

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Tébessa
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : Sciences de la matière



MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Chimie

Filière: Chimie organique

Option: Chimie organique et matériaux organiques

Thème :

**Etude biologique et électrochimique d'une plante de
la flore algérienne : *Myrtus Communis L***

Présenté par: Chekhab Radia

Devant le jury :

SOUDANI Kaouthar	M.A.A	Université de Tébessa	Présidente
HARKATI Brahim	M.C.A	Université de Tébessa	Rapporteur
HANINI Karima	M.A.A	Université de Tébessa	Examinatrice

Date de soutenance: 23 /05/2017

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de Tébessa
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département : Sciences de la matière



MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Chimie

Filière: Chimie organique

Option: Chimie organique et matériaux organiques

Thème :

Etude biologique et électrochimique d'une plante de la flore algérienne : *Myrtus Communis L*

Présenté par: Chekhab Radia


Devant le jury :

SOUDANI Kaouthar	M.A.A	Université de Tébessa	Présidente
HARKATI Brahim	M.C.A	Université de Tébessa	Rapporteur
HANINI Karima	M.A.A	Université de Tébessa	Examinatrice

Date de soutenance: 23 /05/2017

Note.....Mention.....

18,25 / 20
Excellente



Déclaration sur l'honneur de non-plagiat

(à joindre obligatoirement au mémoire, remplie et signée)

Je soussigné(e),

Nom, Prénom : Radhia Chebhab

Régulièrement inscrit(e) en Master au département : Sciences de la matière

N° de carte d'étudiant : 4043781/2011

Année universitaire : 2016-2017

Domaine: chimie

Filière: chimie organique

Spécialité: chimie organique et matériel organique

Intitulé du mémoire : étude toxicologique et électrochimique

..... d'une plante de la flore Algérienne: *Myrtus communis*

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Je certifie également que je n'ai ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent ;
- L'exclusion d'une année du master ;
- L'exclusion définitive.

Fait à Tébessa, le : 13/06/2017

Signature de l'étudiant(e) :

Dédicace

Je dédie ce travail

A mes parents

A mes sœurs et frères Souhil, Youcef, Chaima, Nada

A toute ma famille, proche ou éloignée

A tous mes amis



Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage, la force et la patience d'achever ce modeste travail.

Je remercie ma famille et surtout mes parents pour leur soutien moral, leurs encouragements et leur patience durant les étapes difficiles de ce travail.

Je tiens à exprimer toutes mes reconnaissances à Monsieur HERKATI Brahim d'avoir accepté d'encadrer ma recherche et de sa patience, et de m'avoir guidée dans la conduite de ce travail. Je le remercie pour la confiance qui a eue en moi en acceptant de diriger ce travail avec clairvoyance et humanité.

Je tiens également à remercier Madame SOUDANI Kaouthar pour l'intérêt qui a accordé à mon travail en acceptant de l'examiner. Je le remercie beaucoup pour l'honneur qu'il ma fait en acceptant d'être le président de mon jury, je le remercie aussi pour ses remarques judicieuses et sa disponibilité.

Je dois remercier Madame HANINI Karima d'avoir accepté d'examiner ce travail, ainsi pour ses conseils et ses orientations tout au long de cette année.

Je remercie aussi Mme BOUKHEDNA Wafia ; BOUDIBA Sameh ; HESASNA Souhir pour son support et son sourire réconfortant et son aide.

Je remercie aussi Monsieur HAFDELLAH Abdelkader pour son support et son aide.

Je remercie tous les enseignants au cours de ce parcours sans oublier à remercier nos techniciens des laboratoires pour leurs efforts et leur patience : Monsieur Abdelmadjid, Faouzi et Rafik.

J'adresse un merci tout particulier à mes compagnons de travail - réalisant aussi leurs mémoires - pour l'entraide dans les moments difficiles :houda ,walide,djamel,nidhal,wided,warda,boulaares,abdelghani,rabeh,mohamed nacer, mohamede reoubhia,seif eddine ,amira, asma, marwa, chaima,nadjette.

Je remercie tous mes amies que j'aime tant : wissem, nour elhouda ,islah, badro, sana pour leur sincère amitié et confiance, et à qui je dois ma reconnaissance et mon attachement.

Merci à toutes les personnes qui ont accepté de m'aider dans la relecture et la correction de ce mémoire.

Enfin, merci d'avance à ceux ou celles qui voudront bien me lire ou m'écouter et surtout m'aider à progresser.

الملخص

يهدف هذا العمل إلى دراسة نبات عطري و طبي يسمى بالريحان ينمو في المناطق الساحلية الشرقية للجزائر والذي غالبا ما تستعمل في المناطق الشرقية للوطن لعلاج ارتفاع ضغط الدم ولمرض داء لسكري.

وقد كشف الفحص الكيميائي للمستخلص الكحولي عن وجود أربعة أطوار حسب درجة قطبيتها، تحتوي على نسب مختلفة من الفلافونات أعلاها في الطور acetate d'éthyle . كذلك الدراسة الكيفية بينت أن النبات غني بالمواد الفعالة. كما أظهرت هذه الأطوار قدرة عالية للحد من إرجاع الحديد الثلاثي (FRAP) خاصة الطور البيوتانولي وبدرجة أقل من بقية الأطوار، أما بالنسبة للمجموعات الحرة (DPPH) فقد بينت النتائج أن الأطوار الأربعة لها قدرة على إرجاع الجذر DPPH. أبدى اختبار النشاط المضاد للجراثيم على طور من مستخلص الكحولي للبكتريا staphylococcus و E. Coli باستعمال طريقة انتشار الأقراص تأثيرا مثبتا على طور ثنائي الأثير الايثر على البكتيريا staphylococcus

كما قمنا بدراسة الطور البيوتانولي كمثبط بطريقة فقدان الوزن في زمن غمس مختلف و كانت النتائج انه عند زيادة تركيز المستخلص تؤدي إلى زيادة في التثبيط وصولا 800ppm وهذه الأخيرة تتناقص مع زيادة الحرارة .

كلمات المفتاحية: المستخلص الكحولي، إرجاع الحديد الثلاثي، المجموعات الحرة، تآكل

Abstract

This work aims to study an aromatic and medicinal plant “RAYHANE”, which grows in the eastern coastal regions of Algeria, which is often used in the eastern regions of the country to treat high blood pressure and diabetes disease.

The chemical analysis of the alcohol extract revealed four phases according to the degree of its polarity, containing different percentages of flavons, the highest in the phase of ethyl acetate. The qualitative study also showed that the plant is rich in active substances. These phases also showed a high ability to limit the reduce of Iron (III) (FRAP), especially the butanolic phase ,And to a lesser extent the rest of the phases, as for the free groups the results showed the ability to reduce the radical of DPPH. A test of antibiotic activity on the extract phase of a Extract of alcohol for bacteria Staphe and E. coli using Spread discs method was shown to have a deleterious effect on a binary phase to ether al ethering for bacteria Staphe .

We also studied the butanolic phase as a inhibitor in a way that we lost the weight in a different emersion time. The result was that when the concentration of the extract increased, the inhibition was increased to 800ppm and the latter decrease with increasing heat.

Keys words: *Myrtus communis L*, Extract of alcohol, reduce of third iron, free groups, corrosion.

Résumé

Ce travail vise à étudier une plante aromatique et médicinale "RAYHANE", qui pousse dans les régions côtières de l'est de l'Algérie, qui est souvent utilisé dans les régions l'est du pays pour traiter l'hypertension artérielle et la maladie du diabète.

L'analyse chimique de l'extrait d'alcool a révélé quatre phases selon le degré de sa polarité, contenant différents pourcentages de flavons, le plus élevé est dans la phase de l'acétate d'éthyle. L'étude qualitative a également montré que cette plante est riche en substances actives. Ces phases ont également montré une grande capacité de limiter la réduction du fer(III) (FRAP), en particulier la phase butanolique, et dans une moindre mesure le reste des phases, comme pour les groupes libres, les résultats ont montré la capacité de réduire le radical de DPPH. Un test d'activité antibiotique sur la phase d'extrait d'un extrait d'alcool pour bactéries Staph et E. coli utilisant la méthode des disques répandus a été montré pour avoir un effet inhibitrice sur une phase pour éther diéthylique pour bactéries Staph.

Nous avons également étudié la phase butanolique comme un inhibiteur de corrosion d'une manière que nous avons étudié la méthode perte en poids dans un temps d'immersion différent. Le résultat obtenu montrent que l'efficacité inhibitrice augmente avec l'augmentation de la concentration de l'extrait jusqu'à 800ppm et celle-ci diminue avec l'augmentation de la température.

Mots clés: Myrtus communis L, Extrait alcoolique, réduction du fer(III), groupes libres, corrosion.

Figure	Titre	Page
Chapitre I		
I.1	Etapas réactionnelles lors de la corrosion d'un métal en milieu liquide.	05
I.2	Représentation schématique de modes d'adsorption des molécules organiques inhibitrices sur une surface métallique.	09
I.3	Formation des couches barrières a) cathodiques et b) anodiques interférant avec les réactions électrochimiques, dans le cas d'une étude en milieu acide	10
I.4	La structure de base des Flavonoïdes	15
I.5	Quelque structure de Flavonoïde	15
I.6	Structure des tanins condensés	16
I.7	Structure de la molécule d'isoprène.	16
I.8	Quelque structure des saponosides	17
I.9	Quelque structure des alcaloïdes	17
I.10	Les principaux molécules dans les huiles essentielles	18
I.11	Les flavonoïdes et leurs sites proposés pour la chélation des ions métalliques	19
Chapitre II		
II.1	La plante <i>myrtus communis L</i> dans son milieu systématique (Jijel, Est Algérie).	24
II.2	Distribution géographique de l'espèce <i>Myrtus communis L.</i> dans le monde	25
II.3	Détection chimique des flavonoïdes.	27
II.4	Détection chimique du saponosides	27
II.5	Détection chimique des stérols et triterpènes.	28
II.6	Absence des alcaloïdes	28
II.7	Détection chimique des tanins	29
II.8	formation d'un complexe stable	31
II.9	Réduction du fer ferrique en fer ferreux.	32
II.10	Réduction du DPPH par le phénol	33

II.11	Un diagramme de l'échantillon	35
II.12	Dispositif pour l'étude gravimétrique	36
Chapitre III		
III.1	Courbe d'étalonnage du teneur en flavonoïdes	40
III.2	Histogramme représentatif de la teneur en flavonoïdes en mg EQ/g des phases de la plante <i>Myrtus communis L</i>	41
III.3	Pouvoir réducteur des phases et de l'acide ascorbique	43
III.4	Effet du DMSO sur les bactéries	44
III.5	Effet de la phase diéthyle éther de <i>Myrtus communis L.</i> sur E. coli et staphé	45
III.6	Effet de la phase n-butanolique de <i>Myrtus communis L</i> ,sur E.coli et staphé	45
III.7	Evolution de l'efficacité inhibitrice et la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'EBMC dans la solution 1M HCl à différentes températures, temps d'immersion 7 h.	48
III.8	Evolution de l'efficacité inhibitrice et la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'EBMC dans la solution 1M HCl à différentes températures, temps d'immersion 5h	48
III.9	Histogramme représentatif l'évolution de la vitesse de corrosion pour différents temps d'immersion de l'acier l'EBMC dans HCL 1M en présence de l'EBMC de 25°C à 55°C	49
III.10	Isotherme d'adsorption de Langmuir,de l'acier API 5L Gr-B dans HCl 1 M en présence l'EBMC, temps d'immersion 7 h.	51
III.11	Isotherme d'adsorption de Langmuir, de l'acier API 5L Gr-B dans HCl 1 M en présence l'EBMC, temps d'immersion 5h	52
III.12	Variation de la constante d'adsorption en fonction de la température, temps d immersion 7h	53
III.13	Variation de la constante d'adsorption en fonction de la température, temps d immersion 5h	53

Figure	Titre	Page
Chapitre III		
III.1	phases obtenus après épuisement de la plante <i>Myrtus communis L.</i>	39
III.2	Résultats récapitulatifs du Tests de présences des principes actifs	40
III.3	Evaluation quantitative des flavonoïdes des phases de <i>Myrtus communis L.</i>	41
III.4	Résultats du pouvoir et capacité anti radicalaire	42
III.5	Résultats d'absorbance de FRAP	42
III.6	Composition chimique de l'acier	46
III.7	Influence de la concentration d'EBMC sur l'efficacité inhibitrice à différentes température (25-55) °C ,temps d'immersion 7h.	47
III.8	Influence de la concentration d'EBMC sur l'efficacité inhibitrice à différentes température (25-55) °C, temps d'immersion 5h.	47
III.9	Coefficient de corrélation ,temps d'immersion 5h	50
III.10	Coefficient de corrélation, temps d'immersion 7h	50
III.11	Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de EBMC sur la surface de l'acier AIP 5L GR-B dans la solution de 1M HCl, temps d'immersion 7h	53
III.12	Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de EBMC sur la surface de l'acier AIP 5L GR-B dans la solution de 1M HCl, temps d'immersion 5h	54

Liste Des Schémas

II.1	Les étapes d'extraction des polyphénols	30
------	---	----

Liste des abréviations

Ac	Absorbance du contrôle.
At	Absorbance d'extrait.
ARP	Anti Radical Power
DPPH	1,1-diphenyl-2-picryl-hydrayl
λ	Longueur d'onde
nm	Nano mètre
DZI	Les diamètres des zones d'inhibitions
mg	Milligramme
ppm	Parti par million
T	Température
K	Kelvin
Δm	Perte en masse
S	La surface des échantillons
h	Le temps d'immersion
W_{corr}	La vitesse de corrosion
θ	Taux de recouvrement
°C	Degré du Celsius
EBMC	Extrait butanolique de <i>myrtus communis</i>
API 5L Gr B	Acier au carbone
AcoET	Acétate d'éthyle
BuOH	Butanol
FeCl₃	trichloride de fer
g	gramme
HCl	Acide chlorohydrique
HE	Huile essentielle
IC₅₀	Concentration inhibitrice à 50%
MeOH	Méthanol
mg	Milligramme
EI(%)	efficacité inhibitrice
UV	Ultra-violet

Table de matière

	Introduction générale	01
Chapitre I		
I.1	Généralités sur la corrosion des métaux.	04
I.2	Inhibiteurs de corrosion	06
I.2.1	Définition	07
I.3	Classes d'inhibiteurs	07
I.3.1	Classification selon la nature des molécules de l'inhibiteur	08
I.3.1.1	Inhibiteurs inorganiques	08
I.3.1.2	Inhibiteurs organiques	08
I.3.2	Classification selon le mécanisme d'action	09
I.3.2.1	Mécanisme d'action électrochimique	09
I.3.3	Mécanisme d'action interfacial	10
I.4	Classification selon le domaine d'application	11
I.5	Comportement des inhibiteurs en milieu acide	11
I.5.1	Type d'adsorption	12
I.5.1.1	Adsorption physique	12
I.5.1.2	Adsorption chimique	12
I.5.2	Isothermes d'adsorption	12
I.5.2.1	Isotherme de Langmuir	13
I.5.2.2	Isotherme de Temkin	13
I.5.2.3	Isotherme de Frumkin	14
I.6	Les composés polyphénoliques	14
I.6.1	Flavonoïdes	14
I.6.2	Tanins	15
I.6.3	Terpénoïdes	16
I.6.4	Saponosides	16
I.6.5	Alcaloïdes	17
I.7	Les huiles essentielles	17
I.8.	Activités biologiques	18
I.8.1	Activité antioxydante	18

I.8.2	Technique d'étude de l'activité antioxydante	18
I.8.2.1	Le piégeage du radical libre DPPH	18
I.8.2.2	La réduction du fer	19
I.9	Activité antibactérienne	19
I.9 .1	Description des bactéries étudiées	20
I.9.1.1	Escherichia coli	20
I.9.1.2	Staphylococcus aureus	20
Chapitre II		
II.1	Présentation de la plante	24
II.1.1	La famille des Myrtacées	24
II.1 .2	Description botanique de la plante <i>Myrtus communis</i> L.	24
II.1 .3	Distribution géographique de la plante	25
II .1.4	Position systématique	25
II .1.5	Synonyme	25
II .1.6	Les utilisations thérapeutiques traditionnelles	26
II.2.1	Matériel végétal	26
II.2.2.	Screening chimique	26
II.2.2.1.	Flavonoïdes:	26
II.2.2.2	Saponosides:	27
II.2. 2.3.	Triterpènes	27
II.2.2.4	Alcaloïdes	28
II.2.2.5	Tanins	29
II.3.	Extraction des flavonoïdes	30
II.4	Analyse quantitative des composées phénoliques	31
II.4.1	Dosage de Flavonoïdes	31
II.5	Activités biologiques	31
II.5.1.	Détermination de l'activité antioxydante	31
II.5.1.1	Réduction du fer par la méthode de FRAP	31
II.5. 1.2.	Piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényle-1-picrylhydrazyl)	32
II.5.2	La concentration inhibitrice (IC ₅₀)	32

II.5.3	II.5.3.Pouvoir antiradicalaire	33
II.6	Déterminationdes activités antibactériennes (diffusion enmilieu gélose)	34
II.6.1	Principe	34
II.6. 3	Préparation des disques	34
II.6.4	Teste antibactériennes	34
II.6.5	Application des disques	35
II.7	Méthodes d'études de l'inhibition de la corrosion	35
II.7.1	Méthode de mesure directe : La gravimétrie	35
II.7.1.1	Principe	35
II.7.2	Mode opératoire	36
II.7.3	Expressions de W_{corr} et EI %	36
Chapitre III		
III.1	Rendements d'extraction	39
III.1.1	Conclusions	39
III.2	Tests de présences des principes actifs	40
III.2.1	Conclusion	40
III.3.	Détermination de la teneur en flavonoïdes	41
III.3.1	Conclusions	41
III.4	Tests in vitro de l'activité antioxydante	42
III.4.1	Détermination de la concentration inhibitrice et du pouvoir antiradicalaire	42
III.4.2	Réduction du fer (FRAP)	42
III.4.2.1	Conclusion	43
III.4.3	Activité antimicrobienne	43
III.4.3.1	Résultats du test préliminaire	44
III.5	Etude gravimétrique	46
III.5.1	caractérisation de l'acier utilisé	46
III.5.1.1	Solution corrosive	46

Table de matière

III.5.1.2	Electrolyte	46
III.5.2	Effet de la concentration et de la température sur l'efficacité inhibitrice	47
III.5.3	Modèles d'isothermes d'adsorption d'EBMC	49
Conclusion générale		

Introduction générale

Historiquement, l'homme a pu compter sur la nature pour subvenir à ses besoins de base : nourriture, abris, vêtements et également pour ses besoins médicaux. L'utilisation thérapeutique des extraordinaires vertus des plantes pour le traitement de toutes les maladies de l'homme est très ancienne et évolue avec l'histoire de l'humanité.

