

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de génie des procédés

Mémoire
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Alimentaire

Présenté par

HAMMOUDI Kahina & GASMI Ilhem

Thème

**Evaluation en antioxydants d'un extrait végétal et son application
pour l'inhibition de la corrosion de l'acier en milieu acide**

Soutenue le 29/06/2025

Devant le jury composé de :

Nom et prénom	Grade		
Mr KACHBI Abdelmalek	MCB	Université de Bejaia	Président
Mme BENMAZOUZ Abla	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
Mme BELKHIRI-BEDER W.	MCB	Université de Bejaia	Promotrice
Mme AOUDIA KAHINA	MCA	Université de Bejaia	Co-Promoteur

Année Universitaire : 2024/2025

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : ..Hammoudi.....

Prénom : ..Karina.....

Matricule : ...2020.330112.35.....

Spécialité et/ou Option :Génie Alimentaire.....

Département :Génie des procédés.....

Faculté :Science et Technologie.....

Année universitaire : 2024./2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) :

Intitulé: ...Evaluation en antioxydants d'un extrait végétal...

et son application pour l'inhibition de la corrosion de l'acier en milieu Acide

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le

08./07./2025

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

.....Hammoudi.....

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes réglementaires)

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : GASMI
Prénom : Ilhem
Matricule : 2019 33007473
Spécialité et/ou Option : Génie Alimentaire
Département : Génie des Procédés
Faculté : Science et Technologie
Année universitaire : 2024.../...2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) :

Intitulé : Evaluation en antioxydants d'un extrait végétal
et son application pour l'inhibition de la corrosion de l'acier
en milieu acide

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le
08/07/25

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

.....

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes règlementaires)

Remerciements

En tout premier lieu, Nous remercions le bon DIEU, tout puissant, de nous avoir donné le savoir et la volonté surtout la patience de réaliser ce modeste travail.

Il nous sera très difficile de remercier tout le monde car c'est grâce à l'aide de nombreuses personnes que nous avons pu mener ce mémoire à son terme.

Nous adressons nos remerciements à notre encadreur, Mme BELKHIRI Wassila pour sa disponibilité, ses conseils judicieux et pour tous les efforts qu'elle a consentis durant la réalisation de ce mémoire. Nous sommes reconnaissantes pour son soutien constant, sa gentillesse et son implication qui était une aide immense pour notre réussite.

Nous voulons également remercier notre co-encadrante Mme AOUDIA Kahina de nous avoir permis d'approfondir nos connaissances avec ses remarques, ses précieux conseils et ses encouragements, aussi pour l'intérêt qu'elle a manifesté à notre travail.

Nous tenons à remercier les membres de jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et pour votre présence dans ce jury.

Enfin, Nous exprimons notre profonde gratitude et notre amour à nos familles qui ont su nous faire confiance et nous soutenir en toutes circonstances ainsi qu'à tous nos proches amis qui nous ont toujours soutenus et encouragés même dans les moments les plus difficiles.



Dédicaces

Mercie Allah de m'avoir donné la capacité de réfléchir, la force pour survivre, l'audace pour dépasser toutes les difficultés et la patience d'aller jusqu'au bout du rêve.

Avec un profond amour, je dédie ce modeste travail :

A celle qui m'a arrosé de tendresse et d'espoir, celle qui ma bénie par ses prières, qui a été à mes cotes et ma soutenu durant toute ma vie.... Ma chère mère ;

A mon support, Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduise ma gratitude et mon affection..... mon cher père ;

A mes adorables sœurs Massilia, Syria, Tamazight, Tinhinane, Massissilia pour leur encouragement, leur réconfort et leurs interactions humoristiques. Que dieu les protège et leurs offre tout le bonheur du monde ;

A mon cher frère Massinissa pour leurs présences à mes côtés et leurs soutiens moraux ;

A mes chers neveux et nièces (Hani, Thilelli, Mélissa, Aylan, Aya) ;

A mes amies : Kenza, Norah, Mounia, Djedjiga, Sabrina, Manel, Katia pour leurs encouragements, présence et fidélité.

A ma binôme Ilhem

À tous ceux qui ont été à mes côtés durant la réalisation de ce travail.

Kahina



Dédicaces

Mercie Allah de m'avoir donné la capacité de réfléchir, la force pour survivre, l'audace pour dépasser toutes les difficultés et la patience d'aller jusqu'au bout du rêve.

*Je tiens à dédier ce modeste travail plus particulièrement à ma chère **mère** et mon précieux **père**, pour votre amour inconditionnel, vos sacrifices silencieux et votre soutien indéfectible à chaque étape de ma vie.*

*Ma chère sœur **Maroua***

*Mes chers frères **Faiz, youssef** et mon petit prince **Soufiane** Merci d'être ma source de joie, de courage et d'inspiration.*

*Je remercie ma tante **Badrina** et sa douce famille Pour son soutien ses encouragements constants et sa présence bienveillante tout au long de mon parcours universitaire.*

A toute ma famille et à toutes personnes m'aime, votre affection m'a porté et m'a donné la force de persévérer.

*A ma chère copine de cœur **Lydia**. A tous mes amis qui m'ont supporté pendant ces cinq ans et les avoir rendues plus agréables à passer.*

A ma chère binôme Kahina et tout sa famille.

Ilhem





Liste des abréviations

Liste des abréviations

HCl : Acide chlorhydrique

DPPH * : 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

EAG : Equivalent acide gallique

FRAP : Ferric Reducing Antioxidant Power

ABTS : 2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)

Re : Résistance de l'électrolyte

I : Intensité du courant

E_{corr} : Potentiel de corrosion (V/ECS)

I_{corr} : Courant de corrosion (mA/cm²)

R_p : Résistance de polarisation (ohm/cm²)

V_{corr} : Vitesse de corrosion (cm/an)

EI : Efficacité inhibitrice (%)

EIS : Spectroscopie d'impédance électrochimique

C_{dl} : Capacité de la double couche (μF/cm²)

ECS : Electrode au calomel saturé en KCl

Z' : Partie réelle de l'impédance

Z'' : Partie imaginaire de l'impédance



Liste des figures

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Planche botanique du lin cultivé (<i>Linum usitatissimum</i> L).....	5
Figure I.2 : Représentations schématiques de la graine de lin.....	6
Figure I.3 : Fleur de lin (A), capsules à maturité (B) et leur contenu en graines (C).....	6
Figure I.4 : Principaux pays producteurs de lin oléagineux en 2010	8
Figure I.5 : Structure des acides gras essentiel dans les grains de lin.....	10
Figure I.6 : Structures de quelques acides phénols.....	11
Figure I.7 : Glucosides du sécoisolaricirésinol (SDG).....	11
Figure I.8 : Structure de base de flavonoïdes.....	12
Figure I.9 : Diagramme de l'utilisation du lin	13
Figure I.10 : Corrosion uniforme.....	15
Figure I.11 : Représentation schématique de la corrosion galvanique	16
Figure I.12 : Corrosion caverneuse.....	16
Figure I.13 : Corrosion par piqure	16
Figure I.14 : Corrosion sous contrainte	17
Figure I.15 : Diagramme de POURBAIX simplifié du fer à 25°C (pour $[\text{Fe}^{2+}] = [\text{Fe}^{3+}] = 10^{-6}$ mol/L).....	18

Chapitre II

Figure II.1 : Graines de <i>Linum usitatissimum</i> L utilisés	22
Figure II.2 : Réduction du radical libre DPPH'	23
Figure II.3 : Détermination des paramètres électrochimique à partir des droites de Tafel	26
Figure II.4 : Principe de la mesure d'impédance électrochimique	27
Figure II.5 : Représentation de a) l'impédance électrochimique et b) du circuit électrique équivalent dans le cas d'une cinétique régie par le transfert de charges	28
Figure II.6 : Dispositif expérimental utilisé	29

Chapitre III

Figure III.1 : Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons.....	30
Figure III.2 : Pourcentage d'inhibition des extraits... ..	32
Figure III.3 : L'activité réductrice du fer des extraits.....	34
Figure III.4 : L'activité réductrice du fer des extraits	35

Figure III.5 : Évolution du potentiel d'abandon des plaques d'acier en fonction du temps dans des solutions de HCl à 0,05 M, en l'absence et en présence des extraits de graines de Lin obtenus à 25 °C, 35 °C et 50 °C	37
Figure III.6 : Courbes de polarisation anodique et cathodique de l'acier dans les milieux HCl 0,05 M et 0,1 M, en absence et en présence des extraits obtenus entre 25 °C et 50 °C.....	39
Figure III.7 : Diagrammes d'impédance en représentation de Nyquist de l'acier dans les milieux HCl 0,05 M et 0,1 M en absence et en présence des extraits obtenus entre 25 °C et 50 °C.....	41

Liste des tableaux

Liste des tableaux**Chapitre I**

Tableau I : Classification scientifique de *Linum usitatissimum* L..... 4

Tableau II : Composition chimique (%) des grains de lin. ... 9

Tableau III : Études sur les inhibiteurs verts de la corrosion 21

Chapitre III

Tableau I : Teneurs en composés phénolique de *Linum usitatissimum* L. étudiés selon différents auteurs.....31

Tableau II : Pourcentage d'inhibition du DPPH% *Linum usitatissimum* L. étudiés selon différents auteurs33

Tableau III : Paramètres électrochimiques extraits des courbes de polarisation de l'acier dans les milieux HCl 0,1 M et 0,05 M, en absence et en présence des différents extraits inhibiteurs 40

Tableau IV : Paramètres électrochimiques et efficacité de protection de l'acier dans les milieux HCl 0,1 M et 0,05 M, en absence et en présence des différents extraits inhibiteurs..... 43

Sommaire

Sommaire

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

Chapitre I : Revue bibliographique

I.1 Graines de lin.....	3
I.1.1 Historique.....	3
I.1.2 Définition	3
I.1.3 Classification.....	4
I.1.4 Description botanique	4
I.1.5 Morphologie de la graine de lin.....	5
I.1.6 Variétés de lin	7
I.1.7 Production et culture du lin.....	7
I.1.8 Composition de la graine de lin	8
I.1.9 Utilisation de lin et l'intérêt	12
I.2 La corrosion.....	14
I.2.1 Type de la corrosion.....	15
I.2.2 Formes de la corrosion.....	15
I.2.3 Mécanisme de la corrosion	17
I.2.4 Facteurs influençant le processus de corrosion.....	17
I.2.5 Corrosion des métaux : Rôle inhibiteur des extraits végétaux.....	20

Chapitre II : Approche expérimentale

II.1 Analyses physico-chimiques.....	22
II.1.1 Matériel végétal	22
II.1.2 Extraction de composés antioxydants.....	22
II.1.3 Dosage des composés phénoliques	23
II.1.4 Activité anti radicalaire au DPPH'	23
II.1.5 Pouvoir réducteur.....	24
II.1.6 Test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power).....	24
II.2 Méthodes Utilisées pour l'Étude de l'Inhibition de la Corrosion.....	25
II.2.1 Méthodes électrochimiques	25
II.3 Matériel utilisé et conditions électrochimiques.....	28

Chapitre III : Résultats et discussions

Partie I : Évaluation des analyses physicochimique.....	30
III.1.1 Tenue en composé phénolique	30

III.1.2 Activité antiradicalaire au DPPH	32
III.1.3 Test de FRAP	33
III.1.4 Réducteur.....	34
Partie II : Évaluation de l'efficacité des extraits de graines de Lin comme inhibiteur de corrosion de l'acier en milieu acide chlorhydrique.....	37
III.2.1 Etude électrochimique	37
III.2.1.1 Suivi du potentiel de corrosion en fonction du temps (chronopotentiométriques).....	37
III.2.1.2 Courbes de polarisation	38
III.2.1.3 Spectroscopie d'impédance électrochimique	41
Conclusion générale.....	44
Références bibliographiques	
Annexes	
Résumé	

Introduction Générale

Introduction générale

Les métaux occupent une place essentielle dans la majorité des équipements industriels modernes en raison de leurs propriétés mécaniques et physiques remarquables. Ils sont largement utilisés dans différents secteurs tels que l'industrie pétrochimique, l'agroalimentaire, la production d'énergie, le traitement des eaux, la construction navale, ou encore l'industrie automobile. Toutefois, leur durabilité est souvent compromise par des phénomènes de dégradation, parmi lesquels la corrosion représente l'un des plus répandus et des plus préoccupants.

La corrosion se définit comme un processus naturel et spontané, entraînant la détérioration progressive des matériaux métalliques sous l'effet d'interactions chimiques ou électrochimiques avec leur environnement (McCafferty., 2010). Elle constitue l'une des principales causes de défaillance des structures métalliques, avec des conséquences économiques importantes liées à la réparation, au remplacement des matériaux et à l'arrêt des systèmes. De fait, le contrôle de la corrosion représente un enjeu majeur pour l'industrie (Zarras et., 2014).

Plusieurs méthodes sont utilisées pour lutter contre ce phénomène, notamment les revêtements protecteurs, la protection cathodique ou anodique, ou encore l'ajout de substances inhibitrices capables de ralentir les réactions corrosives (Zaabar., 2010). Les inhibiteurs de corrosion sont des composés chimiques qui, en faibles concentrations, limitent l'altération des métaux dans les environnements agressifs. Ceux contenant des groupes polaires tels que l'azote, le soufre ou l'oxygène, ou des structures hétérocycliques conjuguées, ont montré une forte capacité à s'adsorber sur la surface des métaux, agissant comme barrières protectrices (Liu et al., 2011).

Cependant, l'usage prolongé d'inhibiteurs synthétiques pose des problèmes environnementaux, en raison de leur toxicité, leur persistance et leur faible biodégradabilité. Cela a stimulé la recherche vers des alternatives écologiquement sûres, appelées inhibiteurs verts, généralement issus de ressources naturelles renouvelables. Parmi ces alternatives, les extraits de plantes se démarquent par leur richesse en composés bioactifs tels que les phénols, flavonoïdes, tanins et alcaloïdes, connus pour leurs propriétés antioxydantes et leur aptitude à former une couche protectrice sur les métaux.

Dans ce contexte, le présent travail s'intéresse à l'étude de l'efficacité inhibitrice de l'extrait de graines de lin (*Linum usitatissimum* L) contre la corrosion de l'acier doux en milieu acide chlorhydrique (HCl). Cette plante, bien connue pour ses vertus nutritionnelles et médicinales,

renferme des composés phénoliques susceptibles de jouer un rôle protecteur, aussi bien par leur action antioxydante que par leur capacité d'adsorption sur les surfaces métalliques.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre est une revue bibliographique consacrée aux caractéristiques botaniques et chimiques des graines de lin, ainsi qu'aux mécanismes fondamentaux de la corrosion et aux méthodes de protection anticorrosion.

Le deuxième chapitre décrit la méthodologie expérimentale, comprenant l'extraction des composés actifs à différentes températures (25 °C, 35 °C et 50 °C), leur caractérisation (dosage des composés phénoliques, tests antioxydants : DPPH, pouvoir réducteur, FRAP), et les méthodes utilisées pour évaluer leur effet inhibiteur (voltampèremètre et impédance électrochimique).

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux, mettant en relation la composition des extraits, leur activité antioxydante et leur capacité à inhiber la corrosion de l'acier doux.

Ce travail vise ainsi à contribuer à la valorisation de ressources végétales locales en tant qu'agents anticorrosifs naturels, offrant une alternative durable aux inhibiteurs chimiques traditionnels.

CHAPITRE I
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I

Revue bibliographique

Dans un contexte où la protection de l'environnement devient une priorité, l'utilisation d'inhibiteurs de corrosion d'origine naturelle suscite un intérêt croissant. Parmi ces solutions dites « vertes », les extraits de plantes, et en particulier les graines de *Linum usitatissimum* (graines de lin), ont montré un fort potentiel en tant qu'agents inhibiteurs efficaces et biodégradables. Afin de mieux situer l'intérêt de ces extraits dans la lutte contre la corrosion, ce chapitre théorique présente dans un premier temps les bases du phénomène de corrosion électrochimique, les facteurs qui l'influencent, ainsi que les types de corrosion rencontrés. Il aborde ensuite les différentes approches de protection, en mettant l'accent sur les inhibiteurs verts et leur mode d'action, avec une revue des travaux antérieurs sur divers extraits végétaux.

I.1 Graines de lin

I.1.1 Historique

Le lin est une plante annuelle herbacée faisant partie de la famille des Linacées. Cette famille présente plus de 200 espèces de lin, dont la plus répandue est *Linum usitatissimum* (Bolsheva et al., 2015). Le lin fut l'une des premières plantes cultivées par l'homme. Des traces de son existence datant de - 8000 ans avant J.C. ont ainsi été découvertes dans des cités lacustres suisses. Néanmoins son origine (probablement des hauts plateaux d'Asie) n'est pas connue. Son utilisation a été étendue par l'Egypte des pharaons où les momies étaient entourées de bandelettes de lin. De plus, des fresques retrouvées dans les pyramides illustrent la culture du lin (Millam et al., 2005).

De nos jours, le lin continue d'être largement cultivé pour la nourriture, son huile et ses fibres (Oomah., 2001). C'est la troisième plus grande culture de fibres naturelles et l'une des cinq principales cultures oléagineuses au monde, étant cultivée dans plus de 50 pays.

I.1.2 Définition

Le lin du nom Latin *Linum usitatissimum* signifie le plus utile (en anglais Flax, en arabe El-katan) est une plante herbacée annuelle qui appartient à la famille des Linacées. Le lin l'une des plus anciennes plantes cultivées, continue d'être largement cultivée pour son huile, ses fibres et son alimentation (Oomah., 2001).

La graine de lin est une graine oléagineuse utilisée dans les produits industriels et de santé naturels. Elle accumule de nombreux composés et éléments biologiquement actifs, notamment

l'acide linoléique, l'acide linoléique, les lignanes, les peptides cycliques, les polysaccharides, les alcaloïdes, les glycosides cyanogéniques et le cadmium (Shim et al., 2014).

I.1.3 Classification

La famille du Linacées est géographiquement répandue avec environ 300 espèces dans le monde entier. Cette famille est positionnée dans le royaume des plantes comme suit (Tableau I)

Tableau I : Classification scientifique de *Linum usitatissimum* L (Bloedo et al., 2004).

Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Rosidae
Ordre	Linales
Famille	Linaceae
Genre	Linum
Espèce	Linum usitatissimum L

I.1.4 Description botanique

C'est une plante herbacée annuelle. Dressée, avec un système racinaire peu profond et a besoin d'humidité suffisante pendant la saison de croissance (Hocking et al., 1997). Le lin est une plante dicotylédone autogame avec une racine pivotante, et ses principales caractéristiques botaniques sont les suivantes :

- Tige : unique se terminant par une inflorescence en forme de cyme.
- Hauteur : entre 0,8 et 1,2 m.
- Diamètre au collet : de l'ordre de 1 à 2 millimètres.
- Feuilles : allongées et sessiles (entre 80 et 100 feuilles par tige).
- Fleurs : 5 pétales.
- Pollinisation : autopolinisation (cléistogamie).
- Durée de floraison : 15 jours (mais seulement quelques heures par fleur).
- Période de floraison : juin-juillet.
- Couleur des fleurs : bleues, rouges ou blanches (plus ou moins rosées).
- Fruit : une capsule contenant 10 graines riches en huile.

