



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES

Faculté de Technologie

Département Génie des procédés

Mémoire de Fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de **MASTER** en :

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

THEME

Etude de l'effet inhibiteur des nanoparticules d'oxyde de Nickel
Sur la corrosion de l'acier de carbone X70

Présenté par :

- ❖ NEGGACHE LYDIA
- ❖ DREMCHI ASMA

Devant le jury composé de

Mme LECHEB.F.	Présidente	UMBB
Mme DJOUMAD.S.	Examinatrice	UMBB
Mme BOUGHERARA. S.	Promotrice	UMBB
Mme CHERIK. D.	Co-promotrice	UMBB

Remerciements

Au terme de notre travail, nous remercions en premier lieu le bon Dieu de nous avoir donné la volonté, et surtout le courage de mener dans de bonnes conditions ce présent travail. Et pour tous les membres de nos familles pour leurs soutiens le long de nos études.

Nous tenons particulièrement à remercier notre promotrice

Mme BOUGHERARA. S et Co. promotrice Mme CHERIK, D pour son entière disponibilité et son orientation durant l'élaboration de ce travail.

A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la

Réalisation de ce mémoire.

Nous remercions aussi Madame la présidente et Mesdames l'ensemble de jurys, qu'ils trouvent ici, l'expression de notre gratitude et de notre respect pour nous avoir fait l'honneur d'examiner et juger notre travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

A mes chers parents « tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je vous porte, ni la profonde reconnaissance que je vous témoigne pour tous les efforts et sacrifices que vous n'avez jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien-être. J'espère avoir répondu aux espoirs que vous avez fondé en moi. Que dieu tout puissant vous garde et vous procure santé, bonheur et longue vie.

Inchallah

A moi-même

A Toute la famille DREMCHI et NEGGACHE

Sans oublier toutes les personnes qui me connaissent de près ou de loin, en particulier : la classe de M2 génie des procédés option génie chimique

A tous mes enseignants de la Faculté de Technologie de l'université M'hammed Bougarra.

NEGGACHE LYDIA

DREMCHI ASMA

Résumé

Résumé :

Au cours de cette étude, nous avons synthétisé des nanoparticules d'oxyde de Nickel (NPs NiO) afin de les utiliser comme un inhibiteur de la corrosion pour les aciers de carbone X70. Durant ce travail, nous avons analysé la structure de phase, la cristallinité, la morphologie de surface et autres caractéristiques des NPs de NiO produites en utilisant différentes techniques telles que la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse par fluorescence des rayons X (FX) et la diffraction des rayons X (EDX). Par la suite, nous avons étudié le comportement électrochimique à la corrosion des NPs de NiO en présence d'un électrolyte aqueux contenant du NaCl à une concentration de 0,6 Mol/l. Les résultats obtenus à partir des diagrammes de TAFEL et de l'impédance ont montré que la nature corrosive de l'acier de carbone X70 est réduite avec l'utilisation des NPs de dNiO.

Mots clés : Nanoparticules d'oxyde de Nickel (NPs de NiO), corrosion, MEB, EDX, FX, DRX...

Abstract:

During this study, we synthesized nickel oxide nanoparticles (NPs NiO) in order to use them as a corrosion inhibitor for carbon steels x 70. During this work, we analyzed the phase structure, the crystallinity, surface morphology and other characteristics of NiO NPs produced using different techniques such as X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), X-ray fluorescence (FX) analysis and EDX ray diffraction. Subsequently, we studied the electrochemical corrosion behavior of NiO NPs in the presence of an aqueous electrolyte containing NaCl at 0.6 Mol/l. The results obtained from Tafel and impedance diagrams showed that the corrosive nature of x70 carbon steel is reduced with the use of NiO NPs.

Keywords: Nickel oxide nanoparticles (NiO NPs), corrosion, SEM, EDX, FX, DRX...

المخلص:

خلال هذه الدراسة، قمنا بتحضير جسيمات نانوية من أكسيد النيكل (NiO NPs) لاستخدامها كمثبط للتآكل للفولاذيات الكربونية X 70. خلال هذا العمل قمنا بتحليل هيكل المرحلة وتآلوها وشكل السطح والخصائص الأخرى لـ NP NiO المنتجة باستخدام تقنيات مختلفة مثل تشتت الأشعة السينية (DRX) والمجهر الإلكتروني الضوئي الماسح (MEB) وتحليل الانبعاث المنبعث من الأشعة السينية (FX) وتشتت الأشعة EDX. بعد ذلك درسنا التصرف الكهروكيميائي للتآكل في NiO NPs في وجود محلول كهربائي مائي يحتوي على NaCl بتركيز 0.6 مول / ل. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها من خلال مخططات Tafel والمقاومة الكهربائية أن الطبيعة العاملة للفولاذ الكربوني X 70 تتحسن بشكل كبير باستخدام NiO NPs.

الكلمات المفتاحية: جزيئات أكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)، التآكل، SEM، EDX، FX، DRX ...

Nomenclature

Nomenclature :

Abréviation	Signification	Unité
X70	Type d'acier de carbone	-
NPs	Nanoparticules	-
MEB	Macroscopie électronique à balayage	-
DRX	Diffraction des rayons X	-
EDX	L'énergie dispersive des rayons X	-
FX	la fluorescence Des rayons X	-
Fe	Fer	-
Ni	Le Nickel	-
O ₂	Oxygène	-
H ₂ O	L'eau	-
OH	Oxyde hydrogène	-
E	Electrons	-
°C	Celsius	-
Nm	Nanomètres	µm
DEL	Les diodes Electroluminescentes	-
PVD	Physiques en phase vapeur	-
CVD	Chimiques en phase vapeur	-
MET	Microscopie Électronique en Transmission	-
EDS	Dispersion d'énergie	-
RPE	Résonance Paramagnétique Électronique	-
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	-
BET	Brunauer-Emmett-Teller	-
M	Masse molaire	g /mol
M	Masse	g
V	Volume	L ou m ³
T	Température	⁰ C
Ph	Potentiel hydrogène	-
NaCl	Chloreur de sodium	-
L	Largeur	m
L	Langueur	m
E	Epaisseur	m
Na	Soduim	-
Al	Aliminuim	-
Mg	Magnisuim	-
Si	Silisuim	-

Nomenclature

CO	Cobalt	-
Cu	Cuivre	-
WO ₃	Tungstène	-
PAF	Perte au feu	-
MC	Codes pour les aciers	-
R _p	Résistance de polarisation	Ω
Ppm	Particule par million	ppm
IC	Courant de corrosion	A
V _c	Vitesse de corrosion	mm/an
E _c	Potentiel de corrosion	V
SIE	Spectroscopie d'impédance électrochimique	-
F	Fréquence	Hz
R _{ct}	Résistance de transfert de charge	Ω
R _s	Résistance de solution	Ω

Table des matières

Remerciement	I
Dédicace	II
Résumé	III
Nomenclature	IV-V
Table des matières	VI-VIII
Liste des figures	IX-X
Liste des tableaux	XI
Introduction générale	1

Partie Théorique

Chapitre 1 : Corrosion

I. Introduction	5
II. Corrosion des aciers de carbone	5
II.1. Définition de la corrosion	5
II.2. Type de corrosion	5
II.2.1. Corrosion chimique	5
II.2.2. Corrosion bactérienne (bio corrosion)	6
II.2.3. Corrosion électrochimique	6
III. Les différentes formes de corrosion	7
III.1. Corrosion généralisée uniforme	7
III.2. Corrosion localisée	7
IV. Les Facteurs influençant la corrosion.	8
IV.1. Facteurs liés au milieu.	8
IV.1.1. Influence de l'oxygène	8
IV.1.2. Influence du pH	8
IV.1.3. Influence de la température	8
IV.2. Les facteurs métallurgiques	8
V. Les modes de protection	9
VI. Classification des inhibiteurs de corrosion.	9

Chapitre 2 : Les Nanoparticules

I. Introduction	12
-----------------------	----

Table des matières

II.	Définition	12
III.	Classification des nanoparticules en fonction leurs compositions chimique	13
	III.1. Nanoparticules organiques	13
	III.2. Nanoparticules inorganiques	14
IV.	Application des nanoparticules	15
	IV.1. Electronique	15
	IV.2. Catalyse	15
	IV.3. Énergie renouvelable et remède environnemental	15
	IV.4. Médecine	15
V.	Méthodes et techniques caractérisions	15
	V.1. Méthodes physiques	16
	V.2. Méthodes chimiques	16
VI.	Techniques caractérisation des nano catalyseurs	18
	VI.1. Microscope Électronique à Balayage (MEB)	18
	VI.2. La fluorescence des rayons X (FX)	18
	VI.3. Diffraction des Rayons X (DRX)	18
VII.	Présentation du Nickel	19

Partie Expérimentale

Chapitre 3 : Matériels et méthodes

I.	Introduction	22
II.	Synthèse des nanoparticules d'oxyde de nickel par la méthode PECHNIN	22
	II.1. La synthèse	22
	II.2. Choix des réactifs	23
	II.3. Affutage	23
	II.4. Calcination	24
III.	Caractérisation des nanoparticules	24
	III.1. Microscope Électronique à Balayage (MEB)	24
	III.2. La fluorescence des rayons X (FX)	24
	III.2.1. Principe d'analyse	24
	III.2.2. Conditions d'analyse	25
	III.3. Diffraction des rayons X (DRX)	25

Table des matières

III.3.1 Principe d'analyse	25
III.3.2. condition d'analyse	25
IV. Application des nanoparticules d'oxyde de NICKEL pour l'inhibition de la corrosion.....	25
IV.1. Description de l'Acier utilisé	25
IV.2. Les inhibiteurs	25
IV.3. Le Chlorure de Sodium	26
IV.4. Conditions expérimentales	26
IV.4.1 Matériel et produits utilisés	26
V. Procédure expérimentale.....	27
V.1 Préparation des solutions	27
VI. Préparation des échantillons.....	29
VII. Techniques expérimentales d'étude de corrosion	30
VII.1 Equipement AUTOLAB PGSTAT302N	31
VII.2 Cellule électrochimique	32
VIII. Application	33
Chapitre 4 : Résultats et discussions	
I. Introduction	35
II. Les résultats des caractérisations des nanoparticules	35
II.1 Analyse par Diffraction des rayons par MEB et EDX.....	35
II.2 Analyse par Diffraction des rayons X (DRX)	38
II.3 Analyse par fluorescence des rayons X (FX)	40
III. Étude de l'inhibition d'acier X70 contre la corrosion en milieu NaCl par nanoparticule d'oxyde de Nickel.....	41
III.1 Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation de Courbe de résistance de polarisation r_p	42
III.2 Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation des Courbe de Tafel..	44
III.3 Étude de la cinétique de corrosion de l'acier X70 en milieu par la technique de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)	46
Conclusion Générale	51
Référence	54

Liste des Figures

Liste des figures :

Figure 1 : Corrosion chimique	5
Figure 2 : Image par microscopie électronique à balayage : corrosion microbiologie	5
Figure 3 : Corrosion électrochimique	6
Figure 4: Corrosion généralisée, exemple d'un train corrodé	6
Figure 5 : Corrosion par piqures sur la paroi d'une plaque	7
Figure 6: Classification des inhibiteurs de corrosion	9
Figure 7: Forme d'une nanoparticule	13
Figure 8: Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques.	13
Figure 9: Nanoparticules organiques (a) Dendrimères (b) Liposomes et Micelles.....	14
Figure 10: structure de base des nanoparticules inorganiques	14
Figure 11: Méthodes générales d'élaboration	16
Figure 12: PROCÉDE SOL-GEL	17
Figure 13: les étapes de préparations des échantillons.....	17
Figure 14: Elaboration les nanoparticules d'oxyde de Nickel	23
Figure 15: Nanoparticules après calcination	24
Figure 16: Préparation de solution de chlorure d'hydrogène.....	28
Figure 17: réactifs utilisés lors de différentes étapes de synthèses.	29
Figure 18: polissage avec le papier abrasif et polisseuse	30
Figure 19: Mesure les dimensions avec pied à coulisse.....	30
Figure 20: la chaine électrochimique	31
Figure 21: Equipment AUTOLAB PGSTAT302N.....	31
Figure 22: Electrode de référence	32
Figure 23: Electrode d'auxiliaire.....	32
Figure 24: Electrode de travail.....	32
Figure 25: Images au microscope électronique à balayage d'échantillons de différentes zones et des surfaces d'un de ses grains	36
Figure 26: spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 1	36
Figure 27: spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 2	37
Figure 28: spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 3	38
Figure 29: Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de nanoparticule	39
Figure 30: Microstructure de l'acier 70.....	42

Liste des Figures

Figure 31: Courbe de la résistance de polarisation potentiel dynamique de l'aciersX70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 sans traitement.	42
Figure 32: Courbe de la résistance de polarisation potentiel dynamique de l'acier X70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6, après traitement	43
Figure 33: Courbe de la résistance de TAFEL de l'aciersX70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 sans traitement.....	44
Figure 34: Courbe de la résistance de TAFEL de l'aciersX70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 après traitement	45
Figure 35 : Diagrammes de Nyquist de l'acier X70 en milieu NaCl 0.6 mol/l sans et avec différentes concentrations de Ni.....	47
Figure 36: Diagrammes de BODE de l'acier X70 en milieu NaCl à 0.6 mol/l sans et avec différentes concentrations de Ni.....	48

Liste des Tableaux

Liste des tableaux :

Tableau 1: Propriétés physiques du Nickel	19
Tableau 2: Les réactifs utilisés dans la synthèse des matériaux	23
Tableau 3: Composition chimique de l'acier inoxydable 18 % Cr (% massique)	25
Tableau 4: Propriétés de chlorure d'hydrogène	26
Tableau 5 : Les utilisés dans ce travail.....	27
Tableau 6: Les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 1	37
Tableau 7: Les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 2.....	37
Tableau 8: Les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 3.....	38
Tableau 9: Les orientations cristallographiques des différents revêtements	39
Tableau 10: Composition chimique élémentaire exprimée en pourcentage massique (%) de l'échantillon.....	40
Tableau 11: Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation de Tafel.	46
Tableau 12: Paramètres d'impédance électrochimique de l'acier X70 en milieu NaCl 35g/l en absence et en présence de différente masse de Ni.....	49

Introduction générale

Introduction générale

Introduction générale :

La corrosion est un phénomène naturel qui résulte de la réaction chimique entre un matériau métallique et son environnement. Elle peut se manifester sous différentes formes et types, allant de la corrosion uniforme à la corrosion galvanique en passant par la corrosion localisée.

Les facteurs qui influencent la corrosion sont nombreux, notamment la composition chimique du matériau, la température et la présence d'agents corrosifs.

Dans ce contexte, la protection contre la corrosion est cruciale pour assurer la durabilité et la sécurité des structures métalliques. La protection peut être assurée par le choix judicieux des matériaux, la conception, le revêtement, l'anodisation, etc. Une autre méthode de protection est l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion, qui sont des agents chimiques qui empêchent la corrosion en protégeant la surface du métal.

Les nanoparticules, quant à elles, ont émergé comme une solution innovante pour améliorer la protection contre la corrosion. Elles sont des particules ultrafines qui ont des propriétés uniques, comme une grande surface spécifique, une haute activité catalytique, une forte réactivité chimique, etc. Elles peuvent être classées en fonction de leur taille, leur forme, leur composition chimique, etc. et ont des applications dans de nombreux domaines, tels que la médecine, l'électronique, la chimie, etc.

