

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE

Université de Mohamed El- Bachir El -Ibrahimi -Bordj Bou Arreridj

جامعة محمد البشير الابراهيمي - برج بوعريريج

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département Génie de l'environnement

Mémoire

Présenté pour l'obtention du **diplôme de MASTER**

FILIERE : Génie des Procédés

Spécialité : Gestion des changements environnementaux en Méditerranée

Par : - Benchikh Aya

-Rahal Nourelhouda

Intitulé

*Etude de l'efficacité d'extrait de laurier rose dans
l'inhibition de la corrosion de l'acier*

Soutenu le : 29/06/2025

Devant le Jury composé de :

Mme Merzougui Moufida

M.C.A

Univ-BBA

Président

Mme Maghraoui Nadjah

M.C.B

Univ-BBA

Encadrant

Mem Bekri Sarra

M.C.B

Univ-BBA

Co-Encadrant

Mem Faïd Hayette

M.C.A

Univ-BBA

Examination

Année Universitaire 2024/2025

Remerciements :

Nous souhaitons exprimer nos sincères remerciements et notre profonde gratitude. Tout d'abord, nous remercions Dieu Tout-Puissant, qui nous a accordé la patience, le courage et la détermination nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance à Mesdames les Docteurs **Maghraoui Nadjah** et **Bekri Sarra** pour leur accompagnement bienveillant, leurs conseils judicieux et leur encadrement tout au long de ce parcours.

Nos remerciements vont également à Mesdames les Docteurs **Merzougui Moufida** et **Faid Hayette**, membres du jury, pour l'attention qu'elles ont portée à notre travail et pour avoir accepté de l'évaluer.

Enfin, nous tenons à remercier toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce mémoire.

Aya & Nourelhouda

Dédicaces :

الحمد لله الذي هداني لهذا وما كنت لأهتدي لولا أن هداني الله الحمد لله حمدا كثيرا
طيبا مباركا فيه.

أود أن أهدي هذا العمل المتواضع إلى والدي الكريمين بن شيخ الطاهر و مصباح ام الخير،
اللهم أعني على برهما وأجزل لهما الخير والمغفرة

إلى اخوتي و اصدقائي الذين كانوا خلال السنين العجاف سحابا ممطرا، أنا ممتنة
إلى كل من مات لتحميا أرضه

اللهم انفعني بما علمتني واجعله حجة لي لا علي

آية

Dédicaces :

À celui que Dieu a couronné de majesté et de dignité à ceux qui ont appris le don sans attendre à qui je porte son nom avec toute fierté Je demande à Dieu de prolonger votre vie et vos paroles resteront des étoiles que je guiderai aujourd'hui et demain et pour toujours ...

Mon cher père kamal.

À mon ange dans la vie... Au sens d'amour, au sens de la tendresse et de la dévotion... Au sourire de la vie et au secret d'existence, À celle dont les prières étaient le secret de mon succès et dont la tendresse

était le baume pour mes blessures,

À ma mère bien-aimée Rachida

A mes grandes mères Laadj et Rebh (rabi yarhemha)

À mes sœurs Narimene et Soundes et mes frères Alla Eldine et Abed elrahman,

Compagnons de route, rires partagés, épaules solides — vous êtes les couleurs de mon quotidien

A petite fille de la famille mon ange Alla elrahamen

A ma chère binôme Aya et sa famille.

A mes très chers amis pour et les souvenirs de tout le temps que nous avons passé ensemble. A tous les membres de ma promotion et tous mes enseignants depuis mes premières années d'études.

نور الهدى

Résumé :

Le but de cette étude est d'évaluer l'efficacité des extraits de feuilles de *Nerium oleander L.* (laurier-rose) comme inhibiteurs de corrosion de l'acier au carbone XC48 dans une solution d'acide sulfurique 0,5 M. Deux types d'extraits ont été préparés : un extrait aqueux obtenu par infusion et un extrait hydroalcoolique obtenu par macération dans de l'éthanol à 70 %. Le criblage phytochimique a révélé la présence d'alkaloïdes, de flavonoïdes, de saponosides et de tanins. L'activité antioxydante, évaluée par le test DPPH, a confirmé le pouvoir piégeant des radicaux libres des deux extraits. La spectroscopie UV-Visible a montré des pics d'absorbance caractéristiques indiquant la présence de composés phénoliques.

Les mesures électrochimiques — incluant le potentiel à circuit ouvert (PCO), la polarisation de Tafel et la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) — ont démontré que les deux extraits réduisent significativement la vitesse de corrosion de l'acier XC48. L'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration des extraits. L'efficacité maximale atteint 83,25 % pour l'extrait hydroalcoolique et 81,90 % pour l'extrait aqueux à une concentration de 0,8 g/L. L'extrait aqueux a présenté le meilleur rendement d'extraction, tandis que l'extrait hydroalcoolique a montré la meilleure performance inhibitrice. Le mécanisme d'inhibition est attribué à l'adsorption des molécules bioactives sur la surface de l'acier, formant un film protecteur qui limite la dissolution du métal dans le milieu acide.

Mots-clés : *Nerium oleander L.*, acier XC48, inhibition de corrosion, acide sulfurique, inhibiteur vert, analyse électrochimique.

Abstract:

The aim of this study is to evaluate the effectiveness of *Nerium oleander L.* (oleander) leaf extracts as corrosion inhibitors for XC48 carbon steel in a 0.5 M sulfuric acid solution. Two types of extracts were prepared: an aqueous extract obtained by infusion and a hydroalcoholic extract obtained by maceration in 70% ethanol. Phytochemical screening revealed the presence of alkaloids, flavonoids, saponins, and tannins. Antioxidant activity, assessed by the DPPH assay, confirmed the radical scavenging potential of both extracts. UV-Visible spectroscopy showed characteristic absorbance peaks, indicating the presence of phenolic compounds.

Electrochemical measurements—including open circuit potential (OCP), Tafel polarization, and electrochemical impedance spectroscopy (EIS)—demonstrated that both extracts significantly reduced the corrosion rate of XC48 steel. The inhibition efficiency increased with higher concentrations of the extracts. The maximum inhibition efficiency reached 83.25% for the hydroalcoholic extract and 81.90% for the aqueous extract at a concentration of 0.8 g/L. The aqueous extract exhibited the highest extraction yield, while the hydroalcoholic extract showed superior inhibition performance. The inhibition mechanism is attributed to the adsorption of bioactive molecules onto the steel surface, forming a protective film that limits metal dissolution in the acidic medium.

Keywords: *Nerium oleander L.*, XC48 steel, corrosion inhibition, sulfuric acid, green inhibitor, electrochemical analysis.

ملخص:

يهدف هذا البحث إلى تقييم فعالية مستخلصات أوراق نبات *Nerium oleander L.* (الدفلى) كمثبطات لتآكل الفولاذ الكربوني XC48 في وسط حمضي يحتوي على حمض الكبريتيك بتركيز 0.5 مول/لتر. تم تحضير نوعين من المستخلصات: مستخلص مائي باستخدام طريقة النقع، ومستخلص هيدروكحولي باستخدام الماكيراسيون في كحول الإيثانول بتركيز 70%. أظهر التحليل الكيميائي النباتي وجود مركبات نشطة مثل القلويدات، الفلافونويدات، الصابونينات، والتانينات. وأكد اختبار DPPH للنشاط المضاد للأكسدة قدرة المستخلصات على اصطياد الجذور الحرة. كما أظهرت التحاليل الطيفية بالأشعة فوق البنفسجية - المرئية وجود مركبات فينولية فعالة.

أظهرت القياسات الكهروكيميائية، بما في ذلك قياس الجهد في الدائرة المفتوحة، ومنحنيات تافل، وطيف الإعاقة الكهروكيميائي، أن كلا المستخلصين يقللان بشكل ملحوظ من معدل تآكل فولاذ XC48 وتزداد الكفاءة التثبيطية مع زيادة تركيز المستخلص. وقد بلغت الكفاءة القصوى 83.25% للمستخلص الهيدروكحولي و81.90% للمستخلص المائي عند تركيز 0.8 غ/ل. سجل المستخلص المائي أعلى مردود استخلاص، في حين أظهر المستخلص الكحولي أفضل أداء كمثبط للتآكل. ويُعزى تأثير التثبيط إلى امتصاص المركبات النباتية النشطة على سطح الفولاذ، مما يشكل طبقة واقية تقلل من انحلال المعدن في الوسط الحمضي.

الكلمات المفتاحية: الدفلى، فولاذ XC48، تثبيط التآكل، حمض الكبريتيك، مثبط نباتي، التحليل الكهروكيميائي.

Table des matières

Remerciement	
Dédicaces	
Résumé	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des symboles	
Introduction générale :	1
Chapitre :Etude bibliographique	
I.1Corrosion	4
I.1.1 Introduction	4
I.1.2 Définition	4
I.1.3 Classification de la corrosion	4
I.1.3.1 La corrosion chimique	4
I.1.3.2 La corrosion bactérienne	5
I.1.3.3 La corrosion électrochimique	5
I.1.4 Aspect morphologique de la corrosion	6
I.1.4.1 Corrosion généralisée	6
I.1.4.2 Corrosion localisée	7
I.1.5 Facteurs de corrosion	11
I.2 Les inhibiteurs de corrosion	12
I.2.1 Définition	12
I.2.2 Fonctions essentielles	12
I.2.3 Classification d'inhibiteurs	13
I.2.3.1 Classification selon la nature chimique des inhibiteurs	13
I.2.3.2 Classification selon le mécanisme d'action électrochimique	13
I.2.3.3 Classification selon les mécanismes d'action interfaciale	14
I.3 Méthodes d'études de la corrosion	15
I.3.1 Gravimétrie	15
I.3.2 Méthodes électrochimiques	16
I.3.2.1 Méthodes stationnaires	16
I.3.2.2 Méthodes électrochimiques transitoires : Spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS)	19
Chapitre II : Partir Expréimentale	
II .1 Description de la plant étudiée et procédés d'extraction	23
II.1.1 Présentation de l'espèce étudiée	23

II.1.1.1 Définition de plante	23
II.1.1.2 Description botanique	23
II. 1.1.3 Répartition géographique	24
II.1.1.4 Toxicité du N. oleander	25
II.2 Extraction solide-liquide	26
II.2.1 Définition	26
II.2.2 Mécanisme de l'extraction	26
II.2.3 Facteurs influençant les performances de l'extraction	26
II.3 Préparation du matériel végétal	27
II.3.1 Séchage	27
II.3.2 Broyage	27
II.3.3 Récolté et identification des plantes	28
II.4 Appareils Utilisés	28
II.5 Méthodes d'extraction	29
II.5.1 Macération	29
II.5.2 Infusion	29
II.5.3 Rendement de l'extraction	29
II.6 Screening phytochimique	30
II.7 Détermination de l'activité antioxydant	32
II.7.1 Activité scavenger sur le radical 2,2-di phényl-1-picrylhydrazyle (DPPH)	32
II.7.1.1 Définition de DPPH	32
II.7.1.2 Préparation de la solution du DPPH	33
II.7.1.3 Mesure du potentiel antioxydant	33
II.8 Caractérisation des extraits obtenus	33
II.8.1 Spectroscopie d'absorption UV-Visible	33
II.9 Matériau étudié	34
II.9.1 Préparation de l'électrode de travail	34
II.9.2 Préparation de la surface des électrodes	35
II.9.3 Préparation de la solution corrosive	36
II.9.4 Solutions contenant l'inhibiteur	36
II.9.5 Dispositif expérimental	36
II.9.6 Conditions expérimentales	37

Chapitre III :Résultats et discussions

III.1 Rendements d'extractions	41
III.2 Taux d'humidité	41
III .3 Teste phytochimiques	42
III.4 Résultats d'activité antioxydant par les tests au DPPH	44
III .5 Analyse spectroscopiques par UV-VIS.....	45
III.6 Méthodes de la corrosion	48
III.6.1 Suivi du potentiel en circuit ouvert (P.C. O)	48
III.6.2 Courbe de polarisation	49

III.6.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique	51
Conclusion et perspectives	41
Références	

Liste des abréviations :

C_{dl} : Capacité de double couche.

H_2SO_4 : Acide Sulfurique.

ECS : Electrode au Calomel Saturé.

EI (%) : L'efficacité inhibitrice.

EIS : Spectroscopie d'impédance électrochimique.

ISO : International Standard Organisation.

P.C.O : Potentiel a Circuit Ouvert.

pH : Potentiel d'hydrogéné.

R : Rendement.

R_{ct} : Résistance de transfert de charge.

Tafel : Droite de Tafel (Courbes de polarisation).

UV-VIS : Ultraviolet Visible.

XC 48 : Acier au carbone.

Liste des figures :

Figure I.1 : Mécanisme de la corrosion atmosphérique /exemple de la corrosion d'un collecteur d'échappement.....	5
Figure I.2 : Exemple de bactéries responsables de la corrosion bactérienne ainsi que de la corrosion dentaire.	5
Figure I.3 : Corrosion généralisée /exemple d'une porte et d'un véhicule corrodés.....	7
Figure I.4 : Corrosion galvanique résultante d'un assemblage de deux métaux différents/ robinet en cuivre et conduite en acier galvanisé.	7
Figure I.5 : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion cavernueuse.	8
Figure I.6 : Corrosion par piqure de l'aluminium.	8
Figure I.7 : Corrosion au niveau des joints de grains d'une structure métallique.	9
Figure I.8 : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc).	9
Figure I.9 : Aspect et mécanisme de la corrosion-érosion.....	10
Figure I.10 : La tribocorrosion.	10
Figure I.11 : La corrosion sous contrainte.	11
Figure I.12 : La fragilisation par hydrogène d'une pièce métallique.	11
Figure I.13 : Évolution du potentiel E en fonction de temps.....	17
Figure I.14 : Droites de Tafel -la corrosion.	19
Figure I.15 : Diagramme de Nyquist.....	20
Figure II .1 : Aspect général de <i>Nerium oleander L</i>	24
Figure II.2 : Carte géographique de site de récolte.....	25
Figure II.3 : Séchage de la plante <i>Nerium oleander L</i>	27
Figure II.4 : Broyage de la plante <i>Nerium oleander L</i>	28
Figure II.5 : Test de dosage des alcaloïdes.	32
Figure II.6 : Spectrophotomètre UV-Vis de type UV-1900 i.....	34
Figure II .7 : Électrode de travail et acier XC48.	35
Figure II .8 : Potentiostat /galvanostat sp300.	36
Figure II .9 : Cellule électrochimique à trois électrodes.....	37
Figure II.10 : Électrode de référence (ECS).....	37
Figure II.11 : Contre-électrode (CE).....	37
Figure III.1 : Evolution du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration.....	45

Figure III.2 : Domaines d'absorption de l'UV-Visible	46
Figure III.3 : Spectres UV-Visible des extraits alcoolique et aqueux de <i>Nerium oleander L</i> (0,061 g/l).	46
Figure III.4 : Spectres UV-Visible des extraits alcoolique et aqueux en presence de H ₂ SO ₄ (0,5 M).	47
Figure III.5 : Variation de potentiel libre de l'acier XC48 dans une solution acide sulfurique 0,5 M avec differentes concentrations d'extrait de <i>Nerium oleander L</i> en fonction du temps d'immersion.....	48
Figure III.6 : Les courbes de Tafel de l'acier XC48 dans H ₂ SO ₄ 0,5 M sans et avec addition de differentes concentrations des extraits de <i>Nerium oleander L</i>	49
Figure III.7 : Diagramme de Nyquist de l'acier XC48 pour differentes concentrations des extraits en milieu H ₂ SO ₄ 0,5 M.....	51

Liste des tableaux:

Tableau II.1 : Classification taxonomique de <i>Nerium oleander L</i>	24
Tableau II.2 : Données géographique de site de récolte.	28
Tableau II.3: Appareils et instruments utilisés.....	28
Tableau II.4 : Composition chimique de l'acier au carbone XC48.	35
Tableau II.5 : Les caractéristiques mécaniques moyennes (état normalisé) de l'acier XC48. .	35
Tableau III.6 : Rendements d'extraction des feuilles de <i>Nerium oleander L</i> .selon le type d'extrait	41
Tableau III.7 :Taux d'humidité du matériel végétal	41
Tableau III.8 : Résultats du screening phytochimique	42
Tableau III.9: Résultats visuels des réactions de caractérisation phytochimique.....	42
Tableau III.10 : Paramètres électrochimique de la corrosion de l'acier XC48 dans solution H ₂ SO ₄ 0,5 M sans et avec différentes concentrations en inhibiteur.	50
Tableau III.1 : Paramètres d'impédance et efficacités inhibitrices de la corrosion de l'acier XC48 à obtenus à différentes concentrations d'inhibiteurs en milieu H ₂ SO ₄ 0,5 M.....	53

Liste des symboles:

Symboles	Signification	Unité
S	Surface de l'électrode	cm ²
t	Temps	Sec
T	Température	K
C	Concentration	g/l
E	Potentiel	V
F	Fréquence	Hz
V_{corr}	Vitesse de corrosion	mm/ans
R_e	Résistance de l'électrolyte	Ω
R_p	Résistance de polarisation	Ω.cm ²
R_{tc}	Résistance de transfert de charge	Ω.cm ²
E_{corr}	Potentiel de corrosion	V/ECS
EI	Efficacité inhibitrice	%
C_{dl}	Capacité de la double couche	μF/cm ²
ΔE	Différence de potentiel	V/ECS
i_{corr}	Densité du courant de corrosion	A/m ²
I_{corr}	Intensité du courant de corrosion	A
β_a	Coefficients de Tafel anodique	V /decade
β_c	Coefficients de Tafel cathodique	V /decade

Introduction générale :

Dans de nombreux secteurs industriels, la corrosion des métaux entraîne d'énormes pertes financières et constitue une menace pour la sécurité. L'un des exemples les plus courants est l'acidification des puits de pétrole, où l'on laisse des solutions acides circuler à très grande vitesse dans des tuyaux en acier, ce qui accélère le processus la corrosion et provoque des dommages structurels. La corrosion altère les caractéristiques des matériaux métalliques, réduisant leur durabilité et leur efficacité. C'est pourquoi les chercheurs s'efforcent de mettre au point des technologies innovantes pour lutter contre la corrosion et prolonger la durée de vie utile des structures métalliques [1].