- Graines : couleur brune (parfois jaune clair), lisses, plates, petites et légères (4 à 7 grammes pour mille graines).
- Génome : compose de 15 paires de petits chromosomes ($2n=30$) (Renouard., 2011).

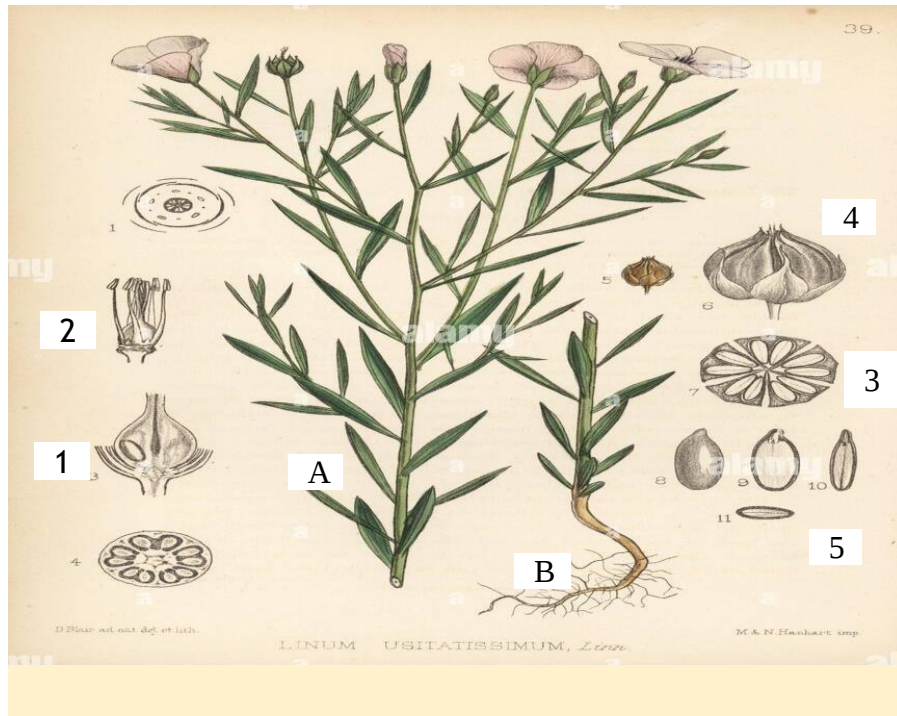


Figure I.1 : Planche botanique du lin cultivé (*Linum usitatissimum* L.) (Acket., 2015).

A, B : plante ; 1 et 2 : Fleur sans calice, corolle et étamines ; 3 : coupe transversale d'une capsule de lin ; 4 : fruit mature ; 5 : Graine de lin brune.

I.1.5 Morphologie de la graine de lin

La graine de lin a une forme ovale, aplatie et lisse avec un poids moyen de 3 à 13 mg. Elles possèdent une couleur qui varie du jaune au brun. Les dimensions des graines commerciales sont variables : de 3,0 à 6,4 mm de longueur, 1,8 à 3,4 mm de largeur et 0,6 à 1,5 mm d'épaisseur en moyenne (Gutierrez et al., 2006).

La graine de lin possède une microstructure caractéristique (C, D et E, (Figure I.2)), chaque tissu ayant une fonction physiologique propre. L'amande est protégée contre les pathogènes et les contraintes mécaniques par le tégument. Celle-ci est composée du spermodermes et de l'épiderme. Différentes assises cellulaires composent le tégument (en partant de l'intérieur vers l'extérieur, (Kadivar., 2001) (D et E, (Figure I.2)) :

- Une couche de pigments, contenant les tanins responsables de la couleur de la graine (du jaune au marron) (Endosperme).
- Deux assises cellulaires de fibres (longitudinales et transverses) (spermodermes),
- Une couche de cellules rondes (spermodermes),
- Une assise mucilagineuse, contenant le mucilage est située sur la couche la plus externe de la graine de lin (épiderme).

L'amande de la graine est composée de l'embryon, de deux cotylédons plats et de l'endosperme (B et C, (Figure I.2)).

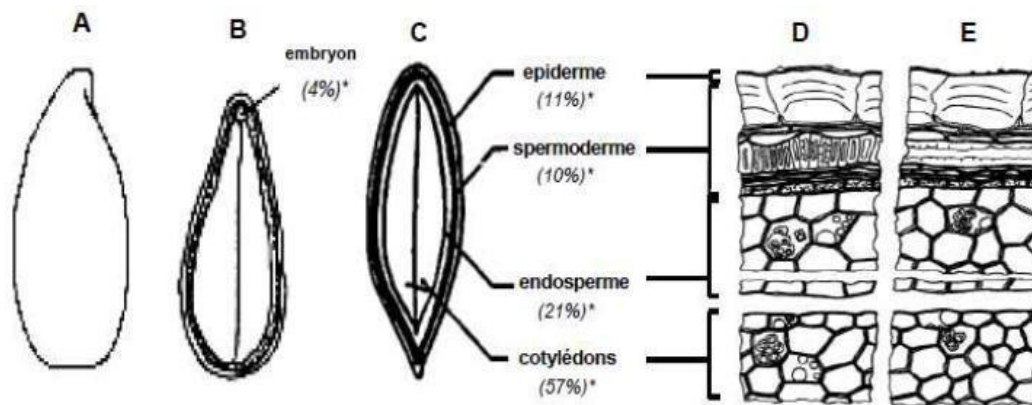


Figure I.2 : Représentations schématiques de la graine de lin (Daun et al., 2003).

Les capsules de fruits sphériques contiennent deux graines dans chacune des cinq compartiments. La texture de la graine de lin est croquante et moelleuse possédant un goût agréable de noisette (Carter., 1996). (Figure I.3)



Figure I.3 : Fleur de lin (A), capsules à maturité (B) et leur contenu en graines (C) (Cherabi et al., 2022).

I.1.6 Variétés de lin

Le développement industriel a conduit à la sélection de deux familles de lin, l'une pour la culture des graines riches en huile polyinsaturée et plus particulièrement en acide linoléique (lin oléagineux) et l'autre pour ses fibres contenues dans ses tiges (lin "fibre") (Savoire et al., 2015). Contrairement au lin fibre, le lin oléagineux présente un taux de ramifications des tiges plus important, ce qui conduit à une production plus élevée des grains.

Les variétés de lin oléagineux sont différenciées en variétés de printemps et d'hiver. Le lin d'hiver est récolté entre début juillet et mi-août tandis que le lin de printemps est récolté entre mi-juillet et début septembre. En France, 28 variétés de lin cultivables sont inscrites au catalogue français 2010, dont 20 types de variétés de printemps et 8 types de variétés d'hiver. Les variétés d'hiver représentent actuellement 80% de la production française.

Les variétés se distinguent génétiquement et géographiquement par leur teneur en huile, qui peut varier de 38 à 45% et notamment leur teneur en acide α -linolénique (ALA) qui varie entre 51,5% et 66,2% pour un lin de printemps et entre 54% et 70,2% pour un lin d'hiver (Labalette et al., 2013).

I.1.7 Production et culture du lin**a) Pays producteurs**

La culture du lin est une culture mineure avec moins de 1% des surfaces totales d'oléagineux cultivés dans le monde. En 2013, la production mondiale de graines de lin s'élevait à 2,3 millions de tonnes. Le principal pays producteur est le Canada, qui représente à lui seul 38% de la production mondiale, soit 745000 tonnes/an en 2010, suivi de la Chine, représentant 18% avec 353000 tonnes/an (Figure I.4). L'Union Européenne ne représente que 4% de la production mondiale, avec 80000 à 100000 tonnes/an. La France est le 3ème pays producteur de l'Union Européenne après l'Angleterre et la Belgique (Labalette et al., 2011).

L'existence, en Algérie, d'espèces industrielles autochtones est quasiment rare et sont représentées par les plantes saccharifères, les plantes oléagineuses tel que le lin, sésame...et ainsi que les plantes oléo protéagineuses et les espèces destinées à la conserverie donc leur production elle est non estimé car ne sont pas des grande culture (Faostat., 2022).

L'importation des graines de lin par l'Algérie en provenance de : l'Egypte 10.7%, Russie 27.4% Canada 40.4%, Espagne 18.7% de Leur production totale de 1995-2021 d'un montant de 6.69millions dollars, l'importation a suscité un intérêt croissant au cours des dernières années, par exemple de l'Egypte en 2018 cette importation représentait 11.7% et 12.7% en 2020 (1500tonnes) pour un montant de 236000dollars dans cette dernière (Oec. World).

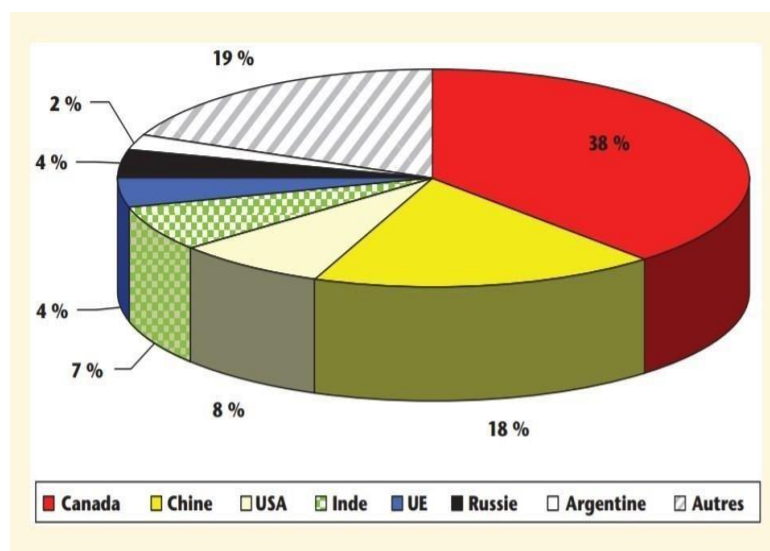


Figure 1.4 : Principaux pays producteurs de lin oléagineux en 2010 (Labalette et al., 2011).

b) Culture

Le lin est une des plus anciennes plantes cultivées. Tout est valorisé dans le lin, d'où son nom, *Linum usitatissimum*, qui signifie étymologiquement que tout est utile dans le lin. Au fil du temps, les hommes ont sélectionné différentes variétés de l'espèce *Linum usitatissimum*, dans le but d'améliorer le rendement en fibres ou en graines. Les modifications portaient sur la hauteur des plantes pour obtenir une fibre plus longue, ou encore sur le nombre de ramifications pour augmenter la quantité de capsules (Nichterlein., 2003).

Le lin est une espèce végétale à cycle court : 100 jours en moyenne sont nécessaires pour sa croissance. Sa culture respecte l'écosystème, et ne nécessite que très peu d'intrants (produits phytosanitaires et engrais) et d'eau (l'eau de pluie est suffisante). Le lin aime pour sa culture, une terre légère et fraîche et sa récolte s'effectue à sa parfaite maturité (Labalette et al., 2011).

I.1.8 Composition de la graine de lin

La composition du lin varie selon la variété et les facteurs environnementaux de la culture de la plante. Les graines de lin sont composées majoritairement d'huile (30 à 45 %), de protéines (10 à 30 %) et de fibres alimentaires (25-32 %), mais également de composés secondaires (Daun et al., 2003) ;(Coşkun et al., 2007). Les graines de lin présentent également des teneurs élevées en lignane et notamment en SDG (Secoisolaricirésinol diglucoside), 75 à 800 fois plus que dans les autres graines oléagineuses (Nesbitt et al., 1999).

Les téguments sont composés majoritairement de polyphénols et de composés glucidiques (mucilage) alors que l'embryon est composé majoritairement d'huile et de protéine (Lepiniec et al., 2006).

Tableau II : Composition chimique (%) des grains de lin (Rubilar et al., 2010).

Constituant	Composition (%)	
	(Mueller et al., 2010)	(Coskuner et al., 2007)
Humidité	7,4	4 – 8
Protéines	23 ,4	20 – 25
Fibres	-	20 – 25
Lipides	45,2	30 – 40
Cendres	3,5	3 – 4

1. Protéines

Les graines sont composées de protéines (10 à 30%) qui sont accumulées dans les cotylédons. Les deux principales protéines des graines de lin sont l'albumine et la globuline ; la proportion de ces dernières dépend des variétés de lin (Rabetafika et al., 2011).

2. Lipides

Les graines de lin sont riches en huile (30 à 45%) d'où leur classification parmi les graines oléagineuses. La majorité de cette huile est localisée au niveau des cellules des cotylédons (78%) et de l'endosperme (12%) (Oomah., 2001) et (10%) juste se trouve dans la cuticule, cette huile est particulièrement riche en acide alphalinoléique (ALA) oméga-3 qui est représentant près de 60% ; et contient seulement 15% de l'acide linoléique- (LA) oméga-6 (Weill et al., 2010).

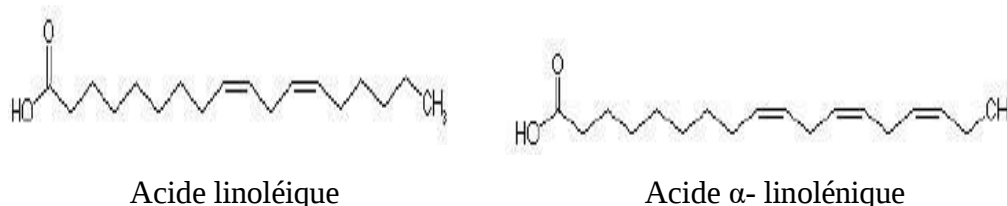


Figure I.5 : Structure des acides gras essentiels dans les grains de lin (Daun et al., 2003 ; Oomah et al., 1997)

3. Glucides

Le lin est pauvre en glucides (sucres et amidons), procurant seulement 1 gramme (g) pour 100g. Pour cette raison, le lin contribue peu à l'apport total en glucides ; il est recommandé aux personnes souffrant de maladies spécifiques. Le polysaccharide de graine de lin est composé de deux fractions principales : un arabinoxylane neutre (75%) et un rhamnogalacturonane acide (25%). L'arabinoxylane est composé principalement de xylose, d'arabinose et de galactose et le rhamnogalacturonane est constitué de L-rhamnose, de D-galactose, de D-galacturonique et d'acide L-fucose. La composition en monosaccharides, le rendement en glucides et la qualité des glucides varient considérablement entre les accessions de la collection mondiale de graines de lin (Ho et al., 2007).

4. Les mucilages :

Ce sont des hydrocolloïdes solubles dans l'eau, composés principalement de deux polysaccharides un polymère neutre et un polymère acide. Ils représentent environ 8% de poids des graines (Guilloux et al., 2009).

5. Vitamines

Les graines de lin ont une teneur en vitamines du groupe B, vitamine E sous forme de gamma-tocophérol et une petite quantité de vitamine K sous forme de phylloquinone (Juárez et al., 2012).

6. Minéraux

Les graines de lin contiennent plusieurs composés minéraux tels que : potasse, soude, magnésium, oxyde de fer, acide phosphorique, chlore, silice ; carbonate de calcium, aluminium et des petites quantités de cadmium (Daun et al., 2003).

7. Composés phénoliques

a) Polyphénols

Les graines de lin sont également composées de polyphénols. Ces molécules protègent la plante contre les UV et les pathogènes et les insectes. Les polyphénols de lin sont composés de faibles teneurs en acides phénoliques (8 à 10 g/Kg de lin), en flavonoïdes, en tanins et d'une teneur élevée en lignanes et notamment en SDG (secoisolaricirésinol di-glucoside) (Nesbitt et al., 1999). Elle contient au minimum trois groupe principaux de ces composés qui sont les acides phénoliques, les flavonoïdes et les lignanes.

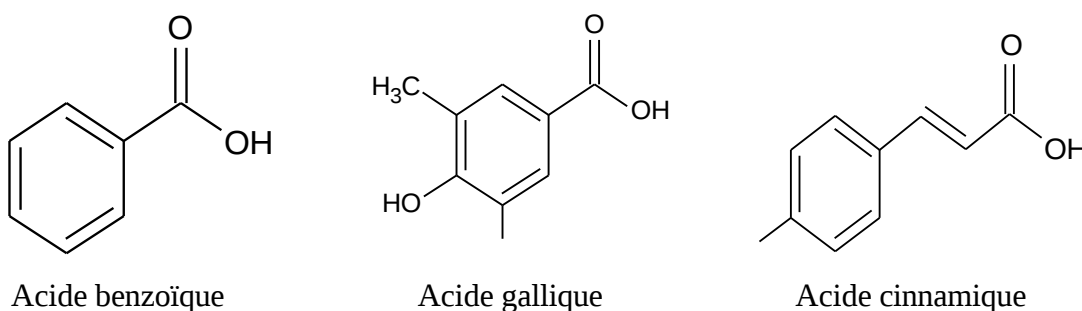


Figure I.6 : Structures de quelques acides phénols (pawlowska et al., 2006)

b) Lignanes

Les lignanes sont définis comme étant un groupe de polyphénols. La graine de lin est la source la plus riche dans le monde végétal de lignanes.

Elle fournissant jusqu'à 800 fois plus de lignanes que la plupart des autres aliments. Les glucosides de lignanes retrouvés dans la graine de lin sont le SDG, le matairésinol, le pinorésinol et le laricirésinol. Le prédomine est le SDG, qui peut représenter plus de 1% de la masse des graines et 5% de celle des téguments (Thompson et al., 2006).

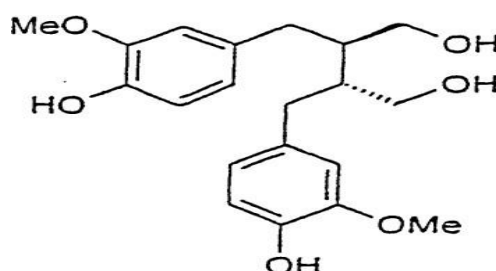


Figure I.7 : Glucosides du secoisolaricirésinol (SDG) (Thompson et al., 2006).

c) Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des pigments responsables de la coloration des graines. Ils sont répartis en plusieurs classes : les flavones, les flavonols, les flavanones, les anthocyanines, La graine de lin est constituée de 35 à 71 mg/100g de flavonoïdes et majoritairement de flavonols (Dave Oomah et al., 1996).

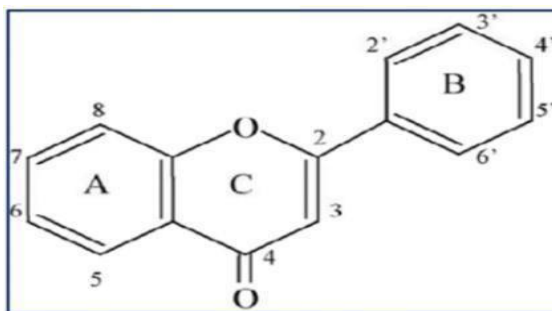


Figure I.8 : Structure de base de flavonoïdes (Dave Oomah et al., 1996).

I.1.9 Utilisation de lin et l'intérêt

Le lin est redécouvert comme véritable aliment indispensable pour la santé.