Pour étudier l'influence des nanoparticules d'oxyde de Nickel sur la corrosion de l'acier de Carbone X70, ce mémoire est divisé en quatre chapitres.

- ✓ **Le chapitre 1** : est consacré à la corrosion, ses types et formes, les facteurs qui influencent la corrosion et les méthodes de protection, y compris l'inhibition de la corrosion.
- ✓ **Le chapitre 2** : aborde la définition des nanoparticules, leur classification en fonction de diverses caractéristiques et leurs applications. Il décrit également les méthodes de caractérisation des nanoparticules, telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (DRX), l'énergie dispersive des rayons X (EDX), la fluorescence des rayons X (FX), etc.
- ✓ **Le chapitre 3** : se concentre sur la méthode et les matériaux utilisés pour la synthèse des Nanoparticules d'oxyde de Nickel, ainsi que la description de l'acier de carbone X70 et les Conditions expérimentales nécessaires pour l'étude de la corrosion. Ainsi que la méthode Electrochimique mise en œuvre.

Introduction générale

- ✓ **Le chapitre 4** : présente les résultats et les discussions de la caractérisation des nanoparticules Et de leur effet sur la corrosion de l'acier de carbone X70, en utilisant des techniques Electrochimiques comme les graphes de TAFEL et de BODE ainsi que l'impédance.

Enfin, cette étude souligne l'importance des nanoparticules d'oxyde de Nickel en tant qu'inhibiteurs de corrosion et leurs avantages par rapport aux méthodes traditionnelles de protection contre la corrosion.

Partie théorique

Chapitre 1 : corrosion

I. Introduction :

La corrosion désigne le processus destructif qui se produit lorsqu'un métal est attaqué par un milieu environnant, qui peut être un liquide, un gaz ou un solide. Ce phénomène est souvent associé à une réaction électrochimique entre le métal et le milieu environnant, ce qui peut entraîner une détérioration lente mais progressive de la structure métallique. La corrosion peut avoir des impacts importants sur les propriétés mécaniques et physiques du métal, ce qui peut conduire à des dommages, des fuites, des ruptures ou des déformations. Elle peut donc avoir des conséquences économiques et environnementales significatives, notamment dans les secteurs industriels tels que les infrastructures, les navires, l'aéronautique, l'automobile ainsi que la production et la distribution d'énergie. Pour prévenir ou minimiser la corrosion, des techniques et des traitements spécifiques sont utilisés, tels que la galvanisation, la peinture, le revêtement ou l'ajout d'inhibiteurs de corrosion.

II. Corrosion des aciers de carbone

II.1. Définition de la corrosion :

La corrosion implique une détérioration progressive du matériau suite à une réaction chimique ou électrochimique avec son environnement. Cette réaction entraîne une perte de matière aux endroits où le matériau entre en contact avec son milieu environnant. [1]

II.2. Type de corrosion :

II.2.1. Corrosion chimique :

La corrosion chimique se produit lorsque le métal est directement attaqué par son environnement. Cette forme de corrosion survient dans une solution non électrolyte ou sous l'effet de gaz (tels que l'oxygène, le sulfure d'hydrogène et le dioxyde de carbone). Si elle se produit à haute température ou en présence de gaz réactifs, elle est connue sous le nom de corrosion sèche ou de corrosion à haute température [2].



Figure 1 : Corrosion chimique [1]

II.2.2. Corrosion bactérienne (bio corrosion) :

Les eaux riches en sulfates favorisent la prolifération de bactéries anaérobiques responsables de la corrosion bactérienne. Ces colonies bactériennes importantes altèrent la qualité de l'eau et endommagent les structures métalliques. [3]

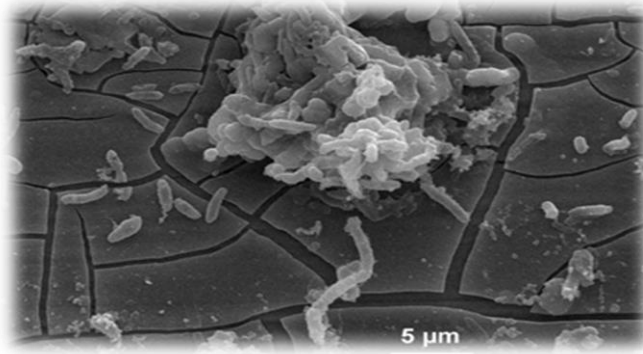


Figure 2 : Image par microscopie électronique a balayage : corrosion microbiologie [2]

II.2.3. Corrosion électrochimique :

En règle générale, lorsque le réactif est liquide, il entraîne une corrosion électrochimique causée par une oxydation des métaux sous forme d'ions ou d'oxydes. Cette corrosion est neutralisée par les agents corrosifs présents dans la solution électrolytique. Elle se produit également grâce à des transferts électroniques entre le métal et la solution électrolytique en circulation.[4]



Figure 3 : Corrosion électrochimique [3]

III. Les différentes formes de corrosion

III.1. Corrosion généralisée uniforme :

La corrosion généralisée uniforme est une forme courante de corrosion, mais elle n'est pas toujours la plus importante en termes de sécurité ou d'économie. Elle implique plusieurs processus électrochimiques distincts et peut entraîner une réduction de l'épaisseur si les produits de corrosion sont solubles, ou un dépôt uniforme s'ils ne le sont pas.[5].



Figure 4: Corrosion généralisée, exemple d'un train corrodé [4]

III.2. Corrosion localisée :

La corrosion par piqûres est le type de corrosion le plus courant et le plus gênant. Elle cible uniquement certaines zones spécifiques du matériau, en particulier en provoquant des piqûres. Ce phénomène se caractérise par une attaque localisée de certaines zones, qui peuvent progressivement être atteintes en profondeur. (figure5)



Figure 5 : Corrosion par piqûres sur la paroi d'une plaque [5]

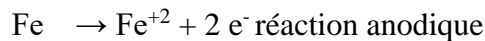
IV. Les Facteurs influençant la corrosion.

Les puits et conduites en acier rencontrent des difficultés majeures liées à la corrosion. Cette dernière est principalement engendrée par des produits chimiques, entraînant une acidification de l'eau présente dans le brut ou le gaz naturel. [6].

IV.1. Facteurs liés au milieu.

IV.1.1. Influence de l'oxygène :

Les processus de corrosion de l'acier sont influencés de manière significative par la présence de l'oxygène. Plus spécifiquement, la corrosion électrochimique des aciers est régulée par les réactions suivantes lorsqu'il y a présence d'oxygène.



Lorsque les équipements sont arrêtés ou vidangés, ou encore à l'aide des pompes, de l'oxygène est entré dans les canalisations. [7]

IV.1.2. Influence du pH :

On a aujourd'hui une connaissance assez précise de l'incidence du pH sur la corrosion : la résistance du matériau à la corrosion dépend du pH de l'électrolyte. En effet, une forte présence de protons dans la solution accroît l'hostilité du milieu, ce qui vient perturber les équilibres des réactions chimiques et électrochimiques... [8]

IV.1.3. Influence de la température :

Le plus souvent, la corrosion survient par des réactions chimiques, en particulier électrochimiques. Il y a une relation directe entre la vitesse de corrosion et la température. Ainsi, plus la température est élevée, plus la vitesse de corrosion est importante. Par exemple, lorsque la température augmente de 10 à 20 °C, la vitesse de corrosion est multipliée par deux. [9]

IV.2. Les facteurs métallurgiques :

Représentés comme suite :

- Composition de l'alliage
- Procédé d'élaboration
- Impuretés
- Traitements thermiques
- Traitements mécaniques [10]

V. Les modes de protection

Il est nécessaire de prendre en compte la corrosion dès la phase de préparation d'un projet. Il convient alors de choisir une solution qui respecte les réglementations environnementales en vigueur tout en offrant une possibilité de recyclage ou d'élimination des éléments constitutifs une fois leur utilisation terminée.

La lutte contre la corrosion englobe les méthodes suivantes :

- La protection électrochimique.
- La protection par revêtement et traitement de surface.
- L'action sur le milieu de corrosion.
- Le choix de matériaux.
- Protection par inhibition
- La conception et le tracé des assemblages [11]

VI. Classification des inhibiteurs de corrosion.

Le diagramme présenté dans la figure 6 regroupe différentes classifications d'inhibiteurs de corrosion, qui se différencient entre elles selon plusieurs critères

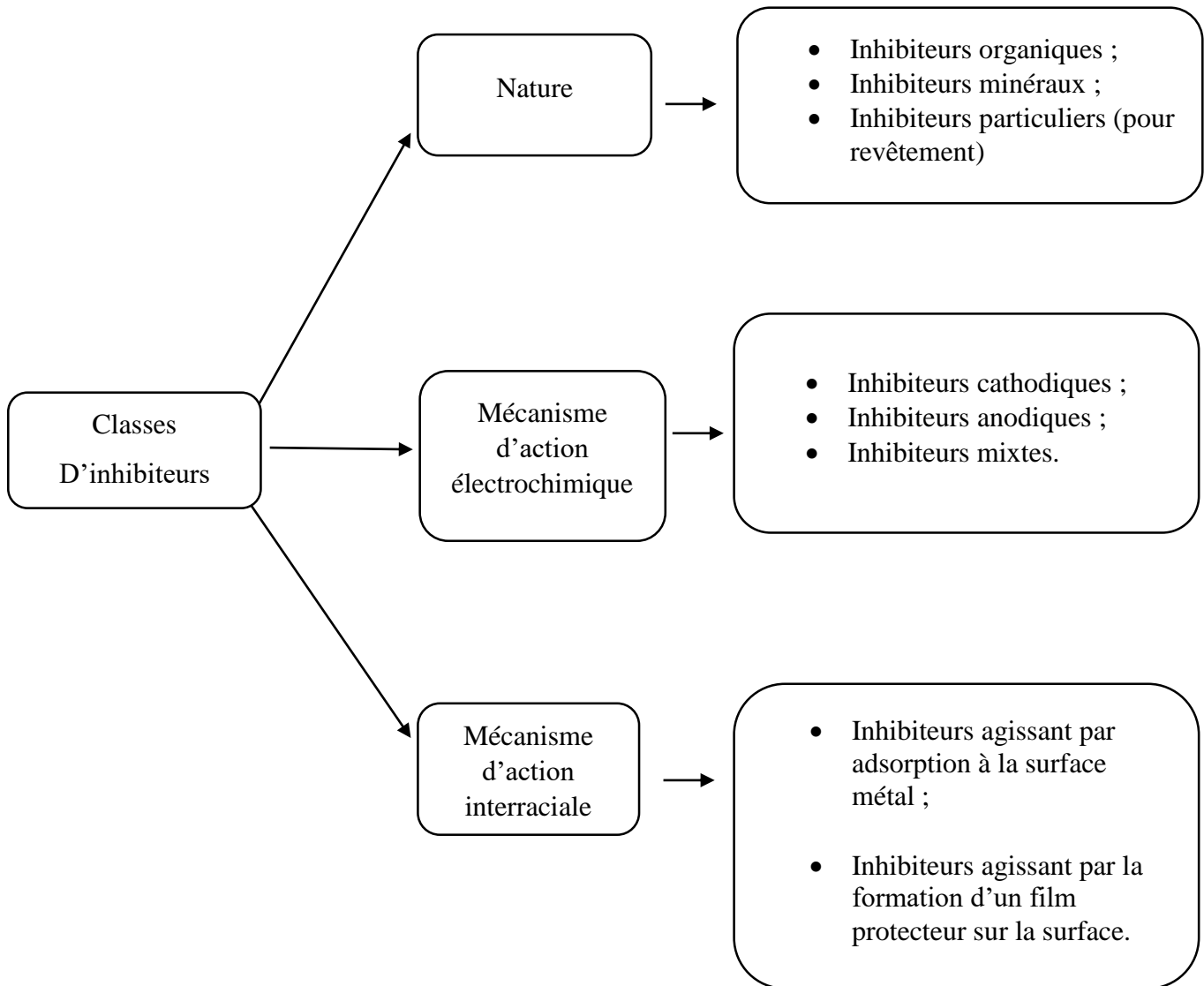


Figure 6: Classification des inhibiteurs de corrosion

Chapitre 2 : les Nanoparticules

I. Introduction :

L'évolution de la science et de la technologie a conduit à l'émergence de la recherche scientifique moderne, notamment dans le domaine des nanotechnologies. Ces dernières englobent une technique fondamentale permettant d'étudier les aspects moléculaires et supramoléculaires de la matière grâce à des dispositifs innovants. Les échelles de mesure caractéristiques des nanotechnologies s'étendent de 1 à 100 nanomètres (nm). [12]

La nanotechnologie est une technologie polyvalente qui peut être appliquée à une multitude de domaines tels que la pharmacie, l'électronique, les soins de santé, l'alimentation animale et humaine, les sciences biomédicales et l'industrie chimique, pour n'en citer que quelques-uns. Elle est également utilisée dans les traitements de maladies telles que l'infection, le cancer, les allergies, le diabète et l'inflammation. En outre, elle est utilisée dans les secteurs de l'énergie, de la cosmétique, de l'environnement, de la mécanique et de l'exploration spatiale.

Les scientifiques ont exploré diverses caractéristiques physiques et chimiques dans la production de nanoparticules d'oxyde métallique, afin de réduire l'utilisation de substances nocives pour l'environnement et la santé humaine. La technique Sol Gel est fréquemment employée en raison de sa facilité d'utilisation.

II. Définition :

Les nanoparticules sont des structures matérielles composées de quelques centaines à quelques milliers d'atomes, qui peuvent prendre différentes formes telles que des nano prothèses, des nano capsules, des nano cristaux ou des nano pores. Leur taille se situe généralement entre 1 et 100 nm. Il convient de souligner que cette dimension est extrêmement petite puisqu'elle représente environ 1/100 de la largeur d'une molécule d'ADN ou 1/50000 de l'épaisseur d'un cheveu humain.[13].

