail est maintenue à son potentiel d'abandon pendant 1heure L'intensité du courant est mesurée entre l'électrode de travail et la contre-électrode. L'intensité de courant est mesurée entre l'électrode de travail et le contre-électrode de platine. Le tracé des courbes intensité- potentiel de corrosion permet la détermination du :

- ❖ Potentiel de corrosion (E_{corr}).
- ❖ La densité de courant de corrosion (I_{corr}).
- ❖ La résistance de polarisation (R_p).
- ❖ Les pentes cathodiques (bc) et les pentes anodiques (ba) de Tafel et par conséquent le taux d'inhibition dans les conditions opératoires utilisées.

II.8.5.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique

Cette technique est basée sur la perturbation du système électrochimique autour de son point de fonctionnement (E_{corr} , I_{corr}). La perturbation a une amplitude assez faible de 10 mv [17 ; 18]. La réponse du système ΔE est sinusoïdale et le système électrochimique se comporte comme un circuit électrique linéaire [19]. Les mesures électrochimiques d'impédance sont effectuées après 60 min d'immersion en milieu acide chlorhydrique HCl

1M à les températures d'étude 20°C,30°C,40°C,50°C. Les mesures déterminées au potentiel d'abandon sont automatiquement traitées par le logiciel Volta Maser 4.

Références

- [1] A. Tounsi, Evaluation de l'activité antioxydante et de l'effet anticorrosif des extraits phénolique de plantes locales(Plantago ciliata et Thymelia microphylla), universite Kasdi Merbah-Ouargla , 2020.
- [2] A. Fiala, Syntheses et caracterisations de nouvelles molecules contenant du soufre et de l'azote,etudes de leur effet inhibiteur sur la corrosion des metaux de transition, Universite Mentouri constantine, 2007.
- [3] P.Bommersbach, évolution des propriétés d'un film inhibiteur de corrosion sous l'influence de la température et des conditions hydrodynamiques, thèse, univ-lyon, p31,32, 30-09-2005.
- [4] D. T. Houaria, Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone (XC38) par l'extrait aqueux de plantes sahariennes dans le milieu acide chlorhydrique1M, Universite Abou-Bekr belkaid -Tlemcen, 2019.
- [5] M. Bilel, Synthese des inhibiteurs contre la corrosion des aciers, Universite mentouri-constantine, 2011.
- [6] Abdel-Gaber, A.M., et al., Inhibitive action of some plant extracts on the corrosion of steel in acidic media. Corrosion science, 2006. 48(9): p. 2765-2779.
- [7] Pereira, S.S.d.A.A., et al., Inhibitory action of aqueous garlic peel extract on the corrosion of carbon steel in HCl solution. Corrosion science, 2012. 65: p. 360-366.
- [8] H.El bakouri. Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier doux au carbone en milieu acide orthophosphorique par un antibiotique organique. Mémoire pour d DESA. Université Mohammed 1 – oujde
- [9] K. Souad, Etude de l'inhibiteur de la corrosion de l'acier en milieu acide a différentes concentrations et a température ambiante de N-mésitylimidazole, Université kasdi merbah Ouargla, 2013.
- [10] Meddouri N. Etude de l'inhibition de l'acier XC52 par quelque dithiolethiones et leur dérivés université OUARGLA Thèses 2011
- [11] G. Reinhard, U. Rammelt, In Proceeding of 6th European Symposium on Corrosion Inhibitors, Ferrara., (1985), p183.
- [12] F.H. Donahue, K. Nobe, J. Electrochem. Soc. 112 (1965) 886–891.
- [13] C.Zenasni,mémoire de master, Univ Abou-Bakr Belkaid-Tlemcen (2013).

- [14] Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel, Comité des techniciens. Circuits eau de mer : traitement et matériaux, édition Technip Paris, (1993).
- [15] D. Elmouli, Extraction et caractérisation biologiques et électrochimique d'une plante de la flore algérienne, Tébessa, 2016.
- [16] G. A. S. Amani, Etude de l'efficacité de l'inhibiteur organique (Racines du chêne) sur la corrosion de l'acier (0,45) en milieu acide, Biskra, 2019.
- [17] J. Fripiatt, Chimie – physique des phénomènes de surface, Masson, 1971.
- [18] Etude expérimentale et identification de processus de rétention des cations métalliques par des matériaux naturels. Thèse du doctorat en sciences en génie des procédés par Naima Gherbi pp 20.
- [19] A. Umoren, U. M. Eduok, M. M. Solomon. A. P. Udoh, Arabian journal of chemistry, 2011.

CHAPITRE III

ETUDE DE DEUX PLANTES *INULA*
VISCOSA ET *OPUNTIA FICUS-INDICA*

Etude de les plantes *Inula viscosa* et *Opuntia ficus-indica*

III.1. Présentation de la plante *Inula Viscosa*

L. *Inula viscosa* est connue en Algérie sous le nom de magramen ou mersitt [1]. C'est une plante de région méditerranéenne et très répandue dans le nord de l'Algérie. Elle se rencontre dans les lieux peu propices à la végétation : bords de chemins, décombres, terrains abandonnés, jachères, garrigues. Elle affectionne les lieux fraîchement perturbés par les travaux ou le passage du feu, et pousse autant sur les sols argileux que sableux et apprécie les sols secs et calcaires [2]. *Inula viscosa* appelée aussi *Dittrichia viscosa* rattachée au genre *Dittrichia*, car elle possède des poils glanduleux sur l'ovaire, ce qui la caractérise des autres espèces du genre *Inula* [2].



Figure (III,1) : *Inula Viscosa*

Elle appartient à la famille des Astéracées qui est la plus fréquente dans le règne végétal et qui présente en Algérie 109 genres et 408 espèces [3]. Elle est économiquement importante et fournit des plantes alimentaires, médicinales et des plantes utilisées en cosmétologie. Selon Gaussen, les Astéracées sont classées en deux types de fleurs : des fleurs à corolles ligulées et l'autre à corolles tubulées [4].



Figure (III.2) : Les fleurs et les feuilles d’Inula Viscosa

III.1.2. Caractérisation et classification de la plante d'*Inula viscosa*

III.1.2.1. Caractérisation

Tableau (III.1) : Caractérisations de *Inula Viscosa*

Les fleurs	Jaune
Fruits	Des akènes
Inflorescences	Long grappe
La floraison	A partir du mois septembre

III.1.2.2. Classification

Tableau (III.2) : Classification de *Inula Viscosa*

Règne	Végétal
Embranchement	Spermatophyte
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Astérides
Ordre	Astérales
Famille	Astéracées, composées
Genre	<i>Inula</i>
Espèce	<i>Inulaviscosa</i> L.
Nom français	Inule visqueuse
Nom anglais	Stichkyfleabane
Nom berbère	Amagramane
Nom scientifique	<i>Dittrichiaviscosa</i> (L) Greut , <i>Inulaviscosa</i> Ait
Nom vernaculaire	Amagramane , magramane , Mersitt
Nom arabe	El tibek, el tyoun

III.1.3. Description botanique de la plante

Quezel et Santa (1963), décrivent *Inula viscosa* comme étant une plante annuelle herbacée, pérenne ou vivace chez laquelle les branches ligneuses bourgeonnent à chaque printemps. C'est une plante pouvant atteindre 120 cm de hauteur avec des tiges de 5-10 cm [5].

III.1.3.1. Partie aérienne

- **Tige** : La plante *Inula viscosa* est collante et très odoriférante. Ses tiges sont assez ramifiées et pourvues d'un feuillage dense. Avec l'âge, elles deviennent ligneuses et foncées [3].
- **Feuille** : Les feuilles sont visqueuses, sinuées [6] sessiles, ondulées, dentées, aigües, rudes [3] simples, caduques, opposées, entières, ovales, acuminées de 2 à 3cm de long sur 1 à 1,5cm de large [7].
- **Fleur** : Les inflorescences sont longuement paniculées, nombreuses, capitules de 1.5 cm de large, fleurs ligulées jaunes, 10 – 12 mm de long. Elles se montrent depuis la fin du mois d'août et persistent jusqu'au début du mois d'octobre [8].

III.1.3.2. Partie souterraine

L'*Inula Viscosa* est une plante à racine pivotante, toute glanduleuse- visqueuse, à odeur forte, ligneuse à sa base c'est une forte racine pivotante lignifiée pouvant atteindre 30 cm de long

Distribution géographique *Inula viscosa* a une aire de répartition très étendue. Elle est largement distribuée dans le bassin méditerranéen [3]. Dans certains pays d'Europe (Espagne et France), dans des pays asiatiques (Chine, Japon...), en Turquie, en Afrique (Maroc, Égypte et Chapitre II:étude éthanobotanique de genre *Inula viscosa* 20 2cm=1000k Algérie). Elle se multiplie souvent dans des sols salés et dans des prairies humides [9]. Au Maroc, elle est répandue dans les rocailles et les terrains argileux [10]. En Algérie, l'espèce est localisée dans les régions de moyenne altitude du Tell, dans les terres garrigues et rocailles ainsi que dans les terrains argileux secs [3].

III.1.4. Utilisations traditionnelles

Inula viscosa est très utilisée en médecine traditionnelle pour traiter plusieurs pathologies. De nombreuses pratiques thérapeutiques se rapportant à cette espèce (partie

utilisée, mode d'utilisation, dose administrée...) sont décrites à travers plusieurs pays du monde [11]. En effet, elle est utilisée pour ses effets anti-inflammatoires [12,13], antipyrétiques [14], antidiabétiques [15], antiphlogistiques [16] et pour le traitement de pathologies gastroduodénales [17]. Ces propriétés thérapeutiques sont liées à sa richesse en métabolites secondaires. En effet, plusieurs études phytochimiques réalisées sur cette plante ont révélé la présence des composés phénoliques, terpéniques et lactoniques. [18] Au Maroc, elle est employée en phytothérapie humaine.