Les inhibiteurs de corrosion jouent un rôle fondamental dans la protection des métaux exposés à des environnements agressifs, notamment dans des secteurs tels que la pétrochimie et le traitement de surface. Cependant, les inhibiteurs conventionnels, pour la plupart d'origine synthétique, présentent un certain nombre d'inconvénients : ils sont souvent toxiques, coûteux et nocifs pour l'environnement. Face à ces limites, la recherche scientifique s'oriente de plus en plus vers des alternatives respectueuses de l'environnement [2].

Parmi ces alternatives, les extraits de plantes se distinguent par leur richesse en composés bioactifs naturels - tels que les flavonoïdes, les polyphénols et les tanins - capables de former des couches protectrices efficaces sur les surfaces métalliques. Outre leur efficacité, ces substances sont biodégradables, renouvelables et peu coûteuses, ce qui en fait des candidats prometteurs pour remplacer les inhibiteurs de corrosion traditionnels.

Dans ce contexte, nos travaux ont porté sur l'extraction d'extraits de *Nerium oleander L.* (laurier-rose), en combinant des méthodes de macération et d'infusion avec des solvants de polarités différentes. En outre, des tests phytochimiques ont été réalisés afin d'identifier les principales familles de composés bioactifs présents dans les extraits. Les extraits bruts ainsi obtenus ont ensuite été utilisés comme inhibiteurs naturels de corrosion, dans le but de protéger les aciers en milieu acide.

L'étude est structurée en trois chapitres principaux :

1. La partie bibliographique :

Ce chapitre rassemble les éléments théoriques indispensables à la compréhension de l'ouvrage. Il est divisé en trois sections :

Introduction générale

- Le phénomène de la corrosion, ses mécanismes et ses types.
- Les inhibiteurs de corrosion, en mettant l'accent sur les inhibiteurs verts.
- Les méthodes d'évaluation de la corrosion, y compris les approches électrochimiques, gravimétriques et spectroscopiques.

2. La partie expérimentale :

Ce chapitre décrit en détail les travaux pratiques réalisés. Il se compose de deux parties :

- Une présentation de la plante *Nerium oleander L.*, et des méthodes d'extraction utilisées.
- Une description des conditions expérimentales adoptées pour étudier l'inhibition de la corrosion, y compris les préparations de solutions, les techniques utilisées (UV-Vis, EIS, P.C.O, etc.) et les paramètres expérimentaux.

3. Résultats et discussion :

Dans ce chapitre, nous présentons de manière structurée :

- Les résultats obtenus par les différentes méthodes analytiques.
- L'interprétation des données expérimentales.
- Une discussion approfondie de l'efficacité de l'extrait de *Nerium oleander L.* en tant qu'inhibiteur de corrosion, en le comparant, dans la mesure du possible, à d'autres inhibiteurs mentionnés dans la littérature.

Enfin, une conclusion générale vient clore ce travail, en résumant les points essentiels et en ouvrant des perspectives pour de futures recherches.

Chapitre I :

Etude bibliographique

I.1 Corrosion :

I.1.1 Introduction :

La corrosion est un phénomène complexe, influencé par une multitude de facteurs environnementaux, physico-chimiques et structurels. Elle reste difficile à comprendre, car elle dépend de conditions souvent variables et mal définies en situations réelles. Cette complexité rend les stratégies de prévention et de contrôle particulièrement exigeantes, ce qui fait de la corrosion un défi majeur dans de nombreux domaines industriels [3].

I.1.2 Définition :

Le terme « corrosion » vient du latin corroder, qui signifie « ronger » ou « attaquer ». Il désigne la dégradation progressive d'un matériau - généralement un métal - ou de ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques, à la suite d'interactions avec son environnement. Plus précisément, la corrosion est une réaction chimique ou électrochimique irréversible qui se produit à l'interface entre un matériau et son environnement et qui conduit soit à la destruction partielle ou totale du matériau, soit à l'absorption ou à la dissolution de composants environnementaux dans le matériau [4].

I.1.3 Classification de la corrosion :

Selon la nature du milieu avec lequel le matériau réagit, la corrosion peut être divisée en trois catégories principales : la corrosion chimique, la corrosion électrochimique et la corrosion bactérienne.

I.1.3.1 La corrosion chimique :

La corrosion chimique est une réaction directe entre un métal et un milieu gazeux ou liquide, sans l'intervention d'un électrolyte. Ce type de corrosion se produit surtout lorsque le métal est exposé à des températures élevées ; on parle alors de corrosion sèche ou à haute température [5].

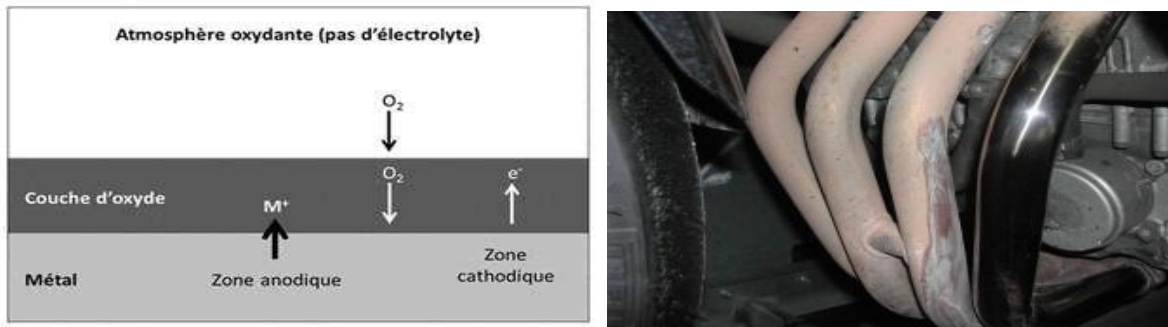


Figure I.1 : Mécanisme de la corrosion atmosphérique / exemple de la corrosion d'un collecteur d'échappement [5].

I.1.3.2 La corrosion bactérienne :

La corrosion bactérienne, également connue sous le nom de bio corrosion, désigne tous les processus de corrosion dans lesquels les bactéries jouent un rôle direct ou indirect. Elles peuvent soit accélérer un processus de corrosion déjà en cours, soit créer des conditions propices à son déclenchement. Par exemple, certaines bactéries produisent du sulfure d'hydrogène (H_2S), qui favorise la corrosion des matériaux [6].

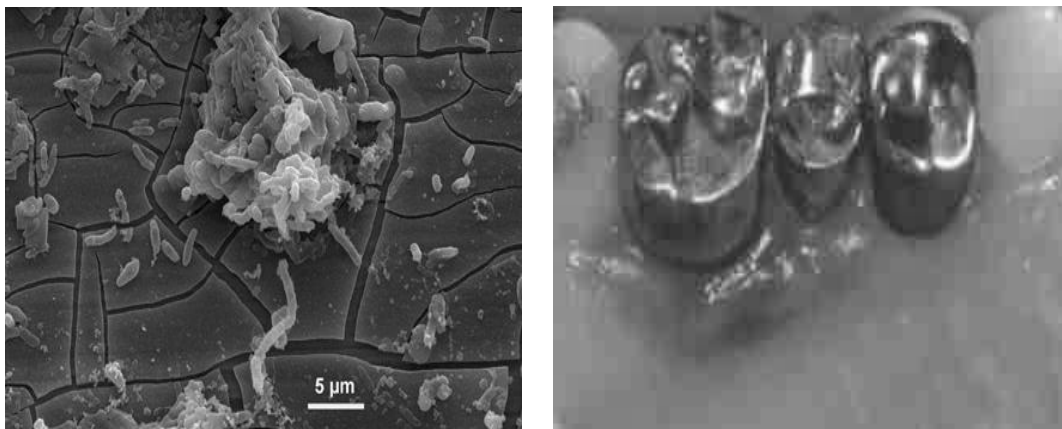


Figure I.2 : Exemple de bactéries responsables de la corrosion bactérienne ainsi que de la corrosion dentaire [6].

I.1.3.3 La corrosion électrochimique :

La corrosion électrochimique, également connue sous le nom de corrosion humide, est la forme de corrosion la plus courante et la plus importante. Elle se manifeste principalement par l'oxydation du métal, qui se transforme en ions ou en oxydes.

Ce type de corrosion implique à la fois une réaction chimique et un transfert de charges électriques, c'est-à-dire un courant électrique. Pour que cela se produise, un agent réducteur

(comme l'eau, l'oxygène, l'hydrogène, etc.) doit être présent. Sans cet élément, la corrosion ne peut avoir lieu.

La corrosion électrochimique est basée sur une réaction d'oxydo-réduction, composée de deux parties :

- La réaction anodique, qui correspond à l'oxydation du métal ;
- La réaction cathodique, qui correspond à la réduction de l'agent oxydant.

Ces deux réactions sont indissociables : l'une ne peut se produire sans l'autre. Ensemble, elles constituent le mécanisme de la corrosion électrochimique [7].

I.1.4 Aspect morphologique de la corrosion :

Lorsque l'on observe la corrosion pour la première fois, c'est souvent par son aspect visuel. En observant simplement la surface d'un métal corrodé, on peut distinguer deux grands types de corrosion en fonction de leur aspect :

- La corrosion généralisée, qui attaque toute la surface de manière uniforme.
- La corrosion localisée, également appelée corrosion zonale, qui n'affecte que certaines parties du métal, souvent de manière plus agressive.

I.1.4.1 Corrosion généralisée :

La corrosion généralisée, également appelée corrosion uniforme, est une forme de dégradation des métaux caractérisée par une attaque relativement homogène sur l'ensemble de la surface exposée à un environnement corrosif. Ce phénomène résulte d'une dissolution électrochimique régulière du métal, sans concentration particulière de l'attaque en un point précis. C'est la forme de corrosion la plus courante, la plus facile à détecter et à quantifier, notamment par la mesure de la perte de masse ou d'épaisseur [8].



Figure I.3 : Corrosion généralisée / exemple d'une porte et d'un véhicule corrodés [8].

I.1.4.2 Corrosion localisée :

Ce mode de corrosion est le plus fréquent et le plus gênant, car il n'affecte que certaines zones spécifiques du matériau. Il en existe plusieurs types :

a. La corrosion galvanique (bimétallique) :

La corrosion galvanique, se produit lorsque deux métaux ou alliages dissemblables sont mis en contact dans un milieu corrosif et conducteur, tel que l'eau salée. Ce contact crée une sorte de pile électrochimique : l'un des deux métaux, généralement le moins noble ou le moins résistant, commence à se corroder plus rapidement. Ce phénomène s'aggrave avec le temps, accélérant la dégradation du métal [9].

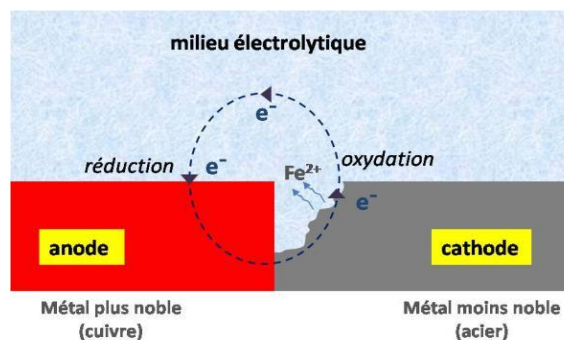


Figure I.4 : Corrosion galvanique résultante d'un assemblage de deux métaux différents / robinet en cuivre et conduite en acier galvanisé [9].

b. La corrosion caverneuse (par crevasse) :

Elle se produit dans des zones difficilement accessibles à l'oxygène, telles que des fissures étroites ou des joints mal scellés. Cette différence d'oxygénation crée une cellule électrochimique locale qui attaque spécifiquement le métal à l'intérieur des cavités [10].

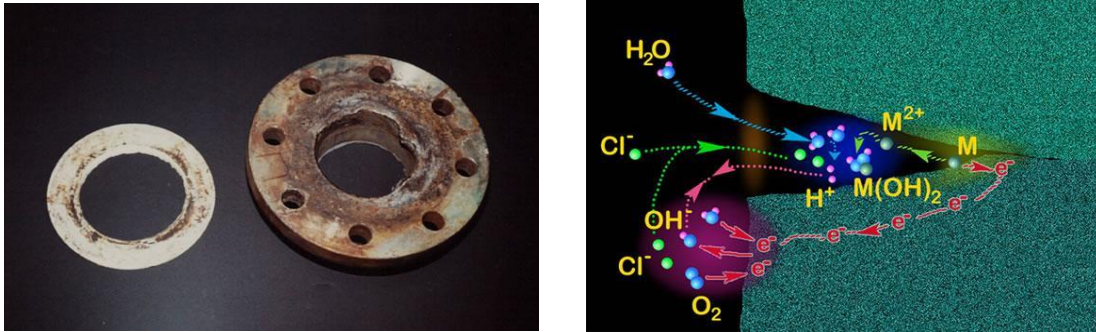


Figure I.5 : Aspect et mécanisme d'attaque de la corrosion caverneuse [10].

c. La corrosion par piqûres :

Les piqûres sont une forme de corrosion localisée affectant les métaux protégés par un film passif, comme l'aluminium ou le chrome.

En présence d'ions chlorure (Cl^-), ce film peut se perforer à certains endroits, provoquant de petites cavités profondes appelées piqûres, alors que le reste de la surface demeure intact.

Ce phénomène a été observé dans les alliages $Al_xCrFeNi$, où des piqûres apparaissent dans les zones riches en aluminium et en nickel, avant d'évoluer vers une corrosion plus importante due à des réactions galvaniques entre les différentes phases de l'alliage [11].

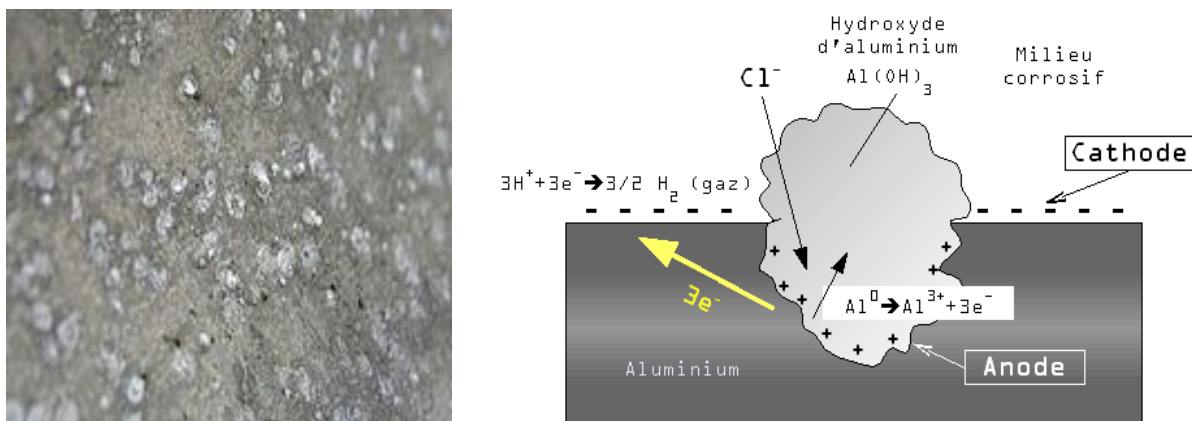


Figure I.6 : Corrosion par piqûre de l'aluminium [11].

d. La corrosion intergranulaire :

La corrosion intergranulaire est une forme de dégradation localisée affectant principalement les joints de grains, souvent due à un appauvrissement ou à un enrichissement local en éléments d'alliage, ou à la précipitation de phases secondaires telles que des carbures ou des nitrures après un traitement thermique. Ce phénomène entraîne une perte significative des propriétés mécaniques de l'alliage. [12].

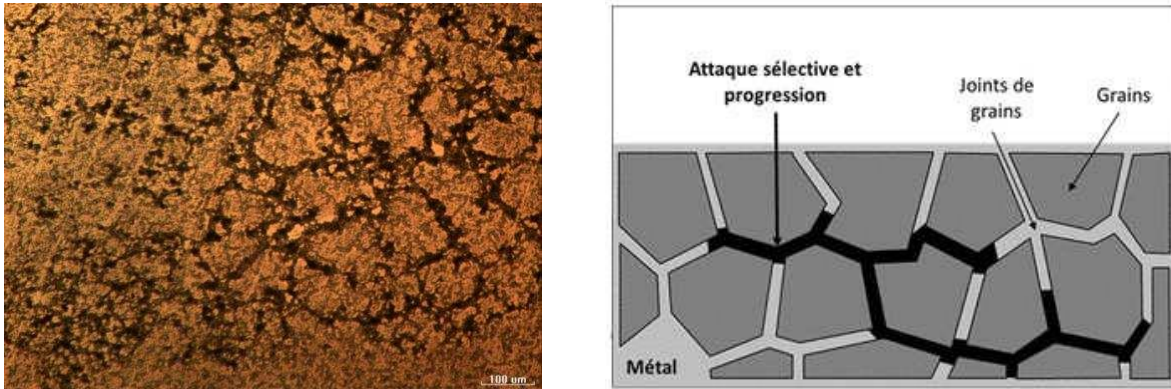


Figure I.7 : Corrosion au niveau des joints de grains d'une structure métallique [12].

e. La corrosion sélective :

La corrosion sélective est un phénomène caractérisé par la dissolution préférentielle d'un ou plusieurs éléments de l'alliage, modifiant localement sa microstructure. Pour l'alliage d'aluminium AA5052, exposé à une solution contenant des ions Cu^{2+} et Fe^{3+} , il a été observé que ces ions favorisent la formation de couples galvaniques en surface, induisant une attaque localisée du substrat d'aluminium. Ce mécanisme conduit à la fragilisation de la structure métallique et à l'apparition de porosités dans les zones affectées [13].

