

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

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES  
DEPARTEMENT DES SCIENCES  
DE NATURE ET DE LA VIE



جامعة محمد بوضياف - المسيلة  
Université Mohamed Boudiaf - M'sila

DOMAINE : SCIENCE DE LA  
NATURE ET DE LA VIE  
FILIERE : BIOTECHNOLOGIE

OPTION : BIOTECHNOLOGIE  
VEGETALE

N°.....

Mémoire présenté pour l'obtention  
Du diplôme de Master Académique  
Par :

DEBAB NouhaBEN GHERAB Abir

OULD MAHMOUDI Nisrin

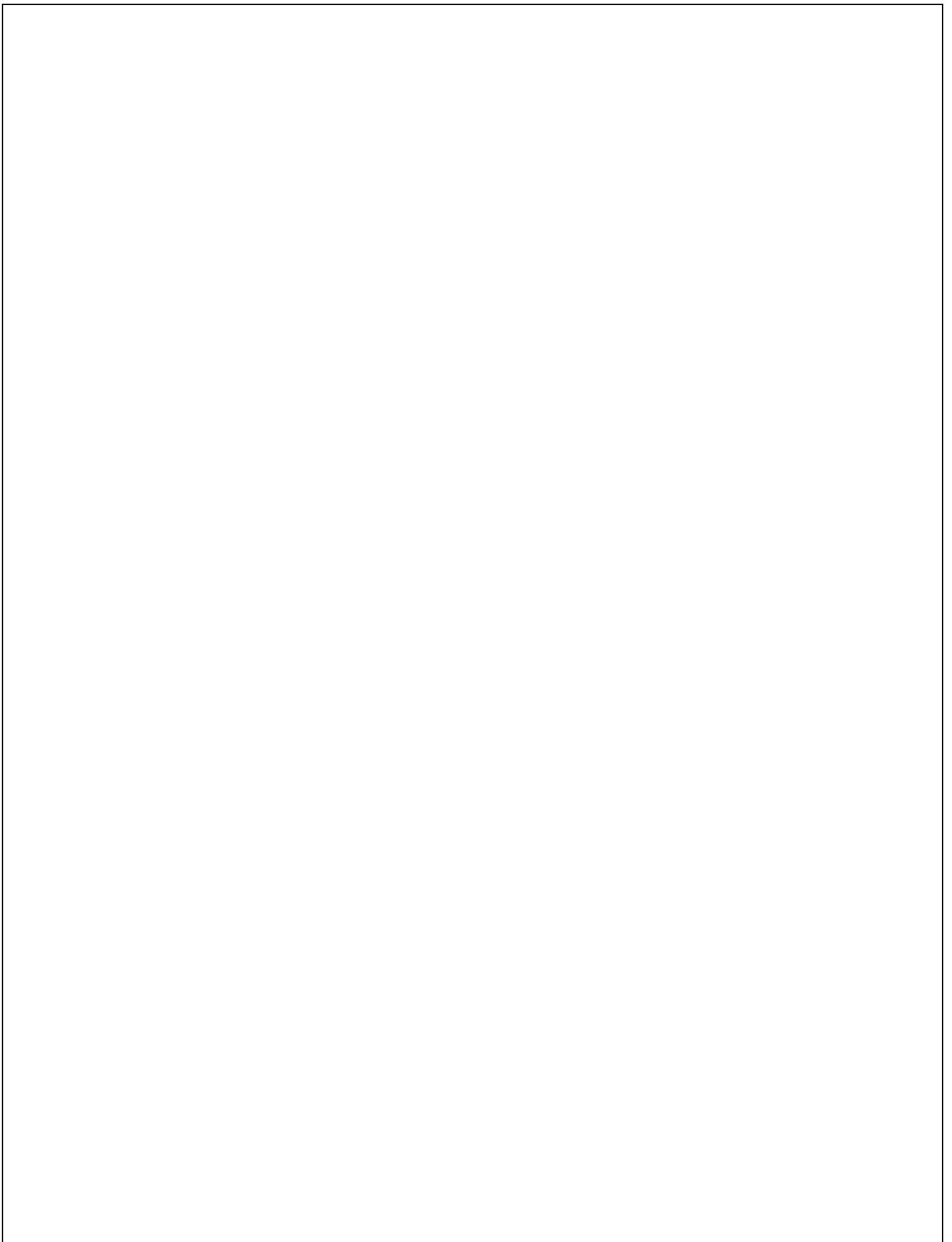
Intitulé

Etude de l'inhibiteur de corrosion à base d'extrait de la  
plante *Echium creticum* L.

Soutenu devant le jury composé de :

BOUNAR Rabah	Pr.	Université de M'Sila	Président
GHADBANE Mouloud	Pr.	Université de M'Sila	Rapporteur
MEDJEKAL Samir	Pr.	Université de M'Sila	Examineur
CHIEKH Mokrani	Pr.	Université de M'sila	Co Encadreur

Année universitaire : 2022/20203



# *Remerciements*

*Avant tout, nous tenons à remercier Dieu tout-puissant de nous avoir accordé le succès et de nous avoir donné la force et la patience nécessaires pour mener à bien ce travail.*

*Tout d'abord, nous tenons à exprimer nos profonds remerciements et notre gratitude à Professeur **Ghadbane Mouloud** pour avoir supervisé notre et pour tous ses conseils et de son accompagnement tout au long de cette période.*

*Nos remerciements et notre gratitude vont également au chef du département des Sciences de la Nature et de la Vie. **Bounar Rabah**, ainsi qu'aux professeurs, membres du comité de lecture et de discussion, (**R.Bounar***

*Medjekal Samir et M. Ghadbane)*

*Nous tenons également à exprimer notre gratitude au professeur de chimie **chikh Mokhran** pour toute l'aide qu'il nous a apportée du début à la fin.*

*et l'étudiant en doctorat, **Abdelmalik Benhaoua**,*

*Nous remercions également **les ingénieurs** du laboratoire de biotechnologie Végétal pour l'aide qu'ils nous ont apportée lors de notre collaboration.*

*Merci à tous ceux qui nous ont aidés d'une manière ou d'une autre, même d'un mot.*

# *Dédicace*

*Grâce à mon Dieu « Le tout puissant »*

*Au début de ma gratitude, je dédie cette graduation et le résultat de mon labeur à ceux qui ont cherché mon bonheur et mon arrivée à ce que je suis aujourd'hui, **mon cher père Abdnacer**, à ceux qui me reçoivent avec le sourire et me font leurs adieux à la invitation de **ma mère Ouridabien-aimée**, que Dieu vous accorde longue vie.*

*A **mes sœurs** qui m'ont soutenue de leur aînée à leur plus jeune (**Houda, Aya, Kholoud Nouret mon frère unique Islam**) A ma chère **grand-mère**, que Dieu la préserve pour nous, et à tous les membres de **la famille Debab**  
Je remercie tous mes amis que j'ai rencontrés au cours de mon parcours universitaire, en particulier ceux qui ont participé à ce travail avec moi, **mon ami Abir ben Gherab et Nisrin Ould Mahmoudi***

*Mes remerciements s'étendent également à tous les étudiants masculins et féminins se spécialisant en biotechnologie végétale, master2 promotion*

*2023*

*Dieu a fait notre chemin plein de succès et de facilitation.*

*NOUHA*

# *Dédicace*

*ALHAMDOLILAH pour tout*

*je dédie ce mémoire à mes parents ma mère mon espoir de ma vie (Djamila) et mon père est l'homme de ma vie (Amor) pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs encouragements*

*A mes frères et sœurs : (Naima, Sarah, Billal, Chaima, Lokman)*

*A mon dose d'espoir (Mohammed Tayeb)*

*A notre nouveau bébé (Assinet Meriem)*

*A mes tout amis et camarades*

*A mes chers binôme (Debab Nouha et Ben Gherab Abir)*

*Sans oublier tout les professeurs qui ce soit du primaire, du moyen, du secondaire ou de l'enseignement supérieur.*

*NJSRIN*

# *Dédicace*

*Loué soit Dieu qui m'a aide et m'a inspiré pour cet humble effort.*

*Je dédie ce mémoire*

*A ma Mère, la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse : mon adorable mère **Rahma**.*

*A mon père, j'ai souhaité être avec moi et partager ma joie en ce jour, à l'âme de mon père bien-aimé **Abdelkader**, que Dieu ait pitié de lui*

*A mes chères sœurs (**Amel, Souad, Faiza, Zina, Hafida, Djamila**) pour l'amour qu'elles me réservent*

*A mes frères (**Houssin, Younes et Khaled**) pour leur soutien moral.*

*Et leur enfant, source de joie et de bonheur.*

*A mes beaux frères, et mes belles sœurs*

*A toute ma famille (mon oncle et mes tantes et leur enfant) source d'espoir et motivation.*

*A mes chers Amis, En souvenir de nos éclats de rire et des bons moments, en souvenir de tout ce qu'on a vécu ensemble, j'espère de tout mon cœur que notre amitié durera éternellement*

*A mon cher binôme (**Debab Nouhaet Nisrin Ould Mahmoudi**)*

*A.B.R*

## Résumé:

La corrosion est un problème qui affecte la plupart des secteurs industriels et peut causer des pertes énormes. Dans le cas des procédés industriels, les métaux sont exposés à l'action des acides utilisés dans les procédés pétrochimiques et lors du nettoyage dans plusieurs industries. Dans ce travail, nous nous sommes intéressées à l'étude de la protection de l'acier en milieu acide (NaCl) 0.2 M par ajout de l'extrait de la plante *Echium creticum* de la région de Mtarfa, wilaya de M'sila, pour une concentration de (30,2mg /l). L'influence de la concentration sur les processus de corrosion en l'absence et en présence de l'inhibiteur a été étudiée par des mesures de la perte de masse. Les résultats de cette étude montrent que l'extrait de *Echium creticum* peut ralentir, voire freiner par un processus d'inhibition, la corrosion en milieu acide, de l'acier. Le pourcentage d'inhibition de la corrosion est de 81,13%. Cette étude confirme le fort potentiel anticorrosif de l'extrait de la plante d'*Echium creticum*.

**Mots clés:** Corrosion. Inhibiteur. *Echium creticum* L., NaCl.

## ملخص :

التآكل مشكلة تؤثر على معظم القطاعات الصناعية ويمكن أن تسبب خسائر فادحة. في حالة العمليات الصناعية ، تتعرض المعادن لعمل الأحماض المستخدمة في العمليات البتروكيمياوية وأثناء التنظيف في العديد من الصناعات. نهتم في هذا العمل بدراسة حماية الفولاذ في الوسط الحمضي (مول 0.2 NaCl وذلك بإضافة مستخلص نبات *Echium creticum* من منطقة مطارفة ولاية المسيلة بتركيز 30.2 مغ / لتر. تمت دراسة تأثير التركيز على عمليات التآكل في غياب المانع وفي وجوده من خلال قياسات فقدان الكتلة. تظهر نتائج هذه الدراسة أن مستخلص *Echium creticum* يمكن أن يبطئ ، أو حتى يكبح من خلال عملية تثبيط التآكل في وسط حمضي للصلب. بلغت نسبة منع التآكل 81.13%. تؤكد هذه الدراسة القدرة القوية المضادة للتآكل لمستخلص نبات *Echium creticum*.

الكلمات المفتاحية: تآكل, مثبت, *Echium creticum L.*, كلوريد الصوديوم.

**ABSTRACT:**

Corrosion is a problem that affects most industrial sectors and can cause huge losses. In the case of industrial processes, metals are exposed to the action of acids used in petrochemical processes and during cleaning in many industries. In this work, we studied the protection of steel in an acid medium (NaCl) 0.2 M by adding an extract of the *Echiumcreticum* plant from the region of Mtarfa, wilaya of M'sila, at concentrations (30.2mg/l). The influence of concentration on corrosion processes in the absence and presence of the inhibitor was studied by measuring mass loss. The results of this study show that *Echiumcreticum* extract can slow down, or even halt, the corrosion of steel in an acid environment through a process of inhibition. The corrosion inhibition percentage was 81.13%. This study confirms the strong anticorrosive potential of *Echiumcreticum* plant extract.

**Key words:** Corrosion, Inhibitor, *Echiumcreticum L.*, NaCl.

# Sommaire

INTRODUCTION.....	2
<b>Chapitre I:Recherche Bibliographie.....</b>	<b>2</b>
<i>I.1.Etude théorique sur <i>Echium creticum</i> L.....</i>	<i>2</i>
I.1.1.La famille Boraginaceae .....	2
I.1.2.Le genre <i>Echium</i> .....	2
I.1.3.L'espèce .....	2
I.1.4.Synonymes .....	2
I.1.5.Description botanique .....	3
I.1.6.Systématique .....	3
I.1.7.Distribution géographique.....	3
I.2.Les métabolites secondaires .....	4
I.2.1.Composés phénoliques.....	4
I.2.2.Classe des polyphénols .....	4
I.2.3.Les flavonoïdes .....	5
I.2.4.Les tanins .....	6
I.2.5.Les alcaloïdes .....	6
I.2.6.Les saponines .....	7
I.3.Phénomène de corrosion .....	8
I.3.1.La corrosion des métaux .....	8
I.3.1.1.Définition .....	8
I.3.1.2.Reaction de la corrosion.....	8
I.3.2.Les différents types de corrosion .....	9
I.3.2.1.La corrosion uniforme.....	9
I.3.2.2.La corrosion localisée .....	9
<i>I.4.Protection contre la corrosion.....</i>	<i>10</i>
I.4.1..Définition inhibiteurs .....	10
<i>I.4.2.Classification des inhibiteurs .....</i>	<i>11</i>
I.4.2.1..Selon leur nature chimique.....	11
a. Les inhibiteurs organiques .....	11
b.Les inhibiteurs inorganiques (minéraux).....	11
I.4.2.2.Selon leur mode d'action .....	12

