

République Algérienne Démocratique Et Populaire
Ministère De l'Enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique
Université SAAD DAHLAB BLIDA
Faculté Des Sciences TECHNOLOGIQUE
Département Génie Des Procédés



Mémoire de fin d'étude

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER
EN GENIE DES PROCEDEES DU POLYMERES.

Option : Génie des Polymères

Etude rhéologique d'un gel extrait à partir de
Cactus, en absence et en présence de
polymères commerciaux.

Réalisé par :

M^{elle} : Adjout Aya Rayane

M^{elle} : Zenati Ferial

Encadré par :

Dr. Djedri-Bani. Safia

Année Universitaire :
2021-2020

Remerciement :

Les travaux présentés dans ce projet ont été réalisés au sein du laboratoire 340 et laboratoire de recherche d'analyse fonctionnelle des procédés chimiques au niveau du département Génie des Procédés des Polymères.

Tout d'abord, nous remercions Dieu le tout-puissant qui nous a donné la volonté, la santé, le courage, la force et la persistance de finaliser ce travail.

A notre encadreur Dr. DJEDRI-BANI. Safia pour son encouragement et son suivi attentif pour la réalisation de ce travail. Elle a toujours été disponible, pour nos efforts, ces explications, conseil, information et son soutien et sa bonne humeur, que Dieu la protège.

Nous remercions également les membres de jury d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Comme on tient aussi à remercier, l'ingénieur du laboratoire 340 service M^{me} Ait Ali Yahia Karima au niveau du département du GPP pour tous son aide.

Nos remerciements s'adressent également à tout le personnel qui nous a aidé et conseillé, encourager à tout moment.

On réserve une attention toute particulière à nos parents pour le soutien qu'ils nous ont apporté durant toute cette période.

Nous tenons à adresser nos plus vifs remerciements à tous les enseignants de la spécialité GPP, qui ont été toujours disponibles pour toutes informations et connaissances.

Enfin Je dédie particulièrement ce travail à Tous mes collègues de la promotion de master 2 GPP, Promo 2021.

Merci à tous et à toutes

2020-2021

** Dédicaces **

Je dédie ce travail tout d'abord :

A celle qui ma donner la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et
ma réussite

A ma mère : " Dahbia "

Ecole de mon enfance, celui qui a été mon ombre durant mes études

A mon père : " Lakehal "

Avec tous mes sentiments de reconnaissance pour tous les sacrifices déployés pour m'élever
dignement et assurer mon éducation dans les meilleures conditions

Que DIEU les gardes et les protéger

A mes frères : " Laala, Billal, Zineddine "

A mes sœurs : " Assia, Zineb "

Pour leur encouragement permanents et leur soutien moral.

A tous les membres de ma famille un par un

A ma binôme et amie « ma nouvelle sœur » : Adjout Aya Rayane que j'aime beaucoup, merci
pour tout les moments qu'on à passer ensemble, je suis très heureuse de vous connaitre.
Je passe une grande dédicace a ses parents que dieu les protège, sans oublier « Pixou ».

A mes amis : Nadia, Yasmin, Lamia, Zouhir, Kader, Nardjes, Amina,
Abir, Souad, Wahida...

A mon petit chat : " Bibi chou " que j'aime beaucoup

Sans oublié nos petites princesses " Basma et Tassnime, Salssabile " et notre petit prince
« Louai » que le dieu les protèges

A tous se qui m'aiment

Je dédie ce travail :

Feriel

** Dédicaces **

Je dédie se modeste travail

A mes parents MEBAREK HOUDA et DJAMEL, qui m'ont soutenu et encouragé,
aujourd'hui je mets entre leurs deux mains le fruit de longues années d'études et de longs
jours d'apprentissage.

A mes frères MOHAMED AMINE et AYMENE WASSIM, qui ont partagé avec moi tout les
moments d'émotion lors de la réalisation de ce travail.

A mon très cher grand-père MEBAREK HACHEMI et oncle MEBAREK ADNANE Pour
leur encouragement permanent et leur soutien moral.

A mon chat « pixou » qui est rester debout tout au long des nuits que j'ai passer à réaliser
notre mémoire.

A mes amis KHADIDJA, LINDA, SOUAAD, WAHIDA et MEHDI à qui je souhaite plus de
succès et de réussite.

Sans oublier ma binôme et amie ZENATI FERIEL qui est plus qu'une amie, un grand merci
pour son aide et support dans les moments difficiles, que dieu la protège et ses parents et lui
offre la chance et le bonheur tout au long de sa vie.

Je dédie ce travail :

Aya Rayane

Liste des figures

Figure 1.1	Représentation schématique d'un monomère, macromolécule, polymère.....	3
Figure 1.2	Les types des polymères : a)-Homopolymère ; b)-copolymère à bloc ; c)-Copolymère alterné ; d)-Copolymère statistique.....	3
Figure 1.3	Représentation de l'architecteur des polymères.....	6
Figure 1.4	Représentation schématique des polysaccharides.....	5
Figure 1.5	Représentation des différentes familles des cactacées.....	8
Figure 1.6	Gonflement de gel et le retrait du solvant.....	11
Figure 1.7	La structure chimique du HEC.....	13
Figure 1.8	La poudre et la structure chimique du HPAM.....	14
Figure 2.2	Description des différentes étapes d'extraction du gel de cactus (OFI).....	22
Figure 2.3	rhéomètre de marque Anton Paar MCR302 piloté par le logiciel Rheosolve US 200.....	25
Figure 2.4	La géométrie ' Plan-plan'.....	26
Figure 2.5	La représentation de la géométrie 'Cône-plan'.....	26
Figure 2.6	Représentation de la géométrie 'cylindres coaxiaux'.....	27
Figure 2.7:	Tensiomètre de surface motorisé Gibertini DCA40.0.....	27
Figure 2.8	Aspect physique du gel extrait.....	33
Figure 2.9	Etude rhéologique en écoulement des gels.....	34

Figure 2.10	Les graphs de la viscoélasticité des gels (initial, concentré et lyophilisé).....	36
Figure 2.11	Variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement des gels (initial, et lyophilisé à différentes concentration).....	37
Figure 2.12	étude de la viscoélasticité du gel initial et les gels lyophilisés à différentes concentrations...	38
Figure 2.13	Etude rhéologique des gels HEC à différentes concentrations	39
Figure 2.14	Etude de la viscoélasticité du gel HEC à différentes concentrations.....	41
Figure 2.15	Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du polymère HPAM à différentes concentrations.....	42
Figure 2.16	Schéma d'état de la matière en solution (a) avant et (b) après cisaillement.....	43
Figure 2.17	Les graphes de la viscoélasticité de HPAM à des concentrations variant (0.01 ; 0.05 ; 0.1 %)	44
Figure 2.18	variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différentes concentrations en HEC et mélange HEC + Gel.....	45
Figure 2.19	variation des modules de perte et module de conservation en fonction de la déformation pour différentes concentrations en HEC et mélange HEC + Gel.....	48
Figure 2.20	Comportement de la viscosité en fonction du taux de cisaillement HPAM 0.05%, Gel initial et Mélange gel initial + HPAM 0.05%.....	48
Figure 2.21	Etude de la viscoélasticité des gels (initial, HPAM 0.05% et du mélange).....	50
Figure 2.22	la rampe de température du gel lyophilisé.....	51
Figure 2.23	Les spectres infrarouges de nos échantillons analysés.....	

Liste des tableaux :

Tableau 1.1 : La classification d'Opuntia.....	9
Tableau 2.1 : Résultat obtenu par la modélisation des gels (initial, concentré et lyophilisé).....	35
Tableau 2.2 : Valeurs de la viscosité au repos des gels lyophilisé et initial.....	36
Tableau 2.3 : Résultat obtenu par la modélisation du gel HEC a différentes concentrations.....	40
Tableau 2.4: Les résultats de modélisations de HPAM des concentrations différentes (0.01 ; 0.05 ; 0.1 %).....	43
Tableau 2.5 : Les résultats de la modélisation des gels.....	46
Tableaux 2.6 : Les résultats obtenus de la modélisation faite à ces trois échantillons.....	49
Tableau 2.7 : La variation de la tension superficielle pour différents pourcentages.....	52

Liste des symboles :

G' : Module élastique ;

G'' : Module visqueux ;

K : Constante de Boltzmann ;

R^2 : Coefficient de corrélation ;

T : Température ;

W : Nombre de complexions ;

Log : Logarithme ;

$\Delta G_{\text{mél}}$: L'enthalpie libre de mélange ;

$\Delta S_{\text{mél}}$: L'entropie de mélange ;

$\Delta H_{\text{mél}}$: L'enthalpie de mélange ;

W : Le nombre de complexions c'est-à-dire nombre des différentes combinaisons possibles pour les composants du système ;

K : Constante de Boltzmann ;

C^* : Concentration critique de chevauchement ;

C_p : Pourcentage en poids ;

GM : Modèle MAXWELL ;

g = Constante gravitationnelle ;

Δm = Différence de masse du plateau ;

R = Constante des gaz parfaits ;

T = Température absolue ;

c = Concentration ;

l = largeur du plateau.

Variables grecques :

γ : Vitesse de cisaillement ;

τ : Contrainte de cisaillement ;

ω : Pulsation ;

$\dot{\gamma}$: Taux de cisaillement ;

η : Viscosité Dynamique ;

μ : Viscosité cinématique ;

λ : Temps caractéristique de relaxation ;

γ : Tension de surface ;

η_0 : Viscosités à cisaillement nul ;
 η_∞ : Viscosités à cisaillement infini ;
 λ : Constante de temps ;
N : Indice de la loi de puissance ;
 η_c : Le seuil de Casson ;
 η : La viscosité de Casson.

Unités :

°C: Degrés Celsius ;
cm : Centimètre ;
h : heure ;
kPa : kilo pascal ;
L : litre ;
m²/s: mètre carré. Seconde ;
mm: millimètre ;
ml: millilitre ;
min: minute ;
Pa.s : Pascal. Seconde ;
Pa: Pascal ;
s⁻¹ : seconde moins un ;
kg: Kilo gramme;
m² : mètre carré ;
s² : second carré ;
mol/L: mole par litre;
K: Kelvin;
m: mètre;
N/m: Newton par mètre;
N/kg: Newton par gramme;

Abbreviations:

HEC: Hydroxyéthyl cellulose
HPAM: Polyacrylamide partiellement hydrolysé.
IRTF: Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier.
OFI: Opuntia Ficus Indica.
KBr: Bromure de Potassium.

Sommaire

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des Abréviations	
Liste des symboles	
Introduction générale.....	1

Chapitre 1: Partie bibliographique

1.1. Généralité sur les polymères	3
1.1.1 Définition d'un polymère.....	3
1.1.2 Structures et propriétés.....	3
1.1.2.1 Les type de polymère	3
➤ le nombre de monomères.....	3
➤ l'ordre moléculaire.....	4
1.1.2.2 l'architecture.....	4
1.1.2.3 Les éléments du squelette macromoléculaire.....	4
1.1.2.4 L'origine des macromolécules.....	4
1.1.3 Les bios polymères	5
1.1.3.1 Les polysaccharides	5
1.4 Présentations de la plante étudiée	6
1.4.1 Définition de cactées.....	6
1.4.2 Morphologie.....	7
1.4.3. Classification.....	7
1.5. Généralité sur l'OFI	9
1.5.1. Description D'OFI.....	9
1.5.2 Utilisations.....	10
1.6. Méthodes d'extractions du gel de Cactus.....	10
1.6. 1. Extraction conventionnelle (macération/agitation)	10
1.6. 2. Les gels.....	10
1.6.2. Le Mucilage.....	11
1.6.2.1 Composition chimique du mucilage.....	11
1.6.2.2 Domaines d'applications du mucilage.....	12

1.6.3. Caractéristiques et stabilité des gels.....	12
1.7. Présentation de HEC.....	13
1.7.1. Caractéristique du HEC.....	13
1.7.1.1 Principe de fonctionnement de HEC.....	13
1.8 Présentation du HPAM.....	14
1.9. Mélange des polymères.....	14
1.9.1. Intérêt des mélanges de polymères.....	15
1.9.2. Types des mélanges de polymères.....	15
1.10. Rhéologie des mélanges de polymères.....	18
1.11. Rhéologie des polymères.....	19
1.12 Etude rhéologique.....	19
1.12.1 Types d'écoulement des fluides.....	19

Chapitre 2 : Partie expérimentale

2.1. Matériels et méthodes utilisés.....	21
2.1.1 Préparation du mucilage de cactus (OFI)	21
2.1.2 Préparation préliminaire de la matière première.....	21
2.1.3 Méthode d'extraction.....	22
2.1.4 Mélange de gel/HEC.....	22
2.1.5.1 Les différentes étapes de la lyophilisation.....	23
2.1.5.2 Lyophilisation et préparation des solutions.....	23
2.1.6 Préparations des solutions pour les tests de tensiomètre.....	24
2.1.7 Analyse du gel dans l'IR.....	24
2.1.2 Caractérisation rhéologiques.....	24
2.1.2.1 Appareillage utilisés.....	24
2.1.2.2 Tensiomètre.....	27
2.1.2.3 Spectrophotomètre Infrarouge à transformé de Fourier.....	29
2.1.2.4 La lyophilisation.....	29
2.1.2.5 Analyses Rhéologique effectuées.....	30
2.1.2.6.1 Test d'écoulement.....	30
2.1.2.6.2 Viscoélasticité.....	31
2.1.2.6.3 Rampe de Température.....	32
2.2 Résultats et discussions.....	33

2.2.1 Aspect physique du gel.....	33
2.2.2 Déshydratation du gel.....	33
2.2.3 Caractérisation rhéologique.....	33
2.2.3.1 Rhéologie en écoulement.....	34
2.2.3.2 Étude de la viscoélasticité des gels.....	35
2.2.4 Détermination de la concentration du gel initial.....	36
2.2.5 Etude rhéologique de polymères commerciaux.....	38
a. Hydroxyéthyl cellulose.....	39
b. HPAM.....	41
2.2.6 Etude rhéologique de Mélange polymère gel extrait.....	44
a. HEC+ Gel initial.....	44
b. HPAM+gel.....	48
2.2.6 Analyse effectuée sur le gel lyophilisé.....	50
a) Etude de l'effet de la température.....	50
b) Mesure de la tension superficielle.....	51
c) Analyse par spectroscopie infrarouge.....	52

Conclusion générale

Références Bibliographique

Annexe

ملخص:

في اطار مشروع نهاية الدراسة نحن اهتمامنا باستخراج هلامية من صبار (OFI), حيث تم تركيز هذا الهلام ثم تجفيفه بالتجميد و تم تحديد خصائصه. وقد تم اجراء التوصيف فيزيوكيميائي و تركيبى بالإضافة الى دراسة ريولوجية في التدفق و اللزوجية المرنة للأشكال الثلاثة للهلام حيث تم تحضير خلائط كل من Gel/HPAM و Gel/HEC مما سمح لنا بتحسين اللزوجة و صلابة الهلام المستخلص.

Résumé :

Dans le cadre de ce projet de fin d'étude nous sommes intéressés à l'extraction d'un gel à partir de cactus (OFI), ce gel a été concentré puis lyophilisé les trois formes de gel ont été caractérisés. Une caractérisation physicochimique et structurale ainsi qu'une étude rhéologique en écoulement et de la viscoélasticité ont été effectués. Des mélanges Gel/HPAM, Gel/HEC ont été réalisés, ces derniers nous ont permis d'améliorer la viscosité et la rigidité du gel extrait.

Abstract :

As part of the end study project, we are interested in the extraction of gel from cacti (OFI), this gel was concentrated and then lyophilized; the three forms of gel were caractérisés. A physicochemical and structural characterization as well as a rheological study in flow and viscoelasticity was carried out. In the Gel / HPAM, Gel / HEC mixtures were produced; the latter allowed us to improve the viscosity and rigidity of the gel.

Introduction générale

Aujourd'hui, les polymères font partie des matériaux les plus importants pour les usages techniques et dans la vie quotidienne, car les propriétés des polymères peuvent être adaptées de très nombreuses manières pour être utilisées dans presque tous les champs d'application. Outre les polymères naturels, comme les protéines, les amidons, la cellulose, etc., il existe un grand nombre de polymères fabriqués comme le nylon, les silicones, le PVC... Certains polymères sont durs et cassants, d'autres sont solides et résistants alors que d'autres encore sont souples et flexibles. [1]

Les études menées sur les polymères ont montré qu'ils pouvaient avoir de nouveaux matériaux avec des propriétés et d'avantages plus importants. Parmi ces nouveaux matériaux, les mélanges de polymères et les bios polymères hydrosolubles constituent actuellement, un point fort de l'innovation et du développement [2] pour cela la fabrication et la caractérisation de ces polymères est donc au centre de beaucoup d'industries et d'instituts de recherche spécialisée.