Les plantes aromatique restent encore le premier réservoir de nouveaux médicaments, elles sont considérées comme source de matière première essentielle pour la découverte de nouvelles extrais nécessaires à la mise au point de futurs médicaments [1].

Cette matière végétale contient un grand nombre d'extrais qui ont des intérêts multiples mis à profit dans l'industrie alimentaire, en cosmétologie et en pharmacie; Parmi ces composés on retrouve, les coumarines, les alcaloïdes, les acides phénoliques, les tannins, les terpènes et les flavonoïdes [2].

Un autre intérêt est porté aussi à l'utilisation de ces extrais comme source d'inhibiteur de la corrosion. Ces inhibiteurs sont utilisés pour retarder la corrosion des métaux. Ce phénomène de corrosion représente un problème constant et continu, souvent difficile à éliminer complètement. Il affecte plusieurs secteurs (industrie, bâtiments, etc....) et peut coûter des milliards de dollars chaque année [3]. La plupart des composés synthétiques utilisés comme inhibiteur, présentent une bonne action anticorrosion. Mais la plupart d'entre eux sont hautement toxiques pour les êtres vivants et l'environnement [4]. Plusieurs recherches, montrent que l'utilisation des extrais de plantes pour la protection des métaux permet d'atteindre des taux d'efficacité élevés [5-6]. Sachant que ces produits sont considérés de plus en plus comme une source d'inhibiteurs verts. L'utilisation de ces derniers, peut se montrer efficace dans différents milieux (acide, neutre et basique), ce qui peut nous encourager à remplacer les produits chimiques toxiques utilisés actuellement.

Le but de cette étude consiste à renforcer la connaissance phytochimique des extrais de la plante *myrtus communis* L à savoir : les flavonoïdes totaux, et à mettre en évidence leurs activités antioxydantes et antibactériennes et inhibitrices de la corrosion, en vue de leur utilisation ultérieure dans le domaine pharmaceutique ou industriel.

Ce travail sera réparti comme suit :

Le premier chapitre est consacré à une présentation générale relative aux inhibiteurs de corrosion, suivie d'une étude bibliographique liée sur les composés phénoliques, notamment, les flavonoïdes, les tanins, les coumarines et activités biologique.

Le second chapitre présente les techniques les méthodes de caractérisation mises en œuvre ainsi que les conditions expérimentales adoptées.

Le troisième chapitre sera consacré aux résultats obtenus et leurs discussions.

Une conclusion générale résumera l'ensemble des résultats obtenus et proposera les perspectives générales.

Références

- [1] Maurice N., (1997) - L'herboristerie d'antan à la phytothérapie moléculaire du XXI^e siècle. Ed. Tec et Doc, Paris. France. p 12-14.
- [2] Baborun T., Gressier B., Trotin F., Brunet C., Dine T., Luyckx M., Vasseur J., Cazin M., Cazin J. C., Pinkas M., 1996- Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. *Arznei. Forschung*. Vol. (46): 1086-1089.
- [3] Hazwan Hussin M., Jain Kassim M., Hazwan Hussin M., Jain Kassim M., (2011) - *Materials Chemistry and Physics* 125 461–468
- [4] Ostovari A., Hoseinieh S.M., Peikari M., Shadizadeh S.R., Hashemi S.J., *Corrosion Science* 51 (2009) 1935
- [5] Ben Hmamou D., Salghi R., Bazzi Lh., Hammouti B., Al-Deyab S.S., Bammou L., Bazzi L., Bouyanzer A., *Int. J. Electrochem. Sci.* 7 (2012) 1303 – 1318.
- [6] N Guessan K., Kadja B., Zirihi N.G., Traoré D., Aké-Assi L., *Sciences & Nature* 6 (2009) 1 – 15.

I.1. Généralités sur la corrosion des métaux.

Si l'isolation est parfaite, le métal est placé dans un vide ou avec une surface complètement isolée où les restes stables indéfiniment, mais le métal dans un permanent livrent avec l'environnement qui peuvent survenir dans certains cas, les changements de ces circonstances métalliques devient plus sensible à la corrosion, ce qui se reflète dans la aspects (chimique et électrochimique ou bactérienne) et morphologies(uniforme localisé...etc.) différent de l'érosion du latin, qui est le signifié ronger ou attaquer, La corrosion est une réaction chimique ou électrochimique entre un matériau, généralement un métal, et son environnement qui entraîne une dégradation du matériau et de ses propriétés [1].

Dans la nature, il y a peu de métaux stables thermodynamiques comme l'or, le platine, mais la majorité des métaux se trouvent sous la forme d'oxydes, carbonates de sulfate ou de chlorure sont les principales familles de minéraux réduit à l'état métallique, en présence de certains milieux pour revenir à la forme oxydée, une forme stable thermodynamique, nous sommes en présence de phénomène naturel nous oblige à prendre des réserves obligatoires [2].

Si le métal est placé au contact de solutions aqueuse son dit que les phénomènes de corrosion sont importants. Généralement, cette corrosion humide est de nature électrochimique: Elle est due à une réaction d'oxydoréduction inter faciale et irréversible entre le métal et les agents oxydants contenus dans son environnement (eau, oxygène, acides...) Cette réaction s'écrit :



Où M : désigne le métal ; Mn^+ : l'ion correspondant ;

Red désigne l'espèce réduite ; Ox^{z+} : l'oxydant associé.

Cette réaction d'oxydoréduction se compose de deux réactions partielles anodique et cathodique :

✚ La réaction anodique correspond à la dissolution du métal :



- ✚ Réaction cathodique diffèrent des espèces oxydantes à l'autre et les réactions cathodiques sont la réduction la plus répandue de protons dans un milieu acide et de l'oxygène dans les milieux aères (neutre ou basique).

Dans ce contexte, deux parts complémentaires dans la réaction électrochimique :

- le transfert électronique qui se produit à la surface de l'électrode dans la double couche (zone à partir de laquelle l'espèce est réactive vis-à-vis du métal, son épaisseur est de l'ordre du nanomètre).
- le transport de matière des espèces redox du sein de la solution jusqu'à la surface de L'électrode : ce transport peut avoir lieu par diffusion, convection et migration.

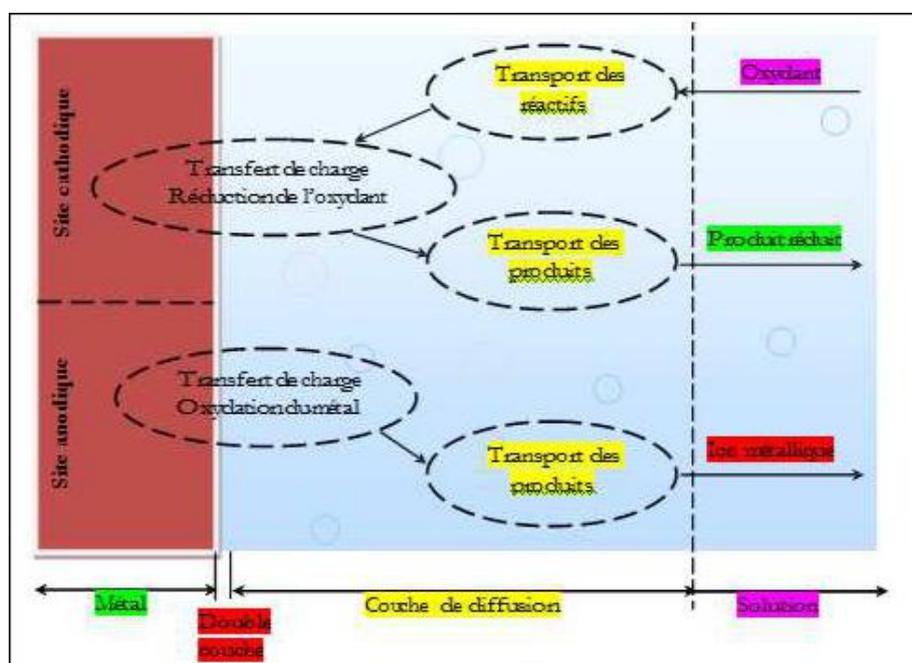


Figure I.1: Etapes réactionnelles lors de la corrosion d'un métal en milieu liquide.

Les dégâts provoqués par ce phénomène semblent donc inévitable [3]. Pour ne citer que quelques chiffres, mentionnons que les pertes financières annuelles produites par la corrosion s'élevaient à 12 Milliards de dollars par an au Canada en 1989. En Grande- Bretagne, ces pertes atteignent 1365 Milliards de livres en 1971, 6 Milliards de roubles en URSS et 19

Milliards de Mark pour la République Fédérale d'Allemagne. Dans ces deux derniers cas, les valeurs sont établies pour l'année 1969 [4].

L'importance de l'étude de la corrosion est double.

- Le premier est économique, elle concerne de nombreuses installations : Tubes, bacs de stockage, échangeurs de chaleur, ...etc. Dans l'impact de la corrosion on distingue les pertes directes et les pertes indirectes, que nous allons examiner.
- La seconde est le rétablissement appliqué premièrement aux ressources de métal dont les réserves mondiales sont limitées et dont la destruction implique des pertes correspondantes d'énergie et de réserves d'eau accompagnant la production et la fabrication des structures métalliques.
- **Pertes directes** : Les pertes directes prennent en compte le prix des pièces à changer, la main d'œuvre, le coût de l'entretien et du contrôle, le prix des revêtements, inhibiteurs.....etc.
- **pertes de produits** : À la suite de perforation des installations, on peut assister à des pertes d'eau, d'huile, de gaz et d'autres produits.
- **pertes de production** : Diminution d'un transfert de masse ou de chaleur, par suite de l'accumulation de produits de corrosion à l'intérieur des canalisations.
- **pertes par propagation des produits** : Dans une unité de production de nettoyants le passage d'une petite quantité de Cu résultant d'une faible corrosion de tubes en cuivre peut modifier un bain entier de savon.
- **Pertes indirectes** : Elles sont très délicates à évaluer ; elles sont relatives au manque à gagner, aux pertes de production et de productivité.

I.2. Inhibiteurs de corrosion

La protection de la corrosion doit être vue dès la phase de conception d'une installation. En effet, des mesures préventives prises au bon moment permettent d'éviter plusieurs problèmes quand il s'agit de garantir une certaine durée de vie à un objet, surtout pour des industries telles que le nucléaire, l'industrie chimique et l'aéronautique, où les risques d'accident peuvent donner des conséquences graves pour les personnes et l'environnement.

Actuellement, la protection contre la corrosion comprend une défense de traitements intervenant sur le matériau lui-même (choix judicieux, formes adaptées, contraintes en fonction des applications, ...), sur la surface du matériau (revêtement, peinture, ou type de

traitement de surface, ...) ou sur l'environnement avec lequel le matériau est en contact (inhibiteurs de corrosion).

Les inhibiteurs de corrosion forment un moyen de lutte nouveau contre la corrosion des métaux et des alliages; l'originalité de cette méthode découle du fait que le traitement anticorrosion ne se fait pas sur le métal lui-même, mais par l'intermédiaire du milieu corrosif. Les molécules inhibitrices peuvent agir suivant différents mécanismes, leur attribuant ainsi des performances d'inhibition fonction du milieu d'étude.

I.2.1. Définition

Selon la norme internationale *ISO 8044* [1] et *l'Association nationale de la corrosion Engainées (NACE)*, un inhibiteur de corrosion est un composé chimique qui, ajouté faible concentration au milieu corrosif, retarde ou stoppe le processus de corrosion d'un métal placé au contact de ce milieu [5-6].

I.2.2. Conditions et domaines d'utilisation

D'une manière générale un inhibiteurs de corrosion qui sont disponibles sur un certain nombre de nécessités, y compris qui minimise la corrosion du taux des métaux tout en conservant les caractéristiques physique-chimique et les propriétés d'être stables à des températures d'utilisation et d'être stable en présence d'éléments du milieu, et qui n'a pas un impact négatif sur l'environnement et est en termes et matériels conforme aux normes non-toxiques. Plus de 1100 inhibiteurs de corrosion sont disponibles pour un usage industriel [7]. Leurs domaines traditionnels d'application sont:

- ✚ le traitement des eaux (eaux sanitaires, eaux de chaudières, eaux de procédé industriels)
- ✚ l'industrie du pétrole (forage, extraction, raffinage, stockage et transport)
- ✚ l'industrie des peintures sur métaux;

La protection provisoire des métaux pendant une période où la pièce ou l'installation est notamment sensible à la corrosion (décapage acide, nettoyage, stockage, ...) ou encore lorsque la pièce est soumise à des usinages très sévères comme le perçage, taraudage, forage, filetage, etc.

I.3. Classes d'inhibiteurs

Il existe plusieurs possibilités de classement des inhibiteurs [8]:

- ✚ Soit à partir de la nature des produits (inhibiteurs organiques ou minéraux);
- ✚ Soit à partir de leur mécanisme d'action électrochimique (inhibiteurs cathodiques, anodiques ou mixtes);
- ✚ Soit à partir de leurs mécanismes d'interface et principes d'action (adsorption à la surface du métal et/ou formation d'un film protecteur).
- ✚ Soit à partir du domaine d'application.

I.3.1. Classification selon la nature des molécules de l'inhibiteur

I.3.1. 1. Inhibiteurs inorganiques

Les molécules inorganiques sont utilisées généralement en milieu voisin de la neutralité, voire en milieu alcalin et plus rarement en milieu acide [9,10]. Le nombre de molécules en utilise à l'heure actuelle va en se restreignant, car la plupart des produits efficaces présentent un côté nuisible pour l'environnement. , Cependant, de nouveaux complexes organiques de chrome III et d'autres cations (Zn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Mn^{2+} , Sr^{2+} , Al^{2+} , Zr^{2+} , Fe^{2+}) efficaces contre la corrosion et non toxiques ont été développés [10].

I.3.1. 2. Inhibiteurs organiques

Les molécules organiques sont promises à un développement plus que certain en tant qu'inhibiteurs de corrosion : leur utilisation est actuellement préférée à celle des inhibiteurs inorganiques pour des raisons d'écotoxicité essentiellement. L'action inhibitrice de ces composés organiques est liée à la formation (par adsorption) d'une barrière plus ou moins continue les composés organiques utilisés comme inhibiteurs doivent posséder au moins un hétéroatome servant de centre actif pour leur fixation sur le métal tel que l'azote l'oxygène, le soufre ou le phosphore. L'un des inconvénients est l'utilisation de ces composés à haute température puisqu'elles sont instables. Le groupement fonctionnel de la molécule est lié à la surface du métal, tandis que la partie non polaire, plus volumineuse, bloque partiellement la surface active (figure. I.2). l'efficacité inhibitrice pouvant influencer par d'autres paramètres structuraux tels que L'aire moléculaire de l'inhibiteur projetée sur la surface métallique. Cette projection dépend des différentes possibilités de conventions d ions organiques ou des molécules à l'interface métal / solution [11].

- ✚ L'influence exercée par le poids moléculaire [12].
- ✚ L'importance de la configuration moléculaire, descripteurs de la molécule, à savoir le moment dipolaire μ ...) [13].
- ✚ L'influence de la nature de substituant [14].

