

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE
MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT
Thème

**Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier X60 par
l'extrait éthanolique du *moringa oleifera* en milieu NaCl 3%**

Présenté par : **M. SADAoui Mourad**

Soutenu publiquement, le : 30 /06/2024 devant le jury composé de :

M^{me} AIDER ép. AMEUR Nadia	Professeure	UMMTO	Présidente
M^{me} BOUGHRARA ép. MOHELLEBI Dalila	Professeure	UMMTO	Encadrante
M^{me} IDIRI ép. KARRICHE Naima	MAA	UMMTO	Co- Encadrante
M^{me} REKEB ép. HAMROUN Leyla	MCB	UMMTO	Examinatrice

Session 2023/2024

Remerciements

Mes premiers remerciements à DIEU qui m'a accompagné tout au long de mon parcours d'étude.

Un grand remerciement est adressé à Monsieur BOUDINAR Salem, directeur du laboratoire LPCM, de m'avoir accepté au sein de son équipe et pour la confiance qu'il m'a accordé.

Ensuite, je souhaite remercier chaleureusement mon encadrante, Mme BOUGHERRA Dalila, Professeure à l'université MOULOUD MAMMERRI de TIZI-OUZOU, pour ses précieux conseils, sa confiance et sa patience. Elle a toujours été à mon écoute et disponible tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Je souhaite également remercier Madame IDIRI Naima, ma co-encadrante, qui m'a formé et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de pédagogie.

Mes remerciements sont également adressés à Madame AIDER Nadia, Professeure au sein de l'UMMTO, pour l'honneur qu'elle me fait, en acceptant de présider ce jury.

J'exprime mes remerciements respectueux à Madame REKEB Leila, Maitre de conférences à la Faculté de sciences de l'UMMTO, pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant d'expertiser ce travail, en tant que spécialiste dans le domaine.

J'adresse mes remerciements à tous les travailleurs de l'université MOULOUD MAMMERRI de TIZI-OUZOU et les membres du laboratoire en particulier à Monsieur MEZOUK Tahar et aux doctorants Monsieur MOUSSOUNI Hocine et Monsieur KELLOU Hamza.

Enfin, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué à mon parcours et à cette réalisation.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à ces personnes exceptionnelles qui ont consacré tant d'années et d'efforts pour façonner la personne que je suis devenue aujourd'hui, mes chers parents.

A mes chers frères et sœurs.

A tous mes amis

*« BELKASMI.M ,Meziani .N ,OUKIL .M ,
OUKHÉLIFA .N » .Mes collègues de promotion .*

*A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin lors de
la réalisation de ce travail.*

Mourad

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1. Généralités sur la corrosion	2
I.1.1. Définition.....	2
I.1.2. Formes de corrosion	2
I.1.3. Diagramme E-pH	3
I.1.4. Facteurs de corrosion	4
I.1.5. Moyens de prévention et de protection	4
I.2. Inhibiteurs de corrosion	5
I.2.1. Définition	5
I.2.2. Propriétés des inhibiteurs	5
I.2.3. Classement des inhibiteurs	5
I.2.3.1. Selon leur nature	6
I.2.3.2. Selon le mécanisme d'action électrochimique	6
I.2.3.3. Selon le mécanisme réactionnel	6
I.2.4. Inhibiteurs de corrosion en milieu chloruré.....	7
I.2.5. Limitation des inhibiteurs classiques	7
I.2.6. Inhibiteurs de corrosion verts	8
I.3. <i>Moringa oleifera</i> comme inhibiteur	9
I.3.1. Présentation de la plante	9
I.3.2. Classification taxonomique et appellations du <i>Moringa oleifera</i>	9
I.3.3. Description botanique	9

I.3.4. Écologie du <i>Moringa oleifera</i>	11
I.3.5. Composition chimique des différentes parties de la plante	11
I.3.6. Propriétés chimiques	12
I.3.7. Applications du <i>Moringa oleifera</i>	13
I.4. Procédés d'extraction	13
I.4.1 Distillation à l'eau « Hydrodistillation »	14
I.4.2. Entraînement à la vapeur d'eau « Vapo-hydrodistillation »	14
I.4.3. Extraction par solvant organique	14
I.4.4. Extraction par macération	14
I.4.5. Extraction par Soxhlet	15
I.5. Etat de l'art sur les inhibiteurs verts de la corrosion de l'acier	16

Chapitre II : Matériel et méthodes expérimentales

II.1. Matériau et électrolytes	17
II.1.1. Matériaux	18
II.1.2. Préparation de l'état de surface de l'électrode de travail et des échantillons ..	18
II.1.3. Préparation des extraits de feuilles du <i>Moringa oleifera</i>	18
II.1.4. Préparation des milieux corrosifs	19
II.2. Description des mesures électrochimiques	20
II.2.1. Cellule électrochimique	21
II.2.2. Electrode de travail	21
II.2.3. Electrode de référence	21
II.2.4. Electrode Auxiliaire	22
II.3. Appareillage expérimental	22
II.4. Techniques de mesures	23

II.4.1. Méthode gravimétrique	23
II.4.2. Méthodes électrochimiques	24
II.4.2.1. Techniques stationnaires	24
II.4.2.2. Techniques transitoires : Spectroscopie d'impédance électrochimique	27
II.5. Techniques de caractérisation et d'analyse de surface	31
II.5.1. Analyse Infrarouge	31
II.5.2. Analyse UV-Visible	32
II.5.3. Microscopie optique	33

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Analyse FTIR de l'extrait de <i>Moringa oleifera</i>	34
III.2. Analyse UV-Visible	35
III.3. Etude gravimétrique	36
III.4. Caractérisation de surface	37
III.5. Analyse des résultats électrochimiques	39
III.5.1. Potentiel a circuit ouvert	39
III.5.2. Courbes de polarisation	40
III.5.3. Impédance électrochimique	43
Conclusion générale	49
Perspective	50
Résumé et Abstract	

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Diagramme de corrosion du fer dans l'eau ($C = 10^{-6}$ mole/L)	3
Figure I.2 : Diagrammes d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion dû à la présence d'un inhibiteur anodique, cathodique ou mixte	6
Figure I.3 : Arbre de <i>Moringa oleifera</i> L.....	10
Figure I.4 : Branches de la plante <i>Moringa oleifera</i>	10
Figure I.5 : Feuilles de la plante <i>Moringa oleifera</i>	10
Figure I.6 : Fleurs de la plante <i>Moringa oleifera</i>	10
Figure I.7 : Fruits de <i>Moringa oleifera</i>	11
Figure I.8 : Graines de <i>Moringa oleifera</i>	11
Figure I.9 : Racines de <i>Moringa oleifera</i>	11
Figure I.10 : Schéma d'un montage d'hydrodistillation	14
Figure I.11 : Schéma d'un montage d'entraînement à la vapeur d'eau	14
Figure I.12 : Schéma d'un montage d'extraction par solvant organique.....	14
Figure I.13 : Schéma d'un montage d'extraction par macération.....	15
Figure I.14 : Schéma d'un montage d'extraction par Soxhlet	15

Chapitre II

Figure II.1 : Photographie de l'appareillage de polissage.....	18
Figure II.2 : Montage de l'extraction au Soxhlet	18
Figure II.3 : Photographie de la cellule électrochimique à trois électrodes	21
Figure II.4 : Structure d'électrode de travail.....	21
Figure II.5 : Photographie du Potentiostat /Galvanostat	22
Figure II.6 : Différentes allures possibles des courbes du potentiel	24
Figure II.7 : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel	26
Figure II.8 : Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation	27

Figure II. 9 : Représentation du diagramme d'impédance dans le plan de Nyquist dans le cas d'un processus de transfert de charge	28
Figure II. 10 : Diagramme d'impédance dans le plan de Bode dans le cas d'un processus de transfert de charge	29
Figure II.11 : (a) Diagramme d'impédance décentré sous l'axe des réels;(b) circuit électrique équivalent d'une interface présentant un CPE.....	30
Figure II.12 : Diagramme d'impédance dans le cas des réactions hétérogènes.....	31
Figure II.13 : Photographie de l'appareillage Infrarouge (IR)	32
Figure II.14: Photographie de l'appareillage UV-Visible	32
Figure II.16 : Photographie du microscope optique.....	33

Chapitre III

Figure III.1 : Analyse Spectroscopique Infrarouge (IR) de l'extrait éthanolique de <i>Moringa oleifera</i>	34
Figure III.2 : Analyse UV-visible de l'extrait éthanolique de <i>Moring oleifera</i>	35
Figure III. 3 : Photographie des échantillons après immersion de 7 et 15 jours dans les différentes concentrations de l'extrait <i>Moringa oleifera</i>	36
Figure III.4 : Variation de V_{cor} et EI en fonction de la concentration et du temps d'immersion	37
Figure III.5 : Images microscopiques des échantillons d'acier à différentes concentrations de l'inhibiteur <i>Moringa oleifera</i>	38
Figure III.6 : Suivi du potentiel en circuit ouvert de l'acier X60 immergé dans une solution NaCl 3% à différentes concentrations de l'extrait des feuilles <i>Moringa Oleifera</i>	39
Figure III.7 : Courbes de polarisation de l'acier A60 après 1h d'immersion dans une solution NaCl 3% à différentes concentrations de l'extrait des feuilles de <i>Moringa oleifera</i> , à 1 mV/s	41
Figure III.8 : Exemple d'analyse des courbes de polarisation.....	41
Figure III.9 : Diagrammes d'impédance de l'acier X60 après 1 h d'immersion dans la solution NaCl 3% à différentes concentrations de MO en représentation de (a) Nyquist (normalisés et corrigés de la chute ohmique), (b) Phase Bode et (c) Module Bode.....	43

Figure III.10 : Efficacité inhibitrice de la corrosion de l'acier X60 du moringa oleifera dans une solution NaCl 3% par différentes méthodes .

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : Principaux facteurs de corrosion	4
Tableau I.2 : Substances naturelles ou végétales utilisées comme inhibiteurs verts de corrosion.....	8
Tableau I.3 : Classification du <i>Moring oleifera</i>	9
Tableau I.4 : Composants chimiques de <i>MoringaOleifera</i>	12

Chapitre II

Tableau II.1 : Composition chimique (% massique) de l'acier API X60	17
--	----

Chapitre III

Tableau III.1 : Valeurs de la vitesse de corrosion et de l'efficacité d'inhibition après immersion (7/15jours) dans les différentes concentrations de l'extrait	36
Tableau III.2 : Paramètres électrocinétiques extraits de la Fig. III.7.....	42
Tableau III.3 : Valeurs des paramètres électriques obtenues des mesures de SIE.....	45

Liste des abréviations

E-pH : Diagramme potentiel hydrogène.

Ep : potentiel de protection

pH : Potentiel hydrogène.

NACE : La National Association of Corrosion Engineers.

VDW: Van der Waals.

MO : *Moringa oleifera*.

EEMO : Extrait éthanolique du *Moringa oleifera*.

ESH : Électrode standard à hydrogène.

GPES: General Purpose Electrochemical System.

FRA : Frequency Response Analysis.

SIE : Spectroscopie d'impédance électrochimique.

OCP : Potentiel en circuit ouvert.

C_{inh} : Concentration de l'inhibiteur.

E_{corr} : Potentiel de corrosion.

I_{corr} : Courant de corrosion.

b_a : Pente de Tafel anodique.

b_c : Pente de Tafel cathodique.

ω : Pulsation du signal .

R_s : Résistance de la solution.

R_{tc}: Résistance du transfert de charge.

R : résistance.

C : Capacité.

L : Inductance.

W : Impédance de Warburg.

PP : polarisation potentiodynamique.

RP : Résistance de polarisation.

θ : Recouvrement.

EI : Efficacité d'inhibition.

Introduction générale

La corrosion des métaux représente un défi majeur et coûteux dans de nombreux secteurs industriels. L'acier, largement utilisé pour sa robustesse et sa disponibilité à grande échelle, est particulièrement vulnérable à ce processus destructeur causé par des réactions électrochimiques avec l'environnement. Cette détérioration engendre une dégradation progressive du métal entraînant des modifications de ces propriétés souvent accompagnées d'une dégradation fonctionnelle qui diminue la durabilité des équipements métalliques, ce qui engendre d'importantes pertes économiques et pose des risques pour la sécurité des installations.

Les solutions conventionnelles pour prévenir la corrosion incluent la conversion en aciers inoxydables, les revêtements de surface, la protection cathodique et l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion. Cependant, ces méthodes présentent des limites, notamment leur coût élevé, leur impact environnemental et leur efficacité variable dans des environnements corrosifs sévères. Les inhibiteurs de corrosion classiques, souvent basés sur des composés inorganiques tels que les chromates et les phosphates, sont efficaces mais posent des problèmes de toxicité et de durabilité.

Face à ces défis, l'hypothèse de cette recherche repose sur l'utilisation d'un inhibiteur de corrosion naturel et durable : l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera*. Cette plante, réputée pour ses propriétés antioxydantes et ses composés bioactifs tels que les tanins et les flavonoïdes, présente un potentiel prometteur pour inhiber la corrosion de l'acier dans des milieux corrosifs agressifs.

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer l'efficacité de cet extrait dans la protection contre la corrosion de l'acier et de comprendre les mécanismes sous-jacents impliqués dans cette protection. Cette étude vise à mettre en lumière les inhibiteurs de corrosion verts en offrant des nouvelles perspectives pour l'application pratique des ressources naturelles dans l'industrie de la protection des matériaux métalliques.

Le présent mémoire se structure en **trois chapitres** distincts, visant à explorer l'utilisation de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera* comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans un milieu NaCl à 3% en poids.

Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique sur la corrosion des métaux, les facteurs influençant sur ce phénomène, ainsi que les méthodes de prévention existantes et les inhibiteurs de corrosion, avec un accent particulier sur les inhibiteurs verts et le potentiel du *Moringa oleifera*.

Le deuxième chapitre détaille la méthodologie expérimentale utilisée pour évaluer l'efficacité de l'extrait de *Moringa oleifera* comme inhibiteur de corrosion. Cela inclut la préparation des échantillons, la mise en place des électrolytes corrosifs, les techniques électrochimiques employées et les méthodes de caractérisation des surfaces métalliques.

Le troisième chapitre présente les résultats obtenus à travers diverses analyses de l'extrait de *Moringa oleifera*, les études gravimétriques, les caractérisations de surface et les résultats électrochimiques, ainsi que leurs interprétations.

Nous clôturons ce travail par une conclusion générale qui résume l'essentiel des résultats obtenus et quelques perspectives pour la continuité de ce travail.

Chapitre I :

Etude bibliographique

I.1. Généralités sur la corrosion

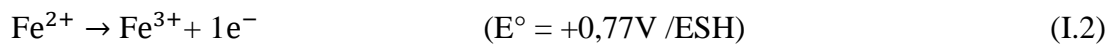
I.1.1. Définition

La corrosion est la détérioration des matériaux par interaction physico-chimique avec leur environnement, entraînant des modifications des propriétés du métal souvent accompagnées d'une dégradation fonctionnelle de ce dernier (altération de ses propriétés mécaniques, électriques, etc.) [1].

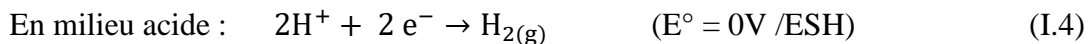
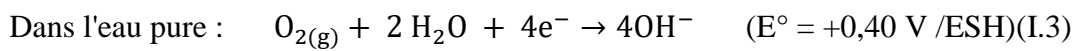
En fonction du milieu dans lequel elle se produit, la corrosion est dite sèche quand elle apparaît dans les environnements gazeux, et humide lorsqu'elle a lieu dans les électrolytes liquides [2]. La corrosion humide est souvent de nature électrochimique qui se produit par la formation de piles à la surface de l'acier. En pratique, ces piles se forment dès qu'il y'a hétérogénéité à la surface de l'acier en formant des zones anodiques et cathodiques, dans lesquelles se produisent deux réactions électrochimiques élémentaires (oxydation et réduction). [3]

- L'oxydation de l'acier (assimilée ici à celle du fer) :

$$\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{2+} + 2 e^{-} \quad (E^{\circ} = -0,44\text{V} / \text{ESH}) \quad (\text{I.1})$$



- Réduction d'espèces oxydantes présentes au sein de la solution (oxygène dissous):



I.1.2. Formes de corrosion

Divers types de corrosion peuvent être observés, chacun se manifestant par des altérations spécifiques des propriétés physiques du métal (changements dans la structure, la dureté, la conductivité, l'apparence du métal), affectant ainsi sa performance et sa durabilité [2].

- **Corrosion uniforme**

La corrosion uniforme se caractérise par une perte de matière relativement régulière sur toute la surface du métal. Dans ce cas, le métal est dans un état actif. Cette forme de corrosion peut être facilement contrôlée en mesurant la perte de poids ou en surveillant la diminution d'épaisseur du métal [2].

- **Corrosion par piqûres**

La corrosion par piqûres se caractérise par une attaque localisée en certains points de la surface, créant des piqûres ou des cavités. Cette forme de corrosion est généralement provoquée par certains anions agressifs, notamment les halogénures tels que les chlorures, agissant sur des métaux protégés par un film d'oxyde mince, tels les métaux ou alliages passivés (les aciers inoxydables, les alliages d'aluminium). Ce processus de corrosion comprend au moins deux étapes : l'amorçage, qui survient lors de la rupture locale de la passivité, et la croissance ou propagation ultérieure des piqûres [2].

I.1.3. Diagramme E-pH

Le diagramme potentiel-pH (ou diagramme de Pourbaix) du fer illustre les réactions électrochimiques possibles du fer en fonction de son potentiel électrochimique (E) et du pH de la solution environnante. Il permet de comprendre le comportement à la corrosion du fer dans différents milieux. **Fig. I.1** présente le diagramme E-pH du fer dans les conditions standard (T=25°C, P=1 atm) et pour la concentration de 10^{-6} M en ions fer dissous (concentration à laquelle la corrosion est perceptible). [4]

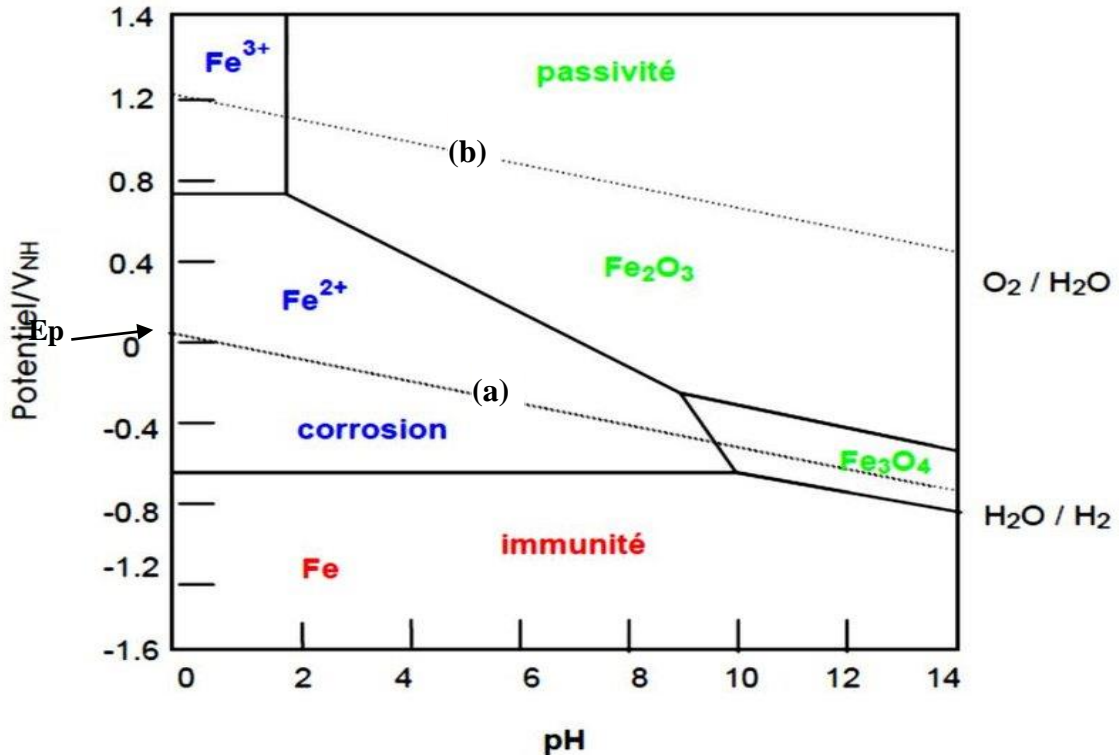


Figure I.1: Diagramme de Pourbaix du fer dans l'eau ($C=10^{-6}$ mole/L). [4]

Ce diagramme comprend trois domaines importants :

Domaine d'immunité : Quelque soit le pH et pour des potentiels faibles ($< E_p$: potentiel de protection), le fer se trouve dans une région où il est électrochimiquement stable et résistant à la corrosion.

Domaine de passivation : À des pH neutres ou légèrement alcalins et à des potentiels modérés, le fer peut former un film d'oxyde passif à sa surface, le protégeant plus ou moins de la corrosion.

Domaine de corrosion active : À faibles pH (acides) et des potentiels élevés ($> E_p$), le fer est sujet à une corrosion active. Dans cette zone du diagramme, le fer subit une oxydation, entraînant sa corrosion et la libération d'ions ferreux dans la solution. Le seuil de corrosion est atteint lorsque la concentration molaire en ions métalliques provenant du métal corrodé atteint sa concentration 10^{-6} M dans la solution, marquant ainsi le début du processus de corrosion.

Domaine de stabilité de l'eau : c'est la région délimitée par les droites parallèles. Les espèces partageant leurs domaines avec celui de l'eau sont stables dans l'eau. Par conséquent le fer métallique, qui se trouve en dehors du domaine de l'eau est donc instable dans l'eau.