I.4.2.3.Selon la nature électrochimique du processus.....	12
a. Les inhibiteurs cathodiques .....	12
b. Les inhibiteurs anodiques .....	12
c. Les inhibiteurs mixtes.....	12
I.4.3.Fonctions essentielles.....	13
<b>CHAPITRE II :Matériel et Méthodes</b> .....	<b>15</b>
II.1.Matériels végétal.....	16
II.2.Préparation du matériel végétal .....	16
II. 2.1.Séchage et broyage .....	16
II.2.2.Tamisage.....	16
II.4.Préparation de l'extrait brut .....	18
III.4.2. Le rendement .....	18
II.5.Les testes phytochimique.....	19
II.5.1.Les composés phénoliques.....	19
II.6.Dosage des phénols totaux.....	19
II.6.1.Principe .....	19
II.6.2.Mode opératoire (protocole).....	20
II.7.Dosage des flavonoïdes .....	20
II.7.1.Principe: .....	20
II.7.2.Mode opératoire.....	20
II.2.L'activité anticorrosive.....	21
II.2.1.Matériau (électrode de travail).....	21
II.2.2.Préparation des surfaces du matériau.....	21
II.2.2.1.Polissage .....	21
II.2.2.2.Milieu corrosif .....	21
II.3.Méthode suivie de la corrosion .....	22
II.3.1.Méthode gravimétrique.....	22
II.4.Control de la cinétique de corrosion .....	22
II.4.1.Expérience de corrosion sans inhibiteur .....	22
II.4.2.Expérience de corrosion avec inhibiteur.....	23
II.5.Méthodes de caractérisation électrochimique .....	24
II.5.1.Montage expérimental .....	24
II.5.2.Techniques expérimentales d'étude de la corrosion .....	24
a.Mesure des potentiels d'abandon (de circuit ouvert $E_{ab}$ ).....	25
b.Courbes de polarisation.....	25

c.La spectroscopie d'impédance électrochimique .....	27
<b>CHAPITRE III :...Résultats et Discussions</b> .....	24
III.1.Screening phytochimique.....	31
III.2.Rendement de l'extrait .....	31
III.3.Analyse quantitative de composés phénoliques .....	32
III.3.1.Dosage des polyphénols totaux .....	32
III.3.2.Dosage des flavonoïdes .....	33
III.4.Résultats de corrosion.....	35
III.4.1.Effet de substance Echinium creticum sur la corrosion d'acier en milieu salin.....	35
III.4.1.1.Evolution du potentiel à l'abandon ( $E_{ab}$ ) .....	35
III.4.1.2.Voltampérométrie linéaire (VL).....	36
III.4.1.3.Courbe de polarisation de Tafel.....	36
III.4.1.4.Spectroscopie d'impédance électrochimique .....	38
<b>CONCLUSION</b> .....	42
Liste des références:.....	43

## Listes des figures :

Figure 1: <i>Echium creticum</i> aspect végétative et florale.....	2
Figure 2: carte de la distribution d' <i>Echium creticum</i> L. ....	4
Figure 3: structure générique des principaux flavonoïdes (Crozier et al. 2008). ....	6
Figure 4 :moyen de lutte contre la corrosion.....	10
Figure 5: Modes d'action électrochimique des inhibiteurs (Fiaud1990) .....	12
Figure 6: plant d' <i>Echium creticum</i> .....	16
Figure 7 : partie aérienne d' <i>Echium</i> .C utilisée après le tamisage. ....	17
Figure 8: macération et filtration la plante d' <i>Echium creticum</i> .....	18
Figure 9: la structure de l'extrait brut de l' <i>Echium creticum</i> .....	18
Figure 10: l'échantillon avant (A) et après(B) l'opération de polissage .....	21
Figure 11: préparation la solution corrosive de NaCl de concentration 0,2 M.....	22
Figure 12: l'expérience de corrosion sans inhibiteur .....	23
Figure 13: l'expérience de corrosion avec les inhibiteurs d' <i>Echium</i> .C .....	23
<b>Figure 14</b> : Montage expérimental à trois électrodes.....	24
<b>Figure 15</b> : Courbe Intensité-potentiel relative au métal M dans une solution électrolytique (contrôlée par un processus de transfert de charges); en pointillés : courbes de polarisation partielles anodique et cathodique (Faulkner et al1983). ....	26
<b>Figure 16</b> : Courbe de polarisation et droites de Tafel d'un système redox à l'équilibre en l'absence d'une limitation par le transport de matière (Gabrielli 1987).....	27
<b>Figure 17</b> : Principe de la linéarisation d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale autour d'un point de fonctionnement.....	27
<b>Figure 18</b> : Circuit de Randles d'une interface électrochimique simple (cas d'une réaction redox avec transfert de charge sans diffusion).....	28
<b>Figure 19</b> : Graphe de Nyquist d'un circuit RC parallèle (réaction avec transfert de charge sans diffusion). ....	29
<b>Figure 20</b> : Diagramme d'impédance électrochimique dans le cas d'une cinétique de diffusion à couche infinie. ....	30
Figure 21: Rendement de l'extrait brut de la plante <i>Echium creticum</i> . ....	32
Figure 22: Courbe d'étalonnages d'acide gallique, absorbance à $\lambda_{max}=750$ nm. ....	33
<b>Figure 23</b> : Courbe d'étalonnages de la quercétine, absorbance à $\lambda_{max}=415$ nm .....	33
Figure 24: Histogramme représente la teneur quantitative de polyphénols et flavonoïdes de l' <i>Echium creticum</i> . ....	34
<b>Figure 25</b> : Variation du potentiel à l'abandon ( $E_{OCP}$ ) d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur (100.66 mg/L).....	35
<b>Figure 26</b> : Voltampérogramme linéaire d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur (100.66 mg/L).....	36
<b>Figure 27</b> : Courbes de Tafel d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur. ....	37
<b>Figure 28</b> : Diagrammes de Nyquist d'électrode en acier dans 0.2M NaCl tracé après deux heures d'immersion dans la solution saline. (1) en absence d'inhibiteur, (2) en présence d'inhibiteur.....	39
Figure 29: de circuit électrique équivalent utilisé pour l'analyse des résultats obtenus la figure30. ....	39

## Liste des tableaux :

Tableau 1:Les polyphénols : (Crozier et al. 2008). .....	5
Tableau 2:matériels, produits et équipement utilisée .....	17
<b>Tableau 3:</b> les éléments constitutifs des échantillons.....	21
Tableau 4: Résultats de screening photochimiques.....	31
Tableau 5 : Poids sec et rendements des extraits obtenus par macération d' <i>Echuim creticum</i> . .....	32
Tableau 6:les quantités des polyphénols et les flavonoïdes.....	34
<b>Tableau 7:</b> Résultats d'analyse de diagrammes de Nyquist d'électrode en acier dans 0.2M NaCl tracé après deux heures d'immersion dans la solution saline en présence et en absence d'inhibiteur. ....	40

## Liste des équations :

<b>Equation1</b> :l'oxydation du métal.....	8
<b>Equation2</b> : réduction des protons.....	8
<b>Equation3</b> :réduction de l'oxygène dans l'eau en milieu alcalin.....	8
<b>Equation4</b> : réduction de l'oxygène dans l'eau en milieu acide .....	8
<b>Equation5</b> :loi de Frayday.....	8
<b>Equation6</b> : équation de la courbe de polarisation.....	18
<b>Equation7</b> :l'expression totale de la tension.....	26
<b>Equation8</b> :la réponse en courant anusoïdal après un temps de relaxation.....	28
<b>Equation9</b> :l'impédance relation .....	28
<b>Equation10</b> :la capacité de double couche .....	28
<b>Equation11</b> :taux d'extraction.....	29
<b>Equation12</b> :la réaction cathodique.....	37
<b>Equation13</b> : taux d'inhibition.....	38
<b>Equation14</b> : élément à phase constante.....	40
<b>Equation15</b> : Relation entre la résistance à la corrosion et le taux d'inhibition.....	41

## Liste des abréviations

**pH** : Unité de mesure d'acidité.

**MeOH** : méthanol

**NaCl** : chlorure de sodium

**AlCl<sub>3</sub>** : trichlorure d'aluminium

**Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>** : carbonate de sodium

**HCl** : d'acide chlorhydrique

**Mg** : magnésium

**H<sub>2</sub>O** : l'eau

**H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>** : acide phosphotungstique

**H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>** : acidePhosphomolybdique

**NaOH**: hydroxyde de sodium

**Fe**: fer

**Mn**:manganèse

**Co**: cobalt

**Sn** : l'étain

**C** : carbone

**Ni** : nickel

**Cu** : cuivre

**Zn** : zinc

**E<sub>ab</sub>** :évaluation du potentiel à l'abandon

**VL**: Voltampérommétrie linéaire

**I<sub>corr</sub>** : intensité de corrosion

**E<sub>corr</sub>**: courant de corrosion

**CPE** : élément à phase constante

**RF** : résistancifaradique

**W**:la diffusion de Warburg

**α<sub>1</sub>, α<sub>2</sub>**: Coefficient représentant l'allure aplatie du diagramme dans le plan de Nyquist

**E.C.S** : Electrode de référence au calomel saturé

**F** :est la constante de Faraday

**EIS** : spectrométrie électrochimique d'impédance

# **Introduction**

## ***Introduction***



## INTRODUCTION

Les métaux et alliages se distinguent des autres matériaux par un certain nombre de propriétés favorables, mais ils présentent des inconvénients, à savoir une instabilité au contact de certains milieux, ce qui entraîne une diminution de leur résistance à la corrosion et des coûts associés, surtout dans les pays développés et surtout en Amérique du Nord (Saïd et al. 2013). Les pertes économiques liées à ces problèmes peuvent être importantes. Afin de réduire ces problèmes on peut utiliser des inhibiteurs de corrosion.

Un inhibiteur de corrosion est « une substance chimique qui, ajoutée à faible concentration au milieu corrosif, ralentit ou stoppe le processus de corrosion d'un métal placé au contact de ce milieu » (Norman, 1965).

Jusqu'à présent, plus de 4000 articles ont traité de l'utilisation d'extraits naturels (les inhibiteurs verts) de diverses parties de plantes (feuilles, grains et brindilles) en tant qu'inhibiteurs de corrosion pour les métaux et leurs alliés dans divers environnements corrosifs (Oulabbas, 2019).

Sachant que la plante *Echium creticum* plusieurs usages compte tenu de son efficacité, nous la suggérons donc pour notre mémoire, aussi pouvons-nous suggérer l'extrait de l'*Echium creticum* comme inhibiteur contre la corrosion.

L'objectif de ce travail est l'étude d'un moyen de lutte contre la corrosion de l'acier (XC60) par l'utilisation d'inhibiteur de corrosion, par l'extrait méthanoïque de plante d'*Echium*, en milieu de chlorure sodium NaCl.

Dans son ensemble notre travail est subdivisé en trois chapitres :

- ✓ **Chapitre 1:** Recherche bibliographique.
- ✓ La première partie, est consacrée à une présentation générale relative à l'étude théorique sur la plante (*Echium creticum*) et les métabolites secondaires.

Dans la deuxième partie, on a présenté les généralités sur la corrosion des métaux et la dernière partie, on a présenté les notions essentielles de protection par des inhibiteurs de corrosion.

- ✓ **Chapitre 2:** les conditions expérimentales de l'étude.
- ✓ **Chapitre 3 :** les résultats et discussion.

Finalement, une conclusion générale vient clôturer ce mémoire.

***Chapitre I:***  
***Recherche Bibliographique***

## I.1. Etude théorique sur *Echium creticum* L.

### I.1.1. La famille Boraginaceae

Les Boraginaceae sont des angiospermes comprenant 1600 espèces réparties en 110 genres. Le genre à des herbes annuelles, des arbustes et des arbres. Les feuilles sont généralement intactes, simples, alternes et pré-spécifiées, à tiges hérissées, qui donnent sensation rugueuse. Les cellules des feuilles contiennent des cristaux d'oxalate de calcium. Ces fleurs, généralement hermaphrodites, ont un calice lobé imbriqué et une corolle (**Ben Hadouche et Siad, 2017**).

### I.1.2. Le genre *Echium*

Le genre *Echium* de la famille des Boraginacées comprend 67 espèces reconnues (**Jin, et al., 2020**). Généralement l'*Echium* est considéré comme un genre taxonomiquement difficile en raison de l'extrême variation et de la large distribution de certains des taxons (**Bramwell, 1972**).

### I.1.3. L'espèce

Cette figure représente l'espèce de l'*Echium creticum*. (figure01).



**Figure 1:** *Echium creticum* aspect végétative et florale

### I.1.4. Synonymes

*Echium austral*, *Echium australe* subsp. *Macranthum*, *Echium grandiflorum*, *Echium mégalanthos*, *Echium mégalanthos*, *Echium rubrum*, *Echium setosum*, *Echium spinescens*, *Echium verecundum* ([https://en.hortipedia.com/Echium\\_creticum](https://en.hortipedia.com/Echium_creticum)).

### **I.1.5. Description botanique**

*Echium creticum* est une plante annuelle ou bisannuelle hispide, dressée, 25-90 cm, avec 1 à plusieurs tiges florales ; in- dument de situles éparses à denses et patentes et une sous-couche de poils courts, opprésés, uniformément défléchis. Feuilles basales et feuilles caulinaires inférieures, feuilles caulinaires généralement étroitement elliptiques ou oblongues. Inflorescence ramifiée. Calice 7-9 mm. À l'anthèse, 12-18 mm. à l'inflorescence. Corolle 15-40 mm, infundibuliforme, uniformément poilue, pourpre rougeâtre persistant, ou rose carmin devenant bleuâtre, ou pourpre bleuâtre, avec 1-2 étamines exsertes ; une partie ou la totalité des filaments généralement peu poilus, pollen gris-bleu (Gibbs, 1971).

### **I.1.6. Systématique**

**Règne:** plantes (plantae)

**Division :** plantes à fleurs (magnoliophyta)

**Embranchement :** spermatophyta

**Sous-embranchement :** angiospermes

**Classe:** dicotylédones (magnoliopsida)

**Ordre:** boraginales

**Famille :** boraginacées (Boraginaceae)

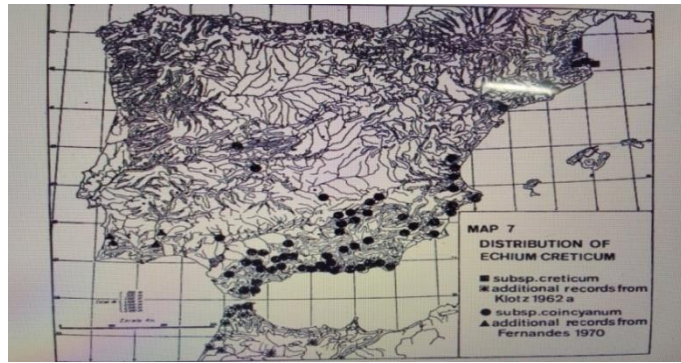
**Genre:** *Echium*

**Espec:** *Echium creticum* L.

### **I.1.7. Distribution géographique**

Région méditerranéenne à l'ouest et Portugal au sud, bords de chemin et pentes herbeuses.