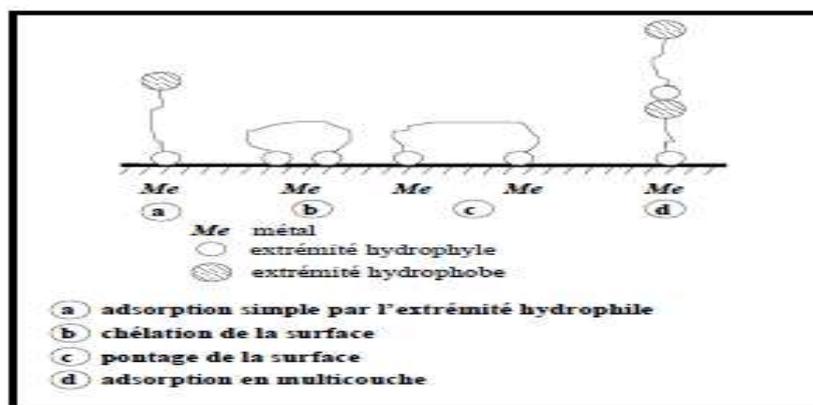


Figure. I. 2 : Représentation schématique de modes d'adsorption des molécules organiques inhibitrices sur une surface métallique.

I.3.2. Classification selon le mécanisme d'action

Il n'existe pas de mode d'action unique des inhibiteurs de corrosion. Tandis que soit le mécanisme exact pour lequel chaque inhibiteur agit dans les conditions dans lesquelles il est placé, il existe un certain nombre d'articles de bas les inhibiteurs.

I.3.2. 1. Mécanisme d'action électrochimique

Selon le mécanisme de l'action électrochimique, on peut classer les inhibiteurs en trois types différents qui sont anodique, cathodique ou mixte (rassemblant les deux premières propriétés). L'inhibiteur de corrosion forme une couche barrière sur la surface métallique (figure I.2) qui Change les réactions électrochimiques en bloquant soit les sites anodiques (siège de l'oxydation du métal) soit les sites cathodiques (siège de la réduction du dioxygène en milieu neutre aéré ou siège de la réduction du proton H^+ en milieu acide), voire les deux figures [15].

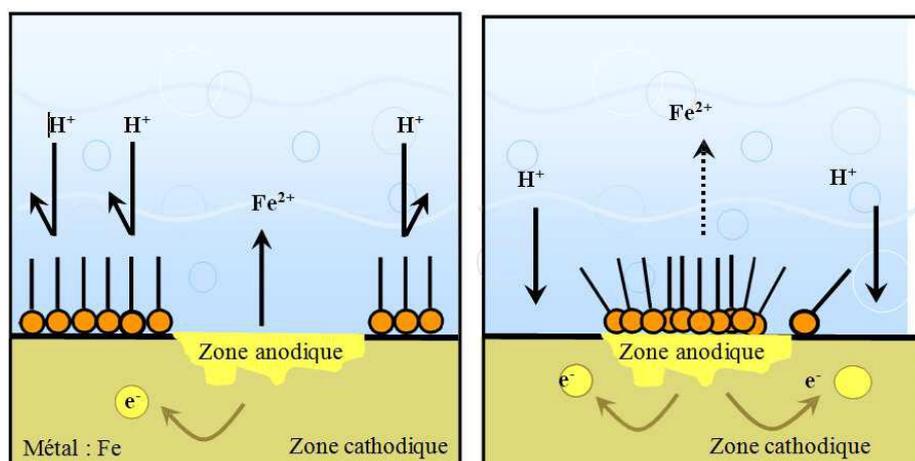


Figure I.3 : Formation des couches barrières a) cathodiques et b) anodiques interférant avec les réactions électrochimiques, dans le cas d'une étude en milieu acide

Les inhibiteurs anodiques réalisent par formation d'une couche passive et doivent être utilisés avec précaution car ils peuvent rendre perforante une corrosion au départ généralisée [16]. En effet, si le film protecteur est altéré par une rayure ou par une dissolution, ou si la quantité d'inhibiteur est insuffisante pour restaurer le film, la partie exposée se corrode par piqûration. En matière de corrosion localisée, la corrosion par piqûre est une forme particulièrement insidieuse: l'attaque se limite à des trous, très localisés et pouvant progresser très rapidement en profondeur tout en conservant le reste de la surface indemne. Le mode d'action des inhibiteurs cathodiques est quant à lui basé la plupart du temps, sur une précipitation à la surface cathodique d'un sel ou d'un hydroxyde [16]. De ce fait, ces inhibiteurs sont plus sûrs que les inhibiteurs anodiques, car ils ne risquent pas de favoriser de corrosion localisée, même en cas de sous-dosage.

I.3.3. Mécanisme d'action interfacial

Selon le mode de fixation sur la surface métallique, on distingue deux types d'inhibiteurs : Les inhibiteurs d'adsorption ou "d'interface" et les inhibiteurs dits «d'interphase». Les premiers sont plutôt observés en milieu acide et agissent en formant des films mono ou bidimensionnels des molécules par adsorption à la surface du métal alors que

les seconds sont spécifiques des milieux neutres ou alcalins et forment des films tridimensionnels qui intègrent les produits de dissolution du substrat.

I.4. Classification selon le domaine d'application

Les inhibiteurs de corrosion sont enfin souvent classés selon leur domaine d'application [17]. En milieu aqueux, les inhibiteurs pour milieu acide sont utilisés, entre autres, pour éviter une attaque électrochimique de l'acier lors du décapage. Dans l'industrie pétrolière, on les ajoute aux fluides de forage. Les inhibiteurs pour milieux neutres servent surtout à protéger des circuits de refroidissement. En milieu organique, de grandes quantités d'inhibiteurs de corrosion sont utilisées dans les lubrifiants pour moteurs et dans l'essence puisque ces liquides contiennent souvent des traces d'eau et des espèces ioniques qui peuvent provoquer une corrosion. Enfin, les inhibiteurs pour les phases gazeuses sont généralement employés pour une protection temporaire de différents objets emballés pendant le transport et le stockage: instrument de précision, composants électroniques, machines, etc. Il s'agit le plus souvent de composés organiques ayant une pression de vapeur élevée, notamment certaines amines.

I.5. Comportement des inhibiteurs en milieu acide

Les inhibiteurs en milieu acide, les plus généralement utilisés sont des molécules organique. Ces inhibiteurs agissent d'abord par adsorption à la surface des métaux, avant même d'intervenir dans les processus réactionnels de corrosion pour en diminuer la vitesse.

Parmi les conditions à fournir dans inhibiteurs être peu coûteux et facile à utiliser et à haute capacité à inhiber la corrosion et parce que la plupart des inhibiteurs acides toxiques, et leurs produits sont très graves sur la peau et les yeux, et certains d'entre eux affecte les poumons et la partie centrale et peut entraîner la mort lorsque le frottement du système nerveux si directe il doit choisir l'amortisseur droit et la sécurité pour réduire ces effets sanitaires et économiques.(Rozenfeld ,1981).

Certains scientifiques utilisant des extraits de plantes qui ont la capacité d'inhiber la corrosion de l'acier dans des solutions acides, en plus de la possibilité de son utilisation comme traitement pour de nombreuses maladies[18] ont été atteintes que les extraits de plantes sont considérés comme de bons inhibiteurs de la corrosion des métaux ont récemment été utilisé principalement pour son faible coût et de l'accessibilité facilement et contiennent de nouveaux composés ont l'effet d'un anticorrosion qui est considéré comme respectueux de l'environnement[19].

I.5.1. Type d'adsorption

L'adsorption des composés organiques peut être décrite par deux principaux types d'interaction à savoir l'adsorption physique et la chemisorption. Ces deux types d'adsorption sont influencés par la nature et la charge du métal, la structure chimique du produit organique et le type d'électrolyte [20].

I.5.1.1. Adsorption physique

L'adsorption physique est due aux forces de Van Der Waals ou aux forces électrostatiques existant entre la charge ionique ou les dipôles de l'espèce inhibitrice et la surface du métal électriquement chargée [21].

I.5.1 .2. Adsorption chimique

Est particulier pour certains métaux et n'est pas tout à fait réversible. C'est aussi le cas le plus convenable pour l'inhibition. Ce type d'adsorption consiste en la mise en commun d'électrons entre la partie polaire de la molécule et la surface métallique, ce qui engendre la formation de liaisons chimiques bien plus stables car basées sur des énergies de liaison plus importantes. Les électrons proviennent en grande majorité des doublets non liants du centre actif de la molécule inhibitrice (hétéroatomes O, N, S, P). Ce centre se comportera par exemple comme un donneur d'électrons vis-à-vis d'un atome métallique de la surface.

I.5.2. Isothermes d'adsorption

Une isotherme d'adsorption explique la relation entre le taux de recouvrement d'une Interface par l'espèce adsorbée et la concentration de l'espèce en solution [22-23]. Plusieurs modèles d'isothermes d'adsorption sont proposés dont trois sont les plus généralement utilisés, ils 'agit de l'isotherme de Langmuir, isotherme de Temkin et celle de Frumkin.

I.5.2.1. Isotherme de Langmuir

L'isotherme de Langmuir suppose que l'inhibiteur conduit à un recouvrement par une mono couche d'adsorption à la surface recouverte θ et que la fraction non recouverte $(1 - \theta)$ réagit avec l'acide comme s'il n'y avait pas d'inhibiteur.

Le rapport $(\theta / 1-\theta)$ est lié à la concentration par l'équation de Langmuir :

$$\frac{\theta}{1-\theta} = k_{ads} C_{inh} \quad (1)$$

Où K_{ads} est la constante d'équilibre de la réaction d'adsorption, C_{inh} est la concentration de l'inhibiteur en solution.

Après un réarrangement, on trouve l'équation suivante :

$$C_{inh}/1-\theta = k_{ads} C_{ads} \quad (2)$$

Expérimentalement, la variation C_{inh}/θ en fonction de C_{inh} est une droite de pente égal à l'unité.

Le taux de recouvrement peut être déterminé par :

$$\Theta = 1 - V_{corr}/(V_{corr})_0 \quad \text{ou} \quad \Theta = 1 - I_{corr}/(I_{corr})_0$$

Le modèle de Langmuir suppose qu'il existe à la surface un nombre fixe de sites. Chacun de ces sites ne peut adsorber qu'une seule particule. De plus, comme on néglige les interactions entre les particules adsorbées, l'énergie d'adsorption est constante [24].

I.5.2. 2. Isotherme de Temkin

Dans le modèle de Temkin, l'énergie libre d'adsorption de l'adsorbat est une fonction linéaire du taux de recouvrement Θ et les constantes de vitesse chimiques sont fonction de Θ . Il y a attraction ou répulsion entre espèces adsorbées à la surface. L'équation de l'isotherme de Temkin est :

$$bC_{inh} = \exp(a\Theta) - 1 / 1 - \exp[-a(1-\Theta)] \quad (3)$$

b : coefficient d'adsorption ; Θ : taux de recouvrement de la surface par l'inhibiteur ($0 < \Theta < 1$) ; C_{inh} concentration de l'inhibiteur; a : une constante d'interaction entre les particules adsorbées.

Il est en général très délicat de définir à quel type d'isotherme obéit le comportement d'un inhibiteur dans un système donné. On peut simplement souligner que l'adsorption à la surface hétérogène correspond le plus souvent à une isotherme de type Langmuir. Ces

remarques doivent conduire à une grande prudence dans le maniement des taux de recouvrement.

I.5.2.3. Isotherme de Frumkin

L'isotherme de Frumkin est représentée après réarrangement par l'expression suivante :

$$\ln [\Theta/C(\Theta-1)] = \ln K + 2a\Theta$$

Le paramètre « a » possède les dimensions suivantes : J/mol par mol/ cm³, il exprime la manière dont un recouvrement accru modifie l'énergie d'adsorption de l'espèce. Si « a » est positif, les interactions entre deux espèces à la surface sont attractives, si a est négatif, les interactions sont répulsives, si $a \rightarrow 0$ l'isotherme de Frumkin se rapproche de l'isotherme de Langmuir.

I.6 : Les composés polyphénoliques

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des métabolites secondaires caractérisés par la présence d'un cycle aromatique portant des groupements hydroxyles libres ou engagés avec un glucide. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la rhizogenèse, la germination des graines ou la maturation des fruits. Les plus représentés sont les anthocyanes, les flavonoïdes et les tannins [25].

I.6. 1. Flavonoïdes

Le nom flavonoïde provient du terme flavedo, désignant la couche externe des écorces d'orange [26], cependant d'autres auteurs supposaient que le terme flavonoïde a été plutôt prêté du flavus [27].

Les flavonoïdes ont tous la même structure chimique de base, ils possèdent un squelette carboné de quinze atomes de carbones constitué de deux cycles aromatiques (A) et (B) qui sont reliés entre eux par une chaîne en C3 en formant ainsi l'hétérocycle (C) [28]. Généralement, la structure des flavonoïdes est représentée selon le système C6-C3-C6 [29],

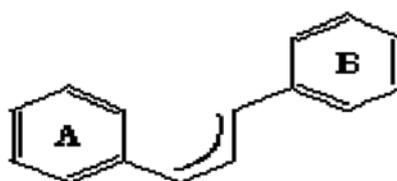


Figure I.4 : La structure de base des Flavonoïdes

En formant une structure de type diphenyle propane dont des groupements hydroxyles, oxygènes, méthyles, ou des sucres peuvent être attachés sur les noyaux de cette molécule [30].

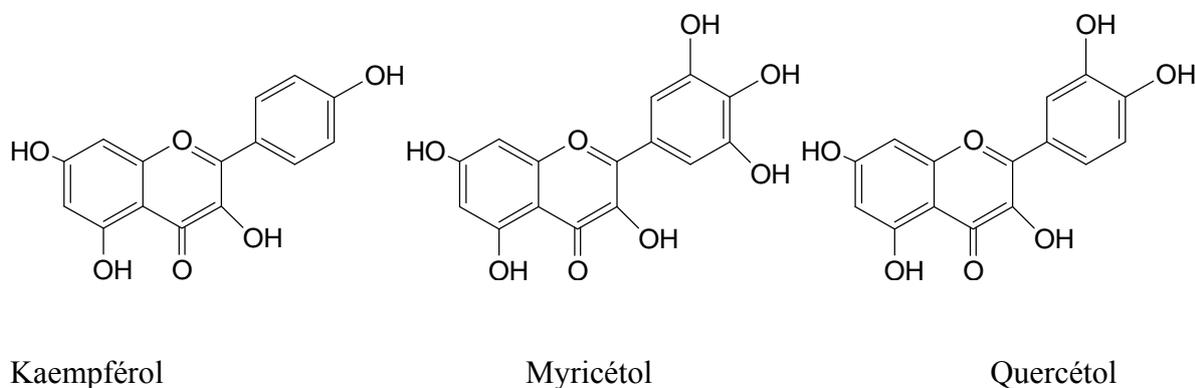


Figure I.5 : Quelques structures de Flavonoïde

I.6.2. Tanins

Les tanins sont des polyphénols que l'on trouve dans de nombreux végétaux tels que les écorces d'arbre et les fruits (raisin, datte, café, cacao...). Leur structure complexe est formée d'unités répétitives monomériques qui varient par leurs centres asymétriques, leur degré d'oxydation [31].

Les tanins sont divisés en deux groupes :

- ✚ Les tanins condensés, formés de pro anthocyanidines (sous forme d'oligomères)
- ✚ Les tanins hydrolysables, esters des acides phénols et de glucose.

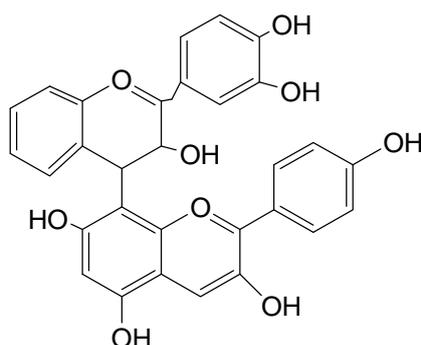


Figure I.6 : Structure des tanins condensés

I.6.3. Terpénoïdes

Appelés aussi terpènes, constituent une vaste groupe de métabolites secondaires, sont des hydrocarbures naturels, de structure cyclique ou de chaîne ouverte [33]. En effet les plantes synthétisent plus de vingt-deux milles dérivés isopréniques qui possèdent des structures, des propriétés physiques et chimiques et activités biologiques très diverses [34].

Ils répondent dans la plupart de cas à la formule générale (C₅H₈). C'est-à-dire leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'unité isoprénique (Figure I.7) à 5 atomes de carbone [36- 37 et 38].

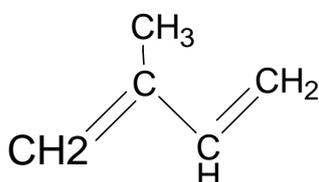


Figure I.7: Structure de la molécule d'isoprène.

I.6.4. Saponosides

On entend par saponosides (mot latin « sapons », savon ; « saponaire », l'herbe à savon), des hétérosides à aglycones de structure stéroïde ou triterpénique qui tiennent une grande place parmi les substances d'origine végétale [39].

Les saponosides sont classés en deux groupes selon la nature de leur génien qui peut être soit triterpéniques, soit stéroïdiques [40].