I.1.4. Facteurs de corrosion

La corrosion dépend d'un grand nombre de facteurs, dont nous avons dressé une liste, comme indiqué par Portevin[5] (**Tab. I.1**). Elle implique deux "partenaires" ; le réactif et le matériau. En ce qui concerne ce dernier, il est essentiel de noter que la connaissance de la composition chimique est nécessaire mais insuffisante ; les traitements thermiques et mécaniques subis par le matériau jouent également un rôle crucial dans le processus de corrosion.

Tableau I.1: Principaux facteurs de corrosion.[5]

Facteurs du milieu corrosif	Facteurs métallurgiques	Facteurs définissant les conditions d'emploi	Facteurs dépendant du temps
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Concentration du réactif ➤ Teneur en oxygène ➤ Température ➤ Pression 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Procédés d'élaborations ➤ Impuretés ➤ Traitements thermique 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Etat de surface ➤ Formes des pièces ➤ Emploi d'inhibiteur ➤ Procèdes d'assemblage 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Vieillessement ➤ Tension mécaniques ➤ Modifications des revêtements protecteurs

I.1.5. Moyens de prévention et de protection

La solution à choisir doit être en adéquation avec les réglementations en matière de protection de l'environnement et faciliter le recyclage ou l'élimination des différents composants à la fin de leur utilisation. Voici quelques-unes des techniques de protection contre la corrosion :

a. Choix des matériaux résistants : C'est la méthode de protection immédiate, la plus fiable, qui consiste à prévenir la corrosion en choisissant des matériaux naturellement résistants aux environnements agressifs. Cette méthode prend en compte la protection contre la corrosion dès la phase de conception d'une installation afin d'assurer une certaine durée de vie. Par exemple, l'utilisation d'acier inoxydable dans des environnements corrosifs comme les milieux acides est courante en raison de sa résistance à la corrosion.

b. Maintenance régulière: Une surveillance continue et une maintenance régulière des équipements et des installations peuvent aider à détecter les signes de corrosion et à prendre des mesures préventives avant que des dommages importants ne se produisent.

c. Contrôle de l'environnement : Modifier l'environnement chimique ou physique autour du métal peut également être une stratégie efficace pour prévenir la corrosion. Cela peut inclure le contrôle de l'humidité, du pH ou de la température de l'environnement [6].

d. Par passivation : La passivation est le processus par lequel un matériau métallique développe une couche protectrice à sa surface, généralement invisible, qui ralentit ou prévient l'attaque corrosive. Cette couche, lorsqu'elle possède des propriétés spécifiques telles que l'insolubilité dans le réactif, la continuité, l'imperméabilité, l'adhérence, la non-fragilité et la capacité à se reformer après une destruction locale, offre une autoprotection au matériau, lui permettant d'être utilisé sans nécessiter de protection supplémentaire contre la corrosion [6].

e. Par revêtements: Ces revêtements peuvent être soit :

- **des revêtements métalliques :** par les procédés d'électrolyse, d'immersion, de diffusion, de placage ...).
- **des revêtements non métalliques :** par les procédés de phosphatation, oxydation, émaillage, revêtements organiques, peintures spéciales, laques et vernis. Ces derniers agissent comme une barrière physique entre le métal et l'environnement corrosif.

f. Protection électrochimique : L'objectif est de réduire le potentiel de dissolution dans les environnements corrosifs et de les ramener dans la zone d'immunité ($E < E_p$: protection cathodique) ou de passivation (protection anodique)

- **Protection cathodique :** Elle consiste à abaisser le potentiel métal-solution jusqu'à la zone d'immunité ($E < E_p$) tel que le métal joue le rôle de cathode. Elle se fait par courant imposé ou par anode sacrificielle.
- **Protection anodique :** Ici, on fait en sorte d'élever la tension métal-solution jusqu'à la zone de passivation tel que le métal joue le rôle d'anode.

j. Protection par inhibiteurs de corrosion : La réduction de l'agressivité des milieux corrosifs par l'ajout d'inhibiteurs est une pratique courante dans divers secteurs industriels, notamment le décapage, le détartrage, la stimulation des puits de pétrole et les circuits fermés. C'est un procédé facile à réaliser et souvent acceptable sur le plan économique. Consiste à intégrer des quantités minimales de produits chimiques, qu'ils soient synthétiques ou naturels, dans les environnements corrosifs. Ces inhibiteurs agissent en ralentissant ou en bloquant le processus de corrosion des métaux.

I.2. Inhibiteurs de corrosion

I.2.1. Définition

D'après la National Association of Corrosion Engineers (NACE), un inhibiteur est une substance chimique ajoutée à faible concentration dans un environnement corrosif, qui ralentit ou bloque le processus de corrosion dans le milieu environnant.[7]

I.2.2. Propriétés des inhibiteurs

Un inhibiteur de corrosion doit avoir divers critères pour être efficace, notamment [8-11] :

- Réduction de la vitesse de corrosion en préservant les propriétés physico-chimiques du métal, notamment sa résistance mécanique.
- Pouvoir maintenir sa stabilité vis-à-vis des constituants du milieu, surtout en ce qui concerne les agents oxydants.
- Être stable aux températures d'utilisations.
- Respecter les normes de non-toxicité.
- Être efficace à faible concentration.
- Être peu onéreux.

I.2.3. Classement des inhibiteurs

I.2.3.1. Selon leur nature

- **Inhibiteur organique :** Les inhibiteurs organiques sont généralement constitués de sous-produits de l'industrie pétrolière, possédant deux parties : une hydrophobe composée d'une

ou plusieurs chaînes hydrocarbonées et l'autre hydrophile, composée d'un ou plusieurs groupes fonctionnels, telles que : amine (-NH₂), hydroxyle (-OH), carboxyle (-COOH), mercapto ou thiols (-SH), phosphonate (-PO₃H₂), sulfonâtes (-SO₃H) et leurs dérivés (les groupes fonctionnels usuels). En général, ils contiennent un hétéroatome (N, O, S, P) susceptible d'échanger des électrons avec le métal [11].

- **Inhibiteur inorganique :** Les inhibiteurs minéraux sont utilisés le plus souvent en milieu proche de la neutralité, voire en milieu alcalin et plus rarement en milieu acide. Leurs produits de dissociation (anion /cation) assurent l'inhibition. Parmi les ions inhibiteurs, les plus importants sont les anions, les chromates, les molybdates, les silicates, les phosphates, et les cations Ca²⁺ et Zn²⁺. Ces inhibiteurs sont peu fréquemment utilisés, et la plupart sont soumis à des réglementations en raison de leur toxicité environnementales. [12]

I.2.3.2. Selon le mécanisme d'action électrochimique

On distingue trois types d'inhibiteurs tels que schématisé en **Fig. I.2** [13] :

- **Les inhibiteurs anodiques :** Ces inhibiteurs agissent au niveau de l'anode, en réduisant la densité du courant anodique, déplaçant ainsi le potentiel de corrosion vers des valeurs positives. Cela favorise la formation d'un film protecteur sur l'anode, empêchant la réaction chimique de la dissolution du métal (réaction anodique) [13].
- **Les inhibiteurs cathodiques :** Ces inhibiteurs agissent au niveau de la cathode, en déplaçant le potentiel de corrosion dans le sens négatif (valeur moins noble) et en s'opposant à la réduction de l'oxygène dissous ou des ions H⁺ (réaction cathodique). Ces inhibiteurs forment à pH élevé un film insoluble qui sert à protéger le métal [14].
- **Les inhibiteurs mixtes :** Ces inhibiteurs réduisent la vitesse des réactions anodiques et cathodiques, ce qui entraîne une diminution de la vitesse de corrosion, mais ont peu d'effet sur le potentiel de corrosion. Cela se produit en augmentant la résistance de la solution grâce à la formation d'un film à la surface du métal [15].

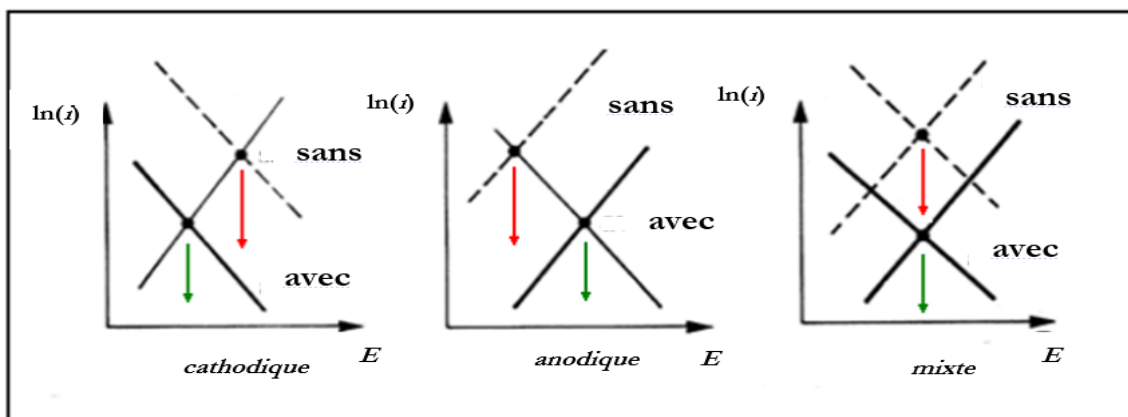


Figure I.2: Diagrammes d'Evans montrant le déplacement du potentiel de corrosion dû à la présence d'un inhibiteur anodique, cathodique ou mixte [13]

I.2.3.3. Selon le mécanisme réactionnel

- **Par adsorption :** Les molécules de l'inhibiteur se fixent à la surface du métal et réduisent les interactions interface/solution, ainsi la vitesse et le taux de corrosion, en

formant un film qui recouvre une partie de la surface. Cette adsorption peut se produire de deux manières [16] :

Physisorption par les liaisons de type forces de Van der Waals (VDW), les liaisons polaires et les liaisons hydrogène. Ce type d'adsorption préserve l'identité des molécules adsorbées, et restent intactes lorsqu'elles se fixent à la surface du métal.

Chimisorption par le partage d'électrons entre la surface métallique et la partie polaire de la molécule inhibitrice, conduisant à la formation de liaisons chimiques (covalentes) plus stables et plus résistantes [17].

- **Par passivation** : La passivation, entraîne une diminution de la vitesse corrosion grâce à la formation d'une couche protectrice appelée film passif. Ce film, généralement créé par un processus d'oxydation, agit comme une barrière physique contre les agents corrosifs.
- **Par précipitation** : La précipitation de certains composés des inhibiteurs (sels minéraux, complexes) crée des films sur l'interface métal qui bloquent la dissolution anodique en réduisant la présence d'oxygène à la surface [18].

I.2.4. Inhibiteurs de corrosion en milieu chloruré

Les milieux chlorurés sont des environnements riches en ions chlorure, comme l'eau de mer ou les solutions salines industrielles. Les chlorures agissent en tant qu'agents catalytiques, accélérant la dissolution des couches de métal. En particulier, la formation de chlorures métalliques solubles peut entraîner la déstabilisation des films passivant, exposant ainsi la surface métallique à une corrosion accrue. De plus, les chlorures peuvent également participer à des réactions électrochimiques qui favorisent la formation d'espèces corrosives telles que les ions oxygène et hydrogène [19].

Les inhibiteurs utilisés dans ces milieux, agissent principalement en formant une couche protectrice à la surface du métal, bloquant ainsi les réactions électrochimiques responsables de la corrosion. Les composés tels que les phosphonates, les chromates, et les benzotriazoles sont couramment utilisés pour leur efficacité à inhiber la corrosion en présence de chlorures.

Les mécanismes d'action des inhibiteurs comprennent l'adsorption à la surface métallique, la formation de complexes insolubles avec les ions métalliques, et la modification des propriétés électrochimiques du milieu. L'efficacité de ces inhibiteurs dépend de plusieurs facteurs, tels que la concentration en chlorures, le type de métal, et les conditions environnementales.

I.2.5. Limitation des inhibiteurs classiques

Les inhibiteurs classiques, en particulier les composés organiques contenant des groupes fonctionnels tels que l'azote, le soufre et l'oxygène, sont efficaces pour prévenir la corrosion, mais leur coût élevé et leur toxicité importante pour les êtres humains et l'environnement posent problème [20]. Par conséquent, le développement d'inhibiteurs de corrosion non toxiques et biodégradables est devenu essentiel.





Les recherches récentes sont axées sur le développement d'inhibiteurs plus respectueux de l'environnement et efficaces à faibles concentrations, utilisant des composés organiques biodégradables pour améliorer les performances anticorrosion. Ces avancées sont cruciales


pour les industries maritimes, pétrolières, et de traitement des eaux, où la corrosion due aux chlorures représente un défi majeur pour la durabilité des infrastructures [21].

I.2.6. Inhibiteurs de corrosion verts

Les chercheurs portent leur attention sur les substances naturelles extraites des différentes parties de plantes (racines, graines,feuilles, tiges, fleurs et fruits) [22], ayant plusieurs propriétés physiques, chimiques et même biologiques. Les extraits de ces substances sont généralement utilisés dans le domaine médical (fabrication des produits pharmaceutique et compliments alimentaires). Ils sont écologiques, non toxiques, moins couteux et facilement biodégradables [23].À ce jour plus de 4000 articles traitent des extraits naturels comme inhibiteur de corrosion des métaux et alliages dans différents milieux agressifs. Ces recherches révèlent que les composés organiquescontenant les hétéroatomes N, S et O, ont montré une efficacité d’inhibition significative [24].Certaines de ces substances végétales sontcitéesdans le **tableau I.2**.

Tableau I.2 : Substances naturelles ou végétales utilisées comme inhibiteurs verts de corrosion.

Inhibiteur	Milieu	Métal	Efficacité	Référence
<p>OLEA EUROPAEA</p> 	2M HCl	Acier au carbone	93% à 900ppm	[25]
<p>ARGANIA SPINOSA</p> 	1MHCl	Acier ordinaire	97,3% à 5 g/L	[26]
<p>ROSEMARY</p> 	2M H ₃ PO ₄	Acier au carbone	73% à 10g/L	[27]
<p>MANGROVE TANNINS</p> 	NaCl et H ₃ PO ₄	Acier au carbone	90,1%	[28]
<p>NAUCLEA LATIFOLIA</p>	1M H ₂ SO ₄		feuille : 94,26%	[29]

			écorce : 91,58%	
			Racine : 75,26% à 0,4 g/L	

I.3. *Moringa oleifera* comme inhibiteur

I.3.1. Présentation de la plante

Moringa oleifera est souvent surnommé « l'arbre de la vie » en raison de sa polyvalence et de ses nombreuses utilisations bénéfiques pour l'homme et l'environnement. Originaires des montagnes de l'Himalaya en Inde, elle est de nos jours cultivée dans toutes les régions tropicales et subtropicales du monde [30]. En l'espace d'une décennie, *Moringa oleifera* est passée du statut de plante inconnue à celui de ressource alimentaire et économique prometteuse, suscitant l'intérêt des organisations non gouvernementales (ONG), des scientifiques et des entrepreneurs [31].

I.3.2. Classification taxonomique et appellations du *Moringa oleifera*

Moringa oleifera est une espèce appartenant au genre *Moringa*, situé dans la famille des *Moringaceae*. Cette famille compte plus de 80 espèces réparties dans environ 13 genres. Le genre *Moringa* comprend pour sa part 13 espèces, dont *Moringa oleifera* est la plus répandue.

Tableau I.3 : Classification du *Moringa oleifera* [32].

Règne	Végétal
Embranchements	Spermaphytes
Sous-embranchements	Angiospermes
Classes	Dicotylédones
Sous-classes	Dilleniida
Ordre	Capparidales
Famille	Moringaceae
Genre	<i>Moringa</i>
Espèce	<i>Moringa oleifera</i>

I.3.3. Description botanique

L'Arbre *Moringa oleifera* (Fig. I.3) est un arbre pérenne pouvant atteindre jusqu'à 12 mètres de hauteur, avec un diamètre pouvant aller jusqu'à 40 centimètres [33].

Le tronçest généralement droit, mais il est parfois très peu développé. En général, il atteint 1,5 à 2m de haut avant de se ramifier, bien qu'il puisse parfois atteindre les 3m [34].

Les branches du *Moringa oleifera* (Fig. I.4) ont tendance à croître de manière désordonnée, donnant ainsi à sa canopée une forme de parasol.

Les feuilles (Fig. I.5) sont caduques, duveteuses, recouvertes d'un duvet gris lorsqu'elles sont jeunes, et se développent principalement dans la partie terminale des branches, ont un long pétiole mesurant 20 à 70 cm de long, comptent 2 à 6 paires de pinnules comprenant chacune 2 à 5 paires de pinnules secondaires, divisées elles-mêmes en 1 à 2 paires de folioles opposés plus une foliole terminale à l'apex plus grande que les autres, de forme ronde ou ovale de 1 à 2 cm de long [35].

Les fleurs (Fig. I.6) sortent après 8 à 12 mois, et restent toute l'année. Sa floraison exubérante la rend une plante ornementale. L'inflorescence est en panicule axillaire et tombante de 10 à 25 cm, aux fleurs irrégulières mesurant 2,5cm de large. Ces dernières sont de couleur blanche tirant sur le crème, avec des points jaunes à la base, délicatement parfumées, se composent de 5 sépales sont symétriques et lancéolés, 5 pétales inégaux, sont minces et spatulés, symétriques à l'exception du pétale inférieur, et entourent, 5 étamines et 5 staminodes.



Figure 1.3: Arbre de *Moringa oleifera* L.



Figure 1.4 : Branches de la plante *Moringa oleifera*



Figure 1.5 : Feuilles de la plante *Moringa oleifera*.



Figure 1.6 : Fleurs de la plante *Moringa oleifera*.

Les fruits (Fig. I.7) forment des gousses à trois lobes, mesurant 20 à 60 cm de long et de 2 cm de diamètre, ses côtés forment un triangle, la capsule à une extrémité aiguë, une surface bosselée qui pendent des branches. Les fruits (gousses) sont initialement vert clair, minces et tendres, devenant finalement marron et ferme. Lorsqu'ils sont secs, ils s'ouvrent en trois parties, en libérant 12 à 35 graines de forme ronde. Un arbre peut produire 15000 à 25 000 graines par an.



Figure 1.7 : Fruits de *Moringa oleifera* .

Les graines (Fig. I.8) de couleur marron, ont une forme globulaire et possèdent trois angles distincts. Leur diamètre varie entre 10 et 12 mm, semi-perméable et présente une texture légèrement boisée. Autour de cette coque, on trouve trois ailes latérales de couleur blanche [36].



Figure 1.8 : Graines de *Moringa oleifera*

Les racines (Fig. I.9) sont blanches, gonflées et tubéreuses, émettant une odeur piquante caractéristique. Elles possèdent également des racines latérales, bien que celles-ci soient relativement clairsemées [37].



Figure 1.9 : Racines de *Moringa oleifera*

I.3.4. Écologie du *Moringa oleifera*

Le *Moringa oleifera* s'adapte à divers climats et types de sols, et aux conditions environnementales défavorables. Cette plante est connue pour sa croissance rapide et son haut rendement, tout en nécessitant moins d'eau que d'autres cultures, d'où son **abondance**. De plus, le *Moringa oleifera* a la capacité de fixer l'azote atmosphérique dans le sol, ce qui améliore la fertilité et réduit la dépendance aux engrais chimiques. Grâce à son système racinaire profond, il contribue à la stabilisation des sols et à la prévention de l'érosion.

Le fait que cette plante soit peu exigeante la rend abondante et facile à cultiver dans les régions tropicales et subtropicales, notamment à Tizi Ouzou en Algérie. La diversité des propriétés du *Moringa oleifera* en fait une plante prometteuse pour la protection de l'environnement [38].

I.3.5. Composition chimique des différentes parties de la plante

Chaque segment de la plante (MO) un éventail de nutriments et de substances bénéfiques tels que les vitamines, les minéraux, les acides aminés, les antioxydants, les flavonoïdes et les composés phénoliques. La composition chimique spécifique à chaque partie de *Moringa oleifera* est donnée dans **Tab. I.4**.

Tableau I.4 : Composants chimiques de *Moringa Oleifera*

Ecroc de la tige	<ul style="list-style-type: none"> • Moringine et Moringinine. • Phytostérols comme β-sitostérol, le β-sitostérone. • Glucosinolates comme le 4- (α-L-rhamnopyranosyloxy) benzylglucosinolate [39].
Les fleurs	<ul style="list-style-type: none"> • Acides aminés • Saccharose • D-glucose • Traces d'alcaloïdes, cire Flavonoïdes -quercétine, kaempférol, isoquercitrine, rhamnetine, kaempféritrine Minéraux - potassium, calcium [40]
Les branches	<ul style="list-style-type: none"> • Vanilline, β-sitostérol, β-sitosténone, 4-hydroxymelléine et acide octacosanoïque. [40]
Les feuilles	<ul style="list-style-type: none"> • Riche en Vit. A et C • Niazirin Et Niazirinine trois glycosides d'huile de moutarde, 4 - [(4'-O acétylalpha-L-rhamnosyloxy) benzyl] isothiocyanate. • Alcaloïde pyrrole (pyrrolemarumine 400-O-a-L-rhamnopyranoside) et 40-hydroxyphényléthanamide (marumosides A et B) • α et γ- tocophérol. [41]
Les graines	<ul style="list-style-type: none"> • 4- (alpha-l-rhamnopyranosyloxy) –benzylglucosinolate • Vitamine E (0,01%) et bêta-carotène (0,014%) • Un glycoside de formule moléculaire $C_{15}H_{20}O_7$ nommé moringyne. [42]

I.3.6. Propriétés chimiques

- **Propriétés antioxydants**

Les polyphénols présents dans les feuilles, les fruits, les racines et les graines de *Moringa oleifera* jouent un rôle crucial dans la protection de l'organisme contre le stress oxydatif. Les extraits des feuilles de cette plante renferment une diversité d'antioxydants, tels que l'acide ascorbique, les composés phénoliques et les caroténoïdes [42].

- **Propriétés anti-inflammatoires**

Certains glycosides phénoliques extraits des fruits et des graines de *Moringa oleifera* agissent sur l'oxyde nitrique (NO), un médiateur crucial impliqué dans les processus inflammatoires. Des études ont démontré que ces glycosides phénoliques peuvent significativement inhiber la production de cytokines inflammatoires [42].