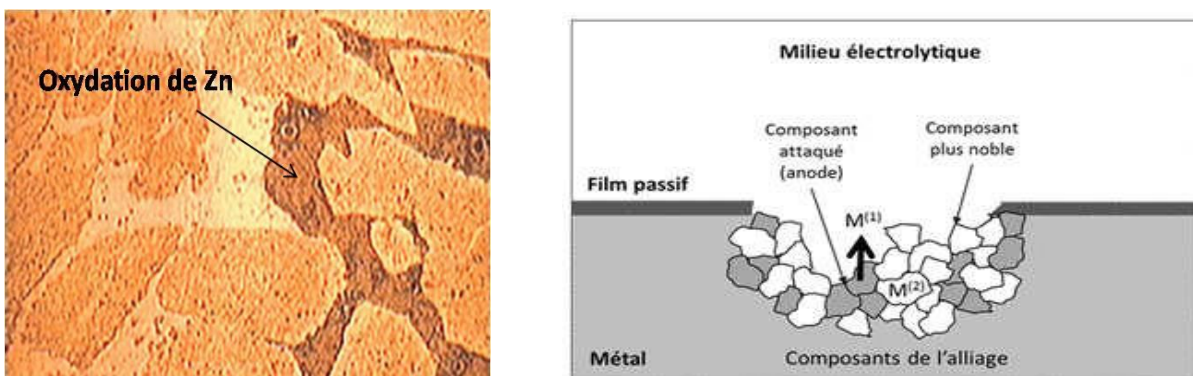


Figure I.8 : Mécanisme de la corrosion sélective d'un laiton (alliage cuivre-zinc) [13].

f. La corrosion érosion :

La corrosion-érosion est un phénomène résultant de l'action combinée d'une réaction électrochimique et d'une usure mécanique due à l'écoulement rapide d'un fluide. Dans le cas de l'alliage d'aluminium 3003, exposé à une solution d'éthylène glycol et d'eau sous l'effet d'un jet d'impact, il a été observé que l'érosion mécanique prédominait, représentant entre 92% et 97% du taux total de corrosion-érosion. L'augmentation de la vitesse d'écoulement et de la concentration en particules solides accentue significativement la perte de matière, en particulier pour les métaux tendres ou ceux dont la résistance à la corrosion dépend d'un film de surface passif [14].

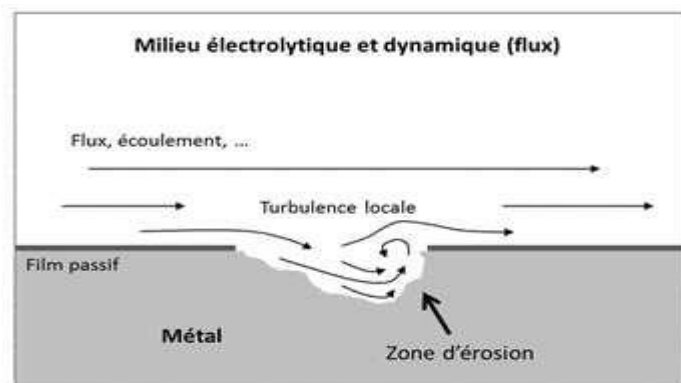


Figure I.9 : Aspect et mécanisme de la corrosion-érosion [14].

g. Corrosion frottement (tribocorrosion) :

La corrosion par frottement, ou tribocorrosion, désigne la dégradation des matériaux métalliques résultant de l'action combinée du frottement mécanique et de la corrosion électrochimique. Elle se produit principalement à l'interface entre deux surfaces en mouvement relatif sous l'effet de vibrations et de charges compressives. Ce phénomène est accentué en présence d'un mouvement de frottement continu dans un environnement corrosif [15].

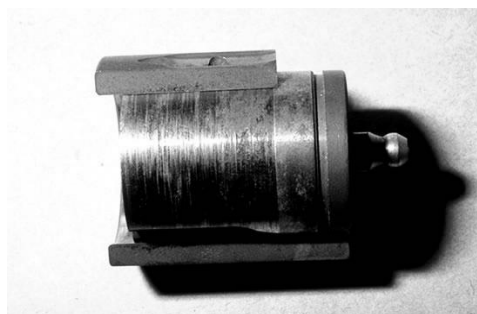


Figure I.10 : La tribocorrosion [15].

h. La corrosion sous contrainte :

La corrosion sous contrainte est un phénomène dans lequel la fissuration du métal résulte de l'action combinée d'une contrainte mécanique et d'un environnement corrosif. Cette forme de corrosion est particulièrement dangereuse sous l'effet des contraintes de traction, qui peuvent entraîner la défaillance complète de la pièce. Les contraintes de compression, en revanche, ont un effet protecteur contre ce type de corrosion [16].

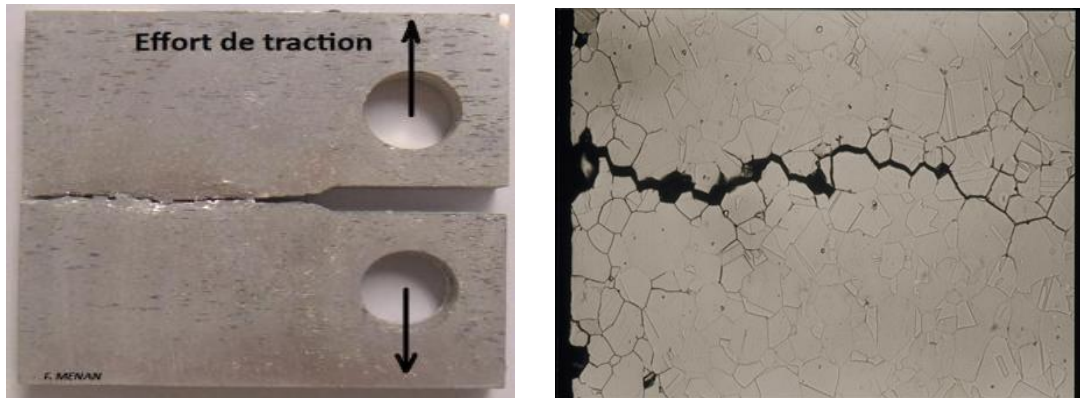


Figure I.11 : La corrosion sous contrainte [16].

i. Fragilisation par hydrogène :

La fragilisation par l'hydrogène correspond à l'accumulation d'atomes d'hydrogène dans le réseau métallique, générant de fortes pressions internes susceptibles de provoquer une rupture tardive du matériau. Ces atomes proviennent généralement du milieu ambiant, de processus d'électrolyse ou de corrosion électrochimique [17].



Figure I.12 : La fragilisation par hydrogène d'une pièce métallique [17].

I.1.5 Facteurs de corrosion :

La corrosion est un phénomène complexe influencé par de nombreux facteurs, souvent interdépendants. Ces facteurs peuvent être internes ou externes et se répartissent en plusieurs catégories :

- ✓ **Les facteurs environnementaux** : ils déterminent le type d'attaque corrosive, tels que la température, la pression, le pH, la teneur en oxygène, la présence d'impuretés, etc.
- ✓ **Les facteurs métallurgiques** : Ils sont liés à la nature même du matériau, notamment sa composition chimique (type d'alliage) et les traitements thermiques qu'il a subis.
- ✓ **Facteurs liés aux conditions d'utilisation** : l'état de surface des pièces, leur forme, les contraintes mécaniques jouent un rôle important dans le comportement à la corrosion.
- ✓ **Les facteurs liés au temps** : Au fil du temps, certains facteurs peuvent évoluer, comme le vieillissement du matériau, la diffusion de gaz comme l'oxygène ou le dioxyde de carbone, ou la dégradation des revêtements de protection comme la peinture [7].

I.2 Les inhibiteurs de corrosion :

I.2.1 Définition :

La norme ISO 8044 définit un inhibiteur de corrosion comme "une substance chimique ajoutée au système de corrosion à une concentration choisie en fonction de son efficacité, entraînant une diminution de la vitesse de corrosion sans modifier de manière significative la concentration de tout agent corrosif contenu dans le milieu agressif" [18].

Les inhibiteurs de corrosion sont des substances bien connues qui sont depuis longtemps largement utilisées dans l'industrie. Ils ralentissent le processus de corrosion sans modifier les conditions environnementales ou les concentrations d'agents corrosifs présents [19].

I.2.2 Fonctions essentielles :

En résumé, un inhibiteur de corrosion doit répondre à plusieurs critères essentiels :

- Ralentir la corrosion du métal : Il doit protéger le métal en ralentissant sa détérioration.
- Être stable dans son environnement : Il ne doit pas interagir avec les autres éléments qui l'entourent, ni les perturber.
- Ne pas altérer la stabilité des substances environnantes : Il ne doit pas affecter ou déstabiliser les autres composants de l'environnement dans lequel il est utilisé.
- Rester stable à la température d'utilisation : Il doit fonctionner efficacement sans se dégrader ni perdre ses propriétés, même à la température prévue pour son utilisation.
- Fonctionner efficacement à de faibles concentrations : Il doit être capable de remplir sa fonction même lorsqu'il est utilisé en petites quantités.

- Respecter les normes de sécurité : Il doit être conforme aux règles et exigences de sécurité, afin de garantir qu'il n'est pas dangereux pour l'utilisateur ou l'environnement [20].

I.2.3 Classification d'inhibiteurs :

Les inhibiteurs de corrosion peuvent être classés de différentes manières, en fonction de leur nature chimique, de leur mode d'action électrochimique ou des mécanismes par lesquels ils interagissent avec la surface du métal. Voici un aperçu clair et structuré des différentes classes d'inhibiteurs [21] :

I.2.3.1 Classification selon la nature chimique des inhibiteurs :

a. Inhibiteurs inorganiques :

Les composés inorganiques sont généralement utilisés dans des environnements neutres ou alcalins, plus rarement dans des environnements acides. Ces composés contiennent souvent de l'oxygène dans leur structure. Cependant, leur utilisation est de plus en plus limitée en raison de leur forte toxicité. Aujourd'hui, leur utilisation est principalement concentrée sur des systèmes spécifiques, tels que les circuits fermés [22].

b. Inhibiteurs organiques :

Les inhibiteurs organiques représentent une alternative prometteuse aux inhibiteurs inorganiques, car ils sont moins toxiques pour l'environnement. Ces composés agissent en formant une barrière protectrice continue, bien que mince, à la surface du métal par un phénomène d'adsorption. Cette barrière empêche le contact direct entre le métal et l'environnement corrosif. Les inhibiteurs organiques sont souvent dérivés de sous-produits de l'industrie pétrolière. Ils contiennent des atomes actifs tels que l'azote (N), le soufre (S), le phosphore (P) ou l'oxygène (O), qui permettent l'échange d'électrons avec le métal [23].

I.2.3.2 Classification selon le mécanisme d'action électrochimique :

Lorsque les inhibiteurs de corrosion sont classés en fonction de leur mécanisme d'action électrochimique, ils peuvent être divisés en trois grandes catégories [24] :

a. Inhibiteurs cathodiques :

Ces inhibiteurs ralentissent les réactions de corrosion cathodique ou précipitent sélectivement dans les zones cathodiques où le pH augmente (en raison de la libération d'ions hydroxyde). Leur action consiste à :

- La diminution de la vitesse des réactions de réduction, déplaçant le potentiel de corrosion vers des valeurs plus négatives.
- Occupation des zones cathodiques, en augmentant l'impédance locale et bloquant la diffusion des espèces réductibles [25].

b. Inhibiteurs anodiques :

Les inhibiteurs anodiques, également appelés inhibiteurs de passivation, sont généralement des substances oxydantes. Ils protègent le métal en modifiant son comportement électrochimique par le biais d'un certain nombre de mécanismes :

- Déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs plus élevées, favorisant la formation d'un film passif protecteur.
- Stabilisation ou réparation des couches d'oxyde passives existantes.
- Réduction de l'absorption d'ions agressifs (tels que les ions chlorure) à la surface du métal [26].

c. Inhibiteurs mixtes :

Les inhibiteurs mixtes ne se limitent pas à une seule réaction électrochimique : ils agissent à la fois sur les processus anodiques et cathodiques. Leur efficacité repose sur leur capacité à s'adsorber à la surface du métal et à former une couche protectrice. Ce phénomène dépend de la structure chimique de l'inhibiteur et des caractéristiques physiques de la surface métallique (morphologie, rugosité, composition) [27].

I.2.3.3 Classification selon les mécanismes d'action interfaciale :

a. Formation de couches moléculaires adsorbées :

Cette catégorie comprend principalement les molécules organiques, qu'elles soient d'origine naturelle ou synthétique. Ces molécules possèdent des atomes actifs (tels que N, O, P ou S) capables d'échanger des électrons avec le métal. Elles se fixent à la surface du métal par adsorption, créant ainsi une barrière protectrice. L'efficacité de ces inhibiteurs dépend de leur capacité à s'adsorber correctement et de l'orientation qu'ils adoptent sur la surface [28].

b. Formation d'une couche tridimensionnelle ou d'un film par précipitation :

Certains inhibiteurs agissent en précipitant une couche protectrice insoluble à la surface du métal. Ce phénomène, connu sous le nom de "réaction de conversion", implique l'oxydation du

métal par l'oxygène dissous ou un autre oxydant, suivie de la précipitation d'un composé insoluble en présence de l'inhibiteur. Un exemple typique est celui des phosphates, qui forment un film protecteur durable [29].

I.3 Méthodes d'études de la corrosion :

La corrosion a été étudiée à l'aide de mesures gravimétriques de perte de masse et de méthodes électrochimiques. L'effet de la concentration de l'inhibiteur, du temps d'immersion et de la température sur la vitesse de corrosion a été déterminé, de même que le mécanisme d'action et les paramètres thermodynamiques de l'adsorption [30].

I.3.1 Gravimétrie :

Il s'agit d'une méthode très simple qui ne nécessite pas d'équipement important. Elle ne nécessite qu'une balance électronique, très sensible aux faibles pertes de poids. Le principe consiste à déterminer la vitesse de corrosion et l'efficacité de l'inhibiteur en présence de ce dernier. L'inhibiteur est ajouté à la solution corrosive. La méthode est basée sur la mesure de la perte de masse (Δm) subie par un échantillon de surface (S) échantillon, pendant un temps d'immersion (t) dans une solution corrosive maintenue à température constante.

La vitesse de la corrosion est calculée par la relation suivante :

$$V_{corr} = \frac{\Delta m}{S * t} \quad (I.1)$$

$$\Delta m = m_0 - m_f \quad (I.2)$$

Où :

m_0 : masse initiale de l'échantillon avant immersion dans la solution (mg).

m_f : masse finale de l'échantillon après immersion dans la solution (mg).

S : surface de l'échantillon en (cm^2).

t : temps d'immersion d'échantillon dans la solution en (h).

V_{corr} : vitesse de corrosion ($mg\ cm^{-2}\ h^{-1}$).

L'efficacité inhibitrice est donnée par la relation suivante :

$$EI \% = \frac{V_{corr} - V_{corr}^{inh}}{V_{corr}} * 100 \quad (I.3)$$

Où :

V_{corr} et V_{corr}^{inh} : Représentent respectivement les vitesses de corrosion en l'absence et en présence de l'inhibiteur testé [31].

I.3.2 Méthodes électrochimiques :

Les méthodes électrochimiques utilisées pour l'étude du phénomène de corrosion peuvent être classées en deux catégories [32] :

I.3.2.1 Méthodes stationnaires :

Les techniques stationnaires sont utilisées pour étudier un système dans son état d'équilibre quasi-thermodynamique. Elles prennent en compte tous les couples redox.

j. I.3.2.1.1 Suivi du potentiel en circuit ouvert (P.C.O) :

Également appelé potentiel à l'abandon ou potentiel libre, le potentiel de circuit ouvert (PCO) est l'une des grandeurs électrochimiques les plus simples et directement mesurables. Cette technique consiste simplement à observer l'évolution du potentiel électrique d'un matériau au cours du temps lorsqu'il est immergé dans un milieu donné, sans appliquer de courant. Elle présente l'avantage de ne pas perturber le système étudié, ce qui est en fait une méthode entièrement non invasive. La mesure se fait par rapport à une électrode de référence, en l'occurrence une électrode de calomel saturée (Hg/Hg₂Cl₂/KCl). Elle ne nécessite que deux électrodes : l'électrode de travail et l'électrode de référence. La surveillance du potentiel en circuit ouvert fournit des informations préliminaires sur les phénomènes qui se produisent à l'interface entre le métal et l'électrolyte, tels que la corrosion, la passivation, etc.