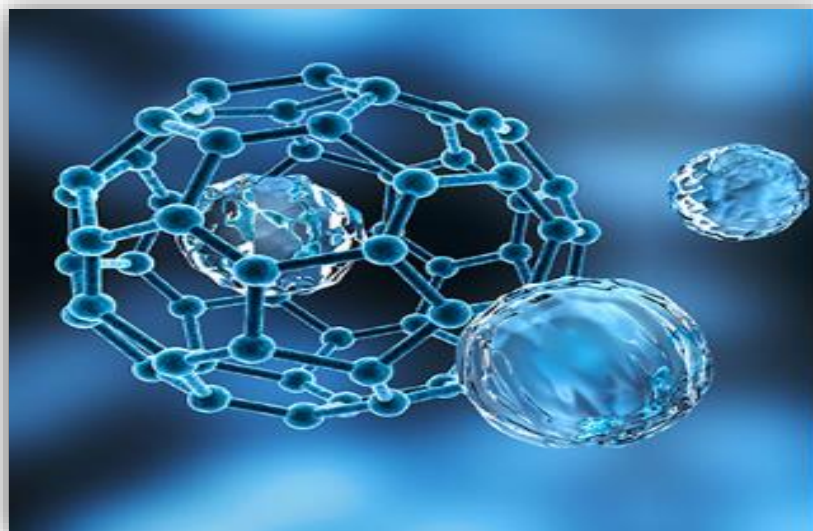


Figure 7: Forme d'une nanoparticule

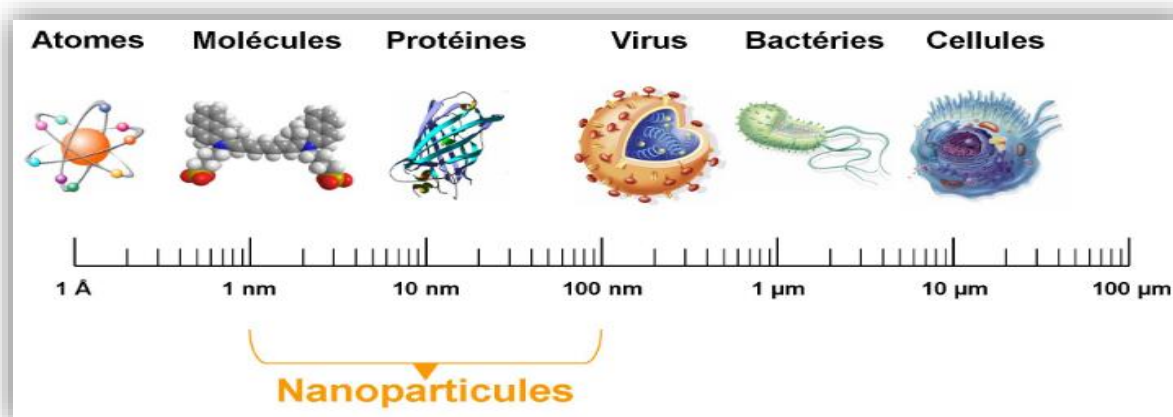


Figure 8: Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques.

III. Classification des nanoparticules en fonction leurs compositions chimique.

Les catégories de nanoparticules sont établies en fonction de leurs caractéristiques telles que leur morphologie, leur taille et leur forme. Certaines des principales classes comprennent les nanoparticules organiques et inorganiques.

III.1. Nanoparticules organiques :

La catégorie des nanoparticules organiques se compose de différentes structures telles que la ferritine, les micelles, les dendrimères et les liposomes, qui sont représentés dans la figure9. Ces types de nanoparticules ne sont pas dangereux pour l'environnement et peuvent être dégradés facilement. Les micelles et les liposomes, par exemple, ont une forme de sphère creuse. En outre, il existe des nano capsules qui sont sensibles à la chaleur et à la lumière.[14].

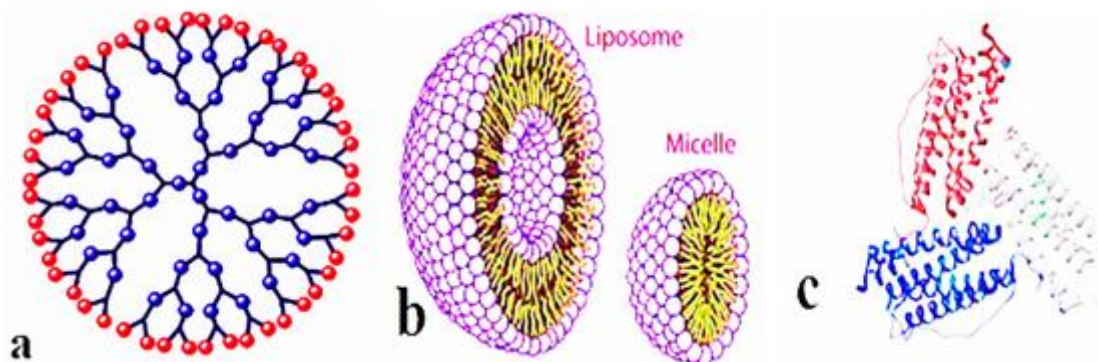


Figure 9: Nanoparticules organiques (a) Dendrimères (b) Liposomes et Micelles
(c) Ferritine [8].

Les nanoparticules polymériques sont un choix optimal lorsqu'il s'agit de délivrer des médicaments, grâce à leurs propriétés uniques. Reconnaisables sous le nom de nanoparticules organiques, elles sont typiquement trouvées sous la forme de nanocapsules ou de nanosphères[15].

III.2. Nanoparticules inorganiques :

Les nanoparticules inorganiques ne contiennent pas de carbone et ne présentent pas de toxicité. Elles sont compatibles avec les organismes vivants et solubles dans l'eau, tout en étant plus stables que les particules organiques [16].

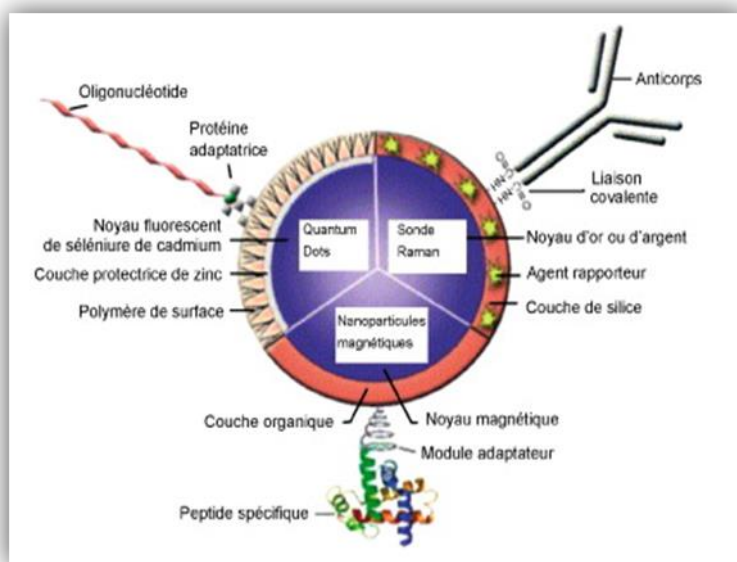


Figure 10: structure de base des nanoparticules inorganiques [9]

IV. Application des nanoparticules

Les nanoparticules ont de nombreuses applications importantes, parmi lesquelles on peut citer :

IV.1. Electronique :

- ✓ Les diodes électroluminescentes (DEL) présentes dans les écrans modernes font appel à des matériaux tels que le tellure de plomb nanocristallin, le sulfure de cadmium, le séléniure de zinc et le sulfure.[17].
- ✓ La croissance de l'électronique portable grand public, tels les téléphones portables et ordinateurs portables, a entraîné une forte demande en batteries compactes, légères et de haute capacité.

IV.2. Catalyse :

- ✓ Les propriétés catalytiques des nanoparticules sont supérieures en raison de leur grande surface. Cette caractéristique est rendue possible grâce à leur rapport surface/volume exceptionnellement élevé. Les nanoparticules sont donc très performantes en tant que catalyseurs pour la production de produits chimiques.[18]

IV.3 Énergie renouvelable et remède environnemental :

- ✓ Depuis plus de dix ans, la nano remédiation, qui consiste à utiliser des nanoparticules, est une méthode environnementale efficace pour dépolluer l'air, l'eau et le sol [19].
- ✓ Elle permet de traiter la contamination sans avoir à pomper l'eau souterraine et sans besoin d'excavation pour atteindre la zone contaminée. En effet, les nanoparticules sont injectées directement au point de contamination, transportées par le flux d'eau souterraine et immobilisent les contaminants, ainsi décontaminant l'eau.

IV.4.Médecine :

Dans le domaine médical, les nanoparticules ont une grande utilité en contribuant à la prévention, au diagnostic précoce, à la détection et à la surveillance des maladies.

V.Méthodes et techniques caractérisations :

Il existe diverses méthodes disponibles pour la fabrication de nanoparticules.

V.1. Méthodes physiques

On produit les nanoparticules par des méthodes physiques qui utilisent une phase vapeur, notamment les dépôts physiques en phase vapeur (PVD). Le procédé de PVD est une technique de dépôt de films minces qui implique l'évaporation thermique [20].

V.2 Méthodes chimiques

Les processus de fabrication habituellement employés se fondent sur les réactions en phase vapeur (CVD) ainsi que les réactions en milieu liquide, telles que la méthode solvothermale, hydrothermale et sol-gel.

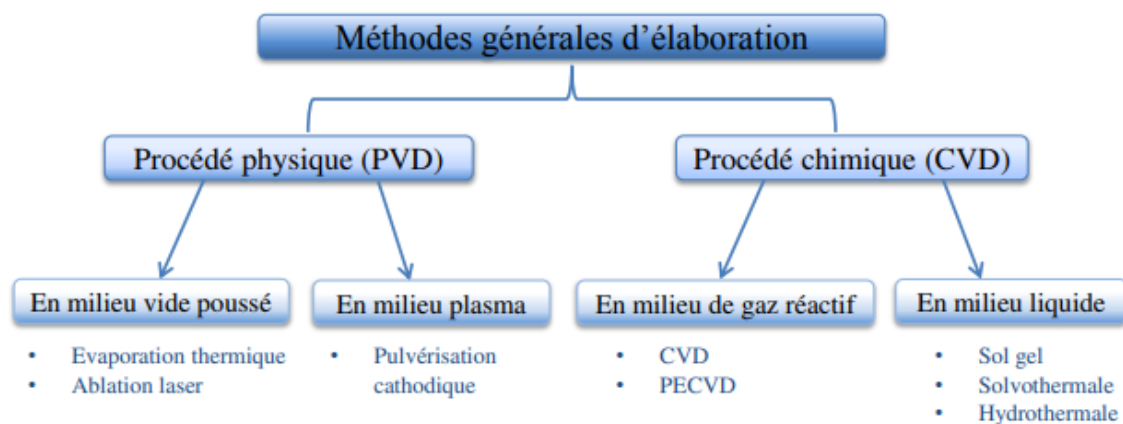


Figure 11: Méthodes générales d'élaboration [10]

➤ Sol-gel

Le procédé sol-gel est l'une des diverses techniques connues pour la création de matériaux, mais il est particulièrement approprié pour la production de nanoparticules sous forme de poudres nanométriques.

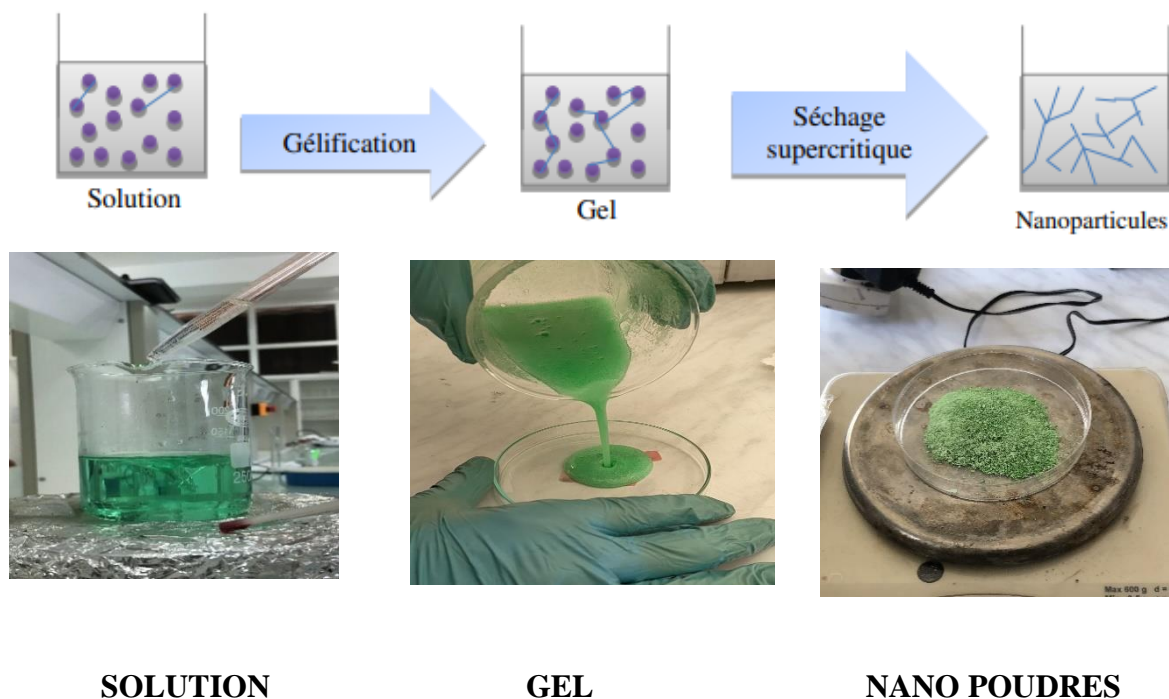


Figure 12: PROCÉDE SOL-GEL [11]

➤ **Méthode de «PECHINI » :**

Le procédé PECHINI, également appelé mélange liquide en référence à son inventeur, MaggioPechini, utilise la voie SOL-GEL pour créer des complexes métalliques avec l'aide d'acides carboxyliques contenant un groupement hydroxyle et des cations métalliques. Pour favoriser la réaction de poly-estérification qui permet de produire un matériau gélifié [21]., un alcool polyfonctionnel comme l'éthylène glycol est ajouté à ce mélange liquide. Figure 13 illustre les différentes étapes du processus PECHINI.:

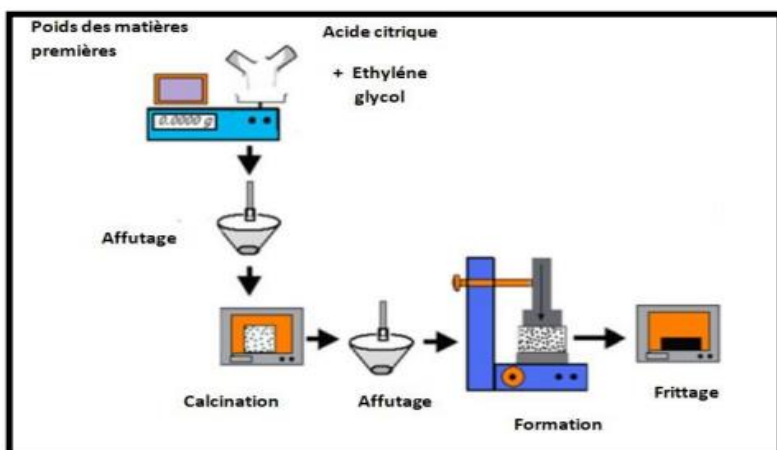


Figure 13: les étapes de préparations des échantillons

VI. Techniques caractérisation des nano catalyseurs

Plusieurs techniques peuvent être utilisées pour caractériser les nanoparticules synthétisées. Les propriétés morphologiques, telles que la taille de grain et la forme, peuvent être déterminées à l'aide de la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) et de la Microscopie Électronique en Transmission (MET), tandis que les compositions chimiques peuvent être évaluées à l'aide de la Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). La Diffraction des Rayons X (DRX) et la Spectroscopie Raman permettent quant à elles d'étudier les propriétés structurales. Pour l'analyse des défauts structuraux et des propriétés optiques des catalyseurs, la Résonance Paramagnétique Électronique (RPE) et la spectrophotométrie sont respectivement employées. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet de déterminer la structure moléculaire et le type de liaisons, tandis que la méthode BET permet de mesurer la surface spécifique des matériaux.

VI.1. Microscope Électronique à Balayage (MEB) :

La méthode de balayage électronique, largement utilisée dans différents domaines de recherche, permet de visualiser des images de haute qualité qui révèlent les particularités morphologiques des grains, notamment leur forme et leur dimension. Cette technique repose sur l'examen minutieux de la surface de l'échantillon.