III.1.5. Synonymes

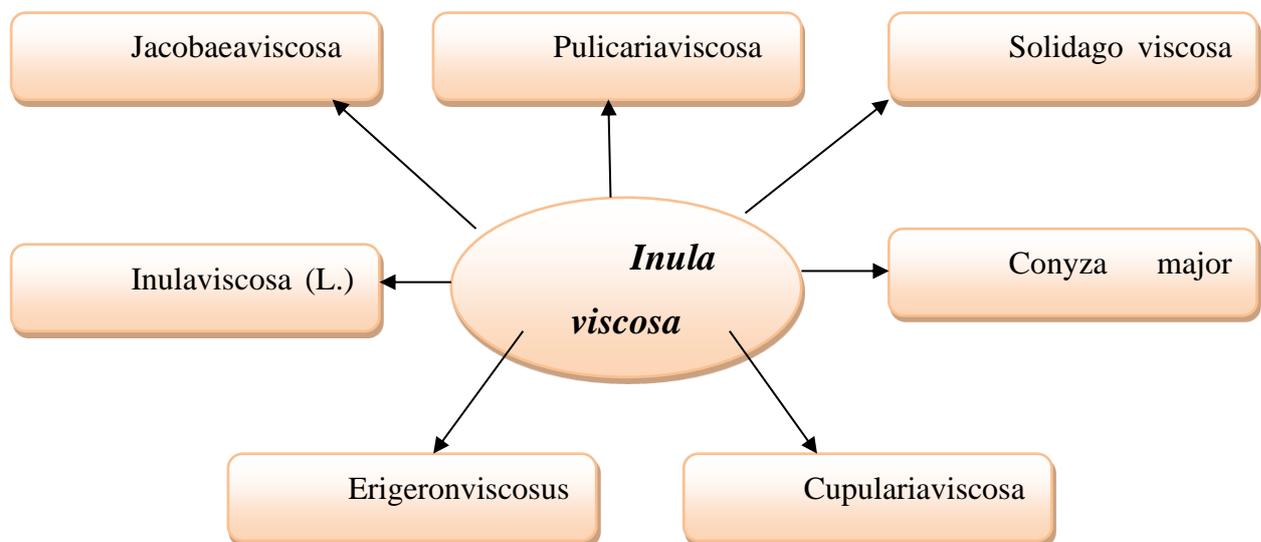


Schéma (III.1) : Synonymes de *Inula Viscosa*

III.1.6. Préparation des extraits de la plante d'*Inula Viscosa*

- On a séché 500 g de la plante, puis découper en petite morceaux, dans une grande bouteille en verre on a effectué une immersion de toutes les parties de la plante découpés dans le méthanol, cette étape dite la macération
- Après on a pris le liquide obtenu est on l'évapore sous vide jusqu'à l'obtention d'un liquide visqueux (3macération) se dernier on le dissout dans 100ml d'eau très chaude (ébullition), après 1jour on filtre la solution en deux fois. Le filtrat est soumis à une extraction liquide-liquide on utilise ces solvants pour :
 - L'éther de pétrole pour donner une phase aqueuse purifié (ph1).
 - L'éther diéthylique pour obtenir une phase organique contenant les flavonoïdes aglycones et les aglycones méthoxyle (ph2).

- L'acétate d'éthyle pour récupérer dans la phase organique certains flavonoïdes aglycones mais surtout les mono glycosides (ph3).
- Le n-butanol pour récupérer notamment les flavonoïdes di et tri glycosides et la phase aqueuse finale comporte surtout les flavonoïdes glycosyles plus polaires(ph4).

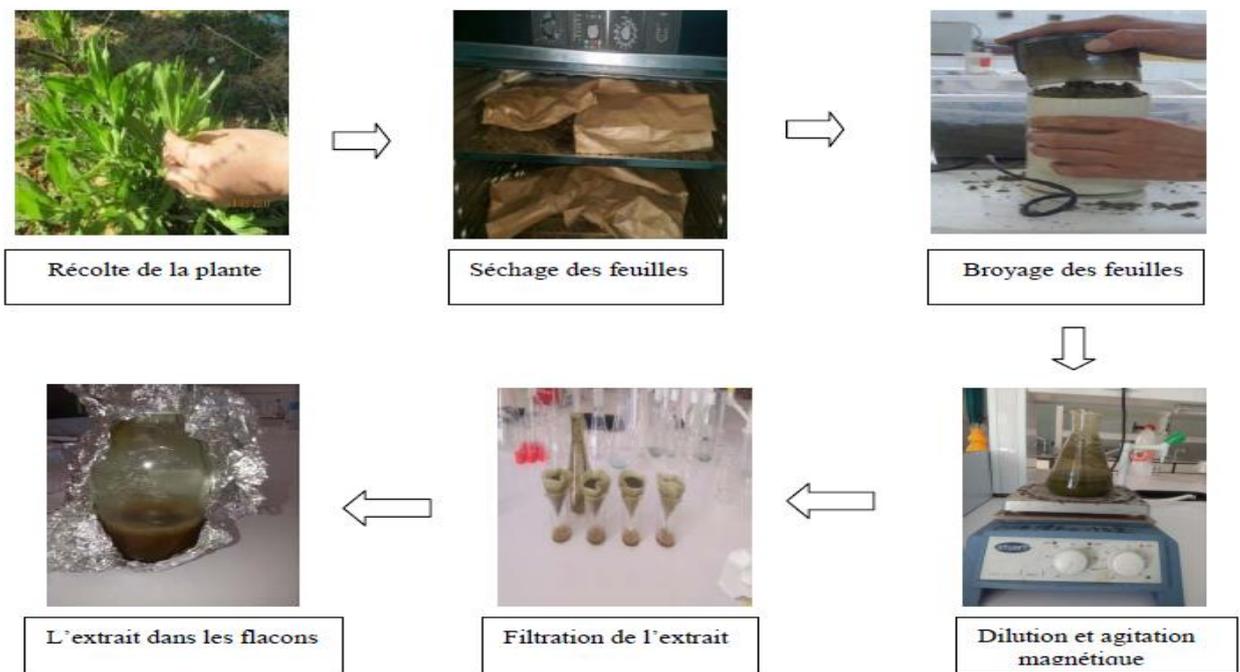


Figure (III.3) : Protocole d'extraction aqueuse *Inula Viscosa*.

III.2. Généralités sur le figuier de Barbarie :

III.2.1. Introduction :

Le figuier de Barbarie est une plante grasse appartenant à la famille des cactées et plus précisément au genre *Opuntia*. Il est cultivé dans les climats arides, comme dans les régions méditerranéennes et d'Amérique centrale [19]. Les régions semi-arides du Mexique renferment la plus grande diversité de cactus dans le monde [20]. Le genre *Opuntia* contient environ 300 espèces et beaucoup d'entre elles produisent des tiges et des fruits bien tendres et comestibles [21]. Parmi ces espèces on cite *Opuntia ficus-indica*, qui fait l'objet de notre étude (figure III.4).



Figure (III.4) : Photo de l'*Opuntia ficus- Indica*.

III.2.2. Description de la plante

La figue de barbarie est une plante arborescente caractérisée par de succulentes bottes de neige ovales en forme de tige de 3 à 4 mètres de hauteur, de 30 à 40 cm de longueur, 15 à 25 cm de largeur et 1,5 à 1,5 cm de largeur. 3 cm d'épaisseur, c'est ce qu'on appelle une ligne. Viande succulente, généralement multi-graines (Ambigu). La figue de barbarie est dure et difficile à digérer, mais elle est riche en vitamines et riche en fleurs et fruits. Les fleurs apparaissent sur le dessus de la branche (raquette), mesurent 4 à 10 cm de large et sont de couleur jaune, orange ou rouge [22].





Figure (III.5): Photographie de figuier de barbarie avec ses cladodes(a), fleur(b), fruits(c) et graines(d).

III.2.3. Caractérisation et classification de la plante d'*O.ficus-indica* :

III.2.3.1. Les caractérisations :

Le tableau ci-dessous explique quelque caractère spécifique de la plante étudiée :

Inflorescence	Fleur solitaire latérale
Fruit	Baie
Couleur de la fleur	Jaune
Floraison	juin à aout

Tableaux (III.3) : Caractérisations de la plante d'*O.ficus-indica*

III.2.3.2. Classification

Règne	Plantes
Sous règne	Tracheobionta ou plante vasculaires
Classe	Magnoliopsida ou dicotylédones
Sous classe	Caryophyllidae

Genre	Opuntia
Sous genre	Platyopuntia
Famille	Cactaceae
Espèces	Opuntia ficus-indica
Ordre	Caryophyllales
Groupe	Opuntiaeeae
Embranchement	Magnoliophyta ou Spermaphytes
Nom berbère	El hendi,sabara,karmoussnsarra
Nom français	Figuier de barbarie, le nopal,figuier d'inde
Nom anglais	Pricklypear