- **Activité antibactérienne et antifongique**

Les racines de *Moringa oleifera* renferment un principe actif connu sous le nom de Pterygospermine, reconnu pour ses propriétés antibactériennes et antifongiques puissantes [43]. Des études récentes ont également mis en évidence que le jus frais des feuilles de *Moringa oleifera* est capable d'inhiber la croissance de micro-organismes tels que *Pseudomonas aeruginosa* et *Staphylococcus aureus*, selon les travaux de Caceres *et coll.* [44]. De plus, la consommation de graines de *Moringa oleifera* est associée à la prévention de plusieurs maladies parasitaires et bactériennes, à l'élimination des vers intestinaux, au soulagement des maux de ventre et des amygdalites [35].

- **Activité anticancéreuse et antitumorale**

Selon les études menées par Makonnen *et coll.*[45]en 1997, les feuilles de *Moringa* étaient envisagées comme une potentielle source d'activité anti-tumorale. De plus, les extraits de graines ont démontré leur efficacité sur les enzymes hépatiques impliquées dans le métabolisme des agents cancérogènes.

I.3.7.Applications du *Moringa oleifera*

- **Purification de l'eau**

Les graines de *Moringa* sont reconnues comme l'un des meilleurs coagulants naturels non toxiques pour la purification de l'eau [46]. Elles ont une capacité remarquable d'éliminer les métaux lourds tels que le plomb, le cuivre, le cadmium, le chrome et l'arsenic de l'eau [47]. Les eaux traitées par le *Moringa* attestent une réduction significative des paramètres physico-chimiques (pH, salinité, conductivité et turbidité), il en est de même pour les paramètres bactériologiques. Leur capacité antimicrobienne, qui inhibe la croissance bactérienne, renforce leur rôle dans la prévention des maladies hydriques.

- **Alimentation animale**

Les vertus nutritionnelles exceptionnelles du *Moringa* en font une source de fourrage de qualité supérieure pour les animaux tels que les bovins, les caprins et les ovins. En fournissant des protéines essentielles, le *Moringa* favorise leur développement et améliore leur santé. Sur le plan économique et de la productivité, le *Moringa* est une option très avantageuse [31]. Des expériences menées en Amérique centrale ont montré que l'alimentation à base de *Moringa* entraînait des performances techniques bien meilleures chez les bovins par rapport à une alimentation sans ce produit [48].

- **Industrie**

Les graines de *Moringa* offrent une application industrielle fascinante, la production de biodiesel à partir de biomasse. Ce biodiesel peut remplacer l'huile dérivée du pétrole (le pétrodiesel). C'est une alternative sans soufre ni composés aromatiques, et réduit les émissions de monoxydes, d'hydrocarbures et de particules [49]. De plus, ce biodiesel peut être utilisé comme lubrifiant dans des machines de précision telles l'horlogerie. L'huile extraite des graines de *Moringa* est une huile végétale comestible. Enfin, elle trouve des applications dans l'industrie cosmétique et des parfums en raison de sa qualité [50].

- **Pesticides**

Les extraits de feuilles et de graines de *Moringa* possèdent une activité biopesticide efficace contre les larves et les adultes de *Trogoderma granarium*. De plus, ils sont capables de réduire l'incidence des champignons sur les graines d'arachide [51], et limiter les maladies liées aux semences, particulièrement dans les sols humides [52].

I.4.Procédés d'extraction

I.4.1. Distillation à l'eau « Hydrodistillation »

Cette méthode chauffe la matière végétale avec de l'eau dans un ballon sur une source de chaleur l'hors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel (**Fig. I.10**). Les cellules végétales éclatent à ébullition, libérant les molécules odorantes qui sont alors entraînées par la vapeur d'eau, puis sont refroidies et condensées dans un réfrigérant. À ce stade, l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat simplement par différence de densité[53].

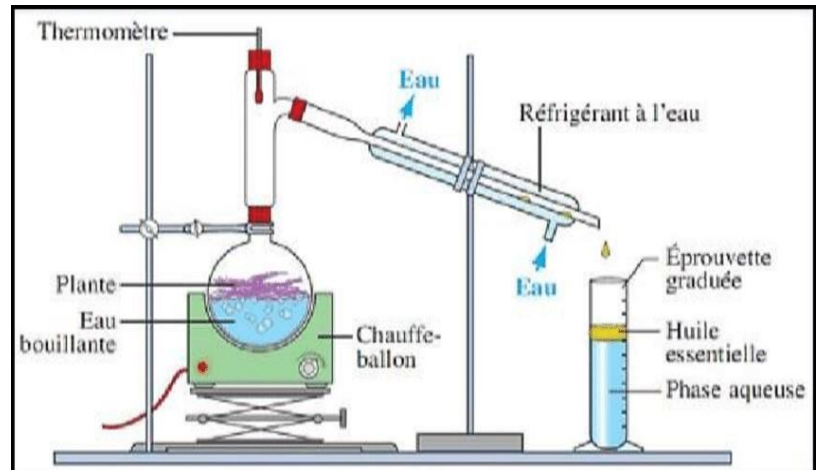


Figure 1.10 : Schéma d'un montage d'hydrodistillation.

I.4.2. Entraînement à la vapeur d'eau « Vapo-hydrodistillation »

C'est la méthode officielle pour obtenir des huiles essentielles. La matière végétale n'est pas en contact direct avec l'eau, mais placée au-dessus de la base de l'alambic (**Fig. I.11**). La vapeur d'eau fournie fait éclater les cellules végétales, et l'huile essentielle est ensuite entraînée par la vapeur d'eau qui se condensent dans un réfrigérant formant ainsi un système hétérogène qui permet leur séparation par décantation [54].

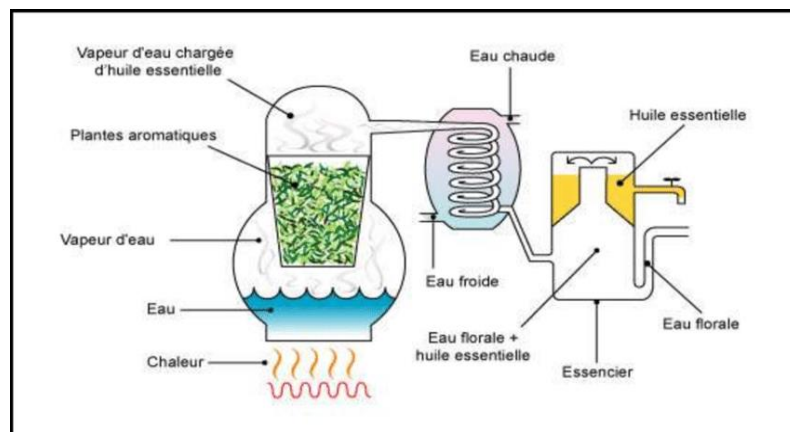


Figure 1.11 : Schéma d'un montage d'entraînement à la vapeur d'eau.

I.4.3. Extraction par solvant organique

Elle est basée sur la capacité de certains solvants organiques tels l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le dichlorométhane et l'acétone, à dissoudre les composants des huiles essentielles qui ne peuvent pas être extraites par distillation. Des lavages successifs, permettent de dissoudre les constituants solubles, puis les concentrer pour y être distillé en un résidu cireux, très coloré et très aromatique appelé « concrète », puis avec de l'alcool absolu, on obtient « l'absolue »[54].

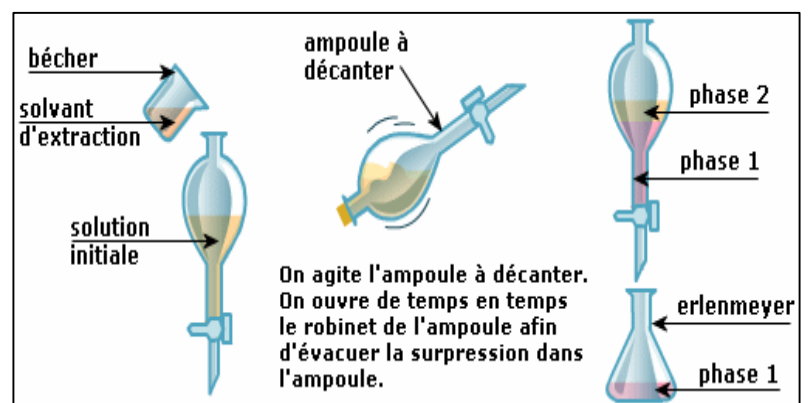


Figure 1.12 : Schéma d'un montage d'extraction par solvant organique.

I.4.4. Extraction par macération

La macération (**Fig. I.13**) consiste à immerger la matière solide végétale dans un solvant, généralement à température ambiante pour éviter la dégradation des composés organiques fragiles comme les terpènes et les alcaloïdes. Cependant, pour isoler les composés phénoliques (aromatiques), on peut chauffer le mélange hydroalcoolique, sous agitation pour améliorer l'efficacité. L'extrait liquide, contenant les substances solubles, est ensuite séparé du résidu solide par filtration. La macération est couramment utilisée dans les industries pharmaceutique, cosmétique et alimentaire [55].

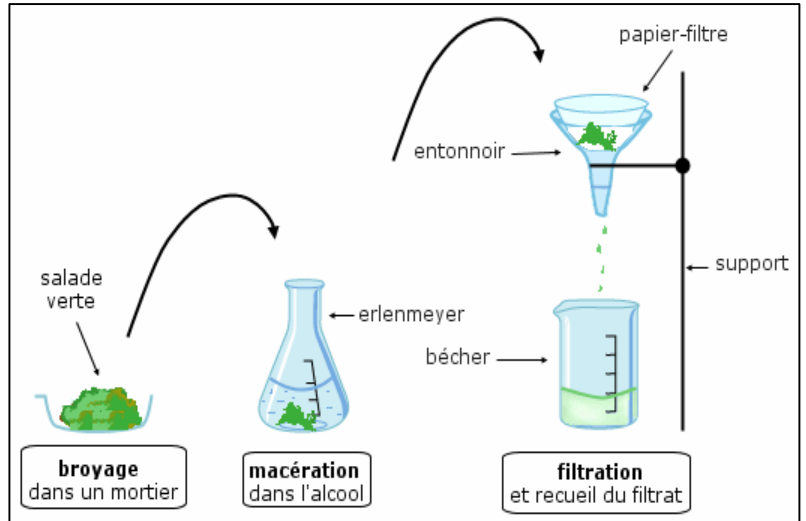


Figure 1.13 : Schéma d'un montage d'extraction par macération.

I.4.5 Extraction par Soxhlet

La méthode d'extraction par Soxhlet est une technique classique et efficace utilisée en chimie pour extraire des composés volatils ou semi-volatils à partir de matrices solides cette technique a été utilisée dans cette étude vu son bon rendement. Elle repose sur un processus cyclique où un solvant est chauffé dans un ballon à fond plat, s'évapore, traverse un extracteur en forme de tube en S contenant l'échantillon solide à extraire, puis est condensé et récupéré dans le ballon. Ce cycle permet une extraction continue des composés d'intérêt, même à partir d'échantillons à faibles concentrations. La méthode Soxhlet trouve de nombreuses applications pratiques, notamment dans l'industrie pharmaceutique pour l'extraction de principes actifs ou dans le domaine des arômes et parfums pour l'extraction d'huiles essentielles. Son efficacité et sa fiabilité en font une technique incontournable pour les chercheurs et les scientifiques impliqués dans l'analyse et la purification de composés chimiques à partir de matériaux solides [55].

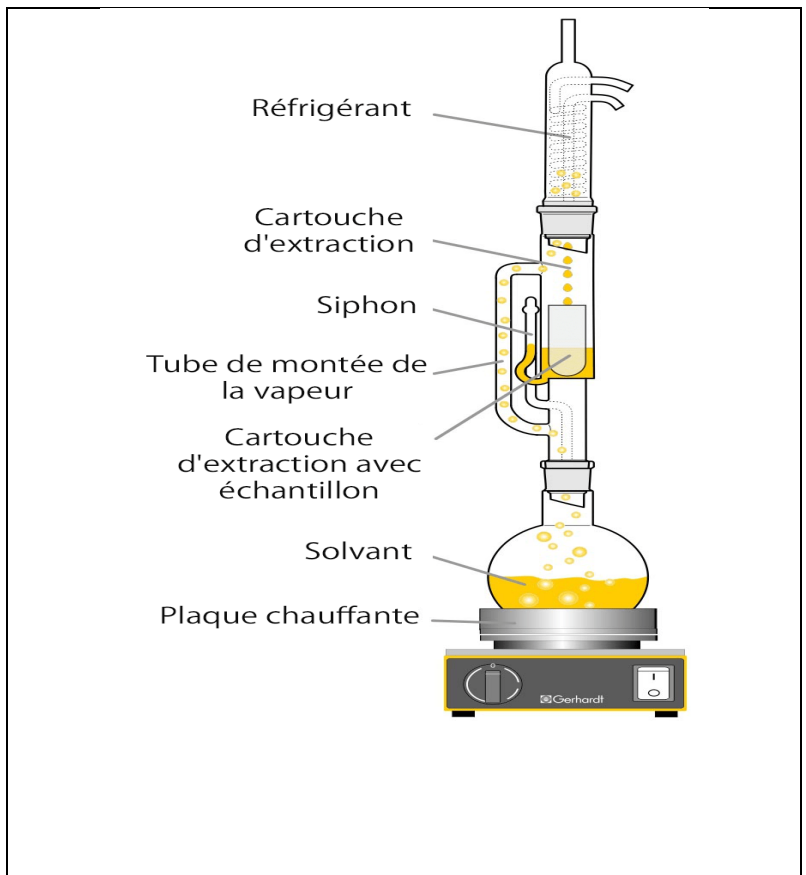


Figure 1.14 : Schéma d'un montage d'extraction par Soxhlet .

I.5. Etat de l'art sur les inhibiteurs verts de la corrosion de l'acier

Initialement, dans les années 1980 et 1990, les préoccupations environnementales croissantes ont incité les chercheurs à se tourner vers des alternatives écologiques aux inhibiteurs de corrosion synthétiques. Les premières études ont exploré les biopolymères et les extraits de plantes simples [56].

Au début des années 2000, l'arrivée de technologies analytiques avancées comme la spectroscopie d'impédance électrochimique et la polarisation potentiodynamique a permis des évaluations plus rigoureuses de l'efficacité des inhibiteurs verts. Les recherches menées par S. A. Umoren *et coll.* [57-62] sur «*Terminalia catappa*», ont révélé des résultats prometteurs dans l'inhibition de la corrosion de l'acier doux en milieu acide. Pendant cette période, C. Verma *et coll.* [63] ont également étudié le *chitosane* et d'autres biopolymères comme films protecteurs sur les surfaces métalliques.

Dans les années 2010, la recherche s'est élargie pour inclure une gamme plus diversifiée de plantes et de composés naturels. Par exemple, des études menées par R. T. Loto [64] sur des extraits de thé vert «*Camellia sinensis*» ont démontré des capacités comparables à celles des inhibiteurs synthétiques dans l'inhibition de la corrosion de l'acier doux en milieu acide. Cette période a également été marquée par une augmentation des publications scientifiques et des brevets sur les inhibiteurs verts, témoignant d'un intérêt croissant dans les milieux industriels [64].

Au cours des années récentes, de 2010 à 2020, des efforts soutenus ont été déployés pour améliorer la stabilité des formulations et réduire les coûts de production des inhibiteurs verts de corrosion. Zhang *et coll.* (2022) [71] ont souligné la capacité des extraits végétaux à former des films protecteurs et à réduire la corrosion des métaux. Bard et Faulkner (2001) [72] ont décrit l'importance des méthodes électrochimiques telles que l'EIS et la PDP pour étudier ces mécanismes d'inhibition. Les recherches menées par Ismat H. Ali, Mohammad I. Khan, et autres, en 2021 ont exploré l'efficacité de l'acide 9-Octadécadiénoïque (Z), principal composé extrait des feuilles de *Moringa* [94].

De plus, des recherches telles que celles menées par A.S. Fouda et ses collègues ont également mis en évidence l'efficacité de *Moringa oleifera* comme inhibiteur de corrosion dans diverses conditions. Par exemple, leurs études ont montré que l'extrait de *Moringa oleifera* peut agir comme un inhibiteur efficace pour le zinc dans des solutions de chlorure de sodium polluées (Fouda *et coll.*, 2014). De même, dans des solutions d'acide chlorhydrique, *Moringa oleifera* a démontré sa capacité à protéger l'acier au carbone contre la corrosion, ce qui souligne son potentiel comme inhibiteur écologique (Fouda *et coll.*, 2020) [89].

Ce résumé intégré met en lumière les contributions significatives de *Moringa oleifera* en tant qu'inhibiteur de corrosion vert, en soulignant ses applications potentielles dans divers environnements corrosifs. Malgré les défis persistants liés à la variabilité des sources naturelles et à l'optimisation des méthodes de production à grande échelle, des études ont continué à explorer de nouvelles approches pour améliorer l'efficacité et la durabilité de ces inhibiteurs verts [65-70].

Chapitre II :

Matériel et méthodes

expérimentales

Dans ce chapitre les méthodes expérimentales, électrochimiques et d'analyse, utilisées pour l'étude de l'inhibition de la corrosion de l'acier X60 dans un milieu NaCl 3% (milieu marin), sont présentées. Afin de définir la démarche suivie pour assurer ce travail, une description des électrolytes et du montage électrochimique utilisés est introduite en préambule, suivie des techniques électrochimiques et condition opératoires.

II.1. Matériau et électrolytes

II.1.1. Matériau

Le matériau que nous avons étudié est l'acier ordinaire X60, sa composition chimique est donnée par le tableau ci-dessous :

Tableau II.1 : Composition chimique (% massique) de l'acier API X60 [82].

C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Mo	V	Al	Co	Sn	As	P	S
0,14	0,43	1,07	0,14	0,059	0,19	0,019	0,034	0,025	0,013	0,007	0,004	<0,0005	<0,0002

II.1.2. Préparation de l'état de surface de l'électrode de travail et des échantillons

Comme la corrosion est un phénomène interfacial entre le métal et son environnement, alors l'état de surface joue un rôle très crucial dans le comportement du métal vis-à-vis de la corrosion, et pour garantir la fiabilité et la reproductibilité des résultats, les échantillons sont soumis, avant chaque essai, au protocole opératoire suivant :

Un polissage mécanique, à l'aide d'une polisseuse (Fig. II.1) de marque Metkon FORCIPOL GRINDER POLISHER, à double disque, en utilisant différentes granulométries de papier abrasifs de plus en plus fines (180, 320, 800, 1200, 2000 u), sous un jet d'eau. Cette opération vise à obtenir une surface apparente, plane et sans défaut. Un polissage de finition est effectué avec un tissu feutré imbibé de différentes suspensions d'alumine (6, 5,4,3,2,1,0.5 μm) jusqu'à l'obtention d'une surface miroir.

Cette opération est suivie d'un nettoyage à l'éthanol sous ultrasons afin d'éliminer toute impureté, ensuite un rinçage à l'eau distillée et au final un séchage à l'aide d'un sèche-cheveux avant d'introduire l'échantillon dans l'électrolyte.



Figure II.1 : Photographie de l'appareillage de polissage.

II.1.3. Préparation des extraits de feuilles du *Moringa oleifera*

Dans le processus d'extraction du *Moringa oleifera*, une méthode éprouvée consiste à utiliser un extracteur Soxhlet (Fig. II.2) pour extraire les composés souhaités de la poudre végétale.

Dans cette méthode, un manchon d'extracteur Soxhlet est utilisé au-dessus d'un ballon de 250 mL contenant 150 mL d'éthanol absolu. Une quantité précise de 10 g de poudre de *Moringa* est placée dans le manchon, où elle est ensuite extraite à reflux avec l'éthanol. Ce processus se déroule sous un réfrigérant de condensation pendant plusieurs heures, généralement nécessitant au moins une vingtaine de cycles de siphonage pour assurer une extraction complète. Au cours de l'extraction, la couleur de l'éthanol évolue progressivement, passant d'un vert très foncé, en raison de la présence initiale de chlorophylle, à un jaune pâle, indiquant l'achèvement de l'extraction. Une fois que le condensat d'éthanol



Figure II.2: Montage de l'extraction au Soxhlet.

devient limpide, cela signifie que l'extraction est terminée.

Après extraction, la solution éthanolique de l'extrait est récupérée et évaporée à sec pour obtenir l'extrait sous forme de poudre. Cette étape d'évaporation permet de concentrer les composés extraits et d'éliminer tout excès de solvant, produisant ainsi un extrait plus pur et plus concentré. La méthode de Soxhlet est choisie pour sa capacité à extraire efficacement les composés souhaités, tout en minimisant la dégradation des composés thermosensibles présents dans la plante. En combinant cette méthode d'extraction avec une évaporation à sec, il est possible d'obtenir un extrait de *Moringa oleifera* riche en composés bioactifs, prêt à être utilisé pour diverses applications, y compris les études sur de l'inhibition de la corrosion.

II.1.4. Préparation des milieux corrosifs

Les milieux corrosifs sont classés sous deux types. Soit sans inhibiteurs (blanc) ou avec inhibiteurs à différentes concentrations. Les solutions ont été obtenues de la manière suivante:

- **Solution 1 : le blanc**

Pour préparer une solution de NaCl à 3%, 30 grammes de poudre de chlorure de sodium (NaCl) ont été pesés avec précision à l'aide d'une balance analytique de marque Denver instrument S-234. Ensuite la quantité de NaCl pesée a été introduite dans une fiole jaugée de 1 litre contenant de l'eau distillée. De l'eau distillée a été ensuite ajoutée progressivement à la fiole, en agitant la solution vigoureusement pour assurer la dissolution complète du NaCl.

Après dissolution, de l'eau distillée a été ajoutée jusqu'au trait de jauge pour obtenir exactement 1 litre de solution. **Solution 1** = Le blanc NaCl 30 g/L.

La solution ainsi préparée a été utilisée comme milieu corrosif pour les tests de corrosion de l'acier X60.