VI.2. La fluorescence des rayons X (FX)

La fluorescence X est une technique analytique non destructive qui permet de déterminer la composition élémentaire des matériaux. Cette méthode consiste à mesurer les rayons X fluorescents émis par un échantillon lorsque celui-ci est excité par une source de rayons X primaire. Chaque élément présent dans l'échantillon émet un ensemble de rayons X fluorescents caractéristiques qui permettent d'obtenir une empreinte digitale unique de sa composition.

VI.3. Diffraction des Rayons X (DRX) :

En utilisant la méthode de diffraction des rayons X (XRD), il est possible de réaliser une analyse de la structure cristalline et de l'identification des différentes phases présentes dans les matériaux. [22].

VII. Présentation du Nickel:

Le Nickel est un métal lumineux de couleur blanche, avec un numéro atomique de 28 et une masse atomique de 58,7 C'est un métal de transition, et il est classé parmi les métaux non-ferreux (ferromagnétiques). En tant qu'ion, le Nickel se trouve principalement sous forme d'oxydation +2, bien que dans des cas très rares, il puisse être observé dans un état d'oxydation de +3 ou +4. Les composés de Nickel avec un état d'oxydation +2 ont une couleur généralement verte.

Le tableau ci-dessous résume les principales constantes physiques importantes

Tableau 1: propriétés physiques du Nickel

Symbole	Ni
Couleur	blanc légèrement jaunâtre
Configuration électronique	1s ² 2s ² 2p ⁶ 3s ² 3p ⁶ 3d ⁸ 4s ²
Masse atomique	58,71 u
Masse volumique	8.907 g/cm ³
Température de fusion	1453 C°
Coefficient de dilatation	12,8.10 ⁶ à 20 °C
Conductivité thermique	94 w.m ⁻¹ .K ⁻¹ à 0 °C
Dureté	150 HV
Cristallisation	cubique à faces centrées
alimentionation à surtension	0,61 T

Partie expérimentale

Chapitre 3 : Matériels et méthodes

I. Introduction

L'objectif de cette étude consiste à élaborer des nanoparticules d'oxyde de nickel (NPS) pour leur application en tant qu'inhibiteur de corrosion sur les aciers au carbone. Les propriétés structurales et morphologiques des NPS seront étudiées ainsi que les différents paramètres de corrosion et d'inhibition. Ce chapitre expose les conditions expérimentales appliquées ainsi que les techniques électrochimiques mises en place pour garantir la reproductibilité des résultats. Les procédés expérimentaux pour la synthèse des NPS NiO sont également présentés. Les résultats obtenus à travers diverses techniques (DRX, FX, BET, MEB) seront ensuite discutés.

II. Synthèse des nanoparticules d'oxyde de Nickel par la méthode PECHNIN :

II.1. La synthèse : (La synthèse au niveau de laboratoire de faculté de technologie M'hammed bougera)

Pour produire des nano-poudres de NIO, il est nécessaire de dissoudre avec précision une quantité de 5,08 g acétate de Nickel $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ni}_4\text{H}_2\text{O}]$ dans un bécher contenant 100 ml d'eau distillée. Ensuite, la solution doit être agitée avec un barreau magnétique pendant une durée de 10 minutes en utilisant une agitation électrique.

Ensuite, la solution précédemment obtenue a été traitée avec 2 ml d'acide citrique $[\text{H}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) \text{H}_2\text{O}]$ et laissée en suspension pendant 5 minutes. Puis, en augmentant la température, de l'éthylène glycol $(\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{OH})$ a été ajouté jusqu'à ce que le volume atteigne 20 ml. Après 10 minutes d'agitation, la solution est devenue bleu clair, et l'ajout d'oxyde d'ammonium (NH_4OH) goutte à goutte a permis d'ajuster le pH à 8.

La solution est maintenue sous agitation électrique à 80 °C pour obtenir un gel verdâtre. Ensuite, elle est versée dans des boîtes de PETRIE en verre et séchée dans une étuve pendant 24h à une température de 100°C pour évaporer les solvants les plus volatils et permettre la formation de cristaux. Les cristaux obtenus sont représentés sur les figures suivantes.

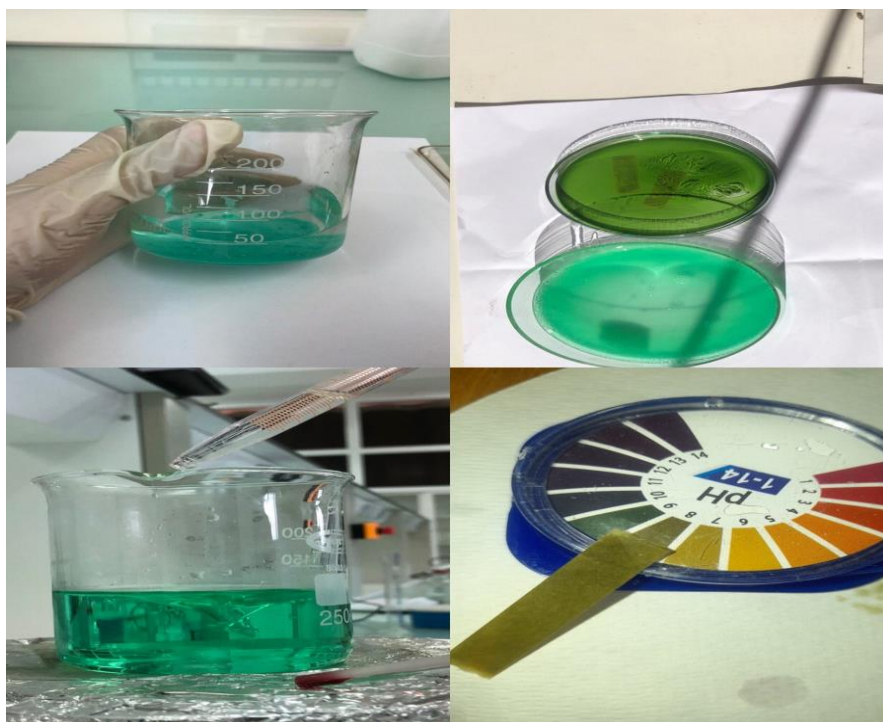


Figure 14: Elaboration des nanoparticules d'oxyde de Nickel

II.2. Choix des réactifs :

Les différents réactifs utilisés dans la synthèse des matériaux sont cités dans le tableau :

Tableau 2: les réactifs utilisés dans la synthèse des matériaux

Nom commercial	Formule chimique	Masse molaire	Etat physique
Acétate de Nickel (tétra hydraté)	$(\text{CH}_3\text{COO})_2 \text{Ni} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	248 .84 g/mol	Solide
Acide citrique	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	192 .124 g/mol	Solide
L'éthylène glycol	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	62.07 g/mol	Liquide
L'hydroxyde d'ammonium	NH_4OH	35.04 g/mol	Liquide

II.3. Affutage :

lorsque notre échantillon est séché , nous l'écrasons manuellement conformément à la Figure 15, afin d'obtenir un produit primaire uniforme qui sera par la suite soumis à un traitement thermique (calcination).

II.4. Calcination :

Une fois la synthèse des nanoparticules achevée, on procède à l'étape de calcination. Cette dernière consiste en une cuisson à haute température visant à éliminer l'élément carbone présent dans le produit initial, formé par le mélange des composés de base, grâce à l'évaporation du gaz CO_2 . Cette étape se déroule dans un four thermoélectrique de type HAYASHI DENKO programmable, où de petites quantités de l'échantillon sont introduites et chauffées à une température de 500°C pendant cinq heures. Le résultat final est une poudre noire, comme illustré sur la figure 15.

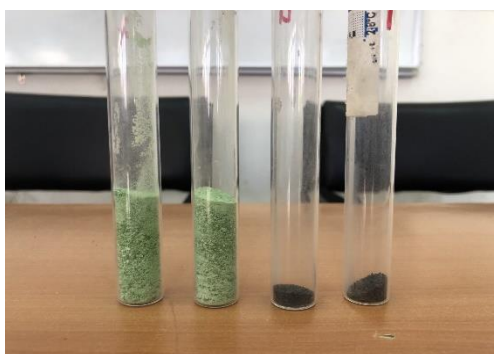


Figure 15: Nanoparticules après calcination

III. Caractérisation des nanoparticules :

Dans toutes les expériences que nous menons (MEB, DRX, FX) pour déterminer la caractérisation de nos nanoparticules, nous utilisons une quantité de poudre équivalente à 1 gramme.

III.1. Microscope Électronique à Balayage (MEB) :

L'observation de notre échantillon se fait à l'aide de l'appareil Innovâtes Falcon 600, un microscope à balayage connecté à un écran offrant une variété de niveaux de zoom. Cette technologie permet de scruter différentes zones et images de notre échantillon.

III.2. La fluorescence des rayons X (FX) :

III.2.1. Principe d'analyse

L'échantillon naturel pressé est utilisé pour l'analyse des éléments majeurs et en traces. La pastille obtenue est soumise à une source de rayonnement X primaire. Il s'ensuit une excitation des atomes qui vont émettre un rayonnement X secondaire de fluorescence caractéristique de la composition chimique de l'échantillon analysé.

III.2.2. Conditions d'analyse

Logiciel pour le traitement des données : Spectre plus.

III.3. Diffraction des rayons X (DRX)

III.3.1 Principe d'analyse :

Pour déterminer les phases cristallines présentes dans un échantillon solide finement broyé (de taille inférieure à 60µm), on utilise un porte échantillon approprié pour monter l'échantillon et un faisceau de rayons X pour le diffracter.

III.3.2. condition d'analyse :

- Diffractomètre PANalytical : EMPYREAN, tube radiogène céramique à anticathode de cuivre, puissance du générateur à RX : 40 mA, 45 kV
- Logiciel pour l'acquisition des données : DataCollector de PANalytical
- Logiciel pour traitement des données : HighScore Plus de PANalytical

IV. Application des nanoparticules d'oxyde de NICKEL pour l'inhibition de la corrosion.

IV.1. Description de l'Acier utilisé :

Our notre base, nous avons opté pour des plaques d'acier de forme rectangulaire. Le tableau ci-dessous présente la composition chimique recommandée du matériau à utiliser en pourcentage de la masse.

Tableau 3: Composition chimique de l'acier inoxydable 18 % Cr (% massique)

Elément	Fe	C	Mn	Si	Cr	Nb	Cu
% massique	97.756	0.1	1.6	0.33	0.03	0.05	0.018
Elément	Mo	V	S	P	Al	Ti	Ni
% massique	0.03	0.005	0.006	0.03	0.035	0.01	--

IV.2. Les inhibiteurs :

L'objectif de cette étude était de recourir aux nano-poudres d'oxyde de nickel (NiO) comme moyen d'inhibition de la corrosion. L'inhibiteur est une substance chimique ajoutée au système

de corrosion à un degré d'efficacité choisi, qui permet de ralentir la vitesse de corrosion tout en maintenant la concentration d'agent corrosif dans le milieu agressif à un niveau sensiblement constant. [23]

IV.3. Le Chlorure de Sodium :

Le NaCl, symbolisant le chlorure de sodium, est un composé chimique blanc et ionique ayant une forte capacité de corrosivité. On l'appelle plus communément sel de table ou sel de cuisine, ou tout simplement sel dans le langage courant. [24] Le tableau ci-dessous présente les Propriétés de chlorure d'hydrogène

Tableau 4: Propriétés de chlorure d'hydrogène

Forme	sèche et solide
Couleur	Blanc
Odeur	goût âcre et une saveur salée
Masse molaire	58.443 g/mol
Masse volumique	2,17 G.CM ⁻³
Densité	2.2 kg/m ³
point d'ébullition	1465 C°
Degré de pureté	0.9%
Solubilité	Soluble dans l'eau

IV.4. Conditions expérimentales :

IV.4.1 Matériel et produits utilisés :

➤ Matériel :

Des plaquettes en acier, balance analytique, spatule, flacons, béchers, barreaux magnétiques, plaque chauffante et agitateur, papiers abrasifs, polisseuse, bain marie, pied à coulisse, éprouvette, fioles jaugé, étuve, pipette, thermomètre, creuset, ph mètre, multimètre, cellule électrochimique.

➤ **Choix des réactifs :**

Les différents réactifs utilisés dans ce travail sont cités dans le tableau :

Tableau 5 : Les utilisés dans ce travail

Nom commercial	Formule chimique	Masse molaire	Etat physique
Acétate de Nickel (tétra hydraté)	$(\text{CH}_3\text{COO})_2 \text{Ni} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	248.84 g/mol	Solide
Acide citrique	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	192.124 g/mol	solide
L'éthylène glycol	$\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	62.07 g/mol	Liquide
chlorure de sodium	Na Cl	58.443 g/mol	sèche et solide
L'hydroxyde d'ammonium	NH_4OH	35.04 g/mol	Liquide
Eau distillé	H_2O	18 g/mol	Liquide

V. Procédure expérimentale

V.1 Préparation des solutions : (L'appellation au niveau de laboratoire de sonatrash)

➤ Solution chlorure de sodium

Afin de préparer une solution de chlorure de sodium NaCl avec une concentration C de 0,6 Mol/l et un pH de 6, nous avons pesé 35g de poudre de chlorure d'hydrogène à l'aide d'une balance analytique. Nous avons ensuite dissous cette poudre dans une fiole jugée de 1000 ml d'eau distillée. Nous avons ajouté un barreau magnétique et avons placé la solution sous agitation électrique pendant 20 minutes.



Figure 16: Préparation de solution de chlorure d'hydrogène

➤ **Solution d'Acide citrique :**

Pour de préparer une solution d'acide citrique $C_6H_8O_7$ de concentration 0,1 mol/l et de masse molaire 210,14 g/mol, il faut d'abord calculer la quantité de l'acide citrique nécessaire en utilisant la formule suivante :

$$M_{C_6H_8O_7} = M \cdot C \cdot V$$

Tel que M : la masse molaire

C : la concentration

V : le volume

On procède à la préparation d'une solution en mettant 10 ml d'eau distillée dans un bécher. Ensuite, on y ajoute 0.21 g d'acide citrique et on agite le mélange pendant 5 minutes.



Figure 17: Réactifs utilisés lors de différentes étapes de synthèses.