Traditionnellement, le lin et son huile sont utilisés pour divers usage incluant l'usage industriel tels que : l'industrie de transformation alimentaire comme ingrédient, l'industrie pharmaceutique, l'alimentation animale, la fabrication de peintures. Ces nombreuses utilisations sont schématisées dans le diagramme de la (figure I.9) ci-dessous (Khan et al., 2010).

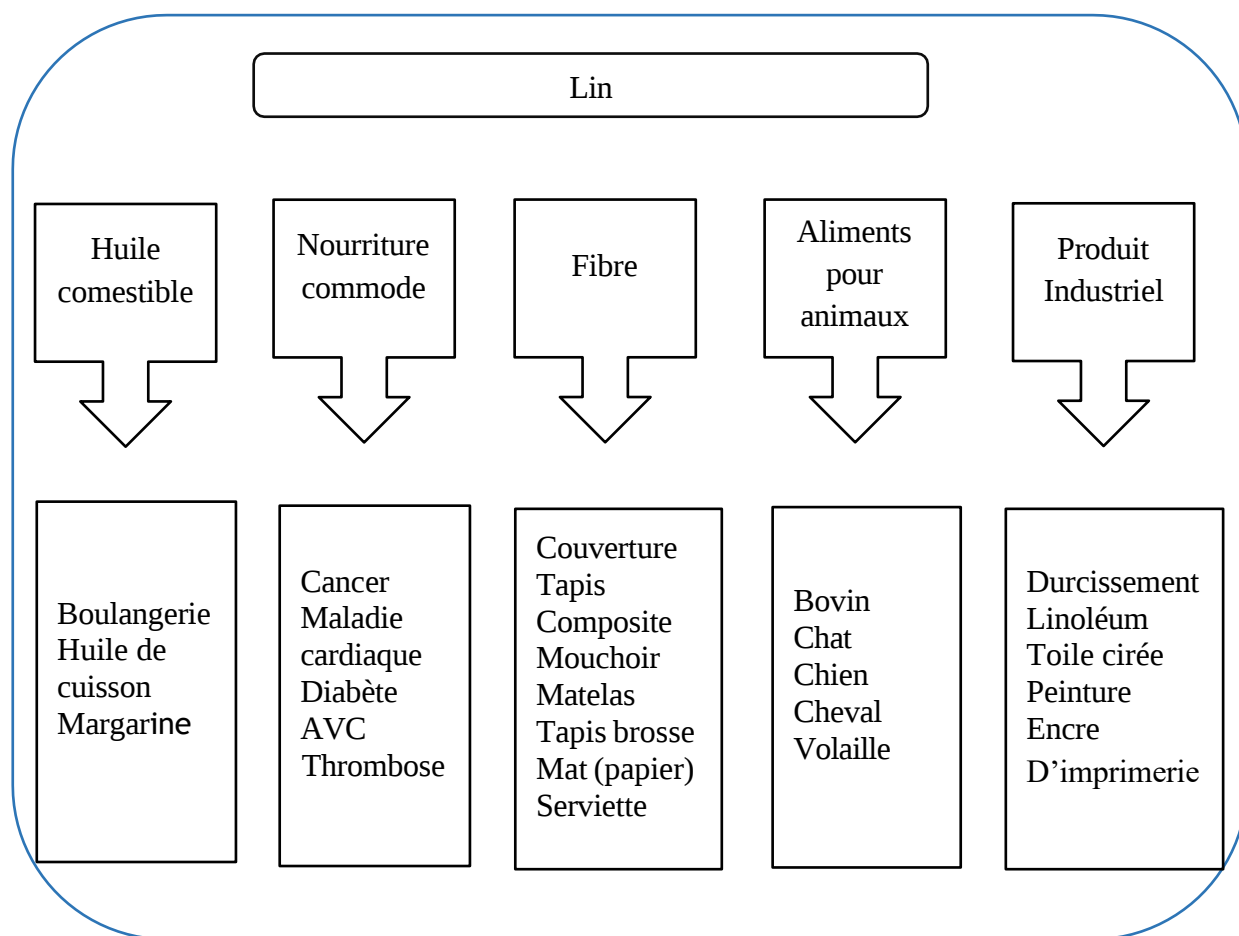


Figure I.9 : Diagramme de l'utilisation du lin. (Khan et al., 2010).

En usage externe, un cataplasme de graines concassées ou de farine de lin appliquée sur les furoncles et les anthrax, calme les ulcérations et draine le pus (Iserin., 2001). Dans le temps, les femmes bouillaient les graines dans l'eau et utilisaient le lin sous forme de gel pour adoucir leurs cheveux (Halligudi.,2012).

Les mucilages de la graine de lin sont responsables de ses capacités laxatives et émoullientes citées dans de nombreux travaux. Notamment en cas de constipation chronique sous forme concassée, ses graines absorbent les liquides intestinaux (Blumenthal et al, 2000). Les mucilages favorisent le drainage du colon et contribuent à ramollir les selles et à faciliter leur évacuation. Aussi grâce aux mucilages, ses graines prodiguent un effet calmant et anti-inflammatoire réduisant l'irritation du colon dans des affections comme les colites, l'inflammation intestinale et les hémorroïdes (Iserin., 2001 ; Halligudi., 2012).

Le lin contient également des lignanes qui appartiennent à la famille des phytoestrogènes ; ces lignanes sont douées des propriétés anti oxydantes et anticancéreuses (Thompson et al., 2003).

L'ingestion de la graine comme prévention du cancer du sein, utérin, de la prostate et éventuellement une protection contre une récurrence. Elle est également considérée comme efficace en cas de troubles respiratoires et urinaires. Elle calme les douleurs pulmonaires et à un moindre degré l'irritation de l'appareil urinaire. Elle s'avère efficace contre la toux chronique ou aiguë, la bronchite, l'emphysème et la cystite chronique, également comme une prévention utile contre l'angine de poitrine, le rhume et l'artériosclérose. Ainsi pour réduire les taux de glycémie postprandiale et du cholestérol (Halligudi., 2012).

I.2 La corrosion

La dégradation par corrosion des métaux est un problème récurrent dans de très nombreux secteurs industriels, répondant à des pertes économiques et à des problématiques de sécurité. Pour diminuer ces effets, le recours aux inhibiteurs de corrosion est devenu très courant. Mais les inhibiteurs de corrosion synthétiques traditionnels, sont souvent onéreux, parfois dangereux, et non biodégradables, ce qui conduit à rechercher des alternatives plus respectueuses de l'environnement. Dans ce sens, les extraits de plantes s'imposent comme de possibles inhibiteurs de corrosion grâce à leur richesse en composés organiques d'origine végétale (alcaloïdes, flavonoïdes, tanins...) capables de s'adsorber sur les surfaces métalliques et d'y former une barrière protectrice. Ces inhibiteurs "verts" se révèlent efficaces, peu chers, biodégradables et disponibles, ce qui en fait une solution durable pour la protection des métaux contre la corrosion, notamment dans les milieux acides.

La corrosion est la dégradation des propriétés des matériaux en raison des interactions avec leur environnement, et la corrosion de la plupart des métaux (et de nombreux matériaux d'ailleurs) est inévitable. Bien qu'ils soient principalement associés aux matériaux métalliques, tous les types de matériaux sont susceptibles de se dégrader. La dégradation des revêtements isolants polymères sur le câblage a été une préoccupation dans les avions vieillissants. Même les céramiques peuvent subir une dégradation par dissolution sélective. Comme la mort et les impôts, la corrosion est quelque chose que nous espérons éviter ; mais en fin de compte, c'est quelque chose que nous devons apprendre à gérer. La cause fondamentale ou la force motrice de toute corrosion est l'abaissement de l'énergie de Gibbs d'un système. La production de presque tous les métaux (et des composants d'ingénierie en métaux) implique l'ajout d'énergie au système. À la suite de cette lutte thermodynamique ascendante, le métal a une forte force motrice pour revenir à son état d'oxyde natif à faible énergie. Ce retour à l'état d'oxyde natif est ce que nous appelons la corrosion et même s'il est inévitable, des barrières importantes (méthodes de contrôle de la corrosion) peuvent être utilisées pour ralentir sa progression vers

l'état d'équilibre. C'est donc le rythme de l'approche de l'équilibre qui est souvent intéressant (Shaw et al., 2006).

I.2.1 Type de la corrosion

Les phénomènes qui engendrent la corrosion permettent de distinguer deux types de corrosion sèche et corrosion humide.

- ✓ **La corrosion sèche** : est le résultat de l'attaque d'un métal par un gaz



- ✓ **La corrosion humide** : est le résultat de l'attaque d'un métal par un électrolyte. Elle est caractérisée par l'apparition de courant électrique en dehors de toute source extérieure, c'est-à-dire par déplacement d'électrons au sein de la masse métallique. C'est ce qu'on appelle corrosion électrochimique (Marmi., 2017).

I.2.2 Formes de la corrosion

a) Corrosion générale (attaque uniforme)

Elle se produit lorsque les zones anodiques sur la surface métallique continuent de se déplacer vers différents sites. Ce déplacement continu entraîne un enlèvement de métal relativement uniforme. Comme ce type de corrosion peut souvent être prédit, la perte de matière peut être prise en compte (Nunes et al., 2014).



Figure I.10: Corrosion uniforme (What Is Corrosion & the 10 Most Common Types, 2025).

b) Corrosion localisée

- ✓ **Corrosion galvanique**

C'est un type de corrosion qui se produit lorsque deux métaux différents sont en contact dans un milieu conducteur (comme de l'eau salée). L'un des métaux (le moins noble) se corrode plus rapidement, car il agit comme une anode, tandis que l'autre (le plus noble) est protégé et agit comme une cathode (Tiwari et al., 2014).

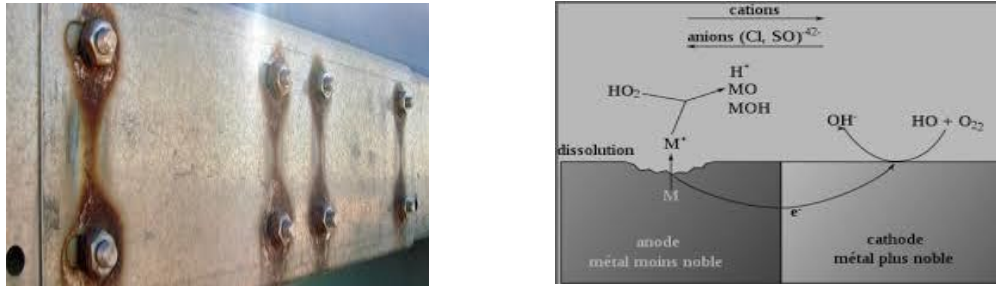


Figure I.11 : Représentation schématique de la corrosion galvanique (Corrosion galvanique : Causes, effets et prévention, s.d.).

✓ Corrosion caverneuse

La corrosion caverneuse ou corrosion par crevasses est une forme de corrosion par aération différentielle (différence d'accessibilité de l'oxygène entre deux parties d'une structure) créant ainsi une pile électrochimique. On observe une attaque sélective du métal dans les fentes et autre endroits peu accessibles à l'oxygène (Anoune., 2014)



Figure I.12: Corrosion caverneuse (what does Erosion-Corrosion mean - AONG website, 2025).

✓ Corrosion par piqûres

C'est un type de corrosion localisée (figure I.13), qui se traduit à la surface du métal par la formation de trous étroits, et qui peuvent progresser rapidement en profondeur. L'origine des piqûres est liée à la présence d'hétérogénéité, qui en surface, détermine la formation de piles locales (Muthukumar., 2014).



Figure I.13 : Corrosion par piqure (Corrosions par piqûres dans les tuyaux métalliques - Causes et solutions, 2025).

✓ Corrosion sous contrainte

La fissuration par corrosion sous contrainte (SCC) est définie comme la croissance de fissures due à l'action simultanée d'une contrainte (nominalement statique et de traction) et d'un environnement réactif. Le CCS est le résultat des interactions combinées et synergiques de contraintes mécaniques et de réactions de corrosion / oxydation. Le type de matériaux, les types de chargement et les types d'environnement affectent la fissuration par corrosion sous contrainte, y compris l'initiation et la propagation. Certains facteurs contribuant au SCC sont résumés, mettant l'accent sur deux caractéristiques principales du SCC : la localisation et l'accélération des réactions d'oxydation (Naskar., 2022)



Figure I.14 : Corrosion sous contrainte (Corrosion sous contrainte, s.d.).

I.2.3 Mécanisme de la corrosion

Les mécanismes de corrosion externe sont largement dictés par l'environnement dans lequel le métal est installé. La corrosion atmosphérique illustre également une corrosion uniforme, une très fine couche d'électrolyte est présente (Ahmad, 2006).

En général, les environnements de corrosion peuvent être classés en plusieurs grandes catégories : sols enterrés, fonds marins, immersion dans l'eau de mer, zones proches de la surface sous-marine, zones d'éclaboussures, environnements atmosphériques et corrosion sous isolation. Ces grandes catégories peuvent être subdivisées. Par exemple, l'atmosphère peut être rurale, urbaine, industrielle ou marine, et ces conditions varient également selon les régions climatiques. (Eckert., 2017).

I.2.4 Facteurs influençant le processus de corrosion

Un certain nombre de facteurs de traitement affectent la vitesse de corrosion, les facteurs importants qui peuvent influencer le processus de corrosion sont :

a) Effet du pH du milieu

De nombreuses réactions chimiques ou électrochimiques sont dues au pH de la solution. L'étude thermodynamique tension-pH (diagramme de Pourbaix) d'un métal permet de repérer de point de vue thermodynamique différents états du métal.

Immunité : dans le domaine d'immunité, le métal ne subit aucune transformation chimique au contact de son milieu corrosif.

Passivation : c'est le domaine où la corrosion du métal donne naissance à un produit de corrosion stable susceptible de jouer un rôle protecteur.

Activité ou corrosion : dans le domaine de corrosion, le métal se transforme en ions. On parle de la corrosion dès que la concentration en ion métallique dans la solution aqueuse atteint 10^{-6} mol/l (Fanun., 2014).

Par exemple, le diagramme de Pourbaix du fer (Figure I.15) permet de visualiser les domaines de stabilité, de corrosion et de passivation en fonction du potentiel et du pH.

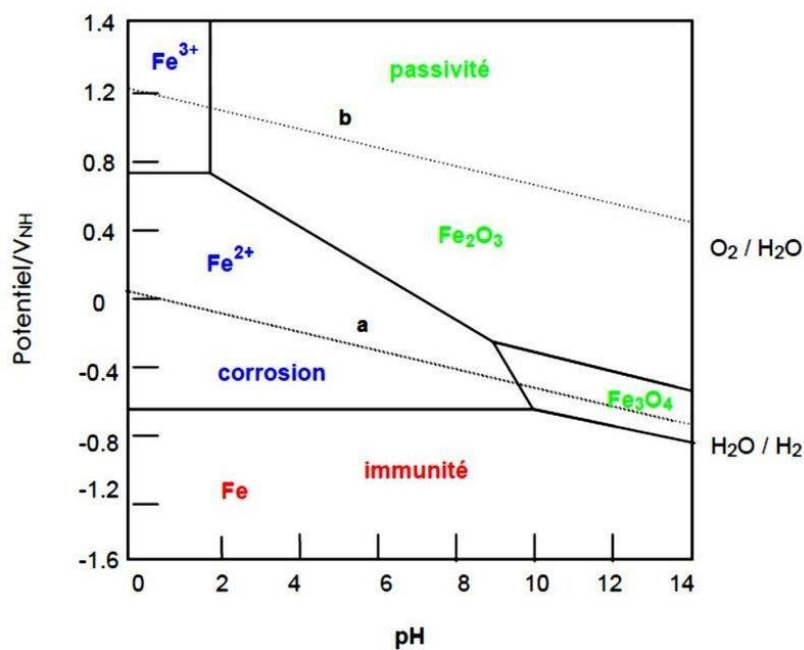


Figure I.15 : Diagramme de POURBAIX simplifié du fer à 25°C

(Pour $[Fe^{2+}] = [Fe^{3+}] = 10^{-6}$ mol/L) (Pourbaix, 1966).

b) Effet de la température

Parmi les principaux facteurs qui favorisent la corrosion, la température joue un rôle important. En effet, elle influence directement la vitesse de corrosion électrochimique des métaux. Dans un milieu neutre (où l'oxygène agit comme agent oxydant), l'augmentation de la

température accélère la vitesse de diffusion de l'oxygène et améliore le potentiel de réaction, mais diminue sa solubilité. Dans un milieu acide (où l'hydrogène est l'agent principal), la corrosion devient plus rapide à mesure que la température augmente, car le dégagement d'hydrogène est facilité (Khadom., 2014).

En Algérie, notamment dans les régions du sud comme Adrar, Tamanrasset ou Ouargla, les températures dépassent souvent les 50 °C en été. Combinées à une humidité variable, ces conditions peuvent accélérer considérablement les phénomènes de corrosion, en particulier sur les infrastructures métalliques exposées (Ahmad, 2006).

c) La conductivité du milieu

La conductivité électrique du milieu entourant le métal est un facteur important qui apparaît fréquemment pour évaluer la corrosion. Les mesures de résistivité peuvent être utilisées pour localiser les zones où la corrosion peut représenter un problème. Si la même structure métallique présente de grandes variations de résistivité d'un point à l'autre de sa surface, cela peut indiquer un risque de dommages dus à la corrosion dans les zones de faible résistivité car la vitesse de corrosion augmente avec la conductivité, en raison de la présence d'un plus grand nombre d'ions dans la solution (Ghali., 2010).

d) La nature et la structure du matériau

La composition chimique du métal a une influence majeure sur la vitesse de corrosion électrochimique. Par exemple, un acier ordinaire est rapidement attaqué au contact de l'eau de mer, tandis qu'un acier inoxydable contenant 18 % de chrome et 10 % de nickel (type 304) résiste beaucoup mieux à la corrosion (Mahdaoui et al., 2011).

La structure cristallographique n'a généralement pas d'effet important sur la corrosion, que ce soit au niveau de la forme ou de la vitesse de corrosion, surtout lorsque le matériau présente une structure unique. En revanche, dans le cas des matériaux duplex (alliages composés de deux phases), l'une des deux phases peut être plus sensible à la corrosion dans un environnement donné. Cette différence de comportement est souvent utilisée pour distinguer les grains d'une phase (comme la phase α) de ceux de l'autre (comme les phases β ou γ). En exposant le matériau à deux milieux différents, il est possible de faire apparaître successivement et distinctement chaque phase par corrosion sélective (Normand., 2004).

I.2.5 Corrosion des métaux : rôle inhibiteur des extraits végétaux

Différentes stratégies sont mises en œuvre pour protéger les matériaux métalliques contre la corrosion, notamment en milieux acides. La méthode la plus fiable reste le choix approprié de métaux ou d'alliages résistants dès la phase de conception (Oulabbas., 2019). Les principales approches comprennent :

- ✓ La conception adaptée des pièces,
- ✓ La sélection de matériaux appropriés,
- ✓ La protection par revêtement,
- ✓ L'utilisation d'inhibiteurs de corrosion,
- ✓ La protection électrochimique.