La carte suivante représente la distribution de la plante *Echium creticum* L. (figure 02)



**Figure 2:** Carte de la distribution d'*Echium creticum* L. (Gibbs, 1971)

## Métabolites secondaires

### I.2. Les métabolites secondaires

Les métabolites secondaires sont des molécules organiques complexes synthétiques, accumulés en petites quantités par les plantes autotrophes, principalement divisés en trois grandes familles : polyphénols, terpènes et alcaloïdes (Lutge et al. 2002).

#### I.2.1. Composés phénoliques

Sont les produits du métabolisme secondaire des plantes, qui se caractérisent par au moins un cycle benzénique auquel est directement lié un des groupes hydroxyle libres, ou participent à d'autres fonctions, telles que : éther, ester Glycosides latéraux... etc (Boudjouref, 2011).

Ces composés de la classe de substances la plus importante et la plus répandue dans le règne végétal. Il existe actuellement plus de 8 000 structures.

La biogénétique provient de deux principales voies de synthèse:

La voie du shikimate et la voie de l'acétate.

Les polyphénols naturels peuvent aller de simples molécules telles que les acides phénoliques, aux composés polymères comme les tanins.

Ils se présentent principalement sous forme conjugués à un ou plusieurs résidus de sucre attachés à un groupe hydroxyle, bien que l'unité sucrière soit directement rattachée à l'aromatique, des atomes de carbone sont également présents. Les sucres apparentés peuvent être monosaccharides, disaccharides ou encore Oligosaccharides. Le glucose est la source de sucre la plus courante, bien que le galactose, le rhamnose, xylose et l'arabinose on trouve également, ainsi que l'acide glucuronique et l'acide galacturonique (Bravo, 1998).

#### I.2.2. Classe des polyphénols

Les polyphénols forment un très vaste ensemble de substances chimiques, ils peuvent être classifiés selon le nombre et l'arrangement de leur atome de carbone. Le tableau 1 représente cette classification :

Tableau 1: Les polyphénols : (Crozier et al. 2008).

Nombre de carbone	Squelette	Classification	Exemple
7	C <sub>6</sub> -C <sub>1</sub>	Acide phénolique	Acide gallique
8	C <sub>6</sub> -C <sub>2</sub>	Acétophénonnes	Gallacetophénone
8	C <sub>6</sub> -C <sub>2</sub>	Acide phénylacétique	Acide p-hydroxyphenyl-acétique
9	C <sub>6</sub> -C <sub>3</sub>	Acides hydroxycinamiques	Acide p-comarique
9	C <sub>6</sub> -C <sub>3</sub>	Camarines	Esculitine
10	C <sub>6</sub> -C <sub>4</sub>	Naphthoquinones	Juglone
13	C <sub>6</sub> -C <sub>1</sub> -C <sub>6</sub>	Xanthonnes	Mangiférine
14	C <sub>6</sub> -C <sub>2</sub> -C <sub>6</sub>	Stilbènes	Resveratrol
15	C <sub>6</sub> -C <sub>3</sub> -C <sub>6</sub>	Flavonoïdes	Naringénine

### I.2.3. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés poly phénoliques contenant quinze atomes de carbone avec deux aromatiques anneaux reliés par trois ponts de carbone (Crozier et al., 2008).

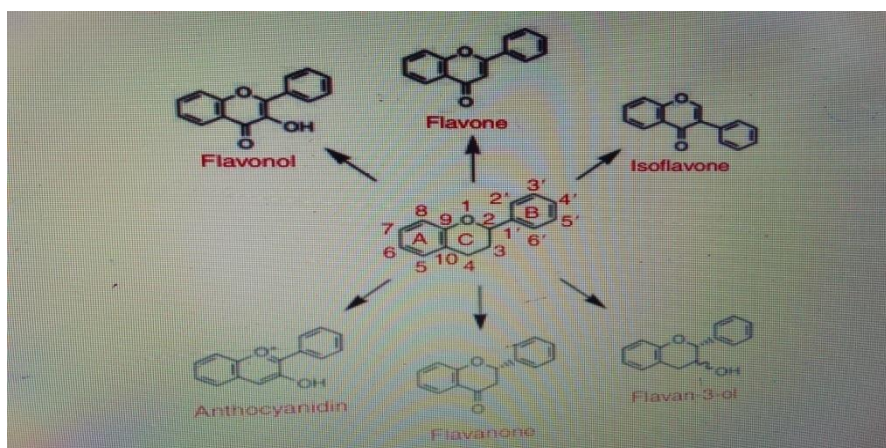
Environ 4000 composés ce groupe de polyphénols est connu (Edenharder et Grünhage, 2003).

La figure suivante montre les structures générales des principaux flavonoïdes (figure 03)

#### I.2.3.1. Propriétés chimiques et physiques des flavonoïdes

Les propriétés chimiques des flavonoïdes dépendent de leur classe structurale, de leur degré d'hydroxylation, d'autres substitutions et conjugaison, et degré de polymérisation. Ils sont différents dans la structure autour du cycle hétérocyclique, mais tous ont le squelette carboné caractéristique C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>.

En général, tous les flavonoïdes sont 2-benzochromone le composé parent de la constitué de trois cycles phénoliques, appelés cycles A, B et C, tous ces éléments présentent divers degrés d'hydroxylation et méthylation. Activité biochimique des flavonoïdes leurs métabolites dépendent de leurs structures chimiques et l'orientation relative des pièces moléculaire. (Yao et al. 2004).



**Figure 3:**Structure générique des principaux flavonoïdes(**Crozier et al. 2008**).

#### **I.2.4. Les tanins**

Contrairement aux groupes de phénols végétaux décrits précédemment, les tanins sont des composés de poids moléculaire intermédiaire à élever. Tanins d'une masse moléculaire allant jusqu'à 30 000Da ont été trouvés dans les gousses de caroube (Légumineuse). Les tanins sont des molécules fortement hydroxylées et peuvent former des complexes insolubles avec des glucides et des protéines. Cette fonction des tanins végétaux est responsable de l'astringence des aliments riches en tanins, en raison de la précipitation de protéines salivaires. Le terme « tanin » vient de la capacité de tannage de ces composés à transformer les peaux d'animaux en cuir en formant des protéines tanniques stables complexes avec le collagène de la peau (**Bravo 1998**).

#### **I.2.5. Les alcaloïdes**

Les alcaloïdes sont un groupe diversifié de composés azotés de faible poids moléculaire. Principalement dérivé d'acides aminés, présents dans environ 20% des espèces végétales. On pense que les métabolites, les alcaloïdes, sont nocifs pour les herbivores et agent pathogène. En raison de leur activité biologique puissante, bon nombre des quelque 12000 espèces connues (**Crozier, et al. 2008**).

##### ***1.2.5.1. Propriétés chimiques et physiques des alcaloïdes***

Les alcaloïdes sont des substances azotées avec des poids moléculaires très variables entre 100 et 900 g/mol. Les alcaloïdes non oxydés sont majoritairement liquides à température ambiante (nicotine, spartéine, conline). Les substances contenant de l'oxygène dans la formulation sont généralement des solides cristallisables, rarement colorés. D'une manière générale, les alcaloïdes basiques sont insolubles ou légèrement solubles dans l'eau, solubles dans des solvants organiques non polaires ou légèrement polaires et solubles dans des alcools très puissants. L'alcalinité des alcaloïdes varie

considérablement, en fonction de la disponibilité de paires libres d'atomes d'azote. Cette basicité est fortement influencée par la présence de groupes attachés à l'atome d'azote:

Les groupes attracteurs d'électrons adjacents aux atomes d'azote réduisent la basicité, tandis que les groupes donneurs d'électrons augmentent la basicité. La colchicine et la pipérine sont pratiquement neutres en raison de la présence du groupe amide carbonyle (**Badiaga, 2011**).

#### **I.2.6. Les saponines**

Sont des glycosides contenus dans les plantes, du nom de la mousse qu'elles produisent lorsqu'elles sont mélangées à de l'eau (**Makhloufi, 2010**).

Les saponines se composent de six unités d'isoprène et sont également dérivées de squalène. Les saponines sont des glycosides triterpéniques de haut poids moléculaire, contiennent des glycosides attachés aux stérols ou à d'autres triterpénoïdes. Ils sont largement distribués chez les plantes, se compose de deux parties: la glycine (sucre) et l'aglycone ou la protéine (aglycone)triterpènes. Habituellement, ils ont des propriétés détergentes, forment mousse facilement dans l'eau. Ils ont aussi un goût amer et tuent les poissons (toxiquespoisson) (**Koné,2018**).

### I.3. Phénomène de corrosion

#### I.3.1. La corrosion des métaux

##### I.3.1.1. Définition

La corrosion des matériaux est une dégradation électrochimique d'un matériau et l'altération de ses propriétés physiques (notamment mécaniques) sous l'influence du milieu environnant. Réellement, les processus de corrosion dépendent des facteurs suivants (Vargel 2020) .

- La nature et la composition du matériau ;
- L'environnement et ses caractéristiques chimiques ;
- La température.

##### I.3.1.2. Réaction de la corrosion

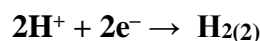
La corrosion d'un métal est le résultat de deux réactions simultanées en équilibre électrique (Dabosi et al. 1987).

\* L'oxydation du métal, entraînant une perte d'électrons, selon la réaction fondamentale



\* Cette réaction est équilibrée par une réduction simultanée des ions présents dans la solution, qui capturent les électrons libérés. Dans les milieux aqueux courants avec un pH proche de neutre comme l'eau douce, l'eau de mer et l'humidité, il peut être démontré par des considérations thermodynamiques que seules deux réactions de réduction peuvent se produire (Vargel 2020)(Dabosi, et al., 1987).

##### ► Réduction des protons $H^+$



##### ► Réduction de l'oxygène dissous dans l'eau

- en milieu alcalin ou neutre:  $O_2 + 2H_2O + 4e^{-} \rightarrow 4OH^{-(3)}$
- en milieu acide:  $O_2 + 4H^+ + 4e^{-} \rightarrow 2H_2O \quad (4)$

Les réactions d'oxydation et de réduction se déroulent sur des sites distincts de la surface métallique.

Dans les conditions de corrosion naturelle, c'est-à-dire sans source externe de courant électrique, le système formé par le métal et la solution aqueuse constitue un circuit électrique ouvert. En utilisant la

loi de Faraday (Dabosi, et al., 1987). :  $m = \frac{M}{nF} It \quad (5)$

On peut donc déterminer la perte de masse (ou la vitesse de corrosion). Ce calcul n'a de sens que si la corrosion est uniforme.

### **I.3.2. Les différents types de corrosion**

Plusieurs formes de corrosion peuvent être dénombrées, caractérisées par des modifications de propriétés physiques du métal, parmi lesquels on cite (Dabosi *et al.*, 1987 ; Normand *et al.*, 2004).

#### **I.3.2.1. La corrosion uniforme**

C'est une perte de matière plus ou moins régulière sur toute la surface. Cette attaque est observée, par exemple, sur les métaux exposés aux milieux acides.

#### **I.3.2.2. La corrosion localisée**

##### **a. La corrosion par piqures**

C'est une forme de corrosion localisée produite par certains anions, notamment les halogènes et plus particulièrement les chlorures, sur les métaux protégés par un film d'oxyde mince. Elle induit typiquement des cavités de quelques dizaines de micromètres de diamètre.

##### **b. La corrosion caverneuse**

Elle est due à une accessibilité de l'oxygène entre deux parties d'une structure, créant ainsi une pile électrochimique. Cette attaque sélective du métal est observée dans les fissures et autres endroits peu accessibles à l'oxygène.

##### **c. La corrosion galvanique**

Appelée aussi corrosion bimétallique, elle est due à la formation d'une pile électrochimique entre deux métaux qui diffèrent par leur potentiel de corrosion. Le métal ayant le potentiel de corrosion le plus négatif subit une corrosion accélérée par l'autre métal.

##### **d. La corrosion inter-granulaire**

C'est une autre forme de corrosion localisée s'attaquant aux joints de grains, rendant la structure mécanique fragile.

##### **e. La corrosion sous contrainte**

C'est une fissuration du métal qui résulte de l'action conjointe d'une contrainte mécanique et d'une réaction électrochimique.

## I.4. Protection contre la corrosion

### I.4.1. Définition d'inhibiteurs

Un inhibiteur de corrosion est « une substance chimique qui, ajoutée à faible concentration au milieu corrosif, ralentit ou stoppe le processus de corrosion d'un métal placé au contact de ce milieu » (Norman 1965).

Le mécanisme d'action d'un inhibiteur peut être considéré sous deux aspects :

- mécanistique (intervention dans les processus fondamentaux de la corrosion),
- morphologique (intervention dans la structure inter faciale).

Il existe divers moyens de prévention focalisée sur le matériau ou le milieu comme nous pouvons voir le dans la (figure4). Parmi ces moyens de protection contre la corrosion, les inhibiteurs sont largement utilisés dans les liquides.

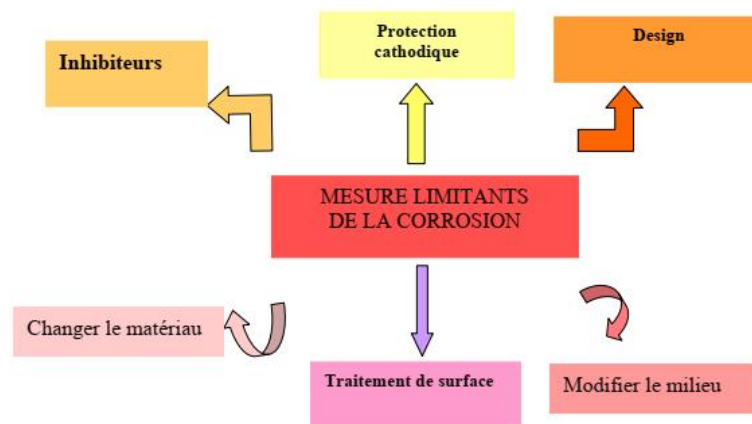


Figure 4 :Moyen de lutte contre la corrosion

## **I.4.2. Classification des inhibiteurs**

Il n'existe pas de critères uniques pour classer les inhibiteurs. Parmi les classements possibles, on peut différencier les inhibiteurs selon **(Fiaud, 1990)**:

### **I.4.2.1. Selon leur nature chimique**

#### **a. Les inhibiteurs organiques**

Les inhibiteurs organiques représentent un groupe très important d'inhibiteurs de corrosion. La plupart de ces inhibiteurs ont dans leur structure principalement des atomes d'azote, de soufre ou d'oxygène. La principale caractéristique de ces inhibiteurs est leur efficacité élevée, même à faible concentration. L'effet inhibiteur augmente souvent avec le poids moléculaire de l'inhibiteur. L'utilisation d'inhibiteurs organiques est actuellement préférée à celle d'inhibiteurs inorganiques pour des raisons d'écotoxicité essentiellement **(Fiaud, 1990)**.