VI. Préparation des échantillons.

Avant d'être testés, les échantillons d'acier sont préparés en les polissant à l'aide de papier abrasif de tailles décroissantes : 100, 400, 800, 1000 et 1200 microns. Cette étape permet d'obtenir une surface lisse et uniforme avec un fini miroir. Par la suite, les échantillons d'acier sont mesurés en longueur (L), en largeur (l) et en épaisseur (e) à l'aide d'un pied à coulisse. La surface est ensuite calculée à partir de la formule suivante

$$S = (L \times l)$$

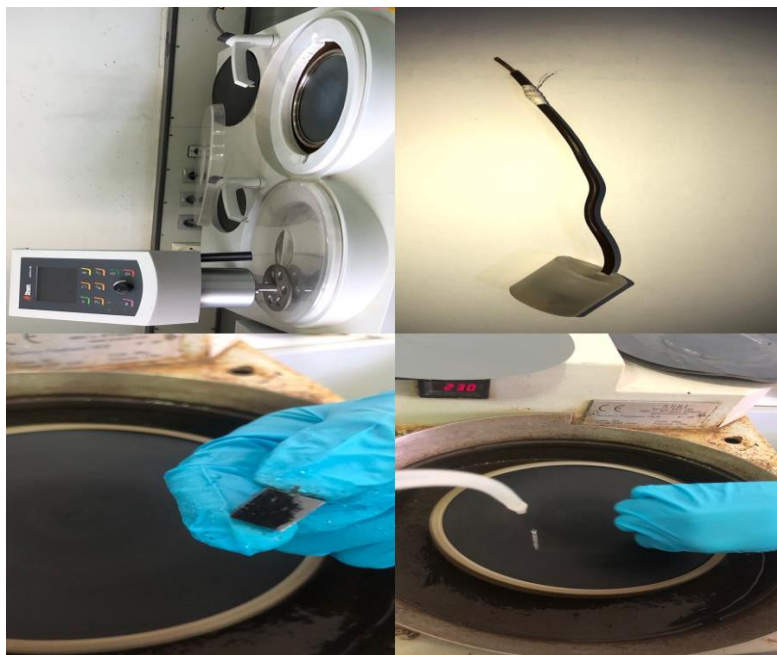


Figure 18: Polissage avec le papier abrasif et polisseuse



Figure 19: Mesure les dimensions avec pied à coulisse.

VII. Techniques expérimentales d'étude de corrosion :

Le montage utilisé pour effectuer l'essai électrochimique est constitué des éléments expérimentaux suivants. (Figure 20).

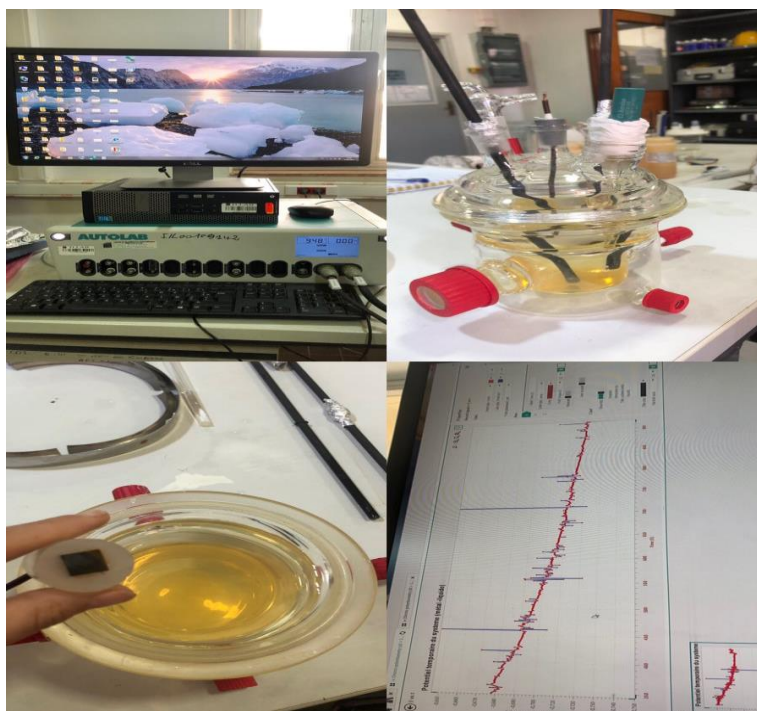


Figure 20: la chaine électrochimique

VII.1 Equipement AUTOLAB PGSTAT302N :

Il peut être utilisé en mode potentiostat ou en mode galvanostat et est contrôlé par un micro-ordinateur qui facilite la collecte et l'analyse des données. Les données des expériences sont stockées à l'aide du logiciel NOVA 2.1.4, qui gère les étapes expérimentales et les données numériques ou les graphiques obtenus. Figure 21



Figure 21: Equipment AUTOLAB PGSTAT302N

VII.2 Cellule électrochimique :

Une cellule électrochimique est un dispositif qui génère une différence de potentiel entre ses électrodes grâce à des réactions chimiques. La cellule est fabriquée en verre pyrex et a un volume de 400 ml. Elle est équipée d'une double-enveloppe qui permet de réguler la température à l'aide d'un bain thermostaté . Un couvercle avec cinq orifices est inclus pour fixer les différentes électrodes :

- un orifice central pour l'électrode de travail,
- deux orifices parallèles pour les électrodes auxiliaires en graphite ou autres types,
- un orifice pour l'électrode de référence,
- un orifice pour l'évent du barboteur de gaz N₂ ou CO₂.



Figure 22: Electrode de référence



Figure 23: Electrode d'auxiliaire



Figure 24: Electrode de travail.

VIII. Application

L'objectif de cette méthode est de tester la résistance à la corrosion de différents échantillons métalliques en présence d'une solution corrosive et d'une solution inhibitrice. Les échantillons sont préparés en amont pour s'assurer qu'il n'y ait pas de contaminants ou de graisses qui pourraient fausser les résultats de l'expérience.

Ensuite, les échantillons sont placés dans des cellules électrochimiques contenant les différentes solutions. La solution corrosive va mettre en évidence la corrosion des échantillons tandis que la solution inhibitrice va permettre de mesurer l'efficacité d'un inhibiteur de corrosion.

Les résultats sont ensuite analysés à l'aide de l'équipement AUTOLAB, qui va afficher des résultats graphiques tels que la courbe de TAFEL ou la résistance de polarisation. Ces résultats vont permettre de déterminer la résistance à la corrosion des différents échantillons ainsi que l'efficacité de l'inhibiteur utilisé.

L'impédance électrochimique peut également être mesurée pour obtenir des informations supplémentaires sur la cinétique de corrosion et les propriétés des échantillons métalliques.

En résumé, la méthode de reformulez est une technique d'analyse de la résistance à la corrosion des métaux en présence de solutions corrosives et inhibitrices, utilisant l'équipement AUTOLAB pour analyser les résultats obtenus.

Chapitre 4 : Résultats et discussions

I. Introduction :

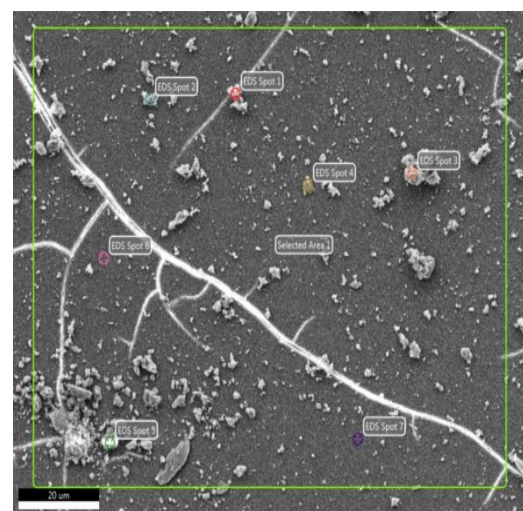
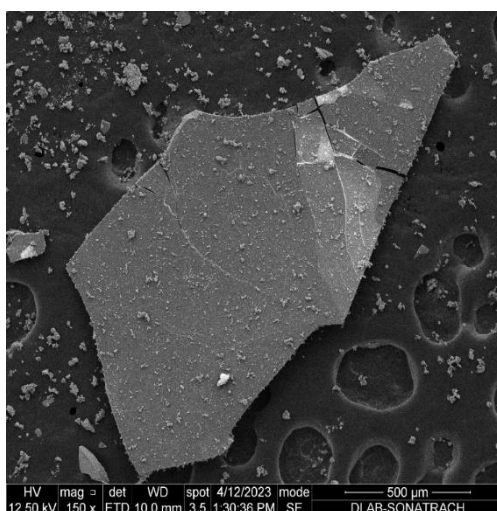
Dans ce chapitre nous concentrons d'abord sur la caractérisation des nanoparticules d'inhibiteurs de NiO en utilisant différentes techniques comme : MEB, EDX, DRX et FTIR. Ils présentent donc le comportement électrochimique de l'acier X70 dans l'environnement corrosif du NaCl 0.6 mol/ l. Deuxièmement, nous avons testé l'efficacité des inhibiteurs d'oxyde de nickel sur le comportement électrochimique de l'acier inoxydable. Enfin, nous discutons les différents résultats obtenus avec les techniques électrochimiques.

II. Les résultats des caractérisations des nanoparticules

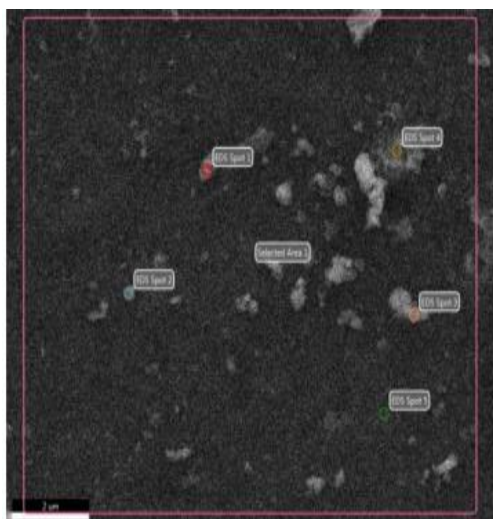
II.1 Analyse par Diffraction des rayons par MEB et EDX

Les échantillons ont été observés au microscope électronique à balayage pour obtenir des images détaillées de différentes zones, y compris les surfaces des grains. Une analyse EDX a également été effectuée pour identifier les principaux composants des échantillons ainsi que leurs proportions.

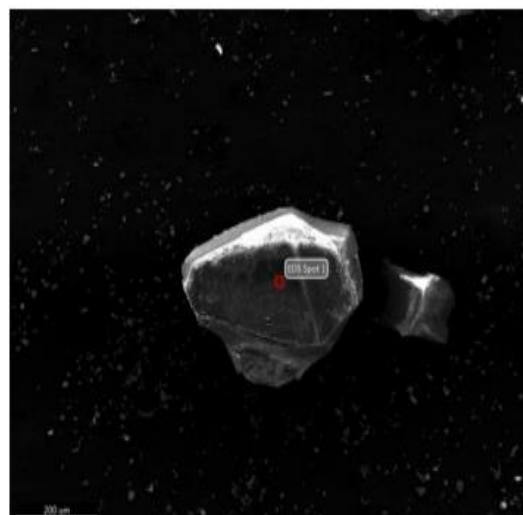
Les images présentent les résultats trouvés à l'aide de la microscopie électronique à balayage (représentée dans la figure 25). Ces observations ont permis de découvrir que les nanoparticules sont amorphes et que leur surface est formée par des microparticules hétérogènes et non uniformes. Il est important de souligner que les images ne permettent de voir que les cavités de surface et les ouvertures externes des micropores.



Zone -01 -



Zone -02



Zone -03

Figure 25: Images au microscope électronique à balayage d'échantillons de différentes zones et des surfaces d'un de ses grains

Les figures et les tableaux ci-dessous représentent les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de l'échantillon qui provient de différentes zones.

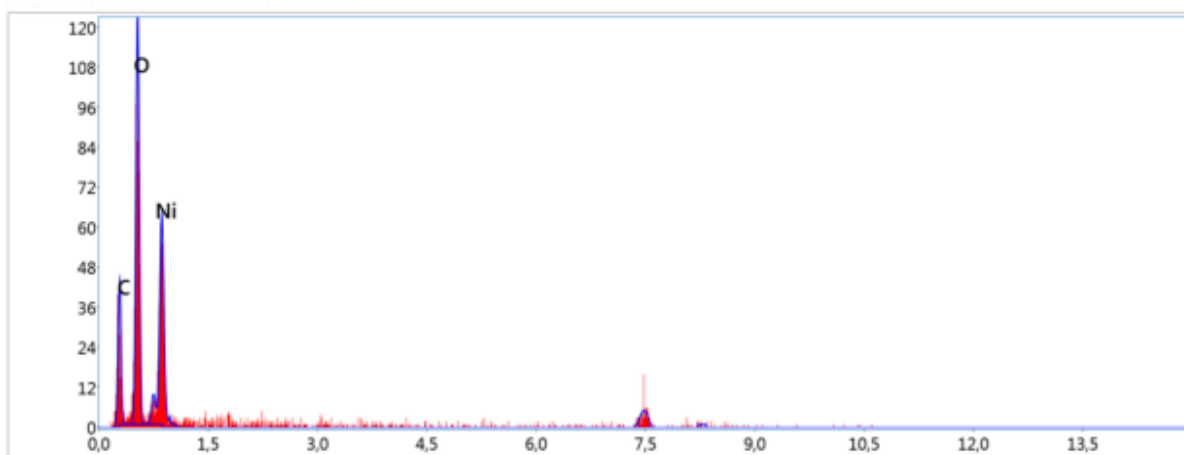
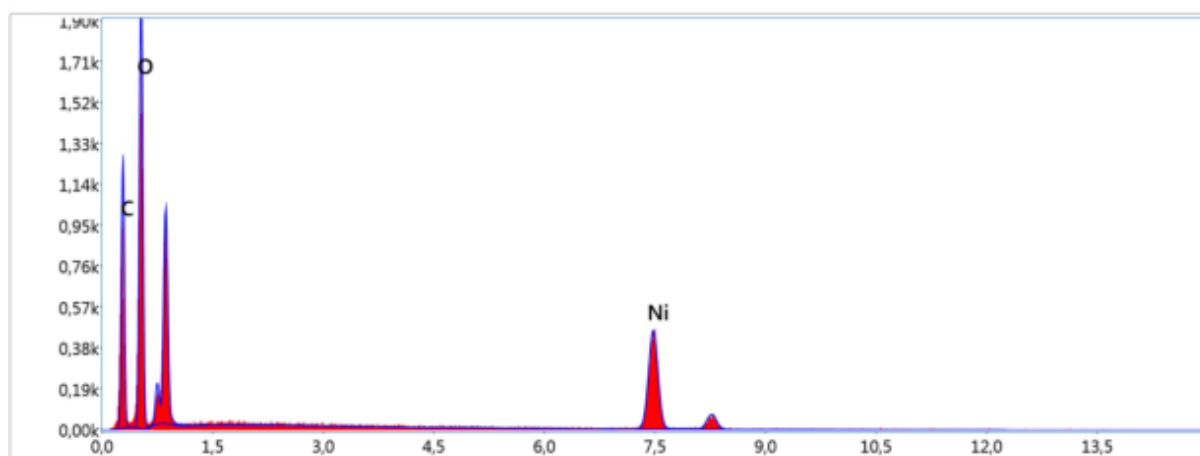


Figure 26: spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 1

Tableau 6: les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 1

Elément K	%de masse	% atomique	Intensité totale	%erreur
O	25.68	40.24	59.26	17.74
Ni	42.01	49.41	192.99	12.27
C	32.31	10.36	76.50	14.30

**Figure 27:** spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 2**Tableau 7:** les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 2

Elément K	%de masse	% atomique	Intensité totale	%erreur
O	35.97	50.04	62.92	11.37
Ni	41.79	43.64	117.14	10.75
C	22.23	6.33	71.92	3.46

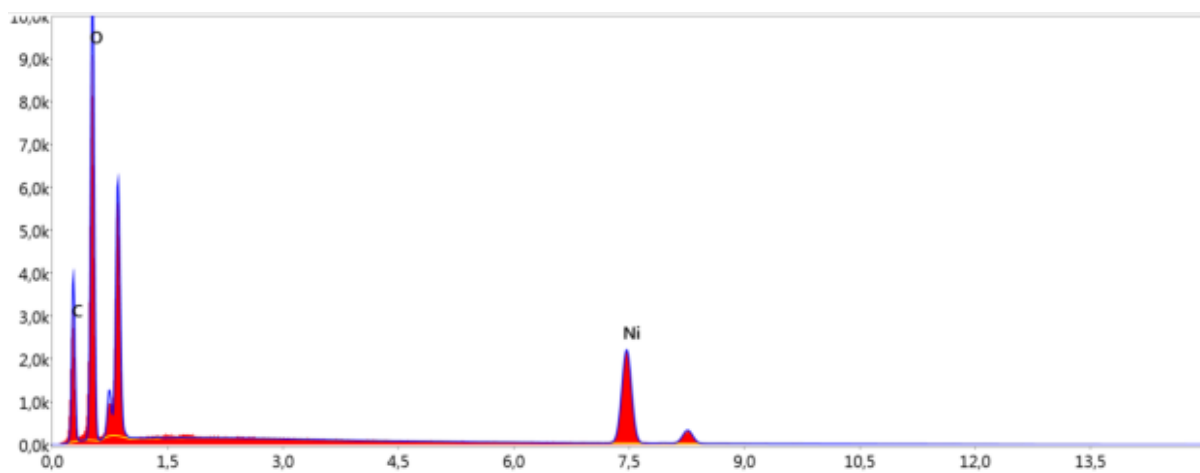


Figure 28: spectre d'analyse qualitative et quantitative de zone 3

Tableau 8: les résultats de l'analyse qualitative et quantitative de zone 3

Elément K	%de masse	% atomique	Intensité totale	%erreur
O	28.98	42.31	1214.29	10.84
Ni	45.76	50.14	3825.95	9.92
C	25.26	7.55	2106.95	2.53

Pour mieux comprendre les caractéristiques de ces nanoparticules, une analyse de l'échantillon a été effectuée en utilisant des techniques d'EDX. Les résultats ont montré que l'échantillon contient des phases de Ni comme élément majoritaire, ce qui est confirmé par la diffraction des rayons DRX. Les résultats des figures 26 et 27 ,28 et d ont présenté trois pics de maxima directement liés au Ni dans le matériau testé.