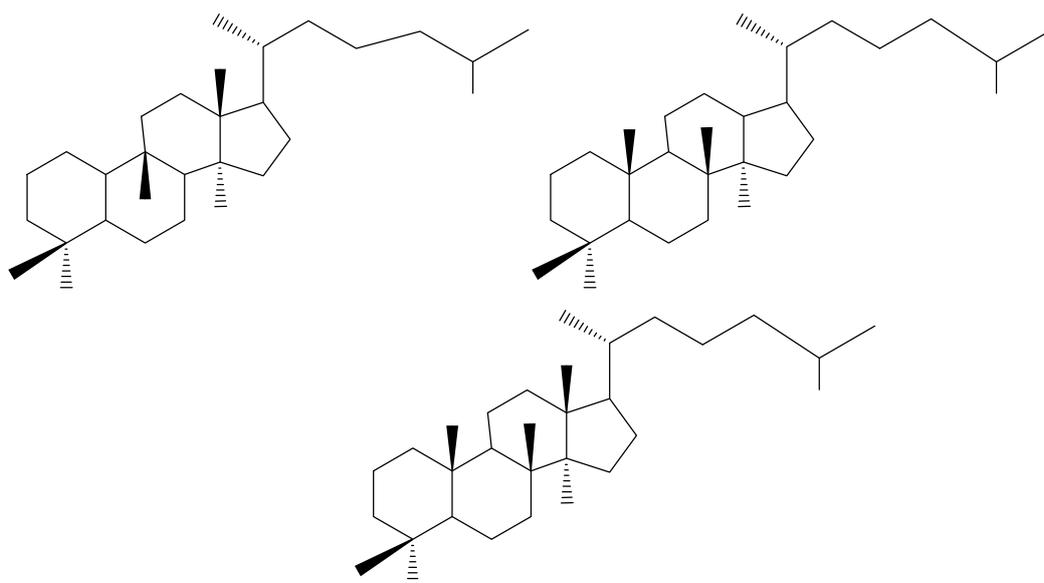


Figure I.8 : Quelques structures de saponosides

I.6.5. Alcaloïdes

Les alcaloïdes sont un groupe de composés azotés et faiblement basiques issus principalement des végétaux. Ils présentent des réactions communes de précipitation. Après extraction, ils sont détectés par des réactions générales de précipitation fondées sur leur capacité de se combiner avec des métaux [41].

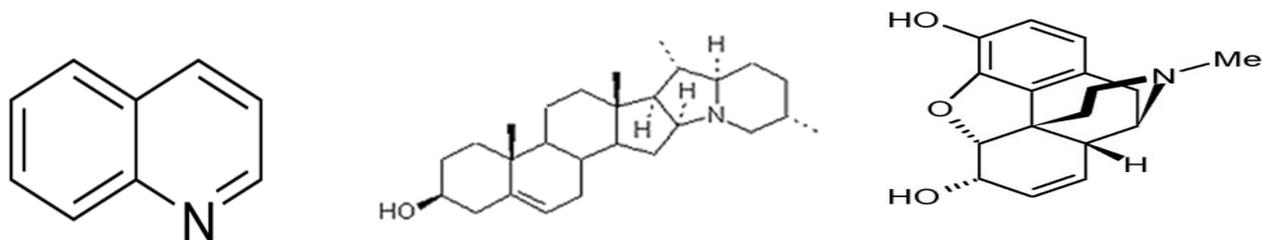


Figure I.9 : Quelques structures d'alcaloïdes

I.7. Les huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HEs) sont des complexes naturels de molécules volatiles et odorantes qui sont synthétisées par les cellules sécrétrices des plantes aromatiques. Elles les conservent dans des poches au niveau de certains organes [42]. Ces produits sont extraits par hydro distillation, entraînement à la vapeur d'eau, ou par pression [43].

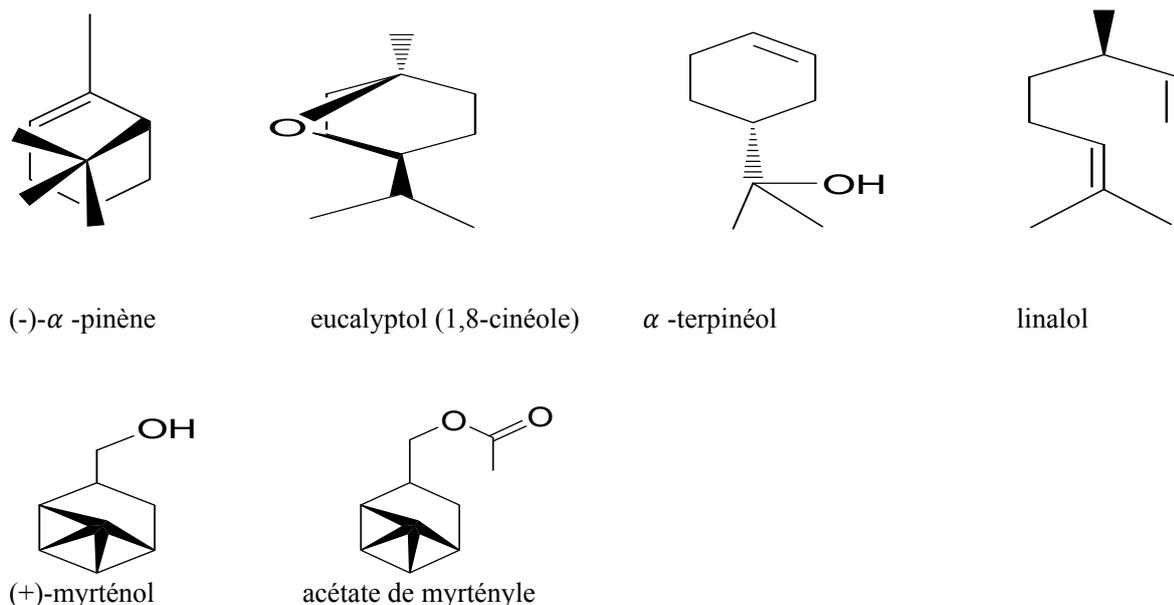


Figure I.10 : Les principales molécules dans les huiles essentielles

I.8. Activités biologiques

I.8.1. Activité antioxydante

Les antioxydants sont définis comme étant des substances qui peuvent retarder ou empêcher l'oxydation des substrats biologiques [44], ce sont des composés qui réagissent avec les radicaux libres et les rendent ainsi inoffensifs [45].

Plusieurs substances pouvant agir en tant qu'antioxydants *in vivo* ont été proposées, elles incluent le bêta-carotène, l'albumine, l'acide urique, les œstrogènes, les polyamines, les flavonoïdes, l'acide ascorbique, les composés phénoliques, la vitamine E, etc. ...elles peuvent stabiliser les membranes en diminuant leur perméabilité et elles ont également une capacité de lier les acides gras libres [46].

I.8.2. Technique d'étude de l'activité antioxydante

Il y'a plusieurs techniques pour étudier l'activité antioxydante des extraits de plantes. Elle a été effectuée par plusieurs techniques chimiques tels que : le piégeage du radical libre DPPH et la réduction du fer.

I.8.2.1. Le piégeage du radical libre DPPH

La méthode de mesure du pouvoir antioxydant par le DPPH repose sur la capacité d'un composé à réduire le DPPH° [47] :



La réduction se traduit par un changement de couleur de la solution qui vire du violet au jaune. La réaction est alors quantifiée en mesurant l'absorbance de la solution par spectrophotométrie à 515 nm. Chaque composé antioxydant réagit avec le DPPH (1,1-diphenyl-2-picryl-hydrayl) selon une cinétique qui lui est propre.

Un test est réalisé avec un échantillon de la solution antioxydante à des dilutions différentes. A l'aide de l'appareil : *thermo électron multiskan* et le logiciel *Ascent Software*, l'absorbance est mesurée à λ 515 nm chaque minute jusqu'à atteindre un plateau.

On détermine alors par lecture graphique la quantité d'oxydant /mg un DPPH nécessaire pour dégrader 50% du DPPH soit IC50 ainsi que le pouvoir anti radicalaire (Anti Radical Power : ARP).

I.8.2.2. La réduction du fer

Les ions ferreux (Fe^{2+}) sont essentiels pour certaines fonctions physiologiques. Ils peuvent être, soit des constituants des hémoprotéines, soit des cofacteurs des différentes enzymes du système de défense antioxydant (Fe pour la catalase). Mais ils sont aussi responsables de la production du radical hydroxyle ($\text{OH}\cdot$) par la réduction du peroxyde d'hydrogène selon les réactions de Fenton et Haber Weiss .



Les flavonoïdes sont considérés comme de bons chélateurs de ces ions métalliques (ferrique, Fe^{2+}) [48]. Les études sur la chélation du fer par certains flavonoïdes, ont pu ressortir les sites potentiels pour la chélation des ions métalliques (Figure I.11).

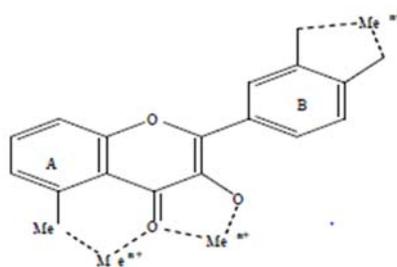


Figure I.11: Les flavonoïdes et leurs sites proposés pour la chélation des ions métalliques

I.9. Activité antibactérienne

L'utilisation des antibiotiques conduit dans la très grande majorité des cas à la sélection de populations microbiennes résistantes. Cette résistance est due à des mutations chromosomiques ou à l'acquisition de gènes de résistance portés par des éléments génétiques

mobiles (plasmides, phages, transposons, intégrons). Ces résistances ont conduits à chercher de nouveau agents antimicrobiens possédant une efficacité plus importante que les drogues synthétiques d'une part et bien accepté par l'organisme d'autre part (sans exercer des effets délétères sur la santé humaine) [49].

Beaucoup de groupes de recherches ont étudié l'activité antimicrobienne des extraits de plantes médicinales telles que fenouil (*Foeniculum vulgare*), menthe (*Mentha piperita*), thym (*Thymus vulgaris*), ils ont trouvé que ces extraits sont actifs non seulement contre les bactéries mais aussi contre les champignons, les levures et les virus [50].

D'autres groupes de chercheurs ont franchi une étape plus loin, ils ont isolé et identifié les métabolites responsables de l'activité antimicrobienne des extraits de plantes, cette étape constitue une plateforme pour plusieurs implications incluant l'industrie pharmaceutique, la médecine alternative, et la thérapie naturelle [51].

I.9.1. Description des bactéries étudiées

I.9.1.1. *Escherichia coli*

Escherichia coli est un bacille à gram négatif [50] de forme non sporulée, de type anaérobie facultative, généralement mobile grâce aux flagelles, sa longueur varie de 2 à 6 μm , alors que sa largeur est de 1,1 à 1,5 μm [52].

Les bactéries appartenant à l'espèce *E. coli* constituent la majeure partie de la flore microbienne aérobie du tube digestif de l'homme et de nombreux animaux. Certaines souches sont virulentes, capables de déclencher spécifiquement chez l'homme ou chez certaines espèces animales des infections spontanées des voies digestives ou urinaires ou bien encore des méningites néo-natales. D'autres souches appartiennent à la flore commensale peuvent être responsables d'infections opportunistes variées, surtout chez les sujets aux défenses immunitaires affaiblies [53].

I.9.1.2. *Staphylococcus aureus*

Les espèces *Staphylococcus aureus* sont des cocci à Gram positif, de forme sphérique, avec un diamètre de 0,8 à 1 μm . Elles sont regroupées en diplocoques ou en petits amas (grappe d'araisin). Ce type de bactéries sont immobiles, asporulés, habituellement sans capsule. De nombreuses souches de *Staphylococcus aureus* produisent un pigment jaune doré

Références

- [1]-Norme Internationale ISO 8044 (1999).
- [2]-J. Benard, A. Michel, J. Philibert, et al, *Métallurgie générale*, Masson Editeurs (1969).
- [3]-AFNOR, “Corrosion des métaux et alliages : termes principaux et définitions”, NF EN ISO8044, paris : AFNOR, 2000, 78 p.
- [4]-Recueil de norme française, Corrosion et protection des métaux, tome 1 (1988).
- [5]-NACE International 2007 Glossary of Corrosion Related Terms (www.nace.org).
- [6]-C. Fiaud, *Inhibiteurs de corrosion*, Techniques de l’ingénieur, COR1005.
- [7]-E.W. Flick, *Corrosion Inhibitors - An Industrial Guide* (2nd Edition), Noyes NP (1993).
- [8]- D. Landolt, *Corrosion et Chimie de Surface des Métaux*, 1st Edition, Alden Press, Oxford, (1993) 489.
- [9] -I.L. Rozenfeld, *Corrosion Inhibitors*, McGraw-Hill, (1981).
- [10]- C.C. Nathan, *Corrosion Inhibitors*, NACE, Houston, (1973).
- [11] -R. Annand, R. Hurd, N. Hacherman, *J. Electrochem. Soc.* 112 (1965) 138.
- [12]- G. Trabanelli, F. Zucchi, G. Gullini, V. Carassiti, *Werkstoffe and corrosion*, (1968) 407.
- [13]- F. Zucchi, G. Trabanelli, G. Gullini, *Electrochimica Metallorm*, 3, 407 (1968) 407.
- [14]- N. Hackerman, A.C. Makrides , *J. of Ind. And Eng. Chem.* 46 (1954) 523.
- [15]-E. Schaschl, *Methods for evaluation and testing of corrosion inhibitors*, C.C. Nahan, Ed., NACE, Houston (1973) 28-41.F. Moran,
- [16]-Inhibiteurs de corrosion et traitement des eaux, Techniques de l’ingénieur. Landolt,
- [17]-Corrosion et Chimie de Surface des Métaux. Traité des matériaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (1993).
- [18]-(Al-Sehaibani, 2000; *Barakat et al.*, 1998; El-Etre *et al.*, 2005; Ibrahim *et al.*, 1989; Khamis & Al-Andis, 2002; Sanghavi *et al.*, 1996).
- [19]-(Arab *et al.*,2005 ; Arab *et al.*, 2008 ; Khamis & Al-Andis, 2002 ; El-Etre, 2003; El-Shafei *et al.*, 2004; El-Etre, *et al.*, 2005).

- [20]-J.G.N. Thomas, 5th L. Antropov, 1st International Congress on Metallic Corrosion, Butterworths, London,
- [21]-(1962) 147.h European Symposium on Corrosion Inhibitors, Ann. Univ. Ferrara,Italy,(1980) 453.
- [22]-G. Achary, H.P. Sachin et al, *Materials Chemistry and Physics*, 107 (2008) 44.
- [23]-V. R. Saliyan, A. V. Adhikari, *Corrosion Science*, 50 (2008) 55.
- [24]-Y. Abboud, A. Abourriche et al, *Materials Chemistry and Physics*, 105 (2007)
- [25] J. Macheix, A. Fleuriet, C. Jay-Allemand, Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2005, 06,07
- [26] J. Bruneton, « Plantes médicinales », 4^{ème} éd, revue et augmentée, Paris, 2009, p 1288.
- [27] A. Karaali, D. Boyacioğlu, G. Genç, and B. İzçelik, nutrition and health–STREP or CA, University technique Istanbul, Turkey, 2004.
- [28] J.W. Erdman, J.D. Balentine, L. Arab, G. Beecher, J.T. Dwyer, J. Folts, J. Harnly, P. Hollman, L.C. Keen, G. Mazza, M. Messina, A. Scalbert, J. Vita, G. Williamson, J. Burrowes, *Nutrition*, 2007, 137, 718 -737.
- [29] V.P. Emerenciano, K.O. Barbosa, M.T. Scotti, M.J.P. Ferrero, *Brazilian Chemical Society*, 2007, 18(5), 891-899.
- [30] K.R. Narayana, M.S. Reddy, M.R. Chaluvadi, D.R. Krishna, *Indian journal of pharmacology*, 2001, 33, 2-16.
- [31]Hemingway, R.W., (1992). Structural variation in proanthocyanidins and their derivatives. In: Lpant polyphenols: synthesis, proprieties, significande. Laks P.E, Hemingway R.W New York.(1999). Investigation phytochimique de trios plantes Indonésiennes aux propriétés antioxydantes et antiradicalaires: *Tinos poracispa* (Menispermacées), *Merremia emarginata* (Convolvalacées) et *Oropea enneanda* (Annonacées). Thèse de doctorat Lausanne, p 241 .
- [32] Gravot, A., (2008). Introduction au métabolisme secondaire chez les végétaux. Equipe pédagogique Physiologie Végétale, UMR 118 APBV. Université de Rennes 1 – L2.
- [33]HELLAL Z., 2011- Contribution à l'étude des propriétés antibacteriennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des citrus. application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). mémoire de Magister en biologie, université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou. Algérie. 78p.
- [34]CONNOLLY JD., HILL RA., 1992- dictionnaire of terpenoids. Ed. Chapman and Hall. CRC Press, New York. USA. 2156p.
- [35]SEENIVASAN P., 2006- In vitro antibacterial activity of som plant essential oils. *Jornal of complementary and alternative medicine*. Vol. (9): 6-39.