Tableaux (III.4) : Classification de la plante d'*Opuntia ficus-Indica*

III.2.4. Synonymes

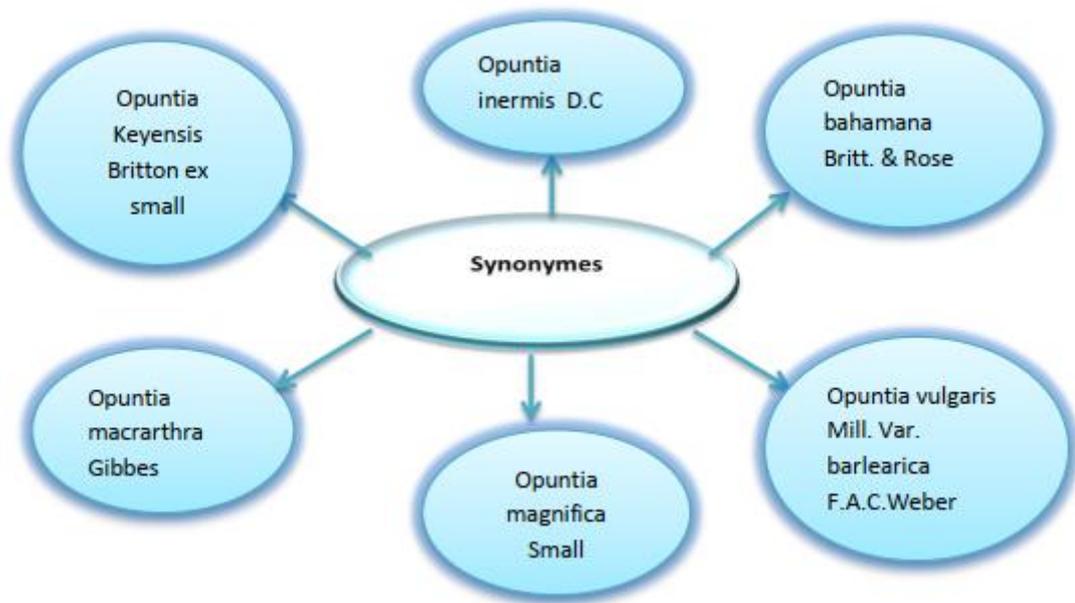


Schéma (III.02) : les synonymes de la plante *O. ficus-Indica*

III.2.5. Aire géographique

❖ Dans le monde

L'*Opuntia ficus indica* appelé communément figuier de barbarie ou cactus, est une plante succulente originaire des régions arides et semi arides fut introduit en Afrique du Nord (Algérie, Tunisie, Maroc) vers le 16^{ème} siècle. Sa culture s'est diffusée rapidement dans le bassin de la Méditerranée. Elle est également répandue dans l'hémisphère sud, notamment en Afrique du Sud, à Madagascar, à la Réunion, à l'île Maurice, en Inde, à Ceylan et en Australie. On peut également la trouver au Canada, en Argentine et au Pérou à une altitude pouvant atteindre 5100 m. Il est actuellement introduit dans plus de 30 pays où il est cultivé pour la production des fruits, l'utilisation comme fourrage et comme plante cosmopolite.

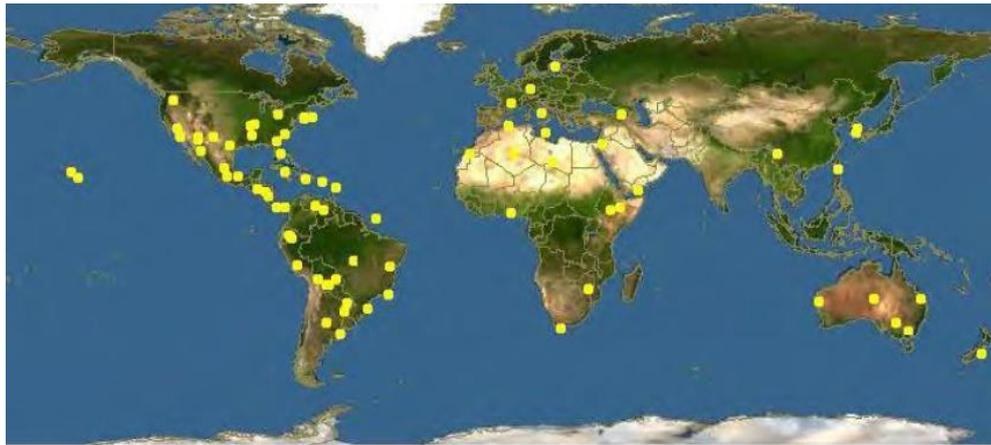


Figure (III.6): Répartition mondiale d’*Opuntia ficus Indica*.

❖ **En Algérie**

C’est une plante largement répandue dans les régions algériennes selon le climat qui possède, notamment les wilayas d’Est d’Algérie (Souk Ahras, Tebessa, Batna, Oum el bouaghi et Khenchla).

III.2.6. Utilisations de l’*O.ficus-Indica*

Cette plante a de multiples utilisations dans tous les domaines pharmaceutiques, industriels et alimentaires en raison de la grande importance de cette plante partout dans le monde.

Alimentation	Cosmétique	Pharmacologie
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Fruits. ➤ Miel. ➤ Confiture. ➤ Jus. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Les huiles en vitamines. ➤ Les huile à cheveux. ➤ Crèmes dermique antirides. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Activité anti diabétique. ➤ Activité antioxydants. ➤ Abaissement de la glycémie. ➤ Activité anti inflammatoire. ➤ Traiter les douleurs

Tableaux (III.5) : Utilisations de l’*O.ficus-Indica*





Figure (III.7) : Différentes utilisations de l'opuntia ficus –indica .

III.2.7. Préparation des extraits de la plante d'Opuntia ficus-indica

La plante à étudier « Opuntia ficus-indica » est récoltée de la région d'El Aouinet wilaya de Tebessa, situé à extrême nord, au mois de décembre l'année 2020.

- Dans notre travail, nous sommes intéressés à étudier une partie les raquettes, c'est dernier sont coupée en petites morceaux, après le processus de séchage de la plante à l'abri du soleil, pesez une quantité $m=500g$. Schéma (III.03). Premièrement on va faire une macération dans une solution méthanolique MeOH (100%) en volume pendant 24heures ; après filtré. On a répété l'opération deux fois.
- Puis une évaporation pour récupérer le méthanol à température $T=38C^{\circ}$, jusqu'à l'obtention d'un résidu sirupeux.
- On ajoute sur ce dernier obtenu $V=300$ ml d'eau distillé très chaud et bien agiter à cause de l'eau bouillante aide à éliminer de la chlorophylle, les graisses et les autres impuretés. Après fait une filtration de mélange, évaporer, en fin on obtient un extrait se forme d'un gel $m=90,01g$.
- L'extrait brut est mélangé avec $V=120ml$ de l'éther de pétrole, après décanter le mélange, récupérée la phase organique supérieur. Répéter l'opération trois fois. Après concentration à sec sous vide on obtient un extrait de l'éther de pétrole $m= 0.80g$.
- La phase aqueuse est soumise à une autre extraction par diéthyl éther ; on obtient un extrait $m= 1.0223g$. Ensuite par l'acétate d'éthyle, la masse d'extrait est $m=0.95g$
- On extrait la phase aqueuse dans n-butanol ; la masse d'extrait butanolique est $m= 12.31g$. Cette dernière a été répéter 15 fois.

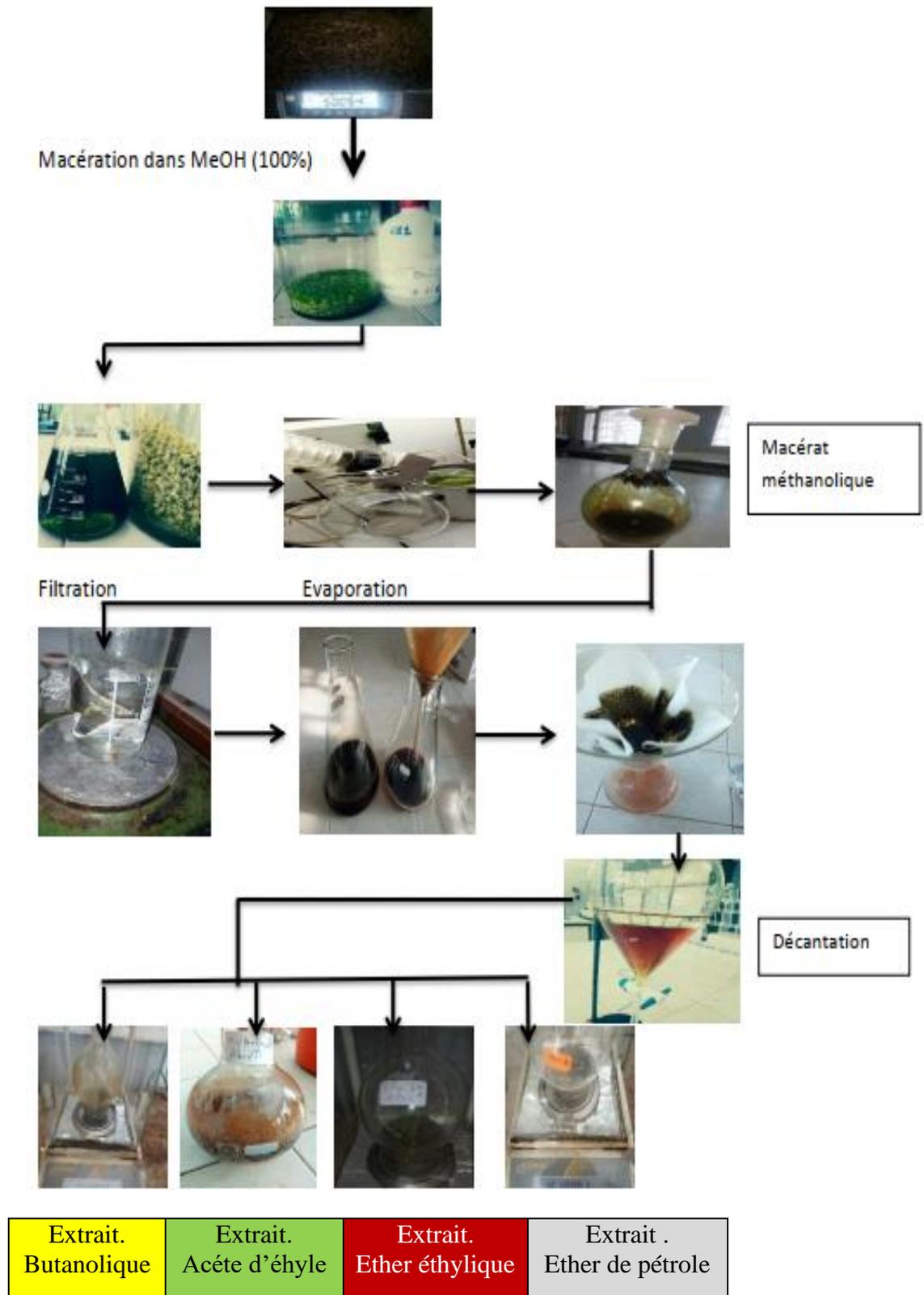


Schéma (III.03) : Protocol expérimental d'extraction de la plante « *Opuntia ficus Indica*»