Les polymères montrent un comportement rhéologique qui doit être pris en compte lors de l'utilisation ou la production, comme la viscosité, la fluidité, les propriétés viscoélastiques, le comportement thermique, la température de vitrification et autres. Un grand nombre de propriétés importantes des polymères peuvent être caractérisés par le biais des méthodes et tests rhéologiques tel que teste d'écoulement, viscoélasticité, effet de température, thixotropie, teste de stabilité, etc. ; afin de répondre à toutes les exigences pour optimiser les propriétés du polymère [1].

Ces dernières années, on observe de plus en plus l'utilisation des matières naturelles dans les applications industrielles, parmi ces produits, le mucilage du cactus obtenu à partir des raquettes du cactus. Permettant d'obtenir des polysaccharides qui sont d'une importance

capitale, particulièrement dans le domaine d'industrie alimentaire, de la fabrication de papier, de l'extraction de pétrole, des produits cosmétiques et de la médecine [3]

Beaucoup de ces polysaccharides, comme ceux de la famille des cactacées, ont été utilisés pour modifier les propriétés rhéologiques de certains produits [4].

Dans notre étude on a extrait notre bio polymère des cladodes de cactus du type *Opuntia ficus indica*.

Notre travail porte essentiellement sur les objectifs suivants :

- Extraction et caractérisation du gel obtenu à partir du mucilage d'OFI.
- Comparaison des résultats rhéologiques du gel de cactus à différents cas avec celle de polymères synthétiques et d'autres méthodes éducatrices du gel dans le but d'améliorer les propriétés du gel pour avoir un comportement plutôt liquide que solide.

Ce mémoire est composé de deux chapitres distincts :

- Le premier chapitre est relatif à la partie bibliographique, il est consacré à une recherche théorique sur les polymères, leurs types et leurs propriétés ainsi que leurs utilisations. Un bref aperçu sur l'OFI et son mucilage et sur la rhéologie des polymères fera l'objet de cette partie théorique.
- Le deuxième chapitre est relatif à la partie expérimentale, elle comporte notre travail au laboratoire avec la description des matériels et méthodes utilisées et une présentation des résultats obtenus et leurs interprétations.

A la fin, une conclusion générale et perspective clôturera notre travail, suivis de la bibliographie et d'une annexe.

Chapitre 1 :

Partie Bibliographique

1.1 Généralité sur les polymères :

1.1.1 Définition d'un polymère :

Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale), tels que les caoutchoucs, les polysaccharides, les protéines...ou d'origine synthétique, on cite alors le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le pvc, les Polyesters, les polycarbonates [5].

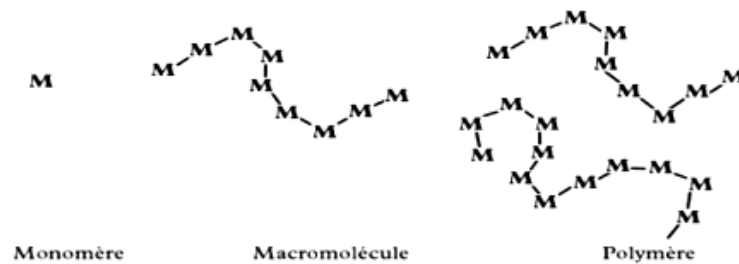


Figure 1.1 : Représentation schématique d'un monomère, macromolécule, polymère [6].

1.1.2 Structures et propriétés :

Les polymères présentent des caractéristiques mécaniques propres. Ils présentent un comportement vitreux lorsqu'ils sont amorphes, des caractéristiques de fibres lorsqu'ils sont cristallisés mais également un comportement viscoélastique.

1.1.2.1 Les type de polymères :

Il existe Plusieurs façons pour classer les polymères selon :

➤ Le nombre de monomères :

- Homopolymères : un seul monomère utilisé.
- Copolymères : deux ou plus de monomères utilisés.

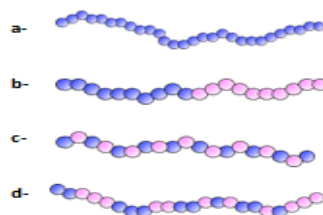


Figure 1.2. : Les types des polymères : a) -Homopolymère ; b) -copolymère à bloc ; c) -Copolymère alterné ; d) -Copolymère statistique [7].

➤ **L'ordre moléculaire :**

- Polymères amorphes : organisation des chaînes désordonnée.
- Polymères cristallins : organisation des chaînes ordonnée [8].

1.1.2.2 L'architecture :

- **Polymère linéaire :** Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère [9].
- **Polymère ramifié :** Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires [9].
- **Polymère réticulé :** La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau [9].

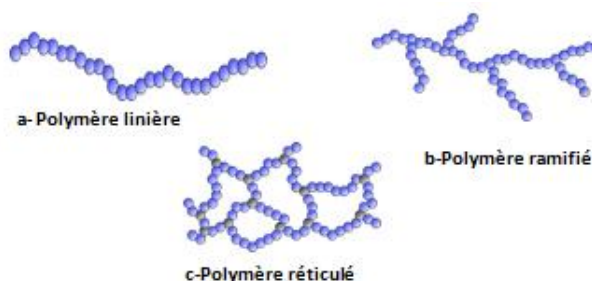


Figure I.3 : Représentation de l'architecture des polymères [7].

1.1.2.3 Les éléments du squelette macromoléculaire :

- **Les polymères organiques :** obtenus à partir de monomères carbonés
- **Les polymères inorganiques :** obtenus à partir des autres monomères principalement des dérivés du silicium, de l'aluminium, ... [8].

1.1.2.4 L'origine des macromolécules :

- **Les polymères naturels :**

La nature produit des polymères depuis toujours, on les trouve dans le bois et les végétaux sous forme de cellulose et d'amidon (les polysaccharides en général), dans

les cheveux, les ongles, etc. L'ADN, les protéines, le collagène, la soie, le caoutchouc naturel ou le latex ..., sont des exemples de polymères constitutifs du monde vivant [10]. 8

- **Les polymères artificiels :**

Ils résultent de la modification chimique effectuée par l'homme de macromolécules naturelles sans altération profonde de la structure du squelette. Par exemple la cellulose nitrosée forme suivant le taux de nitrosation des matières plastiques, des peintures ... [9].

- **Les polymères synthétiques :** les polymères qui servent à la fabrication de ces produits et articles sont synthétisés chimiquement à partir du pétrole, mais également du charbon, du gaz naturel, du bois ou d'autres substances végétales [10].

1.1.3 Les bios polymères :

Les biopolymères d'origine naturelle peuvent être classés en 8 grandes familles incluant les acides nucléiques, les polyamides, les polyoxoesters, les polythioesters, les polyesters Inorganiques, les polyisoprénoides et les polysaccharides [11].

1.1.3.1 Les polysaccharides :

Les polysaccharides avec leurs nombreuses applications industrielles présentent l'un des groupes le plus important des polymères naturels [12].

Les polysaccharides hydrosolubles, souvent qualifiés d'hydrocolloïdes, sont des Substances mucilagineuses extrêmement répandues et couramment extraites de tissus animaux (glycosaminoglycanes, chitine,), de microorganismes bactériens ou fongiques (xanthane, gellane, curdlane, scléroglycanes...) de micro- et macroalgues marines (carraghénanes, alginates, porphyranes,) ou encore de plantes terrestres telles que les plantes succulentes, les plantes à gommés et autres (pectines, gomme arabique, guar...).

Ces polymères de grandes tailles (macromolécules) sont utilisés dans les secteurs agro-alimentaires, cosmétiques et thérapeutiques pour leurs propriétés biologiques, stabilisantes, épaississantes et gélifiantes. L'inventaire des structures existantes est très incomplet et son évolution régulière est souvent associée à des succès commerciaux, allant des marchés de niche (cosmétique, nutraceutique) à des applications plus larges (agroalimentaire, adhésifs, matériaux bio sources). On site la

composition la plus existante des polysaccharides c'est la cellulose ; elle est considérée comme le polymère le plus abondant sur terre (plus de 50 % de la biomasse terrestre) le constituant essentiel de la paroi cellulaire des végétaux.

Dans ce contexte la caractérisation des polysaccharides de cactées peut être une source d'innovation. En effet, la capacité de cette catégorie de plantes terrestres à piéger et stocker l'eau est fortement corrélée à leur teneur en hydrocolloïdes. Cette spécificité fait de ces plantes de très bons candidats pour la recherche de nouveaux polysaccharides porteurs d'activités biologiques et/ou de propriétés techno-fonctionnelles originales, d'autant plus qu'ils sont fréquemment utilisés comme plantes médicinales [3].

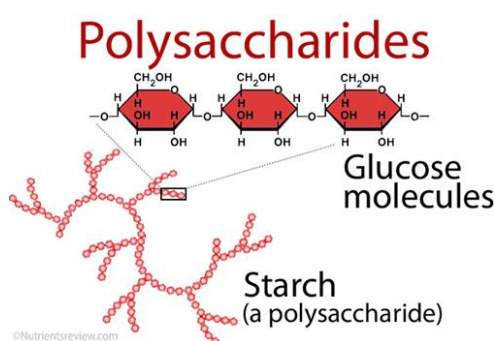


Figure I.4 : Représentation schématique des polysaccharides [3].

1.4 Présentations de la plante étudiée :

1.4.1 Définition de cactées :

La famille des cactées appartient aux plantes grasses. Elles ont la capacité de survivre sur leurs réserves durant une période de sécheresse temporaire grâce à un système de stockage de l'eau. Dans une situation similaire, la plupart des autres plantes dépériraient et mourraient par manque d'eau [13].

Leur aspect souvent étrange est lié aux mutations qu'elles ont mises au point pour stocker l'eau dans leurs tiges, leurs feuilles ou leurs racines qui sont très charnues.

D'autres évolutions plus importantes ont permis d'augmenter les réserves d'eau en réduisant l'évaporation. Elles présentent souvent un épiderme soit charnu, soit couvert de poils ou d'une couche cireuse qui réduit l'évaporation. Le revêtement dense en épines joue un rôle décisif et limite les effets de la chaleur solaire intense en fournissant une ombre partielle à la plante. Les cellules de ces plantes supportent de grandes variations de leur teneur en eau que les autres plantes « normales » [13].

1.4.2 Morphologie :

Les cactées ont des formes diverses, allant de plantes miniatures jusqu'à de grands arbres atteignant près de 25 m de hauteur. Cependant à l'exception du genre *Preskia* et des genres proches qui ont des feuilles normales, des aiguillons et une structure un peu élémentaire pour les fleurs et les fruits, tous les autres genres sont très similaires. Ces autres genres sont pratiquement dépourvus de feuilles, les processus de photosynthèse se produisant en revanche dans des tiges vertes charnues [14].

C'est au niveau des aréoles qu'apparaissent les aiguillons, les nouveaux rameaux et les fleurs. Il y'a des exceptions telles que les *Echinocereus* dont les boutons floraux percent la paroi de la tige près d'une aréole, les *Mammillaria* et les *Corphanta* chez qui les boutons sortent d'un emplacement axillaire entre les tubercules ou d'une gorge partant de l'aréole du tubercule. Les fleurs des cactus sont sessiles, la seule exception étant fournie par les *Pereskias* à fleurs pédonculées (voir figure 1.5). Les fruits sont habituellement des baies juteuses, mais dans quelques genres, il s'agit de capsules sèches d'où les graines s'échappent soit par un pore basal ou par une fente irrégulière [14].

1.4.3. Classification :

La famille des cactacées est subdivisée en huit groupes, dont chacun d'entre eux comprend plusieurs genres [14] :

- **Groupe *Per skia* :** Plante à feuilles, mais sans glochides. Les graines noires sont sans arilles (enveloppe extérieure ou appendice fixé au pédoncule de l'ovule).
Genres : *Maihuenia*, *Pereskia*. *Aloe vera*.
- **Groupe *Opuntia* :** Plantes à petites ou minuscules feuilles et glochides. Les graines sont ailées ou munies d'un arille.

Genres : *Opuntia*, *Peresklopsis*, *Pterocactus*, *Quiabentia*, *Tacinga*.

- **Groupe *Cereus* :** Plantes sans feuilles ni glochides, à graines noires ou brunes. Ces plantes sont ordinairement colonnaires, côtelées et généralement pourvues de nombreux aiguillons. L'extérieur de la base du tube floral est nu ou épineux.

Genres : *Armatocereus*, *Arrojadoa*, *Jasminocereus*, *Monvillea*, *Wilcoxia* etc.

- **Groupe *Echinopsis* :** Comme le groupe *Cereus*, sauf que les plantes peuvent être naines et que l'extérieur du tube floral est généralement pourvu de poils ou peut posséder des écailles étroites.

Genre : *Acanthocalycium*, *Arequipa*, *Espostoa*, *Mila*, *Oroya*, *Weingartia* etc.

- **Groupe *Hylocereus*** : Comme le groupe *Cereus*, mais les plantes sont épiphytes, souvent à racines aériennes, et côtelées. Les aiguillons sont souvent assez peu nombreuses ou complètement absentes.

Genres : *Aporocactus*, *Cryptocactus*, *Hylocereus*, *Rhipsalis*, *Wittia* etc.

- **Groupe *Neoporteria*** : Plantes généralement naines, globuleuse à courtes, cylindriques et côtelées. La base du tube floral est un peu laineuse, avec des aiguillons dans le haut.

Genres : *Austrocactus*, *Frailea*, *Nonocactus*, *Parodia*, *Wigginsia*, etc.

- **Groupe *Melocactus*** : Comme le groupe *Neoporteria*, la base du tube floral est nue ou laineuse, mais sans aiguillons. Les fleurs sont portées sur un cephalium terminal, sauf chez les *Buiningia* où il est latéral.

Genre : *Buiningia*, *Discocactus*, *Melocactus*.

- **Groupe *Echinocactus*** : Comme le groupe *Melocactus*, sauf que les fleurs apparaissent au centre, mais sans cephalium.

Genre : *Ariocarpus*, *Aztekium*, *Islaya*, *Solisia*, *Strombocactus*, *Toumeyia*, etc.

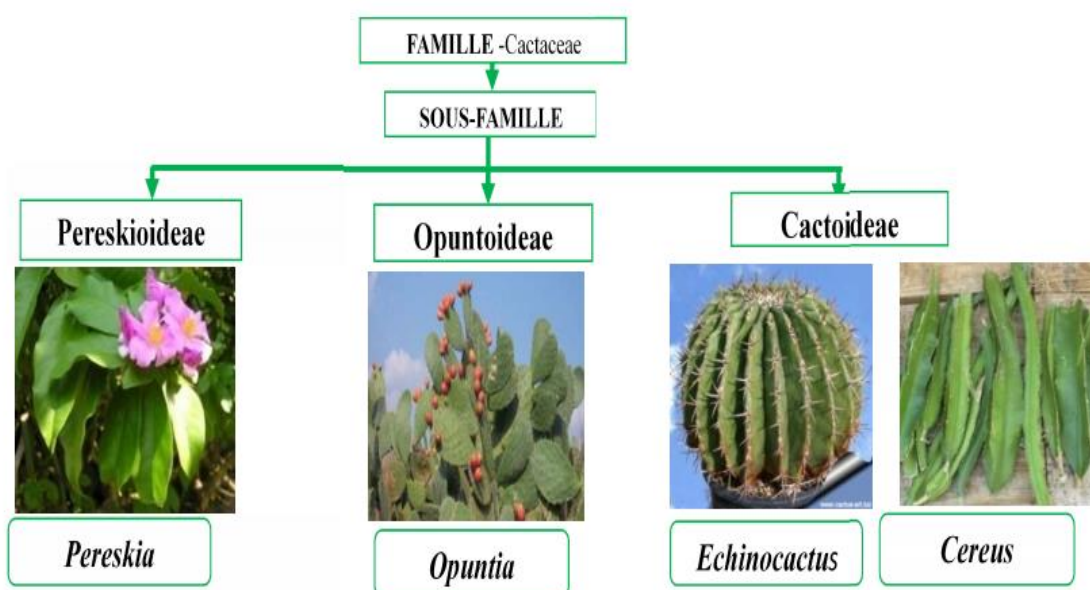


Figure 1.5 : Représentation des différentes familles des cactacées [14].

1.5. Généralité sur l'OFI :

1.5.1. Description D'OFI :

De nombreux auteurs ont élaborés des classifications du genre OFI [15], reporte la classification de cette plante sur le tableau (1.1).

Règne	Plante
Sous-règne	Spermaphyte
Division	Angiosperme
Classe	Dicotylédones
Sous-classe	Caryophyllale
Famille	Cactaceae
Sous-famille	Opuntioideae
Genre	Opuntia
Espèce	Opuntia ficus indica

Tableau (1.1) : La classification d'Opuntia.