- **Préparation des solutions de NaCl avec inhibiteur**

Pour étudier l'effet de l'extrait de *Moringaoleifera* comme inhibiteur de corrosion, trois solutions ont été préparées avec différentes concentrations de l'inhibiteur, suivant les étapes ci-dessous :

- **Détermination de la concentration mère**

Pour calculer la concentration de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera*, on a pesé avec précision 1 ml de l'extrait *MO* et noté son poids initial. Ensuite, on a procédé au séchage de l'extrait pendant une semaine afin d'éliminer complètement l'humidité et l'éthanol présents.

Après cette étape, on a effectué une nouvelle mesure de poids pour déduire la perte de masse après évaporation de l'éthanol et élimination de l'humidité.

En utilisant la formule : $C = \frac{m}{V}$

où m : le poids sec de l'extrait (en g), V : le volume initial de l'extrait (1 mL) et C : représente la concentration de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera* (en g/L).

$$\text{A.N: } C = \frac{0,0565 \text{ g}}{0,001 \text{ L}} \Rightarrow C = 56,5 \text{ g/L}$$

Sachant que 1 ppm équivaut à 1 mg/L, cette concentration a été diluée pour obtenir les différentes concentrations souhaitées d'inhibiteur utilisant la solution de NaCl à 3% comme solvant.

- **Solution 2** : concentration 1000 ppm

Le volume d'extrait prélevé est de 17,7 mL dans une fiole de 1 L complété par la solution de NaCl à 3%.

À partir de cette solution (1000 ppm), deux dilutions ont été effectuées.

- **Solution 3** : concentration 500 ppm

500 mL de la solution de 1000 ppm ont été prélevés et dilués avec 500 mL de la solution NaCl 3% pour obtenir 1 litre de solution à 500 ppm.

- **Solution 4** : concentration 100 ppm

100 mL de la solution de 1000 ppm ont été prélevés et dilués avec 900 mL de la solution NaCl 3% pour obtenir 1 litre de solution à 100 ppm.

II.2. Description des mesures électrochimiques

II.2.1. Cellule électrochimique

Les expériences ont été menées dans une cellule électrochimique classique (**Fig. II.3**) en verre pyrex de capacité 100 mL. Les trois électrodes, électrode de travail, électrode de référence et contre électrode, sont immergées en solution aérée, maintenue à température ambiante.

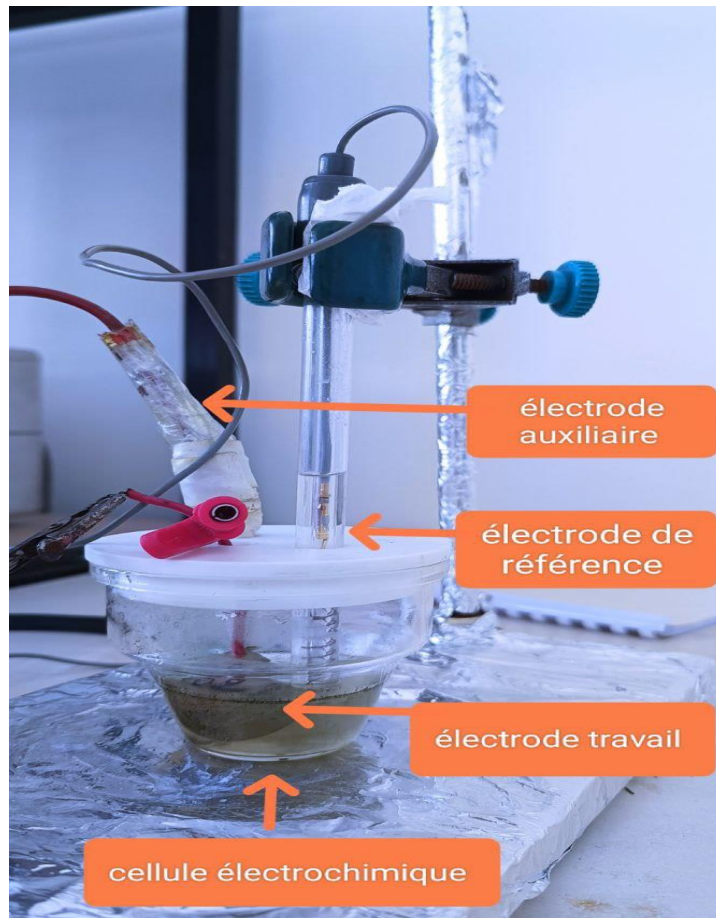


Figure II.3 : Photographie de la cellule électrochimique à trois électrodes.

II.2.2. Electrode de travail

Au cours de cette étude, une électrode en acier de type X60 d'une aire égale à 1 cm^2 a été utilisée pour analyser la cinétique électrochimique. Cette électrode est constituée d'un disque enrobé de résine polymérisable, ce qui facilite le polissage mécanique avant chaque utilisation.

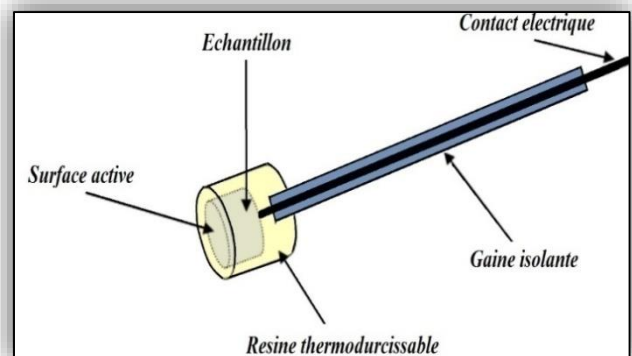


Figure II.4 : Structure de l'électrode de travail.

II.2.3. Electrode de référence

L'électrode de référence est une électrode impolarisable. Dans le cadre de cette étude, l'électrode Argent/Chlorure d'Argent/ KCl saturé (Ag/AgCl) a été utilisée pour mesurer ou contrôler le potentiel de l'électrode de travail. Cette électrode est placée aussi près que possible de l'électrode de travail afin de minimiser la chute ohmique causée par la résistance de

l'électrolyte entre les deux électrodes. Cela est rendu possible grâce à une meilleure conception de la cellule et de l'instrumentation. Le potentiel d'équilibre de l'électrode Ag/AgCl à 25°C dans une solution de KCl saturée est de 197 mV par rapport à l'ESH. Cette électrode est la plus couramment utilisée pour les tests de contrôle de la corrosion dans des environnements agressifs chlorurés.

II.2.4. Electrode Auxiliaire

Appelée aussi contre électrode, elle permet la mesure et le contrôle de l'intensité de courant qui passe dans la cellule électrochimique. Elle est constituée d'une lamelle de platine de surface 0,5 cm², inerte dans ce milieu et disposée parallèlement à l'électrode de travail afin d'obtenir une homogénéité du champ électrique (une bonne répartition des lignes de courant et pour une meilleure lecture).

II.3. Appareillage expérimental

L'appareillage expérimental comprend une cellule de mesure reliée à un potentiostat-galvanostat de type Autolab PG STAT 3. Ce dernier est contrôlé par un micro-ordinateur via le logiciel Autolab software version 4.8 pour Windows, comme illustré sur la Figure II.4. Ce dispositif permet l'enregistrement et le traitement des données électrochimiques. Le potentiostat-galvanostat impose un potentiel (ou un courant) et mesure la réponse en courant (ou en potentiel) en utilisant le programme GPES (General Purpose Electrochemical System) pour tracer les courbes de potentiel libre et de polarisation, ainsi que le programme FRA (Frequency Response Analysis) pour tracer les diagrammes d'impédance électrochimique.

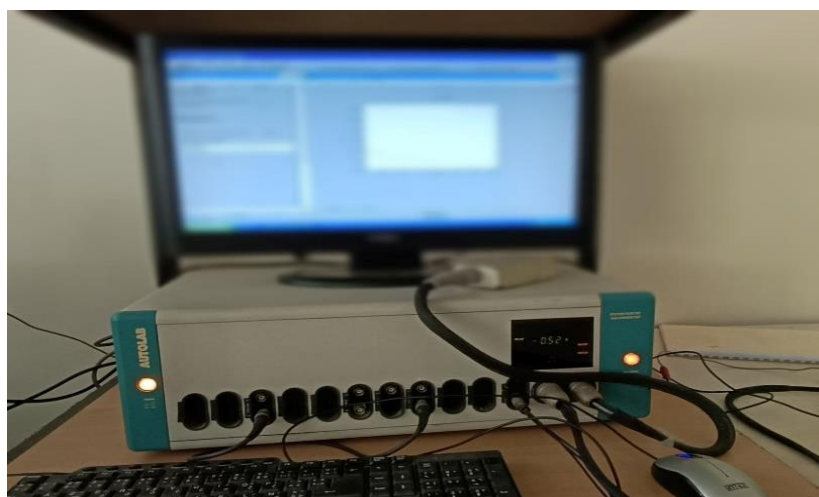


Figure II.5 : Photographie du Potentiostat /Galvanostat.

II.4. Techniques de mesures

L'étude du comportement à la corrosion et l'évaluation du pouvoir protecteur d'un inhibiteur ont été menées par diverses méthodes, notamment les techniques électrochimiques (courbes de polarisation et spectroscopie d'impédance électrochimique), gravimétriques (perte de masse) et non électrochimiques (microscopie optique).

II.4.1. Méthode gravimétrique

Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple, ne nécessitant pas un appareillage complexe. Cependant, elle ne permet pas d'analyser en détail les mécanismes de la corrosion. Son principe repose sur la mesure de la perte de poids d'un échantillon rectangulaire de surface « S » connue, exposé à une solution corrosive en absence et en présence d'un inhibiteur à différentes concentrations dans un laps de temps fixe et à température constante, à l'absence de la lumière dans le cas de notre étude [73].

Les échantillons polis jusqu'à l'obtention d'une surface miroir, sont rincés à l'eau distillée, séchés à l'air froid puis à l'étuve pendant 24 heures avant d'être pesé. Ils sont ensuite émergés dans des béchers contenant 50 mL de la solution NaCl 3% avec les différentes concentrations de l'inhibiteur (0, 100 ppm, 500 ppm et 1000 ppm) à température ambiante et à l'abri de la lumière. Après une semaine les échantillons sont retirés de la solution, nettoyés, séchés durant 24 heures et repesés afin de déterminer la perte de masse. Les mêmes manipulations sont refaites dans les mêmes conditions pour déterminer la perte de poids pendant 15 jours.

- **La vitesse de corrosion** est calculée à partir de la relation suivante :

$$V(\text{mg} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{h}^{-1}) = \left(\frac{\Delta P}{S \times t} \right) \dots \dots \dots \text{(Eq. II.1.1)}$$

Où ΔP est la perte de poids (g) de l'acier après immersion dans la solution.

- **L'efficacité inhibitrice**, est évaluée en utilisant la formule suivante :

$$EI(\%) = \left(\frac{\Delta P_0 - \Delta P_{inh}}{\Delta P_0} \right) \times 100 \dots \dots \dots \text{(Eq. II.1.2)}$$

Où ΔP_0 et ΔP_{inh} sont les pertes de poids (g) de l'acier après immersion dans la solution sans ou avec inhibiteur, respectivement.

- **Le degré de recouvrement de la surface** est donné par l'équation :

$$\theta(\%) = \left(1 - \frac{p_{inh}}{\Delta p} \right) \dots \dots \dots \text{(Eq. II.1.3)}$$

L'inconvénient, c'est que cette méthode nécessite un temps lent et une grande surface.

II.4.2. Méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques utilisées pour évaluer les inhibiteurs de corrosion peuvent être classées en deux catégories en fonction de leur dépendance temporelle : les méthodes stationnaires (potentiel de corrosion, les courbes courant-tension : la résistance de polarisation linéaire et Tafel) et les méthodes transitoires (la spectroscopie d'impédance électrochimique : SIE)

II.4.2.1. Techniques stationnaires

Les techniques stationnaires sont utilisées pour examiner les systèmes qui se trouvent principalement en équilibre thermodynamique.

- **Suivi du potentiel en circuit ouvert OCP**

Le suivi temporel du potentiel de corrosion (**chronopotentiométrie**) a deux objectifs principaux : d'une part, il offre une première indication du comportement de la surface dans un environnement corrosif (comme la dissolution ou la formation d'une couche passive) et, d'autre part, il permet de déterminer le temps nécessaire pour atteindre un régime stationnaire, ce qui est essentiel pour les tracés potentiodynamiques et les spectres d'impédance. De plus, il s'agit de la seule mesure électrochimique qui n'entraîne absolument aucune perturbation de l'état du système étudié [73].

Cette mesure est réalisée entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. Elle est également désignée par plusieurs termes tels que potentiel en circuit ouvert (OCP), potentiel spontané, potentiel d'abandon, de repos ou encore potentiel libre. Il s'agit de la grandeur électrochimique la plus directement mesurable [74-75].

Lorsqu'un métal est immergé dans une solution, il adopte par rapport à cette solution un potentiel qui évolue avec le temps jusqu'à ce qu'il atteigne une valeur stationnaire. Les courbes de la **Figure II.6** illustrent les différents cas d'évolution temporelle du potentiel [76].

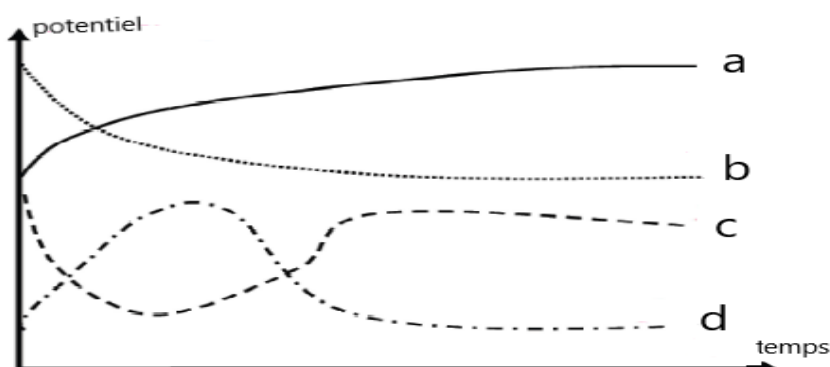


Figure II.6 : Différentes allures possibles des courbes du potentiel [76].

Dans la courbe (a), le potentiel augmente progressivement avec le temps, devenant ainsi de plus en plus noble. Ce phénomène est caractéristique d'une passivation du métal, où des produits de corrosion insolubles se forment à la surface, créant ainsi une couche protectrice.

La courbe (b) correspond à un potentiel décroissant, ce qui signifie que le potentiel devient de moins en moins noble, ou plus négatif. Cela indique une attaque corrosive du métal.

Pour la courbe (c), le potentiel devient initialement plus négatif, puis évolue vers des valeurs plus positives. Ce comportement suggère une attaque suivie d'une passivation.

Enfin, dans la courbe (d), le potentiel devient d'abord plus noble, puis se dirige vers des valeurs plus négatives, ce qui indique une passivation instable suivie d'une attaque. Cela se produit lorsque le film protecteur préexistant disparaît après l'immersion.

- **Courbes de polarisation**

Les courbes de polarisation potentiodynamique de l'interface métal-solution représentent une caractéristique intrinsèque de la cinétique électrochimique. Elles fournissent une description de la phase la plus lente du processus global qui se déroule à l'interface électrochimique. D'un point de vue de la cinétique, trois modes de contrôle sont distingués en fonction de l'étape de réaction qui limite le processus [77] :

- Le transport de matière
- Le transfert de charges
- L'adsorption des espèces sur l'électrode

Ces courbes, souvent tracées sous la forme courant-potentiel (i-E) ou logarithme du courant-potentiel (log i-E), sont obtenues en appliquant différents potentiels à l'électrode de travail par rapport à l'électrode de référence avec une vitesse de balayage choisie (**mode potentiodynamique**). Ce processus de balayage se fait par incréments, ce qui permet l'établissement d'un courant stationnaire dans le circuit électrique entre l'électrode de travail et la contre-électrode après un certain temps.

Aux faibles polarisations des processus anodique et cathodique se produisant simultanément, la densité totale de courant est décrite par la loi de Butler-Volmer [77].

$$i = i_a + i_c = i_0 \left[e^{\frac{\alpha n F \eta}{RT}} - e^{\frac{-\beta n F \eta}{RT}} \right] \dots \dots \dots \text{(Eq. II.2.1)}$$

Avec α et $\beta = (1 - \alpha)$ représentant respectivement les coefficients de symétrie anodique et cathodique, i_0 la densité du courant de transfert de charge ($i_0 = i_{corr}$ dans le cas de corrosion), et $\eta = (E - E_{corr})$ désigne la surtension.

Aux fortes polarisations anodique ($\eta \gg 100\text{mV}$) et cathodique ($\eta \ll 100\text{mV}$), l'un

des termes de l'équation de Butler-Volmer devient dominant.

- Pour $\eta \ll 0$: $i = i_c = -i_{corr} e^{\frac{-\beta n F \eta}{RT}} = -i_{corr} e^{\frac{2,3\eta_c}{b_c}}$ (Eq. II.2.2)

- Et pour $\eta \gg 0$: $i = i_a = i_{corr} e^{\frac{\alpha n F \eta}{RT}} = i_{corr} e^{\frac{2,3\eta_a}{b_a}}$ (Eq. II.2.3)

Avec b_a et b_c représentant les pentes de Tafel anodique et cathodique, respectivement.

Le tracé de la courbe de polarisation dans le domaine de Tafel (**Figure II.7**), en utilisant des coordonnées semi-logarithmiques $\log(i)$ - E , permet de mettre en évidence les deux tangentes à la courbe anodique ($1/b_a$) et cathodique ($1/b_c$). L'extrapolation de ces deux droites conduits jusqu'au potentiel de corrosion, E_{corr} , permet de déterminer, au point d'intersection, la densité de courant de corrosion. Ce point, où $i = 0$, correspond à E_{corr} , où les densités de courant anodique et cathodique sont égales en valeur absolue et coïncident avec la valeur de la densité de courant de corrosion, i_{corr} .

$i_a = |i_c| = i_{corr}$ (Eq. II.2.4)

Toutes les courbes de polarisation de cette étude ont été enregistrées après une période d'immersion de l'électrode de travail de 60 minutes, en effectuant le balayage dans le sens cathodique-anodique avec une vitesse de balayage de 1 mV/s.

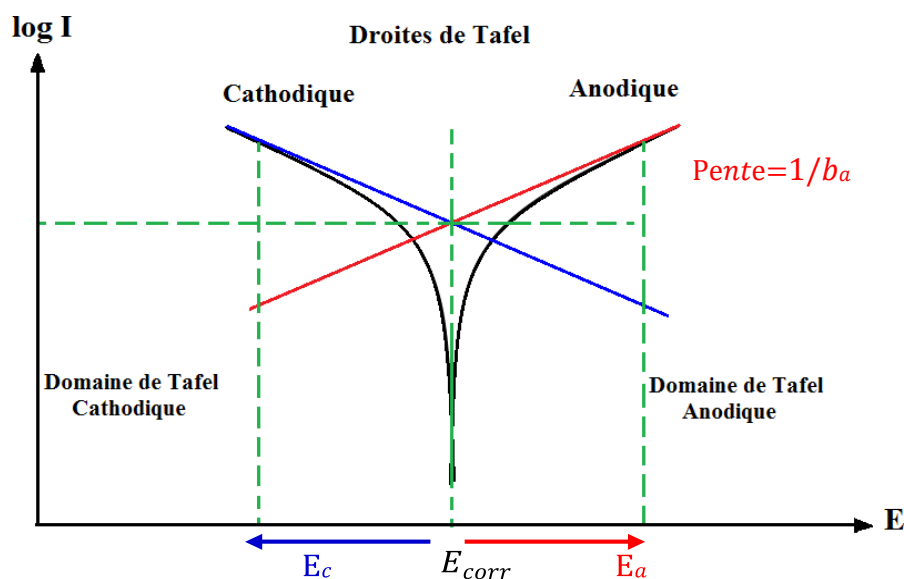


Figure II.7 : Détermination des paramètres électrochimiques à partir des droites de Tafel [78].

II.4.2.2. Techniques transitoires : Spectroscopie d'impédance électrochimique

La mesure de l'impédance électrochimique (SIE) est une approche non destructive utilisée pour évaluer un système électrochimique. Elle consiste à appliquer un signal alternatif de faible amplitude à un état stationnaire du système, puis à observer sa réponse jusqu'à ce qu'il atteigne un nouvel état stationnaire. Cette méthode permet de distinguer et d'analyser les différents processus présents, tels que le transfert de charges, le transport de matière, l'adsorption, la réaction chimique, etc., en fonction de leur constante de temps.

Une perturbation sinusoïdale : $\Delta E = |\Delta E| \sin(\omega t)$ (Eq. II.2.5)

Avec :

ΔE : amplitude de la perturbation,

$|\Delta E|$: module indépendant de ω

$\omega = 2\pi f$: pulsation en rad/s,

f : fréquence en Hz.

Induit une réponse sinusoïdale : $\Delta I = |\Delta I| \sin(\omega t - \phi)$ (Eq. II.2.6)

La réponse est déphasée d'un angle ϕ par rapport à la perturbation.

En générale, les systèmes électrochimiques sont non linéaires et non stationnaires. Cependant, en présence d'une faible perturbation, on peut considérer que le système adopte le comportement d'un système linéaire invariant dans le temps (Fig. II.8) [79].