Les inhibiteurs organiques agissent par **(Lorreeer et Lorenz, 1980)** :

- Adsorption à la surface (cas de composés aminés et soufrés) ;
- Neutralisation ou alcalinisation du milieu corrosif ;
- Formation d'un film protecteur à la surface du métal.

#### **b. Les inhibiteurs inorganiques (minéraux)**

Les inhibiteurs minéraux sont utilisés en milieu alcalins et presque jamais en milieux acides. Les molécules minérales se dissocient en solution et les anions et cations assurent en fait l'inhibition. Les chromates, les molybdates, les silicates, les phosphates sont les plus inhibiteurs minéraux. Maintenant, l'emploi de la plupart de ces produits est réglementé car ils créent des problèmes pour l'environnement **(Mansfeld et al., 1985 ; Fiaud, 1990)**.

Les inhibiteurs inorganiques peuvent agir :

- En passivant le métal, c'est-à-dire en formant ou stabilisant la couche d'oxyde à la surface du métal ;
- En formant des films protecteurs insolubles ;
- En alcalinisant le milieu.

### I.4.2.2.Selon leur mode d'action

Ils peuvent d'adsorber chimiquement ou électro-statiquement ou bien former une couche protectrice à la surface du métal. Le mode d'action d'un inhibiteur dépend de sa structure et de la concentration employée, de la nature et de l'état de surface du métal, du milieu corrosif, ainsi que de la température (Karman, et al. 1990).

### I.4.2.3.Selon la nature électrochimique du processus

#### a. Les inhibiteurs cathodiques

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

#### b. Les inhibiteurs anodiques

Les inhibiteurs anodiques sont très nombreux. Ce sont des substances inorganiques comme les orthophosphates, silicates, chromates,...etc. Leur mode d'action consiste à élever la valeur du potentiel de corrosion du matériau afin de l'amener à une valeur pour laquelle il y a formation d'un film passif protecteur sur l'anode(Fiaud, 1990).

#### c. Les inhibiteurs mixtes

Ces inhibiteurs diminuent la vitesse des deux réactions partielles, mais modifient peu le potentiel de corrosion(Fiaud, 1990).La figure 5représentée les modes d'action électrochimique des inhibiteurs.

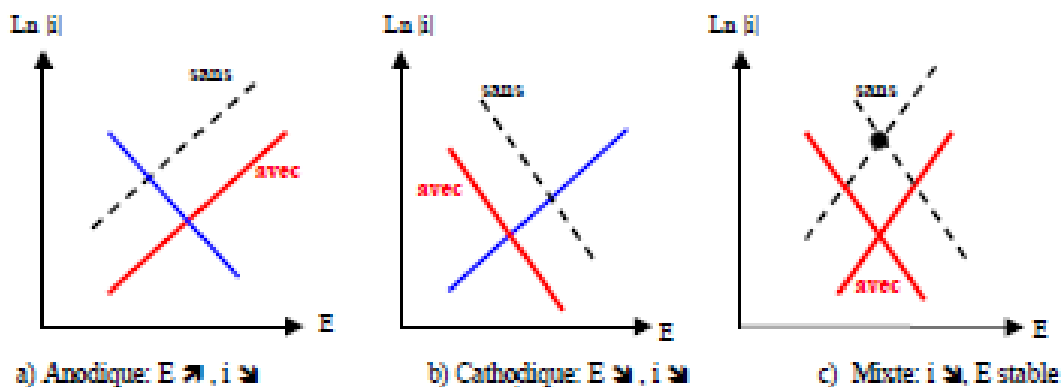


Figure 5: Modes d'action électrochimique des inhibiteurs(Fiaud, 1990)

### **I.4.3.Fonctions essentielles**

D'une manière générale un inhibiteur doit :

- abaisser la vitesse de corrosion d'un métal, sans en affecter les caractéristiques physico-chimiques, en particulier la résistance mécanique (par exemple, risque de fragilisation par l'hydrogène en milieu acide)
- être stable en présence des autres constituants du milieu, en particulier vis-à-vis des oxydants
- être stable aux températures d'utilisation
- être efficace à faible concentration
- être compatible avec les normes de non-toxicité
- être peu onéreux(**Fiaud, 1990**).

***CHAPITRE II :***  
***Matériel et Méthodes***

## II.1. Matériel végétal

L'étude phytochimique a été réalisée avec l'extrait de plante *Echium creticum*. Elle a commencé par la collecte de cette plante et sa préparation, suivie par la macération au méthanol pur (99%) et qui sera éliminée par la suite. Ainsi, la filtration de la solution et l'extrait va subir des analyses et des tests phytochimiques tels que : Le screening phytochimique ; le dosage des polyphénols et les flavonoïdes totaux.

## II.2. Préparation du matériel végétal

Notre étude a porté sur la plante *d'Echium creticum* de famille Boraginaceae. La plante a été récoltée le 7 Avril 2022 à Mtarfa, wilaya de M'sila. Cette plante identifiée par le doctorant Abdelmalik Benhaoua. La figure 6 représente la plante *d'Echium creticum*.



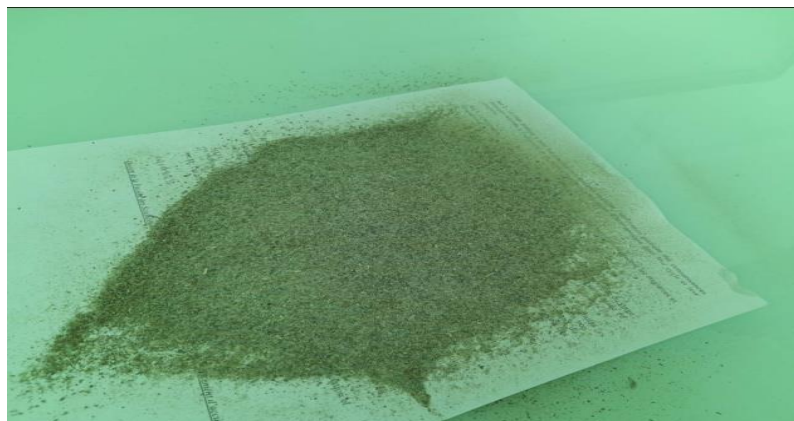
**Figure 6:** Plante de *Echium creticum* L.

### II. 2.1. Séchage et broyage

Après la récolte, les différentes parties aériennes de la plante ont été nettoyées pour enlever la terre, poussière et autres particules, puis laissées exposées à l'air pour qu'elle sèche complètement.

### II.2.2. Tamisage

La poudre obtenue après broyage a été tamisée à travers un tamis de plus grand diamètre pour réduire en fines particules et obtenir une poudre très fine. La poudre est ensuite stockée dans des bouteilles en verre hermétiquement fermées et protégées de la lumière (figure 7).



**Figure7** :Poudre de la partie aériennede*Echuimcreticum*

### II.3.Matériels et produits

**Tableau 2**:matériels, produits et équipement utilisée

Les produits	Les matériels	Equipement
Méthanol(MeOH)	Verrerie courante de laboratoire	Evaporateur rotatif
Chlorure de sodium(NaCl)	Burette graduée	Agitateur magnétique
Trichlorure d'Aluminium( $AlCl_3$ )	Papier abrasif	Balance de précision
Quercétine	Les échantillons des aciers	vortex
L'eau distillée	Les boîtes de pétris	spectrophotométrie
Réactif de Folinecalto	Papier filtre	Etuve
Acide gallique		
Carbonate de sodium ( $Na_2CO_3$ )		
$NaNO_2$		
d'acide chlorhydrique (HCl)		
magnesium (Mg)		
Dragedorff		

## II.4.Préparation de l'extrait brut

40g de parties aériennes pré-nettoyées et pulvérisées sont macérées dans (80% MeOH et 20% H<sub>2</sub>O) 160ml de méthanol + 40ml d'eau distillée sous agitation douce pendant 48h à température ambiante et à l'abri de la lumière, l'extrait alcoolique est d'abord récupéré après filtration sur entonnoir du mélange, puis le mélange est éliminé le filtrat est évaporé sous pression réduite dans un évaporateur rotatif (Rotavapor BUCHI R\_210) à T° = 42°C et vitesse de rotation = 3. Le contenu obtenu est ensuite aspiré dans des boîtes de pétri et placé dans une étuve à 39°C. La (figure08) montre les différentes étapes de préparation de l'extrait brut.



**Figure 8:**Macération et filtration la plante *d'Echium creticum*.

### II.4.1.Caractérisation d'extrait de *Echium creticum*

L'extrait d'*Echium creticum* obtenu est caractérisé par une couleur verte foncée et il a une structure pâteuse. L'extrait brut est pesé, étiqueté et conservé jusqu'à son utilisation. Cette propriété est illustrée dans la (figure 9).



**Figure 9:**Extrait brut de *Echium creticum*

**III.4.2.Le rendement :** Le rendement est calculé selon l'équation 11

$$\text{Taux d'extraction} = \frac{m - m_0}{m_T} \times 100\% \quad (6)$$

Avec :  $m_0$ : masse de la boîte pétrie vide.

$m_T$  :Masse de la boîte pétrie après évaporation du solvant.

Le rendement sera défini par la masse de l'extrait déterminée après évaporation du solvant exprimée en pourcentage de la masse initiale de la plante extraite.

## II.5. Les tests phytochimiques

Afin d'identifier les principaux groupes chimiques présents dans les extraits méthanoïques, plusieurs tests phytochimiques ont été effectués sur les échantillons en utilisant la méthode standard de l'industrie basée sur des réactions de coloration et de précipitation. Ainsi, plusieurs types de réactifs ont été utilisés (**Houmènou, et al. 2018**).

### II.5.1. Les composés phénoliques

- a. **Les flavonoïdes** : À 1 ml de chaque extrait on ajoute quelques gouttes d'acide chlorhydrique (HCl) concentré et quelques milligrammes de magnésium (Mg). La présence des flavonoïdes est confirmée par l'apparition de la couleur rouge ou orange (**Karumi, et al., 2004**).
- b. **Les alcaloïdes** : Une petite quantité (0,02 ml) de l'extrait a été agitée et ajoutée à 5 ml d'acide chlorhydrique aqueux à 1 % dans une casserole d'eau fumante. Ensuite, 1 ml du filtrat a été traité par la réaction de Mayer (3 gouttes), et une deuxième partie a été traitée de la même manière par la réaction de Dragendorff. La turbidité ou la précipitation avec ces réactifs a été considérée comme une preuve de la présence d'alcaloïdes. (**Karumi, et al., 2004**).
- c. **Les saponines** : Cinq millilitres d'éthanol, de méthanol ou d'extrait aqueux sont vigoureusement agités avec dix millilitres d'eau distillée pendant deux minutes. L'apparition d'une mousse qui dure au moins 15 minutes ou la création d'une émulsion après ajout d'huile d'olive est la preuve de la présence de saponines. Recherche de tanins avec un millilitre d'éthanol, de méthane ou d'eau (**Karumi, et al., 2004**).
- d. **Les polyphénols** : Quelques gouttes d'HCL, sont ajoutées à 5 ml d'infusé, en présence de polyphénols la coloration sera rouge (**Saker, 2013**).

## II.6. Dosage des phénols totaux

Le dosage des polyphénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu a été décrit dès 1965. Depuis, son utilisation s'est largement répandue pour caractériser les extraits végétaux d'origines les plus diverses (**Biozot et Charpentier, 2006**).

**II.6.1. Principe:** Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite, dont l'absorption

maximum est comprise entre 725 et 750 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (**Boizot et Charpentier 2006**).

**II.6.2.Mode opératoire (protocole) :** La teneur phénolique totale (TPC) des extraits bruts de parties aériennes ont été déterminés à l'aide de la méthode suivante :

Un volume de 200  $\mu\text{L}$  de l'extrait (dilué au 1/50ème dans le méthanol) est introduit dans un tube à essai, 1 ml de réactif Folin-Ciocalteu (dilué au 1/10ème dans le méthanol) y est additionné. Après incubation de 5 min à température ambiante, 800  $\mu\text{L}$  de solution aqueuse de carbonate de sodium (7,5 %) sont ajoutés. La solution finale est mélangée et conservée à l'obscurité pendant 30 min dans un bain marie. L'absorbance est mesurée 765 nm contre un blanc l'aide d'un spectrophotomètre. Une courbe d'étalonnage est réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l'acide gallique comme standard, différentes concentrations. Toutes les déterminations ont été effectuées six fois (**Ben Moussa et al.,2022**).

## **II.7.Dosage des flavonoïdes**

La teneur en flavonoïdes des extraits a été déterminée par la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ ).

**II.7.1.Principe:**La teneur en flavonoïdes a été déterminée en utilisant la méthode colorimétrique décrite par(**Talari, et al .,2012**), au ( $\text{AlCl}_3$ ) qui forme un complexe jaune avec les flavonoïdes (**Akrouf, et al. 2011**)ayant un maximum d'absorption à  $\lambda_{\text{max}}= 430\text{nm}$ .

**II.7.2.Mode opératoire :**Dans un flacon, 250  $\mu\text{L}$  de l'extrait (dilué au 1/50ème dans le méthanol) sont mélangés avec 1 ml d'eau distillée, auxquels sont ajoutés 75  $\mu\text{L}$  d'une solution aqueuse de  $\text{NaNO}_2$  (5%). Après 5 minutes, sont ajoutés 75 ml de solution aqueuse d' $\text{AlCl}_3$  (10 %) suivi de l'addition après 6 minutes de 500  $\mu\text{L}$  de  $\text{NaOH}(1\text{N})$  et 600  $\mu\text{L}$  d'eau distillée. L'absorbance est mesurée 415 nm contre un blanc l'aide d'un spectrophotomètre. Une courbe d'étalonnage est réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant la quercétine comme standard, à différentes concentrations. La concentration des flavonoïdes totaux est exprimée en milligramme d'équivalent de quercétine par gramme de matière végétale sèche (mg d'EQ/g MVS)(**BEN Moussa, et al.,2022**).

## II.2.L'activité anticorrosive

Dans notre étude, la technique de perte de masse a été utilisée pour contrôler l'effet d'inhibiteurs de corrosion sur la corrosion d'acier dans la solution 0,2 M NaCl.