Le figuier de barbarie est une plante arborescente qui peut atteindre de 3 à 5 mètres de haut. Son organisation en cladodes, couramment appelés « raquettes », est particulière. Les cladodes sont des tiges modifiées de forme aplatie, de 30 à 40 cm de long, qui remplacent les feuilles dans leur fonction photosynthétique et dont la surface est parsemée d'alvéoles [16].

L'appareil racinaire est superficiel, se concentre dans les 30 premiers centimètres du sol, mais en revanche très étendu [17]. Les fleurs sont à ovaire infère, avec de grandes corolles latérales jaunes, orange ou rouges [14, 18]. Un cladode fertile peut porter jusqu'à une trentaine de fleurs. Ce nombre varie selon la position du cladode sur la plante et les facteurs physiologiques [16].

Ces fleurs donnent naissance aux fruits ; une grosse baie (100 à 150g) ovale ou allongée et charnue, avec une pulpe juteuse, en générale contenant de nombreuses graines (polysémique). La couleur et la forme du fruit sont variables selon les variétés : jaune, rouge, blanche [16] ; [19] ; [20] ; [18].

Les graines sont dures, indigestes, mais riches en vitamines. On en obtient, après préparation, une huile très recherchée et une farine nourrissante [16].

1.5.2 Utilisations :

L'OFI entre dans plusieurs applications et dans différentes domaines [21] :

- La production alimentaire : Fruit, jus de fruit, extraction l'huile des graines ;
- Production d'énergie : Alcool, biomasse fraîche ;
- Usage médical : Fleurs pour les diurétiques, cladodes pour diabète, mucilages ;
- Aliment de bétail : Fourrage, déchets de fruits ;
- Usage agronomique : Fixation du sol, source d'eau complémentaire, brise-vent ;
- Colorants : Bétalanines dans les fruits, acide carminique.

1.6. Méthodes d'extractions du gel de Cactus :

1.6. 1. Extraction conventionnelle (macération/agitation) :

La macération consiste à laisser tremper la matière végétale ou ligneuse dans un solvant organique ou inorganique à température ambiante avec ou sans agitation continue, l'extraction aura lieu par pénétration du solvant dans les cellules, ce phénomène provoquant leur gonflement et la rupture des liaisons moléculaires de faible énergie. Les extractibles sont alors dissouts et diffusent progressivement des cellules vers le solvant [22].

1.6. 2. Les gels :

Les gels de polymère ont attiré une attention considérable ces dernières années. Un gel de polymère est constitué d'un réseau élastique et un dépôt de liquide dans l'espace interstitiel du réseau [23].

Les gels sont des matériaux correspondant à un mélange solide et liquide dans lequel les phases constituantes forment des domaines de dimension si faible que l'ensemble se comporte comme les solides non cristallins. Une telle « ossature » solide pouvant retenir le liquide, peut être formée soit de macromolécules linéaires dans ce cas on a un gel souple soit d'un solide à réseau tridimensionnel dans ce cas on a un gel rigide [24]. En plus de leur caractère de souplesse ou de rigidité, les gels ont le caractère de gonflement. Les gels peuvent gonfler dans un solvant jusqu'à saturation, mais ne se dissout pas, même dans un bon solvant [25].

Quand un polymère linéaire est immergé dans un solvant, les chaînes ont tendance à se disperser et former une solution, en fonction de l'affinité des composants.

La principale différence entre un réseau gonflé et une solution d'un polymère linéaire est que les réseaux sont limités dans leur capacité à se disperser en raison des liens permanents entre les chaînes, comme le montre (la figure I.6). Néanmoins, le réseau essaiera d'étaler autant que possible en absorbant des quantités appropriées de solvant. Cette dilatation entraîne une déformation des chaînes du réseau, qui appelle l'élasticité de la chaîne [26].

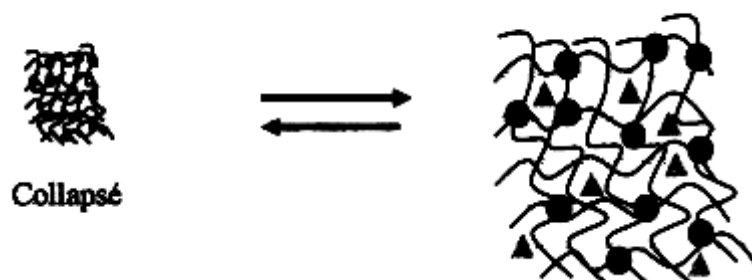


Figure 1.6 : Gonflement de gel et le retrait du solvant [26].

1.6.2. Le Mucilage :

C'est une substance polymérique complexe de nature glucidique, avec une structure fortement ramifiée. Le mucilage est produit dans les cellules du Chlore chyme (partie externe verte de la cladode) et du parenchyme (partie interne blanche de la cladode) et aide le cactus à retenir l'eau. C'est une matière épaisse et gommeuse, possédant des propriétés généralement tensioactives uniques dans l'eau qui lui donne la capacité de précipiter des particules et des ions à partir de solutions aqueuses [28].

1.6.2.1 Composition chimique du mucilage :

La nature glucidique du mucilage se caractérise par des proportions variables de L'arabinose, D-galactose, L-rhamnose, D-xylose et l'acide galacturonique, toutefois des Minéraux tels que le Ca^{2+} et le K^{2+} , les hydrates de carbone et les fibres alimentaires sont aussi retrouvés dans cette structure complexe et ramifiée. La structure du mucilage est proposée sous la forme de deux fractions hydrosolubles distinctes : L'une est une pectine avec des propriétés gélifiantes avec du Ca^{2+} , et l'autre est un mucilage sans propriétés gélifiantes [27].

1.6.2.2 Domaines d'applications du mucilage :

Les Opuntias à tiges aplaties incluent plusieurs espèces (*O. megacantha*, *O. streptacantha*, *O. albicarpa*, *O. amyclaea*, *O. robusta*, *O. hyptiacantha*, et *O. cochenillifera*) importantes sur le plan agronomique qui sont cultivées pour leurs fruits et comme cultures fourragères.

Des utilisations multiples ont été trouvées pour ce composant comme épaississant et émulsifiant alimentaire, adhésif, comme super-plastifiant naturel dans le mortier et comme produit alimentaire [29]. Le mucilage est utilisé comme agent mucoprotecteurs en raison de sa capacité à former un réseau moléculaire et à retenir une quantité importante d'eau [30].

Le mucilage du cactus a été utilisé comme biomatériau durable pour le développement des films comestibles [31]. Il a été aussi utilisé comme bio-coagulant dans le processus d'électrocoagulation-électro flottation afin d'améliorer le rendement d'élimination du trouble et du cuivre en eaux polluées [32].

1.6.3. Caractéristiques et stabilité des gels :

L'inclusion d'un agent gélifiant dans une formulation liquide devrait fournir une matrice solide qui peut être cassée facilement lorsqu'elle est soumise aux forces de cisaillement.

Ces forces de cisaillement peuvent être générées en secouant une bouteille, en serrant un tube ou pendant une application topique.

Le gel présente un faible changement de viscosité sous les variations de température d'utilisation et de stockage normales, cela minimise les changements inacceptables dans les caractéristiques du produit.

De nombreux gels, en particulier ceux de nature polysaccharidique, sont sensibles à la dégradation microbienne. L'incorporation d'un agent de conservation approprié devrait prévenir la contamination et la perte subséquente des caractéristiques du gel en raison de l'attaque microbienne [33].

1.7. Présentation de HEC :

L'hydroxyéthyl cellulose (HEC) est une substance colloïdale non ionique de la famille des éthers de la cellulose, elle peut être utilisée pour plusieurs fonctions, entre autre comme épaississant colloïdal dans la formulation des gels [34].

Le taux de libération du principe actif dans un gel est principalement lié à ses paramètres rhéologiques, en effet la viscosité des formulations joue un rôle important dans le contrôle de la libération du médicament, les formulations à base d'HEC présentent une meilleure libération du PA pour l'administration topique [35].

1.7.1. Caractéristique du HEC :

1.7.1.1 Principe de fonctionnement de HEC :

- **Description :**

Poudre légère et inodore, soluble dans l'eau. Donne une solution claire et variablement visqueuse (viscosité de 3400 à 5000 cps dans une solution à 1%) ; rajouter comme tel à la phase aqueuse ou à de l'eau, concentration de 0.5 à 3%. Aussi soluble dans une solution contenant plus de 60% d'éthanol. Stable dans des pH de 3 à 10 (pH de 6-8.5 dans une solution à 2%). Notre HEC est un polymère spécialement modifiée pour permettre la solubilité dans l'eau, un produit non-ionique obtenu par la réaction de l'oxyde d'éthylène (un composé organique) avec un alcali-cellulose (produit de l'Action de la soude caustique sur la cellulose) [36].

- **Application de HEC :**

Le HEC ; en tant que produit très utiliser dans plusieurs industries comme les revêtements architecturaux, le pétrole, l'encre, la céramique, cosmétique : (Shampoings et revitalisants, gels de douche, crèmes et lotions) ...

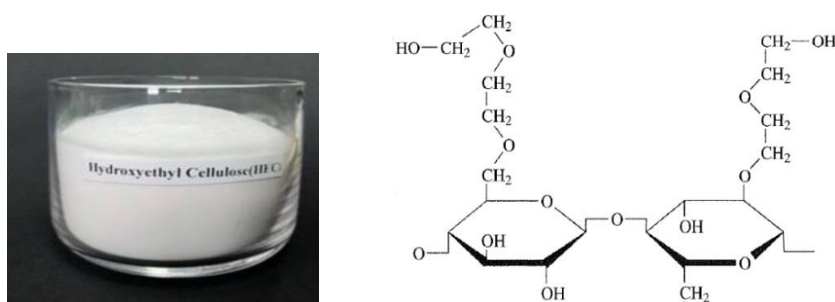


Figure I.7 : La structure chimique du HEC [36].

1.8 Présentation du HPAM :

Le Polyacrylamide partiellement hydrolysé, HPAM, c'est un polymère synthétique linéaire anionique de masse molaire élevée, dont certaines fonctions amide ont été hydrolysées. Il se présente sous forme d'une poudre de granules blanches.

Le HPAM est un poly électrolyte avec des charges négatives sur les groupes carboxylate, ce qui implique une forte interaction entre les chaînes polymères et tout cation présent dans le solvant, en particulier pour des degrés d'hydrolyse plus élevés [37].

- **Applications du HPAM :**

Le HPAM est applicable dans : stabilisation de schiste, viscosités, réduction de frottement, contrôle de perte de fluide, forage, pétrole, gaz, Traitement de l'eau, Fabrication de papier, déshydratation des boues, textile, sucre et jus. Mais la principale application de ce polymère est dans la récupération assistée du pétrole EOR, principalement en raison de sa disponibilité et de son coût relativement faible aussi car il peut ajuster la rhéologie de l'eau remplie, augmenter la viscosité du liquide d'entraînement, améliorer l'onde d'entraînement de l'eau et l'efficacité, réduire la perméabilité de la phase d'eau dans la couche de sol, et permettre à l'eau et à l'huile de circuler à vitesse uniforme [37].

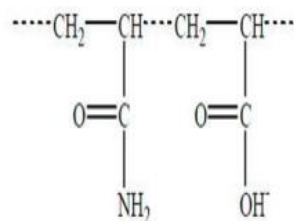
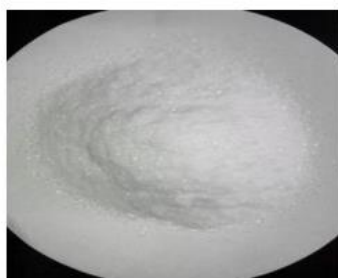


Figure 1.8 : La poudre et la structure chimique du HPAM [37].

1.9. Mélange des polymères :

Le concept de mélanger physiquement deux polymères existants ou plus pour obtenir de nouveaux produits ou pour résoudre un problème qui n'a pas été développé [38]. Cependant, la plupart des polymères de nature chimique différente sont incompatibles et leurs mélanges se présentent sous forme biphasique [39]. Les propriétés d'un mélange polymérique dépendent de sa composition, des propriétés de ses composants, des régimes de mélange et des processus technologiques ainsi que de la compatibilité des mélanges [38].

1.9.1. Intérêt des mélanges de polymères :

Le mélange des polymères donne des matériaux offrent l'opportunité pour l'obtention d'une large gamme de caractéristiques et de propriétés en modifiant seulement la composition des polymères combinés. Il offre aussi des bénéfices économiques ; (c'est une nécessité pour plusieurs polymères techniques, soit pour améliorer leurs processabilité ou leurs résistances au choc). Les objectifs essentiels des matériaux obtenus par l'intermédiaire des mélanges de polymères sont de répondre à plusieurs exigences nécessaires pouvant être liées soit aux produits soit aux producteurs [40].

Les raisons liées à la préparation d'un mélange bien déterminé consistent à :

- Développer un matériau répondant à des exigences précises ;
- Elargir de la performance d'un polymère technique en le mélangeant avec un polymère moins cher ;
- L'amélioration d'une propriété spécifique ;
- L'ajustement de la composition du mélange selon les spécifications du client ;
- Recycler les rebuts industriels. Par ailleurs, les raisons reliées aux producteurs se résument essentiellement en :
 - ✓ Une meilleure transformabilité et uniformité du produit,
 - ✓ La réduction du nombre de grades devant être stockés ou produits et de ce fait, des économies énormes peuvent être faites sur l'espace et le capital investi [40].

1.9.2. Types des mélanges de polymères :

On peut constater que, du point de vue miscibilité et compatibilité, il est possible de diviser les mélanges de polymères en quatre groupes :

✓ **Mélange miscible :**

C'est un mélange de polymère qui se comporte comme un système monophasé à l'échelle moléculaire. Son comportement est celui d'un homopolymère. Ses propriétés varient avec la composition suivant une loi de mélange simple. La miscibilité dépend de la nature des chaînes, de leur longueur, de leur concentration ainsi que de la température de fusion de chacune [41].

✓ **Mélange de polymères partiellement miscible :**

Ce sont les mélanges dont la miscibilité mutuelle correspond seulement à certains rapports [41].

✓ **Mélanges de polymères totalement incompatibles :**

Cette incompatibilité des composants est due soit à la structure chimique complètement différente, comme dans le cas du mélange PVC/PE, soit à la masse molaire relative très élevée. L'incompatibilité des composants provoque la formation d'une structure polyphasique composée de grosses particules ou plutôt de petits domaines ayant une mauvaise adhésion interfaciale. Une telle structure donne généralement des propriétés mécaniques médiocres [42].

✓ **Mélange de polymères compatibles :**

Il s'agit d'un groupe de mélanges de polymères mutuellement non miscibles mais compatibles de telle sorte qu'un malaxage convenable permet de former des structures, dont la taille des domaines de phases miscibles est inférieure aux domaines de phases des Polymères incompatibles. Les propriétés mécaniques, surtout la résistance aux chocs, sont améliorées grâce aux forces d'adhésion interfaciales [43].

✓ **Thermodynamique des mélanges de polymères :**

Il n'existe aucune théorie générale prenant en compte à la fois la polymolécularité, le nombre de constituants du mélange et la structure chimique (homopolymère ou copolymère) des mélanges macromoléculaires. L'analyse est généralement simplifiée dans le cas de deux homopolymères A et B iso moléculaires [44]. La thermodynamique est essentielle pour comprendre le comportement des mélanges de polymères. Le premier problème qui se pose concerne la miscibilité ou non des constituants du mélange. La miscibilité de deux constituants d'un mélange impose (condition nécessaire mais pas suffisante) que la variation d'enthalpie libre du système $\Delta G_{\text{mél}}$ soit négative or on a à la température T (K) considérée [45].

$$\Delta G_{\text{mél}} = \Delta H_{\text{mél}} - T\Delta S_{\text{mél}} \dots \text{eq I.1}$$

L'entropie du mélange $\Delta S_{\text{mél}}$, toujours positive, est donc favorable à la miscibilité. Or $\Delta S_{\text{mél}}$, qui est élevée dans le cas de systèmes binaires simples, est très faible dans le cas de systèmes binaires macromoléculaires. Avec :

$$\Delta S_{\text{mél}} = K \log W \dots \text{eq I.2}$$

W : le nombre de complexions c'est-à-dire nombre des différentes combinaisons possibles pour les composants du système.