II.2 Analyse par Diffraction des rayons X (DRX) :

L'analyse minéralogique par diffractométrie des rayons-X de nanoparticule n'a révélé aucune phase minérale, on distingue un diffractogramme avec une phase amorphe

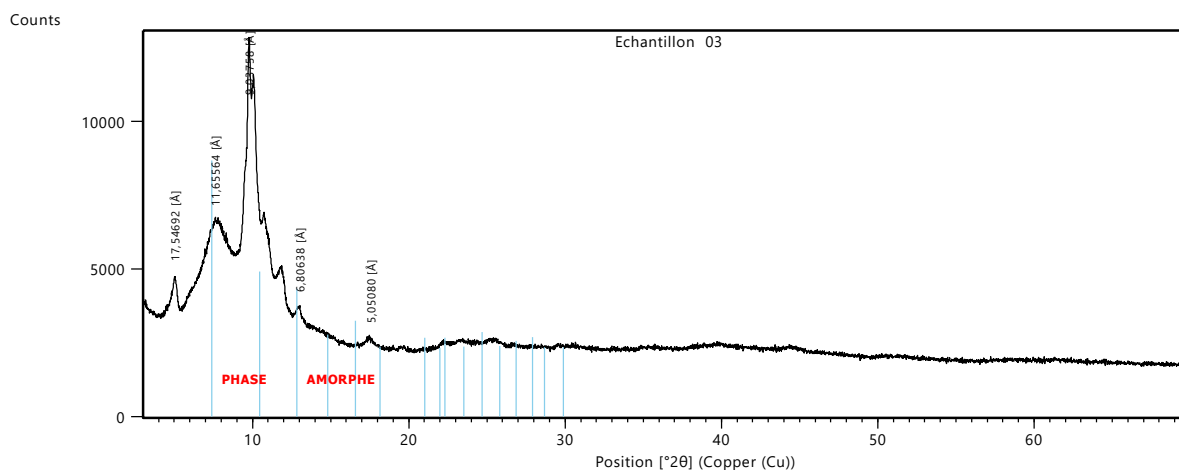


Figure 29: Spectres de diffraction des rayons X (DRX) de nanoparticule

Les paramètres des diffractions de nos revêtements sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 9: Les orientations cristallographiques des différents revêtements

[Å]	17.54692		11.65564		9.03758		6.80638		5.05080	
Echantillons	2θ°	Intensité (μ.a)	2θ°	Intensité (μ.a)	2θ°	Intensité (μ.a)	2θ°	Intensité (μ.a)	2θ°	Intensité (μ.a)
Ni pur	2.85	4800	6.14	6000	10.42	13000	12.9	4300	17.2	4000

Le spectre de DRX présenté dans la figure 29 correspond à un revêtement de nickel non allié. Les pics les plus proéminents du spectre ont été identifiés comme étant orientés selon les plans (17.54692) et (11.65564), (9.03758) et (6.80638), (5.05080).

Le dépôt de Ni provoque une modification de l'orientation préférentielle des cristaux, entraînant une diminution de l'intensité du pic de diffraction (17.54692) et une augmentation de celui du pic de diffraction (11.65564) de Nickel.

L'analyse minéralogique par diffractométrie des rayons X ne porte que sur la partie cristallisée de l'échantillon et dans les limites de détection de cette technique d'investigation, la phase amorphe échappe donc à cette technique.

II.3 Analyse par fluorescence des rayons X (FX) :

Le tableau 10 affiche les pourcentages massiques (%) des résultats de l'analyse chimique de l'échantillon

Tableau 10: Composition chimique élémentaire exprimée en pourcentage massique (%) de l'échantillon

% ELEMENT CHIMIQUE	
Désignation	Echantillon
Na ₂ O	0.12
MgO	0.20
Al ₂ O ₃	0.38
Si ₂	0.65
P ₂ O ₆	<0.01
SO ₃	0.05
K ₂ O	0.01
CaO	0.04
TiO ₂	<0.01
MnO	<0.01
Fe ₂ O ₃	0.02
V ₂ O ₅	<0.001
Cr ₂ O ₃	<0.001
NiO	98.47
ZnO	<0.001
Rb ₂ O	<0.001
SrO	<0.001
ZrO ₂	<0.001
MoO ₃	<0.001
BaO	<0.001
PbO	<0.001
Nb ₂ O ₅	<0.001
CoO	0.03
Br	<0.01
Cl	0.03
PAF	62.82
TOTAL	100.00

Le tableau révèle les taux de concentration des éléments essentiels des composés analysés par fluorescence X. Les niveaux des macros et micro-éléments varient selon les échantillons. Les concentrations et intensités des pics d'oxydes ont été mesurées pour conclure que l'échantillon est majoritairement composé d'oxyde de Nickel (NiO) avec un pourcentage de 98,47%, et des faibles quantités de Na, Mg, Si et Al, tandis que les autres éléments sont présents en traces ou à des concentrations plus basses. L'analyse élémentaire est essentielle dans de nombreuses applications. Dans cette étude, la méthode FX a été utilisée car elle s'est avérée efficace et robuste. D'autres études ont également porté sur des analyses élémentaires complètes de matériaux similaires.

L'analyse de l'échantillon présenté est de nature semi-quantitative et a été effectuée sur une pastille de l'échantillon naturel. Il convient de souligner que la concentration en cobalt (CoO) figurant sur le tableau des résultats est purement approximative et a été obtenue par calcul graphique. Il est important de mentionner que des interférences ont empêché l'analyse du cuivre (CuO) et du tungstène (WO₃) par fluorescence des rayons X (FX), ce qui implique que leur absence. En ce qui concerne le nickel (NiO), sa concentration portée sur le tableau est également approximative et a été calculée par différence. Enfin, il est bon de noter que la valeur de la perte au feu (PAF), présentée sur le tableau, est fournie à titre indicatif et ne fait pas partie du calcul total de la somme.

III. Étude de l'inhibition d'acier X70 contre la corrosion en milieu NaCl par nanoparticule d'oxyde de Nickel

Toutes les expériences électrochimiques de l'acier X70 sont effectuées en milieu acide à 0.59 mol/l de NaCl,

➤ Métallographie avant traitement :

La figure 30 montre les micrographies obtenues avant les traitements thermiques appliqués sur l'acier au carbone X70. Sa microstructure est principalement composée des grains avec une taille de très fine.

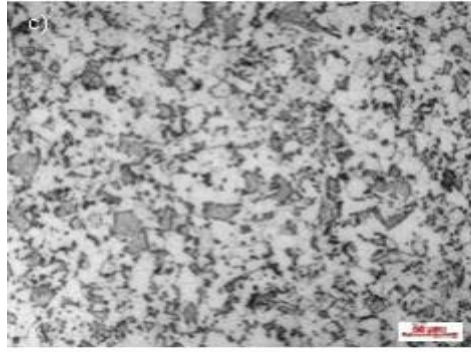


Figure 30: Microstructure de l'acier 70

De manière générale, notre structure est constituée de grains fins ferritiques, bien que quelques grains de perlite puissent également être présents, mais difficilement identifiables. Il est possible que des carbures de type MC soient présents, bien qu'ils ne soient pas clairement visibles. Les nombreuses « taches noires » dispersées sur la micrographie sont des attaques chimiques localisées.

III.1 Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation de Courbe de résistance de polarisation r_p .

Les figures 31 et 32 montrent les différences entre la résistance de polarisation des aciers exposés à un milieu de NaCl 0.6 mol/l avec un pH de 6. Le premier graphique (figure 31) montre la résistance sans traitement (test à blanc), tandis que le deuxième montre la résistance après traitement avec un inhibiteur (figure 32) à différentes concentrations : 50 ppm, 250 ppm et 2500 ppm. Ces courbes illustrent les effets du traitement sur les propriétés de résistance des aciers dans ce milieu corrosif.

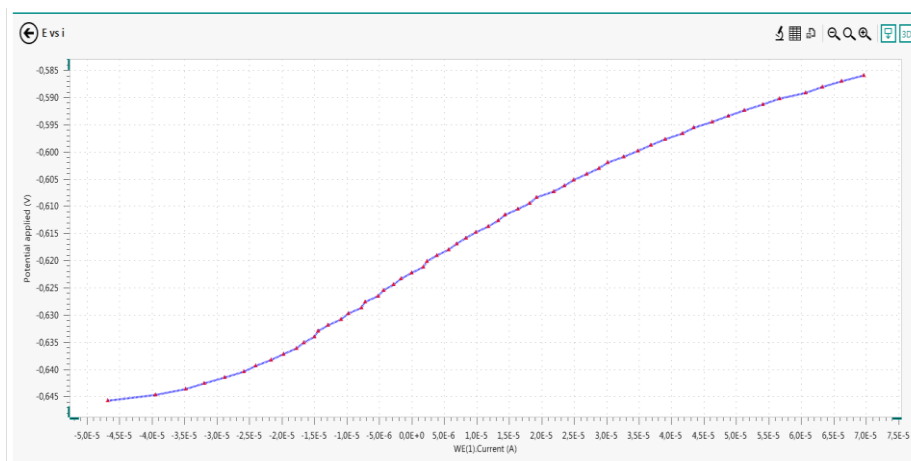
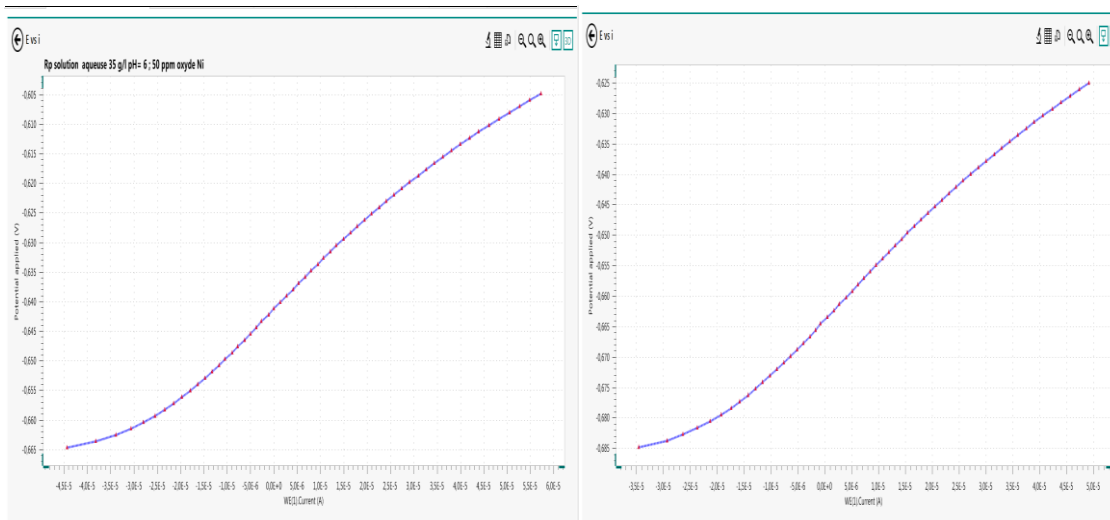
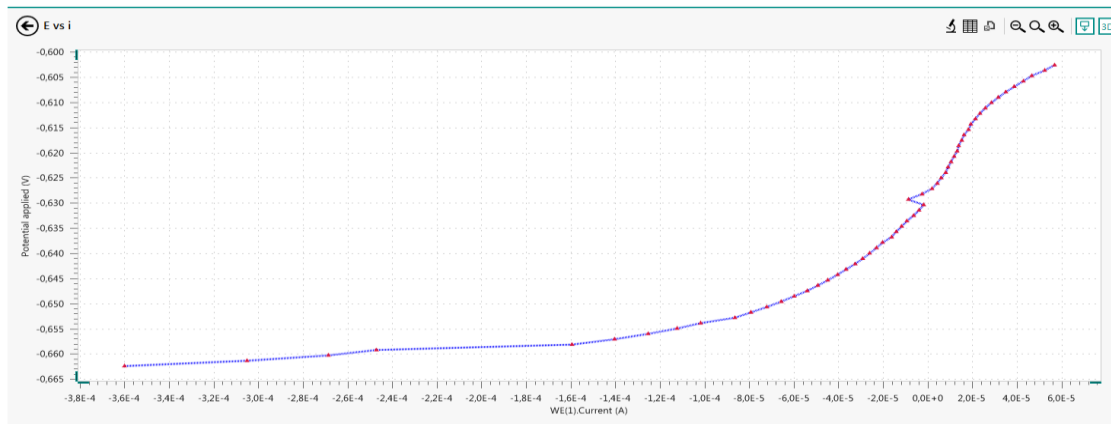


Figure 31: Courbe de la résistance de polarisation potentielle dynamique de l'acier X70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 sans traitement.



Test 01 : 50 ppm

Test 02 : 2500 ppm

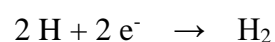
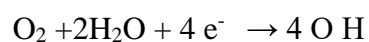


Test 03 : 550 ppm

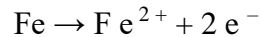
Figure 32: Courbe de la résistance de polarisation potentielle dynamique de l'acier X70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6, après traitement

La courbe de polarisation non traitée a montré que les deux branches cathodiques et anodique sont linéaires loin de E_{cor} , ce qui suggère que les réactions, telles que l'oxydation du fer et la réduction de l'oxygène et/ou l'évolution de l'hydrogène, sont activées de manière contrôlée. Après traitement, la pente de la courbe cathodique en Tafel a changé et la branche a été déplacée vers des densités de courant plus faibles.