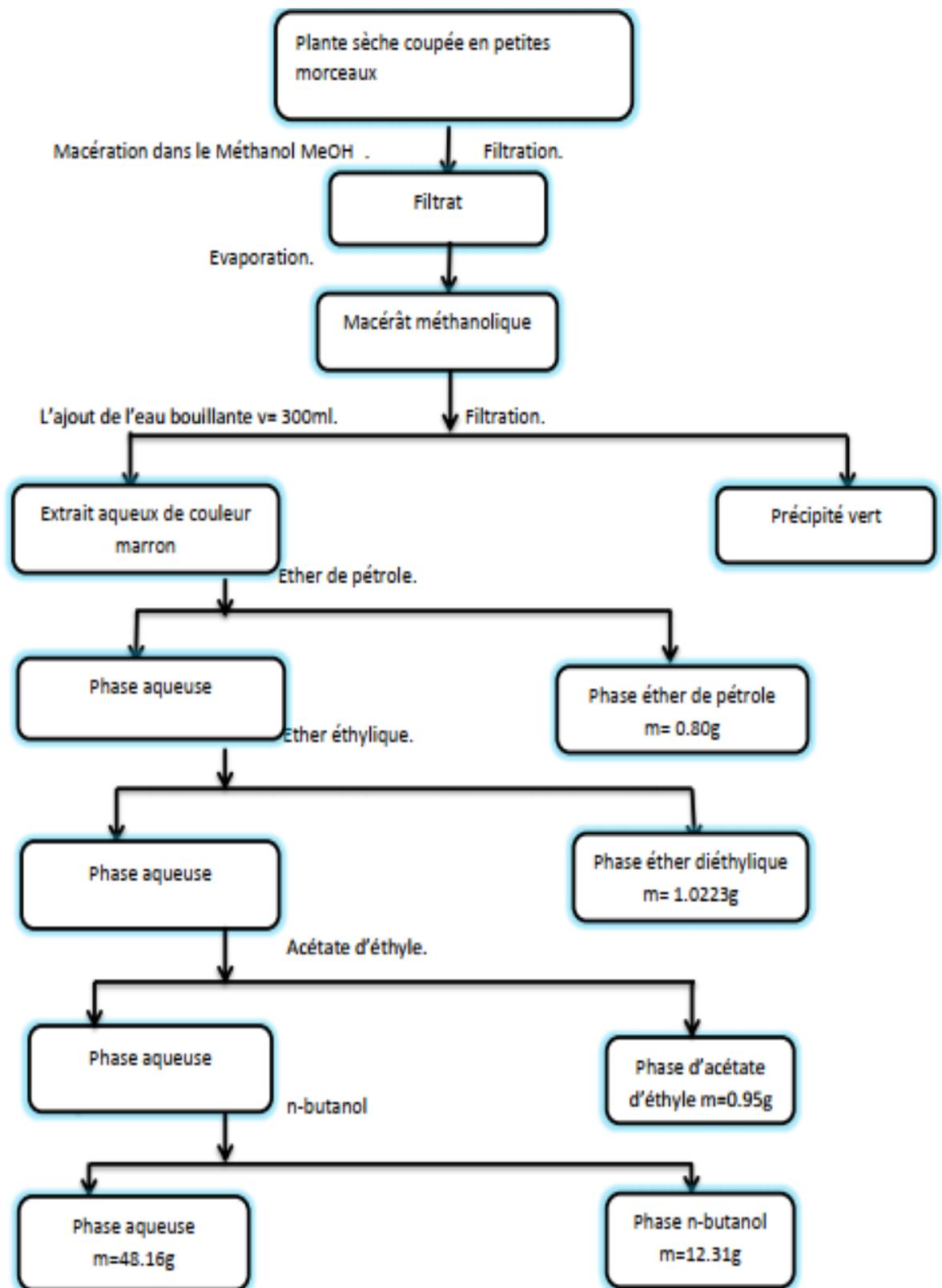


Schéma (III.04) : Protocole d'extraction de la plante d'*Opuntia ficus Indica*

Références

- [1] Zeguerrou R, Guesmia H, Lahmadi S. (2013). Recueil des plantes médicinales dans la région des Ziban. Edition Dar El Houda, Algérie. ISBN: 978-9931-438-00-7.
- [2] Ciccarelli D., Garbari F., Pagni A.-M., 2007 – « Glandular hairs of the ovary : a helpful character for Asteraceae taxonomy ? » Ann. Bot. Fennici 44 : 1-7.
- [3] Quézel. P, Santa. S, Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Editions du Centre National de la recherche scientifique. Paris, 1962.
- [4] Gausсен. H, Leroy. J,F Ozenda. P, Paris. Précis de botanique. Tome II, Végétaux supérieurs, Masson ; 1982.
- [5] Haoui, I, Derriche. R, Madani. L, Oukali. Z, Analysis of the chemical composition of essential oil from Algerian *Inula viscosa* (L.) Aiton, Arabian Journal of Chemistry. 21(4)-2011.
- [6] Mohand. A, Plantes medicinales de Kabylie, Ibis Press. 2006.
- [7] L. Bézanger-Beauquesne, M. Pinkas et M. Torck, Les plantes dans la thérapeutique moderne. Editions Maloine, 1(1986 – 469 pp).
- [8] Gérard G. AYMONIN, La Grande Flore en couleurs de Gaston Bonnier en 1990, Bull. Soc. bot. France, 137, Lettres bot. (213), 243-244, (1990).
- [9] Rosenbaum, S., Sandu, L., & Paulian, D. (1967). Séquelles Sténosantes de la Prostatectomie. Urologia Journal, 34(1), 56–64.
- [10] Benayache S., Benayach F., Dendougui H. & Jay M., 1991. Les flavonoïdes de *Inula viscosa* (L.) Plantes médicinales et phytothérapie. Tome 25. N°4 : p170-176.
- [11] Eca. AM, Grigore A, Pinto D, et al (2014) The genus *Inula* and their metabolites. J Ethnopharmacol. 11;154(2):286-310.
- [12] N M Al-Dissi¹, A S Salhab, H A Al-Hajj, Effects of *Inula viscosa* leaf extracts on abortion and implantation in rats. J Ethnopharmacol, 2001 Sep;77(1):117-21.
- [13] M. J. Barbetti, K. Sivasithamparam and D. H. Wong, Fungicidal drenches for control of root rot in subterranean clover. Springer, 101(2) (1987), pp. 151-157.

- [14] L Lauro, C Rolih, Observations and research on an extract of *Inula viscosa* Ait, *Boll Soc Ital Biol Sper*, 1990 Sep;66(9):829-34.
- [15] Yaniv Z, Dafni A, Friedman J, Palevitch D (1987). Plants used for the treatment of diabetes in Israel. *J. Ethnopharmacol.* 19:145-151.
- [16] Lev, E. and Amar, Z. (2000) Ethnopharmacological Survey of Traditional Drugs Sold in Israel at the End of the 20th Century. *Journal of Ethnopharmacology*, 72, 191-205.
- [17] Alarcon, G. M., Bowling, N. A., & Khazon, S. (2013). *Great expectations: A meta-analytic examination of optimism and hope. Personality and Individual Differences*, 54(7), 821–827.
- [18] M S Ali-Shtayeh¹, S I Abu Ghdeib, Antifungal activity of plant extracts against dermatophytes, *Mycoses*. 1999;42(11-12):665-72.
- [19] Giovanna Ginestra¹, Mary L Parker, Richard N Bennett, Jim Robertson, Giuseppina Mandalari, Arjan Narbad, Rosario B Lo Curto, Giuseppe Bisignano, Craig B Faulds, Keith W Waldron, Anatomical, chemical, and biochemical characterization of cladodes from prickly pear [*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.], *J Agric Food Chem*. 2009 Nov 11;57(21):10323-30.
- [20] Pimienta. B, Park S. N, Vegetative, reproductive, and physiological Adaptations to aridity of pitayo (*Stenocereus queretaroensis*, *Cactaceae*), *Economic Botany* volume 52, 401 (1998).
- [21] *Hegwood v. Seal*, 42 F.3d 641 (5th Cir. 1994).
- [22] Boudilmi. I, Mehous. Y, Huile essentielle de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*), Mémoire Présenté pour l'obtention du diplôme de : MASTER, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2020.

CHAPITRE IV

RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

IV : Résultats et discussion

IV.I. Rendements d'extraction

Tableau (IV.01) : Les phases obtenues après épuisement de la plante *d'Opuntia ficus-indica* :

Phases	Masse (g)	Rendements
Ether de pétrole	0,80	0,16
Ether diéthylique	1.0223	0.20
Acétate d'éthyle	0.95	0.19
Butanolique	12.31	2.462
Aqueuse	48.16	9.632

D'après les résultats obtenus selon le tableau (IV.01), les rendements des phases dans la plante *Opuntia ficus-indica* étudiée sont dans l'ordre croissant :

- ✚ La phase d'éther de pétrole (0.16%).
- ✚ La phase d'acétate d'éthyle (0.19%).
- ✚ La phase d'éther diéthylique (0.20%).
- ✚ La phase BuOH (2.462%).
- ✚ La phase aqueuse (9.632%).

Tableau (IV.02) : Phase obtenues après épuisement de la plante *Inula Viscosa*.