La mesure du potentiel en circuit ouvert permet également de déterminer le temps d'immersion nécessaire pour atteindre un état stable, condition préalable à l'utilisation d'autres techniques électrochimiques telles que la polarisation linéaire ou l'impédance électrochimique. Cet état d'équilibre est atteint lorsque le potentiel mesuré reste stable dans le temps.

La valeur stable ainsi obtenue correspond au potentiel de corrosion (E_{corr}). Cependant, si cette mesure est utile pour identifier la présence de corrosion, elle ne fournit aucune information sur la vitesse du processus, c'est-à-dire sur la cinétique électrochimique [33].

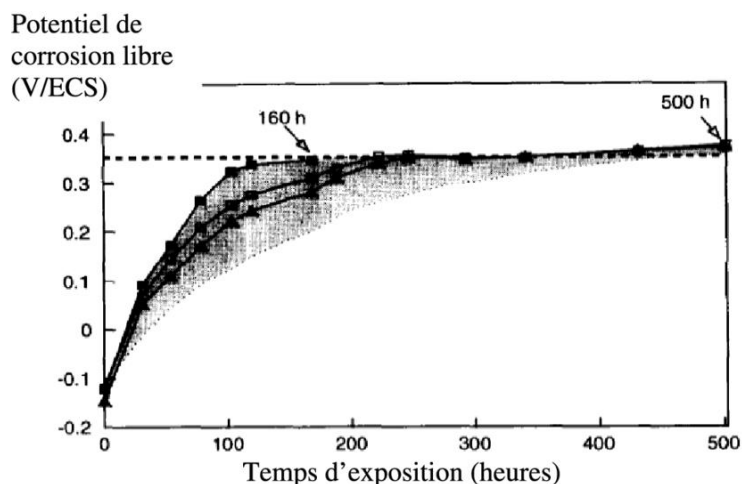


Figure I.13 : Evolution du potentiel E en fonction de temps [33].

k. I.3.2.1.2 Courbe de polarisation :

Les courbes de polarisation sont un outil essentiel pour analyser la cinétique électrochimique à l'interface entre un métal et une solution. Ces courbes permettent de mettre en évidence l'étape limitante dans le processus global de corrosion ou de réaction électrochimique.

Pour les obtenir, nous utilisons un potentiostat, qui applique une série de potentiels contrôlés entre une électrode de travail (le métal étudié) et une électrode de référence. Le courant généré est ensuite mesuré entre l'électrode de travail et la contre-électrode.

Cette technique permet de déterminer avec précision plusieurs paramètres électrochimiques importants, tels que :

- Le courant de corrosion (i_{corr})
- Le potentiel de corrosion (E_{corr})
- Les pentes de Tafel
- La résistance de polarisation (R_p)
- Les courants limites de diffusion

La méthode est relativement simple à mettre en œuvre et fournit des résultats rapides. Elle est particulièrement utile pour évaluer les vitesses de corrosion, directement liées à la cinétique électrochimique du système. On distingue trois grands types de cinétique :

- Cinétique de transfert de charge (activation),
- Cinétique mixte (transfert de charge et diffusion),

- Cinétique de diffusion pure.

Pour analyser plus clairement ces comportements, on utilise souvent une échelle logarithmique pour la densité de courant. Cela révèle une relation linéaire entre le logarithme de la densité de courant et le potentiel [33].

I.3.2.1.2.1 Méthode de Tafel :

La méthode Tafel, souvent utilisée en électrochimie, permet la détermination expérimentale de paramètres de corrosion importants tels que le courant de corrosion et le coefficient de transfert de charge.

Elle est basée sur une version simplifiée de l'équation de Butler-Volmer, qui relie le courant mesuré à la surtension (la différence entre le potentiel appliqué et le potentiel de corrosion), notée $\eta = E - E_{\text{corr}}$.

Lorsque la surtension est suffisamment importante (positive ou négative), l'équation de Butler-Volmer se simplifie et devient linéaire sous forme logarithmique. C'est ce qu'on appelle la loi de Tafel. En traçant le $\log(i)$ en fonction de η , on obtient une droite dont la pente et l'ordonnée à l'origine permettent de déduire :

- Courant d'échange i_0 qui représente l'intensité de la réaction à l'équilibre,
- Et les coefficients de transfert de charge, qui nous renseignent sur la cinétique de la réaction électrochimique.

Donnée par la formule simplifiée de l'équation fondamentale de Butler-Volmer :

$$I = I_a + I_c = I_{\text{corr}} \left(\exp\left(\frac{2,303}{b_a} \eta\right) - \exp\left(\frac{-2,303 * RT}{b_c}\right) \right) \quad (I.4)$$

Où :

I_a et I_c sont les densités des courants partiels anodique et cathodique, I_{corr} le courant de corrosion, b_a et b_c les pentes de Tafel des réactions anodique et cathodique telles que :

$$b_a = \frac{2,303 * RT}{\alpha nF} \quad (I.5)$$

$$b_c = \frac{2,303 * RT}{(1 - \alpha)nF} \quad (I.6)$$

« F » étant la constante de Faraday, « R » la constante universelle des gaz parfaits, « T » la température absolue, le nombre d'électrons transférés, et α le coefficient de transfert de charge.

Lorsque la surtension anodique (η_a) ou cathodique (η_c) devient significative - c'est-à-dire supérieure à 100 mV en valeur absolue - l'un des deux courants (anodique ou cathodique) devient négligeable par rapport à l'autre. Dans ce cas, le courant mesuré est essentiellement le courant partiel, anodique ou cathodique.

Dans ces conditions, la relation de Butler-Volmer peut être simplifiée. Il en résulte une expression qui relie la surtension à l'électrode au logarithme de la densité de courant mesurée. Cette relation simplifiée est connue sous le nom de loi de Tafel :

$$\text{Log } I = a + \frac{\eta_a}{b_a} \quad (I.7)$$

$$\text{Log } I = a + \frac{\eta_c}{b_c} \quad (I.8)$$

Où:

'a' est une constante. L'extrapolation, au potentiel de corrosion, des droites de Tafel fournit le courant de corrosion I_{corr} [33].

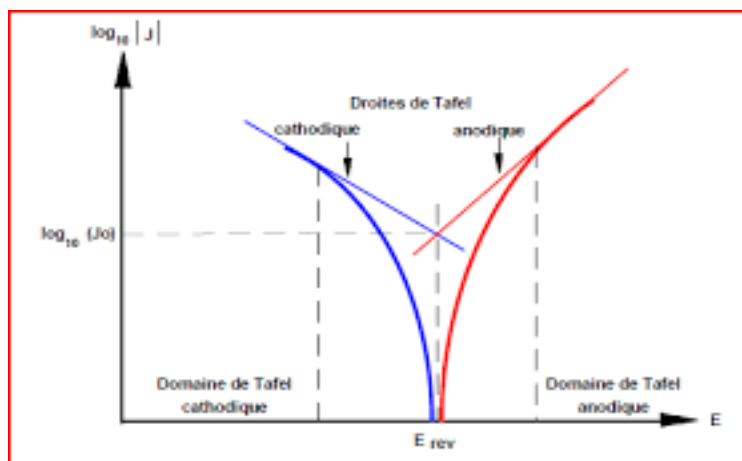


Figure I.14 : Droites de Tafel -La corrosion [34].

I.3.2.2 Méthodes électrochimiques transitoires : Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) :

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique puissante pour analyser le comportement des interfaces métal/électrolyte, notamment dans les phénomènes de corrosion

et d'adsorption d'inhibiteurs. Elle consiste à appliquer une perturbation sinusoïdale de faible amplitude à un système électrochimique, et à analyser la réponse du courant, ce qui permet de déterminer l'impédance du système.

L'analyse du spectre résultant, souvent représenté sous la forme d'un diagramme de Nyquist, fournit des informations précieuses telles que :

- La résistance de la solution (R_s),
- La résistance au transfert de charge (R_{ct}),
- La capacité de la double couche (C_{dc}).

En modélisant le système à l'aide d'un circuit électrique équivalent (CEE), composé d'éléments tels que des résistances, des condensateurs et éventuellement des inductances, il est possible de mieux comprendre les mécanismes électrochimiques impliqués, notamment le processus d'adsorption des inhibiteurs à la surface du métal.

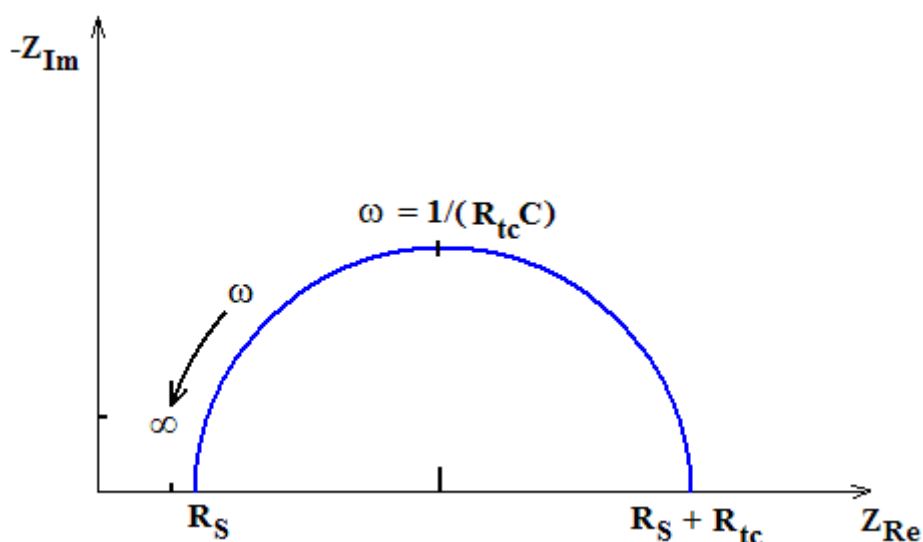


Figure I .15 : Diagramme de Nyquist[34].

L'efficacité inhibitrice (EI%) peut être calculée à partir de la relation suivante :

$$EI \% = \frac{R_{tc} - R_{tc}^{\circ}}{R_{tc}} \times 100 \quad (I.9)$$

Où :

R_{tc}° : est la résistance au transfert de charge en l'absence de l'inhibiteur, et R_{tc} en sa présence.

Le diagramme d'impédance permet d'accéder aux paramètres caractéristiques du système. En présence d'un inhibiteur adsorbé, le spectre d'impédance est modifié [34].

Chapitre II :

Partie Expérimentale

II.1 Description de la plante étudiée et procédés d'extraction :

II.1.1 Présentation de l'espèce étudiée :

II.1.1.1 Définition de plante :

Le laurier-rose, scientifiquement connu sous le nom de *Nerium oleander L.*, est un arbuste ornemental à feuillage persistant, appartenant à la famille des *Apocynaceae*. Il se caractérise par une silhouette dense et bien ramifiée, et peut atteindre entre 2 et 5 mètres de hauteur. Ses feuilles allongées et coriaces sont disposées face à face ou par trois, avec une face supérieure vert foncé et une face inférieure d'un vert plus clair. En été, la plante fleurit abondamment : ses fleurs, souvent parfumées, apparaissent en grappes terminales et se déclinent dans de nombreuses nuances ; blanc, rose, rouge, jaune ou saumon. Résistant à la sécheresse grâce à un système racinaire bien développé, le laurier-rose est fréquemment utilisé pour les aménagements paysagers dans les régions chaudes. Cependant, il est important de noter que toutes les parties de la plante sont toxiques en raison de la présence d'alcaloïdes cardiotoniques, et qu'il convient donc de les manipuler avec précaution [35].

II.1.1.2 Description botanique et classification :

Nerium oleander L., communément appelé laurier-rose, est un arbuste persistant, parfois un petit arbre, atteignant entre 2 et 5 mètres de hauteur, présentant avec un port dense et ramifié. Ses branches souples présentent une écorce lisse, de couleur vert pâle à gris clair, et libèrent un latex blanc et laiteux lorsqu'elles sont sectionnées. Les tiges portent à chaque nœud deux ou trois feuilles étroites, elliptiques, à marges entières, insérées sur de courts pétioles. La plante développe un système racinaire étendu, ce qui la rend utile pour la stabilisation des sols, en particulier dans les régions chaudes. Les feuilles, coriaces, sont opposées ou disposées en verticilles. Elles mesurent de 5 à 20 cm de long, avec un dessus vert foncé et un revers plus clair. Leur nervation secondaire est pennée, dense et serrée. Avant de tomber, elles prennent une teinte jaunâtre. Les fleurs apparaissent en grappes à l'extrémité des branches. Elles mesurent environ 5 cm de diamètre, possèdent cinq pétales, et se déclinent en une grande variété de couleurs : lilas, rouge, saumon, carmin, rose foncé, rose pâle, violet, cuivre, abricot, orange, blanc, jaune, ou encore sous bicolores. Certaines sont parfumées, d'autres ne le sont pas. La floraison s'étend de juin à septembre [36].



Figure II .1 : Aspect général de *Nerium oleander L.*

- **Classification systématique :**

La classification systématique de *Nerium oleander L.* est présentée dans le tableau II.1 [37].

Tableau II.1 : Classification taxonomique de *Nerium oleander L.*

Rang taxonomique	Nomenclature
Règne	Plantae
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Gentianales
Famille	<i>Apocynaceae</i>
Genre	<i>Nerium</i>
Espèce	<i>Nerium oleander L.</i>

II. 1.1.3 Répartition géographique :

Nerium oleander L. originaire du Proche-Orient, est largement répandu dans les pays du pourtour méditerranéen. Il pousse spontanément sur les berges rocailleuses des rivières et

parfois dans les zones côtières. Résistant à la sécheresse et apprécié pour ses fleurs décoratives, il est commun en Afrique du Nord, notamment en Algérie, où il se développe sur les terrains rocailloux et les alluvions, jusqu'aux oueds sahariens ainsi qu'aux massifs du Tassili et du Hoggar. Aujourd'hui, on le trouve dans de nombreuses régions au climat méditerranéen ou subtropical (comme la Californie et l'Australie), où il est fréquemment cultivé comme plante ornementale [38].

La carte présentée dans la figure (II.2) montre le site de récolte du plante situé dans la commune de Hasnaoua, wilaya de Bordj Bou Arreridj.

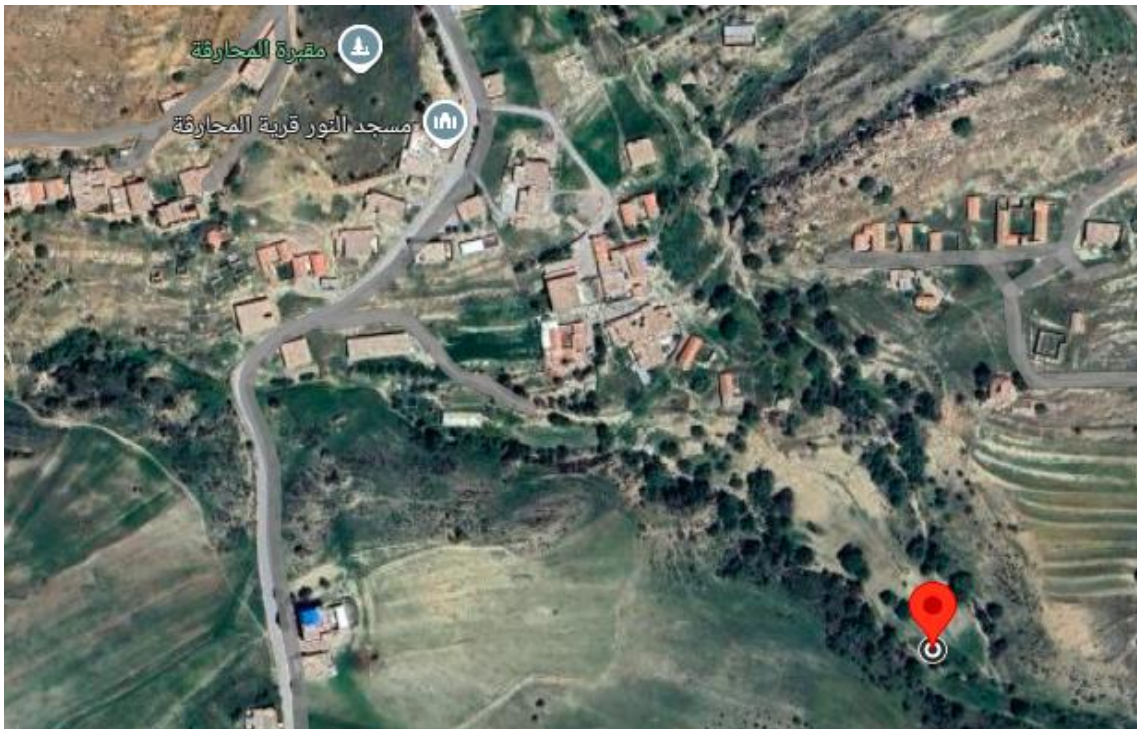


Figure II.2 : Carte géographique de site de récolte.

II.1.1.4 Toxicité du *N. oleander L.* :

Nerium oleander L. est une plante hautement toxique : toutes ses parties (feuilles, fleurs, tiges) peuvent provoquer un empoisonnement grave, voire mortel, chez l'homme et les animaux. Des intoxications accidentelles, notamment chez les enfants et les animaux domestiques, sont fréquentes, mais des cas de suicides et d'empoisonnements criminels ont aussi été signalés. Une seule feuille, même sèche, peut être létale pour un adulte. Les symptômes peuvent apparaissent jusqu'à 72 heures après ingestion et incluent troubles digestifs, cardiaques, neurologiques et parfois des brûlures cutanées. Cette toxicité est due à la présence d'hétérosides cardiotoniques dans la plante [38].