- [36]HERNANDEZ-OCHOA L.R., 2005- Substitution de solvants et matières actives de synthèse par combiné (solvant/actif) d'origine végétale. Thèse de Doctorat. Institut national polytechniques, Toulouse. France. 255p.
- [37]YU F.N.A., UTSUMI R., 2009- Diversity, regulation, and genetic manipulation of plant mono- and sesquiterpenoid biosynthesis. *Cell. mol. Life sci.* Vol. (66): 3043-3052.
- [38]SEAMAN FC., 1982- Sesquiterpenes lactones as taxonomic characters in asteraceae. In the botanical review. *Botanical garden.* Vol. (48): 121-594.
- [39] W.S. Judd, C.S. Campbell, E.A. Kellogg, P.F. Stevens, « Botanique systématique, Une perspective phylogénétique », 1^{ère} ed, Boeck Université, Paris, 2002, 383.
- [40] T.N. Kaipnazarov, K.K. Uteniyazov, Z. Saatov, Institute of soil science and plant cultivation, 2004, pp 82.
- [41]Kansole, M.M.R., (2009). Etude ethnobotanique, phytocimique et activités biologiques de quelques lamiaceae du Burkina Faso: cas de *Leucas martinicensis* (Jacquin) R. Brown, *Hoslundia opposita vahl* et *Orthosiphon pallidus royle ex benth*. Mémoire pour obtenir un diplôme Diplôme d'Etudes Approfondies (D.E.A) en Sciences Biologiques Appliquées, Burkina Faso.
- [42] S. Burt, Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *International Journal of Food Microbiology*, 2004, vol.94, pp 223–253.
- [43] F. Bakkali, S. Averbeck, D.Averbeck, M.I.daomar, Biological effects of essential oils. *Food Chemical Toxicology*, vol.46, 2008, pp 446–475.
- [44]Hemingway, R.W., (1992). Structural variation in proanthocyanidins and their derivatives. In: Lpant polyphenols: synthesis, proprieties, significande. Laks P.E, Hemingway R.W New York.
- [45]Vansant,G. 2004., Radicaux libres et antioxydants : principes de base ▪ Symposium « Antioxydants et alimentation » ▪ Institut Danone ▪ 23/10/2004 ▪2▪
- [46]Svoboda K. P. and Hampson J. B. (1999) – Bioactivity of essential oils of selected temperate aromatic plants: antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and other related pharmacological activities. <http://www.csl.gov.uv/ienica/seminars/>
- [47] W. Brand-Williams, M.E. Cuvelier, C. and Berset: Use of a free radical. Method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm.-Wiss. U. Technol.*, 1995,28, 25-30.
- [48] C.J.Morris, J.R. Earl, C.W. Trenam, D.R. Blake, Reactive oxygen species and iron—a dangerous partnership in inflammation. *The international journal of biochemistry & cell biology.* 1995, (27) 109-122.
- [49]Kempf S. Zeitouni. (2009). Coût biologique de la résistance aux antibiotiques: analyse et conséquences Pathologie Biologie : *article in press*.
- [50]Jürgen R., Paul .S., Ulrike S., and Reinhard S. (2009). Essential Oils of Aromatic Plants with Antibacterial, Antifungal, Antiviral, and Cytotoxic Properties— an Overview: *ForschKomplementmed.* 16: 79–90.

[51]Huang Guangrong., Jiang Jiabin.,and Dai Dehui. (2008). Antioxidative and antibacterial activity of the methanol extract of *Artemisia anomala* S. Moore. *African Journal of Biotechnol.*7 (9): 1335-1338.

[52]Patrick B., Jean L., and Michel S. (1988).Bactériologie : Les bactéries des infections humaines. 1er Ed Médecine –Sciences Flammarion. Paris. pp: 100-108-274.

[53]Steven. P., Rachel. C., Martha. E., Paul. H., Jane. S., and Peter W.J. (2004). Microbiology of Waterborne Diseases. Ed Elsevier Academic Press. pp71-132

II .1. Présentation de la plante

II.1. 1. La famille des Myrtacées

La famille des Myrtacées est une famille des plantes dicotylédones qui comprend plus de 5650 espèces réparties en 48 à 134 genres environ [1]. Ce sont des arbres et des arbustes, souvent producteurs d'huiles aromatiques [2].

Selon (Quezel et Santa 1963), les Myrtacées sont des plantes à feuilles entières, opposées. Fleurs axillaires hermaphrodites. Calice cupuliforme. Etamines très nombreuses, insérées avec les pétales au sommet du tube calycinal. Gynécée infère ou semi- infère à 5 carpelles uniloculaires, à ovules nombreux, à placentation axile. Fruits bacciformes bleuâtres globuleux, de 5-8 mm de diamètre.

II.1 .2. Description botanique de la plante *Myrtus communis*L.

C'est un arbuste sempervirent de 1 à 3 mètres de haut, à tiges très ramifiées, dès la base; ses buissons touffus et aromatiques portent des feuilles ovales lancéolées, luisantes, coriaces, opposées, par deux ou quelquefois par trois ; fleurs blanches solitaires à l'aisselle des feuilles, axillaires, périanthe à cinq sépales et cinq pétales; nombreuses étamines et un style saillant ; baies bleu-noir, couronnées par le calice persistant [3]. espèce méditerranéenne, commune dans le Tell et sur le littoral du centre. Connue sous le nom de "Rihan" [4] (Figure II-1).



Figure. II.1: La plante *myrtus communis* L. dans son milieu systématique (Jijel, Est Algérie).

II.1 .3. Distribution géographique de la plante

Myrtus communis L. est une plante arbustive pousse sur le long du périmètre méditerranéen.



Figure. II.2: Distribution géographique de l'espèce *Myrtus communis* L. dans le monde [5].

II .1.4. Position systématique

Règne : Plante

Sous-règne : Eucaryotes

Embranchement : Spermaphytes

Sous-embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Ordre : Myrtales

Famille : Myrtaceae

Genre : *Myrtus*

Espèce : *Myrtus communis*L.

Nom vernaculaire : Rayhan, Mersin

II .1.5. Synonymes

- *Myrtusacutifolia*(L.) Sennen&Teodoro
- *Myrtusaugustinii* (Sennen&Teodoro) Sennen
- *Myrtuspetri-ludovici* (Sennen&Teodoro) Sennen
- *Myrtustheodori* (Sennen&Teodoro) Sennen

- Myrtuschristinae (Sennen&Teodoro) Sennen

II .1.6. Les utilisations thérapeutiques traditionnelles

En Turquie l'huile essentielle de feuille de myrte est usée par voie cutanée pour traiter les paralysies et les douleurs, les feuilles sont utilisées en décoction pour traiter les affections de la prostate.

En Tunisie, les feuilles sont aussi utilisées en décoction pour traiter les douleurs dentaires[6].

En Iran les feuilles et les racines sont utilisées en décoction concentrée pour traiter l'herpès et les problèmes gynécologiques, mais aussi comme tonique de l'estomac [7].

En Algérie les parties aériennes sont utilisées en décoction ou d'infusion pour traiter l'hypertension et du diabète [8].

II.2.1. Matériel végétal

La plante est récoltée de la région de Jijel.(Nord Est Algérien),au moins de septembre 2016 elle est séchée dans la température ambiante dans un endroit aéré à l'ombre pour mieux conserver les molécules sensibles à la chaleur et à la lumière .le poids de la matière végétale séchée globale est de **445.87g** (fleur, tige, fruit).

II.2.2. Screening chimique

Cette étude permet de mettre en évidence la présence de quelques groupes chimiques (Les alcaloïdes, flavonoïdes.....etc) dans notre plante. Le matériel végétal pulvérisé est épuisé successivement par macération dans des solvants de polarité croissante (acide chlorhydrique, méthanol, eau). Les tests phytochimiques pour les tanins, les alcaloïdes, les flavonoïdes, les saponosides, les triptènes ont été réalisés par différentes méthodes.

II.2.2.1. Flavonoïdes:

On trempe 10 g de la plante dans 150 ml d'acide chlorhydrique 1 % pendant 24heures, on filtre et on procède aux tests suivants:

- On ajoute à 10 ml du filtrat, du NH₄OH concentré jusqu'au pH basique.

L'apparition d'une couleur jaune prouve la présence des flavonoïdes.

- On ajoute une petite quantité de poudre de magnésium à 1 ml du filtrat.

-L'apparition d'une couleur rouge marque la présence des glycosides flavonoïdes.



Figure II.3 : Détection chimique des flavonoïdes.

II.2.2.2. Saponosides:

On agite le filtrat obtenu par macération de 2 g de la plante dans 80 ml d'eau distillée pendant quelques minutes. L'apparition d'une mousse dans le milieu prouve la présence des saponosides.



Figure II.4 : Détection chimique du saponosides

II.2. 2.3. Triterpènes

On prend environ 5 g de la plante on dissout dans 20 ml de CHCl_3 , on filtre et on ajoute 1 ml H_2SO_4 concentré avec précaution sur les parois du tube. Le point de rencontre les deux phases donne une couleur verte qui indique la présence de terpène glucosides.



Figure II.5 : Détection chimique des stérols et triterpènes.

Préparation des Réactifs utilisés pour les tests des Alcaloïdes

Réactif de Mayer:

Le réactif de Mayer est constitué de deux solutions:

Solution A: 13.55 g de chlorure de mercure dissoute dans 20 ml d'eau distillée.

Solution B: 49.8 g d'iodure de potassium dissoute dans 20 ml d'eau distillée. Préparation: On mélange les deux solutions et on jauge jusqu'à 1000 ml par de l'eau distillée.

II.2.2.4 Alcaloïdes

On dissout 10 g de la plante broyée dans 50 ml d'acide chlorhydrique HCl 1 %. On ajoute à la solution obtenue, après filtration, de l'ammoniac jusqu'à l'obtention d'un pH = 8 – 9. On procède ensuite à une extraction par 20 ml de chloroforme. L'opération est répétée trois fois. Après l'évaporation de la solution organique, on dissout le précipité obtenu dans 2 ml de HCL 1%. On ajoute à la solution acidifiée quelques gouttes du réactif de Mayer. L'apparition d'un trouble ou d'un précipité blanc prouve la présence des alcaloïdes.



Figure II.6 : Absence des alcaloïdes

II.2.2.5 Tanins:

On agite le filtrat obtenu par macération de 10 g de la plante dans 80 ml d'alcool éthylique 50 % pendant quelques minutes. On ajoute quelques gouttes de FeCl_3 au milieu. L'apparition d'une couleur verte prouve la présence des tanins.

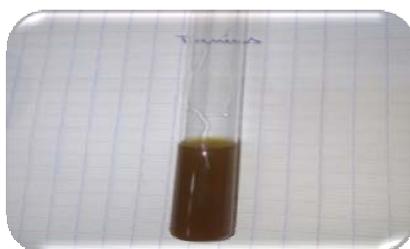


Figure II.7 : Détection chimique des tanins.

II.3. Extraction des flavonoïdes

L'extraction des flavonoïdes est réalisée selon la méthode de Markham (1982), avec une modification inspirée selon la méthode de Bruneton (1993). Elle est basée sur le degré de solubilité des flavonoïdes dans les solvants organiques (**Schéma1**). Cette méthode comprend deux grandes étapes : la première phase d'extraction se fait avec le méthanol pour solubiliser les flavonoïdes et le deuxième est réalisée avec l'éther diéthylique (extraction des génines libres) et l'acétate d'éthyle (extraction des monoglycosides) et le n-butanol (pour solubiliser les di et les triglycosides).

L'extraction des flavonoïdes est effectuée à partir de la matière sèche finement broyée par du méthanol. Le macérât est filtré sur un Büchner sous pression réduite puis soumis à une évaporation à basse pression à 38°C (Rota Vapor, Büchi 461, Germany). Le filtrat est débarrassé des cires, des lipides et de la chlorophylle par trois lavages successifs avec l'éther de pétrole (v/v) pour donner une phase aqueuse. Afin de séparer les flavonoïdes en phases aglycones, monoglycosides et di et triglycosides, la phase aqueuse est mélangée avec l'éther diéthylique (v/v) pour obtenir une phase organique contenant les flavonoïdes aglycones et les aglycones méthoxylés. La phase aqueuse restante subit à son tour trois extractions avec l'acétate d'éthyle afin de récupérer dans la phase organique certains flavonoïdes aglycones mais surtout les monoglycosides. La phase aqueuse encore restante est mélangée avec le n-butanol pour récupérer notamment les flavonoïdes di et triglycosides. La phase aqueuse finale contient surtout les flavonoïdes glycosylés plus polaires. Les quatre phases récoltées sont concentrées par évaporation à basse pression.

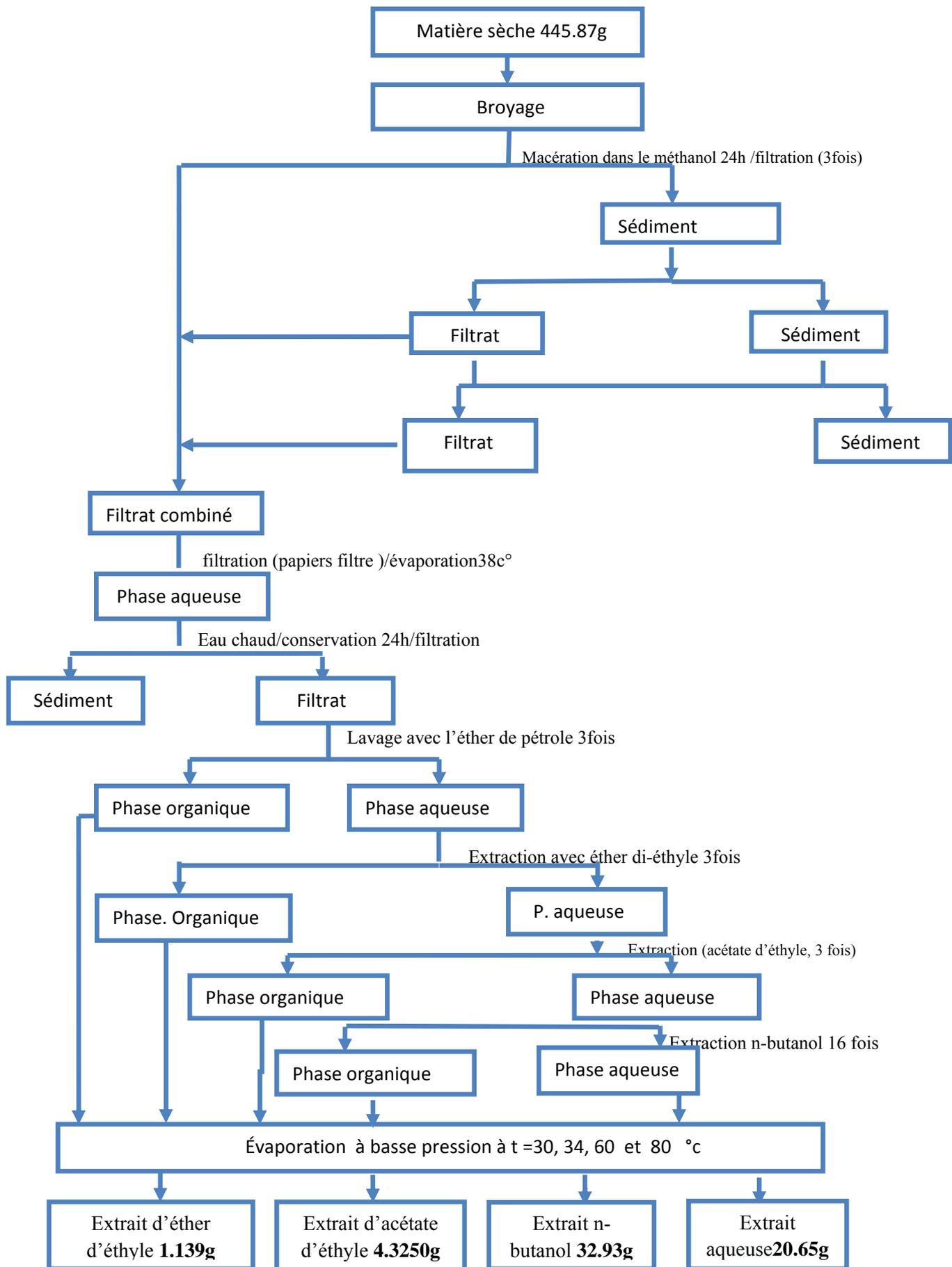


Schéma1 : Les étapes d'extraction des polyphénols

II.4. Analyse quantitative des composés phénoliques

II.4.1. Dosage de Flavonoïdes

L'évaluation quantitative des flavonoïdes dans les différentes phases est réalisée selon la méthode du trichlorure d'aluminium. Brièvement, les échantillons sont préparés par la dissolution des lyophilisats obtenus lors de l'extraction dans le méthanol: phase d'éther diéthylique 0.14 mg/ml ; phase d'acétate d'éthyle 0.06 mg /ml ; phase de n-butanol 0.02 mg/ml ; phase aqueuse 0.2 mg/ml. A 1 ml de chaque échantillon est ajouté 1ml de L' AlCl_3 2% dans le méthanol. L'absorbance est lue à 430 nm dix minutes après le début de la réaction.

Une gamme étalon est établie séparément avec la Luteoline-7-glucoside (1-25 $\mu\text{g}/\text{ml}$) pour calculer la concentration des flavonoïdes dans chaque extrait. Les résultats du dosage sont exprimés en milligramme d'équivalent de Luteoline-7-glucoside par gramme de lyophilisat.