### II.2.1.Matériau (électrode de travail)

Les éléments constitutifs des échantillons d'acier sur lesquels s'est basée l'étude sont présentés dans le (tableau03) ci-dessous

**Tableau 3:** les éléments constitutifs d'électrode de travail

Elément	Fe	Mn	Co	Sn	c
Acier %	98,81	0,37	0,26	0 ,17	0,15

Et traces d'autre éléments tel que : Ni, Cu, Zn ...

### II.2.2.Préparation des surfaces du matériau

Puisque le milieu environnement affecte fortement l'état de surface des .de point technique, un traitement de surface est généralement effectué avant les tests de corrosion de protection contre la corrosion.

#### II.2.2.1.Polissage

Dans notre cas l'opération de polissage a été effectuée avec du papier abrasif de différentes granulométries : P60 .P2000 .P1000 afin d'obtenir une surface propre et lisse. (Figure 10).



**Figure 10:**Matériau avant (A) et après(B) l'opération de polissage

#### II.2.2.2Milieu corrosif

Dans cette étude Nous avons choisi de travailler avec un milieu corrosif de chlorure de sodium. Unesolution de chlorure de sodium pur a été préparée avec une concentration de 0 ,2 M la solution de corrosionété obtenue en dissolvant 11,7 grammes de chlorure de sodium (NaCl) dans 1 litre d'eau distillé (figure11).



**Figure 11:** Solution corrosive de NaCl de 0,2 M

## **II.3.Méthode suivie de la corrosion**

### **II.3.1.Méthode gravimétrique**

Cette méthode est basée sur la mesure de perte de masse d'un échantillon après une période bien déterminée d'exposition de l'échantillon au milieu corrosif. Cette technique ne renseigne pas sur le mécanisme de corrosion, mais elle nous permet de contrôler l'importance du phénomène de corrosion.

L'avantage de mesurer la perte de masse est l'évaluation du taux de corrosion, qui est défini comme la perte de masse par unité de surface et de temps. L'échantillon rectangulaire est pesé avant et après immersion dans de milieu corrosif pour déterminer la différence de masse.

La balance utilisée à une précision (0,001g) de la marque **AXIS**.

- La surface de chaque échantillon doit être déterminée avec précision.

## **II.4. Control de la cinétique de corrosion**

### **II.4.1.Expérience de corrosion sans inhibiteur**

Pour obtenir des résultats très fiables, les tests sont réalisés avec l'utilisation de trois échantillons.

Nous mettons chaque échantillon verticalement dans un flacon de 100 ml et le remplissons avec la solution de corrosion préalablement préparée (NaCl 0,2 M). Et sans ajouter l'inhibiteur à la solution. Les bouteilles sont bien fermées et placées jusqu'à utilisation.

Cette expérience est très importante pour connaître la perte de masse (figure12).



Figure 12: Corrosion sans inhibiteur d'électrode de travail

#### II.4.2. Expérience de corrosion avec inhibiteur

##### ➤ La plante d'*Echuimcreticum* comme inhibiteur

Dans notre expérience, nous avons utilisé un inhibiteur d'*Echuimcreticum* avec une concentration de (30,2 mg) dans le milieu de corrosion préalablement préparé (NaCl 0, 2 M). Dans un bécher de 1 litre, une solution de corrosion d'une concentration de 0,2 M a été placée.

Les expériences ont été répétées trois fois pour obtenir des résultats fiables et précis. (Figure13).



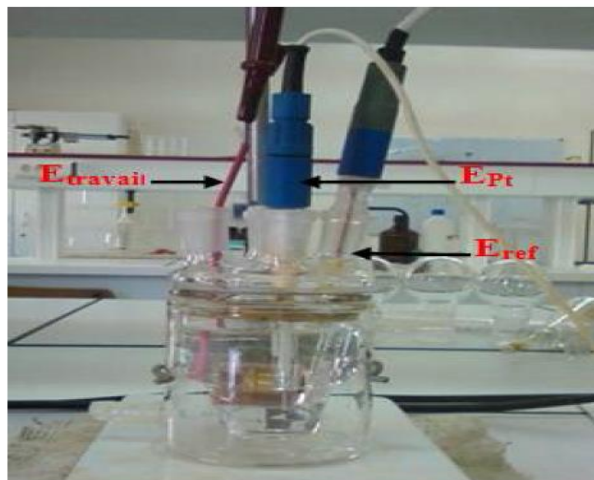
Figure 13: Corrosion de matériau dans l'inhibiteur *Echuimcreticum*

## II.5.Méthodes de caractérisation électrochimique

### II.5.1.Montage expérimental

Le dispositif expérimental permettant le tracé des courbes de polarisation (droites deTafel) et des diagrammes d'impédance comporte une cellule à trois électrodes (Figure 14).

- ▶ Electrode de travail: composée d'échantillons d'acier cité précédemment.
- ▶ Electrode auxiliaire en platine (Pt)
- ▶ Electrode de référence au calomel saturé (E.C.S.).



**Figure 14** : Montage expérimental à trois électrodes.

Les trois électrodes sont reliées à la chaîne de mesure (*Potentiostat/galvanostatMetRohm Auto-Lab S.V., Made in the Netherland*) du laboratoire des matériaux inorganiques(LMI) de l'université de Mohamed Boudiaf de M'sila).Le Potentiostat permet d'imposer un potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. Ensuite, nous mesurons le courant stationnaire qui s'établit, après un certain temps, dans le circuit électrique entre l'électrode de travail et une contre électrode ou électrode auxiliaire.

### II.5.2.Techniques expérimentales d'étude de la corrosion

L'étude du comportement électrochimique d'acier et son inhibition contre la corrosion nécessite l'utilisation de plusieurs méthodes expérimentales pour déterminer le taux de corrosion et pour expliquer les différents phénomènes qui se déroulent à l'interface électrode/solution. Pour réaliser cette étude, nous avons utilisé les techniques électrochimiques suivantes :

### a. Mesure du potentiel à l'abandon (de circuit ouvert, $E_{ab}$ )

Cette technique apporte des informations préliminaires sur la nature des processus inter-faciaux (immunité, corrosion, passivation). Cependant, la grandeur issue de cette mesure ne renseigne pas sur la cinétique et ne permet donc pas d'accéder à la vitesse de corrosion. Cette mesure est généralement réalisée avant le traçage des courbes de polarisation ( $I = f(E)$ ) ou des spectres d'impédance (**Besson1984**).

Le potentiel  $E_{ab}$  du métal dans un milieu corrosif se mesure généralement par rapport à une électrode de référence (de potentiel fixe). La mesure de  $E_{ab}$  est nécessaire mais elle n'est pas suffisante pour analyser le processus de la corrosion (**Besson1984**).

En générale, la variation de  $E_{ab} = f(\text{temps})$  nous donne des informations préliminaires sur l'évolution de la surface l'électrode. Par exemple :

- Si  $E_{ab}$  évolue, dès l'immersion, vers des valeurs plus nobles avant des stabiliser. Ce comportement met en évidence un phénomène de passivation.
- Si  $E_{ab}$  évolue vers des valeurs plus électro-négatives caractérisant un phénomène de dissolution spontanée avant de se stabiliser au bout d'un certain temps d'immersion dans la solution corrosive.

### b. Courbes de polarisation

La détermination des courbes intensité-potentiel des matériaux en milieu corrosif est un outil essentiel pour l'étude et le control des phénomènes de corrosion. Elles donnent la variation de l'intensité du courant qui circule entre l'électrode à étudier et la contre électrode (électrode de platine dans notre cas) en fonction du potentiel imposé à l'électrode de travail.

L'examen de ces courbes permet d'obtenir un grand nombre de renseignements sur le comportement des métaux et alliages immergés dans la solution électrolytique, en particulier en ce qui concerne son aptitude à la passivation ou à la corrosion par piqûres. Elle permet aussi de déterminer le mécanisme de corrosion (cinétique de transfert de charge, transfert de matière, adsorption des espèces sur l'électrode....) (**Faulkner, et al., 1983 ; Besson, 1984**).

En général, les courbes de polarisation sont tracées pour décrire les phénomènes qui se produisant à l'interface électrode/électrolyte. Ces courbes sont fondamentalement par de Butler- Volmer (**Faulkner, et al., 1983**) :

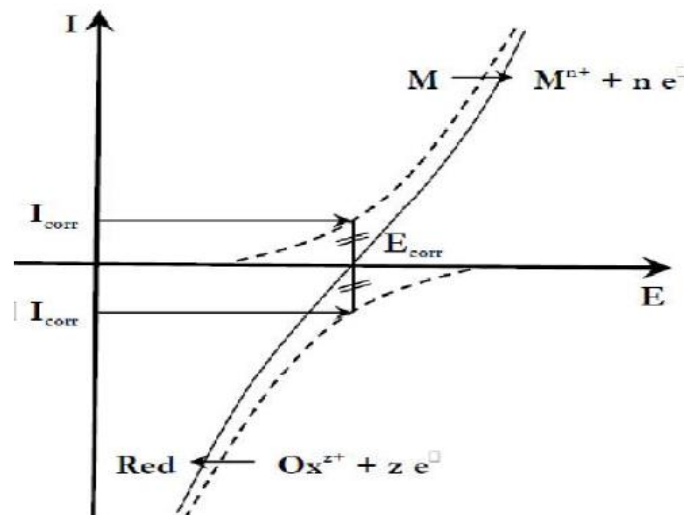
$$i = i_a + i_c = i_{corr} \left[ \exp\left(\frac{2,303}{b_a} n\right) - \exp\left(\frac{-2,303}{b_c} n\right) \right] \quad (7)$$

Avec  $i_a$  et  $i_c$  sont les densités des courants partiels anodique et cathodique,  $i_{corr}$  le courant de corrosion, avec ( $i = I/S$ ).  $\eta$  est surtension d'électrode donnée par la formule ( $\eta = E - E_{corr}$ ).

$b_a$  et  $b_c$  les pentes de Tafel des réactions anodique et cathodique en représentation  $\log i = f(E)$  ; avec :

$$b_a = \frac{2,303 \times RT}{\alpha n F} \quad \text{Et} \quad b_c = \frac{2,303 \times RT}{(1 - \alpha) n F}$$

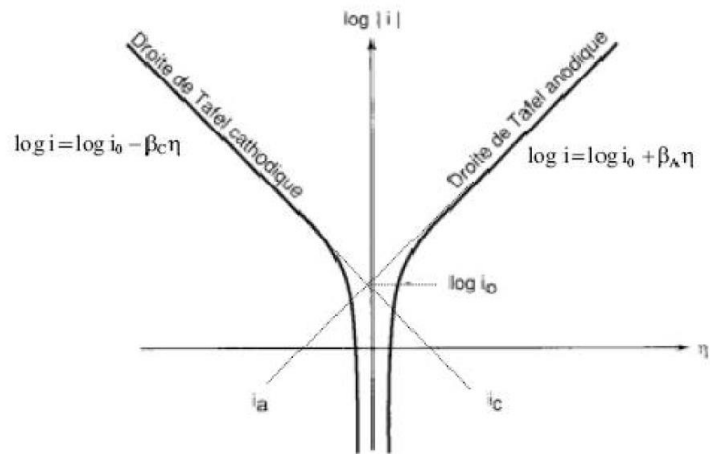
Où  $F$  est la constante de Faraday,  $R$  la constante universelle des gaz parfaits,  $T$  la température absolue,  $n$  le nombre d'électrons transférés et  $\alpha$  le coefficient de transfert de charge (**Besson 1984**).



**Figure 15:** Courbe Intensité-potentiel relative au métal M dans une solution électrolytique (contrôlée par un processus de transfert de charges); en pointillés : courbes de polarisation partielles anodique et cathodique (**Faulkner et al 1983**).

Pour obtenir des informations utiles sur la corrosion des métaux, on utilise la forme semi-logarithmique de la relation de Butler-Volmer (connue sous le nom de loi de Tafel).

La figure 16 ; présente l'allure des courbes de polarisation selon la représentation de Tafel cathodique ou anodique (ou bien les deux) fournit le courant de corrosion (**Gabrielli 1987**). Dans cette représentation on observe les droites dites de Tafel (anodique et cathodique). L'intersection de ses deux droites nous permet de déterminer les deux paramètres essentiels pour l'étude et le contrôle des phénomènes de corrosion : potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) et courant de corrosion ( $I_{corr}$ ).

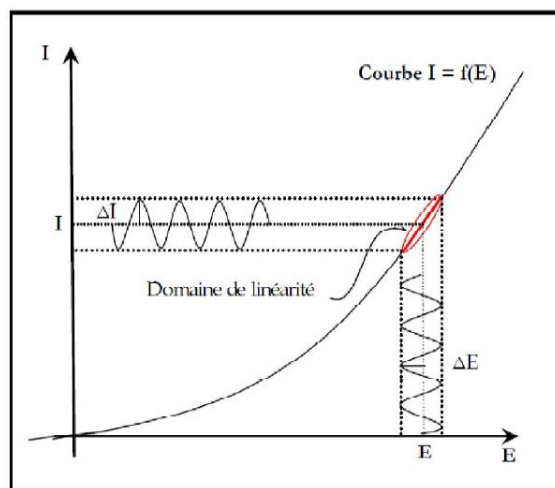


**Figure 16:** Courbe de polarisation et droites de Tafel d'un système redox à l'équilibre en l'absence d'une limitation par le transport de matière (**Gabrielli 1987**).

**c. La spectroscopie d'impédance électrochimique :**

La spectrométrie électrochimique d'impédance (EIS) est une technique qui permet de caractériser plus finement les différentes réactions électrochimiques à l'interface électrode/électrolyte (**Gabrielli 1987**).

Cette méthode consiste à mesurer la réponse de l'électrode suite à une perturbation de faible amplitude du potentiel  $\Delta E(t)$  en fonction de la fréquence  $f$ . Dans ces conditions, on perturbe le système électrochimique (Figure 17) avec un signal sinusoïdale de faible fréquence à un potentiel bien défini (généralement au potentiel d'équilibre ou libre).



**Figure 17:** Principe de la linéarisation d'un système électrochimique non linéaire soumis à une perturbation sinusoïdale autour d'un point de fonctionnement.