K : constante de Boltzman Le terme entropie est d'autant plus faible que les chaînes concernées sont longues et n'est généralement pas suffisant pour compenser les interactions répulsives entre les unités de nature chimique différente. Ces interactions reflètent la nature endothermique du processus de mélange et se traduisent par une $\Delta H_{\text{mél}} > 0$. Dans ces conditions, l'enthalpie libre du mélange est positive, ce qui est favorable à la démixtion du polymère. Toutefois, les mélanges miscibles peuvent être obtenus lorsque les chaînes sont courtes ou lorsque l'enthalpie de mélange n'est que faiblement positive. En revanche, lorsque des liaisons attractives type liaison hydrogène se forment entre des unités de natures chimiques différentes, l'enthalpie libre du mélange est négative. Toutes les conditions sont alors réunies pour que le mélange formé soit homogène.

✓ **Comptabilisation des mélanges de polymères :**

La compatibilité est un processus de modification des propriétés interfaciales dans un mélange de polymère non miscible qui aboutit à la formation des interphases et à la stabilisation de la morphologie, conduisant à la création d'un mélange de polymère [46].

✓ **Objectifs de la comptabilisation :**

Les fonctions essentielles que doit remplir une comptabilisation sont généralement les suivantes :

- 1) La réduction de la tension interfaciale qui constitue le principal obstacle à l'obtention d'un degré de dispersion idéal et conduit à des systèmes instables. La comptabilisation a donc pour rôle d'engendrer une dispersion fine de la phase dispersée dans la matrice polymérique,
- 2) Garantir que la morphologie générée ne soit pas détruite durant les procédés ultérieurs de transformation,

3) Augmenter l'adhésion entre les différentes phases pour un transfert de contraintes très efficace entre elles. Ceci permet de prévenir la rupture catastrophique des défauts initiés au niveau de l'interface.

En fonction de la méthode de comptabilisation choisie et du type de comptabilisant utilisé, chacun des trois objectifs cités ci-dessus peut être plus ou moins bien atteint [47,48].

1.10. Rhéologie des mélanges de polymères :

On retrouve dans la littérature de nombreux exemples de comportement rhéologique des mélanges de polymères. Dans le cas le plus simple, les mélanges immiscibles binaires sont considérés dans le domaine viscoélastique linéaire, c'est-à-dire, à faibles déformations. Les mesures sont généralement faites en mode oscillatoire.

Les viscosités complexes des phases peuvent généralement être adéquatement décrites par un modèle à un temps caractéristique, comme le modèle de Carreau-Yasuda. Les modules dynamiques suivent le comportement typique des fluides de Maxwell.

À basses fréquences, le module élastique G' est proportionnel à ω^2 alors que le module visqueux G'' est proportionnel à ω . Dans le cas des mélanges, les viscosités complexes ne peuvent plus être représentées par les modèles classiques car ils ne comportent qu'un seul temps caractéristique. Dans le cas où les inclusions sont moins visqueuses que la matrice, on observe un épaulement du module élastique G' dans la zone des basses fréquences.

Cette augmentation d'élasticité est attribuée à la déformabilité des gouttelettes [48,49]. En général, dans le cas où les inclusions sont plus visqueuses que la matrice, l'épaulement de G' à basses fréquences n'apparaît pas, confirmant le rôle de la déformabilité des inclusions. Ce type de comportement est décrit adéquatement par le modèle de Palierne. À hautes fréquences, le comportement rhéologique du mélange est directement influencé par les propriétés de la matrice. Les diagrammes Cole-Cole ou les spectres de relaxation permettent de mettre en évidence pour les mélanges l'apparition d'un deuxième mécanisme de relaxation, avec des temps caractéristiques nettement plus longs que ceux des phases [49].

1.11. Rhéologie des polymères :

La rhéologie est la science des déformations et écoulements de la matière, des

Contraintes qui en résultent et des efforts qu'il faut appliquer pour les obtenir [50]. L'objet de la rhéologie est de déterminer les contraintes et les déformations en chaque point d'un milieu [51]. Son domaine d'application couvre l'ensemble des fluides complexes, tels que les polymères, les suspensions colloïdales, les émulsions et les tensioactifs. Il est nécessaire de connaître le comportement de ces matières pour leur mise en œuvre.

1.12 Etude rhéologique :

La rhéologie est une discipline qui traite de l'écoulement, des déformations des matériaux sous l'action de contraintes en fonction de leur vitesse de cisaillement et de leur variation au cours du temps [52]. Elle joue un rôle très important dans les procédés puisqu'elle fournit une caractérisation complète et précise de la structure étudiée, elle permet des corrélations et des interprétations moléculaires ainsi qu'une identification et un suivi de stabilité [53]. Le mouvement laminaire de cisaillement est un mouvement au cours duquel le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes, la déformation du matériau s'effectue par un glissement relatif des différentes couches les unes sur les autres sans transfert de matière entre les couches [52].

1.12.1 Types d'écoulement des fluides :

Il existe plusieurs classes :

✓ Fluides sans contrainte critique :

Ce comportement regroupe les fluides aux comportements rhéofluidifiants et aux comportements rhé épaisissants. Les fluides rhéofluidifiants (ou pseudo plastiques) ont une viscosité qui diminue avec l'augmentation de la contrainte de cisaillement. Tandis que les fluides rhéoépaississants ont une viscosité qui augmente avec l'augmentation de la contrainte de cisaillement [54].

✓ Fluides avec contrainte critique :

Concerne les fluides viscoplastiques. Le comportement plastique de ces fluides se traduit par l'existence d'une contrainte de cisaillement seuil en dessous de laquelle l'écoulement n'est pas favorisé [54].

Il existe deux types de liquides plastiques :

- Liquide plastique idéal (fluide de Bingham) ;
- Liquide non idéal avec un comportement plastique fluidifiant.

✓ **Fluides thixotrope :**

A une vitesse de cisaillement constante les fluides thixotropes ont une viscosité qui diminue avec le temps, ce phénomène est réversible [54]. Ce comportement concerne les corps fluidifiants et les corps plastiques.

✓ **Fluides viscoélastiques :**

Le développement de la viscoélasticité elle permet de décrire les matériaux dont le comportement se situe entre un solide élastique parfait et un fluide visqueux

Chapitre 2 :

Partie Expérimentale

La première partie de ce chapitre représente les différentes analyses effectuées au laboratoire ; la description des différentes étapes d'extraction et de préparation de notre matière première à base des cladodes de cactus (le mucilage d'OFI). En outre, nous décrivons les techniques et les tests effectués et les procédés adoptés pour caractériser, contrôler les propriétés rhéologiques de notre gel. La deuxième partie consacrée à l'exploitation et interprétation des résultats ultérieurs.

Matériel et méthodes :

2.1. Matériels et méthodes utilisés :

2.1.1 Préparation du mucilage de cactus (OFI) :

Les produits issus de cette plante sont multiples, citons l'exemple du mucilage de cactus dont la composition chimique est principalement constituée de polysaccharides de fractions différentes avec différentes méthodes d'extraction. Aussi il y a le jus de cactus qui est produit par homogénéisation du cladode, ou encore la poudre de cactus qui est obtenue par différentes méthodes de séchage. Notre produit est obtenu à partir d'une nouvelle méthode très simple qu'on va aborder par la suite.

2.1.2 Préparation préliminaire de la matière première :

Les cladodes (raquettes) de cactus ou d'*Opuntia ficus-indica*, proviennent de la région de Blida (Nord d'Algérie) plus précisément à Soumaa. La température moyenne de cette zone est de 22 à 24°C. Les mois les plus chauds atteignent 26 à 38°C, et les plus froids, 0 à 7°C. La pluviométrie moyenne est de 500 mm. Les prélèvements des cladodes ont été réalisés durant le mois de Mars 2020.



Figure 2.1 : Localisation Google maps de la région du Blida-Soumaa.

2.1.3 Méthode d'extraction :

La méthode utilisée dans notre étude est la méthode d'extraction par macération à froid. Après avoir enlevé les épines du cactus à l'aide d'un couteau, les cladodes ont été rincés soigneusement avec l'eau du robinet puis avec l'eau distillée, la partie supérieure rigide du cladode a été enlevée pour augmenter la surface de contact de la partie intérieure avec l'eau. Cette dernière a été coupée plus finement en dés de 0.5 à 1cm. Les cladodes sont introduits dans un bûcher de 250ml avec 20ml d'eau distillée. Bûcher est placé dans un agitateur secoueur pendant 3 -5 minutes afin d'extraire le gel.

Le gel est récupéré dans un autre bûcher à l'aide d'un entonnoir Buchner, le gel passe à travers l'entonnoir, quand il arrête de couler, une pression mécanique est exercée au-dessus des petits morceaux de cladodes pour bien extraire le gel. Quand tout le gel est extrait, les petits morceaux de cladodes sont remis dans un bûcher avec 20ml d'eau distillée pour subir une deuxième macération. La même opération est répétée 4-5 fois jusqu'à ce que le gel devienne moins visqueux. A la fin, le gel est récupéré et conservé à 4°C.

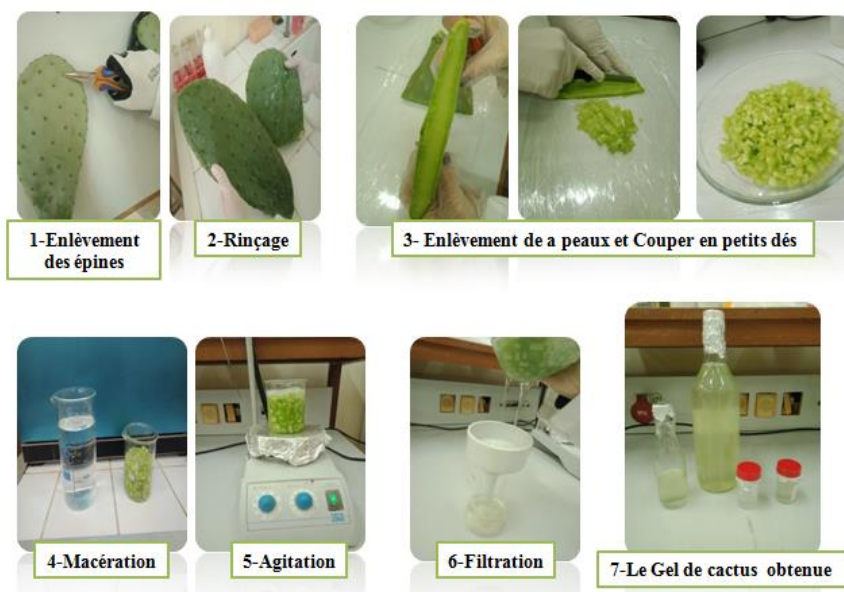


Figure 2.2 : Description des différentes étapes d'extraction du gel de cactus (OFI).

2.1.4 Mélange de gel/HEC :

Des différentes préparations de mélange du gel / HEC pour trois concentrations choisies a été effectuées comme suit :

- En à mélanger 1ml de gel initial avec des concentrations varie ,1ml HEC (0.1 ; 0.05 ; 0.5) pour chaqu'un avec une agitation jusqu'à obtention des solutions homogènes.

2.1.5 Les différentes étapes de la lyophilisation :

La réalisation d'une lyophilisation se déroule en trois étapes : la congélation, la dessiccation primaire et la dessiccation secondaire.

1. La congélation des produits est la première étape de la lyophilisation :

Les produits sont congelés entre -20 °C et -80 °C pour que l'eau se transforme en glace. Cette étape est très délicate car la congélation doit être très rapide pour obtenir une glace sans cristaux. Cela est indispensable pour ne pas dénaturer le produit.

2. La dessiccation primaire est l'étape de la sublimation :

C'est-à-dire le passage de l'état solide à l'état gazeux. Cette étape est réalisée sous vide, c'est-à-dire à très basse pression. Le produit est chauffé pour permettre à la glace dite libre ou interstitielle de se transformer en vapeur d'eau.

3. La dessiccation secondaire est une étape de désorption :

Celle-ci consiste à retirer les molécules d'eau qui restent piégées à la surface du produit. En modifiant légèrement la pression et la température, les molécules d'eau se détachent du produit. Cette étape est également très délicate car elle peut détériorer le produit si elle n'est pas correctement réalisée.

Grâce à cette technique, un produit lyophilisé contient généralement entre 1 et 5 % d'eau [56].

2.1.5.1 Lyophilisation et préparation des solutions :

- Préparation de 8 boîtes du gel initial de 30 ml ;
- La quantité du gel récupérée après lyophilisation $m_{(\text{gel lyo})} = 0.974\text{ g}$;
- Mettre cette quantité dans 10ml d'eau distillé avec agitation ;
- Après préparation de différente solution à différente C (1, 2,2.6) g dans 10 ml d'eau ;
- Une quantité des solutions préparée ont était prise pour faire trois différentes dilution de 1ml de chaqu'un dans 1ml d'eau ;
- Des tests ont était effectuée pour tous ces derniers.

2.1.6 Préparations des solutions pour les tests de tensiomètre :

On a préparé six échantillons de quantité variée du gel de 0.5 jusqu'à 3 g diluée dans 50 ml d'eau ; avec une agitation ensuite les mètres dans un bêcher pour commencer le test pour le but de mesuré la tension superficielle de chaque solution.

2.1.7 Analyse du gel dans l'IR :

La préparation des pastilles avec le KBr, en prenant une quantité de KBr poudre et le tamisé à l'aide d'un mortier, ensuite prendre une quantité puis la mettre dans la presse avec une pression très haute pour la compressé pour obtenir des pastilles et commencer l'analyse d'IR pour chaque produit citer si dessous :

- Gel initial
- Gel lyophilisé
- Gel à 60°
- Gel 80°
- HPAM 0.05/gel initial
- HPAM 0.05

2.1.2 Caractérisation rhéologiques :

2.1.2.1 Appareillage utilisés :

• Le Rhéomètre :

L'étude rhéologique est réalisée à l'aide d'un rhéomètre de marque Anton Paar MCR302 piloté par le logiciel Rheosolve US 200 du Laboratoire d'Analyse Fonctionnelle des Procédés Chimiques de l'Université Saad Dahlab – Blida. La géométrie utilisée est Cône-Plan, avec un diamètre de 25mm et un entrefer de 1mm. Toutes les mesures ont été réalisées à une température de 20°C. Toutes les analyses ont été effectuées après 24h de leur formulation. L'étude de la courbe d'écoulement a été réalisée pour les 11 formules de la matrice. Le test de la viscoélasticité a été réalisé uniquement pour le produit fini, le module élastique (de conservation) G' et le module de perte G'' ont été déterminés.



Figure 2.3 : rhéomètre de marque Anton Paar MCR302 piloté par le logiciel Rheosolve US

200

Un rhéomètre est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide, qui est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte extérieure. Il applique un cisaillement à l'échantillon. Généralement de faible dimension caractéristique (très faible inertie mécanique du rotor), il permet d'étudier fondamentalement les propriétés d'écoulement d'un liquide, d'une suspension d'une pâte, etc., en réponse à une force appliquée.

Il existe plusieurs géométries de rhéomètre, on peut citer les trois types les plus utilisés dans la pratique :

➤ Géométrie plan-plan :

Cette géométrie est composée de deux disques coaxiaux en rotation relative (Figure 2.4). En général, le disque supérieur est mobile alors que le disque inférieur est fixe. Le principal avantage de cette géométrie est que la mise en place requiert une faible quantité de fluide à mesurer et un nettoyage aisé. De plus, on peut régler l'entrefer (espace entre les deux disques) de cette géométrie à l'épaisseur souhaitée. Cela permet donc de tester des matériaux contenant des particules de tailles diverses [57].

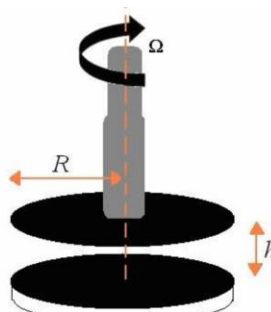


Figure 2.4 : La géométrie ' Plan-plan'.

➤ Géométrie cône-plan :

Cette géométrie est constituée d'un plan et d'un cône tronqué coaxiaux en rotation relative (Figure 2.5). Le plus souvent, le cône tronqué est mobile alors que le plan reste fixe. La vitesse locale d'un point du cône situé à une distance r de l'axe vaut [58].

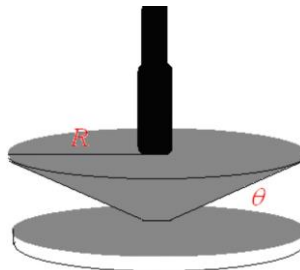


Figure 2.5 : La représentation de la géométrie 'Cône-plan'.

➤ Géométrie à cylindres coaxiaux :

Le rhéomètre de Couette est adapté aux échantillons fluides : le cylindre intérieur offre une grande surface de contact, pour augmenter le couple résistant et donc la sensibilité (figure II.6). L'inertie mécanique est élevée (à vitesse élevée, des instabilités peuvent apparaître, ce qui limite la gamme de taux de cisaillement accessible).