Dilutions	S	S / 3	S / 9	S/27
Concentration ($\mu\text{g} / \text{ml}$)	0,36	0,12	0,04	0,013

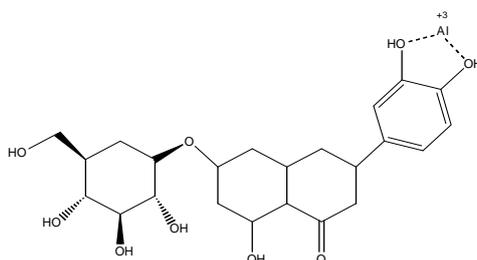


Figure II.8 : formation d'un complexe stable

II.5. Activités biologiques

II.5.1. Détermination de l'activité antioxydante

II.5.1.1. Réduction du fer par la méthode de FRAP

Cette méthode est basée sur la réaction de réduction du Fe^{3+} présent dans le complexe ferrocyanure de potassium en Fe^{2+} , la réaction est révélée par le virement de la couleur jaune du fer ferrique (Fe^{3+}) en couleur bleu verte du fer ferreux (Fe^{2+}), l'intensité de cette coloration est mesurée par spectrophotométrie à 700 nm.

Le protocole expérimental utilisé où : 0,5 mL de l'échantillon à différentes concentrations, est mélangé avec 1,25 ml d'une solution tampon de phosphate à 0.2 M (pH =6,6) et 1,25

ml d'une solution de ferricyanure de potassium $K_3Fe(CN)_6$ à 1%. Le tout est incubé à $50^\circ C$ pendant 20min, puis refroidi à température ambiante. 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10 % sont ajoutés pour stopper la réaction, et les tubes sont centrifugés à 3000 pendant 10 min. 1, 25 ml du surnageant sont ajoutés à 1,25 ml d'eau distillée et 250 μl d'une solution de chlorure de fer $[FeCl_3.(H_2O)_6]$ à 0,1 %. La lecture des absorbances se fait à 700 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV contre un blanc préalablement préparé de la même manière sauf qu'on a remplacé l'extrait par de l'eau distillée [9].



Figure II.9 : Réduction du fer ferrique en fer ferreux.

II.5. 1.2. Piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényle-1-picrylhydrazyl)

Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazil (DPPH). Ce dernier est réduit à la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène [10]. On peut résumer la réaction sous la forme de l'équation:



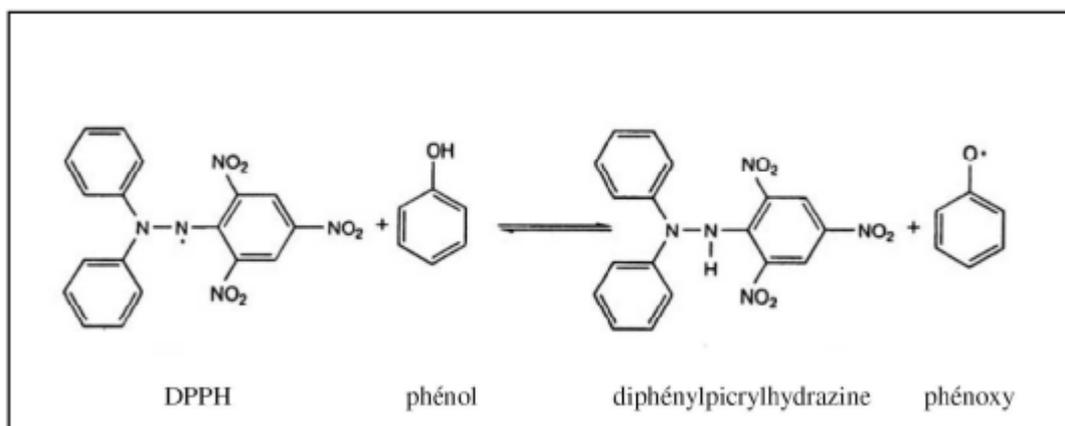


Figure II.10: Réduction du DPPH par le phénol

L'activité antioxydante des différents extraits est mesurée par la méthode décrite par BRAND-WILLIAM *et al* (1995). Pour chaque extrait, Un volume de 1 ml de la solution de DPPH (0.1mM) est mélangé avec 0.5 ml d'extrait ou des antioxydants standards (acide ascorbique)[9]. Après 30 minutes d'incubation à l'obscurité et à température ambiante, l'absorbance est lue à 517 nm. Le pourcentage de l'activité anti-radicalaire est calculé selon L'équation suivante :

$$\text{Activité antiradicalaire (\%)} = \left[\frac{(\text{Ac} - \text{At})}{\text{Ac}} \right] \times 100$$

Ac: Absorbance du contrôle.

At: Absorbance d'extrait.

II.5.2. La concentration inhibitrice (IC₅₀)

Ce paramètre est défini comme la concentration d'antioxydant nécessaire pour diminuer la concentration initiale de 50%, il est inversement lié à la capacité antioxydante.

Comme il n'existe pas de mesure absolue de la capacité antioxydante d'un composé, les Résultats sont souvent portés par rapport à un antioxydant de référence, comme l'acide Ascorbique.

$$\text{IC (50\%)} = \left[\frac{(\text{Abs}_{\text{blanc}} - \text{Abs}_{\text{échantillon}})}{\text{Abs}_{\text{blanc}}} \right] \times 100$$

Abs blanc : absorbance de DPPH blanc

II.5.3. Pouvoir antiradicalaire

Le pouvoir antiradicalaire (ARP) ne peut être mesuré directement, mais à partir de la Concentration Inhibitrice, c'est l'inverse de cette dernière.

$$ARP = \frac{1}{IC(50\%)}$$

II.6. Détermination des activités antibactériennes (diffusion en milieu gélose) :

II.6.1. Principe :

Les diamètres des zones d'inhibitions (DZI) ont été déterminés in vitro sur deux bactéries, selon la méthode de diffusion en milieu solide sur milieu gélose de Mueller-Hinton, telle que décrite dans la littérature [11].

II. 6. 2. Préparation des souches bactériennes

Les deux souches ont été ensemencées dans un bouillon nutritif dans des tubes à essai, avec incubation à l'étuve à 37°C pendant 24 h, avant les utiliser pour l'activité antibactérienne.

II.6. 3. Préparation des disques

On a utilisé le papier Whatman coupé en disques de 6 mm de diamètre, ces derniers doivent avoir un contour régulier pour donner une zone d'inhibition facile à mesurer. Les disques une fois préparés, sont placés dans des tubes à essai contenant l'eau distillée puis autoclaves à 120 °C pendant 20mn, ils sont placés, par suite, à l'étuve à 100 °C pendant 30mn pour les sécher.

II.6.4. Teste antibactérienne

On a pris quelques gouttes de chaque bouillon nutritif contenant une des deux souches bactérienne, on les a versées sur gélose nutritive dans une boîte de pétri, puis on a bien agité pour favoriser une répartition homogène du bouillon nutritif.

II.6.5. Application des disques

Les disques stériles ont été injectés par mêmes concentrations d'extraits, puis placés sur la gélose nutritive ensemencée avec la bactérie à l'aide d'un pince stérile à 15mm de l'extrémité de la boîtes de pétri. En fin, les boîtes de pétri ont été placées à l'étuve, pour incubation à 37 °C pendant 24h.

II.6.7. La lecture

Après incubation, on a mesuré avec précision les diamètres des zones d'inhibition, en millimètres, ce diamètre détermine la sensibilité bactérienne vis-à-vis des extraits de plante.

II.7. Méthodes d'études de l'inhibition de la corrosion

II.7.1. Méthode de mesure directe : La gravimétrie

II.7.1.1. Principe

La gravimétrie repose sur la mesure directe de la perte de masse subie par un substrat de surface S , supposée homogène, pendant le temps t d'immersion dans une solution corrosive maintenue à température constante [12.13.14].

L'attaque est supposée répartie uniformément sur la surface

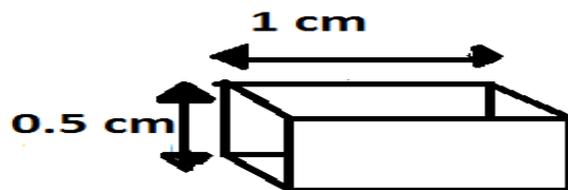


Figure. II.11 : Un diagramme de l'échantillon

Partant du métal à étudier est la préparation de l'échantillon où il passe sur le polissage d'un dispositif fournisseur de source d'eau pour se débarrasser de la chaleur le vitrage dédouané au cours de l'utilisation des feuilles de verre et abrasif installé directement sur l'appareil.

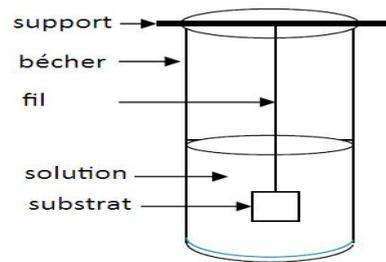


Figure II.12 : Dispositif pour l'étude gravimétrique

II.7.2. Mode opératoire

Les échantillons d'acier au carbone utilisés sont immergés verticalement pendant 5h dans la solution corrosive en absence d'agitation et à température maintenue constante à 25, 35,45 et 55 °C

A la fin de l'expérience, les produits de corrosion sont éliminés et les échantillons sont de nouveau pesés à l'aide d'une balance analytique de précision à 0.1 mg.

II.7.3. Expressions de W_{corr} et EI %

Les valeurs de la vitesse de corrosion W_{corr} et de l'efficacité inhibitrice $EI\%$ sont estimées par les formules suivantes :

$$W_{corr} = \frac{\Delta m}{S \times t} \text{ mg cm}^{-2} \text{ h}^{-1}$$

Où $\Delta m = (m_i - m_f)$ étant la perte de masse exprimée en mg, S étant la surface du substrat et t le temps de séjour du substrat dans la solution [14–15].

$$EI \% = \frac{(W_0 - W)}{W_0}$$

Où W_0 et W_{inh} représentent respectivement les valeurs de la vitesse de corrosion de l'acier après immersion en absence et en présence de l'inhibiteur.

Références

- [1] AREF Mahdia et HEDED Mounira. mémoire de master : Etude phytochimique et évaluation des activités antioxydante et anti-inflammatoire de l'espèce: *Myrtus communis* L. 2014 – 2015.
- [2] Govaerts et al, 2008, Myrtaceae in the restinga vegetation at the northern limit of the Atlantic coastal forest, Brazil
- [3] Quezel, P., Santa, S. 1963, Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales ; Tome II, CNRS, Paris.
- [4] Farid Baba Aïssa (1991), Encyclopedie des plantes utiles. Flore d'algérie et du Maghreb.
- [5] Médail et al, 2009, publications scientifiques avec comite de lecture et incluses dans le "Citation index" (sci journal citation reports)
- [6] G. Bulut, E. Tuzlaci. An ethnobotanical study of medicinal plants in Turgutlu. Manisa, Turkey. *Journal of Ethnopharmacology* 149, 2013, p633–647
- [7] C. Leto , T. Tuttolomondo, S. La Bella, M. Licata. Ethnobotanical study in the Madonie Regional Park. Central Sicily, Italy. Medicinal use of wildshrub and herbaceous plant species. *Journal of Ethnopharmacology* 146, 2013, p90–112
- [8] M. Mosaddegh, F. Naghibi, H. Moazzeni, A. Pirani, S. Esmaili. Ethnobotanical survey of herbal remedies traditionally used in Kohghiluyeh va Boyer Ahmad province of Iran. *Journal of Ethnopharmacology* 141, 2012, p80– 95
- [9] P. Cara. Précis de technologie et de chimie industrielle. Tome 3. Ed. Balliere J.B. et fils. France, Paris, 1953. Yildirim, A. Mavi et A. A. KARA 2001, Determination of antioxidant and antimicrobial activities of *Rumex crispus* L. extracts; *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49; 411-420.
- [10] Z. Hadbaoui. ; (2012) Evaluation de l'activité antioxydante des fractions lipidiques, protéiques phénoliques. de sorgho et de mil locaux. These de Doctorat, Université de Kasdi Merbah Ouargla-Algerie,.
- [11] Wu C., Huang M., Lin Y., Ju H., Ching H. 2007, Antioxidant properties of Cortex fraxini and its simple coumarins. *Food Chem.*, 104: 1464–1471.
- [12] م. يحيى. مذكرة ماجستير. جامعة ورقلة (2011) دراسة تأثير درجة الحرارة على فاعلية املاح مركبات لتناكل فولاد XC52 في وسط حمضي (1M) HCl

[13] خ.مقدم .مذكرة ماجستير .جامعة ورقلة دراسة لالثر التثبيطي لبعض المركبات ثاني ثيولثيون المستبدلة في الوضغية 6-4 بمجموعة الكيل (2005)

[14] مذكرة ماستر س.كودية2013. جامعة ورقلة المساهمة في الدراسة الفيتوكيميائية و تقدم الفاعلية المضادة للتآكل و البيكتيريا لمستخلص نبات fumariaparviflor

[15] J. Besson, "Precie de thermodynamique et cinétique Electrochimiques", ellipses, Paris, (1984).

III.1. Rendements d'extraction

Tableau III.1: phases obtenues après épuisement de la plante *Myrtus communis L.*

Phase	Masse (g)	Rendements(%)
Ether de Pétrole	0.8921	0.20
Ether diéthylique	1.1390	0.25
Acétate d'éthyle	4.3250	0.97
n-butanol	32.9300	7.38
Aqueuse	20.5600	4.63

A la lumière des résultats donnés dans le tableau (III.1), les rendements des phases dans la plante *Myrtus communis L. étudiée* sont dans l'ordre croissant :

- la phase éther de pétrole (**0.20 %**)
- la phase éther diéthylique (**0.25%**)
- la phase l'acétate d'éthyle (**0.97%**)
- la phase BuOH (**7.38%**)
- la phase aqueuse (**4.63%**)

III.1.1. Conclusions

On peut conclure que la plante *Myrtus communis L. étudiée* contient:

- Les flavonoïdes aglycones et les aglycones méthoxylés (phase éther diéthylique).
- Les flavonoïdes aglycones mais surtout les monoglycosides (phase d'acétate d'éthyle).
- Les flavonoïdes di et triglycosides (phase BuOH).
- Les flavonoïdes glycosylés plus polaires (phase aqueuse).

III.2. Tests de présences des principes actifs

Tableau III.2: Résultats récapitulatifs du Tests de présences des principes actifs

Principes actifs		Plante <i>Myrtus communis L</i>
Alcaloïdes	Dragendorff	-
	Mayer	-
	Bouchardat	-
Saponosides		+
Tanins		+
Stérols et triterpènes		+
Flavonoïdes		+

III.2.1. Conclusion

On peut conclure que la plante de *Myrtus communis L*, riche en composées polyphénoliques et on remarque l'absence totale des alcaloïdes.

III.3. Détermination de la teneur en flavonoïdes

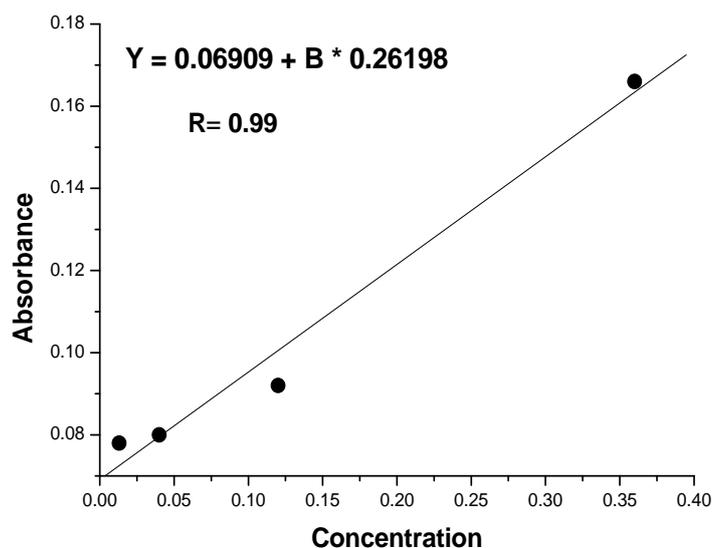


Figure III.1: Courbe d'étalonnage du teneur en flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes contenus dans les quatre phases de l'extrait méthanolique de la plante *Myrtus communis L.* a été estimée par la méthode d' AlCl_3 sont représenté dans le tableau suivant :

Tableau III.3: Evaluation quantitative des flavonoïdes des phases de *Myrtus communis L.*

Phase	Absorbance	Teneur en flavonoïdes
éther diéthylique	0.227	0,6027
acétate d'éthyle	0.149	0,3050
n-butanol	0.21	0,5378
aqueuse	0.12	0,1943

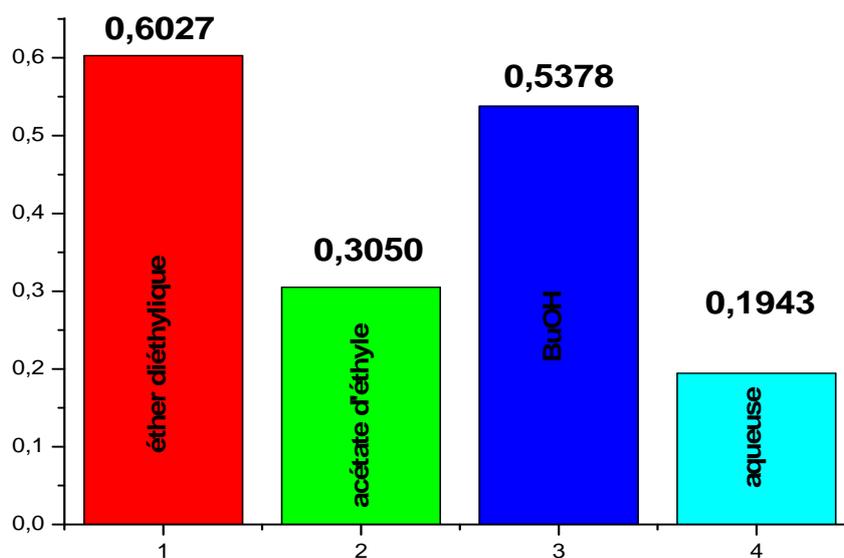


Figure III.2: Histogramme représentatif de la teneur en flavonoïdes en mg EQ/g des phases de la plante *Myrtus communis L.*

III.3.1. Conclusions

Les résultats de dosage des flavonoïdes révèlent que les phases éther diéthylique et BuOH celle contiennent respectivement **0,6027 mg** et **0,5378 mg** d'équivalent /g de Luteoline-7-glucoside. Les phases acétate d'éthyle et aqueuse contiennent moins de flavonoïdes en comparant avec celles citées auparavant. Leurs concentrations sont successivement **0,3050** et **0,1943.mg/g** (Tableau III.3).