Phases	Masse (g)	Rendements
Ether de pétrole	0.59	0.118
Ether diéthylique	1.69	0.338
Acétate d'éthyle	3.38	0.670
Butanolique	7.19	1.438
Aqueuse	10	2

D'après les résultats obtenus selon le tableau (IV,2) les rendements des phases dans la plante *Inula Viscosa* étudiée sont dans l'ordre décroissant :

- ✚ La phase aqueuse (2%)
- ✚ La phase BuOH(1.438%)
- ✚ La phase acétate d'éthyle (0.670%)
- ✚ La phase éther diéthylique (0.338%)

IV.2. Etude gravimétrique de mélange

Les tableaux suivantes regroupés les résultats de l'étude gravimétrique a différentes températures (20,30,40,50)°C.

Le tableau (IV.3) : Regroupe les résultats de l'étude gravimétrique.

20°C			
C(ppm)	V _{corr} (mg.cm ⁻² .h ⁻¹)	θ	EI (%)
0	0.00009580	/	/
100-100	0.00004803	0.4986	49.86
200-200	0.00003175	0.6685	66.85
300-300	0.00002940	0.6930	69.30
400-400	0.00001574	0.8356	83.56
500-500	0.00003386	0.6465	64.65

30°C			
C (ppm)	V _{corr} (mg.cm ⁻² .h ⁻¹)	θ	EI (%)
0	0.00011177	/	/
100-100	0.00005824	0.4789	47.89
200-200	0.00004385	0.6076	60.76
300-300	0.00003290	0.7056	70.56
400-400	0.00002822	0.7474	74.74
500-500	0.00005079	0.5455	54.55

40°C			
C (ppm)	V _{corr} (mg.cm ⁻² .h ⁻¹)	θ	EI (%)
0	0.00015767	/	/
100-100	0.00009606	0.3983	39.83
200-200	0.00006351	0.6022	60.22
300-300	0.00005881	0.6316	63.16
400-400	0.00004724	0.7003	70.03
500-500	0.00008465	0.4698	46.98

50°C			
C (ppm)	V _{corr} (mg.cm ⁻² .h ⁻¹)	θ	EI (%)
0	0.00022354	/	/
100-100	0.00013104	0.4137	41.37
200-200	0.00011695	0.4768	47.68
300-300	0.00009870	0.5584	55.84
400-400	0.00008467	0.6212	62.12
500-500	0.00010158	0.5455	54.55

La vitesse de corrosion diminue avec l'augmentation de la concentration de mélange de deux extraits EBOFI et EBAVI et atteint la valeur minimale 0.00001574 mg cm⁻²h⁻¹, Efficacité inhibitrice augmente avec l'augmentation de la concentration et atteint une valeur maximale 83.56 % dans une concentration critique 400ppm. Par conséquent le taux de recouvrement augmente et atteint des valeurs maximales à 20°C de l'ordre de 0.8356.

IV.3. Isotherme d'adsorption

Les isothermes d'adsorption sont un complément important susceptible de déterminer le mécanisme électrochimique qui conduit à l'adsorption de ces composés sur la surface.

Pour identifier le type d'adsorption correspondant à notre étude, différents types d'isotherme ont été testés : Langmuir, Temkin et Frumkin. Freundlich.

Dans le présent travail, les résultats ont montré que le modèle de Langmuir avait le meilleur coefficient de corrélation (r^2), proche de l'unité pour toutes les températures considérées.

Tableau (IV.4) : Coefficient de corrélation pour chaque modèle d'isotherme à différentes température.

Température	20°C	30°C	40°C	50°C
Modèle d'isotherme	Coefficient de corrélation (R²)			
Langmuir	0.98485	0.99913	0.99419	0.99221
Frumkin	0.9952	0.9991	0.9937	0.99126
Freundlich	0.97632	0.99685	0.96964	0.98675
Temkin	0.96847	0.99782	0.97959	0.97705

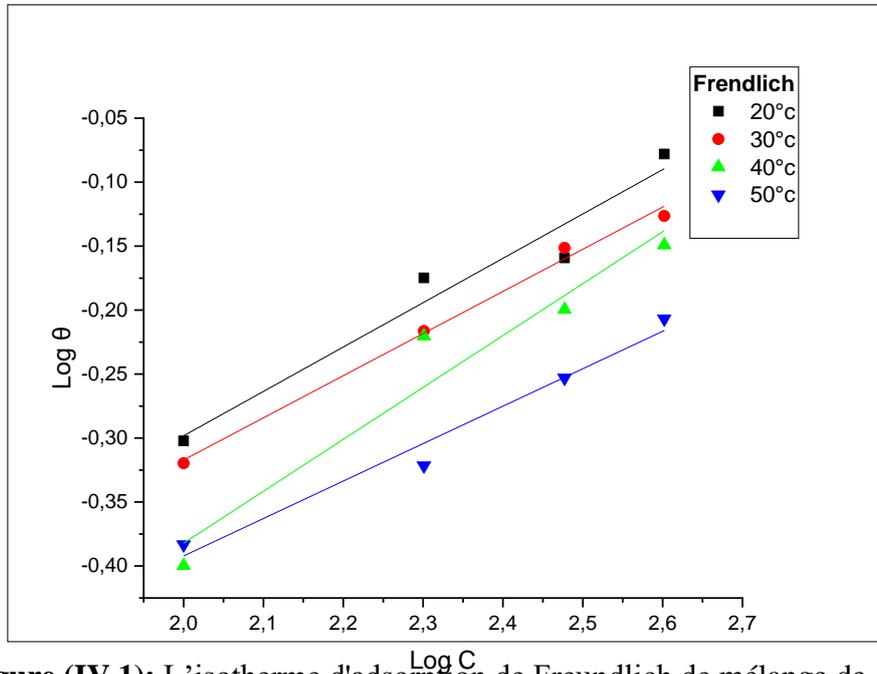


Figure (IV.1): L'isotherme d'adsorption de Freundlich de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures

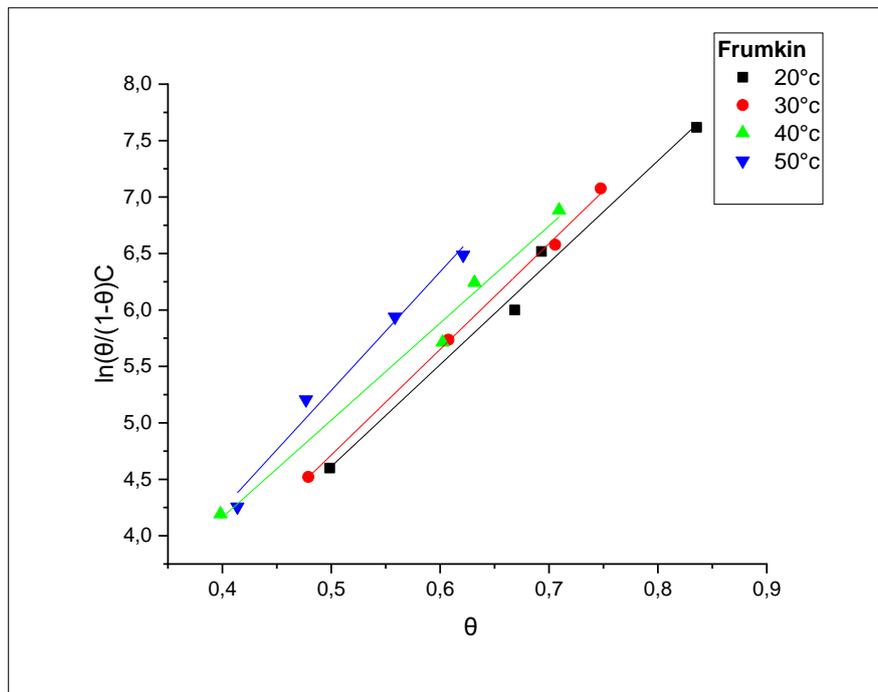


Figure (IV.2) : L'isotherme d'adsorption de Frumkin de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures.

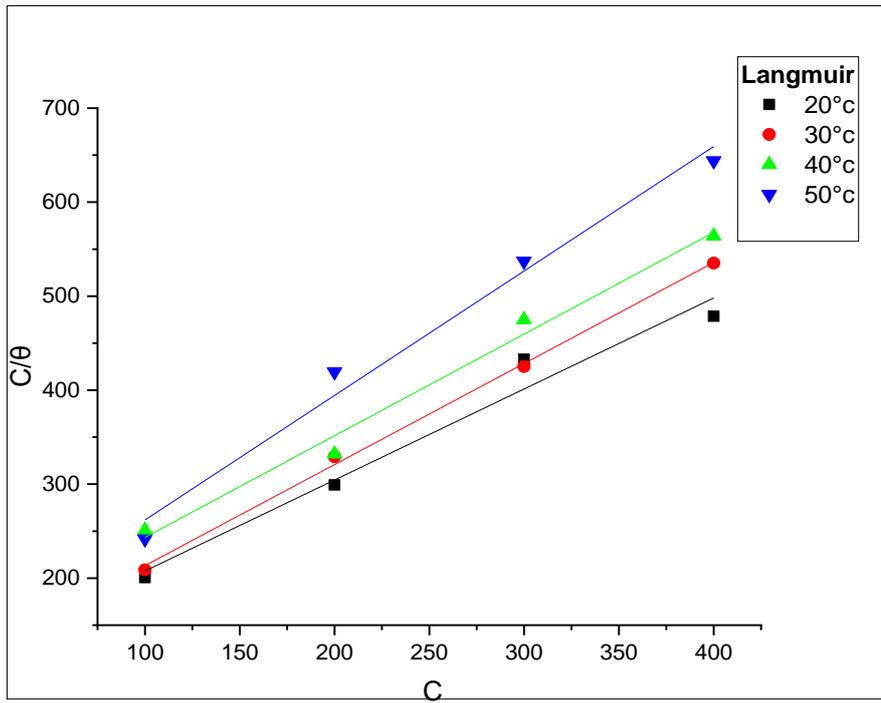


Figure (IV.3) : L'isotherme d'adsorption de Langmuir de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures

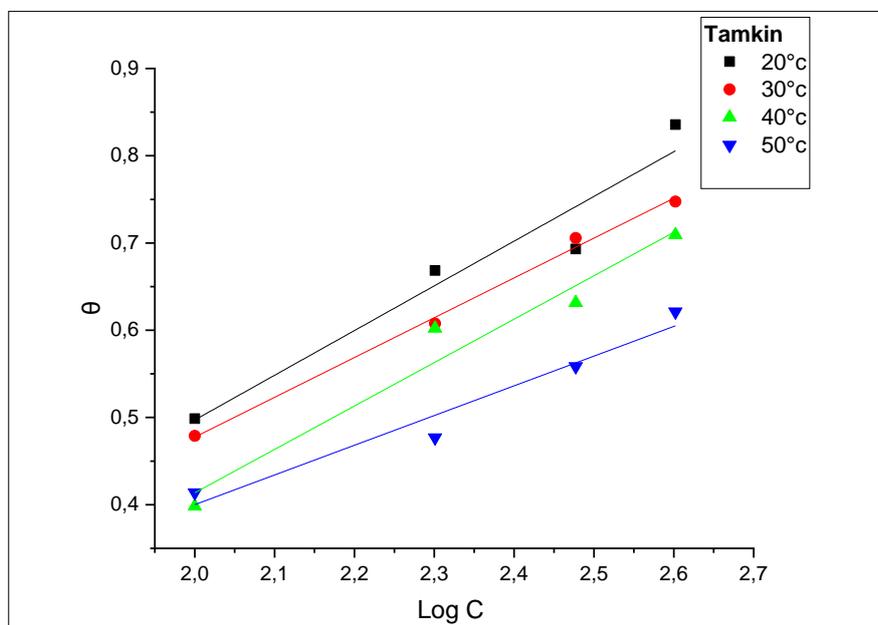


Figure (IV.4) : L'isotherme d'adsorption de Tamkin de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier garde API 5 L Gr – B dans la solution HCl 1M à différentes températures

IV.3.1. Mécanisme d'adsorption de mélange de deux extrait l'EBOFI et l'EBAIV.

Le tracé de l'isotherme de Langmuir permet la détermination de la constante d'équilibre du processus d'adsorption (K_{ads}) de l'inhibiteur à chaque température, par laquelle on peut calculer l'énergie libre d'adsorption ΔG°_{ads} en utilisant la relation (IV.7).

$$\Delta G^{\circ}_{ads} = -RT \ln(C_{solvant} \cdot K_{ads}) \dots \dots \dots (,,)$$

R : la constante des gaz parfait = 8,314JK-1mol-1

T : la température en Kelvin.

$C_{solvant}$: La concentration de l'eau dans la solution en (mg. L⁻¹) = 10⁶

Tableaux (IV.5) : Les paramètres thermodynamiques relatif à l'adsorption de mélange de deux extraits l'EBAIV et l'EBOFI sur la surface de l'acier API 5 L Gr – B.

Température(K)	K_{ads} (L/mg)	ΔG°_{ads} (KJ/mol)	ΔH°_{ads} (KJ/mol)	ΔS°_{ads} (KJ/mol)
293 K	0.009450	-24.58	-69.29	-152.59
303 K	0.009026	-23.70		-150.46
313 K	0.007725	-22.55		-149.32
323 K	0.007398	-21.70		-147.33

La valeur de k_{ads} peut être prise comme indicateur de la force d'adsorption de l'inhibiteur à la surface du métal. Les grandes valeurs de k_{ads} impliquent une adsorption plus efficace et donc une meilleure efficacité inhibitrice à 20°C.

Les valeurs négatives de ΔG_{ads}° indiquent que l'adsorption des extraits étudiés sur l'acier était spontanée. Généralement, les valeurs de ΔG_{ads}° voisines de - 20 kJ.mol⁻¹ ou moins négatives, sont liées à des interactions électrostatiques entre les molécules chargées et le métal chargé cela indique que le mode d'adsorption est de type physique (physisorption), alors que celles proches de -40 kJ mol⁻¹ ou plus négatives impliquent un transfert de charge entre les molécules organiques et la surface métallique, ceci dénote que le mode d'adsorption est de type chimique (Chimisorption) [1]. Dans notre étude, les valeurs obtenues de ΔG_{ads}° étaient comprises entre -24.58 kJ mol⁻¹ et -21.70 kJ mol⁻¹, ce qui indique que les extraits étudiés sont physiquement adsorbés.

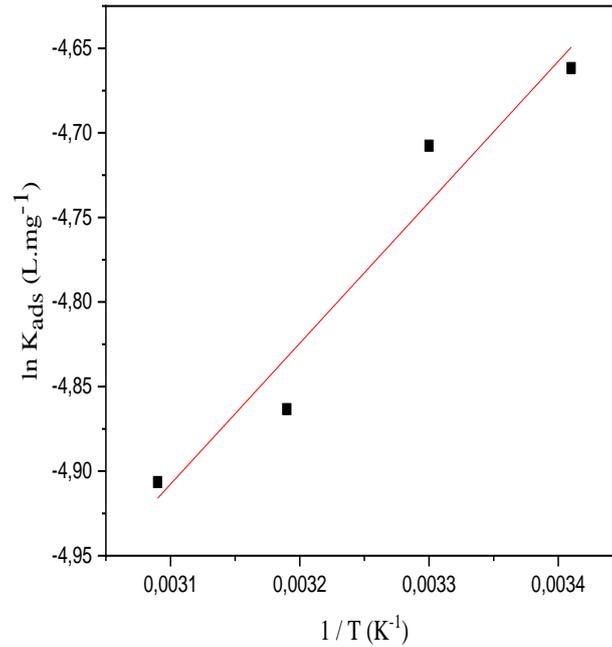


Figure IV.5 : La variation de $\ln K_{ads}$ en fonction de l'inverse de la température.

IV.3.2. Energie d'activation apparente :

Les variations du logarithme de la vitesse de corrosion en fonction de l'inverse de la température en absence et présence des extraits de étudiés sont illustrées sur la figure IV.6.

Les courbes obtenues présentées sous forme de droites obéissent la loi d'Arrhenius.

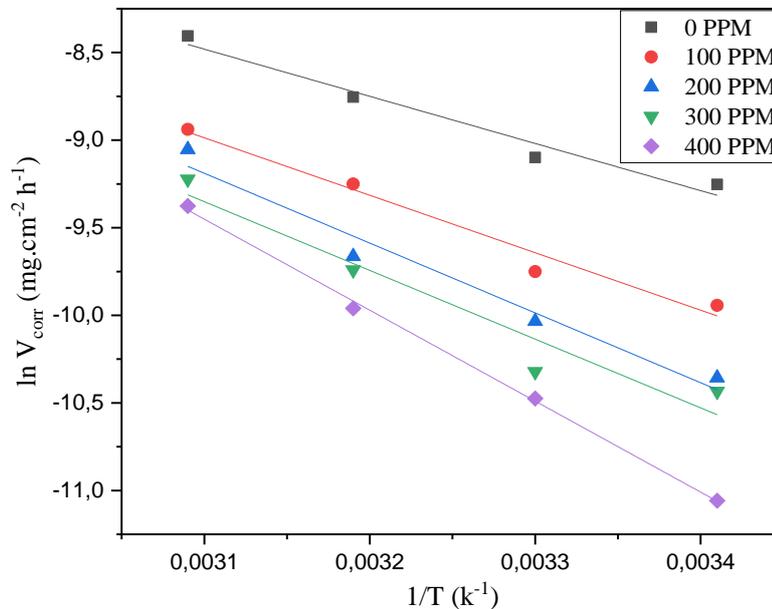


Figure (IV.6) : Variation du logarithme de la vitesse de corrosion $\ln V_{corr}$ en fonction de l'inverse de la température (1/T) pour les différentes concentrations.

L'ajout des extraits à la solution d'acide provoque une augmentation de la valeur de l'énergie d'activation, ce qui est souvent interprété comme une indication de la formation d'un film d'adsorption par un mécanisme physique (liaison électrostatique) [2].

Les tracés d'Arrhenius de $\ln V_{corr}$ en fonction de $1/T$ en absence et présence des extraits testés sont exposés sur la figure III.7.

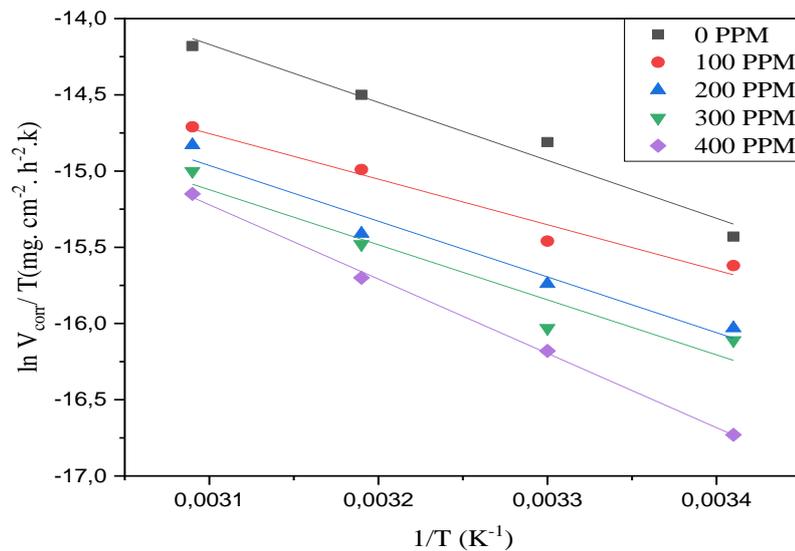


Figure (IV.7) : La variation du $\text{Ln } \frac{V_{corr}}{T}$ en fonction de $1/T$

Une formule alternative d'Arrhenius permet la détermination de l'enthalpie d'activation ΔH°_a et l'entropie d'activation ΔS°_a du processus de corrosion de l'acier dans le milieu acide. Elles sont données par l'équation suivante

$$V_{corr} = \frac{RT}{hN_a} \exp\left(\frac{\Delta S^{\circ}_{ads}}{R}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H^{\circ}_{ads}}{RT}\right)$$

N_a : Nombre d'Avogadro = $6.023 \cdot 10^{23}$.atome/mol.

h: Constante de Planck = $6.626 \cdot 10^{-34}$ J/K.