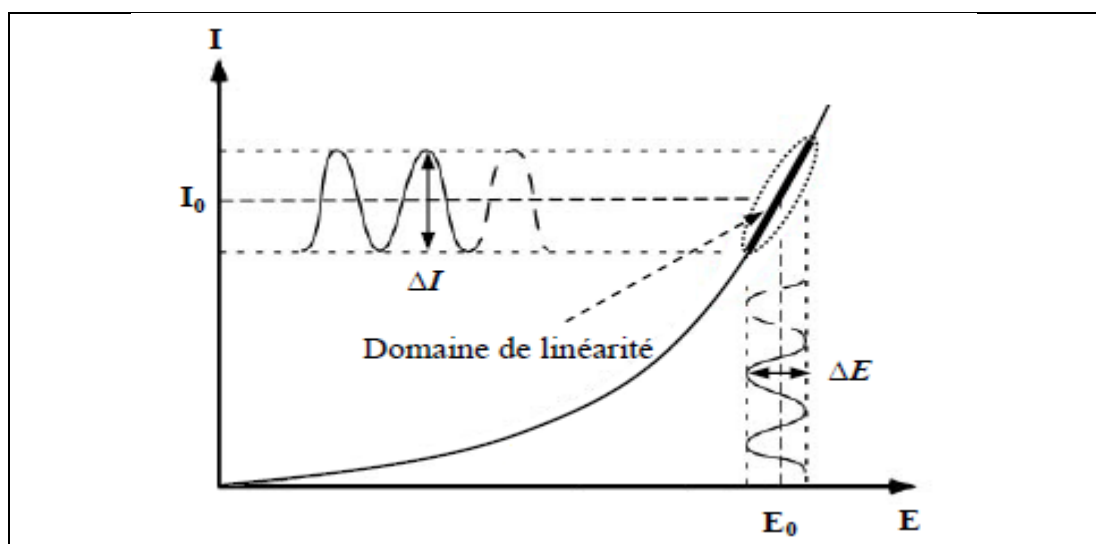


Figure II.8 : Schéma d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation.

L'impédance électrochimique Z est une grandeur complexe qui dépend de la pulsation :

$$Z(\omega) = \frac{\Delta E(t)}{\Delta i(t)} = \frac{|\Delta E|e^{j\omega t}}{|\Delta i|e^{j(\omega t - \phi)}} = |Z|e^{j\phi} = |Z|\cos\phi + j|Z|\sin\phi \dots \dots \dots \text{(Eq. II.2.7)}$$

En d'autres termes : $Z(\omega) = Z_{Re}(\omega) + j Z_{Im}(\omega) \dots \dots \dots \text{(Eq. II.2.8)}$

Avec, $j = \sqrt{-1}$; $Z_{Re}(\omega)$ et $Z_{Im}(\omega)$ en Ohms, sont les parties réelle et imaginaire de l'impédance Z :

$$\text{Module de } Z : |Z| = 2\sqrt{(Z_{Re})^2 + (Z_{Im})^2} \dots \dots \dots \text{(Eq. II.2.9)}$$

$$\text{Argument de } Z : \phi = \tan^{-1} \left(\frac{Z_{Im}}{Z_{Re}} \right) = \text{Arctan} \left(\frac{Z_{Im}}{Z_{Re}} \right) \dots \dots \dots \text{(Eq. II.2.10)}$$

En introduisant une perturbation potentiostatique au potentiel de corrosion (E_{corr}), d'une amplitude de 10 mV, on a introduit la fréquence, de ce fait, l'impédance électrochimique du système est déterminée dans une large gamme de fréquence (du 10 mHz jusqu'à 100 kHz).

Représentation des diagrammes d'impédance

- **Représentation de Nyquist :** Elle consiste à tracer sur un repère orthonormé la partie imaginaire de l'impédance $-Z_{Im}(\omega)$, en fonction de la partie réelle, $Z_{Re}(\omega)$, pour différentes fréquences : $-Z_{Im}(\omega) = f(Z_{Re}(\omega))$ (**Fig. II.9**).

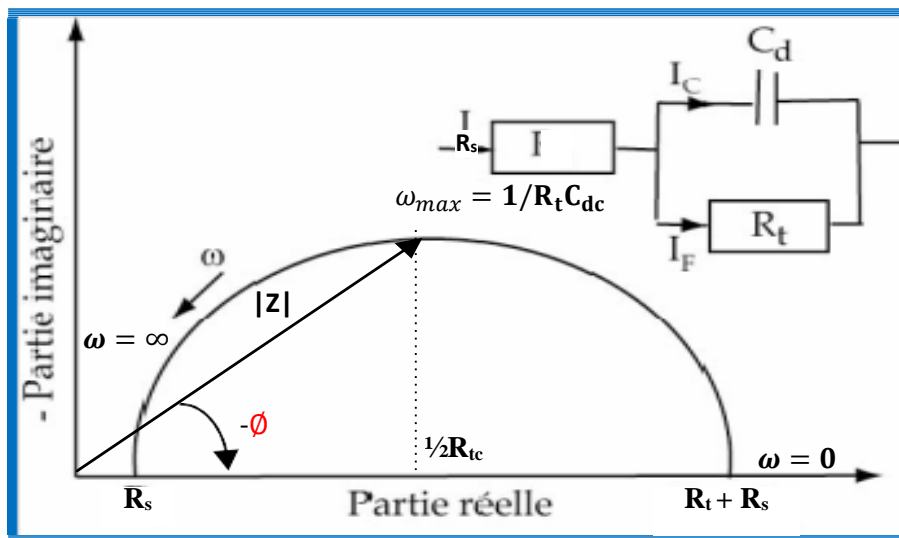


Figure. II. 9 : Représentation du diagramme d'impédance dans le plan de Nyquist dans le cas d'un processus de transfert de charge.

- **Représentation de Bode** : Elle représente le logarithme du module de la fonction de transfert ainsi que la phase (ϕ) en fonction du logarithme de la fréquence (**Fig. II.10**) :

Le module : $\log(|Z(\omega)|) = f(\log(f))$

Et le déphasage : $\phi = f(\log(f))$

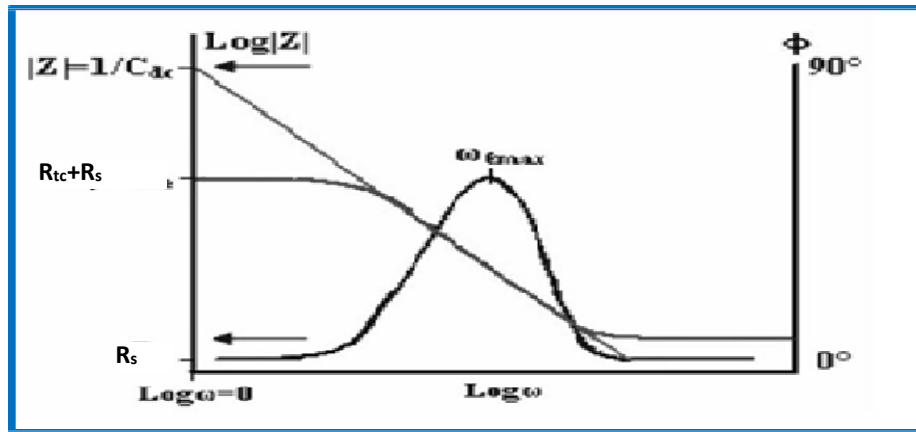


Figure. II. 10 : Diagramme d'impédance dans le plan de Bode dans le cas d'un processus de transfert de charge [43].

Ces deux modes de représentation offrent des visualisations différentes des résultats mais complémentaires. La représentation de Bode est préférée lorsque des informations à haute fréquence sont masquées dans la représentation de Nyquist. En revanche, la représentation de Nyquist facilite l'identification de certains phénomènes caractéristiques se déroulant à l'interface électrode/électrolyte.

Exploitation des diagrammes d'impédance électrochimique

L'interprétation d'un diagramme d'impédance requiert une étape supplémentaire consistant à déduire le schéma d'un circuit électrique équivalent afin de décrire de manière précise l'interface entre le métal et la solution (**Figure II.11**). La détermination de ce circuit électrique équivalent s'avère complexe, en particulier lorsque le diagramme d'impédance enregistré présente plusieurs constantes de temps. Diverses méthodes ont été développées pour obtenir un ajustement optimal entre les diagrammes expérimentaux et théoriques. L'interface métal/électrolyte est souvent représentée par le circuit de Randles (**Figure II.11**), composé de la résistance de la solution (R_s) en série avec la résistance de transfert de charge (R_{tc}), et en parallèle avec la capacité de double couche (C_{dc}). Parfois, une dispersion en fréquence (observée sous forme de déformation des boucles) due à l'hétérogénéité de la surface est exprimée par une pseudo-capacité, utilisant un élément à phase constante (CPE), afin de corriger les écarts par rapport à un comportement capacitif idéal.

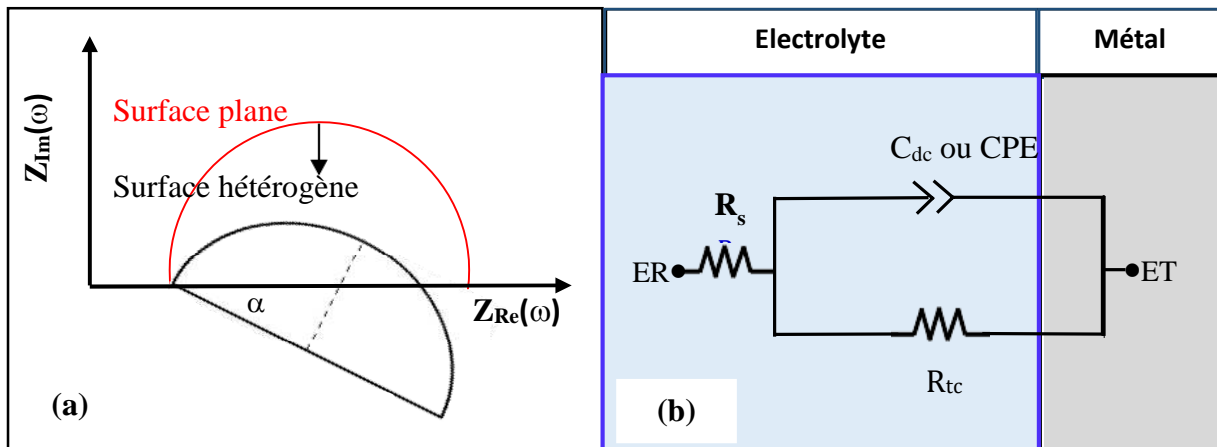


Figure II.11 : (a) Diagramme d'impédance décentré sous l'axe des réels ;
 (b) circuit électrique équivalent d'une interface présentant un CPE [80].

Circuits équivalents

L'impédance d'un système électrochimique peut être assimilée à une impédance électrique. Chaque phénomène physico-chimique se produisant à l'interface électrode/électrolyte peut être modélisé par un composant électrique (résistance, condensateur, bobine) placé en série ou en parallèle avec d'autres composants, formant ainsi un circuit électrique équivalent. Ces circuits permettent d'ajuster les spectres d'impédance expérimentaux et d'extraire les paramètres (résistance R , capacité C , inductance L) associés aux phénomènes physico-chimiques. Des composants spécifiques permettent d'ajuster des spectres, tels l'impédance de Warburg (W) décrivant les phénomènes de diffusion et l'élément de phase constante (CPE) qui prend en compte la non-idéalité des capacités. L'analyse de ces paramètres électriques est utile pour comprendre le système étudié et son évolution dans le temps.

L'ajustement des données expérimentales a été effectué à l'aide du logiciel FRA de l'**Autolab**, qui permet de déterminer les paramètres des différents éléments constituant le circuit utilisé pour obtenir le meilleur ajustement de la courbe expérimentale.

Correspondance circuit équivalent et phénomènes électrochimiques

Le circuit de la **Figure II.10.b**, simulant la corrosion d'un acier en contact avec l'électrolyte, est composé de la résistance de la solution (R_s), de la capacité de la double couche (C_{dc}) dans le cas idéal et de la résistance de transfert de charge (R_{tc}).

Adsorption : Les produits et les inhibiteurs de corrosion peuvent s'adsorber sur l'électrode de travail. Les phénomènes d'adsorption se reflètent par l'apparition d'un deuxième demi-cercle aux basses fréquences (**Figure II.11**) [81].

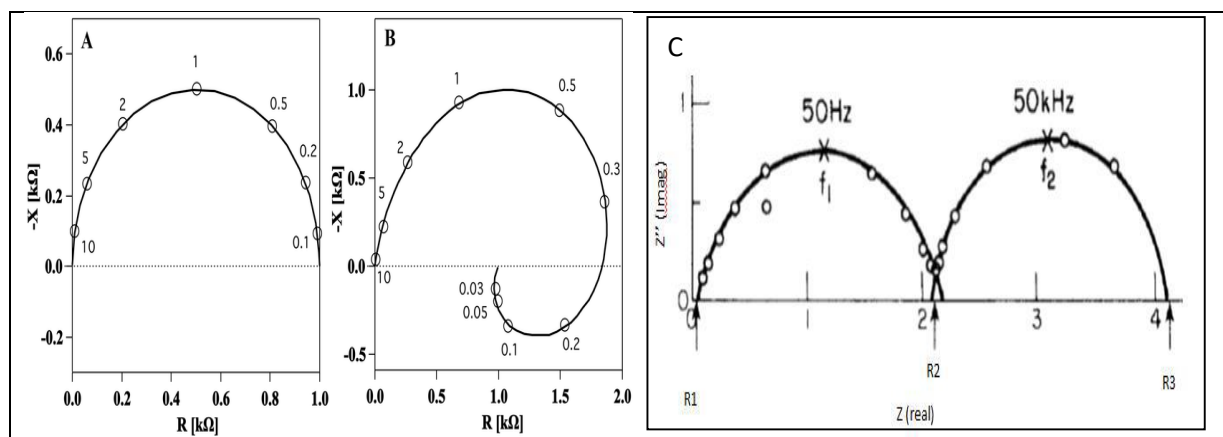


Figure II.12 : Diagramme d'impédance dans le cas des réactions hétérogènes [82].

Le mode d'action des inhibiteurs [10] peut être par :

- **Adsorption simple** : Dans le cas d'une adsorption de l'inhibiteur, le spectre d'impédance est représenté, dans le plan de Nyquist, par une boucle capacitive plus ou moins aplatie, pouvant présenter un déphasage par rapport à l'axe des réels (**Fig. II.12.A et B**).
- **Formation d'un film protecteur** : Dans le cas de la formation d'un film protecteur à la surface, le diagramme d'impédance est plus complexe. Pour un film suffisamment épais (quelque μm), le spectre d'impédance dans le plan de Nyquist est formé de deux boucles capacitives plus ou moins découplées en fréquences (**Fig. II.12.C**).

II.5. Techniques de caractérisation et d'analyse de surface

II.5.1. Analyse Infrarouge

L'analyse infrarouge (IR) d'un échantillon d'extrait de *Moringa oleifera* a été réalisée à l'aide de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) en mode Réflexion Totale Atténuée (ATR, Attenuated Total Reflectance). L'appareil utilisé est de marque Spectromètre Infrarouge Thermoscientific T27 ENS (**Fig. II.13**). Cette technique permet d'identifier les différentes liaisons chimiques et les groupes fonctionnels présents dans une molécule. Elle repose sur le principe optique de la réflectance, où l'ATR exploite le phénomène de réflexion lorsqu'un faisceau passe d'un milieu dense à un milieu moins dense.

Le principe de cette technique implique la mise en contact d'un cristal (ZnSe, Ge ou Si) avec l'échantillon à analyser. Le faisceau infrarouge se propage à travers le cristal. Si l'indice de réfraction du cristal est plus élevé que celui de l'échantillon, le faisceau subit une réflexion totale au-delà d'un certain angle d'incidence à l'interface entre l'échantillon et le cristal. En utilisant la Réflexion Totale Atténuée (ATR), on travaille donc au-delà de l'angle critique. Une onde, dite "onde évanescente," émerge du cristal et pénètre dans l'échantillon sur une profondeur de l'ordre de 1 à 2 μm .

L'absorption dans l'infrarouge est un domaine d'intérêt majeur pour les chimistes. Lorsqu'une molécule absorbe un rayonnement infrarouge, cela modifie l'état de vibration de ses liaisons. La spectroscopie infrarouge utilise la plage d'ondes moyennes de l'infrarouge, avec des longueurs d'onde comprises entre 2,5 et 25 μm , correspondant à un intervalle de nombres d'onde, $\sigma = 1/\lambda$, entre 4000 et 400 cm^{-1} . Cette plage couvre les fréquences de vibration associées à la variation de l'énergie de vibration des liaisons intramoléculaires.

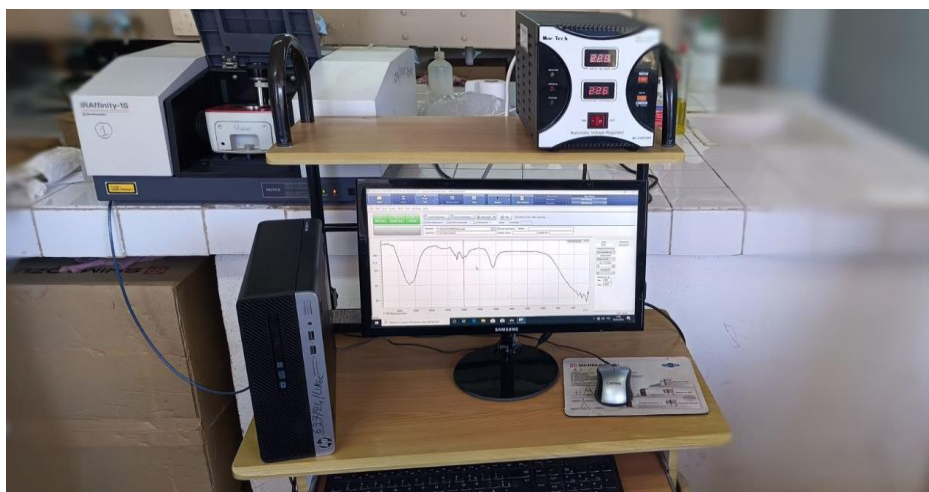


Figure II.13 : Photographie de l'appareillage Infrarouge (IR).

II.5.2. Analyse UV-Visible

La spectrophotométrie UV-visible est une méthode qui permet de mesurer l'absorption de la lumière ultraviolette (UV) et visible par les molécules dans l'échantillon, fournissant des informations sur les composés présents et leurs concentrations relatives. En obtenant un spectre UV-visible, il est possible d'identifier les pics d'absorption spécifiques à certains groupes fonctionnels ou composés, facilitant ainsi leur identification et quantification. L'analyse UV-visible de l'extrait du *Moringa* a été effectuée avec l'appareil de marque Spectrophotomètre UV-Vis Bruker EX840-210600 (**Fig. II.14**).

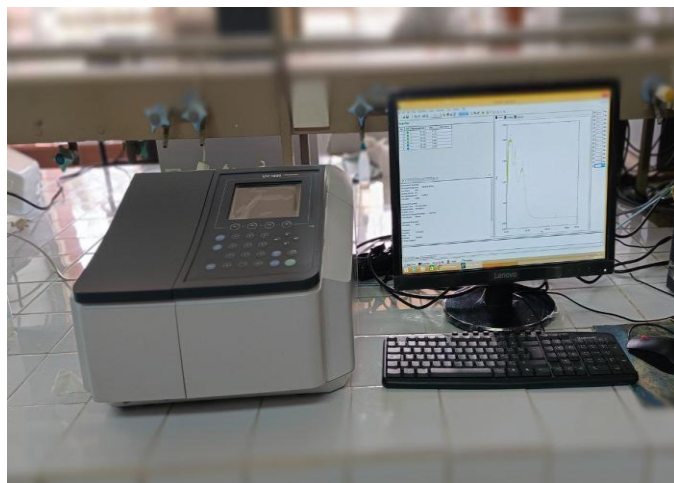


Figure II.14: photographie de l'appareillage UV-Visible.

II.5.3. Microscopie optique

Le microscope optique est un outil d'observation d'objets à une échelle microscopique en utilisant la lumière visible, permettant de visualiser les caractéristiques de la surface d'un échantillon après avoir été soumis à des essais d'immersion dans milieux avec ou sans inhibiteur. Il se compose généralement d'un système d'objectifs et d'oculaires reliés par un tube, d'un dispositif d'illumination, d'une platine porte-objet, et parfois d'un système d'imagerie numérique. Lorsqu'un échantillon est placé sur la platine, la lumière provenant de la source d'illumination passe à travers l'objectif, permettant ainsi de produire une image agrandie de l'échantillon. Les oculaires permettent à l'utilisateur d'observer cette image avec un plus grand niveau de détail.

Le microscope utilisé est celui dont dispose le laboratoire LPCM de marque OPTIKA MB9 DIGITAL CAMERA G6680/SDMM/B et piloté par un microordinateur qui permet d'avoir des images à différents grossissements
Figure II.16.



Figure II.16 : Photographie du microscope optique.

Chapitre III :

Résultats et discussion

III.1. Analyse IRTF de l'extrait de *Moringa oleifera*

Le spectre d'analyse infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) de l'extrait de *Moringa* est présenté dans la **figure III.1**.

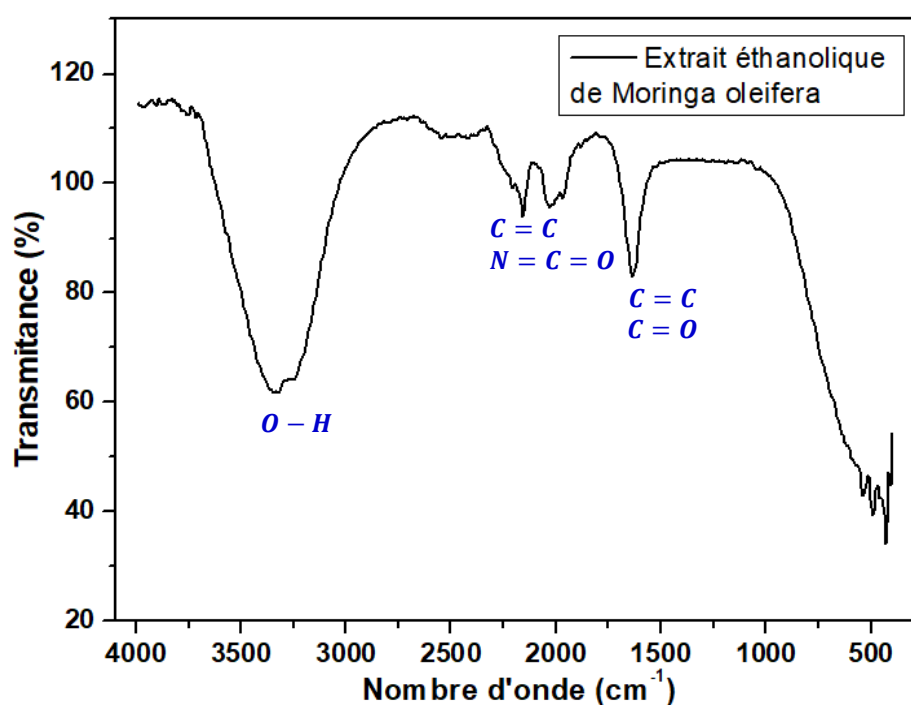


Figure III.1 : Spectre d'analyse spectroscopique infrarouge (IR) de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera*.