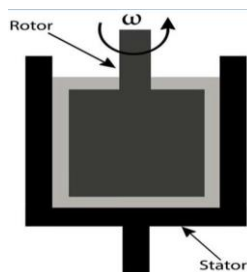


Figure 2.6 : Représentation de la géométrie 'cylindres coaxiaux'.

Dans notre travail, l'étude du comportement rhéologique est réalisée à l'aide d'un rhéomètre rotatif Rhéomètre « ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302 » (figure II.4) muni d'un système de mesure de type « plan-plan » de 8 mm de diamètre. Le rhéomètre est relié à un thermostat, où la température est fixée à 25°C. Ce rhéomètre est piloté par un microordinateur qui permet la commande, la saisie et l'analyse des résultats d'étude.

2.1.2.2 Tensiomètre :

Tensiomètre de surface motorisé Gibertini DCA400 : le tensiomètre de surface Gibertini DCA400 est destiné aux applications courantes en contrôle qualité. Un élévateur motorisé permet un positionnement optimisé et plus reproductible du cristalliseur. La tension de surface est déterminée par la valeur maximale de la force mesurée au moment du contact entre l'échantillon et l'anneau Du Nouy ou lame de Wilhelmy. Un logiciel permet la détermination automatique de la tension de surface. Une plage de mesure étendue jusqu'à 500mN/m permet des contrôles variés dans le domaine des bains de traitement de surface, des tensioactifs etc... En option, un récipient à double enveloppe permet des mesures à température contrôlée [59].



Figure 2.7: Tensiomètre de surface motorisé Gibertini DCA400.

- **Méthode de la plaque selon Wilhelmy :**

Elle évalue la force agissant sur une plaque mouillable qui est immergée verticalement dans le liquide.

Une plaque de Wilhelmy est une mince plaque de quelques cm², faite de papier filtre, de verre ou de platine ayant subi, éventuellement, un traitement de surface pour une mouillabilité optimale. En fait, le matériau utilisé n'a pas d'importance tant qu'il reste inerte et qu'il est mouillable par le liquide⁴. En revanche, il est essentiel que la surface soit absolument exempte de toute souillure et donc être soit à usage unique, soit facile à nettoyer avec les oxydants les plus forts comme l'acide sulfochromique, d'où le choix du platine comme métal. La force exercée sur la plaque est mesurée par une microbalance qui fournit la valeur de la tension superficielle, γ (gamma), grâce à l'équation de Wilhelmy [59].

Elle permet d'étudier les interactions entre les premières monocouches d'une surface d'une solution aqueuse, en supposant qu'il n'existe ni diffusion, ni attaque chimique Ici l'angle

de contact statique θ entre la tangente et la surface et on mesure en utilisant deux liquides de caractères polaires différents : l'eau distillé qui est un liquide polaire et le gel de cactus extrait considéré comme apolaire à différents pourcentages. On déduit la relation de Wilhelmy plate suivante :

$$g\Delta m = 2\gamma l$$

g = constante gravitationnelle [N/kg]

Δm = différence de masse du plateau [kg]

γ = tension de surface [N/m]

l = largeur du plateau [m]

Lorsque des molécules ou des ions sont introduits dans un liquide, ils s'accumulent à la surface ce qui diminue la tension de surface. La quantité d'espèces absorbée est estimée avec la relation de Gibbs :

$$\Gamma = - \frac{1}{RT} \left(\frac{\partial \gamma}{\partial \ln c} \right)_T$$

R = constante des gaz parfaits [kg*m² / s² *mol*K]

T = température absolue [K]

c = concentration [mol/L]

γ = tension de surface [N/m]

2.1.2.3 Spectrophotomètre Infrarouge à transformateur de Fourier :

La Spectroscopie Infrarouge (IR) exploite l'aptitude des molécules à convertir l'énergie associée aux rayonnements électromagnétiques de l'infrarouge (IR) en énergie vibrationnelle ce qui permet de déterminer la nature de certaines liaisons interatomiques dans une molécule, mais aussi l'identification des groupements fonctionnels dans un produit de composition inconnue.

La spectrométrie infrarouge permet ainsi d'obtenir des informations détaillées sur :

- La structure chimique des macromolécules et la composition du polymère : identification de l'unité de base, des ramifications, analyse des extrémités de chaînes,

détermination de la nature et de la concentration des additifs, des défauts de structure, des impuretés...

- Les interactions intra- ou intermoléculaires, la conformation des chaînes, la cristallinité du polymère, l'orientation des macromolécules.

La spectrométrie infrarouge est également un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitements chimiques, de dégradations ou de vieillissements de diverses origines.

2.1.4 La lyophilisation :

Anciennement nommée cryodessiccation, la lyophilisation est un procédé dont les bases existent depuis le début du XXe siècle. On doit cette technique aux travaux de deux Français : Arsène d'Arsonval et Frédéric Bordas. La lyophilisation est définie comme la dessiccation d'un produit surgelé, réalisée par sublimation. En termes moins techniques, la lyophilisation consiste à retirer la quantité maximale d'eau d'un produit.

Cette dernière est effectuée par sublimation, c'est-à-dire que l'eau passe d'un état solide à un état gazeux, sans passer par l'état liquide. Bien que cette technique puisse intervenir naturellement, elle nécessite des conditions très spécifiques qui sont créées grâce à l'utilisation d'un lyophilisateur. Ce dernier nécessite plusieurs étapes bien précises.

La technique de lyophilisation présente certains avantages par rapport à d'autres techniques comme le séchage. En effet, la lyophilisation permet de conserver le volume, l'aspect et les propriétés d'un produit. Dans l'industrie agro-alimentaire, un produit lyophilisé peut ainsi conserver ses bienfaits. Néanmoins, la technique de lyophilisation est une technique très délicate, comme évoqué précédemment.

Compte tenu de ses avantages, la lyophilisation est utilisée dans de nombreux secteurs d'activité dont l'industrie pharmaceutique, le domaine de l'archéologie, ainsi que dans l'industrie agro-alimentaire [56].

2.1.5 Analyses Rhéologique effectuées :

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique du gel de cactus. Le test qui porte notre intérêt et celui des courbes d'écoulement en régime continu sous cisaillement variable, se traduisant par la viscosité apparente, en fonction de la vitesse de cisaillement (taux de cisaillement) de notre produit.

D'une autre part, dans le but d'étudier l'influence de la température sur la viscosité, on a fait varier la température dans une plage de 20 à 80°C, Afin d'obtenir le rhéogramme de la viscosité en fonction de la température. Pour le traitement de modélisation des courbes d'écoulement l'utilisation d'un logiciel est indispensable.

2.1.5.1 Test d'écoulement :

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique des essais de la matrice d'expériences. Tout fluide possède sa propre courbe d'écoulement et un modèle rhéologique auquel il obéit. Pour l'obtention des courbes d'écoulement, on fait varier la vitesse de cisaillement par pas logarithmique de 0,0001 à 1000 s⁻¹, avec un nombre de point de mesure de 30, et un temps de mesure pour chaque point suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre, auquel la viscosité enregistre un palier se traduisant par un équilibre dynamique des deux cinétiques antagonistes de déstructuration – restructuration.

La modélisation du comportement consiste à chercher un modèle rhéologique existant ou de développer un modèle qui exprime au mieux les résultats expérimentaux et le phénomène réel. D'après le test d'écoulement, on peut dégager les paramètres rhéologiques par ajustement des rhéogramme à des modèles rhéologiques usuels tel que :

- Modèle de Cross [60], Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [61], tient compte des limites du comportement rhéologique [61, 62]. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par « η_0 » (Pa.s). Le modèle de Cross s'écrit (eq II.1) :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n} \quad \dots \text{eq II.1}$$

D'où λ et n sont des constantes λ est un temps caractéristique de relaxation.

η_0 et η_{∞} sont les viscosités respectives à cisaillement nul et infini.

- Modèle de Carreau [63]: à des faibles taux de cisaillement les polymères ont un comportement newtonien, donc la viscosité est indépendante du taux de cisaillement. Carreau a développé un modèle qui représente complètement la courbe de viscosité et qui prend en charge ce plateau, son modèle s'écrit par (eq II.2) :

$$\eta = \eta_0 [1 + (\lambda \dot{\gamma})^2]^{\frac{n-1}{2}} \quad \text{.....eq II.2}$$

η_0 : viscosité à cisaillement nul.

λ : constante de temps.

n : indice de la loi de puissance.

- Modèle de Casson [64] : Dans le cas particulier des fluides rhéofluidifiant avec seuil d'écoulement, il est possible d'utiliser l'équation de Casson. Ces fluides présentent un comportement plastique fluidifiant avec, généralement, une « région newtonienne » pour des vitesses de déformation élevées.

$$\sqrt{\tau} = \tau_c + \sqrt{\eta_c \cdot \dot{\gamma}} \quad \text{.....eq II.3}$$

Où τ_c est le seuil de Casson et η_c la viscosité de Casson.

2.1.5.2 Viscoélasticité :

La viscoélasticité est la caractéristique la plus importante des produits semi-solides tels que les gels, elle traduit un comportement intermédiaire entre le comportement d'un solide élastique et celui d'un fluide visqueux [6] [65]. Les propriétés viscoélastiques linéaires et dynamiques ont été déterminées par des essais de balayage de déformation à une fréquence de 1 Hz, dans une plage de déformation 0,001- 1000%. La valeur de G' est une mesure de l'énergie de déformation stockée dans l'échantillon pendant le cisaillement, elle représente le comportement élastique. Alors que la valeur de G'' est une mesure de l'énergie de déformation utilisée dans le matériau pendant le cisaillement, et perdue par la suite. Cette énergie est employée pendant le processus de changement de structure. Ainsi, G'' représente le comportement visqueux [17] [66]. Un gel est considérée stable si le module de conservation G' est supérieur au module de perte G'' sous l'effet d'une contrainte croissante, jusqu'à atteindre le point d'intersection des deux courbes appelé « point gel » à partir duquel les deux modules s'inversent indiquant une prédominance liquide [18] [67].

2.1.5.3 Rampe de Température :

Le teste de rampe de température serve à étudier l'influence de la température sur notre produit en la réalise à l'aide de rhéomètre en choisissant une variation de la température dépend notre étude. Après un certain temps en aura un rhéogramme de la $T^{\circ}=f(G' ; G'')$. Une étude de l'effet de la température sur les modules de conservation G' est le module de perte G'' a été effectué pour un taux de déformation assez faible dans le domaine linéaire.

2.2 Résultats et discussions :

2.2.1 Aspect physique du gel :

Notre produit obtenu par extraction des cladodes de cactus d'OFI (gel initial) est sous forme d'un liquide transparent sans odeur avec un aspect visqueux, ressemblant à des gels chimiques (ou blanc d'œuf). Il a été remarqué que le gel soumis à l'action d'un agitateur mécanique remonte au long de la tige au lieu qui soit plaqué sur les côtés, ce qui constitue de ce gel un bon exemple d'application de l'effet de weissenberg.

La mesure du potentiel d'hydrogène à température constante de 25°C montre un pH plutôt acide de 4.8.

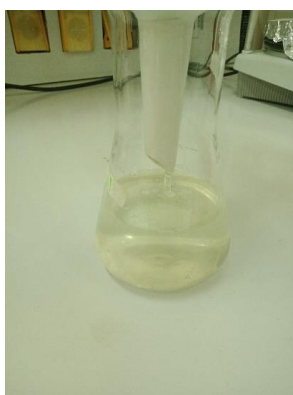


Figure 2.8 : Aspect physique du gel extrait.

2.2.2 Déshydratation du gel :

La déshydratation du gel a été effectuée dans un premier temps par l'élimination de l'eau à l'aide d'un rota vapeur à $T=60^{\circ}\text{C}$ afin d'éviter la dégradation du polymère. Puis une lyophilisation du gel extrait était nécessaire pour la suite du travail.

2.2.3 Caractérisation rhéologique :

Plusieurs tests et méthodes d'analyse sont utilisés pour optimiser les propriétés du polymère. Les polymères montrent un comportement rhéologique qui doit être pris en compte lors de l'utilisation ou la production de ces types de matières, comme la viscosité du produit fondu, la fluidité, les propriétés viscoélastiques.

2.2.3.1 Rhéologie en écoulement :

Une caractérisation des trois gels par une étude rhéologique en écoulement a été effectuée en faisant varier la vitesse de cisaillement de 0,0001 à 1000 s⁻¹, avec un nombre de point de mesure de 30 et un temps de mesure pour chaque point suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre. Les résultats sont représentés sur la figure 2.9.

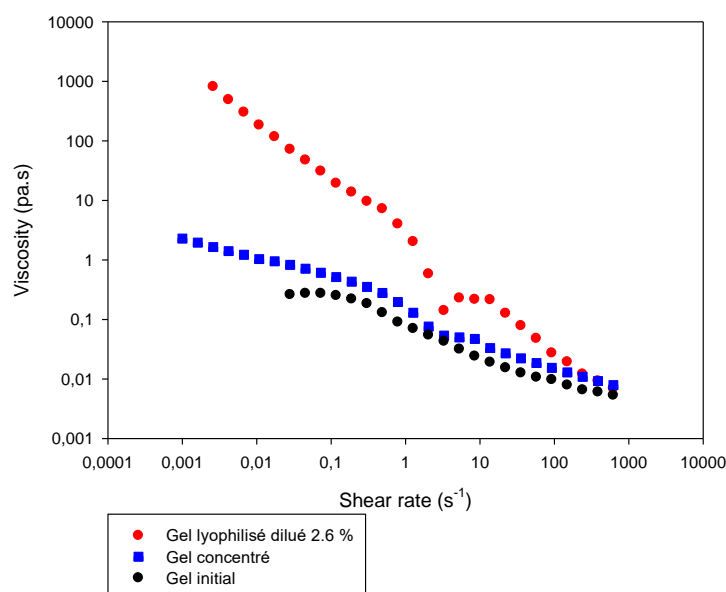


Figure 2.9: Etude rhéologique en écoulement des gels.

On Remarque que la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente et ce pour les trois gels, ce qui laisse supposer que les forces de répulsion de cisaillement deviennent importantes si bien que les macromolécules se dispersent et s'alignent partiellement suivant le sens de l'écoulement affaiblissant de ce fait leur résistance à cet écoulement, dans ce cas le fluide présente un comportement rhéofluidifiant. Ni au moins il est a souligné que le gel initial à faible taux de cisaillement (< 0,5 s⁻¹) présente un plateau avec un comportement newtonien.

Bien que la loi de puissance $\tau = k \gamma^n$ permette de résoudre un bon nombre de problèmes d'écoulement de fluides non-Newtoniens, d'après les courbes d'écoulement dont nous disposons, cette loi ne convient pas [68]. Elle décrit très mal le comportement à faible taux de cisaillement, et les paramètres k et n , n'ont pas d'interprétation claire en termes de paramètres microscopiques tels que la masse molaire. La détermination de la

viscosité initiale de chaque gel a été effectuée dans ce cas par les modèles de Casson et Cross dont les équations définies précédemment. Les résultats sont regroupés sur le tableau 2.1.

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa)	μ^∞ (Pa)	k	n	R	R^2 (%)
Gel lyophilisé diluée 2.6g/10	939,1845	0,002412	382,0435	0,992675	0.9929	0.9860
Gel Concentré à 60°C	449,7908	0,003056	431,2941	1,068113	0.9954	99.08
Gel initial	0,386423	0,004610	5,918392	0,728779	0.9964	99.29

Tableau 2.1 : Résultat obtenu par la modélisation des gels (initial, concentré et lyophilisé).

Les résultats du tableau 2.1 nous permettent de remarquer que les facteurs de corrélation sont très proches de 1, ce qui permet de dire que les modèles pris représentent bien nos courbes.

Il est à constater que les valeurs de la viscosité des différents gels varient, alors que le gel lyophilisé présente la plus grande valeur 939,1845 Pa, le gel concentré et le gel initial prennent des valeurs de 449,79 et 0,386423 Pa respectivement.

Ces résultats vont dans le sens de nos attentes, les viscosités croissent du gel initial, gel concentré et lyophilisé respectivement.

2.2.3.2 Étude de la viscoélasticité des gels :

En pratique, lorsqu'on impose une contrainte à un matériau, on constate qu'il se comporte comme un solide élastique sur un temps assez court. Si on maintient la sollicitation, il finit par s'écouler indéfiniment comme un liquide. De tel comportement sont connus par la viscoélasticité.