Les valeurs des enthalpies et des entropies d'activation sont données dans le tableau (IV.6)

Tableau(IV .06): Paramètre d'activation de la dissolution de l'acier dans la solution HCl 1M en absence et en présence de l'EBAIV et L'BOFI à différentes températures.

C (ppm)	E_a (KJ/mol)	ΔH°_a (KJ/mol)	ΔS°_a (J/mol)
0	22.37	30.54	-176.08
100	27.26	24.84	-150.22
200	33.13	30.40	-165.71
300	32.62	30.02	-163.23
400	43.17	40.53	-194.96

✓ Le signe positif de ΔH°_a donne une réflexion de la nature endothermique du processus de dissolution de l'acier au carbone [3].

✓ Les valeurs de E_a et ΔH°_a augmentent en présence des inhibiteurs, suggérant que la barrière d'énergie de la corrosion augmente, ce qui signifie que la dissolution sera bloquée sur les sites de la surface métallique [4].

✓ Les valeurs négatives de ΔS°_a impliquent que le complexe actif dans l'étape déterminante de la vitesse représente une association plutôt qu'une dissociation, signifiant qu'il y a diminution du désordre lors de la transformation des réactifs en complexe activé [5, 6].

IV.4. Méthodes électrochimiques

Les essais électrochimiques ont été utilisés pour évaluer l'effet inhibiteurs d'EBOFI et d'EBAIV sur la protection contre la corrosion de l'acier « APL15 grade B » dans un milieu HCL 1M.

IV.4.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique

Le diagramme d'impédance électrochimique suivant la représentation de Nyquist. Les essais ont été effectués à différentes concentrations de l'extrait pendant 60min d'immersion à différentes températures et dans une gamme de fréquence allant de 10Mhz à 100KHz.

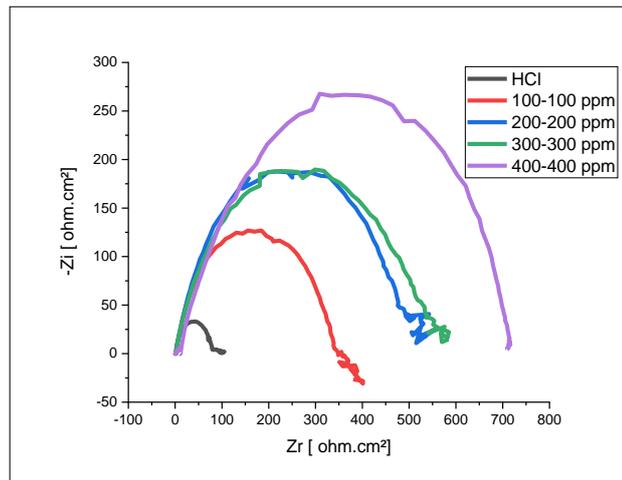


Figure (IV.07) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B de mélange d'extraits dans la solution 1M HCl à température 20°C.

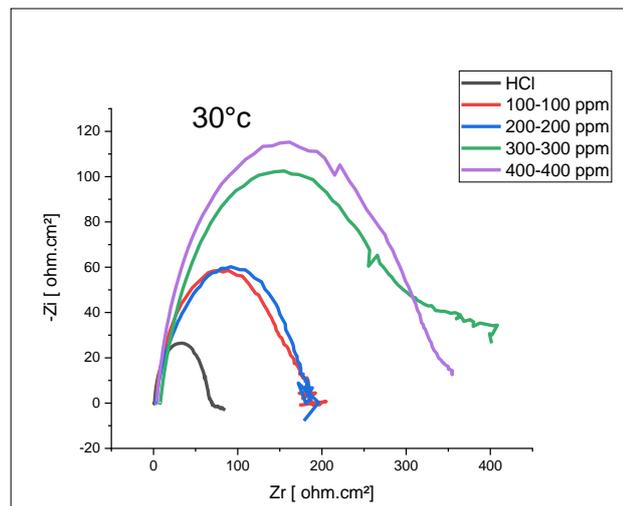


Figure (IV.08) absence et en présence de mélange d'extraits dans la solution 1M HCl à température 30°C.

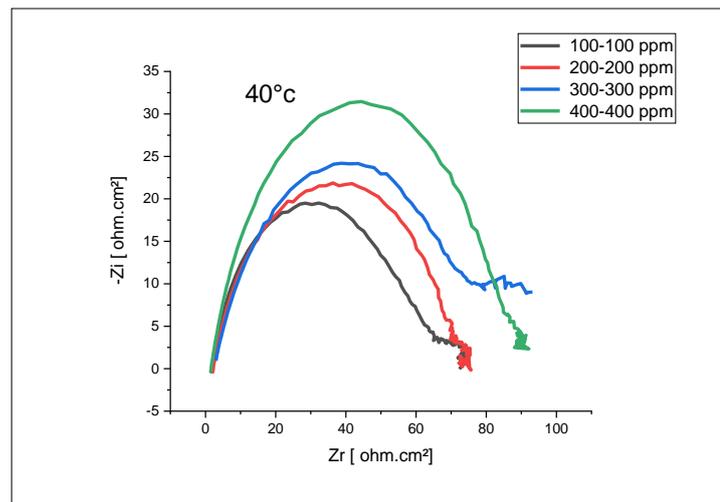


Figure (IV.09) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B de mélange d'extraits, dans la solution 1M HCl à température 40°C.

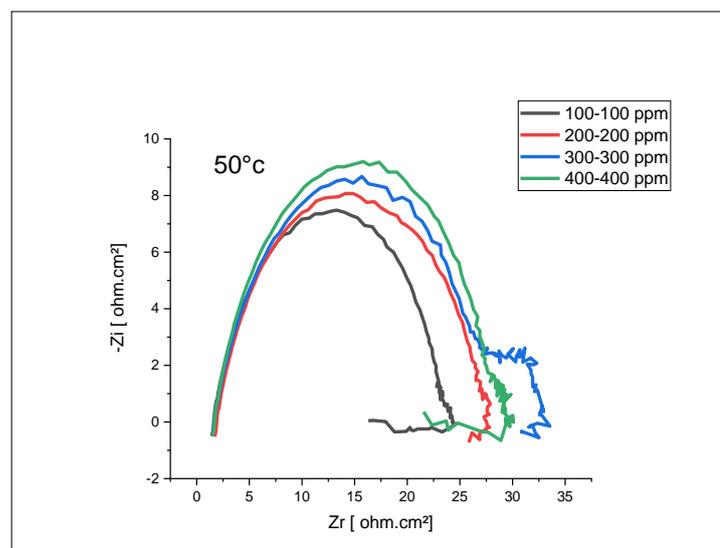


Figure (IV.10) : Diagrammes d'impédance électrochimique de l'acier APLI5 grade B de mélange dans la solution 1M HCl à température 50°C.

D'après la figure III.V(7-10), des demi-cercles aplatis d'une seule boucle capacitive ont été obtenues pour les différentes concentrations testées. Ce type de diagramme indique généralement que la réaction de corrosion est contrôlée par un processus de transfert de charges sur une électrode solide de surface hétérogène et irrégulière [2].

Le tableau IV.07 regroupe les valeurs des paramètres électrochimiques déterminées à partir des résultats obtenus. (les résultats de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice de l'acier B dans la solution à 1M HCl et à différentes concentrations de mélange de l'EBAIV et l'EBOFI à température 20°C.)

Tableau (IV.07) : Résultat de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice

	C (ppm)	$R_p(\Omega.cm^2)$	$C_{dc}(\mu F/cm^2)$	θ	EI (%)
	0	64.53	87.79	/	/
	100-100	337.9	80.72	0.8090	80.90
	200-200	492.8	74.41	0.8690	86.90
	300-300	535.9	70.19	0.8795	87.95
	400-400	716.4	59.39	0.9099	90.99

Le tableaux (IV.8) : Résultats de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice de l'acier B dans la solution à 1M HCl et à différentes concentrations de mélange de l'EBAVI et l'EBOFI à différentes températures (30, 40, 50°C).

Tableaux (IV.8) : Résultat de l'essai d'impédance électrochimique et efficacité inhibitrice

C(ppm)	30°C		40°C		50°C	
	$R_p(\Omega.cm^2)$	$C_{dc}(\mu F/cm^2)$	$R_p(\Omega.cm^2)$	$C_{dc}(\mu F/cm^2)$	$R_p(\Omega.cm^2)$	$C_{dc}(\mu F/cm^2)$
100-100	161.0	97.62	57.59	98.87	22.19	127.6
200-200	182.5	79.06	72.11	87.32	25.51	124.7
300-300	289.3	69.55	75.27	74.70	26.54	93.53
400-400	304.8	64.33	85.22	66.80	26.88	75.53

✓ L'efficacité inhibitrice calculée à 20 °C à partir des valeurs de la résistance de transfert de charge croît avec la concentration en inhibiteur et atteint une valeur maximale de **90.99** % en présence d'une concentration de 400-400 ppm d'un mélange équivalent pour les deux extraits butanolique des deux plantes.

✓ L'addition de l'inhibiteur diminue la valeur de la capacité de la double couche C_{dl} et augmentent celle de la résistance de transfert de charge. Cela peut être attribué à l'adsorption des molécules contenues dans l'inhibiteur à la surface de l'acier formant une couche protectrice.

✓ Les essais menés sur l'effet de la température, dans l'intervalle 20-50 °C, ont montré que l'augmentation de la température provoque une nette diminution de l'efficacité inhibitrice.