II.2 Extraction solide-liquide :

II.2.1 Définition :

L'extraction solide-liquide est une opération unitaire qui permet de transférer un ou plusieurs constituants solubles d'un solide vers un solvant liquide [39]. Elle repose sur la diffusion des composés cibles à travers la matrice solide vers la phase liquide, appelée solvant, selon leur solubilité [40]. L'efficacité de ce transfert dépend de plusieurs paramètres tels que la température, la nature du solvant et la surface de contact entre les deux phases [40].

Ce procédé est couramment utilisé dans des domaines variés tels que l'agroalimentaire, la pharmacie, la parfumerie et l'environnement [39]. Il exploite les différences de solubilité pour séparer des composés d'intérêt présents dans une matrice solide [41].

II.2.2 Mécanisme de l'extraction :

L'extraction solide-liquide se déroule en trois étapes principales :

- Humidification du solide par le solvant.
- Diffusion interne du composé soluble depuis l'intérieur de la particule vers sa surface.
- Diffusion externe du soluté vers le solvant environnant [42].

II.2.3 Facteurs influençant les performances de l'extraction :

L'extraction des composés présents dans les plantes dépend de plusieurs facteurs liés à la matière végétale, au solvant utilisé, et aux conditions opératoires :

- **Le solide (la plante) :** Sa taille et sa structure influencent fortement le transfert. Plus la plante est finement broyée, plus l'extraction est rapide car les molécules diffusent plus facilement. Cependant, pour certaines plantes, un broyage excessif peut détruire des structures essentielles et entraîner des pertes.
- **Le soluté (composé à extraire) :** Sa nature chimique, sa localisation dans la plante et sa liaison avec d'autres substances influencent son extraction. Ces caractéristiques peuvent varier selon les conditions de culture ou de récolte.
- **Le solvant :** Le choix du solvant est crucial. Il doit bien dissoudre les composés ciblés, être sûr (non toxique, stable, peu coûteux), et faciliter les opérations d'extraction. Le dioxyde de carbone supercritique est considéré comme l'un des meilleurs solvants, bien qu'il ne soit pas toujours utilisé.

- **La température** : Elle améliore généralement la solubilité et la diffusion, mais ne doit pas être trop élevée pour éviter la dégradation des composés.
- **L'agitation** : Elle favorise le contact entre le solvant et la plante, accélérant le transfert.
- **Le pH** : Il influence la solubilité de certains composés et peut même provoquer des transformations chimiques.
- **L'hydromodule (rapport entre la quantité de solvant et de plante)** : Un bon équilibre favorise l'extraction, mais une quantité excessive de solvant n'apporte pas nécessairement de bénéfice supplémentaire [42].

II.3 Préparation du matériel végétal :

II.3.1 Séchage :

La partie aérienne utilisée a été séchée pendant 24 heures à 40°C dans une étuve, puis déposées dans un endroit sec.



Figure II.3 : Séchage de la plante *Nerium oleander L.*

II.3.2 Broyage :

Les feuilles de la plante ont été broyées manuellement à l'aide d'un broyeur domestique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Cette dernière a été conservée dans un sac en papier propre, fermé et stocké jusqu'à son utilisation.



Figure II.4 : Broyage de la plante *Nerium oleander L.*

On a utilisé cette poudre pour réaliser les différents tests phytochimiques, la détermination des alcaloïdes et les activités biologiques (activité antioxydante).

II.3.3 Récolté et identification des plantes :

La partie aérienne de *Nerium oleander L.* a été récoltée le 1 Mars 2025 dans l'oued de Meharga ; commune Hasnaoua wilaya de Bordj Bou Arreridj.

Tableau II.2 : Données géographique de site de récolte.

Espèce	Etage bioclimat	Latitude	Longitude
<i>Nerium Oleander L.</i>	Semi-aride	4,781397	36,174247

II.4 Appareils Utilisés :

Le Tableau II.3 représente les appareils et les instruments utilisés.

Tableau II.3: Appareils et instruments utilisés.

Appareils	Caractéristiques
Balance de précision	Kern, 0.001 g, $m_{max}=220$ g
Rota vapeur	Buchi R-210
Spectrophotomètre ultraviolet – visible	UV-1900i 240 V
Plaque chauffante et Agitation	
Etuve	
pH mètre	

Potentiostat / Galvanisât	SP 300
Electrode de référence	Electrode Ag /AgCl
Contre -électrode	Electrode en platine
Electrode de travail	Disque en acier XC48

II.5 Méthodes d'extraction :

II.5.1 Macération :

Une quantité de 100 g de poudre végétale a été introduite dans un erlenmeyer contenant 500 ml de solvant (éthanol 70 % et eau froide 30 %). L'ensemble a été macéré pendant 24 heures. L'extrait récupéré par filtration est soumis à une évaporation à 40°C. Cette opération a été répétée deux fois.

II.5.2 Infusion :

Nous avons effectué une infusion décoction aqueuse à 10 %. Une quantité de 10 g de poudre végétale ont été mis en contact avec 100 ml d'eau distillée et porté à ébullition pendant 2 h. Le mélange refroidi a été filtré puis desséché dans une étuve à 40°C.

II.5.3 Rendement de l'extraction :

Le calcul des rendements est effectué selon la formule :

$$R (\%) = \left[\frac{M_{\text{extrait}}}{M_{\text{plante}}} \right] \cdot 100 \quad (II.10)$$

R : Rendement exprimé en %.

M_{extrait} : Masse en gramme de l'extrait sec résultant.

M_{plante} : Masse en gramme du matériel végétal à traiter.

II.6 Screening phytochimique :

Le screening est une technique chimique permettant de déterminer les différents groupes contenus dans un organe végétal. Il est basé sur des réactions colorées ou de précipitation par des réactifs chimiques spécifiques réalisées sur les extraits reconstitués à partir de la poudre et des extraits de chaque plante.

➤ Test des saponosides :

Un mélange d'un gramme de poudre végétale avec 40 ml d'eau distillée a été chauffé à 100°C sous agitation durant 15 min, puis la solution a été laissée jusqu'au refroidissement pour la filtration, elle est déposée dans un tube à essai et comparée avec un témoin qui contient l'eau distillée. Agiter le tube pendant 1 min et laisser reposer (15 min), la formation d'une mousse indique la présence des saponosides.

➤ Test des flavonoïdes :

Macérer 1 g de poudre végétale dans 30 ml de solution d'acide hydrochlorique (HCl) 1 % puis filtrer, le filtrat obtenu a subi le test suivant :

Test aux hydroxydes de potassium : prendre 5 ml de filtrat et ajouter quelques gouttes de solution d'hydroxyde de potassium (KOH) 4 %, l'apparition de la couleur jaune indique la présence des flavonoïdes.

➤ Test des cardinolides :

Prendre 1 g de poudre végétale, 20 ml d'eau distillée, mélanger et laisser macérer pendant 24 h, filtrer sur papier filtre et prélever 10 ml de filtrat. Ensuite, ajouter une solution de 10 ml d'un mélange de 5 ml de chloroforme et 5 ml d'éthanol et à l'aide d'une ampoule à décanter séparer la phase aqueuse et la phase organique, cette dernière est évaporée jusqu'à la sécheresse, le sédiment se dissout dans 3 ml d'acide acétique glacial, puis ajouter quelques gouttes de chlorure de fer ($FeCl_3$) et 1 ml d'acide sulfurique concentré sur la paroi de tube, l'apparition de la couleur verte bleuâtre dans la couche acide indique la présence de cardinolides dans notre plante.

➤ Test des tanins :

Peser 1 g de poudre végétale de la plante et extraire avec 50 % d'éthanol pendant 24 heures, le filtrat a été soumis au test suivant :

Test au chlorure de fer : Prendre 3 ml de l'extrait éthanolique (le filtrat) et ajouté quelques gouttes de solution de chlorure de fer ($FeCl_3$). L'apparition de la couleur verte foncé ou bleu-vert indique la présence des tanins.

➤ Test des stéroïdes et triterpènes :

Prendre 1 g de poudre végétale et extraire par l'éthanol 70 %. Après 24 heures l'extrait est filtré et évaporé dans un rotavapeur rotatif, le résidu obtenu a été solubilisé dans 20 ml de chloroforme, on obtient une solution, ajouter à cette dernière 1ml d'acide sulfurique concentré lentement sur la paroi de tube, l'apparition de couleur jaune qui devenue rouge indique la présence des dérivés stéroïdiques et triterpéniques.

➤ Test des alcaloïdes :

Dans un erlenmeyer prendre 1 g de poudre végétale, 5ml d'acide sulfurique concentré et le diluer à 10 % avec de l'eau distillée, l'ensemble a été mélangé et macéré pendant 24 h, à une température ambiante, la solution a été filtré et le résidu a été lavé à l'eau distillée de manière à obtenir 5 ml de filtrat.

Dans un tube à essai prendre 1ml de filtrat et ajoutée quelques gouttes de réactif de Dragendorff, l'apparition d'un précipites indique la présence des alcaloïdes.

➤ Dosage des alcaloïdes :

Dans un erlenmeyer dissolver une quantité d'extraits (5 mg) obtenus dans 20 ml d'acide hydrochlorique HCl (0,2 N), ajouter quelques gouttes de rouge de méthyle comme témoin jusqu'au changement de couleur. Pour titrer le mélange, préparer une solution d'hydroxyde de potassium KOH (0,2 N) et remplir la burette par ce dernier, verser petit à petit la solution de KOH sur le mélange précédent jusqu'au changement de la couleur, marquer le volume de KOH versé.

Le pourcentage des alcaloïdes est calculé à la base d'un alcaloïde majoritaire qui est hyoscyamine, on utilise la formule suivante, selon le critère de la pharmacopée Égyptienne :
[43]

$$\text{Alcaloïdes \%} = \frac{\text{Volume d'acide}(0.2N) - \text{Volume de base } (0.2N)}{\text{Poids d'échantillon}(g)} * 0.00587 * 100 \quad (\text{II .11})$$

- N : normalité.
- g : gramme.

- 0,00578 : constante d'hyoscyamine.

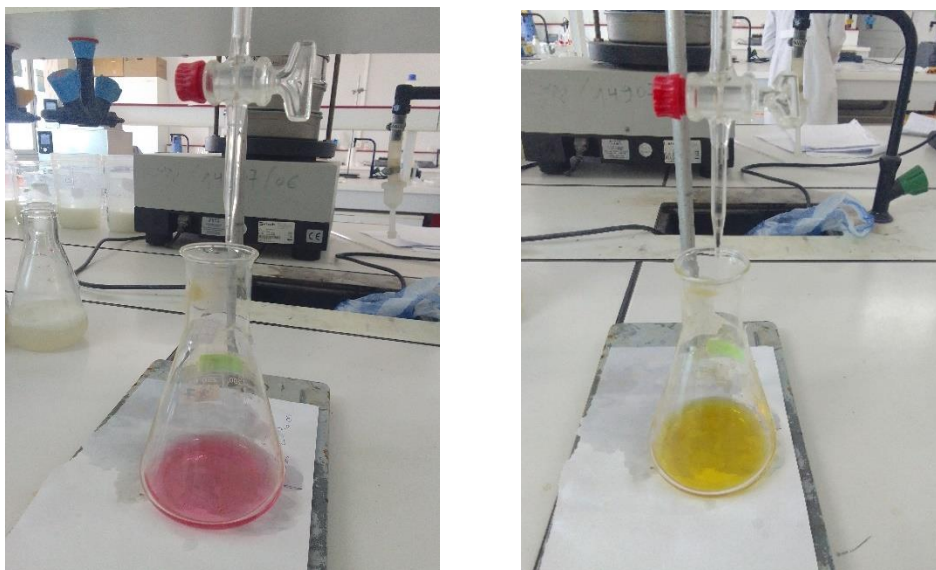


Figure II.5 : Test de dosage des alcaloïdes.

II.7 Détermination de l'activité antioxydant :

Dans le corps humain les radicaux libres se forment constamment. Ils ont été impliqués dans diverses pathologies impliquant des maladies cardiovasculaires, le cancer, des troubles neurologiques, le diabète, le vieillissement et d'autres maladies [44]. Ces radicaux libres instables peuvent être éliminés par des antioxydants qui inhibent le taux d'oxydation et protègent les cellules des dommages [45]. Les antioxydants sont également ajoutés dans les aliments pour prévenir ou retarder l'auto-oxydation lipidique, phénomène radicalaire bien connu et favorisé par oxygène de l'air, la lumière et la température [46]. Malgré l'efficacité des antioxydants synthétiques, leur utilisation est associée à de graves effets néfastes sur la santé, par conséquent, l'utilisation d'extraits de plantes médicinales comme source potentielle d'antioxydant avec des effets secondaires limités ou nuls est une alternative importante pour opérer [44].

II.7.1 Activité scavenger sur le radical 2,2-di phényl-1-picrylhydrazyle (DPPH) :

II.7.1.1 Définition de DPPH :

(2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl) ou bien le DPPH c'est un radical libre et peu stable, sa couleur est violacée, il absorbe à 517 nm. Ce radical se réduit et change de couleur en présence de composés antioxydants. La formation des produits de réaction conduit à une diminution de son pouvoir absorbant après un temps de réaction de 30 min [47].

II.7.1.2 Préparation de la solution du DPPH :

Dissoudre 4 mg de poudre de ce radical dans 100 ml de méthanol. Après dissolution complète, cette solution mère est instantanément enveloppée avec du papier aluminium et conservée jusqu'à l'utilisation. La conservation ne dépasse pas 12 heures [47].

II.7.1.3 Mesure du potentiel antioxydant :

Le test d'inhibition du DPPH a été effectué selon la méthode suivante :

Un volume de 100 μ l d'extraits (à différentes concentrations) est ajouté à un volume de 2,5 ml d'une solution DPPH à 0.04 %. Ce mélange est agité puis laissé au repos. La décoloration, par rapport à un contrôle, est mesurée au spectrophotomètre à 517 nm après incubation à température ambiante, à l'obscurité, pendant 30 minutes [48].

II.8 Caractérisation des extraits obtenus :

II.8.1 Spectroscopie d'absorption UV-Visible :

La spectroscopie UV-Visible est une méthode couramment utilisée pour examiner et identifier les différentes espèces chimiques présentes dans un échantillon, et pour mieux comprendre la nature des liaisons chimiques qu'il contient. Cette analyse repose sur l'utilisation d'un spectrophotomètre.

Dans le domaine des longueurs d'onde UV et visible, l'absorption se produit lorsqu'un électron absorbe l'énergie nécessaire pour passer d'un niveau d'énergie inférieur à un niveau d'énergie supérieur. Ce phénomène s'accompagne souvent de changements dans les niveaux de vibration et de rotation de la molécule. En d'autres termes, l'électron passe d'une orbitale moléculaire à une autre plus énergétique [49].

Le spectre obtenu représente l'absorbance de l'échantillon en fonction de la longueur d'onde sur l'axe des abscisses. Pour nos analyses, nous avons utilisé un spectrophotomètre UV-VIS de type UV-1900i (présenté dans la figure II.6). Le solvant utilisé pour diluer les extraits végétaux étudiés a été soigneusement choisi afin d'éviter toute interférence avec les mesures spectrales.



Figure II.6 : Spectrophotomètre UV-Vis de type UV-1900 i.

II.9 Matériau étudié :

Le matériau choisi pour cette étude est l'acier au carbone XC48, fourni sous forme de barres cylindriques laminées d'un diamètre de 14,5 mm, soit une surface apparente de 1,767 cm². Le XC48, classé parmi les aciers à teneur moyenne en carbone, est largement utilisé dans la construction mécanique générale. Il présente de bonnes propriétés d'usinabilité et peut subir divers traitements thermiques. Sa résistance mécanique est élevée par rapport à celle des aciers doux, mais au détriment de sa ductilité, qui est relativement plus faible.

II.9.1 Préparation de l'électrode de travail :

Afin d'obtenir des résultats fiables et reproductibles, l'électrode de travail a été soigneusement préparée à partir du même acier (XC48). Pour limiter l'exposition à l'électrolyte, seule la surface active de l'électrode a été laissée exposée, le reste du cylindre étant entièrement isolé à l'aide d'un support en téflon. Cette isolation assure une surface de contact constante et évite les interférences dues à l'infiltration de solutions corrosives.

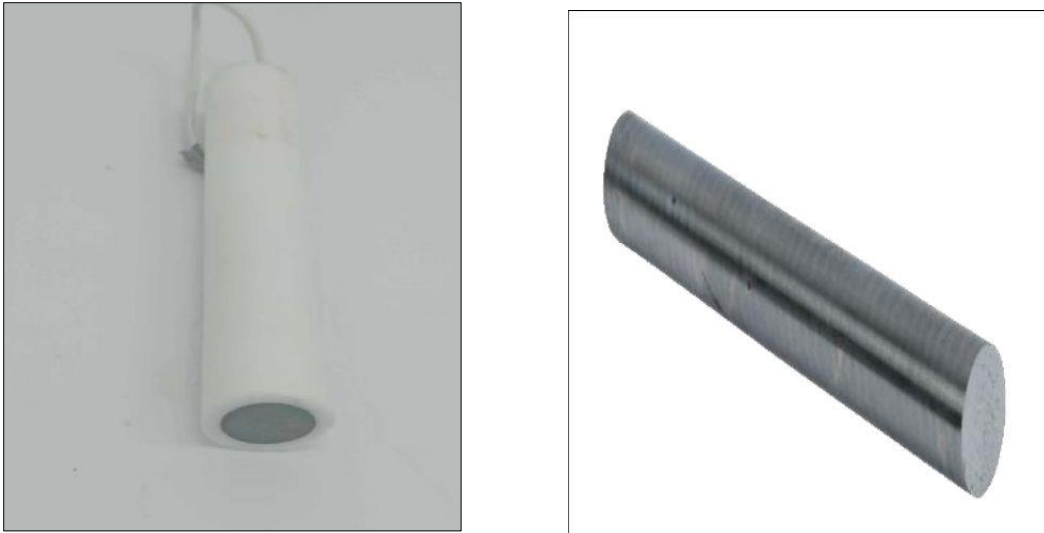


Figure II .7 : Electrode de travail et acier XC48.