Les courbes expriment le comportement viscoélastique des différents gels (initial, concentré et lyophilisé) sont regroupées dans la figure 2.10

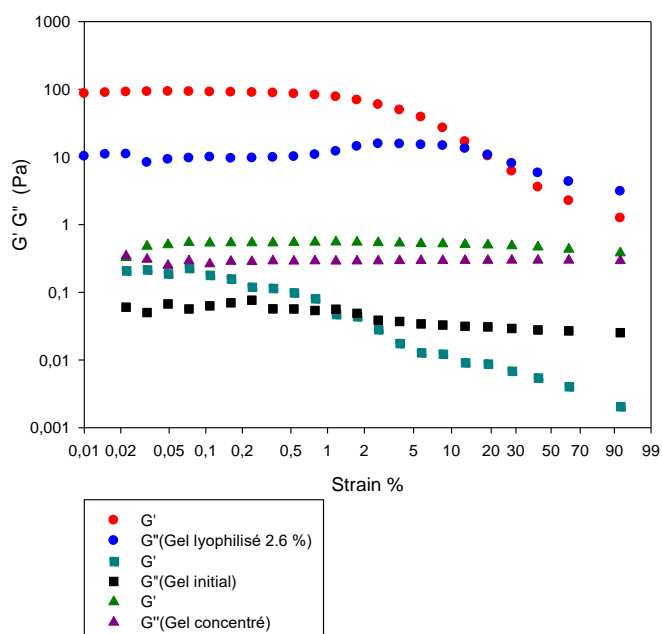


Figure 2.10: Les graphs de la viscoélasticité des gels (initial, concentré et lyophilisé).

On remarque que pour les trois gels, Les modules de conservation G' et de perte G'' sont indépendants de la contrainte de cisaillement, le comportement solide l'emporte sur le comportement liquide. Il est à souligner que le caractère solide est plus prononcé pour le gel lyophilisé. Les gels finissent par s'écouler indéfiniment comme un liquide à des points de déformation différents. Alors que pour le gel initial, elle se fait au début à $\gamma=1.17\%$. Le point gel se manifeste à 94% et 18.9% pour les gels concentré et lyophilisé respectivement.

Notons que les valeurs de point gels sont des critères importants pour les applications industrielles.

2.2.4 Détermination de la concentration du gel initial :

Afin de déterminer la concentration du gel initial (extrait à partir des cladodes de cactus) on a réalisé des dilutions du gel lyophilisé entre 0,5%, 1% et 2,6%. Les résultats de l'étude rhéologique en écoulement sont regroupés sur la figure 2.11.

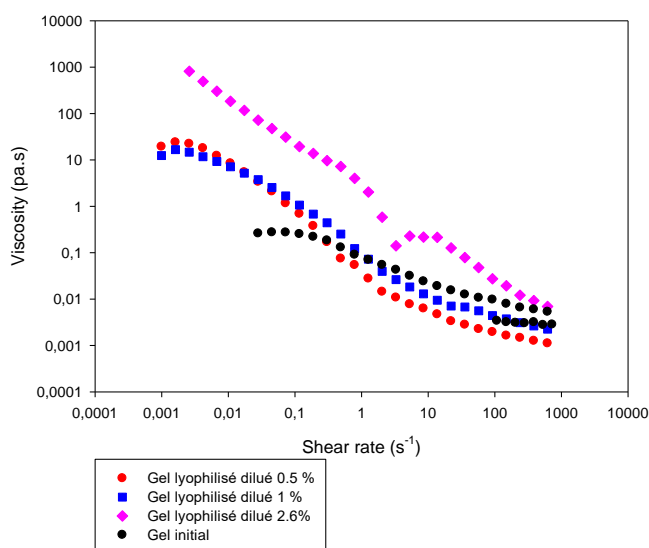


Figure 2.11 : Variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement des gels (initial, et lyophilisé à différentes concentration).

On remarque d'après le graphe 2.11 que les gels à différentes concentrations suivent un même comportement rhéofluidifiant. On note aussi que les gels à faible viscosité présentent un plateau aux faibles taux de cisaillement ($< 0,05 \text{ s}^{-1}$ pour les concentrations 0,6 et 1%, $< .1 \text{ s}^{-1}$ pour le gel initial)

La détermination de la viscosité des gels (lyophilisé et initial) a été réalisé à l'aide de modèles mathématiques (casson, cross, carreau), les valeurs de la viscosité initial sont représentées dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Valeurs de la viscosité au repos des gels lyophilisé et initial.

Facteurs	μ_0 (Pa.s)	μ_∞ (Pa.s)	k	n	R	R^2 (%)
Solutions						
Gel lyophilisé diluée 2.6%	939,1845	0,002412	382,0435	0,992675	0.9929	0.9860
Gel lyophilisé dilué 1%	16,38058	0,002544	111,6634	1,075248	0.9994	99.88
Gel lyophilisé diluée 0.5 %	13,03612	0,001447	1978,651	0,871482	0.9926	98.528
Gel initial	0,386423	0,00461	5,91839	0,72877	0.9954	99.08

On remarque que les valeurs de la viscosité suivent la concentration du gel, ou la valeur du gel le plus concentré est de 939 Pa.s. La détermination de concentration du gel initial se fait par comparaison de la viscosité avec les différentes concentrations du gel lyophilisé, on peut constater que la concentration de ce gel est beaucoup plus petite que le gel lyophilisé dilué à 0.5%.

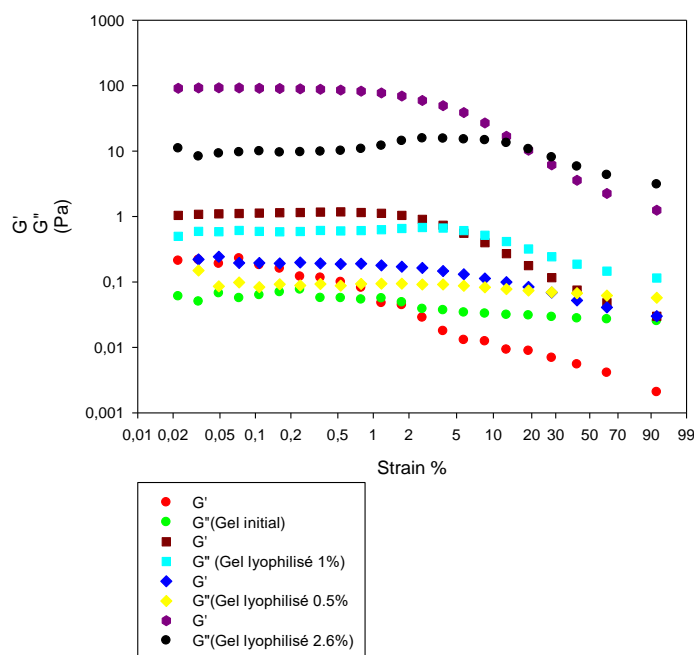


Figure 2.12 : Etude de la viscoélasticité du gel initial et des gels lyophilisés à différentes concentrations.

Le graphique de la figure 2.12 permet de visualiser le comportement des quatre gels, d'où on constate que G'' est supérieur à G' et que l'écart entre G' et G'' est beaucoup plus élevé pour les grandes concentrations.

2.2.5 Etude rhéologique de polymères commerciaux :

Une brève comparaison a été effectuée entre le gel extrait d'OFI et deux polymères commerciaux, un synthétisé (HPAM) et un biopolymère (HEC), une étude du comportement rhéologique en écoulement et de la viscoélasticité de chaque polymère seul puis leurs mélanges avec le gel extrait (gel initial) ont fait l'objet de cette partie.

a. Hydroxyéthyl cellulose :

L'étude rhéologique en écoulement des différentes concentrations en HEC a été effectuée en faisant varier le taux de cisaillement de 0.001s^{-1} à 1000s^{-1} , les résultats sont représentés sur les graphes de la figure 2.13 représentant la viscosité en Pa.s en fonction du taux de cisaillement.

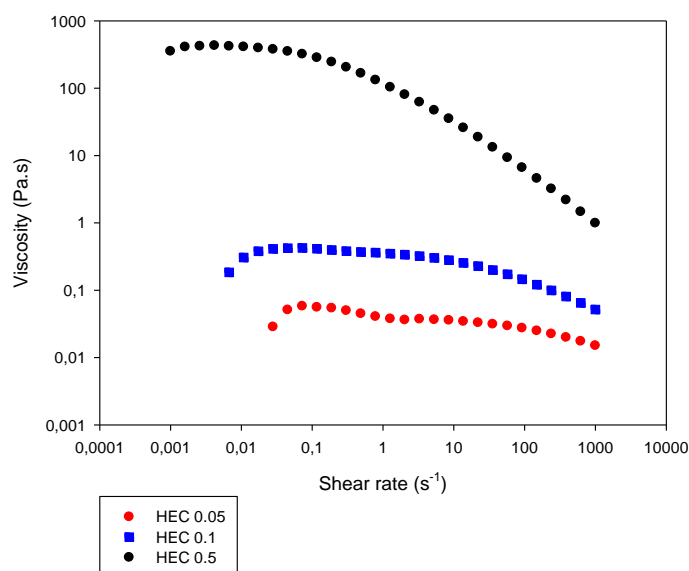


Figure 2.13 : Etude rhéologique des gels HEC à différentes concentrations.

Les courbes rhéologiques en écoulement du HEC à différentes concentrations nous permettent de constater que pour les faibles concentrations (0.05, 0.1%) les courbes présentent une viscosité quasi constante, ceci correspond à un comportement Newtonien auquel cas les macromolécules du biopolymère sont soumises partiellement aux interactions d'attraction notamment de Van Der Waals et d'hydrogène et répulsives de cisaillement. Alors que pour le HEC à 0,5% la courbe présente deux régions ; à faible taux de cisaillement ($< 0.5\text{s}^{-1}$) le comportement est newtonien au-delà le comportement devient rhéofluidifiant. Ce comportement typique des solutions de polymère s'explique par un désenchevêtrement et un alignement partiel des chaînes de polymère sous l'effet de cisaillement.

La détermination des viscosités à partir des modèles mathématiques de cross, casson et carreau. Les résultats sont regroupés sur le tableau 2.3

Tableau 2.3 : Résultat obtenu par la modélisation du gel HEC a différentes concentrations.

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ_{∞} (Pa.s)	k	n	R	R^2 (%)
HEC 0.05%	0,046992	0,192203	0,035176	0,035011	0,9751	95,08
HEC 0.1%	0,388886	0,009036	0,027448	0,622627	0,9997	99,95
HEC 0.5%	426.15	447,8485	4,130482	0,697896	0,9991	99,81

Les valeurs des viscosités montrent la différence entre les trois concentrations du HEC. Plus la concentration augmente et plus la viscosité à une concentration donnée augmente. Les valeurs de la viscosité expriment probablement les trois domaines différents. De Gennes et al [69] expliquent qu'on solution diluée ($c \ll c^*$), chaque macromolécule est considérée comme isolée et les interactions entre le polymère et le solvant sont prépondérantes. Les interactions entre chaînes de polymères sont minimisées et la macromolécule s'étend au maximum (Figure 2.14). En revanche, pour des solutions plus concentrées, des enchevêtrements de molécules apparaissent et les interactions polymère-polymère deviennent prédominantes. Dans ce cas, la solution est dite semi-diluée et la concentration est supérieure à c^* .

L'étude du comportement viscoélastique du HEC a été effectuée à une fréquence constante de 1Hz, les résultats expriment les modules de conservation G' et de perte G'' en fonction du taux de déformation, elle représentés sur la figure 2.14.

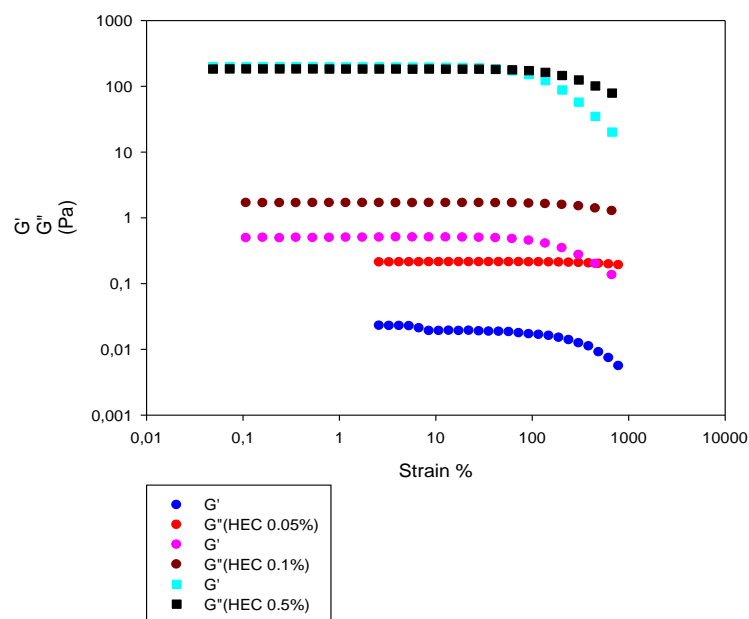


Figure 2.14 : Etude de la viscoélasticité du gel HEC à différentes concentrations.

La figure 2.14 représente les deux modules de conservation G' et de perte G'' , en fonction de la taux de déformation pour les trois différentes concentrations de HEC (0.5%, 0.05%, 0.1%), où on observe que G'' est supérieur à G' pour les HEC 0.1% et HEC 0.05% ce qui indique un comportement plutôt visqueux, tandis que pour le cas du HEC 0.5%, les valeurs de G' et de G'' sont presque comparable, ce qui signifie que ce gel se comporte comme un solide viscoélastique dont la structure présente une certaine rigidité et donc une certaine forme de stabilité, Jusqu'à atteindre le point d'intersection des deux courbes appelé « point gel » à partir duquel les deux modules s'inverse indiquant une prédominance liquide.

Pour les concentrations 0,05% et 1% le point d'intersection des courbes G' et G'' n'est pas accessible à la mesure. Il se situe à des fréquences plus élevées que dans le cas de HEC 0,5%, ce qui correspond à des temps de relaxation plus courts.

b. HPAM :

Il est bien établi que beaucoup de polymère montrent un comportement non Newtonien, Les propriétés prédominantes et les valeurs des paramètres rhéologiques dépendent de la contrainte et de la durée de l'application de la contrainte. Le comportement rhéologique des solutions de HPAM à différentes concentrations sont

présentés par les courbes des viscosités en fonction des taux cisaillements sur la figure 2.15.

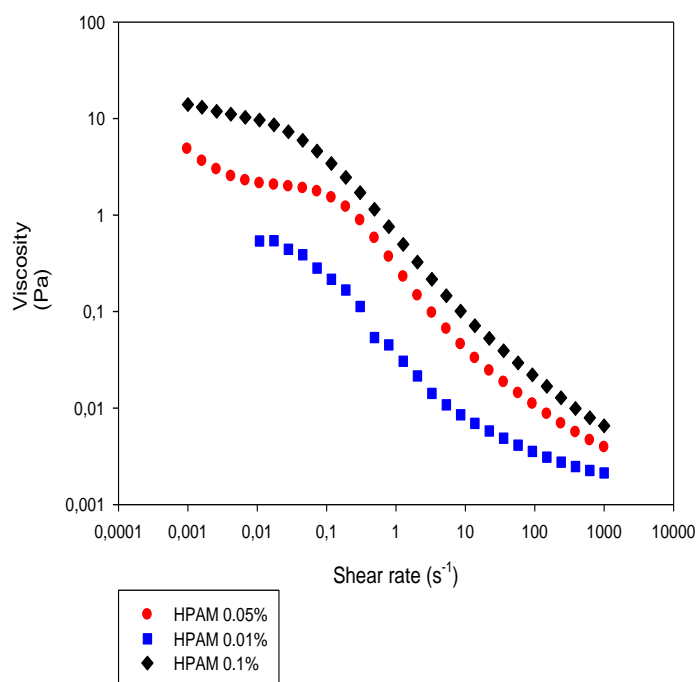


Figure 2.15 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du polymère HPAM à différentes concentrations.

Sur la figure 2.15, on remarque que les trois concentrations du polymère se comportent de la même façon, à faible vitesse de cisaillement ($< 1 \text{ s}^{-1}$) le comportement des solutions HPAM présente un plateau exprimant un comportement newtonien, ce qui se traduit par le fait qu'à une telle vitesse de cisaillement les macromolécules sont indéformables donnant une viscosité constante. Au-delà de 1 s^{-1} une chute de la viscosité donnant aux solutions un comportement plutôt rhéofluidifiant.

Bouldin [70] À des forts taux de cisaillement, la viscosité apparente diminue en fonction de la contrainte de cisaillement ce qui laisse supposer que les forces de répulsion de cisaillement deviennent importantes si bien que les macromolécules se dispersent et s'alignent partiellement suivant le sens de l'écoulement affaiblissant de ce fait leur résistance à cet écoulement, dans ce cas le fluide est rhéofluidifiant.