Classiquement, la perturbation appliquée sur la composante continue de la tension est sinusoïdale. L'expression totale de la tension est donnée par (Gabrielli 1987).

$$E = E_0 + \Delta E \sin(\omega t) \quad (8)$$

$\omega$  étant la pulsation ( $\omega = 2\pi f$ ),

La réponse en courant sinusoïdal obtenu après un temps de relaxation est donné par l'expression est de la forme suivante :

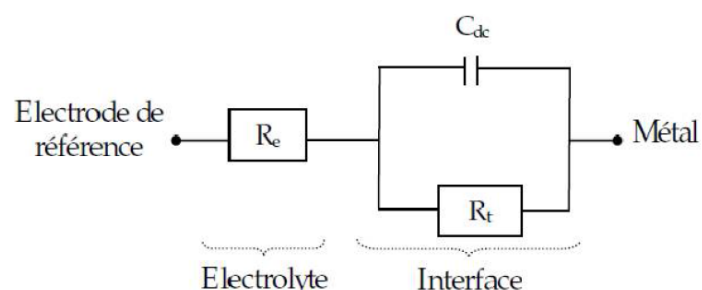
$$I = I_0 + \Delta I \sin(\omega t + \varphi) \quad (9)$$

L'impédance  $Z(\omega)$  est un nombre complexe caractérisé par son module  $Z$  et sa phase  $\varphi$ . Il peut être écrit sous la forme :

$$Z(\omega) = Z_{Re}(\omega) + jZ_{Im}(\omega) \text{ avec } j = \sqrt{-1} \quad (10)$$

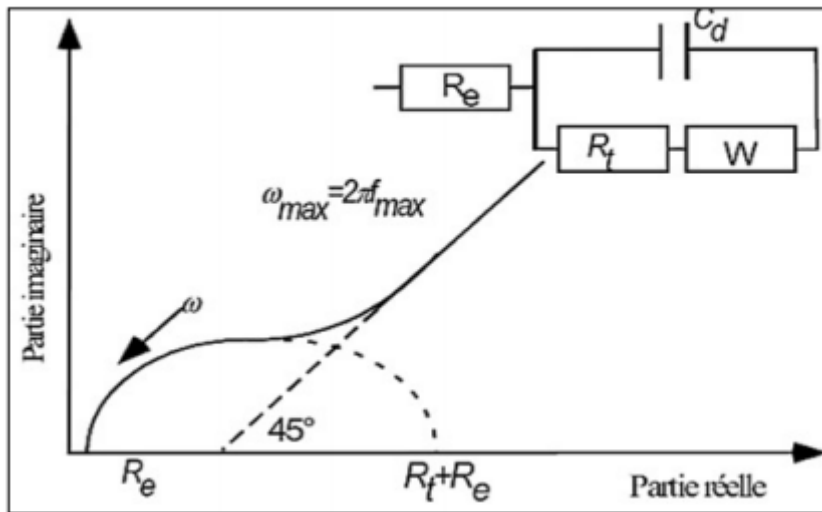
Plusieurs types de diagrammes sont utilisés pour représenter l'impédance électrochimique  $Z(\omega)$ . Le diagramme de Nyquist est obtenu en traçant dans le plan complexe l'impédance graduée en pulsation  $\omega$  ou en fréquence. Les électrochimistes, à la différence des électriciens, portent l'opposé de la partie imaginaire de l'impédance  $-Z_{Im}(\omega)$  en fonction de sa partie réelle  $Z_{Re}(\omega)$  (Gabrielli 1987).

Certains phénomènes caractéristiques se déroulant à l'interface électrode de travail/électrolyte seront interprétés par la représentation de Nyquist qui permet de déterminer des paramètres tels que la résistance de l'électrolyte (**Re**), la résistance de transfert de charge (**Rt**) et la capacité de double couche (**C<sub>dc</sub>**). Cette double couche étant décrite par trois principaux modèles : Helmutz, Gouy-Chapman et Stern (Besson 1984) (Gabrielli 1987). Le comportement en régime dynamique d'une réaction redox en l'absence de gradient de concentration des espèces électro-actives est donc analogue à celui du circuit électrique de la figure 18, appelé circuit de Randles généralisé.



**Figure 18:** Circuit de Randles d'une interface électrochimique simple (cas d'une réaction redox avec transfert de charge sans diffusion).





**Figure 20:** Diagramme d'impédance électrochimique dans le cas d'une cinétique de diffusion à couche infinie.

***CHAPITRE III :***  
***Résultats et Discussion***

### III.1. Screening phytochimique

Les différentes familles de composés présents dans les plantes peuvent être identifiées par les réactions de caractérisation qualitative des essais photochimiques. Ces réactions sont basées sur des phénomènes de précipitation ou de coloration provoqués par des substances réactives particulières.

Le tableau n° 4 rapporte les résultats de ce criblage photochimique ; il indique la présence ou l'absence d'un sous-ensemble de métabolites secondaires.

**Tableau 4:** Résultats de screening photochimiques.

	Métabolites secondaire	Résulta
<i>Echiumcreticum</i>	Les flavonoïdes	+++
	Les phénols	+++
	Les saponines	++
	Les alcaloïdes	–

Les résultats sont interprétés comme suit : (-) Négatif ; (+) Positif

Le screening chimique de *Echiumcreticum* de notre travail a mis en évidence la présence de : flavonoïdes et polyphénols.

### III.2. Rendement de l'extrait

La méthode d'extraction, le type de solvant, la taille des particules d'échantillon, la durée et les conditions de stockage, ainsi que la présence de composés interférents ont un impact sur l'extraction des polyphénols des plantes.

Pendant notre travail, nous avons utilisé le méthanol comme solvant car il peut dissoudre la majorité des composés phénoliques, ce qui nous permet d'extraire les structures phénoliques caractéristiques.

Le rendement est calculé par rapport au poids de la matière sèche de *l'Echiumcreticum*, le rendement d'extrait par macérations a été calculé par la relation :

### ✓ Le rendement

$$\text{Taux d'extraction} = \frac{m - m_0}{m} \times 100\%$$

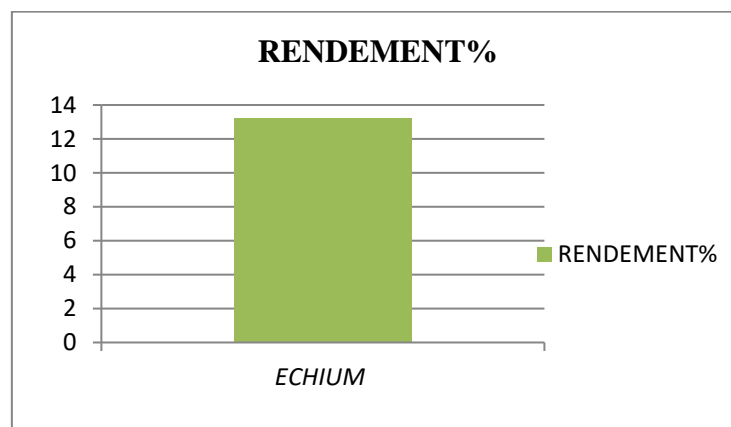
Avec :  $m_0$  : masse de la boîte pètrie vide.

$m_T$  : Masse de la boîte pètrie après évaporation du solvant.

**Tableau 5** : Poids sec et rendements des extraits obtenus par macération d'*Echiumcreticum*.

EXTRAIT	ECHIUM CRETICUM
RENDEMENT%	13,2

Le rendement est calculé par rapport au poids de la matière sèche du *Echiumcreticum* et représenté dans la figure 21.



**Figure 21**: Rendement de l'extrait brut de la plante *Echiumcreticum*.

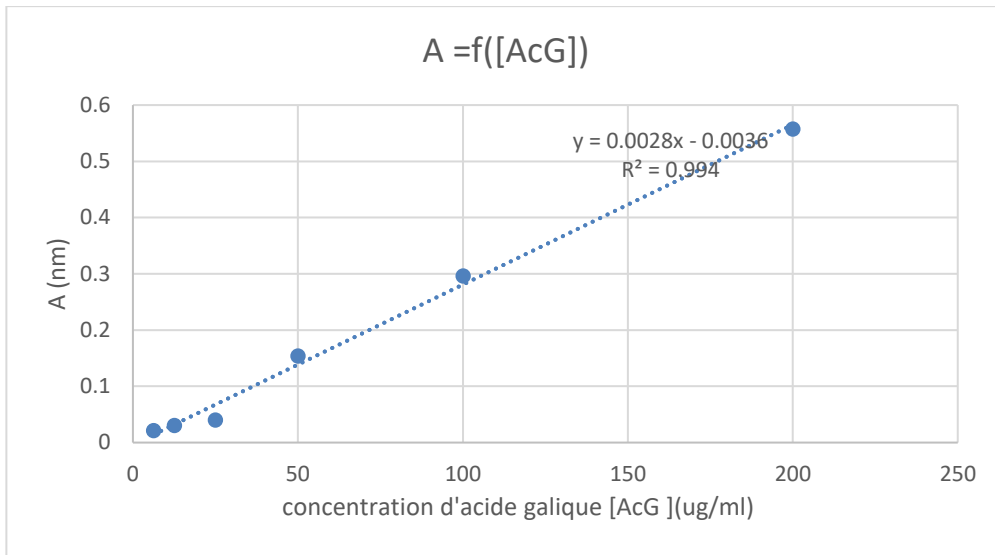
On note que la plante *Echiumcreticum* a donné un rendement (13,2%) avec l'utilisation du solvant représenté dans du méthanol pur (99%).

### III.3. Analyse quantitative de composés phénoliques

#### III.3.1. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux a été estimée par la méthode colorimétrique de FolinCiocalteu. L'acide gallique est le standard le plus souvent employé dans cette méthode. Les résultats obtenus sont représentés dans la courbe d'étalonnage (figure23), ayant pour équation:

$$Y = 0,002x + 0,003, \text{ avec un coefficient de corrélation } R^2 = 0,994$$



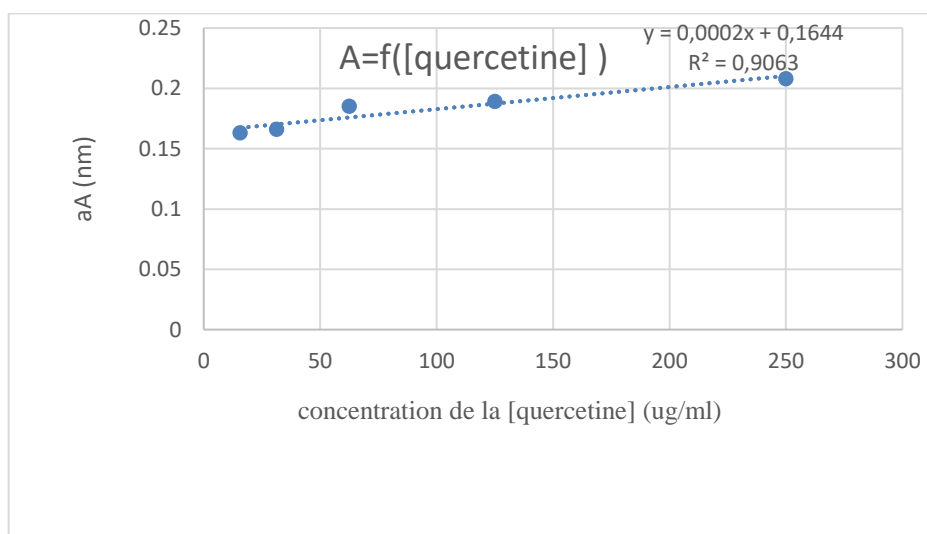
**Figure 22:** Courbe d'étalonnages d'acide gallique, absorbance à  $\lambda_{\max}=750$  nm.

### III.3.2. Dosage des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des pigments naturels largement répandus chez les plantes. Ils protègent l'organisme contre les dommages oxydatifs tels que les rayons ultraviolets, la pollution de l'environnement, et les produits chimiques, etc.

Le dosage des flavonoïdes a été réalisé par la méthode de trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ), la Quercitine considérée comme contrôle positif. Les résultats obtenus sont représentés dans la courbe d'étalonnage (figure23), ayant pour équation:

**$Y=0,0002X+0,1644$ , avec un coefficient de corrélation  $R^2=0,9063$**



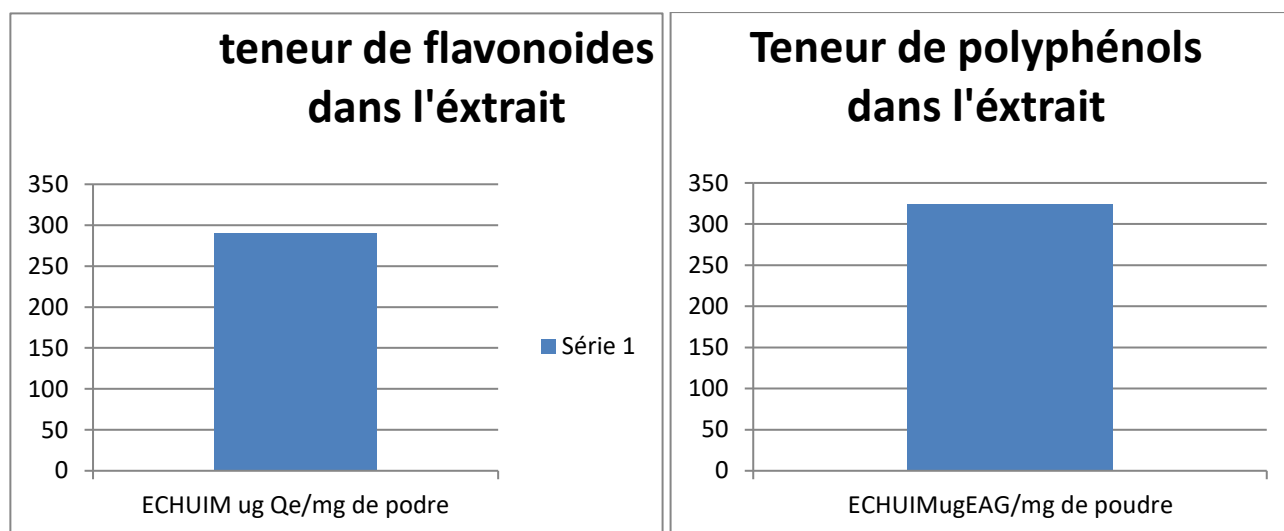
**Figure 23:** Courbe d'étalonnages de la quercétine, absorbance à  $\lambda_{\max}=415$  nm

- **Comparaison entre la teneur quantitative de polyphénols et flavonoïdes de la plante d'*Echium* :**

Le dosage de chacun des polyphénols et flavonoïdes présentes dans l'extrait de la plante *Echium creticum* a permis d'obtenir les résultats présentés dans le (tableau6)et la (figure24):

**Tableau 6:**les quantités des polyphénols et les flavonoïdes.

flavonoïdesugEQE/mg	289,66±33,7
polyphénolsugEAG/mg	324,0119±17,79



**Figure 24:**Histogrammeprésente la teneur quantitative de polyphénols et flavonoïdes de l'*Echium creticum*.

On constate que la teneur quantitative en polyphénols dans l'extrait de plante *Echium* est supérieure en comparaison avec la teneur quantitative en flavonoïdes, la quantité de polyphénols a été estimée à 324,01ugEAG/g, tandis que la quantité de flavonoïdes a été estimée à 289,66ugEQE /g, et à partir de là, on peut dire que la plante d'*Echium* est riche en polyphénols.