L'interprétation d'un spectre infrarouge (IR) d'un échantillon permet de déterminer la présence de divers groupes fonctionnels dans l'échantillon. Lors de l'analyse de l'extrait de *Moringa oleifera*, des bandes spécifiques d'absorption sont observées, et chaque bande correspond à des vibrations de liaisons chimiques distinctes. [83]

- Une large bande forte autour de 3400 cm^{-1} suggère la présence de groupes hydroxyles ($-OH$), typiques des composés phénoliques ou des acides carboxyliques présents dans les extraits de *Moringa*.
- Une bande d'adsorption des alcènes moyennement large, $N=C=O$ a été détecté à la longueur d'onde de 2299 cm^{-1} à 2065 cm^{-1} .
- Une bande d'adsorption à 1735 cm^{-1} est attribuée aux vibrations de valence des liaisons $C=O$, indiquant la présence de groupes carbonyles typiques des esters ou des acides carboxyliques.
- La présence d'une bande d'adsorption intense autour de 1600 cm^{-1} est associée aux vibrations des liaisons $C=C$, indiquant la présence de composés aromatiques ou d'alcane insaturés. [83].

En résumé, le spectre IR de *Moringa oleifera* révèle une riche composition chimique comprenant des composés phénoliques, des lipides, des esters, et des composés aromatiques. Cette diversité de groupes fonctionnels est cohérente avec les nombreux métabolites secondaires bénéfiques connus pour leurs propriétés antioxydantes et médicinales dans les extraits de *Moringa oleifera* [83].

III.2. L'analyse UV-Visible

Le spectre UV-visible de l'extrait éthanolique des feuilles de *Moringa oleifera*, présenté dans la **figure III.2**, révèle plusieurs pics d'absorption caractéristiques, suggérant la présence de divers composés bioactifs, potentiellement responsables de l'inhibition de la corrosion.

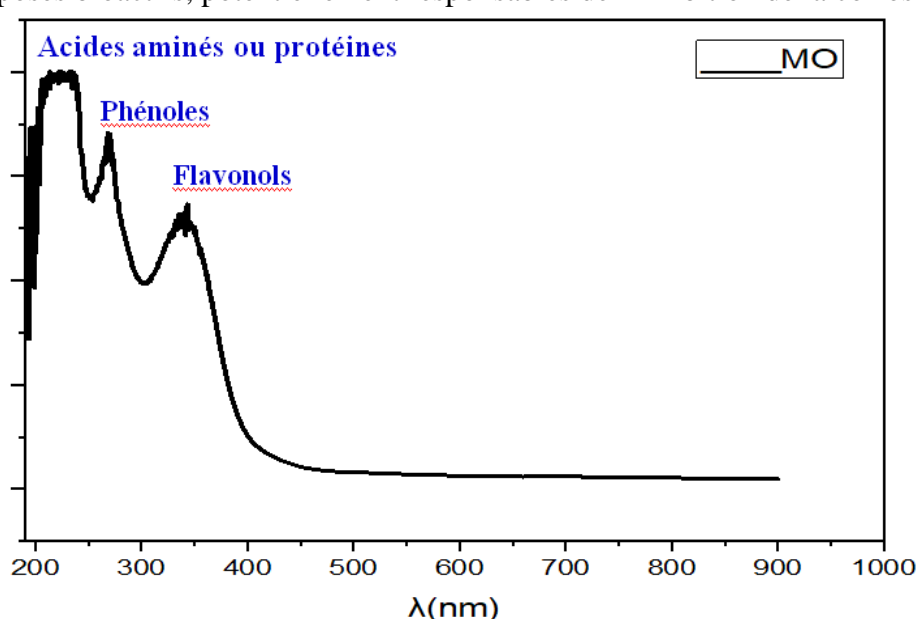


Figure III.2 : Analyse UV-visible de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera*.

- Un pic notable apparaît autour de 200-220 nm, indique la présence de liaisons doubles conjuguées, probablement dues à des acides aminés ou à des protéines solubles, connus pour leur capacité à former des films protecteurs sur les surfaces métalliques.
- Un autre pic important est observé autour de 260-280 nm, indiquant la présence de composés phénoliques tels que les flavonoïdes. Les flavonoïdes sont réputés pour leurs propriétés antioxydantes et leur capacité à s'adsorber sur les surfaces métalliques, formant ainsi une barrière protectrice contre la corrosion.
- De plus, un pic autour de 320-350 nm est détecté, attribuable à des flavonols comme la quercétine et le kaempférol, renforçant l'idée de la présence de composés antioxydants puissants qui peuvent inhiber la corrosion en neutralisant les radicaux libres et en empêchant la formation de produits de corrosion.

Ces résultats indiquent que l'extrait éthanolique des feuilles de *Moringa oleifera* contient une variété de composés bioactifs, qui pourraient jouer un rôle crucial dans l'inhibition de la corrosion des métaux [84].

III.3. Etude gravimétrique

Les essais gravimétriques ont été réalisés dans des béchers de 25 mL contenant un volume de l'électrolyte de 20 mL (**Fig. III.3**). Les échantillons d'acier X60 de forme rectangulaire polis et séchés, ont été pesés avec une balance analytique ayant une précision de 10^{-4} et immergés pendant 7 puis 15 jours dans NaCl 3% en absence et en présence de différentes concentrations de l'extrait de *moringa oleifera*, sans agitation et à température ambiante. A la fin de chaque expérience, les échantillons sont retirés, rincés à l'eau distillée afin d'éliminer les produits de corrosion, séchés puis repesés. Les données sont reportées dans le **tableau III.1**.

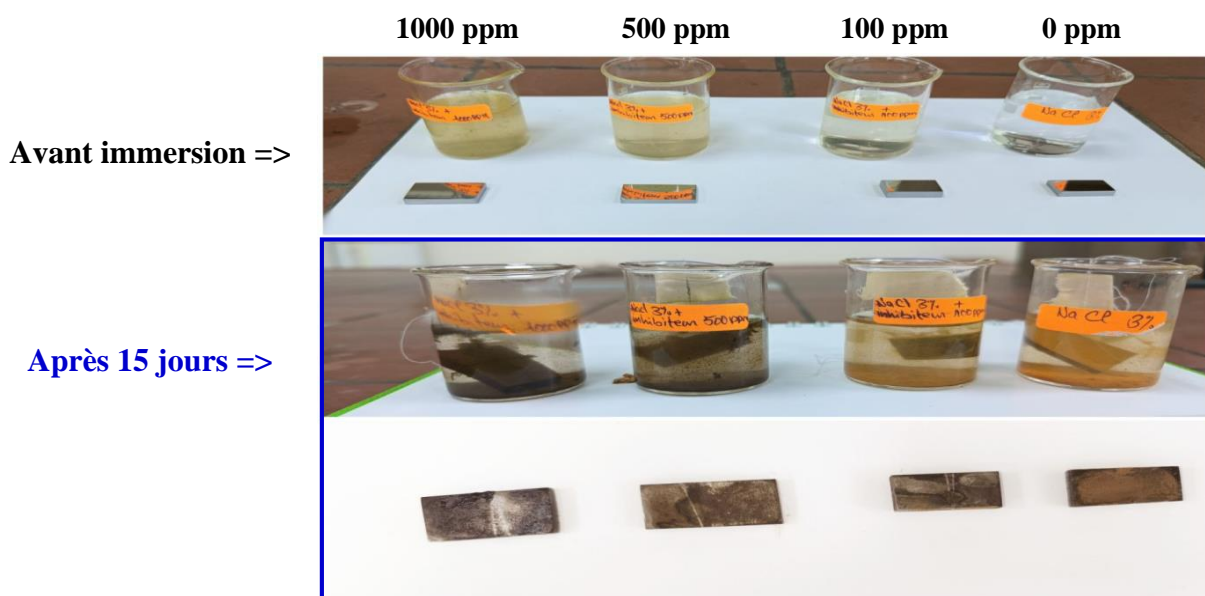


Figure III.3 : Photographie des échantillons d'acier X60 après immersion de 7 et 15 jours dans les différentes concentrations de l'extrait *Moringa oleifera*.

Tableau III.1 : Valeurs de la vitesse de corrosion et de l'efficacité d'inhibition après 7 et 15 jours d'immersion dans les différentes concentrations de l'extrait de *Moringa oleifera*.

t_{im} (J)	C_{inh} (ppm)	Surface (cm^2)	P_i (g)	P_f (g)	ΔP (mg)	V_{corr} ($mg.cm^{-2}.h^{-1}$)	EI (%)	θ (%)
7	0	5,54	5,0207	5,0055	152	0,1633	/	/
	100	5,56	5,7860	5,7802	58	0,0620	61,84	0,6184
	500	7,72	5,7112	5,7070	42	0,0323	72,36	0,7236
	1000	8,07	8,1066	8,1030	36	0,0265	76,31	0,7631
15	0	5,54	5,0207	4,9923	284	0,1423	/	/
	100	5,56	5,7860	5,7720	140	0,0699	57,70	0,5770
	500	7,72	5,7112	5,6999	113	0,0406	60,21	0,6021
	1000	8,07	8,1066	8,0979	87	0,0299	69,36	0,6936

Après 7 jours d'immersion, les résultats révèlent une augmentation notable de l'efficacité inhibitrice et du recouvrement de la surface avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur (**Fig. III.4a**). Les valeurs de l'efficacité inhibitrice ont atteint la valeur maximale de 76,3% pour la concentration de 1000 ppm. Le taux de recouvrement de la surface, θ , suit la même tendance, atteignant 0,763 pour la concentration maximale suite à l'adsorption des molécules de l'extrait éthanolique du *Moringa Oleifera*. Ces résultats indiquent que cet inhibiteur de corrosion est particulièrement efficace même à des concentrations relativement faibles, avec une protection notable de 62% déjà à 100 ppm.

Après 15 jours d'immersion, les résultats montrent une tendance claire de la vitesse de corrosion, de l'efficacité inhibitrice et du recouvrement de la surface ; la vitesse diminue tandis que l'efficacité et le recouvrement croient avec la concentration de l'inhibiteur. Les valeurs calculées indiquent une efficacité inhibitrice maximale de 69,4% pour 1000 ppm (**Fig. III.4b**). Cela indique que les valeurs de l'efficacité ont diminué avec le temps d'immersion car la vitesse de corrosion a augmenté probablement suite à la propagation des piqûres initiées par les ions chlorures et provoquant ainsi la désorption de l'inhibiteur.

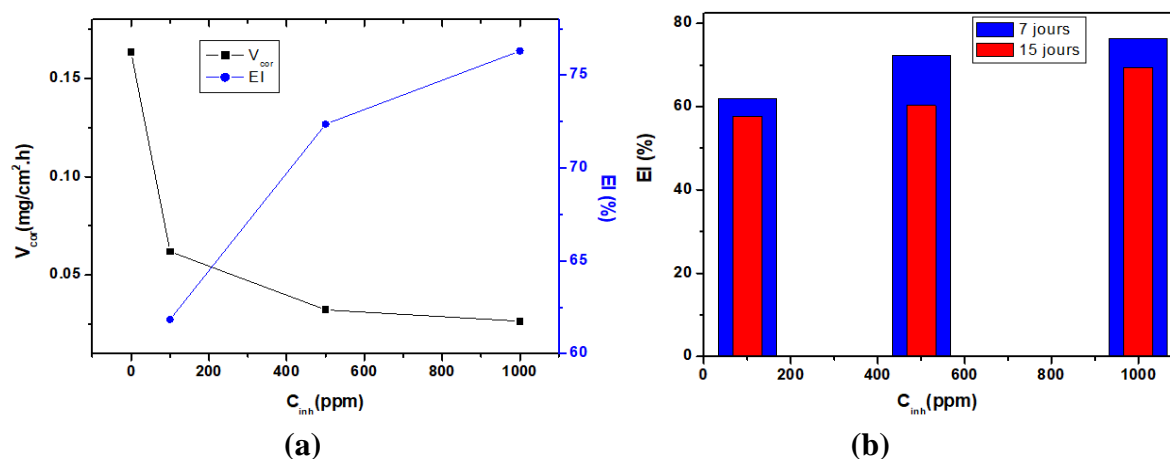


Figure III.4 : Variation de V_{corr} et EI% en fonction de la concentration et du temps d'immersion.

III.4. Caractérisation de surface

L'analyse par microscope optique des échantillons d'acier X60, préalablement polis (jusqu'à l'obtention d'une surface miroir) et exposés à une solution corrosive NaCl 3% (Equivalent à la concentration de l'eau de mer) sans et avec inhibiteurs à différentes concentrations, a révélé des résultats significatifs (**Fig. III.5**).

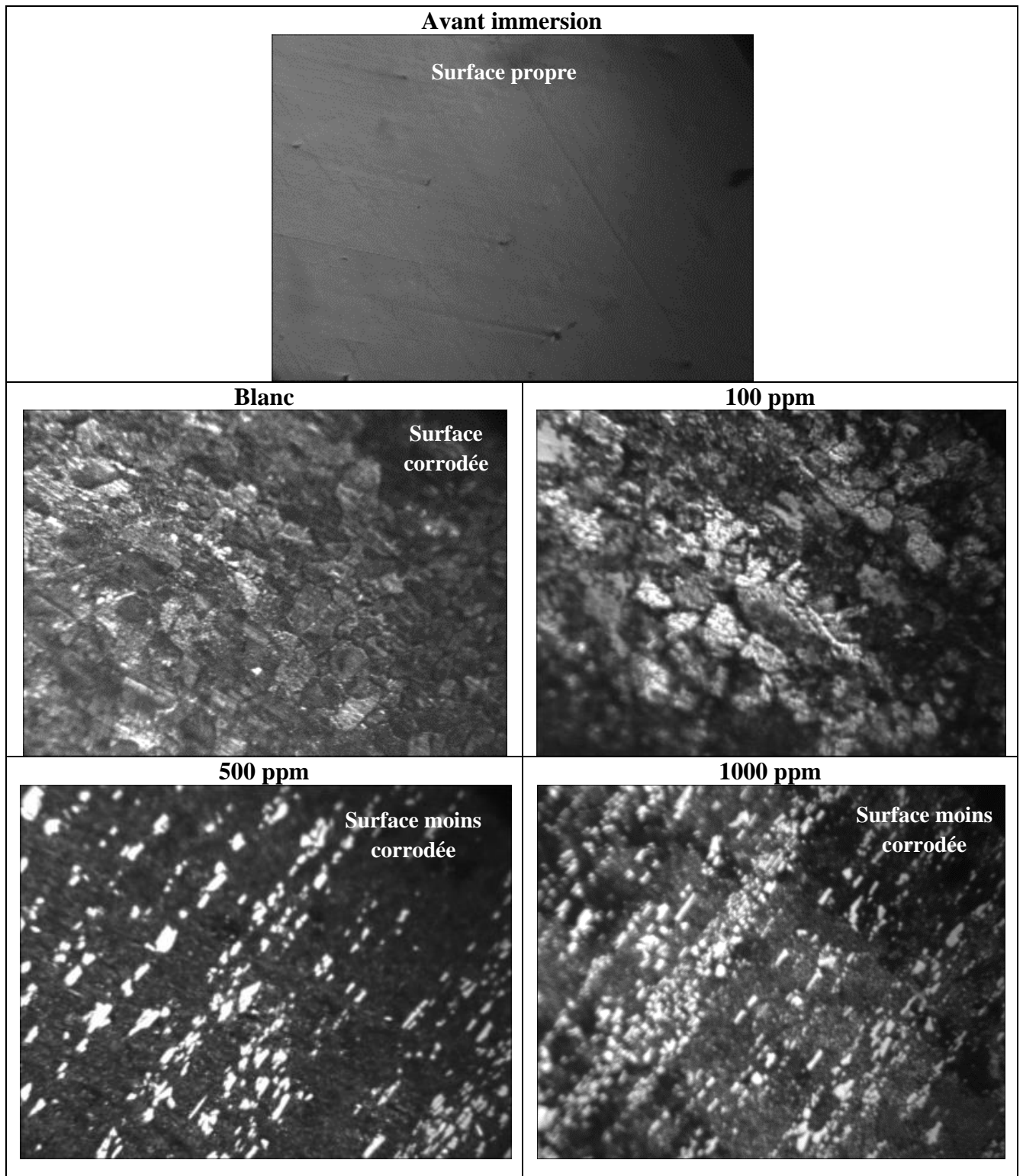


Figure III.5 : Images microscopiques des échantillons d'acier après 15 j d'immersion dans NaCl 3% à différentes concentrations de l'inhibiteur *Moringa oleifera*. Grossissement 200 μ m.

L'échantillon immergé dans la solution sans inhibiteur (blanc) a montré une corrosion et une détérioration de l'état de la surface avec la formation de produit de corrosion, contrastant nettement avec la surface polie et avec ceux immergés dans des solutions contenant différentes concentrations d'inhibiteur. Il est observé que plus la concentration d'inhibiteur est élevée, moins la corrosion est prononcée, ce qui confirme la formation d'un film protecteur efficace à la surface de l'acier. Ce film agit comme une barrière physique contre les agents corrosifs, préservant ainsi l'intégrité des échantillons métalliques. Ces observations démontrent clairement l'efficacité de l'inhibiteur de corrosion étudié (*MO*) et soulignent son potentiel dans la protection contre la dégradation des matériaux métalliques en environnements corrosifs.

III.5. Analyse des résultats électrochimiques

Toutes les caractérisations électrochimiques OCP, EIS, PP et LPR ont été réalisées dans une solution de NaCl à 3% en poids de pH égale à 6,8 et à température ambiante, en absence et en présence de différentes concentrations de l'extrait *MO*. Il convient de noter que toutes les mesures électrochimiques ont été effectuées en trois essais.

III.5.1. Potentiel a circuit ouvert

En général, la présence d'un composé dans une solution électrolytique peut faire déplacer l'OCP soit vers des valeurs positives si le composé réagit comme un inhibiteur anodique retardant le processus d'oxydation, soit vers des valeurs négatives si le composé inhibe les réactions cathodiques. L'observation des valeurs OCP en fonction du temps peut fournir des informations relatives à la stabilité du système électrolytique afin de permettre la réalisation de mesures par voltampérométrie à balayage linéaire telles que la polarisation potentiodynamique (PP). Le suivi du potentiel en circuit ouvert de l'acier X60 immergé dans la solution NaCl 3% à différentes concentrations de l'extrait des feuilles *Moringa Oleifera* est présenté dans la **Fig. III.6.**

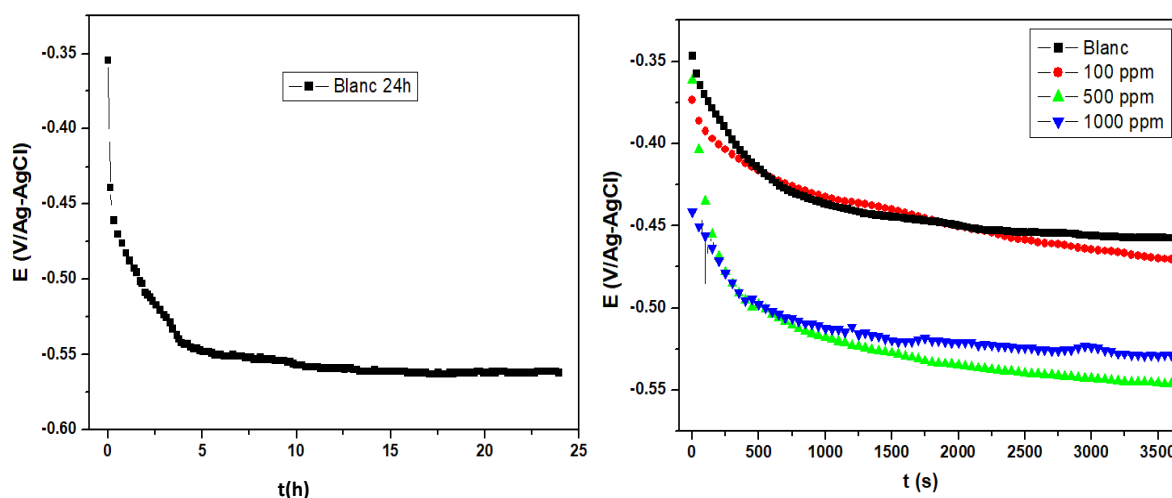


Figure III.6 : Suivi du potentiel en circuit ouvert de l'acier X60 immergé dans une solution NaCl 3% à différentes concentrations de l'extrait des feuilles *Moringa Oleifera*.

L'évolution du potentiel de l'acier, tend vers des valeurs plus négatives ce qui caractérise la dissolution de la surface de l'acier, puis un état pseudo-stationnaire d'une valeur de $-0,45 \text{ V/Ag-AgCl}$ est atteint après environ 30 min, qui traduit la formation d'une couche de produits de corrosion qui ralentit et inhibe la dissolution. Ce comportement est caractéristique de la formation accélérée de piqûres métastables au début et de la passivation progressive de toutes ces piqûres, jusqu'à la restauration de la couche passive et le retour du système à l'OCP initial, ce qui est un processus connu sous le nom de repassivation [85]. Une valeur stationnaire de $-0,56 \text{ V/Ag-AgCl}$ est atteinte après environ 5 h d'immersion et reste stable jusqu'à 24h.