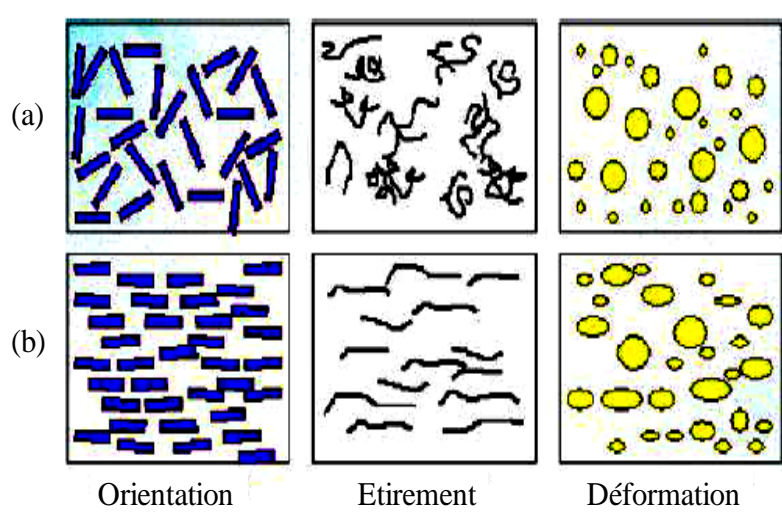


Figure 2.16: Schéma d'état de la matière en solution (a) avant et (b) après cisaillement.

La détermination de la viscosité des trois solutions d'HPAM a été effectuée par les modèles mathématiques précédemment définies, les résultats sont regroupés sur le tableau 2.4.

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ_{∞} (Pa.s)	k	n	R
HPAM 0.01%	0,558574	0,002447	17,72554	0,911178	0,964
HPAM 0.05%	2,930128	0,003912	11,56271	0,897852	0,9457
HPAM 0.1%	13,80421	0,005636	34,66051	0,857267	0,998

Tableau 2.4: Les résultats de modélisations de HPAM des concentrations différentes (0.01 ; 0.05 ; 0.1 %).

Les valeurs de la viscosité présentés dans le tableau 2.4 permettent de voir que cette dernière augmente lors que la concentration augment, il est a remarqué que cette augmentation est importante lorsque la concentration passe de 0,05% à 0,1%. Cette croissance de la viscosité indique que le nombre d'agrégats formés devient important ou encore que les agrégats sont plus volumineux lorsque la concentration du polymère augmente.

L'étude du comportement viscoélastique à une fréquence constante de 1Hz représenté sur les courbes par les modules de conservation G' et de perte G'' en fonction du taux de déformation, elle représentés sur la figure 2.17.

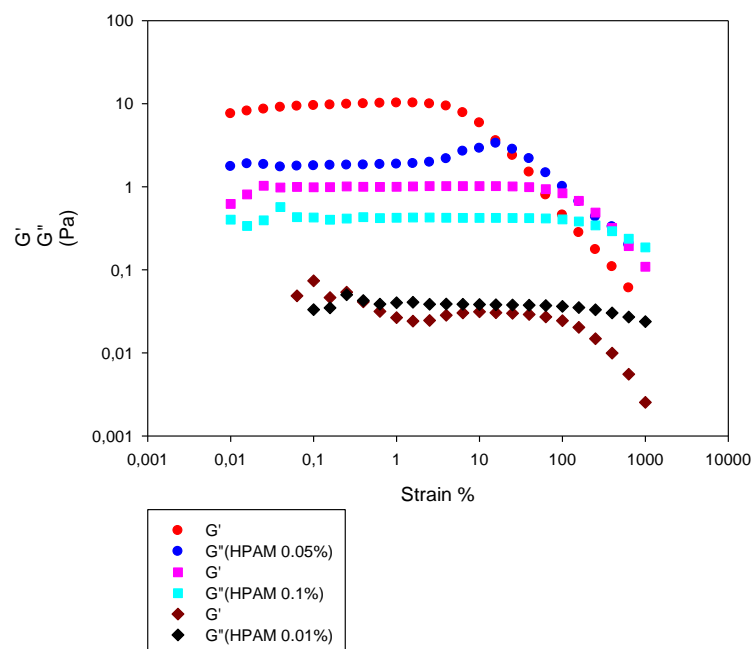


Figure 2.17 : Les graphes de la viscoélasticité de HPAM à des concentrations varient (0.01 ; 0.05 ; 0.1 %).

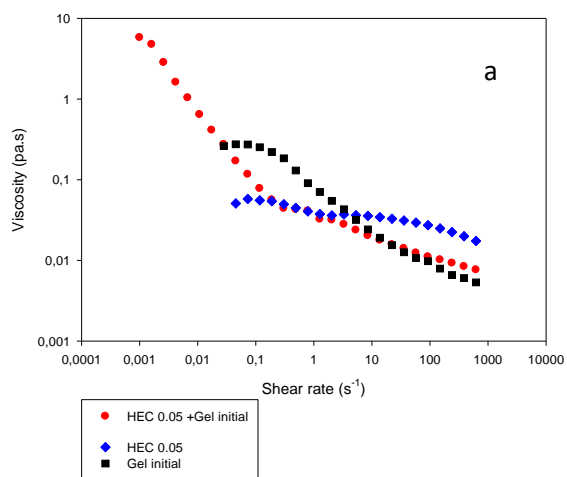
Les courbes exprimant la viscoélasticité du polymère HPAM à différentes concentrations permis de remarque que pour de faible concentration 0,01% le comportement visqueux l'emporte sur le comportement solide, ce comportement finit par s'effondré sans autant marquer de croisement (pas de point gel).

Pour les concentrations de 0,05% et 0,1% le comportement élastique l'emporte. Il est à remarquer aussi que la résiste ce comportement est en fonction de la concentration, le point de croisement du HPAM à 0,1% est marqué à un point de déformation plus élevé que celui du HPAM 0,05%.

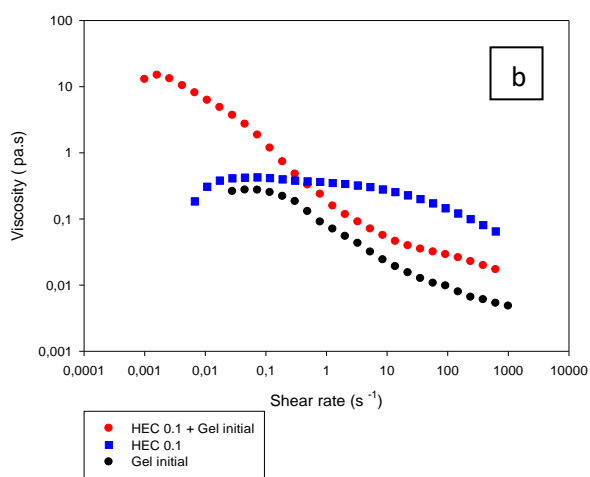
2.2.6 Etude rhéologique de Mélange polymère gel extrait :

a. HEC+ Gel initial :

L'analyse rhéologique en écoulement des mélanges HEC à différentes concentrations + Gel initial a été effectuée de la même manière que pour les solutions HEC seul. Les résultats sont présentés sur la figure 2.18 :



2D Graph 4



2D Graph 2

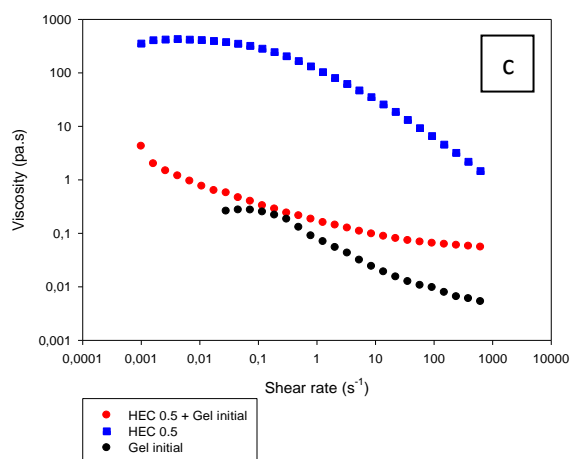


Figure 2.18 : variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différentes concentrations en HEC et mélange HEC + Gel.

D'après les graphes le comportement rhéologique en écoulement des trois mélanges (HEC (0,01%, 0,05% et 1% +Gel initial) présente un comportement totalement rhéofluidifiant, le comportement quasi-newtonien le plateau newtonien pour le HEC seul et le Gel seul ont disparus. Cela peut être expliqué par ; les molécules HEC en présence du Gel se réorganisent, cette réorganisation est faite de façon que les interactions attractives du type Van Walls sont très faibles et le moindre cisaillement affecte le système HEC + Gel conduisant ainsi à une diminution de la viscosité.

Avec de tels changements de comportement, il est judicieux de calculer les viscosités des mélanges HEC + Gel initial, afin d'avoir ces dernières on a eu recours aux modèles mathématiques de Carreau et de Cross. Les résultats sont regroupés sur le tableau 2.5 :

Tableau 2.5 : Les résultats de la modélisation des gels.

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ_{∞} (Pa.s)	k	N	R	R^2 (%)
Gel initial	0,386423	0,004610	5,918392	0,728779	0,9954	99,08
HEC 0.05	0,046992	0,192203	0,035176	0,035011	0,9751	95,08
HEC 0.1	0,388886	0,009036	0,027448	0,622627	0,9997	99,95
HEC 0.5	426.15	447,8485	4,130482	0,697896	0,9991	99,81
HEC 0.05 + Gel initial	6,10664	0,048545	7953,692	0,4338	0,996	99,213
HEC 0.1 + Gel initial	29,13755	0,018648	461,2362	0,814086	0,9986	99,73
HEC 0.5 + Gel initial	156,6941	0,010049	59153,03	0,846913	0,9523	99,70

Sur le tableau 2.5, On remarque que la complexité HEC + Gel est plus importante pour les faibles concentrations une augmentation de la viscosité est observée de 0.046 Pa.s pour le HEC seul à 6,106 Pa.s pour le mélange et de 0.388 Pa.s pour le HEC seul à 29.13 Pa.s pour le mélange pour les concentrations de 0,05% et 0,1% respectivement.

Cette complexité diminue lorsque la concentration en HEC augmente à 0,5% la viscosité diminue lorsqu'on passe du HEC seul (426 Pa.s) au mélange (156 Pa.s).

L'étude de la viscoélasticité du mélange HEC + Gel initial a permis de tracer la courbe des modules de perte et de conservation en fonction du taux de déformation.

Une comparaison entre le comportement viscoélastique du mélange et HEC seul, Gel initial est présenté par les courbes sur la figure 2.19.

A partir des graphes de la figure 2.19 on constate que l'ajout du Gel a influencé le comportement visqueux pour la concentration de 0,05%, alors que le polymère seul pour cette même concentration exprime un comportement élastique, le polymère en présence du Gel prend une inversion de comportement à faible taux de déformation et se comporte plutôt comme un fluide liquide. Pour les deux autres concentrations 0,1% et 0,5% la présence du Gel avec le HPAM permet de trouver l'inverse que pour le HPAM seul, un comportement visqueux pour tous les taux de déformation exercés.

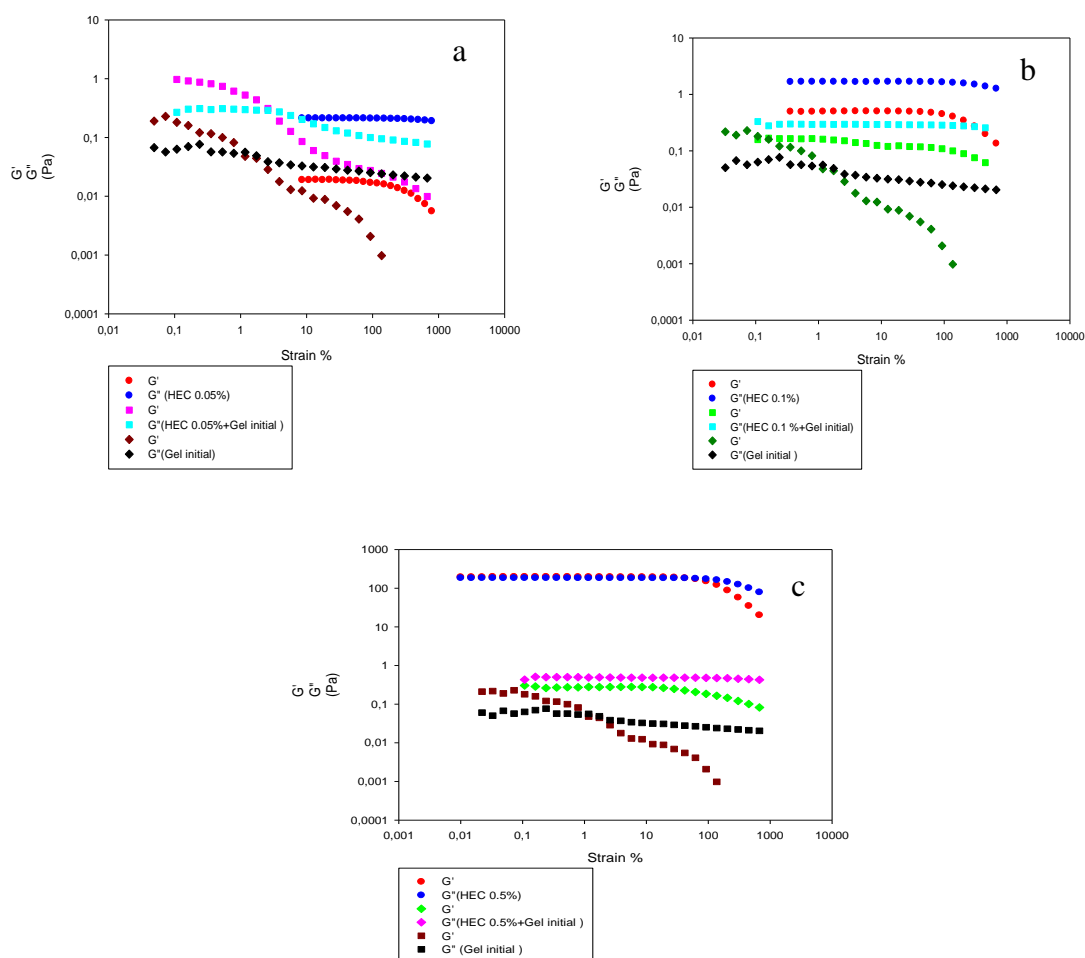


Figure 2.19 : variation des modules de perte et module de conservation en fonction du taux de déformation pour différentes concentrations en HEC et mélange HEC + Gel.

b. HPAM+gel :

Les courbes de la figure 2.20 présentent l'écoulement du polymère HPAM, du Gel et de leurs mélanges à la concentration de 0,05%. Cette analyse a été effectuée pour des vitesses de cisaillement allant de $0,001 \text{ s}^{-1}$ à 1000 s^{-1} .

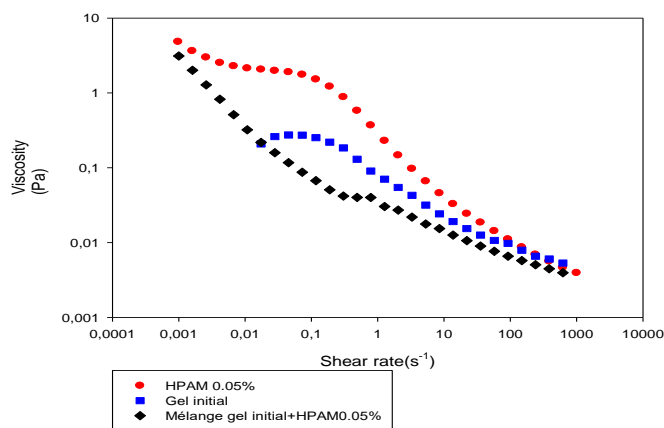


Figure 2.20 : Comportement de la viscosité en fonction du taux de cisaillement HPAM 0.05%, Gel initial et Mélange gel initial + HPAM 0.05%.

Sur la figure 2.20 on remarque que les solutions HPAM seul et Gel initial seul présentent le comportement d'abord un newtonien au faible cisaillement inférieur à 1 s^{-1} puis un comportement rhéofluidifiant au-delà de cette valeur. Alors que le mélange HPAM gel présente un comportement rhéofluidifiant à partir de la valeur de cisaillement la plus faible 10^{-4} s^{-1} . Les mêmes remarques ont été reportées pour le mélange HEC+Gel initial.

Les valeurs de la viscosité de la solution HPAM seul, Gel initial seulet mélange HPAM+ Gel initial sont regroupés sur le tableau 2.6 :

Tableaux 2.6 : Les résultats obtenus de la modélisation faite à ces trois échantillons.