En comparaison avec une autre étude menée sur la plante *Echiumasperrimum* dans lamême région (M'sila), ou la quantité de polyphénols a été estimée à  $41,971 \times 10^3$ ugEAG/get la quantité de flavonoïdes estimée à  $12,532 \times 10^3$ ugEQE /g, alors on peut dire que la plante *Echium creticum*est pauvre en polyphénols et flavonoïdes.

### III.4.Résultats de corrosion

#### III.4.1.Effet de substance *Echiumcreticum* sur la corrosion d'acier en milieu salin

Dans cette partie on va présenter les résultats de l'effet inhibiteur de la substance préparée au niveau de notre laboratoire (biotechnologie végétale) sur le comportement corrosif d'acier en milieu salin (0.2M NaCl). Pour réaliser cette étude quatre techniques ont été utilisées.

##### III.4.1.1.Evolution du potentiel à l'abandon ( $E_{ab}$ )

Nous avons choisi au départ de suivre l'évolution du potentiel à l'abandon d'électrode d'acier en fonction du temps d'immersion dans la solution corrosive en présence et en absence de substance organique (Figure 25). Cette méthode est très simple mais elle nous a permis de contrôler les différents phénomènes inter faciaux.

Nous avons constaté que  $E_{ab}$  se déplace en général, pour les deux cas, vers des valeurs plus négatives. Il s'agit d'une dissolution continue d'acier par suite de dégradation d'un film d'oxyde naturel présent à la surface du métal. Cependant, après ajout de la substance organique la courbe obtenue décale de plus en plus vers des valeurs plus négatives. Ce déplacement démontre : (i) d'une part l'action de cette substance, par adsorption sur la surface et formation d'une barrière physique vis-à-vis l'arrivé des espèces corrosive à l'interface et, (ii) cette substance inhibe surtout les réactions anodiques.

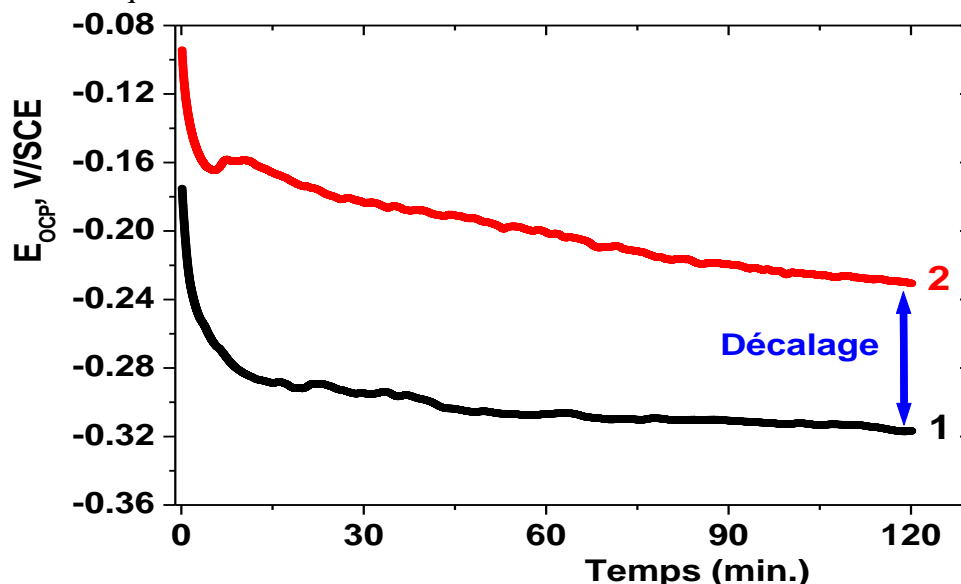
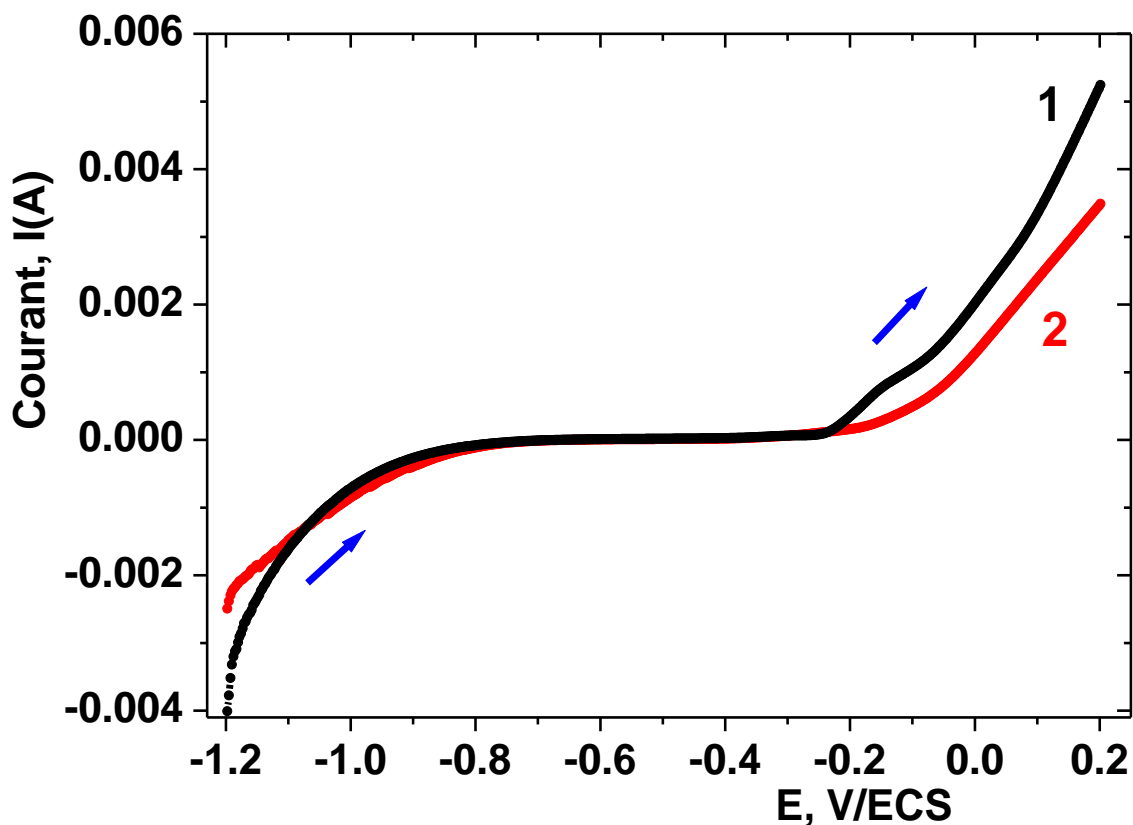


Figure 25: Variation du potentiel à l'abandon ( $E_{OCP}$ ) d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur (100.66 mg/L).

### III.4.1.2. Voltampérométrie linéaire (VL)

La figure 26 montre la variation du courant en fonction du potentiel d'électrode d'acier dans la solution de chlorure de sodium (0.2M) en présence et absence d'inhibiteur. Ces courbes ont été tracées après 2 heures d'immersion d'électrode dans le milieu corrosive avec une vitesse de balayage de 1 mV/s dans un domaine de balayage compris entre -1200 et 200 (mV/ECS).



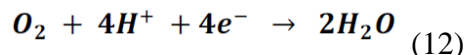
**Figure 26:** Voltampérogramme linéaire d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur (100.66 mg/L).

Il est clair que l'ajout de la substance organique diminue le courant des coté cathodique et anodique. Il est observable également qu'en présence d'inhibiteur la branche anodique déplace par 100 mV vers des valeurs positives. Ceci démontre l'action bénéfique sur la dissolution d'acier.

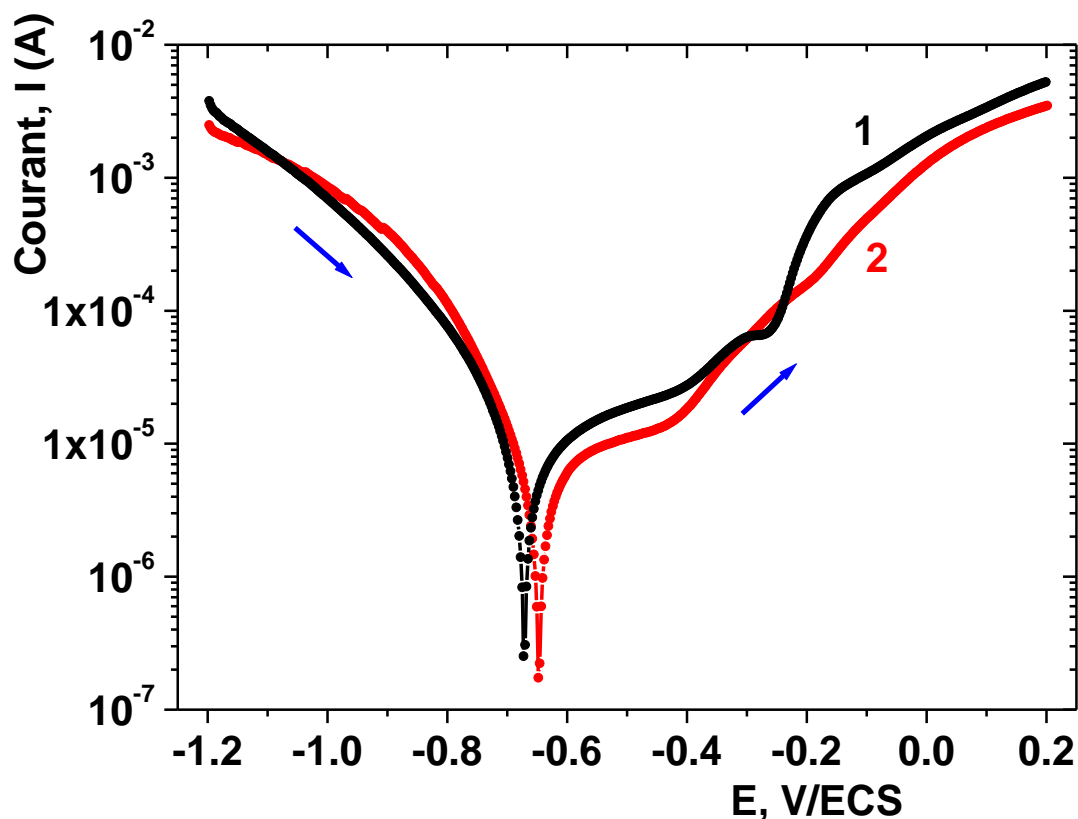
### III.4.1.3. Courbe de polarisation de Tafel

D'une manière générale, l'allure des courbes de polarisations obtenues nous permet de constater la présence des domaines cathodique et anodique bien définis. La zone cathodique (à gauche) est

généralement liée aux réactions cathodiques de réduction d'oxygène dissout et des protons. Dans notre la réaction cathodiques est dominée par la réduction selon la réaction suivante :



Dans le domaine anodique, nous assistons à la présence d'une zone où le courant change lentement avec le potentiel. Après on observe l'apparition d'un petit pique vers -0.3V qui est attribuable à la formation d'un film d'oxyde. En présence d'inhibiteur la de Tafel déplace complètement dans le sens positif de potentiel et le courant diminué. Ceci démontre l'effet d'inhibiteur sur les processus anodiques et cathodiques simultanément.



**Figure 27:** Courbes de Tafel d'électrode d'acier dans une solution de NaCl (0.2M) en (1) en absence d'inhibiteur et (2) en présence d'inhibiteur.

Les deux paramètres les plus importants pour analyser l'effet de cette substance sont : le corrosion de corrosion ( $I_{corr}$ ) et le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) :

En absence d'inhibiteur :

$$I_{corr} = 15.83 \cdot 10^{-6} \text{ A}$$

$$E_{corr} = -674 \text{ mV}$$

En présence d'inhibiteur :

$$I_{\text{corr}} = 2.31 \cdot 10^{-6} \text{ A}$$

$$E_{\text{corr}} = -641 \text{ mV}$$

A partir de ces deux grandeurs on peut noter les points suivants :

- Le décalage des courbes de polarisation, c'est-à-dire la différence  $\Delta E = 33 \text{ mV}$  vers de potentiel anodique démontre que cette substance est un inhibiteur mixte.
- Le taux d'inhibition est donné par la relation suivante :