En présence de l'inhibiteur, on observe que l'OCP présente la même allure ; déplacement vers des valeurs stationnaires plus négatives. Aussi, les valeurs de l'OCP diminuent avec la concentration de l'inhibiteur et sont toutes plus négatives que celle du blanc. Ce comportement peut être attribué à l'inhibition simultanée des réactions cathodiques ainsi qu'à la formation d'une couche protectrice qui inhibe les réactions anodiques. En outre, on peut noter que le MO agit comme un inhibiteur cathodique pour l'acier dans la solution de NaCl 3%.

III.5.2. Courbes de polarisation

Comme on peut le voir sur la **Fig. III.7** et dans le **tableau III.2**, l'extrait étudié a réduit les courants anodiques et cathodiques avec un déplacement du potentiel de corrosion. Selon Riggs *et Coll.* [86], si le déplacement du potentiel de corrosion du système inhibé est supérieur à 85 mV par rapport au potentiel de corrosion du système non inhibé (la solution blanc), l'extrait peut être considéré comme un type cathodique ou anodique.

La **Fig. III.7** montre qu'à mesure que la concentration de l'extrait augmente, le potentiel devient plus négatif ($\Delta E = 120-220 \text{ mV}$), ce qui indique que le *Moringa Oleifera* est un inhibiteur cathodique.

Les paramètres cinétiques ont été déterminés par la méthode de l'intersection des pentes de Tafel à E_{corr} tel que présenté dans la **Fig. III.8**. Le déplacement des valeurs des pentes de Tafel cathodique (b_c) et anodique (b_a), comme le montre la **Fig. III.7**, et comme indiqué dans le **tableau III.2**, en présence et en l'absence de l'extrait, suggère que l'inhibiteur affecte les réactions cathodiques. Cela suggère également que l'extrait de feuille de *Moringa Oleifera* est un type d'inhibiteur cathodique.

La diminution des valeurs des pentes de Tafel cathodique (b_c) (**tableau III.2**) peut être liée à l'inhibition de la réaction de réduction de l'oxygène. Inversement l'augmentation des pentes anodique (b_a) est probablement due à la passivation de l'acier par l'adsorption du film inhibiteur et les produits de corrosion.

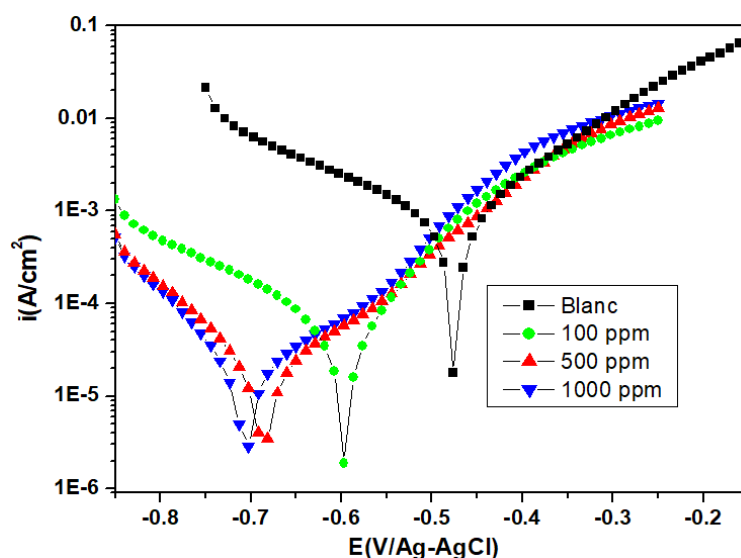


Figure III.7 : Courbes de polarisation de l'acier X60 après 1h d'immersion dans une solution NaCl 3% à différentes concentrations de l'extrait des feuilles de *Moringa oleifera*, à 1 mV/s.

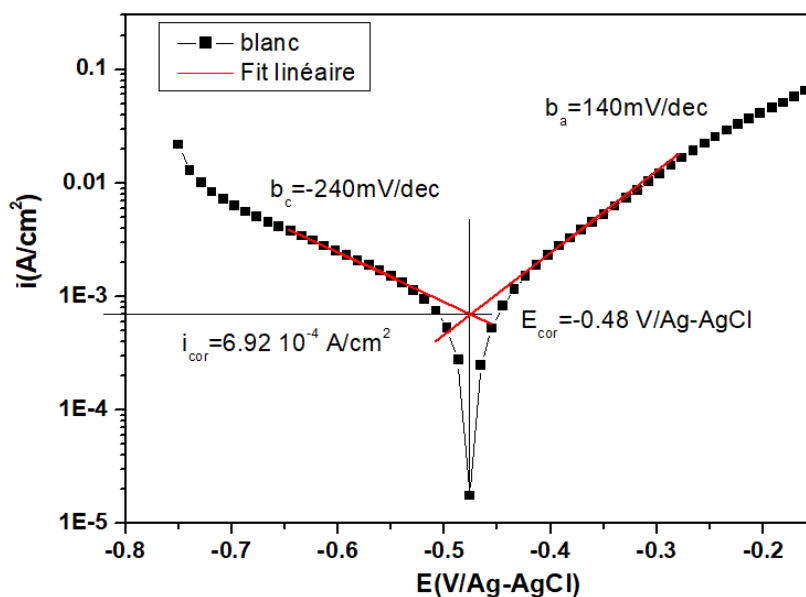


Figure III.8 : Exemple d'analyse des courbes de polarisation.

La mesure de la densité du courant de corrosion, i_{corr} , peut également être utilisée pour indiquer le taux global de corrosion. Ainsi, lorsque la valeur de i_{corr} diminue, on dit que l'échantillon présente une meilleure résistance à la corrosion. Ici, la diminution des densités de courant anodique et cathodique indique que l'inhibiteur est de type mixte. Le mécanisme de passivation par l'inhibiteur s'exerce en réduisant le nombre de composants réductibles qui atteignent la région anodique et en empêchant l'oxydation du métal en le rendant plus passif.

Ainsi, la diminution de i_{corr} de 692 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 17,4 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ avec les changements correspondants de E_{corr} , indiquent que les molécules de l'extrait agissent comme un inhibiteur de type mixte.

Tableau III.2 : Paramètres électrocinétiques extraits de la Fig. III.7.

C_{inh} (ppm)	E_{corr} (V/Ag-AgCl)	b_c (mV/dec)	b_a (mV/dec)	i_{corr} ($\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$)	EI (%)	θ (%)
0	-0,48	- 240	140	692	/	/
100	-0,60	-220	120	71,2	89,7	0,897
500	-0,68	-120	165	19	97,2	0,972
1000	-0,70	-110	177	17,4	97,5	0,975

En ce qui concerne le calcul de l'efficacité, qui a été effectué en fonction des valeurs de i_{corr} , l'extrait de *Moringa oleifera* avec 1 g/L possède l'efficacité d'inhibition la plus élevée, jusqu'à 97,50%, ce qui est en accord avec les résultats de la caractérisation précédente.

Le recouvrement (θ) et l'efficacité inhibition (% EI) ont été calculés à l'aide de l'équation suivante :

$$\%IE = \theta \times 100 = \left(\frac{i_{corr}^0 - i_{corr}}{i_{corr}^0} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{(Eq. III.1)}$$

où i_{corr} et i_{corr}^0 sont les densités de courant en présence et en l'absence de l'extrait, respectivement.

On peut observer qu'à mesure que la concentration de l'extrait augmente, la densité du courant de corrosion (i_{corr}) diminue et l'efficacité d'inhibition (IE)% augmente. L'efficacité d'inhibition la plus élevée est de 97,5% a été obtenue à une concentration de 1 g/L.

Cela indique que plus de particules d'inhibiteur ont été absorbées sur la surface de l'acier, fournissant ainsi un recouvrement de surface plus large et l'extrait agit comme un inhibiteur d'adsorption comme rapporté par Ikhmal *et coll.* [87]. On peut observer dans le **tableau III.2** que la densité du courant de corrosion (i_{corr}) diminue avec l'augmentation de la concentration de l'extrait, ce qui est dû à l'augmentation de la fraction bloquée de la surface du métal par adsorption, comme l'ont rapporté Fouda *et coll.* [88-89].

III.5.3. Impédance électrochimique

L'étude par SIE a été réalisée après 1 heure d'immersion de l'acier dans NaCl à 3%, en absence et en présence de différentes concentrations d'inhibiteur. Les mesures ont été effectuées en mode potentiostatique au potentiel de corrosion, E_{corr} , dans un domaine de fréquence allant de 10 kHz à 10 mHz et une amplitude de perturbation de 10 mV.

Les diagrammes d'impédance obtenues et simulés sont regroupés dans la **figure III.9**, et représentés en coordonnées de Nyquist (**figure III.9.a**) et Bode (**figure III.9.b et c**).

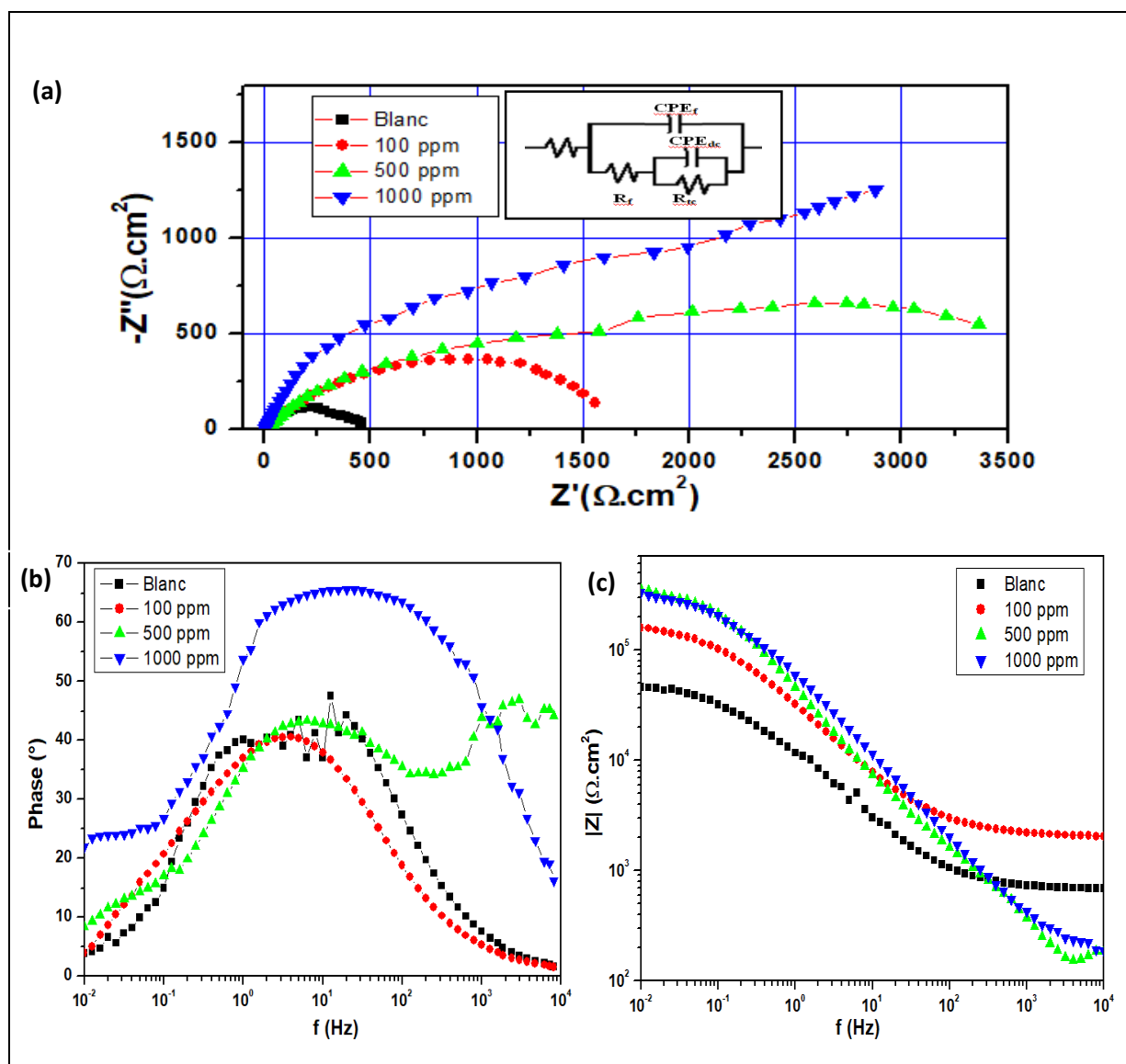


Figure III.9: Diagramme d'impédance de l'acier X60 après 1 h d'immersion dans la solution NaCl 3% à différentes concentrations de MO en représentation de (a) Nyquist (normalisés et corrigés de la chute ohmique), (b) Phase Bode et (c) Module Bode.

Les spectres d'impédance dans le plan de Nyquist montrent un comportement capacitif de l'interface dans tout le domaine de fréquences étudiées. Ils sont formés de deux boucles capacitives plus ou moins découplées en fréquences indique la formation d'un film suffisamment épais [83].

Le diamètre de la boucle à hautes fréquences correspond à la résistance de transfert de charge, R_{tc} . Ce diamètre augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur. Ces boucles ne sont pas des demi-cercles parfaits, c'est-à-dire non centrés sur l'axe des réels. Ce qui peut être attribué à la dispersion en fréquences due à l'hétérogénéité de la surface de l'électrode (rugosité, impuretés, adsorption de l'inhibiteur et/ou formation de couches poreuses) d'où la nécessité de l'élément à phase constante (CPE) qui rend compte de ses hétérogénéités par l'intermédiaire du coefficient n . [90-91-92].

Les diagrammes ont été corrigés de la chute ohmique (bien que négligeable puisque le milieu est très conducteur) en retranchant la résistance de la solution, R_s , des valeurs de la composante $Z_{Réelle}$ de l'impédance :

$$Z_{corrigée} = Z_{Réelle} - R_s \dots \dots \dots \text{(Eq. III.2)}$$

$$R_s = \lim_{\omega \rightarrow \infty} Z_{Réelle} \dots \dots \dots \text{(Eq. III.3)}$$

En représentation de Bode (**Fig. III.9.b**), il ressort que l'ajout de l'inhibiteur entraîne une augmentation de l'impédance interfaciale, qui augmente avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur.

Les paramètres électriques de l'interface métal/solution ont été déterminés par simulation des diagrammes d'impédance par un circuit électrique inséré dans la figure, à l'aide du logiciel FRA. R_s correspond à la résistance de la solution, R_f étant la résistance du film adsorbé, R_{tc} étant la résistance de transfert de charge, CPE_f , l'élément à phase constante du film, CPE_{dc} , l'élément à phase constante caractérisé par le paramètre Q_{dc} et le facteur de rugosité n .

L'efficacité inhibitrice, EI est calculée à partir de R_{tc}^{inh} et R_{tc}^0 , les résistance de transfert de charge en présence et en absence de l'inhibiteur, selon l'équation ci-dessous (**Eq. III.4**) :

$$EI(\%) = \left(\frac{R_{tc}^{inh} - R_{tc}^0}{R_{tc}^{inh}} \right) \times 100 \dots \dots \dots \text{(Eq. III.4)}$$

Sur la **figure III.9** (b) (Bode phase) la présence d'un seul pic pour le blanc est représentative d'un seul phénomène (la double couche), et l'obtention de 2 pics en présence de l'inhibiteur est liée à deux phénomènes (transfert de charge + adsorption). La première constante de temps dans la gamme des hautes fréquences est attribuée à la formation d'un film entre la surface de l'acier et les molécules de l'inhibiteur, et la seconde constante du temps aux basses fréquences est attribuée au processus de corrosion. L'augmentation des hauteurs des pics indique une réponse d'une capacité élevée à l'interface due à la présence des molécules d'inhibiteur à l'interface. [93].

En présence d'un processus d'oxydo-réduction, c'est la résistance de polarisation $R_p = R_s + R_f + R_{tc}$ (limite basses fréquences) qui est la plus étroitement corrélée avec la vitesse de corrosion. Le circuit $R_s(CPE//R_p)$ permet de simplifier les calculs.

Les paramètres électriques (R_s et R_p) et l'efficacité inhibitrice calculée à partir de R_p obtenues à partir des diagrammes d'impédance de la **figure III.9**, sont rassemblés dans le **tableau III.3**.

Tableau III.3 : Valeurs des paramètres électriques obtenues des mesures de SIE.

C_{inh} (ppm)	R_s ($\Omega.cm^2$)	R_p ($\Omega.cm^2$)	EI (%)
0	6,8	450	/
100	2	1550	71
500	1,5	3360	86,6
1000	1,8	4100	89

D'après ce tableau, on note que la résistance de la solution, R_s , varie très peu avec l'ajout de l'inhibiteur, car elle est liée à la conductivité de la solution de NaCl dont la concentration est constante (3%).

Les valeurs de R_p deviennent plus importantes avec l'augmentation de la concentration de l'inhibiteur, menant à une augmentation de l'efficacité inhibitrice. Lorsque la concentration de l'inhibiteur augmente, le recouvrement de la surface et donc l'épaisseur du film croît. Par conséquent, plus la surface est bloquée, plus la résistance de polarisation est élevée.

Pour conclure, on note qu'il y a une bonne concordance entre les trois méthodes de mesures utilisées (gravimétrie, polarisation potentiodynamique et spectroscopie d'impédance électrochimique), dont les valeurs de l'efficacité sont raisonnablement en bon accord. D'où le MO est un inhibiteur efficace contre la corrosion de l'acier dans NaCl 3% avec une concentration optimale de 1 g/L.

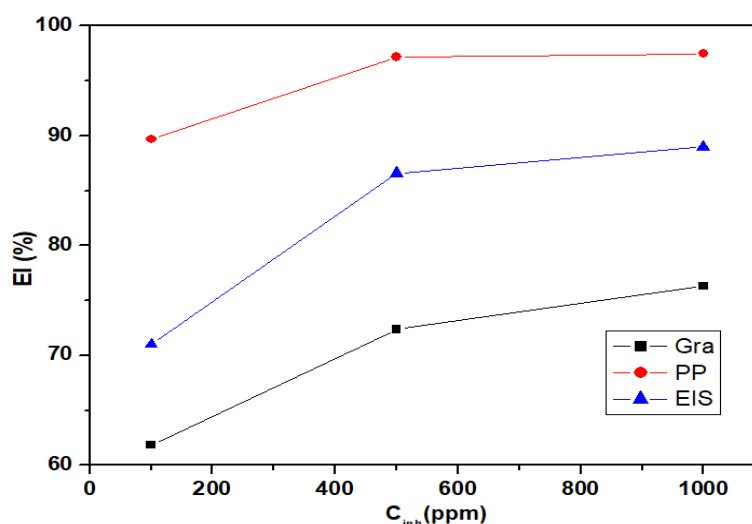


Figure III.10: Efficacité inhibitrice de la corrosion de l'acier X60 du *Moringa oleifera* dans la solution NaCl 3% par différentes méthodes.

- [1] A. SHORT, «Introduction to corrosion and its control, corrosion in the metals and its prevention», *National Corrosion Service, NPL*, pp. 1-9, 2003.
- [2] E. Bardal, *Corrosion and protection*, springer (2004).
- [3] B. NIMMO et G. HINDS, «Beginners guide to corrosion », *NPL*, (2003) 1-9.
- [4] Université du Maine, Faculté des Sciences, Diagramme potentiel-pH du fer. [fer7.pdf \(univ-lemans.fr\)](#)
- [5] G. Daufin, J. Talbotn , «Etude de quelques problèmes de corrosion dans l'industrie laitière». Première partie. Généralités sur la corrosion des métaux et alliages. INRA Editions, 1971 ,51 (507).
- [6] Roberge, P. R. (2008). *Corrosion Engineering: Principles and Practice*. McGraw-Hill Education.
- [7] NACE Glossary of Corrosion Terms. *Materials, Protection*, (1965), Vol.4, n°1, pp 79-80.
- [8] C. Feuvelle, « la corrosion des métaux en milieu aqueux », Introduction Ed :Cetim, (1989).
- [9] M. Lebrini, « Synthèse et études physico chimiques de nouveaux thiadiazoles inhibiteurs de corrosion de l'acier en milieu acide », thèse de doctorat, Université des sciences et technologies de Lille, (2005).
- [10] P. Orłowski, « Comment Vaincre la Corrosion Métalliques ». Ed : Eyrolles, Paris, (1973).
- [11] G. Blustein, A.R.D. Sarli, J. A Jaen, R. Romagnoli and B.D. Amo, *Corros. Scien*, 49 (2007) 4202.
- [12] P. R. Roberge, *Handbook of corrosion engineering*. New York, 2012.
- [13] C. Chaussin, et G. Hilly, *Métallurgie Tome1 : Alliages Métalliques* (1972).
- [14] Jones, Denny A. "Principles and Prevention of Corrosion." Prentice Hall, 1996.
- [15] E. Hamer Norman, Scope and importance of inhibition Technology, *Corrosion, NACE*, 28-41, (1973).
- [16] Fontana, Mars G., Greene, Ned H. "Corrosion Engineering." 3ème édition, Mc Graw-Hill, 1986.
- [17] Pourbaix, M. "Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions." 2ème édition, National Association of Corrosion Engineers, 1974.
- [18] Davis, Joseph R. "Corrosion: Understanding the Basics." ASM International, 2000.
- [19] Roberge, Pierre R. "Handbook of corrosion engineering." McGraw-Hill Education, 2011

- [20] Abdel-Gaber, A., H. Rahal, and F. Beqai, Eucalyptus leaf extract as a eco-friendly corrosion inhibitor for mild steel in sulfuric and phosphoric acid solutions. *International Journal of Industrial Chemistry*, 2020: p. 1-10.
- [21] R. Winston, Herbert H. Uhlig. "Corrosion and corrosion control: an introduction to corrosion science and engineering." John Wiley & Sons, 2008. DOI:10.1002/9780470277270
- [22] Punita. Mouraya, Sita Shree Banerjee, M.M. Singh, Corrosion inhibition of mild steel in acidic solution by tagetes erecta (Marigold flower) extract as a green inhibitor, *corrosion science* 85 (2014) 352 – 36.
- [23] Liao, L.L., et al., Longan seed and peel as environmentally friendly corrosion inhibitor for mild steel in acid solution: experimental and theoretical studies. *Journal of colloid and interface science*, 2017. 499: p. 110-119.
- [24] P. Raja, M. Sethuraman, «Natural product as corrosion inhibitor for metals in media», *Materials letters*, vol. 62, p. 113, 2008.
- [25] A. E. Etre, «Inhibition of acid corrosion of carbon steel using aqueous extract of olive leaves», *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 314, p. 578–583, 2007.
- [26] A. Elmouwahidi, Z. Zapata-Benabithé, F. Carrasco-Marin et C. Moreno-Castilla, «Activated carbons from KOH-activation of argan (*Argania spinosa*) seed shells as supercapacitor electrodes», *Bioresource Technology*, vol. 111, pp. 185-190, 2012.
- [27] M. Bendahou, M. Benabdellah et B. Hammouti, «A study of rosemary oil as a green corrosion inhibitor for steel in 2 M H_3PO_4 », *Pigment & Resin Technology*, vol. 35, pp. 95-100, 2006.
- [28] A. A. Rahim, E. Rocca, J. Steinmetz et M. Kassim, «Inhibitive action of mangrove tannins and phosphoric acid on pre-rusted steel via electrochemical methods», *Corrosion Science*, vol. 50, pp. 1546-1550, 2008.
- [29] I.E. Uwah, P.C. Okafor et V.E. Ebiekpe, «Inhibitive action of ethanol extracts from *Nauclea latifolia* on the corrosion of mild steel in H_2SO_4 solutions and their adsorption characteristics», *Arabian Journal of Chemistry*, vol. 6, p. 285293, 2013.
- [30] Azahakia, M. R. S.; Thangaraj, T.; Vijayakumar, A. et Muthukrishan, N. Production et utilisation du Moringa en Inde : la situation actuelle, (2001) 9p.