Dans ce travail, nous nous intéressons particulièrement à la protection contre la corrosion par des inhibiteurs dits « verts », notamment à base d'extraits de graines de *Linum usitatissimum*. L'acier, le cuivre et l'aluminium sont couramment utilisés mais leur résistance à la corrosion varie : l'acier rouille en présence d'eau et d'oxygène (Revie et al., 2025), le cuivre forme une patine protectrice mais reste sensible aux ions chlorure (Pourbaix., 1966), et l'aluminium est protégé par une couche d'alumine, bien que vulnérable en milieu chloré ou très acide (Davis, 1999). Les inhibiteurs sont définis par la norme ISO 8044 comme des substances capables de réduire la vitesse de corrosion sans altérer significativement le milieu (Aghzzaf., 2014). Un bon inhibiteur doit être stable, efficace à faible concentration et non toxique (Ladouani et al., 2011). On distingue plusieurs classes :

- ✓ Les inhibiteurs minéraux, souvent actifs via leurs ions dissociés (Boukhatem., 2016),
- ✓ Les inhibiteurs organiques, riches en hétéroatomes tels que O, N, S ou P (Hamani., 2018),
- ✓ Les inhibiteurs verts, extraits de plantes (écorces, feuilles, graines), riches en composés actifs comme les phénols, cétones, alcools, etc. (Khoudali et al., 2014).

Selon leur mode d'action, ils sont :

- ✓ Passivants, formant des couches protectrices continues (Ouchenane., 2013),
- ✓ Ou adsorbants, se fixant à la surface métallique par physisorption ou chimisorption (Kadi., 2021).

Aujourd'hui, le développement d'inhibiteurs naturels, biodégradables et éocompatibles constitue une alternative prometteuse aux inhibiteurs conventionnels. De nombreuses études ont démontré l'efficacité d'extraits de plantes dans différents milieux acides, notamment pour l'acier et ses alliages, comme le montre le Tableau III ci-dessous :

Tableau III : Études sur les inhibiteurs verts de la corrosion.

Inhibiteur végétal	Métal étudié	Référence
Feuilles d'olivier sauvage	Acier	(Lahiani et al., 2022).
Ecorce de l'orange (Maltaise demi sanguine)	Acier au carbone	(M'Hiri, 2015).
Artémisa Herba Alba	Acier au carbone	(Bouhrira et al., 2023)
Alium Sativum (Ail)	Acier	(Benarioua., 2019)
Petroselinum Crispum (Persil)	Acier	(Benarioua., 2019)
Atractylis Flava Desf	Acier	(Benarioua., 2019)

Dans notre travail, nous avons choisi d'étudier l'extrait de *Linum usitatissimum* comme inhibiteur vert de corrosion, en milieu acide (HCl).

Ce chapitre a permis de présenter les principes fondamentaux de la corrosion des métaux, les mécanismes électrochimiques mis en jeu, ainsi que les différents facteurs qui entrent en ligne de compte dans son avancement. Parmi les stratégies de protection contre ce phénomène, les inhibiteurs de corrosion, en particulier ceux d'origine naturelle, se démarquent par leur efficacité et leur faible impact environnemental. Une attention particulière a été portée à l'utilisation des extraits de plantes comme inhibiteurs « verts ». Dans ce cadre, nous avons consacré une partie à l'étude des graines de *Linum usitatissimum* (lin), dont les propriétés chimiques en font un candidat prometteur pour limiter la corrosion dans des milieux acides, tout en s'inscrivant dans une démarche écologique et durable. la corrosion dans des milieux acides tout en ayant une approche écologique et durable.



Chapitre II

Approche expérimentale

Chapitre II

Approche expérimentale

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'approche expérimentale adoptée dans cette étude. Nous avons tout d'abord procédé à une caractérisation de l'extrait obtenu à partir de graines de lin, à l'aide d'analyses physico-chimiques. Ces analyses permettent d'identifier les principales fonctions chimiques présentes dans l'extrait, d'en déterminer la composition, ainsi que d'observer les éventuelles modifications de surface après interaction avec le milieu corrosif.

Une fois cette étape de caractérisation réalisée, différentes méthodes expérimentales ont été mises en œuvre afin d'évaluer l'efficacité inhibitrice de l'extrait naturel sur la corrosion de l'acier en milieu acide. Ces méthodes incluent des méthodes électrochimiques stationnaires et transitoires offrant une analyse approfondie des mécanismes réactionnels et des paramètres électrochimiques liés à la corrosion.

L'ensemble de ces approches complémentaires permet une compréhension globale et structurée du comportement inhibiteur du système étudié.

II.1 Analyses physico-chimiques

II.1.1 Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans la présente étude est des graines de lin, *Linum Usitatissimum*. Communément connues sous le nom localement appelé « Zariaa'at el ketan », achetées chez un herboriste de la wilaya de Bejaia.



Figure II.1 : graines de *Linum usitatissimum* L utilisés

II.1.2 Extraction de composés antioxydants

L'extraction des composés antioxydants à partir des graines de lin a été réalisée selon la méthode décrite par (Chougui et al., 2015) avec quelques modifications. Une quantité de 2,5g du matériel végétal a été mélangé à 50ml de solution HCL (0.1M et 0.05M) sous

agitation pendant 2 heures à différentes températures (25°, 35°, 50°) suivie d'une filtration. Le filtrat a été conservé dans un flacon en verre au froid à l'abri de la lumière.

II.1.3 Dosage des composés phénoliques

a) Principe

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀) dans l'oxydation des phénols, il se transforme en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 765 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (Singleton., 1999).

b) Mode opératoire

Le protocole adopté est celui de (Velioglu., 1998), un volume de 0,25 ml pour chaque extrait a été mélangé à 0,5 ml de réactif Folin Ciocalteu, ont été ajoutée 1,5 ml de carbonate de sodium (Na₂CO₃) (7,5%). Le mélange réactionnel a été incubé à l'obscurité pendant 1 heure, l'absorbance a été mesurée à 765 nm. Les polyphénols ont été quantifiés en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique.

II.1.4 Activité anti radicalaire au DPPH[•]

a) Principe

La molécule de 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH[•]) est un radical libre qui reste stable, qui est violet en solution et qui possède une absorbance spécifique à 515nm. La disparition rapide de cette couleur se produit lorsque le DPPH[•] est converti en diphényle picrylhydrazine par un composé ayant des propriétés anti-radicales, ce qui entraîne une décoloration (l'intensité de la coloration est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à libérer des protons) (Sánchez-Moreno., 2002). On peut résumer la réaction de la manière suivante :

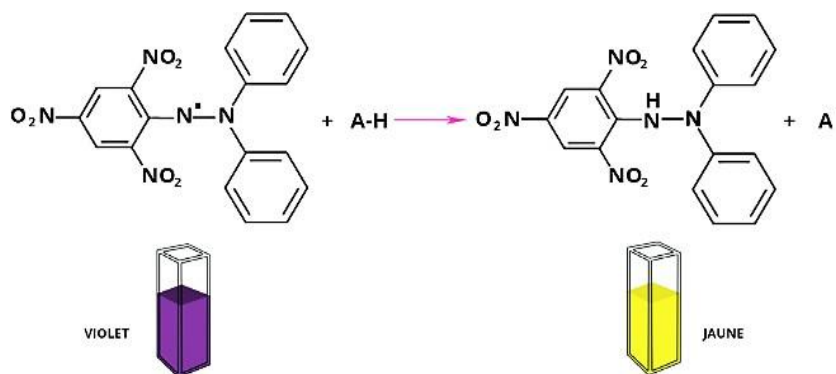


Figure II.2 : Réduction du radical libre DPPH[•] (Takeshi., 2006).

b) Mode opératoire

Le protocole expérimental suivi était celui décrit par (Belhamel., 2016). 2,9 ml de la solution d'éthanol contenant le radical DPPH[•] ont été mélangé avec 100 µl d'extrait, et ce mélange a été incubé à l'obscurité pendant 1heure avant de mesurer l'absorbance à 515 nm. Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH[•] se calcule selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition} = [(Ab_{sc} - Ab_{se}) / Ab_{sc}] * 100 \quad (\text{Eq II.1})$$

Avec :

Ab_{sc} : absorbance du control ;

Ab_{se} : absorbance de l'échantillon

II.1.5 Pouvoir réducteur**a) Principe**

L'analyse du pouvoir réducteur est basée sur la réduction du fer ferrique (Fe³⁺) du complexe ferricyanure Fe³⁺ en fer ferreux (Fe²⁺), en présence d'antioxydants réducteurs. La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (Gülçin., 2003).

b) Mode opératoire

Le pouvoir réducteur a été estimé par la méthode de (Yıldırım., 2001). Un volume de 1ml d'extrait est additionné de 2,5ml de solution tampon phosphate (pH 6,6) et de 2,5ml de ferricyanure de potassium [K³Fe (CN)⁶]. Le mélange a été mis au bain marie à 50°C/20 min, puis a été ajouté 2,5ml d'acide trichloracétique TCA et on mélange très bien. On prélève 2,5ml puis additionné à 0,5ml de chlorure ferrique (FeCl₃), enfin on mesure l'absorbance à 700 nm.

II.1.6 Test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power)**a) Principe**

Les antioxydants présents dans l'échantillon réduisent le complexe ferrique-tripyridyltriazine (Fe³⁺-TPTZ) en complexe ferreux (Fe²⁺-TPTZ), de couleur bleue intense. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration en antioxydants réducteurs. La lecture de l'absorbance à 593nm permet de déterminer la capacité antioxydant en la comparant à une gamme étalon de sulfate ferreux (FeSO₄) (Benzie et al., 1996).

b) Mode opératoire

Le protocole utilisé est basé sur celui décrit par (Mark et al., 1996). Tout d'abord le réactif FRAP est préparé en prenant 25ml de tampon acétate à pH 3,6, 2,5ml de solution TPTZ (31mg de solution de TPTZ dans 40ml d'acide chlorhydrique (HCl)), et 2,5ml de solution FeCl₃ (36mg

dans 110ml d'eau distillée). Ensuite, ont été prélevé dans les cuves 65ul d'extrait avec 2ml de réactif FRAP et 200ul d'eau distillée et laissé incubée pendant 30min, enfin a été mesure l'absorbance à 593nm.

II.2 Méthodes Utilisées pour l'Étude de l'Inhibition de la Corrosion

Pour étudier les propriétés inhibitrices, plusieurs méthodes d'analyse et d'évaluation de la corrosion peuvent être utilisées. Celles-ci se divisent principalement en méthodes électrochimiques et non électrochimiques. Dans notre étude, nous avons retenu l'approches des techniques électrochimiques.

II.2.1 Méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques utilisées pour l'étude de la corrosion peuvent être classées en deux catégories principales :

- ✓ Les méthodes stationnaires
- ✓ Les méthodes transitoires

II.2.1.1 Méthodes Stationnaires

Les techniques stationnaires permettent d'analyser un système se trouvant dans un état de pseudo-équilibre électrochimique.

a) Suivi du potentiel en circuit ouvert

Aussi appelé potentiel spontané, potentiel d'abandon, potentiel de repos ou potentiel libre, il s'agit d'une grandeur électrochimique mesurable immédiatement après l'immersion du métal dans une solution électrolytique. En présence d'une électrode de référence, le métal a tendance à se dissoudre et à acquérir une charge électrique. Après un certain temps, lorsqu'un régime stationnaire est atteint, l'électrode métallique adopte un potentiel stable par rapport à la solution, appelé potentiel de corrosion (E_{corr}) (Constantin., 2011).

Ainsi, le potentiel en circuit ouvert correspond à la différence de potentiel entre l'électrode de travail (la surface métallique étudiée) et une électrode de référence, placée dans l'électrolyte à proximité immédiate de l'électrode de travail (Wandelt., 2018).

b) Courbes de polarisation

La polarisation potentiodynamique est l'une des techniques électrochimiques les plus couramment utilisées pour évaluer la corrosion des métaux. Les courbes courant-potentiel obtenues permettent non seulement de confirmer les tendances observées lors du suivi du potentiel de corrosion, mais également d'estimer la vitesse de corrosion et d'évaluer l'efficacité inhibitrice en analysant séparément les réactions anodiques et cathodiques sur l'électrode de travail (Keshavamurthy et al., 2021).

Les courbes voltampérométriques ou tracés potentiodynamiques ($I = f(E)$) sont obtenus en faisant varier de manière continue le potentiel appliqué entre l'électrode de travail et l'électrode de référence, depuis des valeurs cathodiques (potentiels négatifs) vers des valeurs anodiques, à l'aide d'un potentiostat. À chaque valeur de potentiel, on enregistre la densité de courant correspondante, après stabilisation, entre l'électrode de travail et la contre-électrode (Naoun, 2014). Ces courbes permettent d'extraire des paramètres électrochimiques tels que : E_{corr} , I_{corr} (courant de corrosion), et les pentes de Tafel.

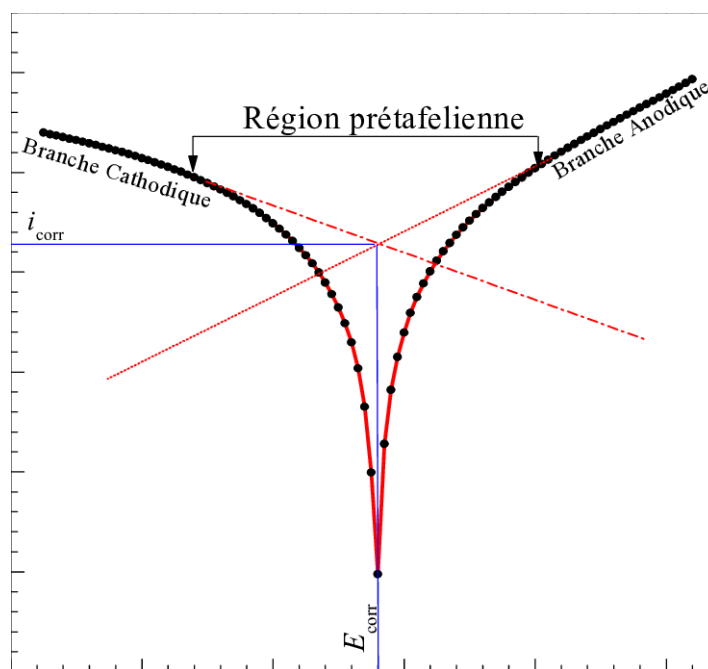


Figure II.3 : Détermination du courant de corrosion par la méthode des droites de Tafel.

II.1.1.2 Méthode transitoire

Les différentes techniques transitoires (ou non stationnaires) se distinguent principalement par la forme du signal appliqué au système électrochimique : impulsion, balayage ou modulation. Dans le cadre de ce travail, seule la technique utilisée expérimentalement sera abordée, à savoir la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

✓ Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique est une méthode transitoire particulièrement puissante, permettant d'accéder à des informations détaillées sur les étapes élémentaires qui interviennent dans le processus électrochimique global. Elle repose sur l'application d'un petit signal sinusoïdal de faible amplitude à différentes fréquences autour du potentiel de corrosion, et sur l'analyse de la réponse en courant du système.

Cette technique fournit des renseignements essentiels sur les propriétés de transport de charge, la résistance de polarisation, la capacité double couche, ainsi que sur les phénomènes interfaciaux se produisant aux interfaces électrode/électrolyte. Très utilisée dans l'étude des

matériaux et des inhibiteurs de corrosion, la SIE permet également d'identifier les mécanismes de corrosion et d'évaluer la performance inhibitrice des composés testés (Chibani et al.,2012).

La spectroscopie d'impédance électrochimique consiste à mesurer la réponse en courant ou en potentiel selon le type de régulation potentiostatique ou galvanostatique d'une électrode soumise à une modulation sinusoïdale de faible amplitude autour d'un point de polarisation d'une courbe stationnaire $I = f(E)$ du système électrochimique (Figure II.4).

Cette méthode peut mettre en évidence les diverses étapes élémentaires suivant leur constante de temps. Les processus rapides sont observés à haute fréquence comme le transfert de charge couplé à la capacité de double couche tandis que les processus les plus lents, telles que la diffusion et l'adsorption, se manifestent à basse fréquence.

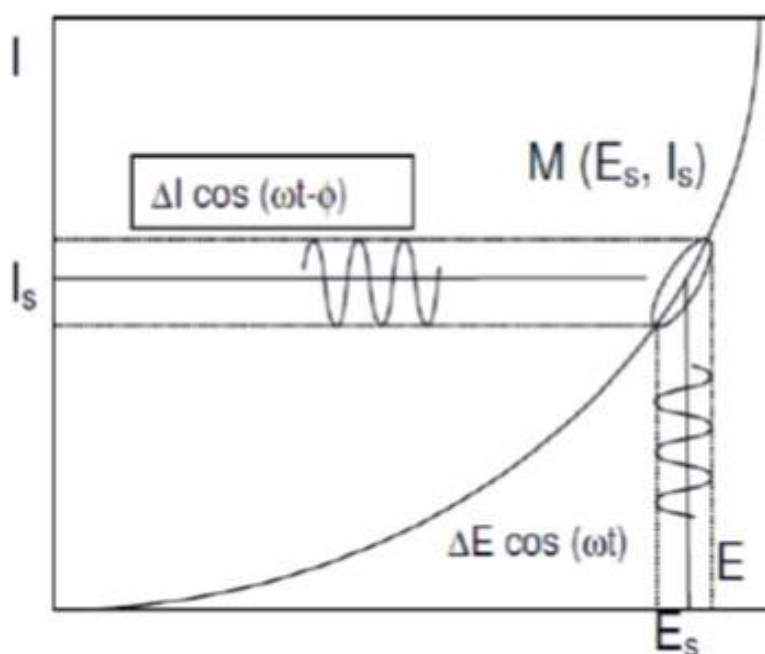


Figure II.4 : Principe de la mesure d'impédance électrochimique (Mezhoud, 2011).

✓ Impédance dans le Cas d'un Transfert de Charge Pur

Dans le cas d'une surface électrochimique contrôlée par un transfert de charge pur, le diagramme d'impédance global dans le plan de Nyquist est représenté par un demi-cercle parfait décalé par rapport à l'origine (Figure II.5). La limite haute fréquence fournit la valeur de la résistance de l'électrolyte « R_e » et la limite basse fréquence, la résistance de transfert de charge $R_0 = R_t + R_e$.

La capacité de double couche « C_{dl} » peut être calculée à partir de la valeur critique f_{max} (Eq.II.2) correspondant à la valeur maximale de la partie imaginaire de l'impédance et de la résistance de transfert de charges.

$$C_d = \frac{1}{2\pi f_{max} R_t} \quad (\text{Eq.II.2})$$

Dans ce cas, le circuit électrique équivalent utilisée pour décrire le système se compose d'une Capacité « C_d » et d'une résistance de transfert « R_t » mises en parallèle et branchées en série avec la résistance de l'électrolyte (Figure II.6).