IV.4.2. Les courbes de polarisation

Les figures (IV.5),(IV.6), (IV.7) , (IV.8) présentes le tracé des courbes de polarisation en absence et en présence de mélange de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à des températures (20,30 ,40,50°C).

Résultats Tafel pour 20°c

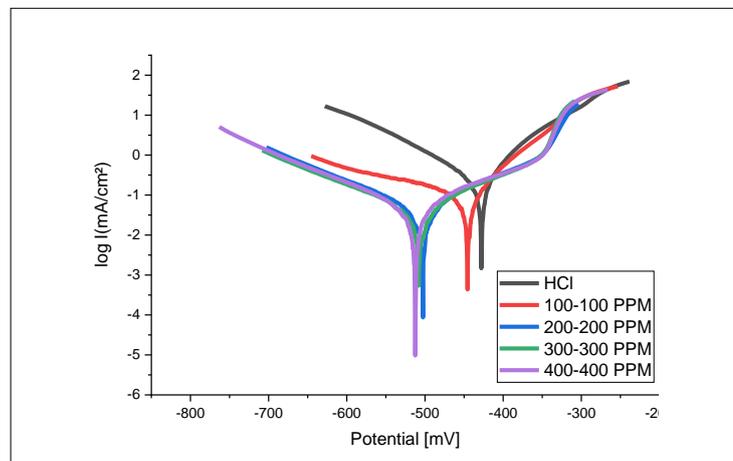


Figure (IV.11) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 20°.

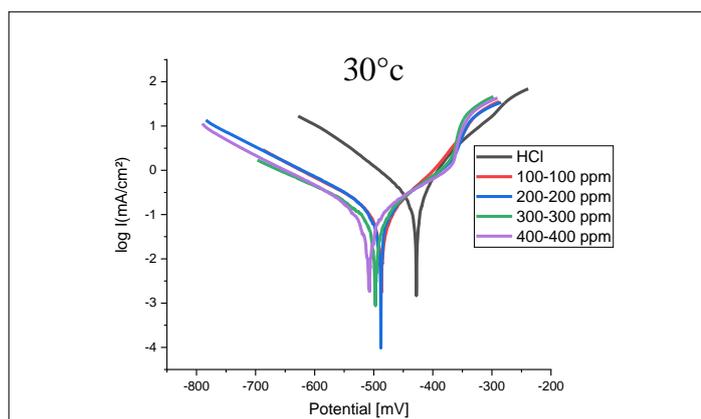


Figure (IV.12) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 30°.

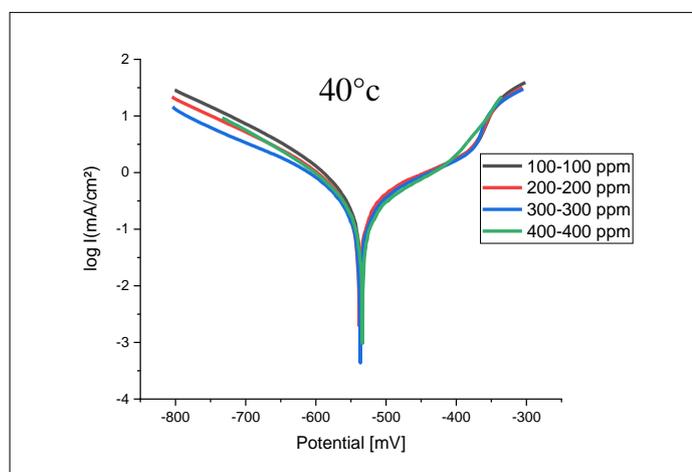


Figure (IV.13) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 40°.

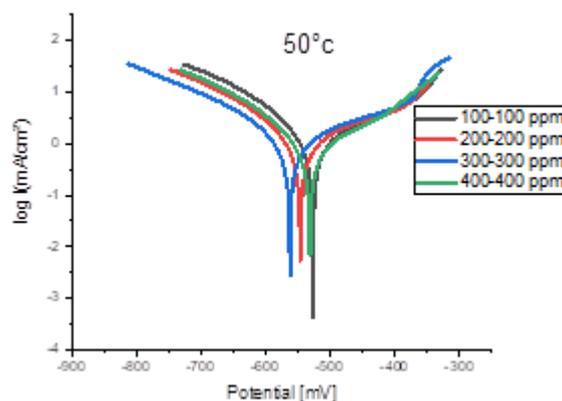


Figure (IV.14) : Courbes de polarisation en absence et en présence de l'EBOFI et l'EBAIV dans une solution de HCl 1M à température 50°.

Les tableaux (IV.09), (IV.10). Regroupe les valeurs des paramètres électrochimiques déterminés à partir des courbes de polarisation.

Le tableau (IV.09) : les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M sans et avec l'ajout des différentes concentrations de mélange l'EBOFI et l'EBAIV a température 20°C

Tableau (IV.09) : les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M a 20°C

C(ppm)	-E(mV)	i_{corr} (mA/cm ²)	βa (mV/dec)	$-\beta c$ (mV/dec)	θ	EI%
0	427.8	0.3402	75.1	113.4	/	/
100-100	445.2	0.1351	69.5	296.6	0.6028	60.28
200-200	502.9	0.0306	102.4	117.2	0.9100	91.00
300-300	508.7	0.0255	102.7	116.7	0.9250	92.50
400-400	511.9	0.0240	103.4	109.5	0.9294	92.94

Le tableau (IV.10) : Les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M sans et avec l'ajoute des concentrations de mélange l'EBOFI et l'EBAIV à différentes température (30,40,50°C).

Tableau (IV.10) : Les paramètres électrochimiques, taux de recouvrements et l'efficacité inhibitrice de l'acier APLI5 grade B dans HCl 1M à différentes température (30,40,50°C).

C (ppm)	30°C			40°C			50°C		
	i_{corr} (mA/ cm ²)	βa (mV/dec)	$-\beta c$ (mV/dec)	i_{corr} (mA/ cm ²)	βa (mV/dec)	$-\beta c$ (mV/d ec)	i_{corr} (mA/ cm ²)	βa (mV/dec)	$-\beta c$ (mV/dec)
0	0.3402	5.1	13.4	0.3402	5.1	13.4	0.3402	5.1	13.4
100-100	0.1146	8.4	45.8	0.9174	42.6	79.0	2.9350	11.1	82.9
200-200	0.0961	100.1	39.2	0.5726	32.8	70.4	1.8701	39.1	67.3
300-300	0.0730	4.0	47.7	0.4676	28.1	89.5	1.8455	76.6	95.0
400-400	0.0610	9.6	27.1	0.3887	11.4	43.5	1.6937	84.5	61.7

Pour la synergie entre les deux plantes pour toutes les concentrations de 100-400 ppm, les courbes de Tafel obtenues ont la même allure, l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur déplace le potentiel de corrosion vers le domaine anodique, et diminue les

densités de courant des branches cathodiques et anodiques par rapport à la courbe obtenue en absence d'inhibiteur.

L'augmentation de la concentration en inhibiteur fait augmenter le potentiel de corrosion de -445.2 à 511.9 mV, diminuer la densité de courant de 0.1351 à 0.0240 mA.cm⁻², ce qui est en concordance avec nos observations précédentes, ainsi que l'augmentation de l'efficacité inhibitrice jusqu'à 92.94 % obtenue à 20 °C.

Références Bibliographique

- [1] Pitchaipillai, M., et al., *Benevolent behavior of Kleinia grandiflora leaf extract as a green corrosion inhibitor for mild steel in sulfuric acid solution*. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2014. **21**(11): p. 1083-1095.
- [2] Popova, A., et al., *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**(1): p. 33-58.
- [3] Hodaifa, G., et al., *Kinetic and thermodynamic parameters of iron adsorption onto olive stones*. Industrial crops and products, 2013. **49**: p. 526-534.
- [4] Ali, S.A., et al., *The isoxazolidines: the effects of steric factor and hydrophobic chain length on the corrosion inhibition of mild steel in acidic medium*. Corrosion science, 2005. **47**(11): p. 2659-2678.
- [5] Lebrini, M., et al., *Corrosion inhibition by Isertia coccinea plant extract in hydrochloric acid solution*. Int. J. Electrochem. Sci, 2011. **6**(7): p. 2443-2460.
- [6] Singh, A., S. Mohapatra, and B. Pani, *Corrosion inhibition effect of Aloe Vera gel: gravimetric and electrochemical study*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2016. **33**: p. 288-297.

Conclusion general

Conclusion Générale

Les résultats obtenus de l'inhibition de la corrosion de l'acier APLI5 grade B dans 1M HCl, en absence et en présence d'un mélange de synergie entre les deux plantes, sont comme suit :

- Par la méthode gravimétrique :

- En fonction de la concentration, l'efficacité maximale obtenue à 400-400 ppm pour chaque inhibiteur après 2h d'immersion, est de 83.56%.
- L'adsorption suit le model de Langmuir.

- Par la méthode transitoire (EIS) :

- Une efficacité inhibitrice obtenue pour la synergie est de **90.99%**.
- Les valeurs de EI sont plus faibles que celles mesurées en Présence d'inhibiteur. Cependant, on peut noter que ces valeurs sont dépendantes de la concentration en inhibiteur. Ceci peut s'expliquer par un renforcement des propriétés protectrices de la couche oxyde-inhibiteur qui induit une augmentation des valeurs de R_{ct} [4].
- Les courbes d'impédances montrent également que ces inhibiteurs s'adsorbent à la surface métallique avec l'augmentation de la résistance de polarisation et la diminution de la capacité de la double couche qui peut être attribuée à l'adsorption de ces extraits par formation d'un film (couche protectrice) sur la surface de l'acier.

A la lumière des résultats obtenus au cours de cette étude, l'utilisation des inhibiteurs verts améliore la résistance de l'acier à la corrosion dans l'HCl. Particulièrement dans le cas de la synergie entre l'*O.F. I* et *Inula Viscosa*, dont l'action a été prouvée.