- [31] Atakpama W., Kponor E.G.E., Kanda M., Dourma M., Nare M., Batawila K. and Akpagana K. *Moringa oleifera* Lamarck (Moringaceae) : une ressource phytogénétique à usage multiple. Rev. Cames SVT-A 2 (1) (2014) 6-14.
- [32] Aziman N., Abdullah N., Noor Z.M., Zulkifli K. S. and Kamarudin W.S.S.W. Phytochemical constituents and in vitro bioactivity of ethanolic aromatic herb extracts. Sains Malays. 41(11) (2012) 1437-1444.
- [33] Saint Sauveur, A. and Broin, M. L'utilisation des feuilles de *Moringa oleifera* Lam. Contre les carences alimentaires : un potentiel encore peu valorisé. *Moringa et autres végétaux à fort potentiel nutritionnel. Stratégies, normes et marchés pour un meilleur impact sur la nutrition en Afrique*, Accra, 16-18 Novembre (2006).
- [34] Foidl, N., Makkar, H., & Becker, K. (2001). Potentiel de *Moringa oleifera* en Agriculture et dans l'industrie. Potentiel de développement des produits de *Moringa*. Dar Essalaam, Tanzanie, du 29 octobre au 2 Novembre 2001.
- [35] Foidl, N., Makkar, H. P. S., & Becker, K. The potential of *Moringa oleifera* for agricultural and industrial uses. *The Miracle Tree: The Multiple Attributes of Moringa*, (2001) 45-76.
- [36] Ijarotimi, O.S; Adeoti, O.A et Ariyo, O. Comparative study on nutrient composition, phytochemical, and functional characteristics of raw, germinated, and fermented *Moringa oleifera* seed flour. *Food Science & Nutrition* vol.1, No (6), (2013) 452–463. doi : [10.1002/fsn3.70](https://doi.org/10.1002/fsn3.70).
- [37] Agroconsult, (2016) :Analyse des Potentialités de l'Exploitation du *Moringa* en Haïti, ministère de l'agriculture, des ressources naturelles et du développement rural (marndr). p 211, Haïti.
- [38] Akpagana, K. *Moringa oleifera* Lamarck (Moringaceae): une ressource phytogénétique à usage multiple. Rev Cames, Sciences de la vie, de la terre et agronomie 2(1) (2014) 6-14.
- [39] Delpha, ISIS. (2011). *Moringa (moringaoleifera lam): current uses and pharmacological Interest*.
- [40] Kerharo P. J. Un remède populaire Sengalais: Le 'Nebreday' (*Moringa oleifera* lam.) employés thérapeutiques en milieu Africain chimie et pharmacologie. *Plantes Med Phytother*, 3 (1969) 14-219.

- [41] Laleye O. A. F., Ahissou H., Olounlade A. P., Azando E. V. B., Laleye A. Étude Bibliographique de trois plantes antidiabétiques de la flore béninoise : *Khayasenegalensis* (Desr) A. Juss (Meliaceae), *Momordicacharantia* Linn (Cucurbitaceae) et *Moringa oleifera* Lam (Moringaceae). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(5) (2015) 2682-2700.
- [42] Anwar F., Latif S., Ashraf M., Gilani A. H. *Moringa oleifera*: a food plant with multiple medicinal uses. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives*, 21(1) (2007) 17-25.
- [43] Roy, E. (2013). Les plantes exotiques dans les cosmétiques : réel intérêt ou effet marketing (Doctoral dissertation).
- [44] Ruckmani K., Kavimani S., An R., Jaykar B. Effect of *Moringa oleifera* Lam on paracetamol-induced hepatotoxicity. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 60(1) (1998) 33.
- [45] Caceres A., Cabrera O., Morales O., Mollinedo P., Mendia P. Pharmacological properties of *Moringa oleifera*. 1: Preliminary screening for antimicrobial activity. *Journal of ethnopharmacology*, 33(3) (1991) 213-216.
- [46] Makonnen E., Hunde A., Damecha G. Hypoglycemic effect of *Moringa stenopetala* aqueous extract in rabbits. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Medical and Scientific Research on Plants and Plant Products*, 11(2) (1997) 147-148.
- [47] Ndabigengesere A., Narasiah K. S. Quality of water treated by coagulation using *Moringa oleifera* seeds. *Water research*, 32(3) (1998) 781-791.
- [48] Ravikumar K., Sheeja, A.K. Heavy metal removal from water using *Moringa oleifera* seed coagulant and double filtration, *Int. J. Sci. Eng. Res.* 4 (2013) 10–13.
- [49] Agroconsult Haiti S. A. (2016). Analyse des Potentialités de l'Exploitation du *Moringa* en Haïti. Rapport final. Banque de la république D'haiti (BRH).
- [50] Leone A., Spada A., Battezzati A., Schiraldi A., Aristil J., Bertoli S. Cultivation, Genetic, Ethnopharmacology, Phytochemistry and Pharmacology of *Moringa oleifera* Leaves: An Overview. *Int. J. Mol. Sci.* 16 (2015) 12791-12835.

- [51] Theophile M. (2014). Effet de la fertilisation sur la croissance et la production de *Moringa Oleifera* local et *Moringa oleifera* PKM-1 dans la Région des Cascades (Burkina Faso). Mémoire de magistère en production végétale, université de Burkina Faso.
- [52] Ashfaq M., Basra S.M., Ashfaq U. *Moringa: A Miracle Plant for Agroforestry*. J.Agric. Soc. Sci. 8 (2012) 115–1.
- [53] James. A., Zikankuba. V. *Moringaoleifera* potential tree for nutrition security in sub-Saharan Africa. American Journal of Research Communication, 5(4) (2017) 1-14.
- [54] Farhat, A. (2010). Vapo-diffusion assistée par micro-ondes : conception, optimisation et application. Thèse de Doctorat en Sciences (option : Sciences des Procédés, Sciences des Aliments), Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse (France) & Ecole Nationale d'Ingénieurs de Gabès (Tunisie).
- [55] Raaman, N. (2006). Phytochemical techniques. New India Publishing, New Delhi, Inde.
- [56] Rangari, V. D. (2009). **Pharmacognosy & Phytochemistry** (Vol. 2). Career Publications.
- [57] Fontana, M. G., & Greene, N. D. (2019). Corrosion Engineering: Principles and Practice. McGraw-Hill Education.
- [58] moren, S A. Ogbobe, O. Ebenso, E. E. and Ekpe, U. J. Effect of halide ions on well steels using organic inhibitors – A review. Journal of Material Environment Science, 3(5) (2006) 284-292.
- [59] Umoren S. A., Ogbobe O., Igwe I. O., and Ebenso E. E., Inhibition of mild steel corrosion in acidic medium using synthetic and naturally occurring polymers and synergistic halide additives, *Corrosion Science*. 50, 7 (2008) 1998–2006. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.04.015>.
- [60] S. A. Umoren and E. E. Ebenso, Studies of the anti-corrosive effect of *Raphia hookeri* exudate gum-halide mixtures for aluminium corrosion in acidic medium, *Pigment and Resin Technology*, vol. 37, no. 3, pp. 173–182, 2008.
- [61] Umoren, S.A., Obot, I.B., Ebenso, E.E. and Okafor, P.C. 2008. Eco-friendly inhibitors from naturally occurring exudate gums for aluminium corrosion inhibition in Acidic Medium. *Portugaliae Electrochim. Acta*, 26 : 267 – 282 .
- [62] Umoren, S.A. and Ebenso, E.E. 2008. Studies of anti-corrosive effect of *Raphia hookeri* exudates gum – halide mixtures for aluminium corrosion in acidic medium. *Pigment Resin Technol.*, 37 : 173 – 182 .

- [63] SA Umoren, [Polymers as corrosion inhibitors for metals in different media-A review](#). The Open Corrosion Journal, 2009.
- [64] Umoren, S. A., Solomon, M. M., Udoh, A. P., & Eduok, U. M. (2012). Inhibition of mild steel corrosion in sulphuric acid solution using Terminalia catappa extract: Experimental and quantum chemical studies. *International Journal of Electrochemical Science*, 7, 2583-2602.
- [65] Loto, R. T. (2012). Evaluation of the inhibitive effect of Camellia sinensis extract on the corrosion of mild steel in sulphuric acid. *International Journal of Electrochemical Science*, 7, 1375-1386.
- [66] C.A. Loto, O.O. Joseph, R.T. Loto, Adsorption and Inhibitive Properties of *Camellia Sinensis* for Aluminium Alloy in HCl. *International Journal of Electrochemical Science*, 9 (7), (2014) 3637-3649.
- [67] Garcia, M., Pereda, M., Jovancicevic, V., & Peralta, M. (2019). Review of green inhibitors in corrosion control and corrosion assessment in presence of green inhibitors. In *Green Technologies in Electrochemical Processes* (pp. 1-25). InTechOpen.
- [68] B. E. Amitha Rani, [Bharathi Bai J. Basu](#), Green Inhibitors for Corrosion Protection of Metals and Alloys: An Overview, *International Journal of corrosion*, (2012). ID 380217. <https://doi.org/10.1155/2012/380217>
- [69] M. Sangeetha, Susai Rajendran, T.S. Muthumegala, A. Krishnaveni, Green corrosion inhibitors-An Overview, *Zastita Materijala*, 52 (2011).
- [70] [Nayem Hossain](#), [Mohammad Asaduzzaman Chowdhury](#), [Mohamed Kchaou](#), An overview of green corrosion inhibitors for sustainable and environment friendly industrial development, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 35(7), (2020) 673–690. <https://doi.org/10.1080/01694243.2020.1816793>
- [71] Zhang, Q., Zhang, R., Wu, R., Luo, Y., Guo, L., He, Z. (2022). Green and high-efficiency corrosion inhibitors for metals : a review. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 37(9), 1501–1524. <https://doi.org/10.1080/01694243.2022.2082746>
- [72] Bard AJ, Faulkner LR. *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*. 2nd ed. New York: Wiley; 2001.
- [73] E.E. Oguzie, G.N. Onuoha, A.I. Onuchukwu, *Mater. Chem.phys.* 89 (2004) 305.

- [74] H.A. Gaddock, A.D. Hamman, S. Caud, "The development and application of a preferential weld protection corrosion inhibitor for topsides gas producing facility under high shear and sweet conditions" Corrosion, Naceinternational (2004)
- [75] P.Sankara, R. Winston, Testing methods and standards for oil field corrosion inhibitions, 'CANMET, Material technology laboratory, Canada paper n°04424, Nace international, HOUSTON, TX (2004).
- [75] P.Sankara, R. Winston, Testing methods and standards for oil field corrosion inhibitions, 'CANMET, Material technology laboratory, Canada paper n°04424, Nace international, HOUSTON, TX (2004).
- [76] L. Beaunier, M. Froment, J. Kélin, Bordas, Paris (1990) PP. 65-107.
- [77] Faustin, M., (2013). Étude de l'effet des alcaloïdes sur la corrosion de l'acier C38 en milieu acide chlorhydrique 1 M: Application à *Aspidosperma album* et *Geissospermum laeve* (Apocynacées), Thèse de Doctorat, Antilles-Guyane. <https://www.theses.fr/2013AGUY0578.pdf>
- [78] A.J. BARD, L.R. FAULKNER, « Electrochimie – principes, méthodes et applications », Ed. Masson, Paris (1983).
- [79] De Levie, R. (1967). *Advances in Electrochemistry and Electrochemical Engineering*; **Delahay, P., Ed.; Inter. Science.**
- [80] Ntienoue, J. (2013). Étude, caractérisation et suivi électrochimique de la surface de l'acier inoxydable 254 SMO en milieux aqueux naturels amazoniens, Thèse de Doctorat, Antilles-Guyane.
- [81] K. Rahmouni, Thèse de Doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie -Paris 6 et l'Université Ibn Tofail- Maroc (2005). <http://www.theses.fr/2005PA066458>.
- [82] SAHLI.R Etude de la Rupture et de la Formabilité des Tôles en Acier A60. Propriétés et Microstructure.

- [83] OULABBAS.A Thèse de Doctorat « Effets des inhibiteurs verts sur la corrosion des aciers ordinaires dans deux milieux acides. »
- [84] Kainat S, Gilani SR, Asad F et al (2022) Determination and comparison of phytochemicals, phenolics, and flavonoids in *Solanum lycopersicum* using FTIR spectroscopy. *Food Anal Methods* 15:2931–2939. <https://doi.org/10.1007/s12161-022-02344-w>.
- [85] A. B. Adekunle, S. E. Iyuke, O. T. Akinwunmi, "Corrosion Inhibition of Mild Steel by Extracts of *Moringa Oleifera* in Acidic Medium", *Journal of Materials and Environmental Science*, vol. 7, no. 5, pp. 1608-1617, 2016.
- [86] Kelly, R.G.; Scully, J.R.; Shoesmith, D.W.; Buchheit, R.G. Passivity and localised corrosion. In *Electrochemical Techniques in Corrosion Science and Engineering*; Schweitzer, P.A., Ed.; Marcel Dekker Inc.: New York, NY, USA, 2002; pp. 55–124.
- [87] Riggs, O.L. Jr. *Corrosion Inhibitors*, 2nd ed., C.C. Nathan, Houston, TX, 1973.
- [88] Ikhmal W.M.K.W.M., Syaizwadi S.M., Amirah Nursabrina Mohd Nasir, Rafizah W.A.W., Norsani W.N.W.M., Sabri M.G.M., Green Anticorrosion Coating with Low VOCs Emission using *Moringa Oleifera* Leaves Extract. [10.22075/MACS.2022.22771.1328](https://doi.org/10.22075/MACS.2022.22771.1328).
- [89] A. S. Fouda, Yassin A Aggour, G Bekheit, Muhamad Affandi Ismail, *Moringa Oleifera* Extract as Green Corrosion Inhibitor for Zinc in Polluted Sodium Chloride Solutions, *International Journal Canada s Journal of Global Policy Analysis*, 2 (2014) 1158-1170, *Moringa oleifera* as an eco-friendly corrosion inhibitor for carbon steel in hydrochloric acid solution, A.S. Fouda, A.M. Ahmed, S.M. El-Darier, I.M. Ibrahim, *International Journal of Corrosion and Scale Inhibition* 9 (4) (2020) 1630-1647.
- [90] S. Khireche, D. Boughrara, A. Kadri, L. Hamadou, B. Benbrahim, *Corrosion mechanism of Al, Al-Zn and Al-Zn-Sn alloys in 3 wt.% NaCl solution*, *Corrosion Science*, 87 (2014) 504-516. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.07.018>
- [91] Nacer Hechiche, Dalila Boughrara, Abdelaziz Kadri, Nacera Dahmani, Nassima Benbrahim, *Artemisia Herba Alba Essential Oil as Green Corrosion Inhibitor for*

Aluminum in Hydrochloric Acid Solution, Anal. Bioanal. Electrochem., 11 (2019) 1129 - 1147. <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-02428588/document>

[92] Cilya Oulmas, Sonia Mameri, Dalila Boughrara, Slimane Boutarfaia, Joseph Delhalle, Zineb Mekhalif, Abdelaziz Kadri, Development of Al-5%Zn-0.5%Sn-2.6%Mg Alloy as Sacrificial Anode for Cathodic Protection of Steel in 3 wt.% NaCl Solution, Journal of The Electrochemical Society, 168 (2021) 031514. [Journal of The Electrochemical Society, 168, 3 \(2021\) IOPscience](#). DOI: 10.1149/1945-7111/ abec96.

[93] Punita. Mouraya, Sita Shree Banerjee, M.M. Singh, Corrosion inhibition of mild steel in /acidic solution by tagetes erecta (Marigold flower) extract as a green inhibitor, corrosion science 85 (2014) 352 – 36.

[94] Ali, I. H., Khan, M. I., Alraih, A. M., Almesfer, M. K., Elkhaleefa, A., Dmour, S. M., & Rehan, M. (2021). Adsorption and corrosion inhibition behaviour of oil extracted from Moringa peregrina leaves for carbon steel in acidic media: Experimental and computational studies. Journal Name, Volume(numéro), Pages. <https://doi.org/10.20964/2021.08.49Bard> AJ, Faulkner LR. Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications. 2nd ed. New York: Wiley; 2001.

Conclusion générale

L'étude de l'inhibition de la corrosion d'une barre d'acier X60 dans une solution neutre chlorurée (NaCl 3%) par l'extrait de feuille de *Moringa oleifera* en utilisant des techniques gravimétriques, OCP, d'impédance électrochimique et de polarisation potentiodynamique permet de tirer les conclusions suivantes :

- 1) La vitesse de corrosion de la barre d'acier dans NaCl diminue avec l'augmentation de la concentration de l'extrait de feuilles de *Moringa oleifera*.
- 2) L'efficacité d'inhibition de l'extrait de feuilles de *Moringa oleifera* dépend de la concentration de l'extrait, et elle augmente avec la concentration de l'extrait.
- 3) Au fur et à mesure que la concentration de l'extrait augmente, la résistance de polarisation augmente et la valeur la plus élevée est enregistrée à la concentration la plus élevée (1 g/L).
- 4) Les résultats de la polarisation potentiodynamique ont montré que l'extrait agissait comme un inhibiteur de type mixte via une simple adsorption des composés phytochimiques présents dans l'extrait sur la surface de l'acier dans une solution de NaCl.
- 5) Les trois méthodes utilisées sont en bonne corrélation, et indiquent que l'extrait de feuilles de *Moringa oleifera* pourrait servir d'inhibiteur efficace de la corrosion de l'acier X60 dans une solution NaCl 3%.

Perspectives

À la conclusion de ce travail, les perspectives ci-dessous sont proposées pour les recherches futures ainsi que des stratégies visant à améliorer la recherche dans le domaine de l'étude de l'inhibition de la corrosion de l'acier par l'extrait éthanolique *Moringa oleifera*.

- Etudier l'effet du temps sur la couche d'inhibiteur adsorbée en utilisant les méthodes électrochimiques, UV, IR et MEB.
- Etudier l'effet de la température sur l'adsorption et prévoir le mécanisme selon les différentes isothermes d'adsorption.
- Faire des études comparatives avec d'autres inhibiteurs verts issus des plantes.
- Faire une étude théorique (DFT) pour comprendre le mécanisme d'adsorption de la molécule la plus active de l'extrait du *Moringa oleifera*.
- Approfondir cette étude en travaillant en synergie avec d'autres composées tels que KI, en restant dans le cadre du respect de l'environnement.

Résumé

Ce mémoire explore l'utilisation de l'extrait éthanolique de *Moringa oleifera* comme inhibiteur de corrosion pour l'acier dans un environnement contenant du NaCl à 3%. À travers les méthodes de mesure utilisées, incluant la perte de masse, le potentiel à circuit ouvert (OCP), les courbes de polarisation de Tafel et la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), l'étude a évalué l'efficacité de l'extrait de feuilles de *Moringa oleifera* dans la réduction des processus de corrosion. Les résultats ont démontré que l'extrait de *Moringa oleifera* présente des propriétés inhibitrices significatives, allant jusqu'à 97,5% à une concentration de 1g/L, réduisant efficacement les taux de corrosion de l'acier. L'analyse des mécanismes d'inhibition a révélé que l'inhibiteur est de type cathodique, inhibant la corrosion par adsorption de l'extrait sur la surface métallique.

Mots clés : Inhibiteur, corrosion, extrait éthanolique *Moringa oleifera*, potentiel à circuit ouvert, courbes de polarisation potentiodynamique de Tafel, spectroscopie d'impédance électrochimique.

Abstract

This thesis explores the use of ethanol extract from *Moringa oleifera* as a corrosion inhibitor for steel in a 3% NaCl environment. Through measurement methods including mass loss, open circuit potential (OCP), Tafel polarization curves, and electrochemical impedance spectroscopy (EIS), the study evaluated the effectiveness of *Moringa oleifera* leaf extract in reducing corrosion processes. The results demonstrated that the *Moringa oleifera* extract exhibits significant inhibitory properties, up to 97.5% at a concentration of 1 g/L, effectively reducing steel corrosion rates. Analysis of inhibition mechanisms revealed that the inhibitor acts cathodically, inhibiting corrosion through adsorption of the extract onto the metal surface.

Keywords: Inhibitor, corrosion, ethanol extract of *Moringa oleifera*, open circuit potential, Tafel potentiodynamic polarization curves, electrochemical impedance spectroscopy.