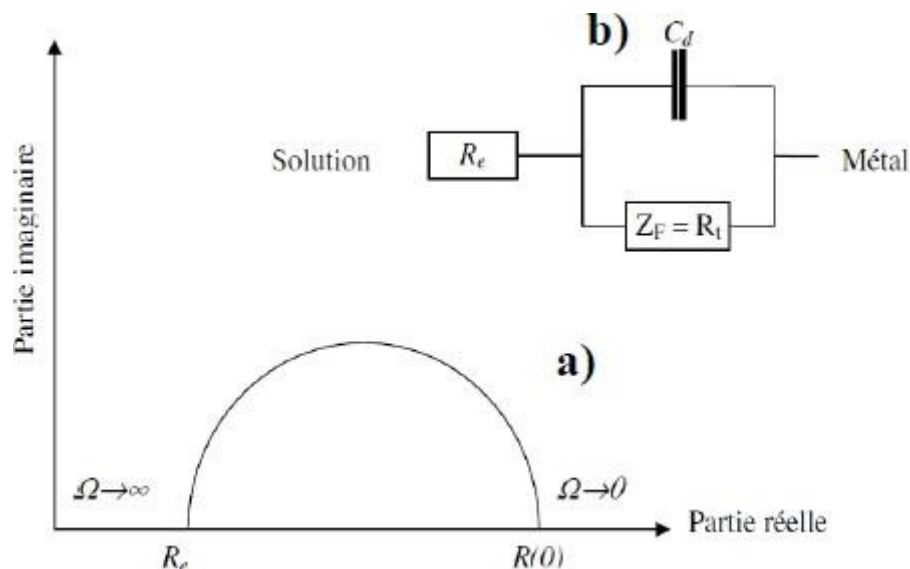


Figure II.5 : Représentation de a) l'impédance électrochimique et b) du circuit électrique équivalent dans le cas d'une cinétique régie par le transfert de charges.

II.3 Matériel utilisé et conditions électrochimiques

Les tests électrochimiques ont été réalisés dans une cellule en verre Pyrex contenant l'électrolyte et trois électrodes : une électrode de travail constituée d'une plaque d'acier de surface active égale à 0,65 cm², une électrode de référence au calomel saturé (ECS), et une contre-électrode en platine sous forme de grille. Le volume de solution électrolytique utilisé était de 50 mL, constitué de deux concentrations d'acide chlorhydrique (0,05 M et 0,1 M), avec ou sans ajout d'extrait de graines de lin. Tous les essais ont été effectués à température ambiante. Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un potentiostat-galvanostat de marque AUTOLAB (figure II.6), équipé des logiciels GPES et NOVA pour le contrôle et l'enregistrement des données. Les courbes courant-potentiel $I=f(E)$ ont été enregistrées avec une vitesse de balayage de 1 mV·s⁻¹. Les mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) ont été réalisées dans la gamme de fréquences comprise entre 100 kHz et 10 mHz, avec 10 points par décade et une amplitude de perturbation sinusoïdale de 10 mV efficaces.

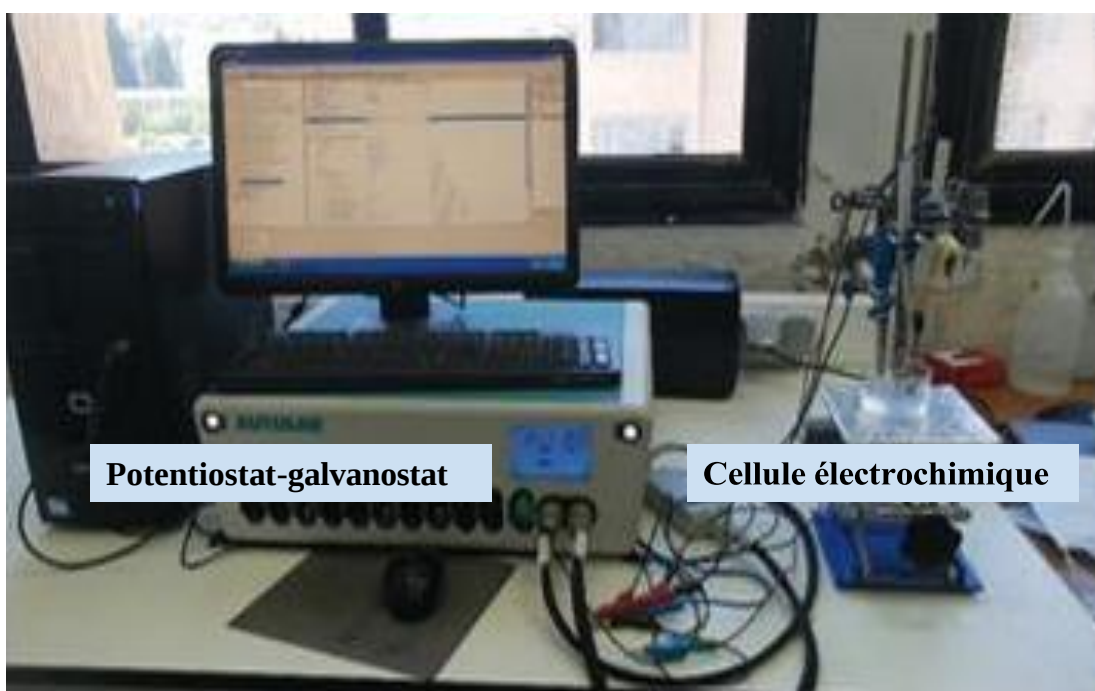


Figure II.6 : Dispositif expérimental utilisé.

L'ensemble des méthodes mises en œuvre dans ce chapitre, électrochimiques et physico-chimiques a permis de caractériser de manière approfondie l'effet inhibiteur de l'extrait de graines de lin sur la corrosion de l'acier en milieu acide. L'approche croisée entre analyses classiques, électrochimiques et physico-chimiques a offert une vision complète des performances inhibitrices et des mécanismes de protection impliqués.



Chapitre III

Résultats et discussions

Chapitre III

Résultats et discussion

Partie I : Évaluation des analyses physicochimique

Le présent chapitre présente et discute les résultats expérimentaux dans le cadre de l'étude des caractères physico- chimiques des extraits acides des grain de lin et d'évaluer leur efficacité inhibitrice sur la corrosion de l'acier.

Les analyses physico-chimiques ont permis de caractériser les extraits étudiés, notamment à travers l'évaluation des teneurs en composés phénoliques et leur activité antioxydante, à l'aide de méthodes spécifique telle que le test DPPH, FRAP et le pouvoir réducteur.

Les tests d'inhibition de la corrosion ont été réalisés à l'aide des techniques électrochimiques (analyses par voltamétrie et par impédance électrochimique). L'interprétation de l'ensemble des résultats obtenue permet de mieux comprendre le comportement inhibiteur des extraits et d'identifier les mécanismes impliqués dans la protection contre la corrosion.

III.1.1 Tenure en composé phénolique

Le dosage des polyphénols totaux a été effectué par la méthode spectrophotométrique au Folin-Ciocalteu. Les teneurs en composés phénolique sont exprimés en mg EAG/g à partir d'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage établie (Figure III.1).

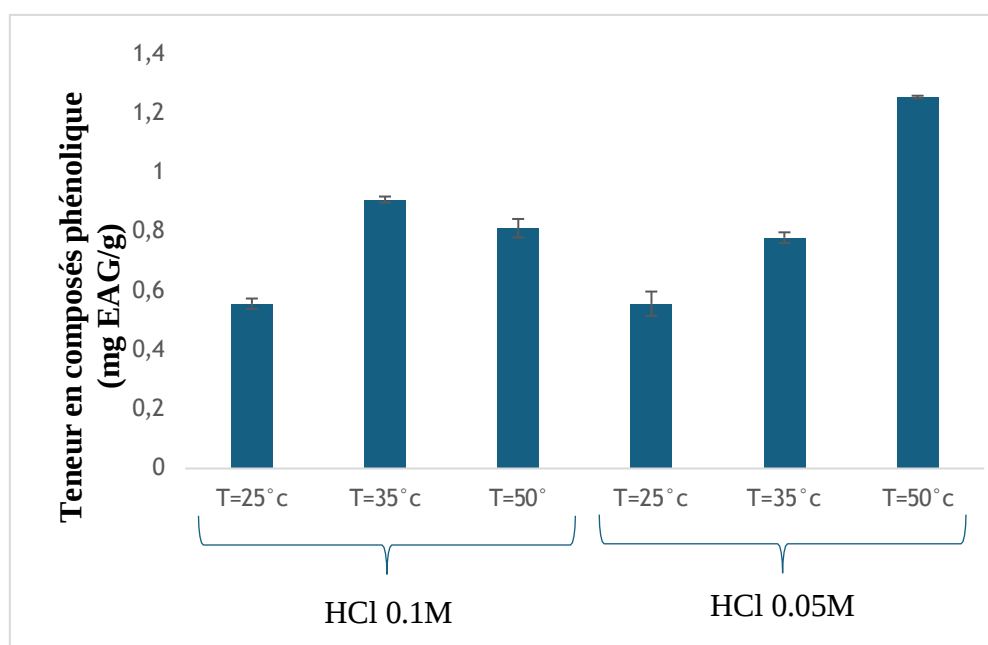


Figure III.1 : Teneurs en polyphénols totaux des différents échantillons.

L'influence de la température (25°C, 35°C et 50°C) sur l'extraction des composés phénoliques a été étudiée en présence d'HCl à 0.05 M et 0.1 M.

Les résultats révèlent une variation significative de la teneur en composés phénoliques en fonction de la température, suggérant que les conditions thermiques modulent l'efficacité d'extraction.

Avec HCl à 0.1 M, la teneur en composés phénoliques augmente de 0,6 mg EAG/g à 25°C à environ 0.9 mg EAG/g à 35°C, puis décroît légèrement à 50°C (~0,81 mg EAG/g), indiquant qu'une température modérée favorise l'extraction sans provoquer de dégradation thermique notable. En revanche, en présence de HCl à 0.05 M, la tendance est inverse : une légère augmentation entre 25°C (~0,56 mg EAG/g) et 35°C (~0,78 mg EAG/g), suivie d'une forte hausse à 50°C, atteignant plus de 1,2 mg EAG/g a été notée. Cette observation suggère qu'à 0.05M, une température plus élevée active davantage l'extraction des composés phénoliques, probablement en facilitant la rupture des parois cellulaires et la libération des composés liés.

Comparativement à d'autres études réalisées (Tableau I), notre étude présente de faible teneur en composé phénolique. Cette différence peut être attribuée au solvant d'extraction, la température d'extraction et à la technique employée.

Tableau I : Teneurs en composés phénolique de *Linum usitatissimum* L. étudiés selon différents auteurs.

Teneur (mg EAG/g)	Solvant d'extraction	Référence
25.60 – 32.86	Ethanol	(Yaqoob et al., 2021)
6.136 – 31.64	Méthanol	(Koçak., 2024)
13.6 – 32.6	Méthanol	(Anwar & Przybylski, 2012)
0.196	Méthanol	(Herchi et al., 2011)

III.1.2 Activité antiradicalaire au DPPH

L'étude de l'activité antiradicalaire au DPPH a révélé les résultats exprimés sur la figure III.2.

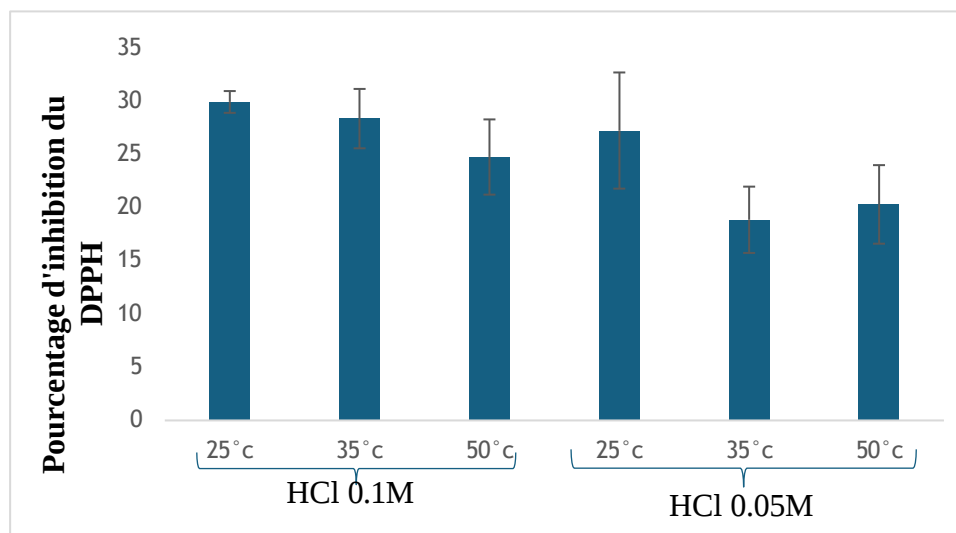


Figure III.2 : Pourcentage d'inhibition des extraits.

L'évaluation de l'activité antiradicalaire par le test DPPH, pour les extraits d'HCl à 0.05 M et 0.1 M, a permis de démontrer l'influence conjointe de l'acidité et de la température (25°C, 35°C, 50°C) sur l'efficacité des composés antioxydants.

À 0.05 M HCl, l'activité antioxydante est modérée à 25°C (~27 % d'inhibition), mais chute significativement à 35°C (~19 %), avant de remonter légèrement à 50°C (~20.3 %).

À une concentration plus élevée (0.1 M), l'inhibition est plus élevée dès 25°C (~30 %), puis décroît légèrement à 35°C (28.4%) et (24.8%) à 50°C.

Ces résultats suggèrent une sensibilité accrue des molécules antiradicalaires à l'acidité, corroborant les observations de (Brand-Williams et al., 1995) et (Thaipong et al., 2006), qui ont montré que les conditions physico-chimiques, notamment le pH et la température, peuvent affecter de manière significative la capacité d'un extrait à neutraliser des radicaux libres comme DPPH ou ABTS. Une acidité élevée pourrait altérer la structure des antioxydants phénoliques ou limiter leur réactivité vis-à-vis des radicaux libres. Ainsi, la combinaison d'une température élevée et d'un pH acide, en particulier à 0.1 M HCl, semble défavorable à l'expression du potentiel antiradicalaire des composés testés.

L'effet positif de la température à 0.1 M HCl pourrait aussi refléter une augmentation de l'extraction de dérivés phénoliques oxydés ou transformés, dont la stabilité antiradicalaire peut différer. Ainsi, si une teneur élevée en phénols est obtenue à 50°C avec HCl 0.1 M, elle ne

se traduit pas nécessairement par une meilleure activité antioxydante, ce qui met en évidence l'importance de considérer à la fois la qualité chimique et la réactivité fonctionnelle des composés extraits.

D'autre études réalisées avec d autre solvants révèlent une meilleure activité antiradicalaire (Tableau II)

Tableau II : pourcentage d'inhibition du DPPH% *Linum usitatissimum* étudiés selon différents auteurs.

Pourcentage d'inhibition du DPPH%	Solvant d'extraction	Référence
62,1	Méthanol 70%	(Hanaa et al., 2017)
48,06	Ethanol 70%	(Hanaa et al., 2017)
40,26	Acétone 70%	(Hanaa et al., 2017)
39,47	Eau	(Hanaa et al., 2017)
66.76	Acétone 80%	(Noreen et al., 2023)
52.09	Ethanol 80%	(Noreen et al., 2023)
35.68	Eau	(Noreen et al., 2023)

III.1.3 Test de FRAP :

L'analyse du pouvoir réducteur par le test FRAP révèle des variations notables en fonction de la température et de la concentration d'HCl utilisée pendant l'extraction (Figure III.3).

En présence de HCl 0.1 M, l'activité réductrice est relativement faible à 25°C (~0,0032 mg FeSO₄/g), atteint un maximum à 35°C (~0,0052 mg FeSO₄/g), puis diminue à 50°C (~0,0035 mg FeSO₄/g). Cette évolution suggère qu'une température modérée (35°C) optimise le relargage ou la stabilité des composés réducteurs dans un milieu acide concentré, mais qu'une température trop élevée pourrait entraîner leur dégradation.

À l'inverse, en présence de HCl 0.05 M, une tendance croissante est observée avec l'élévation de la température : de ~0,0028 mg FeSO₄/g à 25°C, l'activité augmente à 35°C (~0,0040 mg FeSO₄/g), puis atteint un maximum à 50°C (~0,0051 mg FeSO₄/g). Cette

progression linéaire laisse penser qu'en milieu moins acide, la chaleur améliore progressivement la solubilisation et la diffusion des composés antioxydants à capacité réductrice, sans dépasser un seuil critique de dégradation.

Ces résultats sont cohérents avec la littérature rapportant que la température peut favoriser l'extraction de certains polyphénols thermorésistants ou de composés hydrosolubles impliqués dans le pouvoir réducteur (Thaipong et al., 2006) ; (Benzie et al., 1996). Cependant, l'optimum dépend aussi du pH : un milieu plus acide (0.1M) semble moins stable à température élevée.

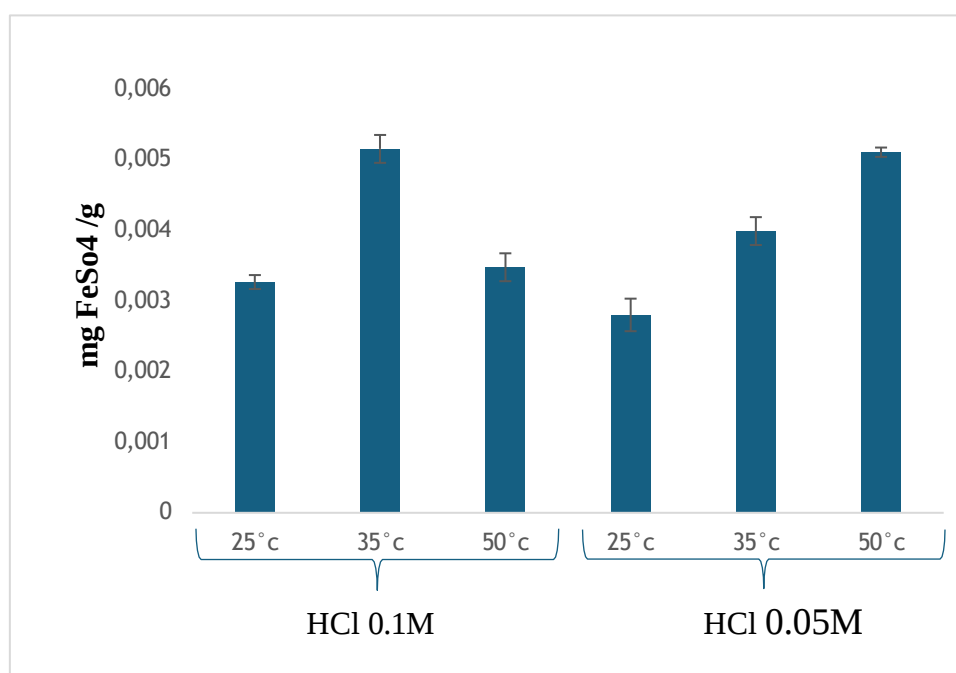


Figure III.3 : L'activité réductrice du fer des extraits.

III.1.4 Réducteur

L'évaluation du pouvoir réducteur des extraits de grain de lin obtenus avec HCl 0.05 M et 0.1 M à différentes températures (25°C, 35°C et 50°C) montre une variation notable de l'activité antioxydante par transfert d'électrons, traduite par la quantité de fer réduit (exprimée en mg FeSO₄/g extrait) (figure III.4).