Les réactions cathodiques impliquent la formation d'hydrogène et la réduction de l'oxygène, telles qu'exprimées dans les deux équations suivantes :



Dans la zone anodique, on observe une légère baisse du potentiel, ce qui impacte sur la vitesse de dissolution de l'acier, qui est réglementée par le mécanisme décrit ci-dessous.



En l'absence de traitement de l'acier étudié, il a été observé une évolution négative du potentiel de corrosion. Ce phénomène est probablement causé par une activation de la surface dans un premier temps, suivie d'une attaque uniforme des électrodes dans la solution corrosive examinée.

La mise en œuvre d'un traitement entraîne une modification du potentiel de corrosion, qui augmente en direction de valeurs positives. Cette augmentation peut être expliquée par l'absorption de certaines molécules sur la surface de l'électrode, provoquant ainsi une élévation du potentiel et une amélioration de la résistance à la corrosion.

III.2 Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation des Courbe de Tafel

En examinant les facteurs de corrosion des surfaces nues et recouvertes de Nickel pur, il est notable que les nuances d'acier X70 ont une excellente résistance à la corrosion, comme présenté sur les figures 33 et 34. La couche de nickel a clairement amélioré la capacité à résister à la corrosion, car le potentiel de corrosion observé augmente en direction des valeurs plus nobles selon le Tableau 11

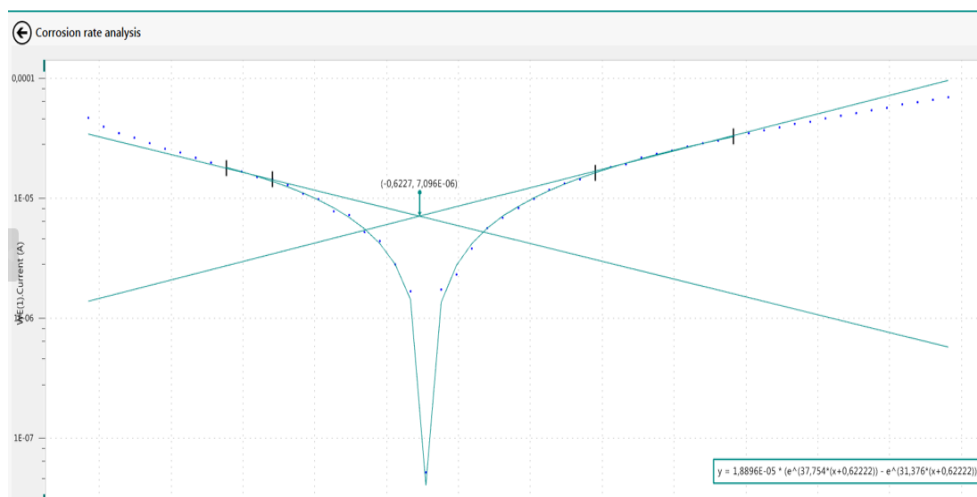
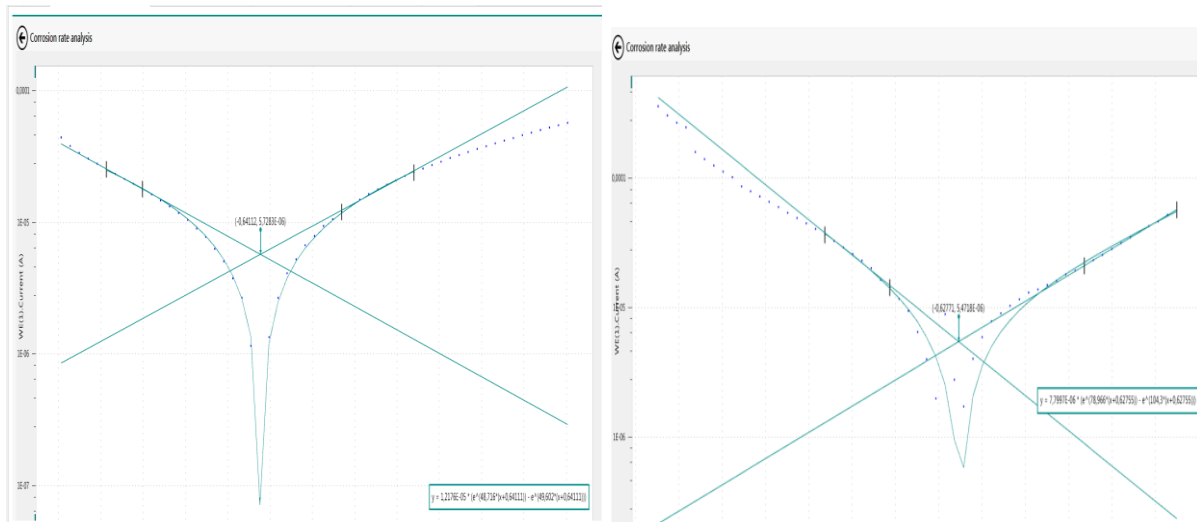
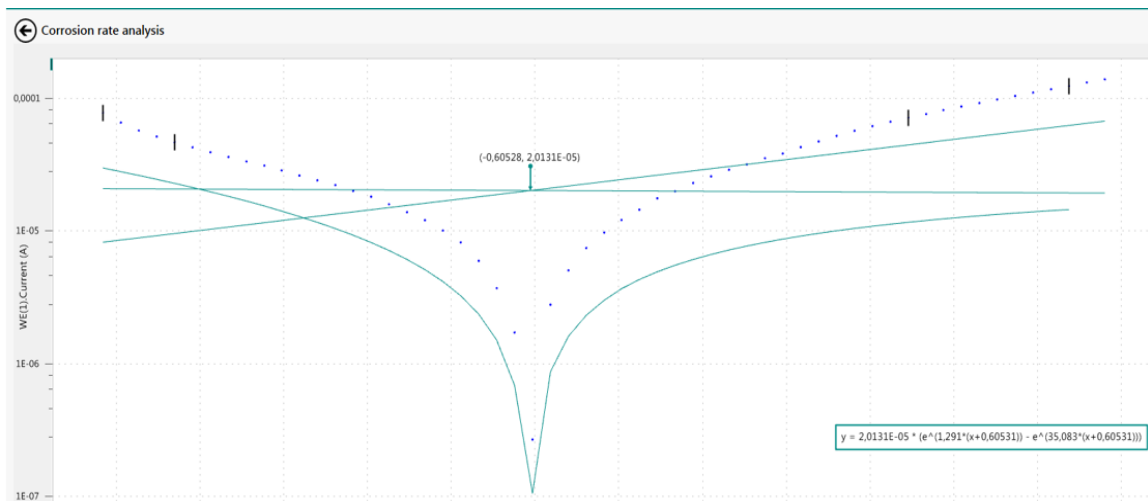


Figure 33: Courbe de la résistance de TAFEL de l'acier X70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 sans traitement



Test 01 : 50 ppm

Test 02 : 550 ppm



Test 03 : 2500 ppm

Figure 34: Courbe de la résistance de TAFEL de l'acier X70 dans NaCl 0.6 mol/l à pH = 6 après traitement

Après avoir examiné les indicateurs de corrosion des surfaces nues et revêtues de nickel pur, les nuances de l'acier X70 ont montré une capacité anticorrosion satisfaisante. Comme on peut le constater sur les graphiques 33 et 34. Les résultats ont montré que le dépôt de nickel a amélioré la résistance à la corrosion, car le potentiel de corrosion a augmenté vers des valeurs plus nobles, comme démontré dans le Tableau 11.

Le tableau 11 présente les résultats de l'extrapolation de Tafel pour l'acier x70. Ces résultats reflètent le comportement électrochimique des électrodes dans un milieu fortement corrosif et les valeurs du taux de corrosion sont également incluses.

Tableau 11: Extraction des paramètres électrochimiques de l'extrapolation de Tafel.

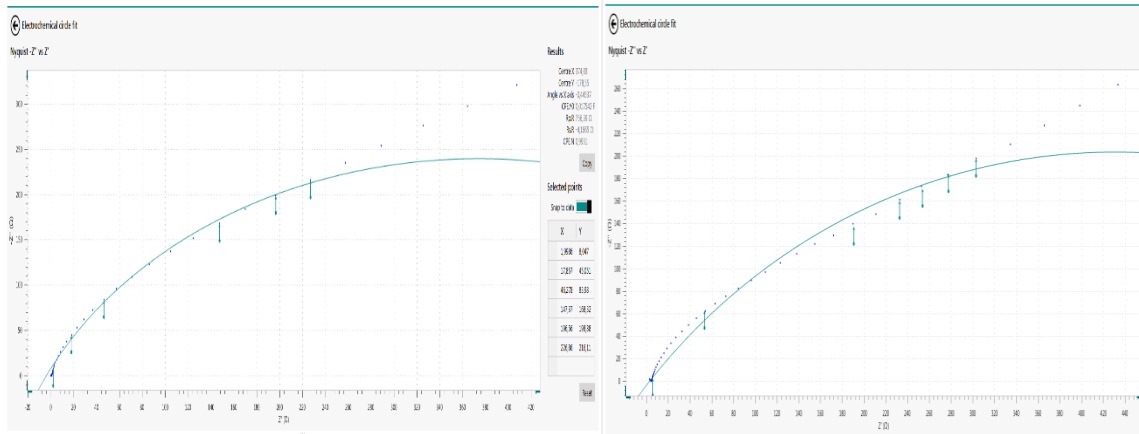
Paramètres	Ic A	Vc mm/an	Ec v	Rp Ω
Sans traitement (a blanc)	$1,8896 \cdot 10^{-5}$	0.1689	-0.6227	765.52
Avec inhibiteur 50ppm	$1.2176 \cdot 10^{-5}$	0.10883	-0.64112	835.37
Avec inhibiteur 550ppm	$7.7997 \cdot 10^{-5}$	0.06094	-0.62771	915.2
Avec inhibiteur 2500ppm	$2.0131 \cdot 10^{-5}$	0.044136	-0.60528	1365.7

À partir des résultats obtenus, il est possible de constater que le traitement de l'acier x70 a produit des résultats satisfaisants en termes de vitesse de corrosion. Il a été observé une diminution graduelle de la vitesse de corrosion en fonction de la quantité d'inhibiteur ajouté, comparé à la vitesse de corrosion initiale avant l'ajout de l'inhibiteur. Les résultats ont également mis en évidence que la résistance de polarisation augmentait progressivement avec l'augmentation de la quantité d'inhibiteur, ce qui suggère une réponse positive des résultats comparée à l'expérience sans inhibiteur.

III.3 Étude de la cinétique de corrosion de l'acier X70 en milieu par la technique de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

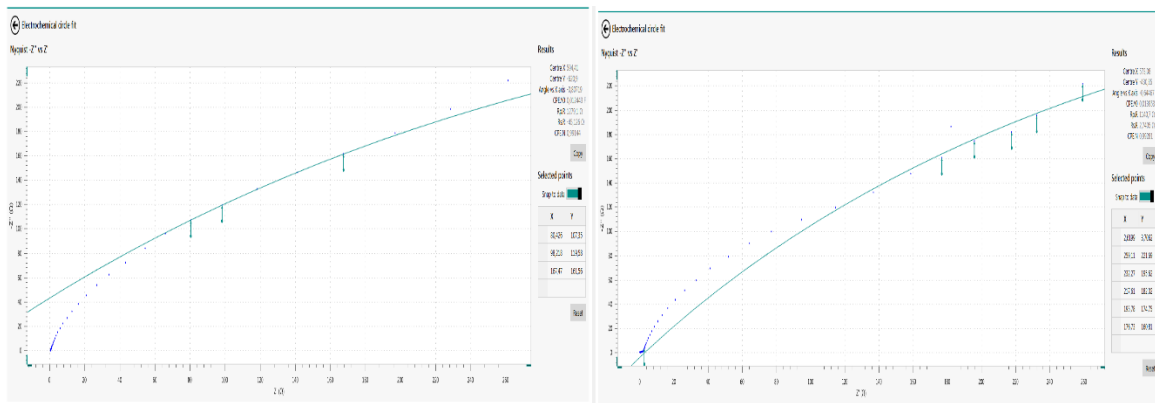
La spectroscopie d'Impédance électrochimique, considérée comme un outil puissant dans l'étude de la corrosion, des propriétés de surface, de la cinétique de l'électrode, et de l'information sur le mécanisme qui permet d'obtenir des diagrammes d'impédance fournissant des données sur la fréquence f , la résistance de transfert de charge R_{ct} , et la résistance électrolyte R_s .

Les procédés de corrosion à la surface de l'acier X70 et à l'interface électrode/électrolyte ont été étudiés à l'aide des diagrammes SIE. Les résultats ont été comparés pour l'acier X70 en présence et en absence de l'inhibiteur. Les figures 35 et 36 présentent respectivement les diagrammes de Nyquist et de Bode pour l'acier X70 en milieu NaCl 0.59 mol/l, avec différentes concentrations de Ni.