La composition chimique (%) est donnée dans le tableau suivant Tableau II.4.

Tableau II.4 : Composition chimique de l'acier au carbone XC48.

Elément	Fe	F	Mn	C	Si	Ni	S	P	Mo
Pourcentage %	98,73	0,777	0,730	0,418	0,245	0,079	0,019	0,016	0,012

Les caractéristiques mécaniques moyennes (état normalisé) de l'acier XC48 sont données dans le Tableau II.5 suivant :

Tableau II.5 : Les caractéristiques mécaniques moyennes (état normalisé) de l'acier XC48.

Rm (N /mm ²)	Re (N /mm ²)	A%
275-340	275-340	14-16

II.9.2 Préparation de la surface des électrodes :

Les échantillons ont d'abord été polis mécaniquement à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie décroissante, jusqu'à 2500 grains, afin d'obtenir une surface lisse et uniforme. Après le polissage, chaque échantillon a été nettoyé à l'acétone pour éliminer toute trace de graisse ou d'impureté, puis rincé soigneusement à l'eau distillée et enfin séché à l'air.

II.9.3 Préparation de la solution corrosive :

La solution corrosive utilisée dans cette étude était une solution 0,5 M d'acide sulfurique (H_2SO_4), préparée à partir d'un acide concentré commercial (96-98 %) dilué avec de l'eau distillée. Une fois préparée, cette solution a été stockée dans des flacons en verre pour préserver sa stabilité chimique.

II.9.4 Solutions contenant l'inhibiteur :

La solution corrosive préparée préalablement à partir de l'acier sulfurique a été utilisée comme référence, sans ajout d'inhibiteur (blanc). Par la suite, différentes concentrations des inhibiteurs étudiés ont été préparées, comprises entre 0.050 et 0.800 g/L, afin d'évaluer leur efficacité dans les mêmes conditions expérimentales.

II.9.5 Dispositif expérimental :

a. Matériel utilisé :

Les expériences électrochimiques ont été réalisées à l'aide d'un Potentiostat / Galvanostat SP300, couplé au logiciel EC-Lab., qui permet de contrôler les mesures, d'enregistrer les données et de les traiter.



Figure II .8 : Potentiostat /Galvanostat SP300.

b. Cellule électrochimique :

Les mesures ont été effectuées dans une cellule électrochimique conventionnelle à trois électrodes contenant 50 ml de solution corrosive, constituée d'acide sulfurique (H_2SO_4 0,5 M), utilisée seule ou en présence d'extraits inhibiteurs (aqueux ou hydroalcoolique) de *Nerium oleander L.*

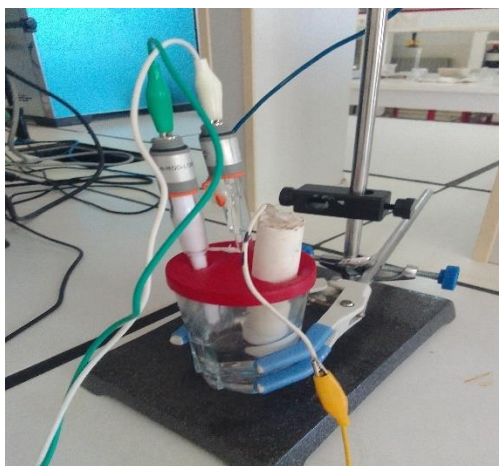


Figure II.9 : Cellule électrochimique à trois électrodes.

- Électrode de travail (ET) : Acier XC48, disque de surface active 1,767 cm².
- Électrode de référence (ER) : électrode Ag/AgCl (argent/chlorure d'argent/KCl saturé), choisie pour son potentiel stable, sa compatibilité avec les milieux aqueux et sa bonne reproductibilité. (Figure II.10)
- Contre-électrode (CE) : en platine, elle ferme le circuit et assure le passage du courant dans la cellule. (Figure II.11)



Figure II.10 : Électrode de référence (ER).



Figure II.11 : Contre-électrode (CE).

II.9.6 Conditions expérimentales :

Avant chaque mesure, l'électrode de travail est immergée dans la solution étudiée pendant 30 minutes pour atteindre un état d'équilibre stable, à une température contrôlée de $25 \pm 1^\circ\text{C}$, en circuit ouvert.

Les courbes de polarisation potentiodynamique sont obtenues en balayant le potentiel de $E_{oc} - 150 \text{ mV}$ à $E_{co} + 150 \text{ mV}$, à une vitesse constante de $0,15 \text{ mV/s}$.

Les mesures d'impédance électrochimique (EIS) sont effectuées autour du potentiel d'équilibre (E_{oc}), dans une gamme de fréquences allant de 100 kHz à 10 mHz, avec un signal sinusoïdal d'amplitude 10 mV.

Chapitre III :

Résultats et discussions

Dans cette section, nous présentons et analysons les résultats obtenus dans le cadre de l'évaluation de l'efficacité inhibitrice de deux extraits naturels de feuilles de *Nerium oleander L.* sur la corrosion de l'acier XC48 en milieu acide (H_2SO_4 0,5 M). L'objectif est de confronter les performances des deux extraits (aqueux et hydroalcoolique) et de mettre en relation leur composition chimique avec leur comportement inhibiteur. Les résultats sont discutés de manière détaillée afin de dégager les paramètres influents et d'identifier le mode d'action des inhibiteurs testés.

III.1 Rendements d'extractions :

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.6 : Rendements d'extraction des feuilles de *Nerium oleander L.* selon le type d'extrait.

Extrait	E_{aqueux}	$E_{\text{hydroalcoolique}}$
Masse d'extrait (g)	1,5882	0,9794
Rendement %	14,5	8,94

L'extrait aqueux présente le meilleur rendement avec une valeur de 14,5 %, contre 8,94 % pour l'extrait hydroalcoolique. Ces résultats indiquent que le taux d'extraction dépend fortement de la nature du solvant et de la méthode employée. On peut ainsi conclure que l'eau constitue un solvant plus efficace que le mélange hydroalcoolique dans le cas des feuilles de *Nerium oleander L.*

III.2 Taux d'humidité :

Le taux d'humidité représente la quantité d'eau contenue dans le matériel végétal frais. Il est déterminé par la perte de masse après séchage à température constante, les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau III.7 : Taux d'humidité du matériel végétal.

Masse initial (g)	Masse finale (g)	Taux d'humidité (%)
24,4299	10,5753	56,71

Le taux d'humidité obtenu est de 56,71 %, ce qui indique que plus de la moitié de la masse du matériel végétal est constituée d'eau. Une telle teneur en eau est typique des feuilles fraîches, et souligne l'importance du séchage préalable pour éviter toute dégradation enzymatique ou microbienne avant l'extraction. La réduction de l'humidité permet ainsi de concentrer les composés actifs et d'améliorer l'efficacité de l'extraction.

III.3 Teste phytochimiques :

Les résultats du screening phytochimique effectué sur les extraits aqueux et hydroalcooliques de *Nerium oleander L.* sont présentés dans le tableau ci-dessous (Tableau III.8). Ce criblage a été réalisé à partir de la poudre végétale épuisée successivement par l'eau et l'éthanol, afin de détecter la présence de différentes familles de métabolites secondaires.

Tableau III.8 : Résultats du screening phytochimique.

Métabolites secondaires	Résultat de présence
Les saponosides	+++
Les flavonoïdes	++
Les cardinolides	-
Les tanins	-
Les stéroïdes et triterpènes	-
Les alcaloïdes	+++






(+++): Réaction très positive.

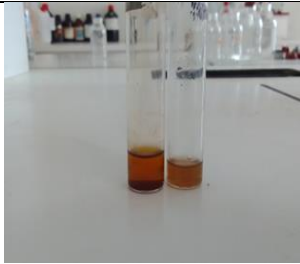
(++): Réaction moyennement positive.

(-): Réaction négative.

L'analyse phytochimique révèle que *Nerium oleander L.* est particulièrement riche en alcaloïdes et en saponosides, avec une teneur modérée en flavonoïdes. En revanche, aucune trace de cardinolides, tanins, stéroïdes ou triterpènes n'a été détectée. Ces résultats indiquent une composition biochimique favorable à une activité inhibitrice de corrosion, notamment grâce à la présence de composés azotés (alcaloïdes) et de surfactants naturels (saponosides), connus pour leur capacité à interagir avec les surfaces métalliques. Les images des réactions de caractérisation sont présentées dans le tableau suivant (Tableau III.9).

Tableau III.9: Résultats visuels des réactions de caractérisation phytochimique.

Famille de métabolites	Observation visuelle	Image
Les saponosides	Apparition de mousse persistante après agitation avec eau distillée chauffée, ce qui confirme leur présence dans la plante.	
Les flavonoïdes	Coloration jaune visible après ajout de KOH 4%, indiquant une présence modérée de flavonoïdes.	
Les cardinolides	Absence de coloration vert bleuâtre après réaction avec H ₂ SO ₄ concentré + FeCl ₃ + acide acétique, indiquant leur absence.	
Les tanins	Absence de coloration vert foncé après ajout de chlorure de fer (FeCl ₃), indiquant l'absence des tanins.	
Les stéroïdes et triterpènes	Aucune coloration verte observée après ajout de H ₂ SO ₄ concentré sur l'extrait dans chloroforme, indiquant leur absence.	

Les alcaloïdes	Précipité brun visible après ajout du réactif de Dragendorff, ce qui confirme la présence marquée des alcaloïdes.	
-----------------------	---	---

➤ Dosage des alcaloïdes :

La teneur en alcaloïdes des extraits de *Nerium oleander L.* a été estimée à 19,96 %, après l'addition du 3 ml de KOH (0,2 N) jusqu'au virage de couleur du rose vers le jaune, en prenant l'hyoscyamine comme alcaloïde de référence.

Cette valeur est relativement élevée, ce qui confirme que cette plante est une source riche en alcaloïdes, ce qui corrobore les résultats du screening phytochimique. Ces composés peuvent fortement interagir avec les surfaces métalliques, expliquant leur efficacité en tant qu'inhibiteurs de corrosion.

III.4 Résultats d'activité antioxydant par les tests au DPPH :

Dans le cadre de cette étude, la méthode du radical libre stable DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) a été choisie pour évaluer l'activité antioxydante des deux extraits de *Nerium oleander L.* Ce choix s'explique par la stabilité, la simplicité, la rapidité et la reproductibilité de cette méthode largement utilisée. L'activité antioxydante est exprimée en pourcentage d'inhibition du radical DPPH, et les résultats obtenus sont représentés dans la figure suivante :

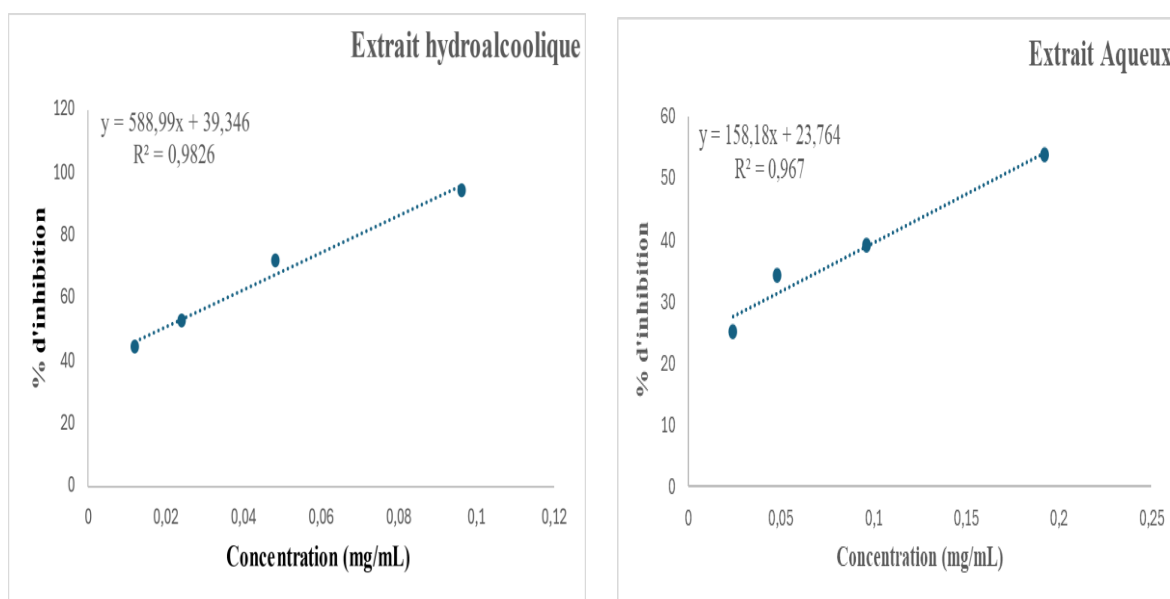


Figure III.1 : Evolution du pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration.

L'extrait hydroalcoolique présente une valeur d'IC₅₀ beaucoup plus faible (18,08 µg/ml) que celle de l'extrait aqueux (165,85 µg/ml), indiquant ainsi une capacité antioxydante nettement plus élevée. Cette efficacité supérieure est également corroborée par la pente plus marquée de la courbe de régression et un coefficient de corrélation (R²) élevé, traduisant une bonne linéarité. Ces résultats suggèrent que l'extraction à l'aide d'un mélange hydroalcoolique permet de récupérer une plus grande quantité de composés antioxydants, notamment des flavonoïdes et d'autres polyphénols, responsables de cette activité.

III.5 Analyse spectroscopiques par UV-VIS :

La spectroscopie UV-Visible est une technique analytique basée sur l'absorption de la lumière dans la gamme de longueurs d'onde allant de 200 à 800 nm. Elle met en jeu des transitions électroniques au sein des molécules, notamment celles impliquant des électrons π et n. Lorsque ces molécules absorbent de la lumière dans cette gamme, elles passent d'un état fondamental à un état excité. Cette méthode est particulièrement utile pour analyser des composés organiques ou inorganiques présentant des groupements chromophores, c'est-à-dire des structures capables d'absorber la lumière UV ou visible. Elle est couramment utilisée pour déterminer la concentration d'un analyte en solution grâce à la loi de Beer-Lambert [50].

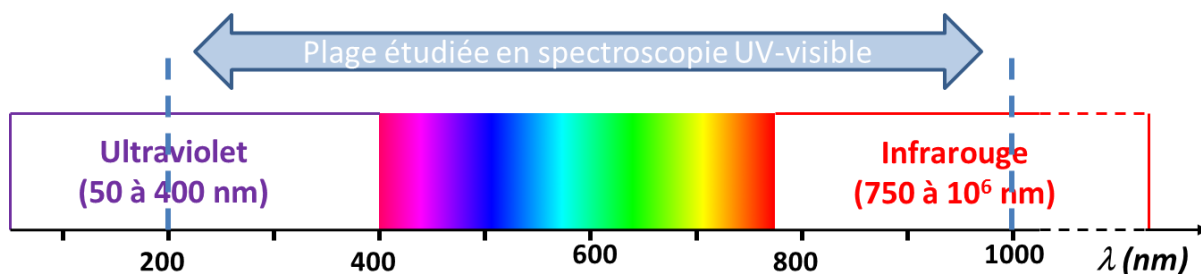


Figure III.2 : Domaines d'absorption de l'UV-Visible

a. Étude comparative des extraits alcoolique et aqueux :

Les courbes de la spectroscopie UV-Visible ont été obtenues à l'aide d'un spectrophotomètre, à une concentration de 0,061 g/L dans des milieux alcoolique et aqueux, comme illustré dans la figure ci-dessous.

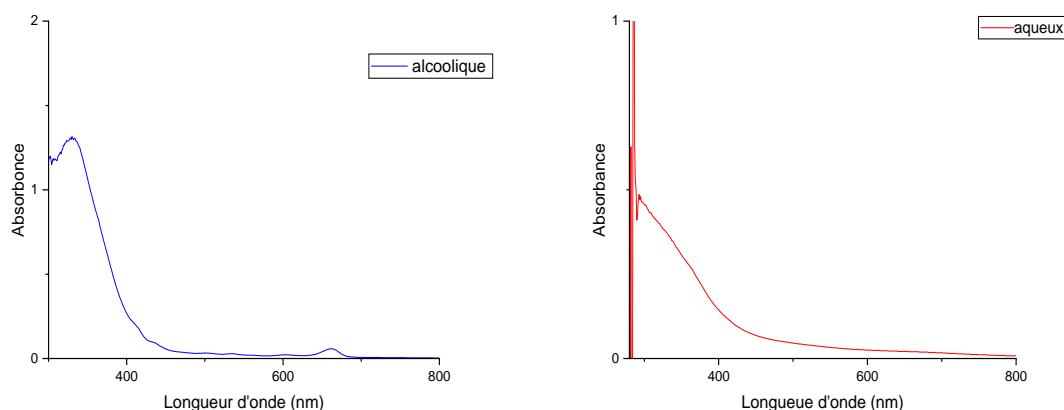


Figure III.3 : Spectres UV-Visible des extraits alcoolique et aqueux de *Nerium oleander* L. (0,061 g/L).