Avec HCl à 0.1 M, le pouvoir réducteur est le plus élevé à 35°C (~1.3 mg /g), ce qui indique que cette température favorise l'extraction ou la stabilité des composés capables de réduire Fe³⁺. Toutefois, cette activité diminue à 50°C (~1.15 mg/g), probablement en raison de la dégradation thermique ou hydrolytique de certains antioxydants sensibles à la chaleur dans un milieu acide. À 25°C (~0.8 mg/g), l'activité est plus faible, ce qui pourrait s'expliquer par une extraction incomplète à température ambiante.

En revanche, avec HCl à 0.05 M, le pouvoir réducteur augmente régulièrement avec la température, passant de $\sim 0,9$ mg/g à 25°C à $\sim 2,5$ mg/g à 50°C . Ce comportement suggère que dans un milieu faiblement acide, l'élévation de la température améliore l'extraction sans compromettre la stabilité des composés réducteurs. Cela indique que les antioxydants thermorésistants sont mieux conservés et solubilisés à température plus élevée lorsqu'ils ne sont pas soumis à un stress acide trop intense.

Ce test met en évidence une relation directe entre les conditions d'extraction et le profil antioxydant par transfert d'électrons. Il complète ainsi les résultats obtenus par le test DPPH, en mettant l'accent non pas sur la neutralisation des radicaux libres, mais sur la capacité de l'extrait à régénérer des espèces oxydées, critère fondamental dans les systèmes biologiques.

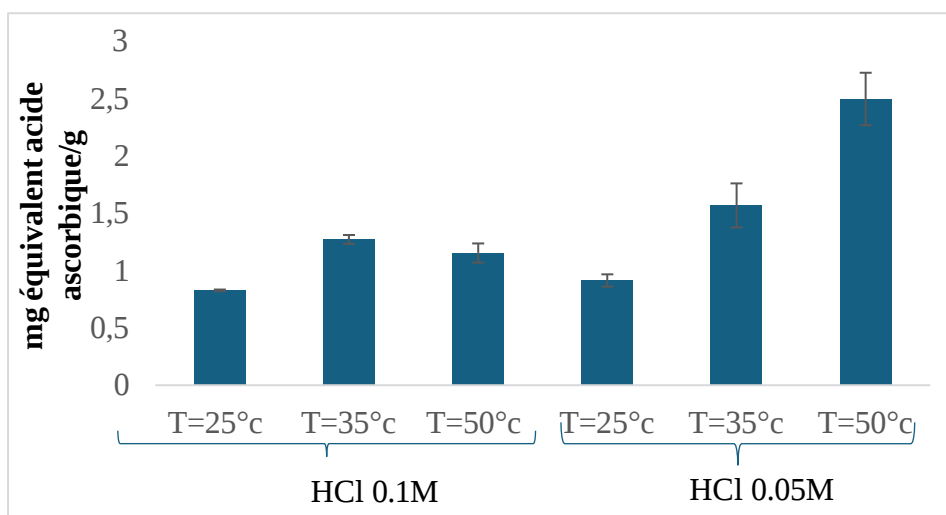


Figure III.4 : Activité réductrice du fer des extraits.

Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés par (Madhujith et al., 2007), qui ont observé une activité réductrice croissante des extraits phénoliques de lin en fonction de la température d'extraction, dans des conditions douces d'acidité. De même, (Brooks et al., 2007) ont souligné que l'extraction à température modérée favorisait la libération des composés antioxydants thermotolérants des matrices végétales. Par ailleurs, (Kähkönen et al., 2003) ont démontré que le pouvoir réducteur est directement corrélé à la richesse en composés polyphénoliques, ce qui renforce la pertinence des résultats observés ici, en lien avec les teneurs en phénols totaux mesurées dans les mêmes extraits.

Ainsi, la combinaison HCl 0.05 M / 50°C apparaît comme la plus favorable pour maximiser le pouvoir réducteur des extraits de lin, tandis que HCl 0.1 M / 35°C permet d'obtenir un bon compromis entre rendement et stabilité des antioxydants.

Etude de corrélation

Cette étude permet d'évaluer la relation entre la teneur en composés phénoliques totaux et les trois méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante : le test DPPH, le pouvoir réducteur (méthode au ferricyanure) et le test FRAP, dans les extraits de graines de lin obtenus selon différentes conditions d'extraction (température et acidité)

Une corrélation négative ($r = -0.4$) a été observée entre la teneur en composés phénoliques et l'activité antioxydante au test DPPH. Cette relation inverse suggère que les phénols majoritairement extraits dans les conditions testées (notamment à forte acidité) ne sont pas les plus efficaces pour piéger le radical DPPH, ou que des composés non phénoliques, voire des interactions moléculaires, pourraient inhiber leur activité radicalaire. Ce type de résultat a déjà été rapporté dans certaines matrices végétales complexes où la présence de tanins condensés ou de protéines oxydables altère l'activité mesurée (Prior et al., 2005).

En revanche, une corrélation fortement positive a été observée entre les composés phénoliques totaux et le pouvoir réducteur ($r = 0.9$), suggérant que les composés extraits possèdent une forte capacité à transférer des électrons, même si leur réactivité avec le radical DPPH est faible. Cela indique que les phénols présents sont davantage des réducteurs que des piègeurs de radicaux libres, ce qui pourrait s'expliquer par une forte proportion de lignanes ou acides phénoliques faiblement hydroxylés, typiques du lin.

Le test FRAP montre également une corrélation positive modérée ($r = 0.7$) avec les composés phénoliques, ce qui est cohérent avec leur capacité à réduire le fer en milieu acide. Cela confirme que certains polyphénols présents dans l'extrait agissent efficacement dans des environnements oxydants acides, même si leur activité radicalaire (DPPH) reste limitée.

Partie II : Évaluation de l'efficacité des extraits de graines de Lin comme inhibiteur de corrosion de l'acier en milieu acide chlorhydrique.

III.2.1 Etude électrochimique

Les techniques électrochimiques, telles que le suivi du potentiel de corrosion, les courbes de polarisation et la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS), constituent des outils puissants pour l'étude des phénomènes de corrosion. Elles permettent une analyse directe des processus électrochimiques impliqués, offrant ainsi une compréhension plus approfondie des mécanismes de corrosion. Par ailleurs, leur caractère quantitatif permet d'évaluer avec précision la vitesse de corrosion ainsi que l'efficacité des inhibiteurs utilisés.

III.2.1.1 Suivi du potentiel de corrosion en fonction du temps (chronopotentiométrie)

Avant d'étudier de manière approfondie le phénomène de corrosion de l'acier, il est très intéressant de suivre d'abord l'évolution de son potentiel d'abandon en fonction du temps dans le milieu HCl contenant diverses quantités d'inhibiteur. En effet, les valeurs mesurées de ce potentiel résultent des réactions qui se déroulent à l'interface métal/solution.

Cette mesure permet également de connaître le temps d'immersion nécessaire pour établir le régime stationnaire nécessaire aux mesures potentiodynamique ou d'impédance électrochimique (Jmiai et al., 2007). Cependant, la valeur de potentiel mesuré (potentiel libre), ne renseigne pas sur la cinétique électrochimique et donc ne permet pas d'accéder à la vitesse de corrosion.

Le potentiel de corrosion de l'acier a été suivi pour l'inhibiteur à différentes températures dans le milieu HCl (0,1M et 0,05M), pendant une heure à température ambiante ($T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$). Les courbes obtenues sont présentées sur la figure III.5.

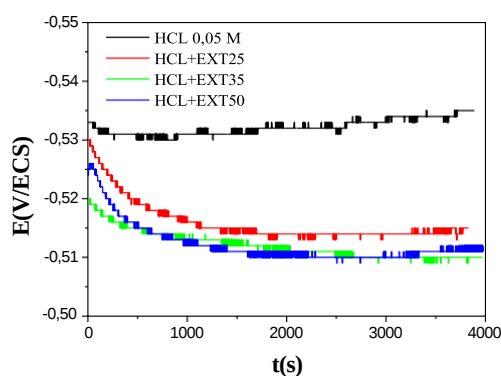


Figure III.5: Évolution du potentiel d'abandon des plaques d'acier en fonction du temps dans des solutions de HCl à 0,05 M, en l'absence et en présence des extraits de graines de Lin obtenus à 25 °C, 35 °C et 50 °C

Les résultats obtenus (figure III.5) montrent que l'évolution du potentiel, dans le cas des essais réalisés sans inhibiteur, reflète le comportement corrosif de l'acier dans le milieu acide. Le potentiel de corrosion se stabilise à environ -0,52 V/ECS dans la solution de HCl à 0,1 M,

et à une valeur légèrement plus négative de $-0,53$ V/ECS dans le milieu à $0,05$ M. Cette différence peut être attribuée à la variation de l'agressivité du milieu en fonction de la concentration en ions H^+ .

En présence de l'extrait de graines de Lin on observe un anoblissement du potentiel de corrosion dans le milieu $0,05$ M en HCl obtenus à $25^{\circ}C$, $35^{\circ}C$ et $50^{\circ}C$. Après une phase transitoire, le potentiel libre se stabilise, indiquant la formation d'une barrière protecteur sur la surface de l'acier. Ce comportement résulte de l'adsorption des molécules actives contenues dans l'extrait, qui freinent les processus anodiques et cathodiques à l'interface métal/solution (Constantin., 2011). Un comportement similaire est observé dans le milieu HCl $0,1$ M pour l'ensemble des extraits étudiés.

Un comportement similaire, marqué par un anoblissement du potentiel de corrosion, est également observé en présence de l'extrait des feuilles d'olivier à température ambiante dans le milieu HCl. Cela indique une adsorption efficace des molécules actives sur la surface métallique et une réduction de la réactivité anodique (Adjouati et al., 2020).

III.2.1.1 Courbes de polarisation

Il est important de souligner que le déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs plus nobles ne garantit pas à lui seul une meilleure résistance à la corrosion. Pour évaluer efficacement l'action inhibitrice, il est nécessaire de mesurer également l'intensité du courant de corrosion.

Le comportement électrochimique de l'acier dans le milieu acide est analysé à partir des courbes de polarisation représentant l'intensité du courant (I) en fonction du potentiel (E), soit $I = f(E)$. Ces courbes sont enregistrées depuis un potentiel négatif ($-1,5$ V/ECS) jusqu'à des valeurs positives ($0,5$ V/ECS). Les essais ont été réalisés sur une électrode en acier immergée dans une solution agressive de HCl à $0,1$ M et $0,05$ M, en l'absence et en présence de l'inhibiteur étudié. Les courbes de polarisation, enregistrées après 15 minutes d'immersion dans le milieu d'étude, sont présentées sur la figure III.6.

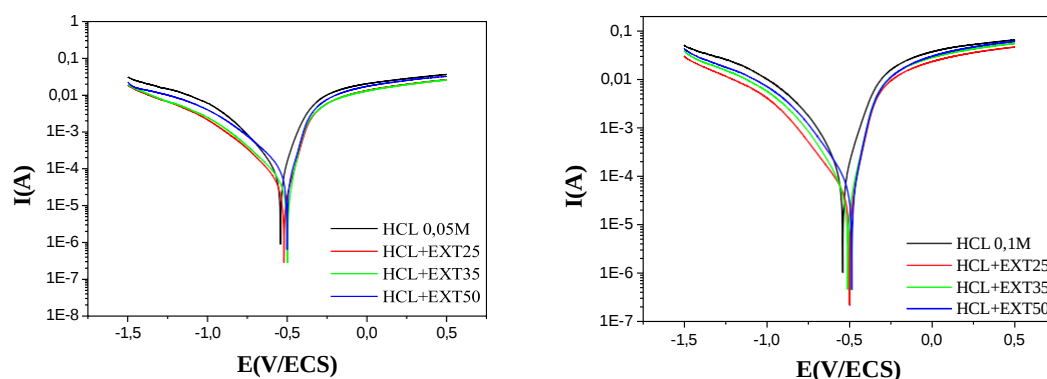
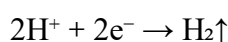
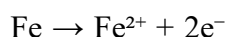


Figure III.6: Courbes de polarisation anodique et cathodique de l'acier dans les milieux HCl 0,05 M et 0,1 M, en absence et en présence des extraits obtenus entre 25 °C et 50 °C.

D'après les courbes de polarisation enregistrées, les constatations suivantes peuvent être faites :

- ✓ Une diminution des densités de courant anodique et cathodique est observée en présence de l'extrait de graines de lin (EGL) à différentes températures, dans des solutions de HCl à 0,1 M et 0,05 M. Cela indique que l'addition de cet inhibiteur ralentit simultanément les réactions d'oxydation du fer et de réduction des protons :



La diminution de la densité du courant de corrosion est attribuée à l'adsorption des molécules actives de l'extrait sur les sites réactifs de la surface métallique, formant une barrière qui limite l'accès des espèces corrosives. Ce phénomène correspond à un effet de blocage de surface, réduisant ainsi la vitesse globale de la corrosion (Li et al., 2009). Le potentiel de corrosion est déplacé vers des valeurs légèrement plus anodiques, avec un décalage maximal observé de l'ordre de 20 à 40 mV par rapport à l'électrode sans inhibiteur. Ce déplacement reste inférieur à 85 mV, ce qui confirme que l'extrait de graines de lin agit comme un inhibiteur de type mixte, affectant à la fois les processus anodiques (dissolution du fer) et cathodiques (réduction des protons) (Messali et al., 2017).

Les valeurs du potentiel de corrosion (E_{corr}), du courant de corrosion (i_{corr}), de la vitesse de corrosion (V_{corr}), de la résistance de polarisation (R_p) ainsi que le pourcentage d'efficacité d'inhibition (EI %) obtenues à partir des droites de Tafel sont regroupées dans le tableau 1 ci-dessous.

La densité du courant de corrosion est reliée à la vitesse de corrosion V_{corr} du métal par l'équation suivante (Aoudia., 2009) :

$$V_{\text{corr.}} = \frac{M \cdot i_{\text{corr}}}{p \cdot n \cdot f} \quad (\text{Eq III.1})$$

Où : M est la masse molaire du fer (55,84 g.mol⁻¹), n est le nombre d'électrons échangés (n = 2), f est la constante de Faraday (96500 C.mol⁻¹) et p est la densité du fer (7,8 g.cm⁻³).

Pour déterminer l'efficacité d'inhibition EI (%) à partir des courbes de polarisation, l'expression suivante est utilisée :

$$EI \% = \frac{i_{\text{corr}} - i_{\text{corr}}(\text{inh})}{i_{\text{corr}}} * 100 \quad (\text{Eq III.2})$$

Tableau III : Paramètres électrochimiques extraits des courbes de polarisation de l'acier dans les milieux HCl 0,1 M et 0,05 M, en absence et en présence des différents extraits inhibiteurs.

Solutions	E _{corr} (V/ECS)	I _{corr} (mA/cm ²)	R _p (ohm/cm ²)	V _{corr} (cm/an)	EI (%)
HCl 0,1M	-0,54	4,15	415,38	4,86	/
HCl 0,1M+ EXT 25°C	-0,50	1,54	1446,15	1,8	62,96
HCl 0,1M+ EXT 35°C	-0,52	2,15	1738,46	2,52	48,15
HCl 0,1M+ EXT 50°C	-0,49	2,61	541,54	3,06	37,03
HCl 0,05M	-0,54	2,46	613,85	2,88	/
HCl 0,05M+ EXT 25°C	-0,52	0,47	1532,31	0,55	80,81
HCl 0,05M+ EXT 35°C	-0,51	0,69	1892,31	0,81	71,87
HCl 0,05M+ EXT 50°C	-0,50	1,20	727,69	1,40	51,31

À partir des données du tableau ci-dessus, on observe que l'ajout de l'extrait de graines de lin à la solution d'HCl entraîne une amélioration de l'efficacité d'inhibition, atteignant un maximum de 80,81 % dans la solution de HCl 0,05 M en présence de l'extrait obtenu à 25 °C. En revanche, une baisse significative de l'efficacité est observée avec l'extrait préparé à 50 °C dans la solution de HCl 0,1 M, où elle chute à 37,03 %. Cette amélioration du rendement EI% est directement liée à la baisse de la densité de courant de corrosion (i_{corr}), la plus faible étant enregistrée pour l'extrait à 25°C dans une solution à 0.05 M en HCl. Cela s'explique par une adsorption homogène des molécules de l'inhibiteur sur la surface métallique (Kandemirli et al., 2007).

Les résultats électrochimiques obtenus mettent en évidence l'effet inhibiteur significatif de l'extrait de graines de lin. Celui-ci se traduit par un déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs plus nobles, ainsi qu'une réduction notable des densités de courant de corrosion. Ces observations confirment que l'extrait agit efficacement en formant une couche protectrice sur la surface de l'acier, limitant les réactions électrochimiques responsables de la corrosion, et témoignant d'un mécanisme d'inhibition mixte basé sur l'adsorption des molécules actives.

III.2.1.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique

L'effet inhibiteur de l'extrait de graines de Lin sur la corrosion de l'acier dans les solutions d'acide chlorhydrique 0,05M et 0,1M a été étudié à l'aide de la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS). Cette technique permet d'analyser le comportement électrochimique à l'interface métal/solution et de mieux comprendre le mécanisme d'inhibition à la surface de l'électrode de travail. Le diagramme de Nyquist, présenté à la figure III.8, montre les réponses enregistrées en l'absence et en présence des extraits obtenus à 25°C, 35°C et 50°C. Les mesures ont été effectuées dans une plage de fréquence allant de 100 kHz à 10 mHz, avec une amplitude de perturbation de 10 mV et un pas de 10 points par décade, assurant une résolution suffisante pour l'interprétation des résultats.

Les diagrammes obtenus ne présentent pas de demi-cercle parfait, ce qui est généralement attribué à la dispersion des fréquences en raison de la rugosité et des inhomogénéités de la surface de l'électrode (Shim et al., 2004). Le diamètre du demi-cercle est associé à la résistance de polarisation et donc à la vitesse de corrosion. Plus le diamètre du demi-cercle est grand, plus la vitesse de corrosion est faible, ainsi, la vitesse de corrosion la plus élevée est obtenue pour la solution HCl seule.

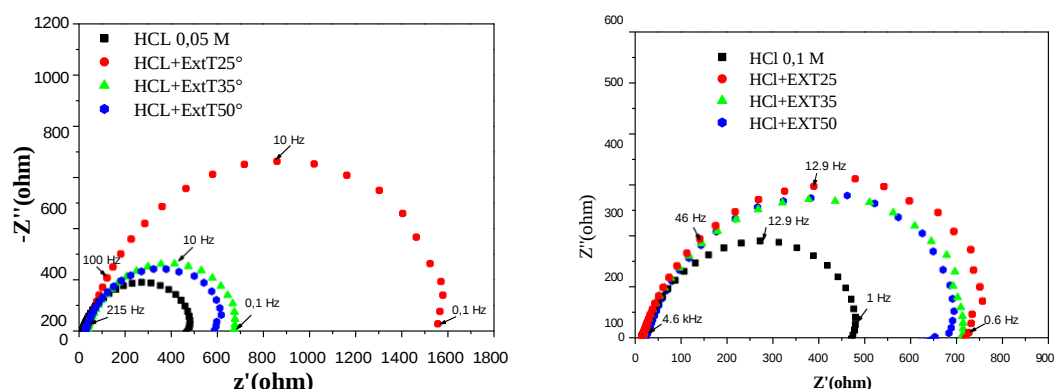


Figure III.7: Diagrammes d'impédance en représentation de Nyquist de l'acier dans les milieux HCl 0,05 M et 0,1 M, en absence et en présence des extraits obtenus entre 25 °C et 50 °C

On constate que l'ajout des extraits de graine de Lin entraîne une augmentation de l'impédance du système, traduisant notamment un effet inhibiteur significatif. Cet effet est plus prononcé pour les extraits obtenus à 25 °C, suggérant une meilleure efficacité inhibitrice à cette température. Cette amélioration est attribuée à la formation d'un film protecteur à la surface de l'acier, qui limite les réactions électrochimiques responsables de la corrosion. Par ailleurs, la présence d'une seule boucle capacitive à haute fréquence indique l'existence d'une unique constante de temps, caractéristique d'un mécanisme de corrosion contrôlé principalement par un transfert de charge.