Test 1 : sans inhibiteur

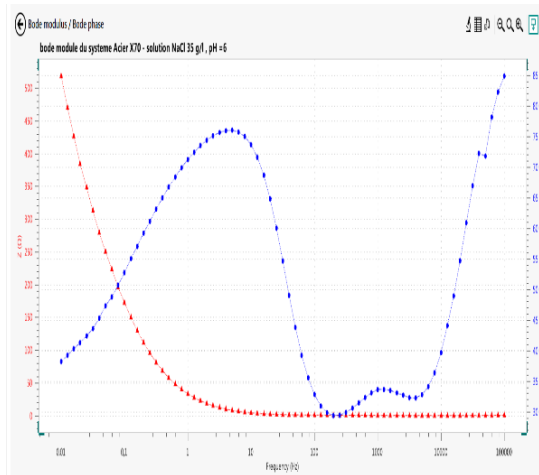
test 2 : avec inhibiteur de 50 ppm



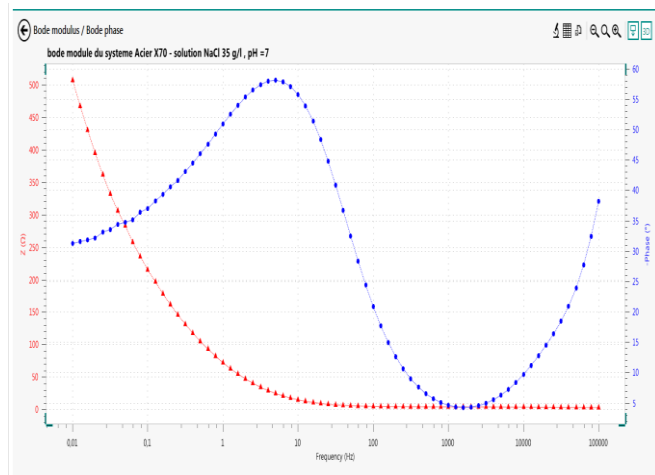
Test 3 : avec inhibiteur de 550 ppm

test 4 : avec inhibiteur de 2500 ppm

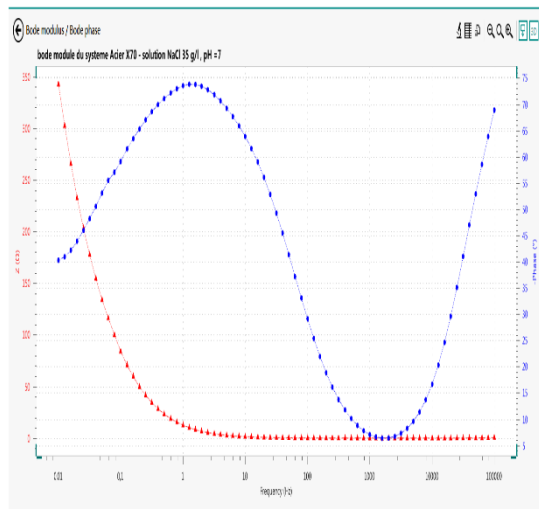
Figure 35 : Diagrammes de Nyquist de l'acier X70 en milieu NaCl 0.6 mol/l sans et avec différentes concentrations de Ni



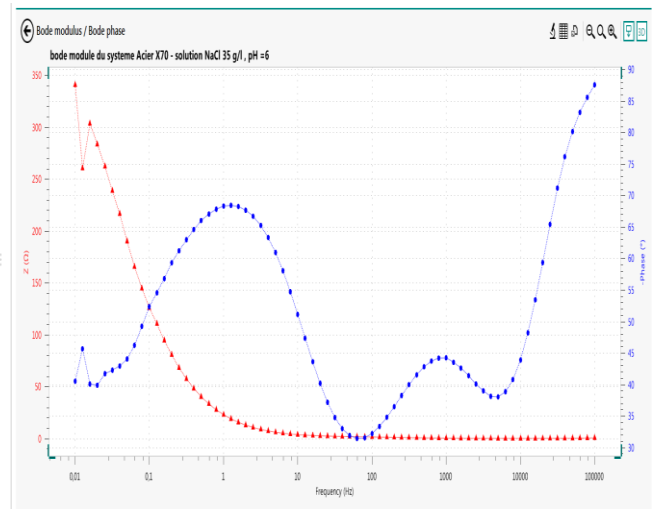
Test 1 : sans inhibiteur



test 2 : avec inhibiteur de 50 ppm



Test 3 : avec inhibiteur de 550 ppm



test 4 : avec inhibiteur de 2500 ppm

Figure 36: Diagrammes de BODE de l'acier X70 en milieu NaCl à 0.6 mol/l sans et avec différentes concentrations de Ni

Les résultats des spectres d'impédance (illustrés dans la figure 36) montrent qu'en absence et en présence de Ni, il y a eu un seul processus de transfert de charge lors de la dissolution de l'acier X70 en milieu NaCl 0.6 mol/l car une seule boucle capacitive a été observée. De plus, l'augmentation du diamètre de la boucle capacitive avec la concentration de Ni suggère que plus de molécules de Ni ont été adsorbées à la surface de l'acier, ce qui a augmenté son impédance.

Cette augmentation est due à l'efficacité accrue des molécules de Ni adsorbées à des concentrations plus élevées pour former une couche inhibitrice sur la surface de l'acier X70, couvrant ainsi les sites de réaction et augmentant l'impédance.

Dans le tableau 12, les résultats obtenus par la technique SIE montrent les valeurs des paramètres électrochimiques pour la corrosion de l'acier de X70 en milieu acide à 0.59 mol/l de NaCl, à la fois sans et avec différentes concentrations de l'inhibiteur Ni.

Les résultats obtenus à partir des diagrammes de Nyquist et de Bode indiquent que l'efficacité inhibitrice du Ni augmente proportionnellement avec sa concentration, ce qui est confirmé par les diagrammes de Bode qui révèlent une seule phase de corrosion correspondant à un temps constant. L'augmentation de la concentration de Ni se traduit par une augmentation du module d'impédance à toutes les fréquences, entraînant une diminution de la vitesse de corrosion. Le calcul de l'angle de phase à haute fréquence permet d'évaluer l'efficacité inhibitrice de Ni, une valeur plus négative indiquant une nature capacitive du processus électrochimique. Les résultats démontrent une augmentation de l'efficacité inhibitrice du Ni avec une concentration plus élevée de Ni.

Tableau 12: Paramètres d'impédance électrochimique de l'acier X70 en milieu NaCl 0.6mol/l en absence et en présence de différente masse de Ni

	Rp.r Ω	Rs.r Ω	Angle
sans Ni (test à blanc)	756.39	-4.1665	-178.55
Avec 50 ppm De Ni	856.72	2.5061	-0.68018
Avec 550ppm De Ni	1279.1	-45.126	-0.80719
Avec 2500ppm De Ni	1140.7	2.7405	-0.64467

Conclusion Générale

Conclusion générale

Conclusion :

l'étude de l'influence des nanoparticules d'oxyde de Nickel sur la corrosion de l'acier de carbone X70 a permis de mettre en évidence l'effet inhibiteur de ces dernières sur la corrosion. En effectuant les différentes analyses de caractérisation telles que la BET, l'EDX, la FX et la DRX, il est apparu que les nanoparticules d'oxyde de nickel permettent une meilleure efficacité inhibitrice de la corrosion. Les résultats électrochimiques obtenus à travers les différentes techniques expérimentales telles que la cellule électrochimique et l'appareil de l'AOUTOULB ont permis d'extraire des paramètres électrochimiques et de présenter des données sous forme de graphiques de TAFEL, d'impédance et de BODE .

En effet, nous avons constaté que :

- Les résultats obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB) montrent que les nanoparticules sont de forme sphérique et ont une taille moyenne de 50 nm.
- L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) montre que les nanoparticules sont amorphes, ce qui indique une absence de structure cristalline.
- L'analyse par diffraction Raman (FX) confirme la composition chimique des nanoparticules. Les pics de vibration observés sur le spectre Raman corroborent la présence de NiO en majorité et de traces d'autres éléments tels que Na, Mg, Si et Al.
- L'analyse EDX complète ces résultats en montrant les éléments présents à la surface des nanoparticules. Le spectre EDX confirme la présence de Ni et O en majorité, ainsi que de c en faibles quantités. En somme, la caractérisation des nanoparticules réalisée par BET, DRX, FX, EDX et MEB permet de confirmer la composition chimique, la structure et la forme des nanoparticules.
- Les paramètres électrochimiques extraits de l'extrapolation des courbes de Tafel ont montré une amélioration de la résistance à la corrosion après le dépôt de nickel.
- Les courbes de TAFEL ont permis d'obtenir des paramètres électrochimiques qui indiquent que le traitement de l'acier X70 a eu un effet satisfaisant sur la vitesse de corrosion. On a pu constater qu'en ajoutant de l'inhibiteur, la vitesse de corrosion diminuait graduellement par rapport à celle initiale. Les résultats ont aussi mis en évidence une augmentation progressive de la résistance de polarisation en fonction de la quantité d'inhibiteur, suggérant une amélioration par rapport à l'expérience sans inhibiteur.

Conclusion générale

- les données obtenues grâce aux diagrammes de NYQUIST et de BODE montrent que l'efficacité inhibitrice du Ni dépend de sa concentration. Plus la concentration de Ni est élevée, plus l'efficacité inhibitrice grande.

L'étude de l'effet des inhibiteurs sur l'acier a montré un effet significatif sur la formation de dépôt de nickel. Cependant, il est important de souligner que des recherches et des tests plus approfondis sont nécessaires pour améliorer l'efficacité du dépôt de Ni.

Les résultats de cette étude offrent une perspective intéressante pour les futurs travaux dans le domaine de la protection des matériaux contre la corrosion et leur application dans diverses industries. Les résultats pourraient également servir d'outil utile pour les industries qui souhaitent améliorer l'efficacité des traitements de surface pour les produits et les pièces en acier.

Références bibliographiques

Références

Les références :

- [1] : K.E.Heusler, D.Landolt and S.Trasatti 'Electrochemical corrosion nomenclature. Pure Appl. Chem.61 (1989) 19-22
- [2] : Habchi, A., étude de l'effet de la température sur la corrosion de l'acier XC52 en présence du sulfarler et leur sel correspondent dans un milieu H₂SO₄ 20%, mémoire de master, université de Kasdi Merbah Ouargla. 2013, Algérie.
- [3] :Rouibah, K., mémoire de magistère. Contribution à l'Etude du Comportement Electrochimique du Couple Galvanique Acier au Carbone/Anodes de Zinc dans l'Eau de Mer Naturelle, 2003.
- [4] :Mehanna, M., Mécanismes de transfert direct en corrosion microbienne des aciers: Application à Geobacter sulfurreducens et à l'hydrogénase de Clostridium acetobutylicum. 2009.
- [5] : Pr KHALIL - Université hassen II - Ain chok - Cours de corrosion 2009
- [6] : G. Bisma, Etude des Phénomènes de Corrosion liés à la Détérioration des Aciers pour tubes Galvanisés, Universite Arbi Tbessi-Tebessa, (2016).
- [7] :B.Normand, N.Pébére, C.Richard, M.Wery, prévention et lutte contre laCorrosion, une approche scientifique et technique, édition presses polytechniques Et universitaires romandes, Italie (2004).
- [8] : Etude de l'effet inhibiteur des nanomatériaux BADSI .F et BENCHIBANE (2017
- [9] : boukhatalah .w et kharkhache. b Effet de la corrosion sur le transport et le stockage des hydrocarbures: Cas la station SP3à M'sila en Algérie N° /Ph ENR 09/2019.
- [10] : G. Béranger and H. Mazille, Corrosion des métaux et alliages : mécanismes et Phénomènes. Hermès Science Publications (2002) 2-7462-0466-5.
- [11] : Chablaoui. A & Média .H (2019) analyse de la corrosion des installations fixes et les méthodes de protection application à un bac de stockages.
- [12] : Les nanomatériaux. Institut national de recherche et de sécurité, 2009. Disponible sur www.inrs.fr.Google Scholar Maisons-Alfort, le 15 mai 2014
- [13] : Les nanoparticules: Un enjeu majeur pour la santé au travail ?, Les Ulis: EDP Sciences, 2007. <https://doi.org/10.1051/978-2-7598-0319-4>

Références

- [14] : Sahu, K. K. Nanda and S. N. Photoluminescence of CdS nanocrystals: effect of ageing Solid State Communications. (1999)671, Vol. III, 12. Received 26 February 1999, Accepted 1 June 1999, Available online 11 August 1999. by S. Ushioda
- [15] : Tiwari, D.K.; Behari, J.; Sen, P. “Application of Nanoparticles in Waste Water Treatment 1.” (2008). Received 01 Mar 2020, Accepted 13 Jul 2020, Published online: 17 Aug 2020
- [16]: Mansha, M et al . Synthesis, Characterization and VisibleLight-Driven Photoelectrochemical Hydrogen Evolution Reaction of Carbazole-Containing Conjugated Polymers. Int. J. Hydrogen Energy 2017, 42
- [17]: Ran Ijaz, Ezaz Gilani, Ammara Nazir & Aysha Bukhar , Green Chemistry Letters and Reviews. 01 Mar 2020, Accepted 13 Jul 2020, Published online: 17 Aug 2020
- [18] : Teng W, Jeng S, Kuo C, Lin Y, Liao C and Chin W 2008 liquid crystal displays 33 16635 de optic letters publishd – 1 Aug 2008
- [19]: Crooks R M, Zhao M, Sun L I, Chechik V and Yeung L E E K 2001 Dendrimer-Encapsulated Metal Nanoparticles : Synthesis, Characterization, and Applications to Catalysis 34 181–90
- [20] : Assessment R 2007 Nanoparticles in the Environment [Suchi Smita](#), [Shailendra K Gupta](#), [Alena Bartonova](#), [Maria Dusinska](#), [Arno C Gutleb](#) & [Qamar Rahman](#) [Environmental Health](#) volume 11, Article number: S13 (2012).
- [21] : [Janot 2002; Canler 2004; Ouzaouit 2008] et la lithographie [Buckmaster 2005; Shen 2006; Asoh 2007]
- [22] : Diffraction des rayons X (XRD) By [Lauren Dos Santos](#) - 29 juillet, 2020
- [23] : Badsif et benchibane F Etude de l’effet inhibiteur des nanomatériaux sur la corrosion d’un acier 23 jun2023
- [24] : <https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Chlorure-de-sodium.html>-2002
- [25] : Motamedi, 2013, M. Motamedi, A. Tehrani-Bagha, M. Mahdavian, Corros. Sci. 70 (2013) 46–54. Et Mourya, 2014, P. Mourya, S. Banerjee, M. Singh, Corros. Sci. 85 (2014) 352–363. Received 8 July 2011, Revised 7 September 2011, Accepted 28 September 2011, Available online 5 October 2011.

Références

Reference des figures :

- [1]:<https://paint.cosmetius.com/wp-content/uploads/2016/05/ximicheskaya-korroziya-600x403.jpg>
- [2] : <https://www.corrodys.com/wp-content/uploads/2013/01/MEB-biofilm-72dpi-432px.jpg>
- [3] :<https://th.bing.com/th/id/R.63eef662ec3165add2afd93f8239b457?rik=6PPQMKaK3biPDA&riu=http%3a%2f%2fwww.epoxy3000.com%2fwp-content%2fuploads%2f2017%2f04%2fbandeau-4-corrosion.jpg&ehk=%2bIM4E0hO4bNSkJquEUfU5i%2fKoc7NQoNW7zLNE9MiPhA%3d&risl=&pid=ImgRaw&r=0>
- [4] : <https://tse2.mm.bing.net/th/id/OIP.rHNuyp3p29spl9caAqIPbgHaFc?pid=ImgDet&rs=1>
- [5] :<https://th.bing.com/th/id/R.8c446065d07740665ed9728d122739d1?rik=u2U5HmTWwiHqCA&pid=ImgRaw&r=0>
- [6] :https://www.sciencepresse.qc.ca/sites/default/files/styles/large_16_9/public/medias/article/nono.jpg?itok=RLttoQct
- [7] :https://th.bing.com/th/id/R.1c0afb747e8f30073735d1d209af07ad?rik=HCbO328v8FeKOA&riu=http%3a%2f%2fc.21-bal.com%2fpars_docs%2frefs%2f1%2f49%2f49_html_m2ed1962.jpg&ehk=QjUE4gyFSRplgeQG73gC8aYHX%2fM1OdGEh%2bj%2brX%2fTxyM%3d&risl=&pid=ImgRaw&r=0
- [8]https://www.researchgate.net/profile/Irfan-Ijaz/publication/343744728/figure/fig3/AS:931379160289281@1599069504432/Organic-nanoparticles-a-Dendrimers-b-Liposomes-and-Micelles-c-Ferritin_Q320.jpg
- [9] :https://www.researchgate.net/profile/Cedric_Pisani/publication/326504525/figure/download/fig5/AS:669400080318482@1536608824539/Exemples-de-differents-types-de-nanoparticules-etudies-en-therapeutique-et-imagerie.png
- [10]<https://www.researchgate.net/profile/MouradKhechba/publication/322026410/figure/download/fig1/AS:574780758003712@1514049819355/Methodes-generales-de-depot-des-couches-minces-sous-vide-7.png>
- [11]https://i0.wp.com/electricalfundablog.com/wp-content/uploads/2018/09/Sol-Gel-Process_thumb.png?resize=640%2C320&ssl=1