L'évaluation quantitative des flavonoïdes montre une corrélation positive entre la variation de ce flavonoïde (0,013 à 36 µg/ml) et l'absorbance avec un coefficient de corrélation $r = 0.99$ (figure III.2).

III.4. Tests in vitro de l'activité antioxydante

III.4.1. Détermination de la concentration inhibitrice et du pouvoir antiradicalaire

Tableau III.4: Résultats du pouvoir et capacité antiradicalaire

Phase	IC 50%	ARP
n-butanol	0.864	1.157
Aqueuse	0.917	1.090
Acétate d'éthyle	0.937	1.067
Diéthyle éther	0.966	1.035

Selon les valeurs calculées de la concentration inhibitrice IC 50% et le pouvoir radicalaire ARP on conclure que parmi les quatre phases étudiées de l'extrait du MeOH, trois phases n-butanol, aqueuse et acétate d'éthyle présentent des activités antioxydantes les plus intéressantes par rapports à diéthyle éther.

III.4.2. Réduction du fer (FRAP)

L'évaluation de l'activité antioxydante par réduction du fer est une méthode facile et reproductible, pour cela elle est très utilisée pour distinguer entre les phases les plus actives [1].

Pour tous les phases, les dilutions en cascade allant de 1 à 0.06 mg/ml sont préparées et les pouvoirs réducteurs sont mesurés à 700 nm [2].

Tableau III.5: Résultats d'absorbance de FRAP

	1mg/ml	0.5 mg /ml	0.25 mg/ml	0.125 mg/ml
n-butanol	0.943	0.745	0.688	0.572
Ether di éthylique	0.656	0.532	0.338	0.196
Acétate d'éthyle	0.805	0.658	0.424	0.238
Aqueuse	0.891	0.676	0.515	0.229
Acide ascorbique	1.622	1.453	1.118	0.738

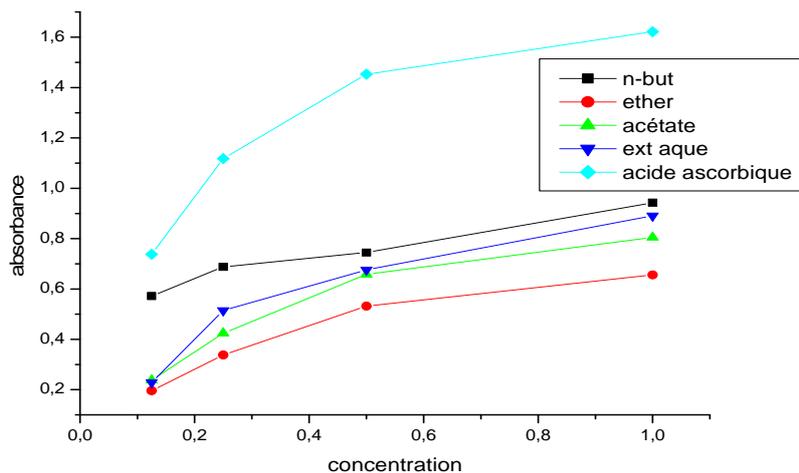


Figure III.3: Pouvoir réducteur des phases et de l'acide ascorbique

- ✍ D'après nos résultats ; pour toutes les phases testées une augmentation de la réduction du fer est proportionnelle aux concentrations utilisées.
- ✍ Tous nos phases présentent des activités antioxydantes nettement inférieures à celle de la référence (acide ascorbique), pour ce dernier la réduction est presque totale à partir d'une concentration de **0.0125 mg/ml**.
- ✍ La phase BuOH est la plus active suivie par la phase aqueuse. les deux autres phases : acétate d'éthyle et éther diéthylique sont légèrement actives.

III.4.2.1. Conclusion

On conclure que la phase butanolique possède une bonne action vis-à-vis de Fe^{3+} , le pouvoir réducteur de l'extrait aqueuse est supérieur aux autres phases (acétate d'éthyle éther diéthylique).

III.4.3. Activité antimicrobienne

Nous avons étudié *in vitro* le pouvoir antimicrobien des phases de l'extrait méthanolique isolés de la plante *Myrtus communis L.* par la méthode de diffusion des disques sur un milieu gélosés pour les bactéries staphy et E. coli.

L'activité antimicrobienne des phases a été estimée en termes de diamètre de la zone d'inhibition autour des disques contenant les extraits des phases à tester vis-à-vis de deux (02) bactéries staphé et E. coli.

III.4.3.1. Résultats du test préliminaire

La toxicité du solvant utilise peut également être critique car même en traces, le solvant ne devrait pas empêcher le procédé biologique lorsque on dépose les extraits. L'attention devrait également être prêtée aux interactions possibles entre le solvant et les corps dissous pendant que le solvant peut réagir avec certains composés pour produire des complexes ou pour causer la décomposition, la déshydratation, ou l'isomérisation de ces composés (figureIII.4) [3].

Les résultats montrent que le DMSO a été testé comme solvant ne présente aucun effet sur la croissance normale des souches microbiennes.

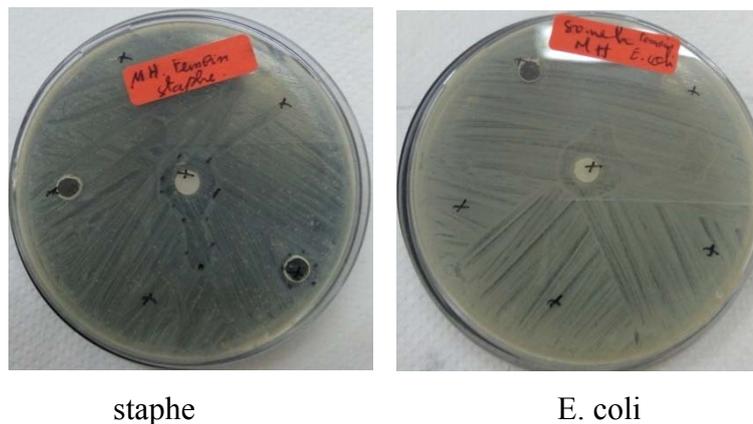


Figure III.4: Effet du DMSO sur les bactéries

La bactérie staphé est sensible à la phase diéthyle éther avec des diamètres de zones d'inhibition de 23.33, 23.16, 15, 22.66, 21.5, 20 et 19.16 mm respectivement, alors qu'elle est plus ou moins résistante à la E. coli avec des diamètres zones d'inhibition de 18.33, 15.16, 15, 11.66, 11.5 et 10.16 mm un diamètre de 24 mm (figure III.5).



Figure III.5 : Effet de la phase diéthyle éther de *Myrtus communis L.* sur *E. coli* et staphé

La phase n-butanolique a montré une sensibilité décroissante à staphé 24, 33.33, 23.5, 17, 16.16, 15.8, 11 et 9 mm, alors que la *E. coli* n'a donné aucune effet (figure III.6).



Figure III.6: Effet de la phase n-butanolique de *Myrtus communis L.* sur *E. coli* et staphé

Cowan (1999) a rapporté que les différentes classes des flavonoïdes peuvent augmenter la toxicité des extraits envers les microorganismes [4]. Cette toxicité est fonction du site et du nombre de groupements hydroxyles présents sur les molécules flavonoïdes.

L'effet antimicrobien de ces phases peut être expliqué par l'inhibition de la croissance bactérienne suite à leur adsorption sur les membranes cellulaires [5]. On peut conclure que le mécanisme des effets antimicrobiens des flavonoïdes est sans doute très complexe.

III.5. Etude gravimétrique

La méthode gravimétrique présente l'avantage d'être une mise en œuvre simple, de ne pas nécessiter un appareillage important, mais ne permet pas l'approche des mécanismes mis en jeu lors de la corrosion.

III.5.1. caractérisation de l'acier utilisé

Le matériau utilisé dans notre travail est un acier au carbone API 5L Gr-B essentiellement utilisé dans l'industrie des hydrocarbures comme lignes de transport de ces derniers. Sa composition chimique présentée dans le tableau suivant :

Tableau III.6 : Composition chimique de l'acier

Élément	C	Mn	P	S	Fe
% massique	0.26	1.15	0.05	0.04	Balance

Les échantillons d'acier au carbone, coupé à l'aide d'une tronçonneuse à bois, sous une forme carrée de dimensions presque 1.0 cm×1.0 cm×0.5cm Avant chaque essai, un prétraitement, les échantillons sont soumis à un polissage avec papiers abrasif de 40 jusqu'à 2500 sous jet d'eau, afin d'obtenir un état de surface adéquat. Ensuite, ces derniers ont été lavés avec l'acétone, puis rincés avec de l'eau distillée. Une fois séchés, les échantillons sont pesés.

III.5.1.1. Solution corrosive

L'électrolyte est une solution d'acide chlorhydrique une fois molaire, obtenue par dilution, avec de l'eau distillé, de l'acide commercial concentré à 37%

III.5.1.2. Electrolyte

les essais ont été effectués dans la solution **1M Hcl**, sans agitation et avec l'ajout de différentes concentration de l'extrait butanolique de la plante *Myrtus communis L*, on utilisant la relation suivante : $C_1.V_1 = C_2.V_2$

III.5.2. Effet de la concentration et de la température sur l'efficacité inhibitrice

Les tableaux (III.7 et 8) regroupent les résultats de l'étude gravimétrique des échantillons préparés à partir d'un tube fabriqué en acier au carbone de type API 5L Gr-B. les essais ont été effectués à différentes température. Pendant sept et cinq heures d'immersion de ces échantillons dans la solution acide HCl 1 M sans et en présence de l'extrait butanolique de la plante *Myrtus Communis* (EBMC), utilisé à différentes concentrations, des mesures de perte en masse ont été réalisées et la vitesse de corrosion et l'efficacité inhibitrice ont été déduites..

Tableau III.7 : Influence de la concentration d'EBMC sur l'efficacité inhibitrice à différentes température (25-55) °C, temps d'immersion 5h.

Température	25°C			35°C			45°C			55°C		
C (ppm)	W_{coor} ($\text{g cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)
blanc	0.0510	0	0	0.0074	0	0	0.017	0	0	0.046	0	0
200	0.0205	0.59	59	0.0039	0.47	47	0.012	0.29	29	0.039	0.16	16
400	0.0072	0.85	85	0.0030	0.59	59	0.011	0.35	35	0.037	0.20	20
600	0.0055	0.89	89	0.0027	0.63	63	0.010	0.41	41	0.032	0.30	30
800	0.0044	0.91	91	0.0020	0.73	73	0.008	0.52	52	0.026	0.43	43

Tableau III.8 : Influence de la concentration d'EBMC sur l'efficacité inhibitrice à différentes température (25-55) °C, temps d'immersion 7h.

Température	25°C			35°C			45°C			55°C		
C (ppm)	W_{coor} ($\text{g cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)	W_{coor} ($\text{mg cm}^{-1} \text{h}^{-1}$)	θ	EI(%) (mg.cm^2)
blanc	0.0018	0	0	0.00560	0	0	0.0190	0	0	0.0648	0	0
200	0.0011	0.38	38	0.00360	0.35	35	0.0130	0.31	31	0.0459	0.29	29
400	0.00073	0.59	59	0.00311	0.44	44	0.00365	0.42	42	0.0433	0.33	33
600	0.00074	0.60	60	0.00250	0.55	55	0.00334	0.50	50	0.0360	0.44	44
800	0.0070	0.77	77	0.00210	0.62	62	0.0065	0.54	54	0.0370	0.49	49

Nous remarquons que La vitesse de corrosion diminue tandis que l'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration en inhibiteur et atteint une valeur

maximale de **0.000070** en présence de l'EBMC à 800 ppm pour le temps immersion 7h et de **0.00044** pour la même concentration pour le temps immersion 5h Tableau 7 et 8 la figure7 et 8 présentes la variation de l'efficacité inhibitrice et la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l' EBMC dans les temps d'immersion en milieu HCl1M à 25°C.

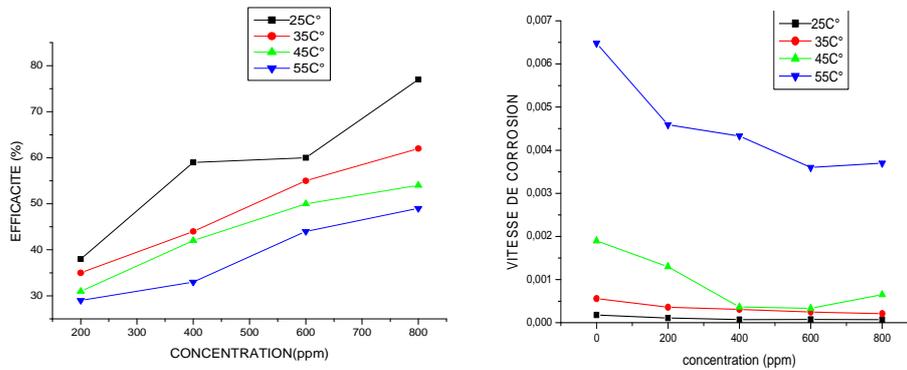


Figure III.7: Evolution de l'efficacité inhibitrice et la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'EBMC dans la solution 1M HCl à différentes températures, temps d'immersion 7 h.

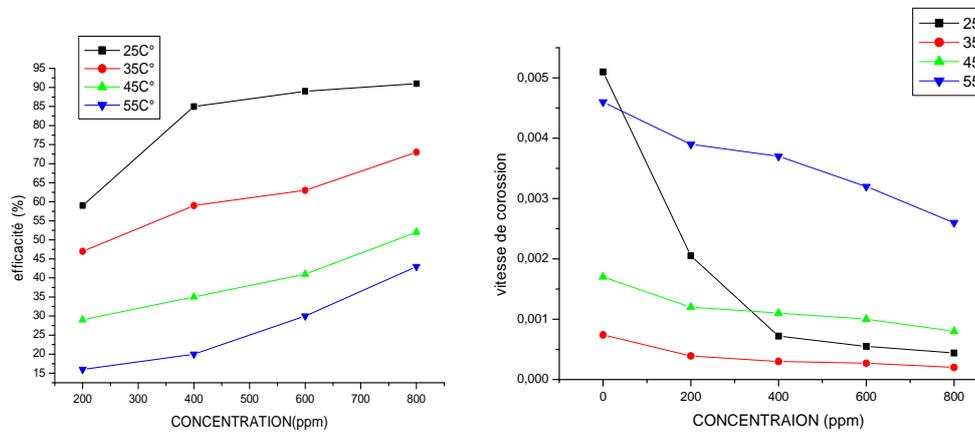


Figure III.8: Evolution de l'efficacité inhibitrice et la vitesse de corrosion en fonction de la concentration de l'EBMC dans la solution 1M HCl à différentes températures, temps d'immersion 5 h.

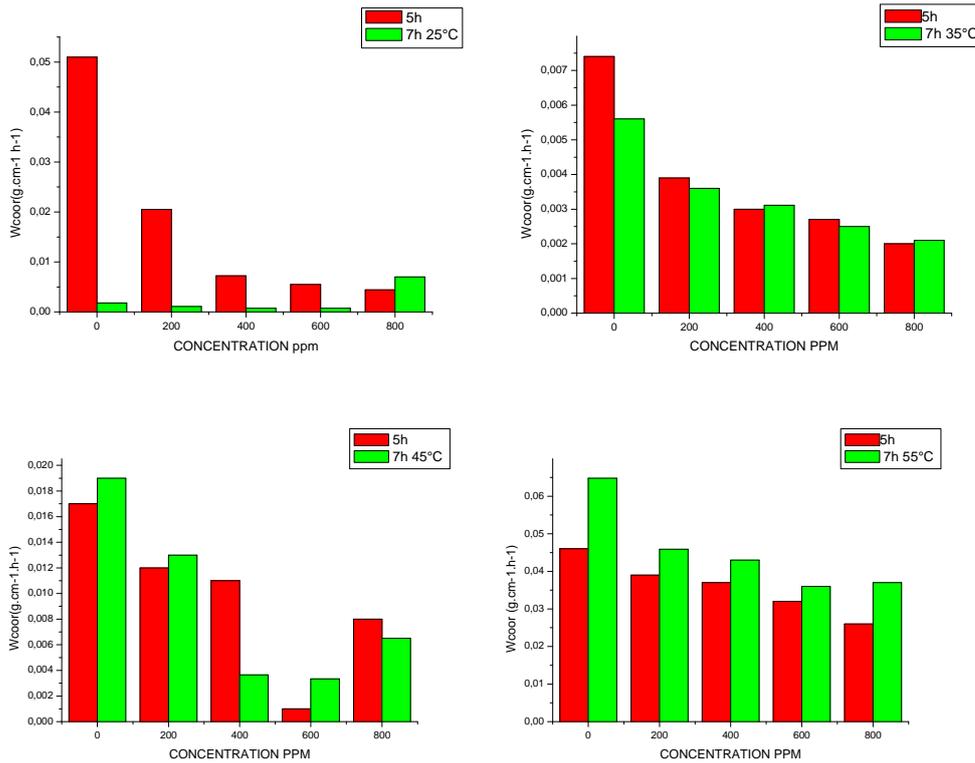


Figure III.9: Histogramme de comparaison l'évolution de la vitesse de corrosion pour différents temps d'immersion de l'acier dans HCl 1 M en présence de l'EBMC

D'après les résultats obtenus (Figure III.9) on peut conclure que :

Le temps d'immersion cinq heures donne une efficacité d'inhibition importante par rapport celle au temps immersion 7 heures.