L'exploitation des résultats obtenus par spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) permet d'extraire plusieurs paramètres cinétiques caractéristiques du système étudié. Dans le cadre de cette étude, l'attention est portée principalement sur la résistance de polarisation (R_p) et la capacité apparente de la double couche (C_{dl}) à haute fréquence.

À partir des diagrammes de Nyquist enregistrés, R_p est déterminée à partir du diamètre des boucles semi-circulaires. Ensuite, la capacité de la double couche est calculée selon la relation suivante :

$$C_{dl} = \frac{1}{2\pi f_{max} R_p} \quad (\text{Eq III.3})$$

Où f_{max} représente la fréquence correspondant au sommet de l'arc de Nyquist.

Par ailleurs, l'efficacité d'inhibition (EI%) apportée par les extraits a été estimée en comparant les valeurs de R_p en présence ($R_{p(inh)}$) et en absence ($R_{p(sol)}$) d'inhibiteur, selon la formule suivante :

$$EI\% = \frac{R_{p(sol)} - R_{p(inh)}}{R_{p(sol)}} \times 100 \quad (\text{Eq III.4})$$

Ces deux grandeurs fournissent des indications précieuses sur le mécanisme d'inhibition : une augmentation de R_p et une diminution de C_{dl} traduisent la formation d'un film protecteur adsorbé à la surface du métal, limitant les réactions de corrosion.

Les valeurs obtenues pour R_p , C_{dl} et EI% dans les différentes conditions expérimentales sont regroupées dans le tableau V.

Il est évident qu'en présence de l'extrait, les valeurs de la résistance de polarisation (R_p) et de l'efficacité d'inhibition (EI%) augmentent, tandis que celle de la capacité de la double couche (C_{dl}) diminue (voir tableau IV). Cette évolution est attribuée à la formation d'un film protecteur à la surface de l'acier, réduisant l'accès des espèces corrosives à l'interface acier/HCl. En effet, la diminution de C_{dl} peut être interprétée comme résultant d'une diminution de la constante diélectrique du milieu et/ou d'une augmentation de l'épaisseur de la double couche, conséquence directe de l'adsorption des molécules inhibitrices à la surface métallique (Messaoudi et al., 2023).

Tableau IV : Paramètres électrochimiques et efficacité de protection de l'acier dans les milieux HCl 0,1 M et 0,05 M, en absence et en présence des différents extraits inhibiteurs.

Solutions	Rp (ohm/cm ²)	Cdl (μF/cm ²)	EI%
HCl 0,1M	744,77	39,20	0
HCl 0,1M+ EXT 25°C	1194,62	24,44	37,65
HCl 0,1M+ EXT 35°C	1119,38	26,08	33,46
HCl 0,1M+ EXT 50°C	1094,49	26,67	31,95
HCl 0,05M	758,83	38,47	/
HCl 0,05M+ EXT 25°C	2492,30	11,71	69,55
HCl 0,05M+ EXT 35°C	1047,69	27,86	27,57
HCl 0,05M+ EXT 50°C	955,38	30,55	20,57

L'efficacité de la protection observée dans le (tableau IV) est particulièrement marquée dans le milieu HCl 0,05 M en présence de l'extrait obtenu à 25 °C. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus par voltampèremètre, ce qui confirme le bon pouvoir inhibiteur de l'extrait à cette température. Toutefois, les valeurs d'efficacité calculées par la méthode EIS sont nettement inférieures à celles obtenues par voltampèremètre. Cette différence peut s'expliquer par la nature des deux techniques : la voltampèremètre mesure directement le courant de corrosion et est plus sensible aux variations de la cinétique électrochimique, tandis que l'EIS repose sur un modèle équivalent et peut être influencée par des phénomènes capacitifs parasites ou des imperfections de surface (rugosité, hétérogénéité, etc.), conduisant à une sous- estimation de l'efficacité réelle (Walter et al., 1990).

Le comportement à la corrosion de l'acier par l'extrait de graine de lin a été évalué par la méthode électrochimiques Les résultats obtenus soulignent le potentiel des graines de lin comme source d'inhibiteurs verts de la corrosion. Avec une bonne activité réductrice, l'effet protecteur sur l'acier est significatif et encourage la poursuite de recherches plus approfondies pour isoler et identifier les molécules actives responsables de cet effet inhibiteur, en vue d'applications industrielles durables.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif principal de la présente étude était d'évaluer le potentiel inhibiteur de la corrosion de l'acier par des extraits naturels issus des graines de *Linum usitatissimum L.*, en remplacement des inhibiteurs chimiques couramment utilisés mais souvent toxiques pour l'environnement. L'approche adoptée s'inscrit dans une perspective de développement durable en privilégiant des substances biodégradables et respectueuses de l'écosystème.

L'extraction des composés actifs à partir des graines de lin a été réalisée en milieu acide (HCl à 0,1 M et 0,05 M), à différentes températures (25 °C, 35 °C et 50 °C). L'analyse des extraits a révélé que la teneur la plus élevée en composés phénoliques ($1,2 \pm 0,004$ mg E.A.G/g MS) a été obtenue pour l'extrait réalisé à 50 °C avec HCl 0,05 M, tandis que la teneur la plus faible ($0,55 \pm 0,04$ mg E.A.G/g) a été enregistrée à 25 °C.

L'évaluation de l'activité antioxydante a montré que l'extrait obtenu à 25 °C dans HCl 0,1 M présente le pouvoir antiradicalaire le plus élevé parmi les extraits testés à cette concentration, avec un pourcentage d'inhibition du radical DPPH de 29,95 %. À 0,05 M, c'est l'extrait à 25 °C également qui montre la meilleure activité (27,26 %). Par ailleurs, les tests de pouvoir réducteur (FRAP et méthode classique) ont mis en évidence que l'extrait obtenu à 50 °C et 0,05 M possède l'activité réductrice la plus élevée. Néanmoins, comparée à des extraits antioxydants d'autre recherches, l'activité globale reste modérée.

Sur le plan de la corrosion, l'efficacité d'inhibition ne semble pas corrélée directement à la seule teneur en phénols totaux, mais plutôt à la nature chimique et à l'activité des composés présents. En effet, l'extrait obtenu à 25 °C dans HCl 0,05 M s'est révélé le plus efficace pour la protection de l'acier, malgré sa faible concentration en phénols. Cette efficacité peut être attribuée à la forte activité antioxydante des composés extraits à cette température, qui favorise leur adsorption sur la surface métallique et la formation d'un film protecteur inhibant les réactions de corrosion.

Ainsi, les résultats mettent en évidence que la meilleure efficacité inhibitrice a été obtenue avec l'extrait préparé à 25 °C et HCl 0,05 M, démontrant qu'une extraction douce permet de préserver les molécules bioactives les plus efficaces dans un contexte de protection contre la corrosion.

Les résultats obtenus soulignent le potentiel des graines de lin comme source d'inhibiteurs verts de la corrosion. Bien que l'efficacité antioxydante soit modérée, l'effet protecteur sur l'acier est significatif et encourage la poursuite de recherches plus approfondies pour isoler et identifier les molécules actives responsables de cet effet inhibiteur, en vue d'applications industrielles durables. Cette étude ouvre ainsi la voie à de futures investigations.

En effet, il serait intéressant d'identifier et de caractériser précisément les composés actifs responsables de l'effet anticorrosion à l'aide de techniques d'analyse avancées (HPLC, GC-MS, RMN), et d'étudier leur mécanisme d'adsorption sur la surface métallique par des approches thermodynamiques et cinétiques. L'évaluation de l'efficacité inhibitrice sur d'autres métaux ou alliages, ainsi que l'étude de l'influence de paramètres environnementaux (température, pH, ions agressifs), permettraient de valider la robustesse de ces extraits dans diverses conditions.

Référence bibliographique

A

Acket, S., 2015. Implication du métabolisme carboné pour une production différentielle d'huile chez les plantes oléagineuses-Lin : modélisation des systèmes, Thèse de Doctorat, Université de Technologie de Compiègne.

Aghzzaf, A.A., 2014. Argiles en tant que réservoirs d'inhibiteurs de corrosion métallique issus de ressources naturelles dans des peintures pour la protection des métaux, Thèse de Doctorat, Université de Lorraine, Nancy.

Ahmad, Z., 2006. Principles of corrosion engineering and corrosion control. Elsevier.

Anoune, I., 2014. Résistance à la corrosion des revêtements composites nickel alumine sur différents substrats. Magister thesis, Université de Batna 2.

Anwar, F., Przybylski, R., 2012. Effect of solvents extraction on total phenolics and antioxidant activity of extracts from flaxseed (*Linum usitatissimum* L.). *ACTA Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*. 11, 293–302.

Aoudia, K, 2023. Utilisation d'extrait de plante comme inhibiteur vert de corrosion de l'acier en milieu acide HCl 0,05M, Mémoire de Master. Université de Bejaia.

Adjouati, B. A & A. Ziane, 2020. L'inhibition de la corrosion de l'acier par les extraits aqueux de feuilles d'olivier, Mémoire de Master, école nationale polytechnique.

B

Benarioua, M, 2019. Etude de l'Inhibition de la Corrosion d'un Acier Doux en Milieu acide par l'Emploi d'Inhibiteurs à Base de Plantes, thèse doctorat, université de Batna2.

Benzie, I.F., Strain, J.J., 1996. The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay. *Analytical biochemistry*. 239, 70–76.

Bloedon, L.T., Szapary, P.O., 2004. Flaxseed and cardiovascular risk. *Nutrition reviews*. 62, 18– 27.

Bolsheva, N. L., Zelenin, A. V., Nosova, I. V., Amosova, A. V., Samatadze, T. E., Yurkevich, O. Y., Melnikova, N. V., Zelenina, D. A., Volkov, A. A., & Muravenko, O. V., 2015. The diversity of karyotypes and genomes within section *Syllinum* of the genus *Linum* (Linaceae) revealed by molecular cytogenetic markers and RAPD analysis. *PLoS One*, 10(4), e0122015.

Bouhrira, Z., Douaba, A., 2023. Etude de l'inhibition de la corrosion de l'acier au carbone par l'extrait d'Artémisa Herba Alba dans le milieu acide sulfurique 0.5M, Mémoire de Master, Université de Ouargla.

Boukhatem, A., 2016. Contribution à l'étude des propriétés anti-oxydatives et de l'efficacité anticorrosive sur l'acier API 5L X52 d'une prodigiosine d'une souche de *Serratia marcescens*, Mémoire de Master, Université de Chelef.

Brand-Williams, W., Cuvelier, M.-E., Berset, C., 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food science and Technology* 28, 25–30.

Brooks, K.P., Hu, J., Zhu, H., Kee, R.J., 2007. Methanation of carbon dioxide by hydrogen reduction using the Sabatier process in microchannel reactors. *Chemical Engineering Science* 62, 1161–1170.

C

Carter, J., 1996. Sensory evaluation of flaxseed of different varieties. *Proceedings of the 56th Flax Institute of the United States* 201–203.

Cherabi, D., Djema, M., Siad, L., 2022. Elaboration d'un fromage frais enrichi par la graine de lin, Mémoire de Master, Université de tizi-Ouzou.

Chibani, A., Fiala, A., 2007. Synthèses et caractérisations de nouvelles molécules contenant du soufre et de l'azote, études de leurs effet inhibiteur sur la corrosion des métaux de transition. Application à la protection du cuivre en milieux acides.

Chibani, A., Mezhoud, B., 2012. Synthèse des inhibiteurs contre la corrosion des aciers, Mémoire de Magister, Université Constantine 1.

Chougui, N., Djerroud, N., Naraoui, F., Hadjal, S., Aliane, K., Zeroual, B., Larbat, R., 2015. Physicochemical properties and storage stability of margarine containing *Opuntia ficus-indica* peel extract as antioxidant. *Food chemistry* 173, 382–390.

Constantin, F., 2011. Etude de l'efficacité d'inhibiteurs de corrosion utilisés dans les liquides de refroidissement, thèse de doctorat, Institut national des sciences appliquées de lyone, France.

Corrosion galvanique : Causes, effets et prévention. (S. d.). Consulté 22 juin 2025, à l'adresse <https://technoprotection.com/fr/https-technoprotection-com-fr-corrosion-galvanique/>

Corrosions par piqûres dans les tuyaux métalliques—Causes et solutions. (S. d.). Consulté 22 juin 2025, à l'adresse <https://www.merus.fr/corrosion-par-piqures/>

Corrosion sous contrainte : Résultats (979) d'images libres de droits, de photos de stock et d'illustrations. (S. d.). Shutterstock. Consulté 22 juin 2025, à l'adresse <https://www.shutterstock.com/fr/search/corrosion-sous-contrainte>

Coşkuner, Y., Karababa, E., 2007. Some physical properties of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.). *Journal of food Engineering* 78, 1067–1073.

D

Daun, J., Barthet, V., Chornick, T., & Duguid, S, 2003. Structure, composition, and variety development of flaxseed, book chapter flaxseed in human nutrition.

Dave Oomah, B., Mazza, G., & Kenaschuk, E. O, 1996. Flavonoid content of flaxseed. Influence of cultivar and environment. *Euphytica*, 90, 163-167.

E

Eckert, R.B., 2017. Residual life predictions—extending service life. Trends in oil and gas corrosion research and technologies 765–786.

Endo, T., Fukunaga, T., Yoshimura, T., & Esumi, K, 2006. Scavenging DPPH radicals catalyzed by binary noble metal–dendrimer nanocomposites. *Journal of colloid and interface science*, 302(2), 516-521.

F

Fanun, M, 2014. The role of colloidal systems in environmental protection, Elsevier.

Faostat, Base de données statistique de l'Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture. Site consulté le 27 février 2022, <http://faostat.fao.org/>. (2020).

G

Ghali, E, 2010. Corrosion resistance of aluminum and magnesium alloys: Understanding, performance, and testing. John Wiley & Sons.

Guilloux, K., Gaillard, I., Courtois, J., Courtois, B., & Petit, E, 2009. Production of arabinoxylan-oligosaccharides from flaxseed (*Linum usitatissimum*). *Journal of agricultural and food chemistry*, 57(23), 11308-11313.

Gülçin, İ., Oktay, M., Kırıcı, E., & Küfrevioğlu, Ö. İ, 2003. Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum* L.) seed extracts. *Food chemistry*, 83(3), 371-382.

Gutierrez, L., Conejero, G., Castelain, M., Guénin, S., Verdeil, J.-L., Thomasset, B., & Van Wuytswinkel, O, 2006. Identification of new gene expression regulators specifically expressed during plant seed maturation. *Journal of Experimental Botany*, 57(9), 1919-1932.

H

Halligudi, N, 2012. Pharmacological properties of flax seeds, *journal for Drugs and médecine* Vol. 4, No. 2, 70-77.

Himani, H, 2018. Synthèse, caractérisation et étude du pouvoir inhibiteur de nouvelles molécules bases de sch, Thèse de Doctorat, Université de Setif.

Herchi, W., Sakouhi, F., Arráez-Román, D., Segura-Carretero, A., Boukhchina, S., Kallel, H., & Fernández-Gutierrez, A, 2011. Changes in the content of phenolic compounds in flaxseed oil during development. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 88, 1135-1142.

Ho, C. H., Cacace, J. E., & Mazza, G, 2007. Extraction of lignans, proteins and carbohydrates from flaxseed meal with pressurized low polarity water. *LWT-Food Science and Technology*, 40(9), 1637-1647.

Hocking, P., Kirkegaard, J., Angus, J., Gibson, A., & Koetz, E, 1997. Comparison of canola, Indian mustard and Linola in two contrasting environments. I. Effects of nitrogen fertilizer on dry-matter production, seed yield and seed quality. *Field Crops Research*, 49(2-3), 107-125.

I

Iserin, P., Masson, M., Restellini, J., Ybert, E., De Laage de Meux, A., Moulard, F., & Vican, P, 2001. *Larousse des plantes médicinales : Identification. Préparation, soins*. 2ème édition de VUEF, Hong Kong, 335. Editions Larousse, Paris.

J

Jmiai, A., El Ibrahim, B., Tara, A., Oukhrib, R., El Issami, S., Jbara, O., Bazzi, L., & Hilali, M, 2017. Chitosan as an eco-friendly inhibitor for copper corrosion in acidic medium : Protocol and characterization. *Cellulose*, 24, 3843-3867.

K

K. Messaoudi & S. Salhi, 2023. Étude de l'effet inhibiteur d'un extrait naturel sur la corrosion de l'acier dans l'acide chlorhydrique, Mémoire de Master, Université de Béjaïa.

Kadi Ghania, K. K, 2021. Etude du pouvoir bio-inhibiteur de substances naturelles vis- à-vis de la corrosion des métaux, Mémoire de Master, Université Khemis Miliana.

Kadivar, M, 2001. Studies on integrated processes for the recovery of mucilage, hull, oil and protein from solin (low linolenic acid flax), These de Doctorat, Canada.

Kähkönen, M. P., & Heinonen, M, 2003. Antioxidant activity of anthocyanins and their aglycons. *Journal of agricultural and food chemistry*, 51(3), 628-633.

Kandemirli, F., & Sagdinc, S, 2007. Theoretical study of corrosion inhibition of amides and thiosemicarbazones. *Corrosion science*, 49(5), 2118-2130.

Keshavamurthy, R., Ramesh, C., Kumar, G. P., & Tambrallimath, V, 2021. Experimental investigation of tribocorrosion. In *Tribocorrosion* (p. 17-42). Elsevier.

Khadom, A. A, 2014. Effect of temperature on corrosion inhibition of copper-nickel alloy by tetraethylenepentamine under flow conditions. Journal of the Chilean Chemical Society, vol.59 no.3.

Khan, M. L., Sharif, M., Sarwar, M., & Ameen, M, 2010. Chemical Composition of Different Varieties of Linseed. Pakistan Veterinary Journal, Vol. 30, No. 2.

Khoudali, S., Essaqui, A., Zertoubi, M., Azzi, M., & Benaissa, M, 2014. Study of antioxidant activity and anticorrosion action of the methanol extract of dwarf palm leaves (*chamaerops humilis* l.) from morocco, Journal of Materials and Environmental Sciences, Vol. 5, No.3, pp. 887-898.

Koçak, M. Z, 2024. Phenolic compounds, fatty acid composition, and antioxidant activities of some flaxseed (*Linum usitatissimum* l.) varieties : A comprehensive analysis. Processes, Vol. 12, No. 4, pp. 689.