L'analyse des spectres UV-Vis des extraits révèle la présence de deux bandes d'absorption principales situées approximativement à 270–290 nm et 330–350 nm, observées plus distinctement dans l'extrait alcoolique. Cela indique la présence de composés aromatiques et phénoliques communs aux deux extraits, bien que leur concentration varie selon le solvant utilisé.

La bande entre 270 et 290 nm est attribuée à des transitions électroniques $\pi \rightarrow \pi^*$, caractéristiques des cycles aromatiques et des flavonoïdes. L'épaule observée entre 330 et 350 nm peut être liée à des transitions $n \rightarrow \pi^*$, souvent associées à des groupes carbonyles conjugués (C=O), suggérant la présence de composés phénoliques plus complexes [51].

L'intensité d'absorbance plus élevée dans l'extrait alcoolique reflète une meilleure capacité de l'éthanol à extraire ces composés, notamment les métabolites secondaires faiblement solubles

dans l'eau. En revanche, l'extrait aqueux présente une absorbance plus faible et un spectre moins marqué, traduisant une extraction réduite des composés actifs [52].

Ces résultats suggèrent que, bien que les deux solvants permettent l'extraction de familles chimiques similaires, l'éthanol favorise une extraction plus efficace, ce qui pourrait avoir un impact direct sur les propriétés biologiques des extraits.

b. Stabilité des extraits dans un milieu acide (H_2SO_4 0,5 M) :

Afin d'évaluer la stabilité des extraits dans un environnement acide, ceux-ci ont été analysés dans un milieu contenant de l'acide sulfurique à 0,5 M. Cette étape est essentielle avant leur utilisation potentielle comme inhibiteurs de corrosion, car elle permet de vérifier si les composés actifs résistent à des conditions agressives.

Les spectres UV-Visible des extraits en milieu acide (figure suivante) montrent peu de variations par rapport aux spectres obtenus en milieu neutre. Les courbes conservent la même allure générale, sans apparition ou disparition de bandes significatives.

Cette stabilité spectrale suggère que les composés présents dans les extraits, tels que les flavonoïdes et les composés phénoliques, ne se dégradent pas en milieu acide, ce qui confirme leur résistance chimique et leur aptitude à être utilisés dans des applications liées à la protection contre la corrosion.

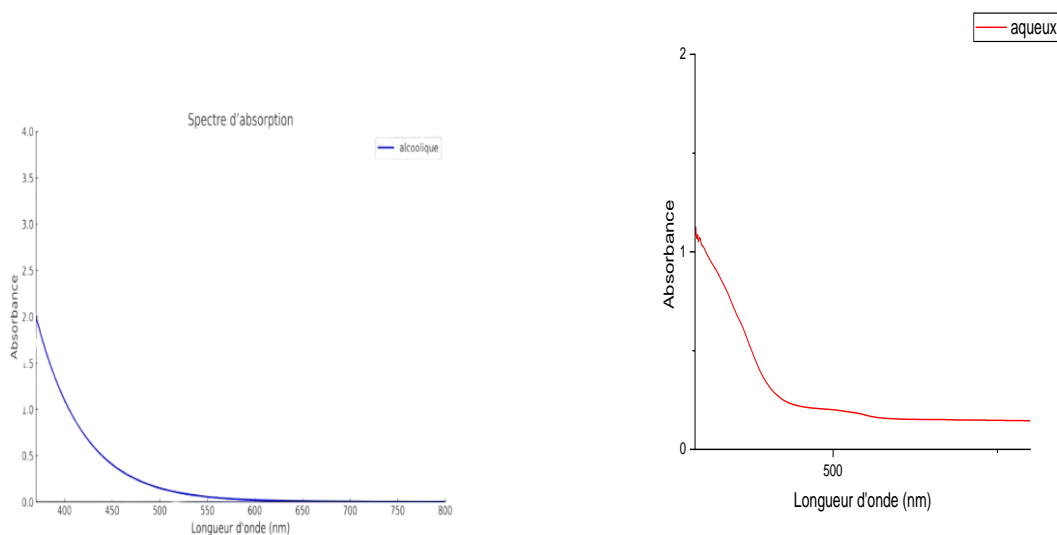


Figure III.4 : Spectres UV-Visible des extraits hydroalcoolique et aqueux en présence de H_2SO_4 (0,5 M).

III.6 Méthodes de la corrosion :

III.6.1 Suivi du potentiel en circuit ouvert (P.C.O) :

Le potentiel libre de corrosion (E_{corr}) de l'acier XC48 a été enregistré en milieu H_2SO_4 (0,5 M), en l'absence et en présence de différentes concentrations de l'extrait hydroalcoolique et aqueux de *Nerium oleander L.* (allant de 0,050 à 0,800 g/L), durant une période d'immersion de 1800 secondes. Les courbes correspondantes sont illustrées dans la (Figure III.5).

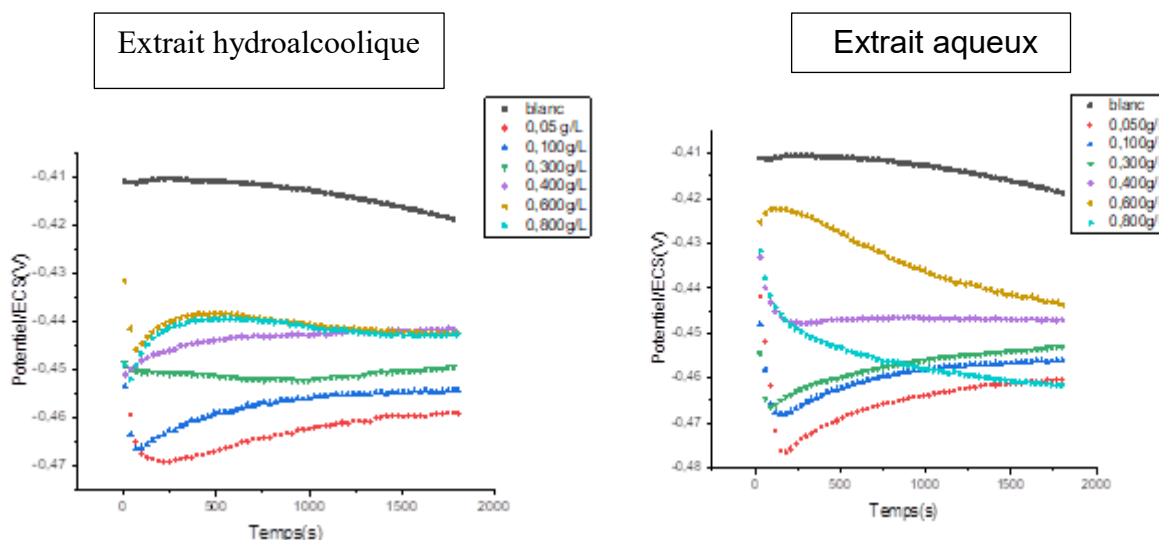


Figure III.5 : Variation de potentiel libre de l'acier XC48 dans une solution acide sulfurique 0,5 M avec différentes concentrations d'extrait de *Nerium oleander L.* en fonction du temps d'immersion.

D'après les figures électrochimiques, les courbes présentent un léger déplacement du potentiel de corrosion, sans orientation nette vers l'anode ou la cathode. Ce comportement suggère que les extraits testés n'affectent pas exclusivement un seul type de réaction électrochimique, mais agissent de manière conjointe sur les processus anodiques (oxydation du métal) et cathodiques (réduction des ions H^+).

Ce mode d'action traduit une adsorption équilibrée des composés bioactifs présents dans les extraits aqueux et hydroalcooliques sur la surface métallique. Cette adsorption entraîne la formation d'une couche protectrice stable, modifiant les propriétés de la double couche électrique à l'interface métal/solution. Ainsi, les deux extraits se comportent comme des inhibiteurs mixtes, limitant simultanément les sites actifs de dissolution et de réduction, et ralentissant efficacement le phénomène de corrosion.

III.6.2 Courbe de polarisation :

Les courbes de polarisation cathodique et anodique de l'acier XC48 en milieu H_2SO_4 (0,5 M) en absence et en présence de différentes concentrations des extraits de *Nerium oleander L* sont présentées dans la (figures III.6) ci-dessous.

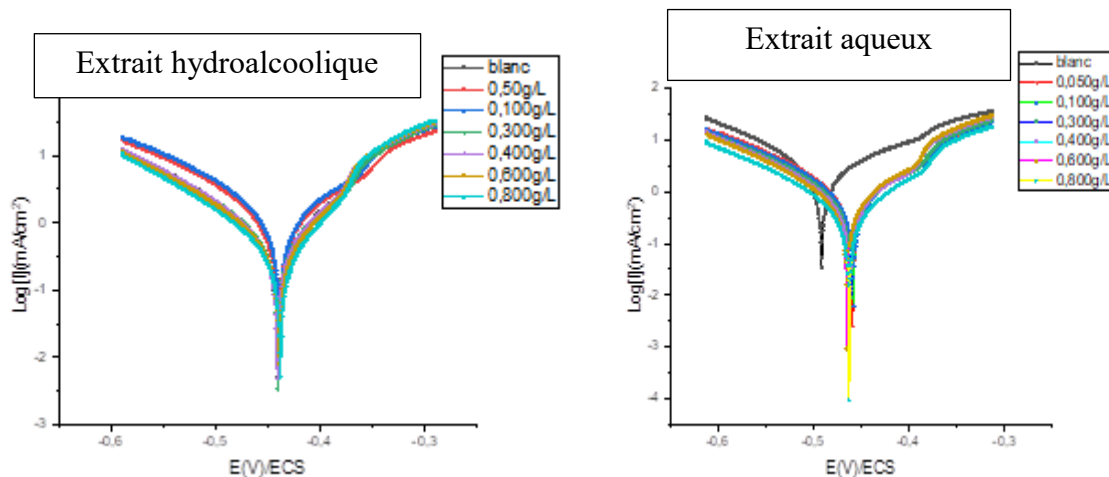


Figure III.6 : Les courbes de Tafel de l'acier XC48 dans H_2SO_4 0,5 M sans et avec addition de différentes concentrations des extraits de *Nerium oleander L*.

Nous avons constaté que la densité de courant de corrosion (I_{corr}) diminue de manière significative à mesure que la concentration des extraits augmente.

Les différentes valeurs des paramètres électrochimiques, à savoir la densité de courant de corrosion (I_{corr}), le potentiel de corrosion (E_{corr}), ainsi que les pentes de Tafel anodique (β_a) et cathodique (β_c), ont été regroupées dans le tableau 8. Ces mesures ont été réalisées pour différentes concentrations d'extrait dans un milieu acide à base de H_2SO_4 à 0,5 M.

L'efficacité inhibitrice (EI %) a été calculée selon l'équation :

$$EI (\%) = \frac{I_{corr}^0 - I_{corr}}{I_{corr}^0} \times 100 \quad (III. 12)$$

I_{corr}^0 : Représente la densité de courant de corrosion en absence d'inhibiteur,

I_{corr} : celle mesurée en présence de l'inhibiteur.

Ces résultats, présentés dans le tableau, mettent en évidence l'efficacité croissante de l'extrait végétal comme inhibiteur de corrosion, en fonction de sa concentration.

Tableau III.10 : Paramètres électrochimique de la corrosion de l'acier XC48 dans solution H_2SO_4 0,5 M sans et avec différentes concentrations en inhibiteur.

Chapitre III : Résultats et discussion

Concentration (g/l)	E_{corr} (mv/ECS)	I_{corr} ($\mu A/cm^2$)	β_a (mV/dec)	$-\beta_a$ (mV/dec)	EI (%)
Blanc	-440,474	2638,834	138,4	132,6	–
Extrait hydroalcoolique					
0,050	-451,881	1852,177	132,2	147,1	29,81
0,100	-471,014	1365,014	130,7	123,9	48,27
0,300	-444,450	1298,812	103,7	145,3	50,78
0,400	-475,974	1253,173	127,7	121,4	52,51
0,600	-467,309	1128,401	117,7	125,5	57,23
0,800	-475,359	1053,185	120,6	114,6	60,8
Extrait aqueux					
0,050	-465,763	1213,419	121,3	122,2	54,01
0,100	-464,938	1127,273	115,4	122,5	57,28
0,300	-449,912	1119,086	107,5	133,8	57,59
0,400	-450,694	1103,603	107,5	135,1	58,17
0,600	-442,064	1069,890	97,1	136,7	59,45
0,800	-462,650	637,863	98,4	122,9	75,82

L'observation du tableau ci-dessus montre qu'après l'ajout des extraits (hydroalcoolique et aqueux) de *Nerium oleander*, la densité du courant de corrosion diminue nettement par rapport au blanc, ce qui témoigne de l'effet inhibiteur de corrosion exercé par ces extraits. Pour l'extrait hydroalcoolique, l'efficacité inhibitrice atteint une valeur maximale de 60,80 % à une concentration de 0,800 g/L, tandis que pour l'extrait aqueux, elle atteint 75,82 % à la même concentration. Cette augmentation de l'efficacité avec la concentration peut s'expliquer par l'adsorption accrue de molécules actives contenant des hétéroatomes tels que l'azote et l'oxygène sur la surface de l'acier, formant un film protecteur contre la corrosion par un mécanisme donneur-accepteur. On note également que les pentes de Tafel et varient après l'introduction des extraits, indiquant une modification des mécanismes anodiques et cathodiques. L'analyse des déplacements des potentiels de corrosion suggère que l'extrait hydroalcoolique agit davantage comme un inhibiteur mixte, tandis que l'extrait aqueux présente

un déplacement de potentiel vers des valeurs anodique par rapport au blanc suggérant son comportement d'inhiber l'oxydation du métal en formant un film protecteur à sa surface.

III.6.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique :

Les tests d'impédance électrochimique (SIE) ont été réalisés sur une gamme de fréquences allant de 100 kHz à 10 mHz, en circuit ouvert, à l'aide d'un signal sinusoïdal d'une amplitude de 10 mV, et du logiciel EC-Lab. (version 11.50). Les concentrations d'inhibiteurs utilisées sont identiques à celles utilisées pour les courbes de polarisation.

Le diamètre du demi-cercle observé sur les diagrammes de Nyquist correspond à la résistance au transfert de charge (R_{tc}), qui a servi de base au calcul de l'efficacité anticorrosion de l'acier XC48, selon la relation suivante :

$$E \% = \frac{R_{tc} - R_{tc}^{\circ}}{R_{tc}} \times 100 \quad (I.9)$$

L'analyse des diagrammes d'impédance mesurés au potentiel de corrosion (également appelé potentiel d'abandon) pour différentes concentrations d'inhibiteurs a été réalisée pour mieux comprendre les mécanismes de corrosion et d'inhibition de l'acier XC48 dans un milieu acide contenant 0,5 M de H_2SO_4 . Les courbes de Nyquist obtenues montrent une évolution significative en fonction de la concentration en inhibiteur sur la figure (III.7).

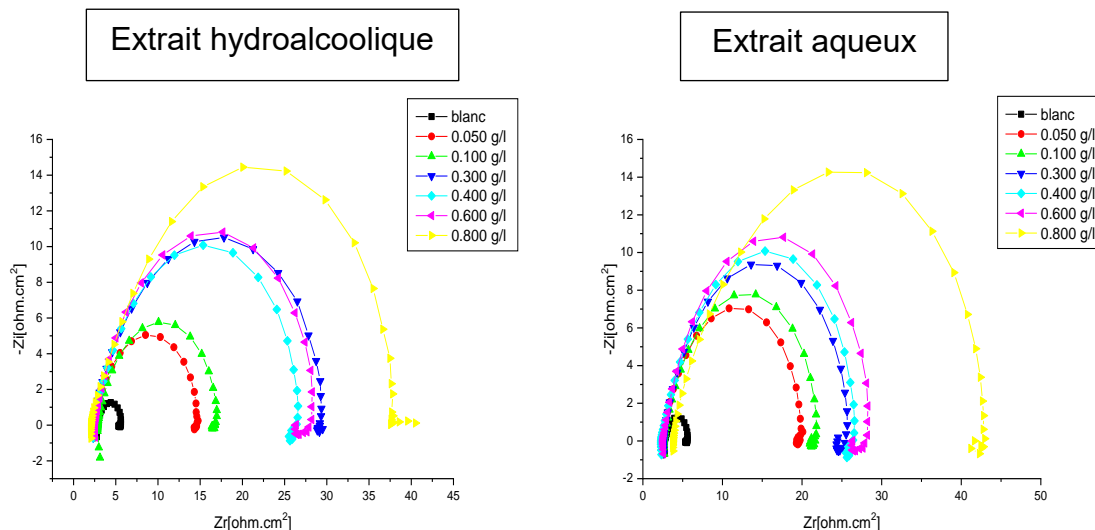


Figure III.7 : Diagramme de Nyquist de l'acier XC48 pour différentes concentrations des extraits en milieu H_2SO_4 0.5 M.

Les diagrammes d'impédance électrochimique enregistrés montrent une boucle capacitive unique, tant en l'absence qu'en présence des extraits. Le diamètre de cette boucle augmente avec

la concentration de l'inhibiteur. Ceci peut être attribué à l'adsorption des extraits : Extrait hydroalcoolique et Extrait aqueux sur la surface du métal, formant un film protecteur efficace contre la corrosion [53].

La formation de cette couche barrière sur l'électrode pourrait conduire à une diminution de la capacité électrique, en particulier avec l'augmentation de la concentration de l'extrait [54].