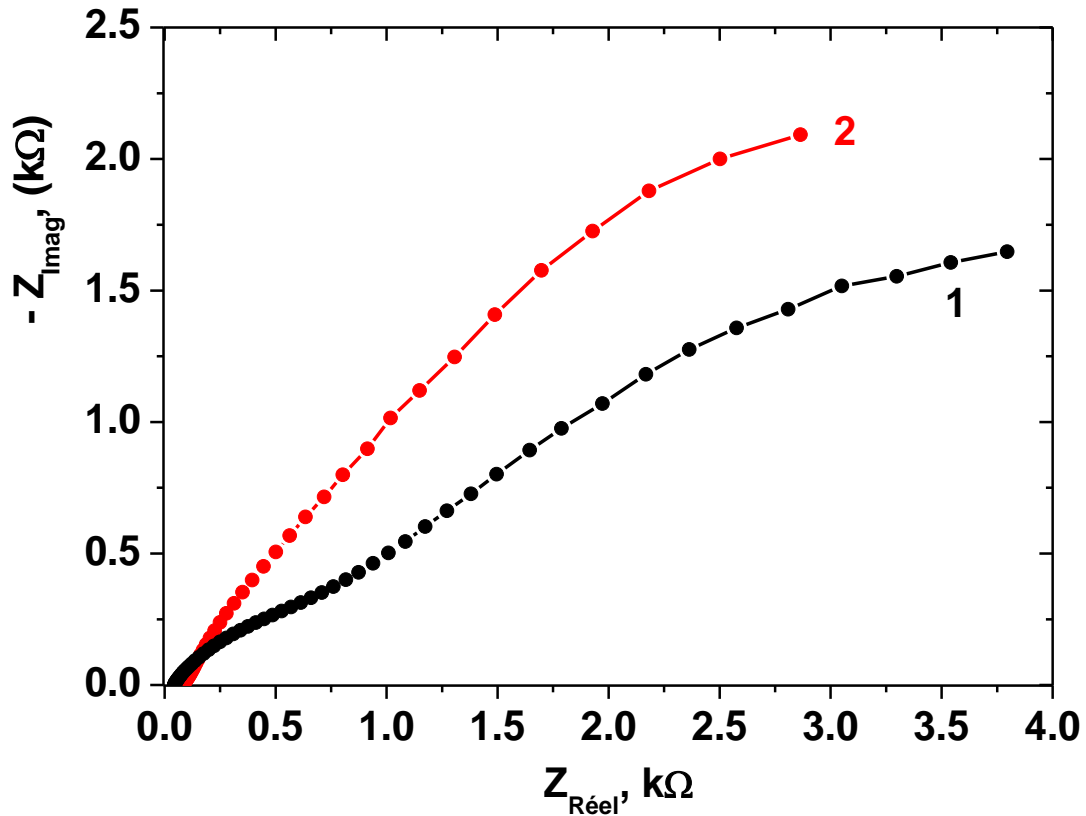
$$\text{Taux d'inhibition} = \frac{I(\text{en absence}) - I(\text{en présence})}{I(\text{en absence})} \% \quad (13)$$

$$\text{Taux d'inhibition} = 85.11\%.$$

#### **III.4.1.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique**

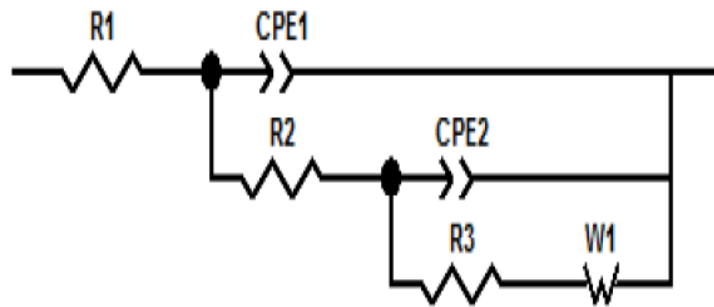
Les spectres d'impédance d'électrode d'acier en présence et en absence d'inhibiteur dans la solution (0.2M) ont été obtenus après deux heures d'immersion à circuit ouvert pour assurer la stabilité du système. Les mesures ont été réalisées aux potentiels à l'abandon obtenus à la fin de la durée d'immersion au circuit ouvert (Figure. 28). Au potentiel à l'abandon ( $E_{\text{ab}}$ ) une perturbation sinusoïdale de 10mV a été superposée. Le domaine de fréquence utilisé est de 10 kHz à 10 mHz en raison de 10 points par décade. Les résultats obtenus sont illustrés en représentation de Nyquist sur la Figure 30.

Le diagramme de Nyquist d'électrode d'acier en contact de la solution de 0.2M NaCl, deux boucles capacitatives apparaissent. La première haute fréquence (de petite taille) caractéristique de la formation d'une couche poreuse constituée d'un mélange d'oxydes métalliques. Aux basses fréquences, l'apparition d'une droite, qui démontre clairement le phénomène de diffusion. En présence d'inhibiteur, on observe une large boucle capacitive plus au moins aplatie caractérisant la formation d'une couche protectrice d'inhibiteur.



**Figure 28:** Diagrammes de Nyquist d'électrode en acier dans 0.2M NaCl tracé après deux heures d'immersion dans la solution saline. (1) en absence d'inhibiteur, (2) en présence d'inhibiteur.

Pour analyser les résultats obtenus nous utilisons le circuit présenté sur la figure 29.



**Figure29:** de circuit électrique équivalent utilisé pour l'analyse des résultats obtenus la figure30.

Ce circuit est constitué d'un élément à phase constante (CPE) donné par l'équation(13), que nous rendons compte des inhomogénéités de surface associée à la dissolution du métal. Les résultats d'analyse sont regroupés dans le Tableau 7.

$$Z_{CPE} = \frac{1}{C} (j\omega)^{-\alpha} \quad (14)$$

ZCPE : Elément à phase constante; C : Capacité; j : Nombre complexe;

$\omega$  : Pulsation;

$\alpha$  : Le coefficient de déphasage.

Le CPE devient la capacité quand le coefficient de déphasage est égal à 1.

$$Z_{dc} = \frac{-j}{C\omega}$$

Z<sub>dc</sub>: Capacité double couche.

R1 : Résistance d'électrolyte;

CPE1 : et aussi le CPE qui a exprimé la capacité faradique représentant les processus redox impliquant les produits de corrosion superficielle (C<sub>f</sub>) ;

R2 (R<sub>f</sub>): résistance faradique associée à CPE1 ;

CPE2: est l'élément de la phase constant(CPE) cela a exprimé la capacité de la double couche(C<sub>f</sub>) ;

R3 (R<sub>tc</sub>) : résistance de Transfer de charge;

CPE : expliqué par l'inhomogénéité de la surface;

$\alpha_1, \alpha_2$ : Coefficient représentant l'allure aplatie du diagramme dans le plan de Nyquist.

W : La diffusion de Warburg.

**Tableau 7:** Résultats d'analyse de diagrammes de Nyquist d'électrode en acier dans 0.2M NaCl tracé après deux heures d'immersion dans la solution saline en présence et en absence d'inhibiteur.

	<b>R<sub>el</sub></b> <b>(Ω)</b>	<b>CPE1</b> <b>(F)</b>	<b>α<sub>1</sub></b>	<b>R2</b> <b>(Ω)</b>	<b>CPE2</b> <b>(F)</b>	<b>α<sub>2</sub></b>	<b>R3</b> <b>(Ω)</b>	<b>W</b> <b>(Ω.s<sup>1/2</sup>)</b>
<b>Acier/Nacl</b>	<b>45.2</b>	<b>24.09</b>	<b>0.146</b>	<b>572.6</b>	<b>1e<sup>-4</sup></b>	<b>0.558</b>	<b>7508.2</b>	<b>138.22</b>
<b>Acier/Nacl + inhibiteur</b>	<b>81.5</b>	<b>8.52</b>	<b>0.56</b>	<b>9608</b>	<b>2e<sup>-5</sup></b>	<b>0.798</b>	<b>35695</b>	<b>57.85</b>

On remarque à partir du tableau 7 que les valeurs de CPE diminuent et les valeurs R2 et R3 augmentent. Parallèlement les valeurs de  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  augmentent. Ces valeurs démontrent la haute capacité de la substance utilisée de protéger l'échantillon en acier.

Enfin, A partir de la résistance à la corrosion on peut déterminer le taux d'inhibition est donné par la relation suivante :

$$\text{Taux d'inhibition} = \frac{Rp (\text{en présence}) - Rp (\text{en absence})}{I (\text{en présence})} \% \quad (15)$$

Taux d'inhibition = 81.13%.

Le résultat de taux d'inhibition est du même ordre de que celle obtenu à partir des tracés de Tafel.

D'une manière générale on peut considérer que cette substance est un inhibiteur de corrosion.

## CONCLUSION:

L'objectif principal des travaux est de proposer de nouvelles méthodes pour prévenir la corrosion de l'acier dans le but de remplacer l'utilisation de composés nocifs pour l'environnement et coûteux pour l'homme.

Le but de l'étude est de pouvoir remplacer ces composés par des inhibiteurs verts comme l'extrait méthanoïque d'*Echium creticum*. Cette étude a été menée dans le milieu de NaCl 0,2M.

Les résultats obtenus de l'inhibiteur de la corrosion de l'acier xc60 dans 0,2M NaCl en présence d'*Echium creticum* sont présentés comme suit :

Avec un taux d'inhibition supérieur à **80%**, on peut considérer cette substance organique comme un inhibiteur d'acier en milieu agressif de NaCl c'est un inhibiteur de type mixte.

### **Les références bibliographiques:**

Akrou, A., Alarcon Gonzalez, L., El Jani, H., & Campra Madrid, P. (2011). Antioxidant and antitumor activities of *Artemisia campestris* and *Thymelaea hirsuta* from southern Tunisia. / *Food and Chemical Toxicology*, 49, 342–347.

Badiaga ,M. (2011). etude ethnobotanique , phytochimique et l'activités biologiques de *Nauca latifolia* Smith , une plante médicinale africaine racolée au Mali (Doctorale dissertation , Université Blaise Pascal-Clermont -Ferrand II)

Bard,A.J.,& FAULKNER , L .R. (1983) .Electrochimie precipes methodes et applications, edited by MASSON. Paris , New York , Barcelone, Melan, Sao Paulo.

Besson,J(1984).Précis de Thermodynamique & Cinitique électrochimique. Ellpses-Marketing .

BENSAADA, S., BENBOUZIAN, M.T., MOHAMMDI,F., ZERJUI, B.,& amp ; BOURAS,A.(2013).EFFET DES INHIBITEURS DE CORROSION  $ZnCl_2$  ,  $Na_2MoO_4$  ET  $ZnCl_2 + Na_2MoO_4$  SUR LE COMPORTEMENT DE L'ACIER POUR APAMATEUR A BETON EN MILIEU OXIDANT NaCl. Larhyss journal (14),49-60.

BEN MOUSSA, M. T., CHERIF, R. A., LEKHAL, S., BOUNAB, A., & HADEF, Y. (2022). Dosage des composés phénoliques et détermination de 'activité antioxydante des extraits méthanoliques de *Brochia cinerea* VIS de l'Algérie (Sud-Est). *Algerian journal of pharmacy*, 04(01), 49-58..

Boizot, N., & Charpentier, J.-P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier.Le Cahier des Techniques de l'Inra . Le Cahier des Techniques de l'Inra,79-82 .

Bramwell, D. (1972). A revision of the genus *Echium* in Macaronesia.Lagascalìa, 2 (1), 37-115.

Bravo, L. (1998). Polyphénols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. *Nutrition reviews*, 56(11), 317-333.

Crozier, A., Clifford, M. N., & Ashihara, H. (Eds.). (2008). Plant secondary metabolites: occurrence, structure and role in the human diet. John Wiley & Sons, 174-181 .

Dabosi, F., Beranger, G., & Baroux, B. (1987). corrosion localisées. les éditions de physique.

Edenharder, R., & Grünhage, D. (2003). Free radical scavenging abilities of flavonoids as mechanism of protection against mutagenicity induced by tert-butyl hydroperoxide or cumenehydroperoxide in *Salmonella typhimurium* TA102. *Mutation Research/Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis*, 540(1), 1-18.

FIAUD, C. (1990). Inhibiteurs de corrosion Techniques de l'ingénieur. Techniques de l'ingénieur.

Gabrielli, C. (1987) , Mesures d'impédances, technique de l'ingénieur, PE2210,1987 .

Gibbs, P. E. (1971). Taxonomic studies on the genus *Echium*: I. An outline revision. *Lagascalia*, 1(1), 27-82.

Houmènou, V., Adjatin, A., Assogba, F., Gbénou, J., & Akoègninou, A. (2018). Etude Phytochimique Et De Cytotoxicité De Quelques Plantes Utilisées Dans Le Traitement De La Stérilité Féminine Au Sud-Bénin. *European Scientific Journal*, 14(06), 156-171.

[https://en.hortipedia.com/Echium\\_creticum](https://en.hortipedia.com/Echium_creticum).

<https://www.preservons-la-nature.fr/flore/taxon/4091.html>.

Jin, J., Boersch, M., Nagarajan, A., Davey, A. K., & Zunk, M. (2020). Antioxidant properties and reported ethnomedicinal use of the genus *Echium* (Boraginaceae). *Antioxidants*, 9(8), 722.

Karman, F., felhosi, I., Kalman, E., Cserny, I., & Kover., L. (1990). *Electrochim. Acta*, 36, 301-313.

Karumi, Y., Onyeyili, P., & Ogugbuaja, V. O. (2004). Identification of active principles of *M. balsamina* (Balsam Apple) leaf extract. *J Med Sci*, 4(3), 179-182.

Kone, K. P. F. O. (2018). Applications des techniques de chromatographie et de spectroscopie dans l'identification des métabolites secondaires de trois plantes antidiabétiques

et anti hypertensives de la pharmacopée ivoirienne (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique Felix Houphouët-Boigny-Yamoussoukro).

Lutge, U., Kluge, M., & Bauer, G. (2002). Botanique 3eme Ed: Technique et documentation. Lavoisier. Paris, 211.

LORREER, P., & LORENZ, W. (1980).the kinetics of iron dissolution and passivation in solutions Electrochimica Acta. 25, 371,381.

Mansfeld, F., Kending, M., & Lorenz, W. (1985).corrosion inhibition in neutral , aerated media.Journal of the Electrochemical Society,132(2), 290-296.

Makhloufi, A. (2010). Etude des activités antimicrobienne et antioxydante de deux plantes médicinales poussant à l'état spontané dans la région de Bechar (*Matricaria pubescens* (Desf.) et *Rosmarinus officinalis* L) et leur impact sur la conservation des dattes et du beurre cru (Doctoral dissertation).

Mme OULBBAS, A. (2019) . Effets des inhibiteurs Vrets sur la corrosion des aciers ordinaires dans deux milieux acides . These de doctorat, université de Badji Mokhtar, Annaba .

Boudjouref, M., (2011). Etude de l'activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits d'*Artemisiacampestris* L. Mémoire pour l'obtention du diplôme de Magister, Université Ferhat Abbas-Setif.

Norman, E. H. (1965). NACE glossary of corrosion terms. Materials Protection, 4(1), 79,80.

Normand, B., Pébère, N., Richard, C., & Wery, M. (2004). prévention et lutte contre la corrosion. une approche scientifique et technique ,775.

OGBI BEN HADOUCHE, F., & SIAD, H. (2017). Criblage phytochimique et évaluation de l'activité antibactérienne des alcaloïdes et polyphénols de deux plantes médicinales (famille de Boraginaceae) ,mémoire de master ,université de bouira .

SAKER, I. (2013). ETUDE PHYTOCHIMIQUE ET ACTIVITES BIOLOGIQUES D'UNE PLANTE DE LA REGION DE M'SILA *Mentha pulegium* L.mémoire de master académique , UNIVERSITE DE M'SILA.

TALARI, S., SHYAMSUNDARACHARY, R., SRINIVAS, P., & SWAMY, N. R. (2012). QUANTIFICATION OF TOTAL PHENOLIC AND TOTAL FLAVONOID CONTENTS IN EXTRACTS OF OROXYLUM INDICUM L.KURZ. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 5, 177\_179.

Vargel, C. (2020). *Corrosion of aluminium*. Elsevier science, 858.

Yao, L. H., Jiang, Y. M., Shi, J., Tomas-Barberan, F. A., Datta, N., Singanusong, R., & Chen, S. S. (2004). Flavonoids in food and their health benefits. *Plant foods for human nutrition*, 59, 113-122.