L

Labalette, F., Landé, N., Wagner, D., Roux-Duparque, M., & Sallet, E, 2011. La filière lin oléagineux française : Panorama et perspectives. Oléagineux, Corps gras, Lipides, Vol.18, No.3, pp. 113-122.

Labalette, F., & Legros, S, 2013. Forces et faiblesses de l'amélioration variétale d'espèces oléagineuses de diversification, l'exemple pour la France du soja, du lin et du chanvre. OCL, 20(4), D404.

Ladouani, B., & Fiala, A, 2011. Inhibition de la corrosion du cuivre en milieu acide par les dérivés de dithioacétal de cétène, Mémoire de Master, Université Frères Mentouri-Constantine.

Lahiani, N & Sahraoui, R, 2022. Utilisation de l'extrait de feuilles d'olivier sauvage comme inhibiteur de corrosion de l'acier, Mémoire de Master, École Nationale Polytechnique.

Lepiniec, L., Debeaujon, I., Routaboul, J.-M., Baudry, A., Pourcel, L., Nesi, N., & Caboche, M, 2006. Genetics and biochemistry of seed flavonoids. Annu. Rev. Plant Biol., Vol. 57 No. 1, pp. 405-430.

Li, X., Deng, S., Fu, H., & Mu, G, 2009. Inhibition effect of 6-benzylaminopurine on the corrosion of cold rolled steel in H₂SO₄ solution. Corrosion Science, Vol. 51 No. 3, pp. 620-634.

Liu, P., Fang, X., Tang, Y., Sun, C., & Yao, C, 2011. Electrochemical and quantum chemical studies of 5-substituted tetrazoles as corrosion inhibitors for copper in aerated 0.5 M H₂SO₄ solution. Materials Sciences and Applications, Vol. 2 No. 9, pp. 1268-1278.

M

Madhujith, T., & Shahidi, F, 2007. Antioxidative and antiproliferative properties of selected barley (*Hordeum vulgare* L.) cultivars and their potential for inhibition of low-density

lipoprotein (LDL) cholesterol oxidation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(13), 5018-5024.

Mahdaoui, R., Mouss, L.H., Mouss, M.D., Chouhal, O., 2011. A temporal neuro-fuzzy monitoring system to manufacturing systems. *International Journal of Computer Science Issues*, Vol. 8.

Marmi, H., 2017. Amélioration de la résistance à la corrosion électrochimique des aciers par utilisation des inhibiteurs, Thèse de Doctorat, Université Biskra.

McCafferty, E., 2010. *Introduction to corrosion science*. Springer Science & Business Media.

McDonald, M., Mila, I., & Scalbert, A, 1996. Precipitation of metal ions by plant polyphenols: Optimal conditions and origin of precipitation. *Journal of Agricultural and food Chemistry*, 44(2), 599-606.

Messali, M., Lgaz, H., Dassanayake, R., Salghi, R., Jodeh, S., Abidi, N., & Hamed, O, 2017. Guar gum as efficient non-toxic inhibitor of carbon steel corrosion in phosphoric acid medium: Electrochemical, surface, DFT and MD simulations studies. *Journal of Molecular Structure*, 1145, 43-54.

M'Hiri, N, 2015. Étude comparative de l'effet des méthodes d'extraction sur les phénols et l'activité antioxydante des extraits des écorces de l'orange « Maltaise demi sanguine » et exploration de l'effet inhibiteur de la corrosion de l'acier au carbone. Thèses de Doctorat, Université de Lorraine.

Millam, S., Obert, B., & Pret'ová, A, 2005. Plant cell and biotechnology studies in *Linum usitatissimum*—a review. *Plant cell, tissue and organ culture*, 82, 93-103.

Mohammedi, Z., 2020. Étude de l'évolution de la capacité anti-radicalaire du fruit de l'*Arbutus unedo* L. à différents stades de maturation. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, Vol. 89, p. 130 – 146.

Mueller, K., Eisner, P., Yoshie-Stark, Y., Nakada, R., Kirchhoff, E., 2010. Functional properties and chemical composition of fractionated brown and yellow linseed meal (*Linum usitatissimum* L.). *Journal of Food Engineering* 98, 453–460.

Muthukumar, N., 2014. Petroleum products transporting pipeline corrosion—a review. *The Role of colloidal systems in environmental protection* 527–571.

N

Naoun, M. (2014). Influence du peroxyde d'hydrogène sur la susceptibilité à la corrosion des aciers inoxydables en milieu salin, Thèses de Doctorat, Université Hadj Lakhdar.

Naskar, A., 2022. Friction Stir Technology Based Repair of Stainless Steel Canisters: Microstructural Modification to Mitigate Chloride Induced Stress Corrosion Cracking, Thèses de Doctorat, University of Idaho ProQuest.

Nesbitt, P. D., Lam, Y., & Thompson, L. U, 1999. Human metabolism of mammalian lignan precursors in raw and processed flaxseed. *The American journal of clinical nutrition*, 69(3), 549-555.

Nichterlein, K., 2003. Anther culture of linseed (*Linum usitatissimum* L.), in : *Doubled Haploid Production in Crop Plants : A Manual*. Springer, pp. 249–254.

Noreen, S., Tufail, T., Bader Ul Ain, H., Ali, A., Aadil, R.M., Nemat, A., Manzoor, M.F., 2023. Antioxidant activity and phytochemical analysis of fennel seeds and flaxseed. *Food science & nutrition* 11, 1309–1317.

Normand, B., 2004. Prévention et lutte contre la corrosion : Une approche scientifique et technique. EPFL Press.

Nunes, R. M., Asher, R. K., Bardet, W. P., Baudrand, D. W., Bayer, G. T., Bell, T., Benjamin, D. W., Bennett, L. K., Blair, A., & Bloyce, A. (s. d.). *Surface Engineering* was published in 1994 as Volume 5 of the ASM Handbook Volume Chairpersons.

O

OECD.WORLD. The observatory of economic complexity, le premier outil de visualisation des données au monde pour les données du commerce international consulté le 9/3/2023 www.oec.world. (S. d.).

Oomah, B. D. 2001. Flaxseed as a functional food source. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(9), 889-894.

Oomah, B.D., Mazza, G., 1997. Effect of dehulling on chemical composition and physical properties of flaxseed. *LWT-Food Science and Technology* 30, 135–140.

Ouchenane, S., 2013. Influence des inhibiteurs sur la corrosion de l'acier A37 dans différents milieux et leurs effets biocides sur *E. Coli*, Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba.

Oulabbas, Amel., 2019. Effets des inhibiteurs verts sur la corrosion des aciers ordinaires dans deux milieux acides, thèse doctorat, université de Annaba.

P

Pawlowska, A.M., De Leo, M., Braca, A., 2006. Phenolics of *Arbutus unedo* L. (Ericaceae) fruits : Identification of anthocyanins and gallic acid derivatives. *Journal of agricultural and food chemistry* 54, 10234–10238.

Photo de stock Gros plan sur tuyau d'acier corrodé, 729799126, s. D. (S. d.).

Pourbaix, M. (1966). *Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions*. NACE.

Prior, R.L., Wu, X., Schaich, K., 2005. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *Journal of agricultural and food chemistry* 53, 4290–4302.

R

Rabetafika, H. N., Van Remoortel, V., Danthine, S., Paquot, M., & Blecker, C. 2011. Flaxseed proteins: Food uses and health benefits. *International Journal of Food Science and Technology*, 46(2), 221-228.

Renouard, S. 2011. Régulation transcriptionnelle de la biosynthèse des lignanes du lin (*Linum usitatissimum* et *Linum flavum*) et amélioration de l'extraction des lignanes, Thèse de Doctorat, Ecole doctorale sciences et technologies.

Revie, R.W., Uhlig, H.H., 2025. Corrosion and corrosion control. John Wiley & Sons.

S

Sánchez-Moreno, C. 2002. Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food science and technology international*, 8(3), 121-137.

Savoire, R., Lazouk, M., Van-Hecke, E., Roulard, R., Tavernier, R., Guillot, X., Rhazi, L., Petit, E., Mesnard, F., & Thomasset, B. 2015. Environmental and varietal impact on linseed composition and on oil unidirectional expression process. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 22(6), D605.

Shaw, B., Kelly, R., 2006. What is corrosion ? *The Electrochemical Society Interface* 15, 24.

Shim, J.J., Kim, J.G., 2004. Copper corrosion in potable water distribution systems : influence of copper products on the corrosion behavior. *Materials Letters* 58, 2002–2006.

Shim, Y.Y., Gui, B., Arnison, P.G., Wang, Y., Reaney, M.J., 2014. Flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) bioactive compounds and peptide nomenclature : A review. *Trends in food science & technology* 38, 5–20.

Singleton, V.L., Orthofer, R., Lamuela-Raventós, R.M., 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent, in : *Methods in Enzymology*. Elsevier, pp. 152–178.

Juárez, M., Dugan, M.E., Aalhus, J.L., Aldai, N., Basarab, J.A., Baron, V.S., McAllister, T.A., 2011. Effects of vitamin E and flaxseed on rumen-derived fatty acid intermediates in beef intramuscular fat. *Meat Science* 88, 434–440.

T

Thaipong, K., Boonprakob, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L., Byrne, D.H., 2006. Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *Journal of food composition and analysis* 19, 669–675.

Thompson, L.U., Boucher, B.A., Liu, Z., Cotterchio, M., Kreiger, N., 2006. Phytoestrogen content of foods consumed in Canada, including isoflavones, lignans, and coumestan. *Nutrition and cancer* 54, 184–201.

Thompson, L.U., Cunnane, S.C., 2003. Flaxseed in human nutrition. Aocs press.

Tiwari, A., Hihara, L., Rawlins, J., 2014. Intelligent coatings for corrosion control. Butterworth-Heinemann.

V

Velioglu, Y., Mazza, G., Gao, L., & Oomah, B. (1998). Antioxidant activity and total phenolics in selected fruits, vegetables, and grain products. *Journal of agricultural and food chemistry*, 46(10), 4113-4117.

W

Walter, G., 1990. A comparison of single frequency and wide frequency range impedance tests for painted metals. *Corrosion science* 30, 617–629.

Wandelt, K., 2018. Encyclopedia of interfacial chemistry : surface science and electrochemistry. Elsevier.

Weill, P., Mairesse, G., 2010. Flax, flax oil, flax seed and our health. *Phytothérapie* 8, 84–88.

what does Erosion-Corrosion mean—AONG website. (S. d.). Consulté 22 juin 2025, à l'adresse <https://www.arab-oil-naturalgas.com/what-does-erosion-corrosion-mean/>

What Is Corrosion & the 10 Most Common Types. (2024, janvier 25). Fractory. <http://https%253A%252F%252Ffractory.com%252Ftypes-of-corrosion%252F>

Y

Yaqoob, N., Munir, H., Aslam, F., Naseer, R., Kamal, S., Hussain, S., Rashid, M., Shujaat, S., Nazir, A., Iqbal, M., 2021. Antioxidant potential and phenolic contents of various flaxseed cultivars from different agro-industrial regions. *Pol. J. Environ. Stud* 30, 4325.

Yıldırım, A., Mavi, A., Kara, A.A., 2001. Détermination of antioxydant and antimicrobial activities of *Rumex crispus* L. extracts. *Journal of agricultural and food chemistry* 49, 4083–4089.

Z

Zaabar, A., 2010. Utilisation de l'extrait de la plante d'ortie (*Urtica dioica* L.) comme inhibiteur de corrosion de l'acier dans les milieux HCl 0.5M et NaCl 3%, Mémoire de Magister, Université A. Mira de Béjaia.

Zarras, P., Stenger-Smith, J., 2014. Corrosion processes and strategies for prevention : an introduction, in : *Handbook of Smart Coatings for Materials Protection*. Elsevier, pp. 3–28.

Annexes

Annexe I

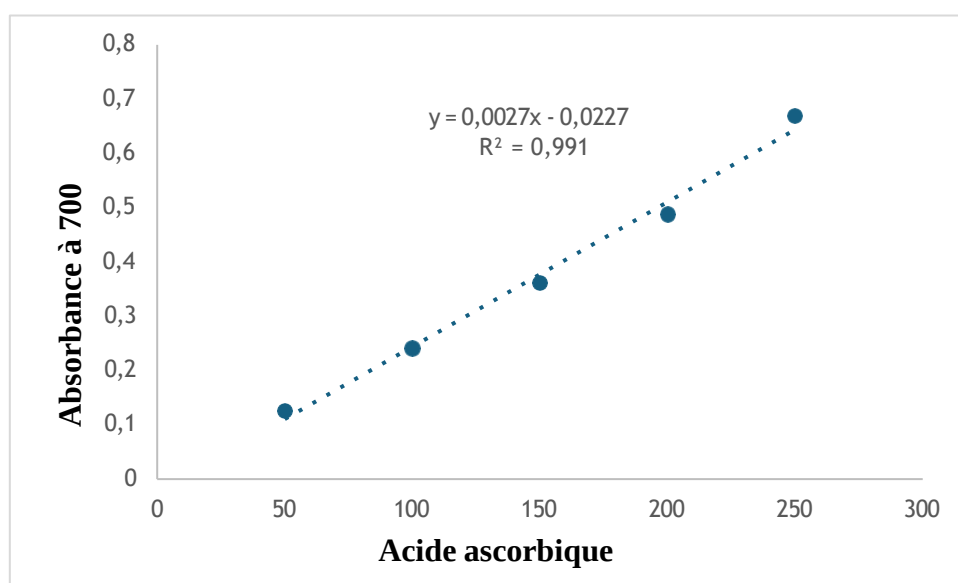


Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour le test de pouvoir réducteur des extraits

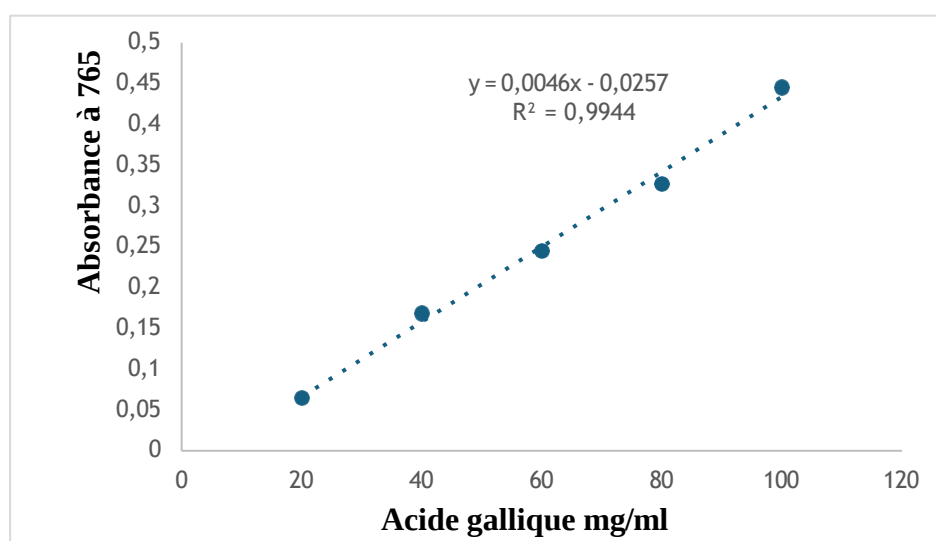


Figure 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénolique des extraits

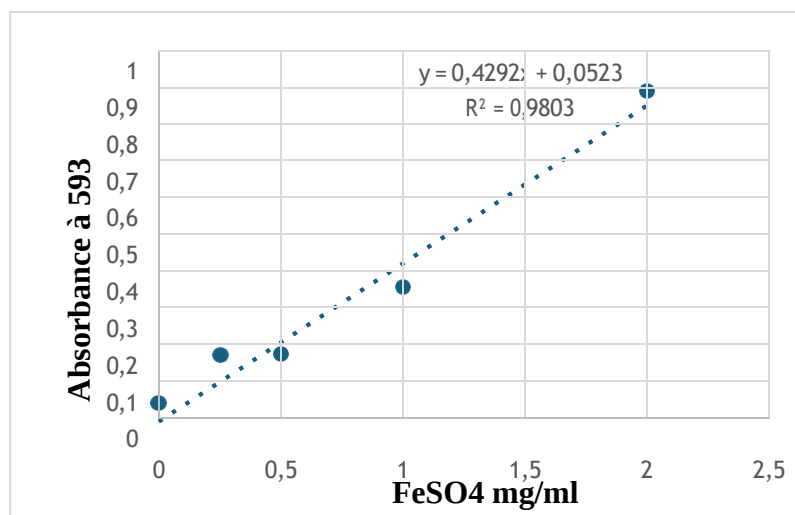


Figure 3 : Courbe d'étalonnage pour le test de FRAP

Résumé

La présente étude repose sur l'évaluation de l'efficacité de l'extrait naturel des graines de *Linum usitatissimum* L. (lin), comme inhibiteur écologique de la corrosion de l'acier en milieu acide (HCl).

Dans un premier temps, l'extraction des composés bioactifs a été réalisée à différentes températures et concentrations d'acide chlorhydrique. Les analyses ont mis en évidence que l'extrait obtenu à 50 °C avec HCl 0,05 M présentait la plus forte teneur en composés phénoliques. Ce même extrait s'est également distingué par une bonne activité antioxydante, mesurée par les tests DPPH, FRAP et de pouvoir réducteur. Toutefois, l'activité antioxydante globale des extraits demeure modérée comparée à celle d'un antioxydant de référence.

Par ailleurs, les études de corrosion menées à l'aide de différentes méthodes (polarisation électrochimique, spectroscopie d'impédance) ont confirmé que l'extrait de graine de lin agit efficacement comme inhibiteur. Il réduit la perte de masse de l'acier, modifie les potentiels électrochimiques, et contribue à la formation d'une couche protectrice par adsorption des composés actifs sur la surface métallique. L'efficacité inhibitrice augmente avec la concentration jusqu'à un seuil optimal, comme l'indiquent les variations de la capacité de double couche.

Ces résultats démontrent que l'extrait de lin présente une réelle capacité à limiter la corrosion de l'acier en milieu acide par un mécanisme mixte, à la fois anodique et cathodique, basé sur l'adsorption.

Abstract

The present study is based on the evaluation of the efficacy of the natural extract of *Linum usitatissimum* L. (flax) seeds, as an ecological inhibitor of steel corrosion in acidic media (HCl). First, bioactive compounds were extracted at different temperatures and concentrations of hydrochloric acid. Analysis revealed that the extract obtained at 50°C with 0.05 M HCl had the highest phenolic compound content. This same extract also showed good antioxidant activity, as measured by DPPH, FRAP and reducing power tests. However, the overall antioxidant activity of the extracts remained moderate compared to that of a reference antioxidant.

In addition, corrosion studies carried out using various methods (electrochemical polarization, impedance spectroscopy) confirmed that flaxseed extract acts effectively as an inhibitor. It reduces steel mass loss, modifies electrochemical potentials, and contributes to the formation of a protective layer by adsorption of active compounds onto the metal surface. Inhibitory efficacy increases with concentration up to an optimum threshold, as indicated by variations in double-layer capacity.

These results demonstrate that linseed extract has a real capacity to limit corrosion of steel in acidic environments by a mixed mechanism, both anodic and cathodic, based on.