Les diagrammes de Nyquist illustrent clairement une augmentation de la résistance aux basses fréquences, reflétée par un élargissement du diamètre des demi-cercles, phénomène qui s'accroît avec l'augmentation de la concentration des extraits.

L'efficacité inhibitrice de la corrosion de l'acier, notée EI, a quant à elle été calculée à partir de la relation suivante :

$$EI \% = \frac{R_{tc} - R_{tc}^{\circ}}{R_{tc}} \times 100$$

Dans cette formule, R_{tc} correspond à la résistance de transfert de charge en présence de l'inhibiteur, tandis que R_{tc}° représente cette même résistance en l'absence de l'inhibiteur.

Les différentes valeurs des paramètres électrochimiques ainsi que celles de l'efficacité inhibitrice (EI %) obtenues pour plusieurs concentrations de l'extrait à l'étude, grâce aux mesures d'impédance électrochimique, sont présentées dans le Tableau III.11.

Tableau III.11 : Paramètres d'impédance et efficacités inhibitrices de la corrosion de l'acier XC 48 à obtenus à différentes concentrations d'inhibiteurs en milieu H_2SO_4 0,5 M

Concentration (g/l)	R_s ($\Omega.cm^2$)	R_{tc} ($\Omega.cm^2$)	C_{dl} ($\mu F/cm^2$)	EI %
Blanc	2,711	5,551	1271,874	-
Extrait hydroalcoolique				
0,050	2,856	14,75	-1,4932	5,07
0,100	2,46	16,74	-1,3540	10,20
0,300	2,359	29,17	-1,0276	14,92
0,400	2,286	32,05	-0,7223	18,59
0,600	2,135	34,09	-0,3613	26,97

0,800	2,092	39,58	-0,0316	29,58
Extrait aqueux				
0,050	2,552	20,10	-1,6278	6,23
0,100	2,453	21,64	-1,4220	10,51
0,300	2,327	24,42	-0,9267	16,50
0,400	2,275	26,42	-0,8873	19,16
0,600	2,198	28,21	-0,7903	23,33
0,800	2,001	41,67	-0,1702	35,48

À partir des données du tableau, plusieurs remarques peuvent être faites :

On observe que l'efficacité inhibitrice (EI %) augmente de manière significative avec l'augmentation de la concentration des extraits testés. Pour l'extrait hydroalcoolique, l'EI passe de 5,07 % à 29,58 % lorsque la concentration augmente de 0,050 g/l à 0,800 g/l. De même, l'extrait aqueux montre une efficacité encore plus marquée, atteignant une valeur maximale de 35,48 % à 0,800 g/l. Ces résultats indiquent clairement que les deux extraits possèdent une activité inhibitrice contre la corrosion de l'acier XC48 dans un milieu acide sulfurique, avec une meilleure performance de l'extrait aqueux à haute concentration.

En parallèle, la résistance de transfert de charge (R_{ct}) augmente également avec la concentration en inhibiteur pour les deux types d'extraits. Cela confirme l'amélioration de la protection offerte par les extraits, car une résistance de charge plus élevée indique une barrière plus efficace à la corrosion électrochimique.

En outre, on remarque une diminution des valeurs de la capacité de double couche (C_{dl}) avec l'augmentation de la concentration. Cette diminution peut être attribuée à l'adsorption des molécules inhibitrices à la surface du métal, réduisant la permittivité locale et l'exposition de la surface au milieu corrosif.

Enfin, les résultats obtenus par la méthode d'impédance électrochimique (EIS) sont cohérents et confirment ceux observés par d'autres méthodes électrochimiques, telles que la polarisation potentiodynamique, renforçant ainsi la fiabilité des conclusions. Ces résultats soutiennent le

potentiel anticorrosif de ces extraits naturels, en particulier dans le cadre de stratégies de protection verte et durable des métaux.

Conclusion et Perspectives

Conclusion et Perspectives

Conclusion et perspectives :

L'objectif principal de cette étude était d'évaluer le pouvoir inhibiteur de deux extraits naturels de feuilles de *Nerium oleander* L. sur la corrosion de l'acier XC48 dans un milieu acide (H_2SO_4 0.5 M). Pour atteindre cet objectif, deux méthodes d'extraction ont été utilisées : la macération hydroalcoolique et la décoction aqueuse. Les extraits obtenus ont été caractérisés par des tests phytochimiques, des analyses antioxydantes (DPPH) et des méthodes électrochimiques (P.C.O, Tafel, EIS, UV-Vis).

Les résultats obtenus ont permis de tirer plusieurs conclusions significatives :

- ✓ Le criblage phytochimique a révélé une richesse en alcaloïdes et saponosides, une présence modérée de flavonoïdes, et une absence de tanins, cardénolides et stéroïdes.
- ✓ Le rendement d'extraction le plus élevé a été obtenu avec l'extrait aqueux (14,5 %), contre 8,94 % pour l'extrait hydroalcoolique
- ✓ L'analyse antioxydante a montré que l'extrait hydroalcoolique possède une meilleure capacité piégeante des radicaux libres ($IC_{50} = 18,08 \mu g/ml$), expliquant en partie son efficacité inhibitrice.
- ✓ Les mesures électrochimiques ont mis en évidence une réduction significative du courant de corrosion dans les deux cas. L'extrait aqueux a atteint une efficacité inhibitrice maximale de 75,82 % à une concentration de 0,8 g/L.
- ✓ Les faibles déplacements du potentiel de corrosion observés dans les courbes de P.C.O et de Tafel indiquent que les deux extraits se comportent comme des inhibiteurs mixtes, agissant à la fois sur les réactions anodiques et cathodiques.

Ces résultats confirment l'efficacité des extraits de *Nerium oleander* L. en tant qu'alternatives naturelles et respectueuses de l'environnement aux inhibiteurs de corrosion conventionnels. Leur capacité à former une couche protectrice stable à la surface du métal démontre leur potentiel dans des applications industrielles, notamment dans des environnements acides.

Perspectives

Dans le prolongement de ce travail, plusieurs pistes de recherche peuvent être envisagées pour approfondir et valoriser ces résultats :

- Identifier et isoler les composés bioactifs responsables de l'effet inhibiteur à l'aide de techniques avancées telles que la HPLC, la GC-MS ou la spectrométrie de masse.

Conclusion et Perspectives

- Caractériser la couche protectrice formée sur la surface du métal (via la microscopie électronique ou l’XPS).
- Étudier l’effet de la température, du temps d’immersion et du pH sur la stabilité et l’efficacité des extraits.
- Tester la synergie entre différents extraits végétaux ou entre l’extrait et des additifs organiques ou inorganiques.
- Valider l’efficacité des extraits dans des conditions industrielles réelles, afin d’évaluer leur performance à grande échelle.

Référence Bibliographiques

Références:

- [1] Popoola, A. P. I., Olorunniwo, O. E., & Ige, O. O. (2014). Résistance à la corrosion grâce à l'application de revêtements anticorrosion. In **Développements en matière de protection contre la corrosion**. IntechOpen.
- [2] Morakchi, K., Hamel, A., Zazoua, A., & Kherrat, R. (2008). Caractérisation par spectroscopie d'impédance électrochimique des inhibiteurs de corrosion destinés au circuit de refroidissement. **Journal of Renewable Energies**, 11(3), 357–362.
- [3] Club, E., & Branch, N. T. (n.d.). Gestion des connaissances sur la corrosion versus gestion de la corrosion: un outil essentiel pour la gestion de l'intégrité des actifs.
- [4] Club, E., & Branch, N. T. (n.d.). **Corrosion knowledge management versus corrosion management: An essential tool for assets integrity management**.
- [5] Cragolino, G. A. (2021). Corrosion fundamentals and characterization techniques. In **Techniques for corrosion monitoring** (pp. 7–42). Woodhead Publishing.
- [6] Lherbette, M. (2021). **Exploration multi-échelle de l'électroactivité bactérienne au travers de l'étude de la biocorrosion du fer** (Doctoral dissertation, Université Paris-Saclay).
- [7] Bensabra, D. H. (2016). **Cours de corrosion et protection des métaux**. Université de Jijel.
- [8] Fontana, M. G. (n.d.). **Corrosion and corrosion resistance**. Retrieved April 19, 2025.
- [9] Sridhar, N., Kolts, J., & Scully, J. R. (2016). The role of corrosion product deposition in galvanic corrosion of aluminum/carbon systems. **Corrosion Science**, 112, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2016.05.001>
- [10] Landolt, D. (2003). **Corrosion et chimie de surfaces des métaux** (Vol. 12). EPFL Press.
- [11] Li, S., Liu, X., Hou, X., Liu, Z., Wang, X., Narayanan, J. A., ... & Jiang, H. (2025). Evolution of corrosion mechanism of 3d transition metal high entropy alloys: A review. *Journal of Materials Research and Technology*, 35(March–April), 4142–4163.
- [12] Revilla, R. I., Van Calster, M., Raes, M., Arroud, G., Andreatta, F., Pyl, L., ... & De Graeve, I. (2020). Microstructure et comportement à la corrosion de l'acier inoxydable 316L préparé par différentes méthodes de fabrication additive: une étude comparative. **Corrosion Science**, 176, 108914.
- [13] Zhang, Q., Wang, Z., Li, X., & Zhao, X. (2023). Corrosion behavior of AA5052 aluminum alloy in the presence of heavy metal ions in 3.5% NaCl solution under negative pressure. **Corrosion Science**, 213, 110607.
- [14] Zhang, Z., Zhang, Y., & Wang, J. (2009). Investigation of erosion–corrosion of 3003 aluminum alloy in ethylene glycol–water solution by impingement jet system. **Corrosion Science**, 51(2), 282–289.
- [15] Sun, W., Huang, X., Zhang, J., & al. (2023). The roles of microstructural anisotropy in tribo-corrosion performance of one certain laser cladding Fe-based alloy. **Friction**, 11(9), 1673–1689.
- [16] Zhang, Y., Wang, X., Li, J., & al. (2022). Effect of cold deformation on the stress corrosion cracking resistance of a high-strength stainless steel. **Journal of Materials Science**, 57(47), 20447–20461.
- [17] Lee, H., Kim, S., Park, J., & al. (2023). Anisotropic effect of pre-strain on hydrogen embrittlement susceptibility in a stable austenitic stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, 887, 145739.

- [18] Landolt, D. (2003). **Corrosion et chimie de surfaces des métaux**. EPFL Press.
- [19] Bensaha, A. (2020). **Étude d'inhibition de la corrosion du fer en milieu acide par l'extrait de periploca** (Doctoral dissertation, *غرداية جامعة*).
- [20] Inconnu. (n.d.). **Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels**.
- [21] Dariva, C. G., & Galio, A. F. (2014). Corrosion inhibitors—principles, mechanisms and applications. In **Developments in corrosion protection** (pp. 365–378).
- [22] Landolt, D. (1997). **Corrosion et chimie de surfaces des métaux** (Vol. 12). Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [23] Elsener, B., Buchler, M., Stalder, F., & Bohni, H. (1999). A migrating corrosion inhibitor blend for reinforced concrete—Part I: Prevention of corrosion. **Corrosion**, 55, 1155–1163.
- [24] Hughes, A. E., Mol, J. M. C., Zheludkevich, M. L., & Buchheit, R. G. (2016). **Active protective coatings**. Springer Series in Materials Science.
- [25] Parangusan, H., Sliem, M. H., Abdullah, A. M., Elhaddad, M., Al-Thani, N., & Bhadra, J. (2024). Plant extract as green corrosion inhibitors for carbon steel substrate in different environments: A systematic review. **International Journal of Electrochemical Science**, 100919.
- [26] Gapsari, F., Setyarini, P. H., Anam, K., Hadisaputra, S., Hidayatullah, S., Sulaiman, A. M., & Lai, C. W. (2025). Efficacy of **Andrographis paniculata** leaf extract as a green corrosion inhibitor for mild steel in concentrated sulfuric acid: Experimental and computational insights. **Results in Surfaces and Interfaces**, 18, 100361.
- [27] Kusuma, H. S., Danera, G. S., Maulana, A. D., Rahmasari, M., Nida, R. A., Amenaghawon, A. N., ... & Zarrouk, A. (2024). Effect of spinach (**Spinacia oleracea**) leaf extract on aluminum as a green corrosion inhibitor in HCl medium. **Hybrid Advances**, 7, 100283.
- [28] Hughes, A. E., et al. (2016). **Active protective coatings**. Springer Series in Materials Science. <https://doi.org/10.1007/978-94-017-7540-3>
- [29] Karman, F. H., Felhösi, I., Kalman, E., Cserny, I., & Kover, L. (1998). The role of oxide layer formation during the corrosion inhibition of mild steel in neutral aqueous media. **Electrochimica Acta**, 43, 69–75.
- [30] Harik, C. (2017). **Effet inhibiteur de tensioactif anionique synthétisé à partir de gasoil Algérien sur la corrosion de l'acier doux** (Mémoire de fin d'étude).
- [31] Mekhaznia, W. (2017). **Adsorption et inhibition de la corrosion d'un composé organique contenant du soufre sur un acier doux dans des solutions de HCl et de H₂SO₄** (Master's thesis, Université Larbi Tebessi, Tébessa).
- [32] Marmi, S. (2017). **Comportement à la corrosion des revêtements à base de nickel et de chrome sur des substrats de cuivre** (Doctoral dissertation, Université Mohamed Khider-Biskra).
- [33] Zerrouki, H. (n.d.). **Synthèse et caractérisation de nouveaux composés organiques contenant du phosphore : Études de leur effet inhibiteur sur la corrosion**.
- [34] Hamani, H. (2015). **Synthèse, caractérisation et étude du pouvoir inhibiteur de nouvelles molécules bases de Schiff** (Doctoral dissertation, Université Ferhat Abbas – Sétif).
- [35] Madaci, B., & Merghem, R. (2017). **Effets des phytoconstituants du *Nerium oleander* (Apocynacées) sur les vers blancs** (Doctoral dissertation, Université Frères Mentouri – Constantine 1).

- [36] Ayouaz, S., Arab, R., Mouhoubi, K., & Madani, K. (2023). **Nerium oleander** Lin: A review of chemical, pharmacological and traditional uses. *Journal of Biomedical Research and Environmental Sciences*, 2766, 2276.
- [37] Guelmine, M. (2018). *Étude de l'activité antibactérienne des extraits de deux plantes médicinales (Artemisia herba alba) et (Nerium oleander) dans la région de Biskra*.
- [38] Belkhiri, A., & Boudraa, N. T. W. (2009). *Caractérisation chimique des principes molluscicides des feuilles de *Nerium oleander* L.*
- [39] Müller, W. (2010). *Extraction liquide-solide des cations métalliques par des cations amphiphiles* (Doctoral dissertation, Université Montpellier II).
- [40] Sajjadi, S. M. H. (2013). *Étude des extractions de composés organiques à l'aide de liquides ioniques et nanoparticules d'oxydes de métaux* (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
- [41] Bendjama, M. (2014). *Extraction liquide-solide des composés phénoliques à partir de coproduits végétaux : application à la canne à sucre* (Doctoral dissertation, Université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen).
- [42] Mebrouk, K. (2009). *Modélisation de transfert de matière lors de l'extraction solide-liquide* (Doctoral dissertation, École Nationale Polytechnique, Alger).
- [43] Sup, E., & Scientifique, R. (n.d.). Effet de quelques éléments nutritifs sur l'accumulation des métabolites secondaires du **Hyoscyamus albus** L.
- [44] Sayah, K., Marmouzi, I., Naceiri Mrabti, H., Cherrah, Y., & Faouzi, M. E. A. (2017). Antioxidant activity and inhibitory potential of **Cistus salviifolius** (L.) and **Cistus monspeliensis** (L.) aerial parts extracts against key enzymes linked to hyperglycemia. *Biomed Research International*, 2017.
- [45] El Omari, N., et al. (2019). Evaluation of in vitro antioxidant and antidiabetic activities of **Aristolochia longa** extracts. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2019.
- [46] Zahir, I., Er-Rahmany, A., Es-Sadouny, R., & El Hadri, I. (2020). Activités biologiques de **Tetraclinis articulata**: Revue de synthèse. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 89, 91–114.
- [47] Tangara, D., Diop, A., Tirera, H., Yaranga, B., & Diop, M. (2022). **Borreria verticillata** plante médicinale sénégalaise: Étude de l'activité antioxydante d'extraits méthanoliques, chloroformiques, aqueux et acétates de la plante entière.
- [48] Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., & Kefalas, P. (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (**Phoenix dactylifera**). *Food Chemistry*, 89(3), 411–420. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.02.051>
- [49] Bettahar, R. (2015). *Mémoire de Master*. Université de Mostaganem (Algérie).
- [50] Hamitouche, R., & Benakli, A. (2017). Synthèse et caractérisation physico-chimiques d'un antiépileptique "Phénytoïne" (PhD Thesis, UMMTO).
- [51] Sahoo, M. M., Perach, O., Shachter, A., Gonda, I., Porwal, A., Dudai, N., & Herrmann, I. (2022). *Industrial Crops and Products*, 187, 115292.
- [52] Criado, M. N., Motilva, M. J., Goni, M., & Romero, M. P. (2007). *Food Chemistry*, 100(2), 748–755.
- [53] Abboud, Y., Abourriche, A., Saffaj, T., Berrada, M., Charrouf, M., Bennamara, A., & Hannache, H. (2009). *Desalination*, 237(1), 175–189.

[54] Hegazy, M. A. (2009). *Corrosion Science*, 51(11), 2610–2618.