La vitesse de corrosion diminue avec augmentation de la concentration de l'EBMC.

L'efficacité diminue avec augmentation de temps d'immersion.

III.5.3. Modèles d'isothermes d'adsorption d'EBMC

Pour trouver le type d'adsorption correspondant à notre étude, différents types d'isotherme ont été testés : Langmuir, Temkin et Frin dilche . Les figures 10 et 11 représentent, les isothermes d'adsorption tracées la variation de la concentration en fonction de concentration su le tau de recouvrement

Langumir
$$\frac{c}{\theta} = \frac{1}{K} + c..$$

Temkin
$$\theta = \frac{1}{\alpha} \log KC.$$

Frendliche
$$\log \theta = \log K + \alpha \log C.$$

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

A travers ces isothermes on détermine des grandeurs thermodynamiques caractérisant l'adsorption de l'EBMC à la surface de l'acier API 5L Gr-B.

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

R: est la constante des gaz parfaits = 8,314 J K⁻¹ mol⁻¹

T : est la température en Kelvin.

C solvant: est la concentration de l'eau dans la solution en (ppm) ou mg L⁻¹ = 10⁶ [6]

Tableau III.9: Coefficient de corrélation, temps d'immersion 5h

Modèle d'isotherme	Coefficient de corrélation			
	25 °C	35 °C	45 °C	55 °C
Langmuir	0.99619	0.97013	0.95847	0.66066
Temkin	0.94756	0.98142	0.94115	0.91339
Frinndilch	0.97817	0.95188	0.96741	0.72812

Tableau III.10: Coefficient de corrélation, temps d'immersion 7h

Modèle d'isotherme	Coefficient de corrélation			
	25 °C	35 °C	45 °C	55 °C
Langmuir	0.96320	0.97013	0.99921	0.96223
Temkin	0.96873	0.98402	0.99877	0.95109
Frinndilch	0.92001	0.98238	0.98238	0.86839

D'après le tracé des différentes isothermes on constate que les coefficients de corrélation sont acceptables pour les isothermes Langmuir (Tableau. 9 et 10) pour les deux temps d'immersion 7 h et 5h. Pour les autres l'isotherme Freundlich et Temkin r^2 est loin de 1.

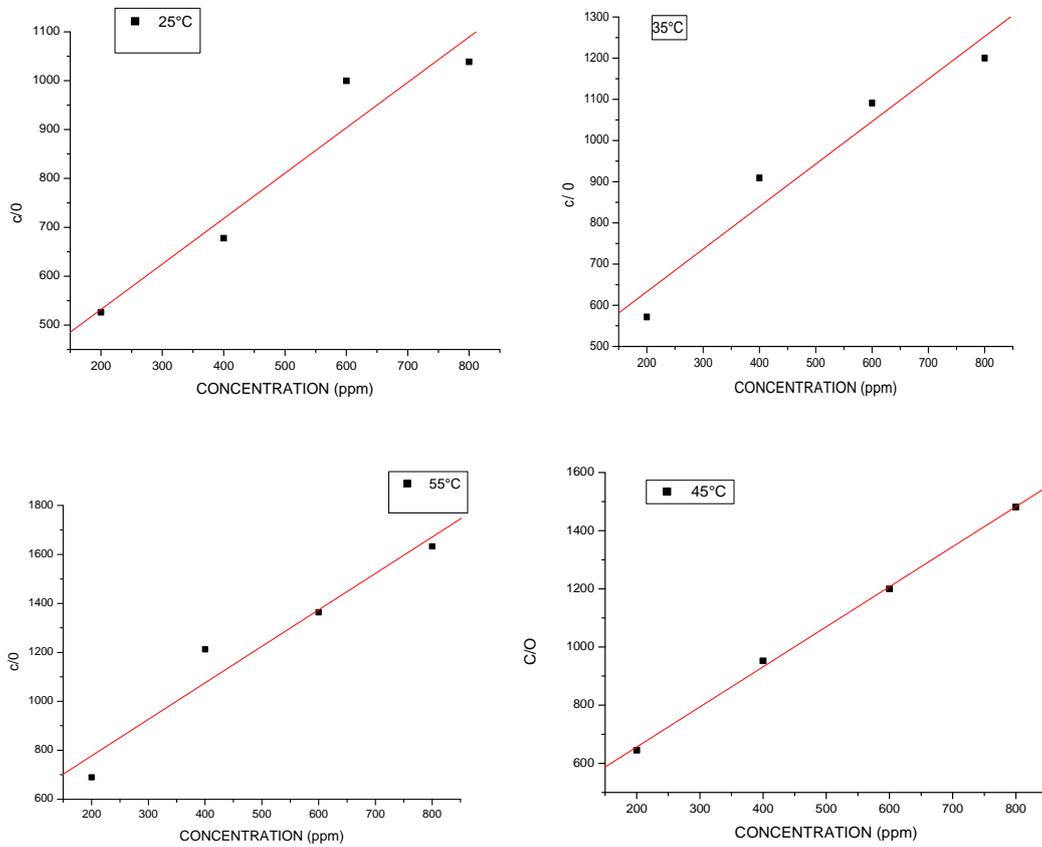
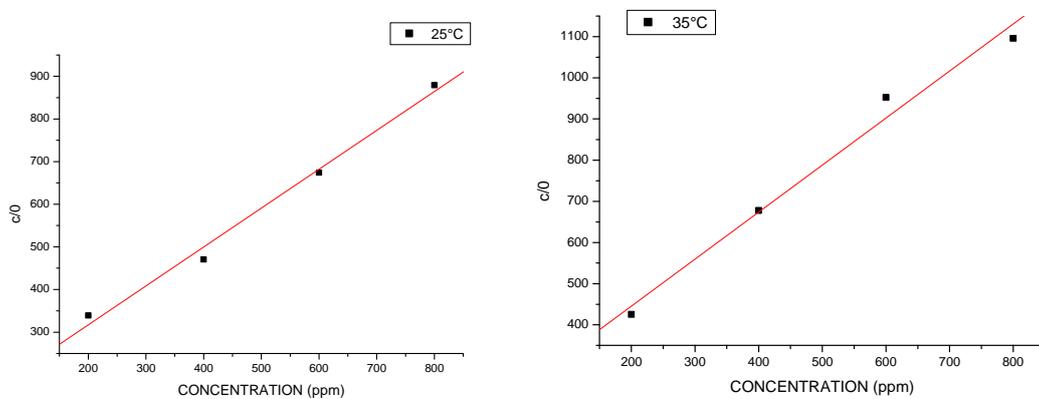


Figure III.10: Isotherme d'adsorption de Langmuir, de l'acier API 5L Gr-B dans HCl 1 M en présence l'EBMC, temps d'immersion 7 h.



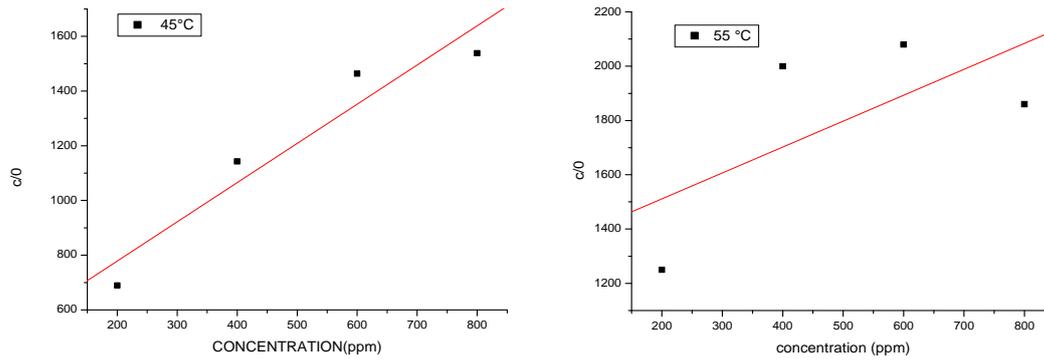


Figure III.11: Isotherme d’adsorption de Langmuir, de l’acier API 5L Gr-B dans HCl 1 M en présence l’EBMC, temps d’immersion 5h

L’enthalpie standard d’adsorption (ΔH°_{ads}) peut être calculée en utilisant la relation de Van’tHoff [7]:

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

Par intégration, l’équation devient comme suit:

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

Le tracé de la variation de $\ln K_{ads}$ en fonction de l’inverse de la température ($1/T$) donne une droite avec une pente (Figure III.11 et 12), dont on déduit la valeur de l’enthalpie standard d’adsorption (ΔH°_{ads}).

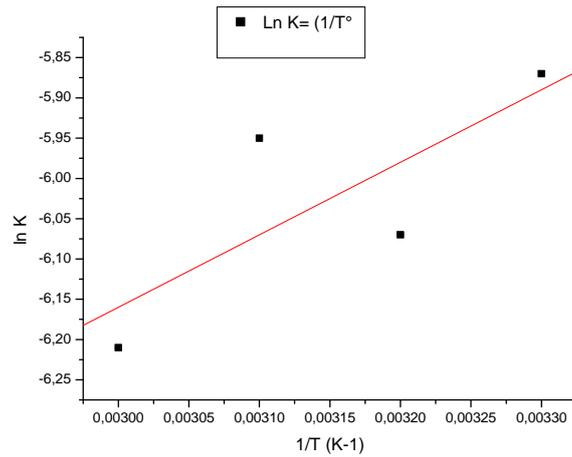


Figure III.12: Variation de la constante d'adsorption en fonction de la température temps d'immersion 7h

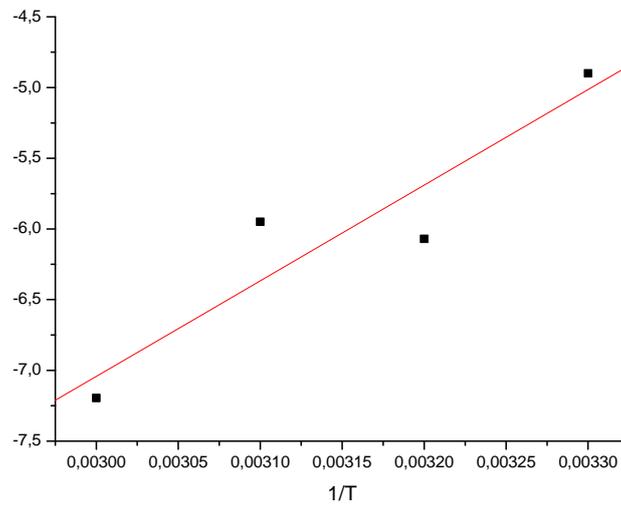


Figure III.13: Variation de la constante d'adsorption en fonction de la température, temps d'immersion 5h

Les tableaux (III.12) regroupent les paramètres thermodynamiques obtenues, en utilisant l'isotherme d'adsorption de Langmuir.

Tableau III.11 : Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de EBMC sur la surface de l'acier AIP 5L GR-B dans la solution de 1M HCl, temps d'immersion 7h

Température (°C)	ΔG° (kJ mol ⁻¹)	ΔH° (kJ mol ⁻¹)	ΔS° (J mol ⁻¹ K ⁻¹)
25°C	-19.665	-74.79	-185
35°C	-19.820		-178.4
45°C	-20.789		-169
55°C	-20.727		-164

Tableau III.12: Paramètres thermodynamiques relatifs à l'adsorption de EBMC sur la surface de l'acier AIP 5L GR-B dans la solution de 1M HCl, temps d'immersion 5h

Température (°C)	ΔG° (kJ mol ⁻¹)	ΔH° (kJ mol ⁻¹)	ΔS° (J mol ⁻¹ K ⁻¹)
25	-22.00	-56.21	-114.79
35	-19.82		-118.14
45	-20.78		-111.38
55	-18.052		-108.19

Les résultats des tableaux ci-dessous montre que :

l'énergie libre d'adsorption ΔG°_{ads} négative indique que le processus d'adsorption est spontané, les valeurs de (ΔG°_{ads}) proche -20 kj/mol ceci , correspondant aux interactions électrostatiques entre les molécules chargées et les charges du métal (physisorption),

L'enthalpie standard d'adsorption (ΔH°_{ads}) est négative ($\Delta H^\circ_{ads} < 0$) un processus exothermique peut impliquer l'adsorption physique et/ou la chimisorption [8]. Dans notre cas, les valeurs de (ΔH°_{ads}) sont négatives, indiquant que ces inhibiteurs sont physisorbés et /ou chimisorbés sur la surface métallique [9-10].

L'entropie standard (ΔS°) en présence de l'EBMC est négative montre que le complexe activé dans l'étape déterminante de la vitesse représente une association plutôt qu'une dissociation, signifiant qu'il y a une diminution du désordre lors de la transformation des réactifs en complexe activé [11].

Références

- [1] Gülçin I., Bursal E., Şehitoğlu H.M., Bilsel M. and Gören A.C. Polyphenol contents and antioxidant activity of lyophilized aqueous extract of propolis from Erzurum. *Turkey Food and Chem. Toxicol.* 2010; 48(8–9): 2227–2238.
- [2] marowicz R., Estrella I., Hernández T., Robredo S., Troszynska A., Kosinska A., Pegg R.B., Free radical-scavenging capacity, antioxidant activity, and phenolic composition of green lentil (*Lens culinaris*). *Food. Chem.* 2010; 121: 705- 711.
- [3] Yrjöen T. Extraction and Planar Chromatographic Separation Techniques in the Analysis of Natural Products. Faculty of Pharmacy of the University of Helsinki 2004, p. 76.
- [4] Cowan M. M. Plant Products as Antimicrobial Agents. *Clin. Microbiol. Rev.* 1999; 12: 564-582.
- [5] Dhaouadi K., Raboudi F., Estevan C., Barrajon E., Vilanova E., Hamdaoui M. and Fattouch S. Cell Viability Effects and Antioxidant and Antimicrobial Activities of Tunisian Date Syrup (Rub El Tamer) Polyphenolic Extracts. *J. Agric. Food Chem.* 2010; 59: 402-406.
- [6] L. Li, X. Zhang, J. Lei , *corros sci* , 63, 7, (2012), 82-90.
- [7] M.A. Deyab, S.S. A. El-Rehim, *J tai inst chem eng*, (2013) .
- [8] AK. Singh , Quraishi MA, *corros sci*, doi 2010;52:152–60.
- [9] M. Migahed, M. Hegazy, A. Al-Sabagh, *Corros. Sci.* 61 (2012) 10–18.
- [10] X. Li, G. Mu, *Appl. Surf. Sci.* 252 (2005) 1254-1265.
- [11] M.H. Hussin, M.J. Kassim, *mater chem. phys*, 125 (2011) , 461–468.

Conclusion générale

Notre travail présenté dans ce mémoire se basée autour de deux études principales :

1- L'activité biologique

L'étude des propriétés antioxydants et antimicrobienne a concerné une plante médicinale appartient à la famille des *Myrtaceae*, employée à l'Est Algérienne gras à ses propriétés thérapeutiques.

Quantitativement, l'évaluation du contenu des flavonoïdes en choisissant la méthode d' $AlCl_3$ qui nous mène à conclure que cette plante contient une quantité acceptable de flavonoïdes dans les quatre phases étudiées.

Le potentiel antiradicalaire des phases de l'extrait méthanolique a été déterminé par la méthode de DPPH et FRAP dont les résultats montrent que ces phases possèdent une légère activité selon les valeurs obtenus de la concentration inhibitrice et le pouvoir radicalaire, Au cours de cette étude nous avons réalisé également un test antimicrobienne vis-à-vis deux bactéries les résultats microbiologiques ont montré que les phases de *M. communis* ont une action moyenne sur les espèces bactériennes testées.

2- Etude gravimétrique

L'étude du comportement de l'acier vis-à-vis au pouvoir inhibiteur par la méthode gravimétrie avec deux temps d'immersion cinq et sept heures. On a pu démontrer que la phase butanolique possède de bonnes propriétés inhibitrices pour le temps 5 h d'immersion avec une efficacité inhibitrice égale 91 % une concentration 800 ppm à 25 °C. L'étude thermodynamique a montré que l'adsorption de cet inhibiteur est suivie le modèle d'isotherme d'adsorption de Langmuir. Les valeurs calculées de l'énergie libre mettent en évidence la nature physique de l'adsorption.