Facteurs	μ_0 (Pa.s)	μ_{∞} (Pa.s)	k	n	R
Solutions					
Gel initial	0,386423	0,004610	5,918392	0,728779	0,9954
HPAM 0.05%	2,930128	0,003912	11,56271	0,897852	0,945
HPAM 0.05%+Gel initial	0,484904	0,001312	842,4988	0,397730	0,997

D'après les valeurs regroupées sur le tableau 2.6 on remarque que la viscosité du mélange HPAM+ Gel initial prend une intermédiaire entre la viscosité du polymère seul et celle du Gel initial seul, la solution HPAM a perdu de la viscosité en présence du Gel.

Etude de la viscoélasticité des gels (initial, HPAM 0.05% et du mélange). Les modules de conservation G' et de perte G'' en fonction du taux de déformation, elle représentés sur la figure 2.21 :

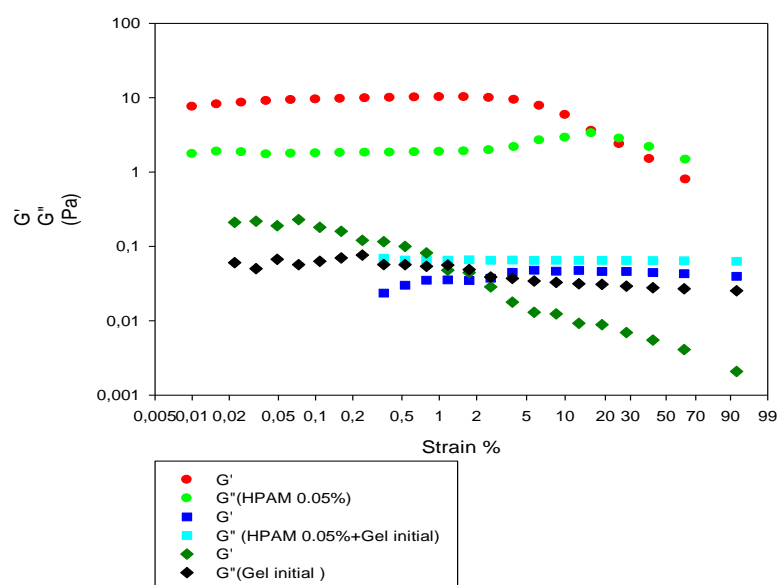


Figure 2.21 : Etude de la viscoélasticité des gels (initial, HPAM 0.05% et du mélange).

D'après la figure 2.21, On remarque que G' du HPAM 0.05% et du gel initial est supérieur à G'' se qui indique un comportement solide, jusqu'à se que $G' = G''$ puis le comportement s'inverse et devient liquide, , il est à noter que le point d'inversion pour le Gel seul se trouve à une valeur faible du taux de déformation.

. Alors que G'' est supérieur à G' pour le mélange du gel initial avec le HPAM 0.05% indiquant une prédominance du comportement visqueux (liquide).

2.2.6 Analyse effectuée sur le gel lyophilisé :

Afin d'avoir plus d'information sur les propriétés du gel lyophilisé ainsi que sur sa structure un ensemble d'analyses supplémentaires ont été effectués.

a) Etude de l'effet de la température :

Une étude de l'effet de la température sur les modules de conservation G' et le module de perte G'' a été effectuée sur le Gel lyophilisé pour un taux de déformation assez faible dans le domaine linéaire, lors que celle-ci augmente de 20°C à 80 °C avec une vitesse de montée en température de 5 ° C / minute puis refroidi à la même vitesse et d'une fréquence d'oscillation de 1 Hz. Les résultats sont représentés sur la figure 2.22.

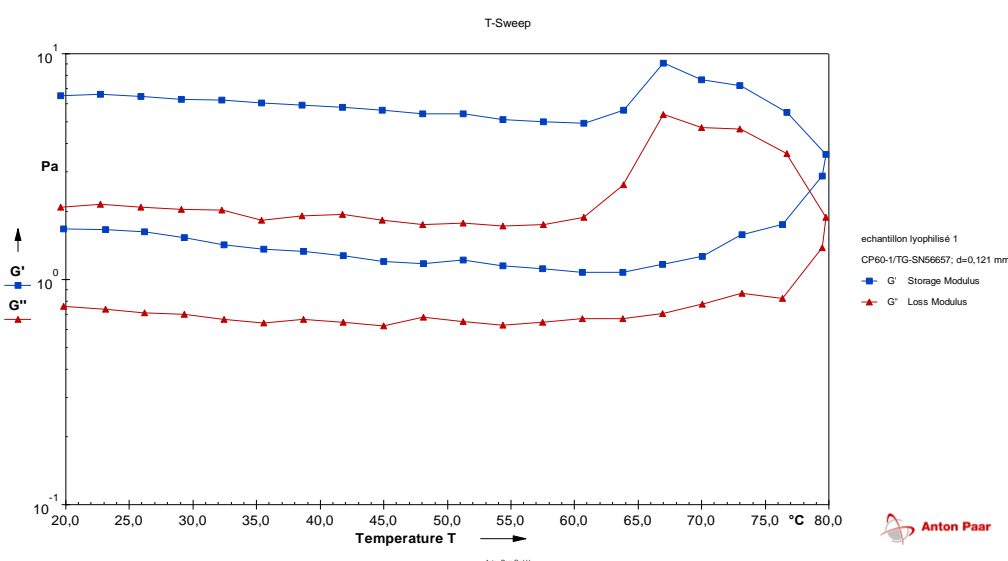


Figure 2.22 : la rampe de température du gel lyophilisé.

Dans cette figure, nous avons représenté les graphes de la rampe de température obtenus à partir d'un chauffage suivi d'un refroidissement du gel lyophilisé, Il est clair qu'à partir de ces courbes on observe un parcours récupérable mais différents chemins après refroidissement, et on constate alors que Si $G' (20) = G' (80)$ et $G'' (20) = G'' (80)$, on dit que le polymère a récupéré sa structure initiale après chauffage et refroidissement. Il a indiqué que la stabilité thermique des polymères dépend de leurs structures et poids moléculaires.

b) Mesure de la tension superficielle :

La tension superficielle est une force résultante de la cohésion, qui abaisse au minimum le nombre de molécules à la surface d'un liquide. Cela crée une sorte d'enveloppe invisible qui occupe la plus petite surface possible. La tension superficielle représente la force de la pellicule de la surface du liquide.

La diminution de cette tension superficielle présente un critère important lorsqu'il est présent dans un matériau donné. Ce critère très recherché dans un nombre important d'industries. Pour ces raisons il est important pour nous de voir du Gel lyophilisé sur l'abaissement de la tension superficielle qui peut se rajouter à son effet viscosifiant.

Tableau 2.7 : la variation de la tension superficielle pour différents pourcentages.

Les échantillons	Les valeurs de TS (mN/m)
Eau	72.3
0.05%	47.914
1%	48.151
2.6%	47.066

On remarque que la tension de surface de l'eau n'a pas été suffisamment réduite en présence des solutions du Gel lyophilisé, de ce fait on déduit que le Gel ne présente pas d'effet sur l'abaissement de la tension superficielle.

c) Analyse par spectroscopie infrarouge :

Afin d'avoir une idée sur la structure du polymère extrait une spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier a été réalisée à l'aide d'un spectromètre IRAffinity-1 dans la région de 400 à 4000 cm^{-1} . Les échantillons à analyser ont été préparés à l'aide du KBr en poudre sous forme de pastille.

Les spectres infrarouges des Gels (initial, concentré à 60°C, concentré à 80°C, lyophilisé) et du polymère HPAM et du mélange HPAM+Gel initial sont présentés sur la figure 2.23.

Les spectres FTIR des gels de cactus et du mélange du gel avec le polymère synthétique (HPAM), ont été réalisés afin d'obtenir un maximum d'information sur la nature des groupements fonctionnels présents dans notre échantillon.

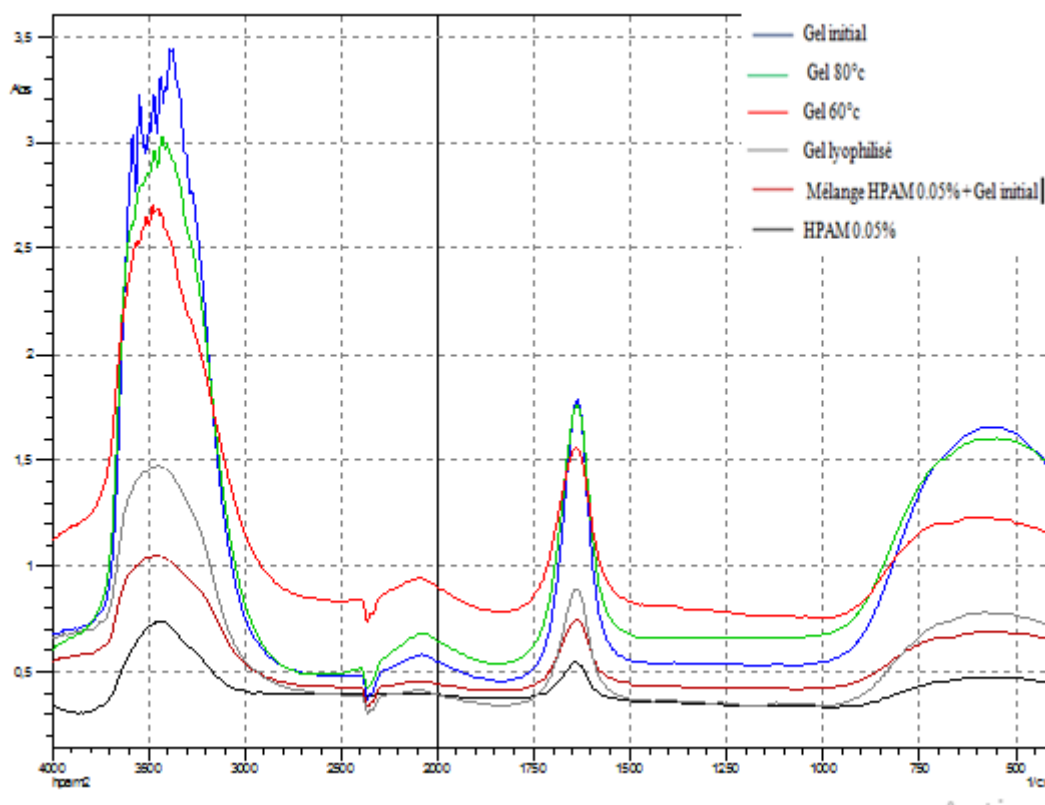


Figure 2.23 : Les spectres infrarouges de nos échantillons analysés.

Premièrement, nous remarquons une superposition des spectres et l'existence des principaux pics sur tous les échantillons analysés.

Deuxièmement, la présence d'une imposante bande entre $[532 ; 594] \text{ cm}^{-1}$ due à la fonction C-Halogènes (Cl, Br., F ...). Ensuite on a la bande qui se situe entre $[698 ; 2448] \text{ cm}^{-1}$ indique la présence des fonctions C-H du groupement alcanes. Le pic situé à $[1635 ; 1641] \text{ cm}^{-1}$ est due à la fonction C=O ou C=C de l'élongation du groupement carboxylique ou une cétone. Pics observés entre $[2077 ; 2393] \text{ cm}^{-1}$ indiquent la présence des fonctions N≡C, C≡C due au groupement nitrile et alcynes. Le pic présent à $[2567 ; 3367] \text{ cm}^{-1}$ est attribué groupement fonctionnel O-H des groupements acides carboxyliques. Ce qui explique peut-être le comportement acide du Gel extrait.

Le pic observé à $[1635 ; 3496] \text{ cm}^{-1}$ a la liaison N-H des groupements des amides. Ce qui pensé à une structure de la nitrocellulose.

Conclusion générale :

Le but de notre travail est l'étude rhéologique du gel d'OFI d'origine naturel. Une étude de mélange polymères a été effectuée entre le Gel et le HPAM ; HEC. Pour cela une extraction d'un gel à partir des cladodes du cactus de type OPUNTIA FICUS INDICA a été effectuée,

Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ L'extraction des cladodes de cactus a pu donner un gel d'apparence visqueuse sans couleur ni odeur avec un pH acide,
- ✓ le Gel ne présente pas d'effet sur l'abaissement de la tension superficielle.
- ✓ La caractérisation par FTIR des gels (initial, concentrée, lyophilisé) exhibe un même type de spectre, montrant l'existence de groupement fonctionnelle d'acide carboxylique et la présence de nitrocellulose.
- ✓ La caractérisation rhéologique du gel initial, concentré et lyophilisé montre que ces derniers se comportent comme un fluide non newtonien (rhéofluidifiant).
- ✓ L'étude de la viscoélasticité montre que le comportement rigide l'emporte sur toute la partie linéaire avec une inversion de comportement à des taux de déformation les plus faibles pour le Gel initial.
- ✓ Les solutions préparées en mélangeant HPAM/Gel ; HEC/Gel à différentes concentrations en polymère ont présentées aussi un comportement rhéofluidifiant avec une viscosité plus importante que pour le Gel seul et le polymère seul.
- ✓ Le comportement viscoélastique du mélange HPAM/Gel initial, HEC/Gel initial est plus prononcé que pour le Gel initial seul avec une rigidité plus importante.
- ✓ L'analyse par IRTF effectuée au mélange HPAM/Gel montre un spectre semblable à celui du HPAM seul.

■

- [1] Muhamed Hnnous. Cour de la rhéologie des polymères.2020
- [2] Rémi Deterre, Bernard Lesteriez, « Introduction aux matériaux polymères ».2016, Lavoisier, Paris 978-2-7430-2028-6.
- [3] Y. Shigemasa, S. Minami, *Biotechnol. Genet. Eng.*, 1995, 13, 383.
- [4] L. Medina-Torresa, E. Brito-De La Fuentea,* , B. Torrestiana-Sanchezb, R. Katthainc. Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*). *Food Hydrocolloids* 14 (14 January 2000)417–424. (PFE Final)
- [5] Deterre R., Froyer G. : Introduction aux matériaux et polymères. Technique et documentations, 1997, Paris.
- [6] Christophe Chassanieux, Hervé Lefebvre, Sagrario Pascual, «l'indispensable en polymères ». Editions Bréal, 2008
- [7] Thierry Hamaida ; Matériaux Polymères-Architecteur macromoléculaire. 28-06-2016.
- [8] Yue Zhao, CHM 504 « Chimie des polymères ». UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE, 2015.
- [9] P. WEISS, « La chimie des polymères». Université Médicale Virtuelle Francophone ,201083.
- [10] Alain Boudet, « Voyage au cœur de la matière plastique - Les microstructures des polymères ». CNRS Editions, 2003.
- [11] Benjamin Petera. Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladoces.Pdf.2016.
- [12] Hatem MAJDOUBa, Sadok ROUDESLLi, André DERATANib. : INFLUENCE DU pH D'EXTRACTION SUR LES PROPRIETES GELIFIANTES DES POLYSACCHARIDES ISSUS D'OPUNTIA FICUS-INDICA.:a Laboratoire Polymères, Biopolymères, Matériaux Organiques, Faculté des Sciences de Monastir, Boulevard de l'environnement, 5000 Monastir, Tunisie. b Institut Européen des Membranes, ENSCM, UM2, CNRS, Université Montpellier 2, cc047, 2 Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier Cedex 5, France. (Reçu le 27 Juillet 2011, accepté le 08 Décembre 2011).
- [13] Norris M, V.Snell F, Dand Hilton C .L.(Eds .), *Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis*, Wiley- Interscience, New York, 4, 160-180 (1967).

- [14] Benjamin Petera. « Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladoces de *Cereus triangularis*. » Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2016. Français.
- [15] Saleem, M., Kim, H.J., Han, C.K., Jin, C., Lee, Y.S. « Secondary metabolites from *Opuntia ficus-indica* var. *saboten* ». *Phytochemistry* 67, 1390-1394.(2006)
- [16] Moreno Alvarez, M.J., Medina, C., Antón, L., García, D., Belén Camacho, D.R., « Uso de pulpa de tuna (*Opuntia boldinghii*) en la elaboración de bebidas cítricas pigmentadas. *Interciencia* » 28, 539-543. (2003).
- [17] Pimienta Barrios, E., Urias, M., A Barbera, G., Inglese, P., Pimienta Barrios, E., Jiménez, A. « Domestication of opuntias and cultivated varieties. Agro-ecology cultivation and uses of cactus pear ». FAO, Roma (Italia). (1995).
- [18] Chougui, N., Tamendjari, A., Hamidj, W., Hallal, S., Barras, A., Richard, T., Larbat, R. « Oil composition and characterisation of phenolic compounds of *Opuntia ficus-indica* Seeds ». *Food chemistry* 139, 796-803. (2013)
- [19] Angulo-Bejarano, P.Martínez-Cruz, O.Paredes-López, O « Phytochemical content, nutraceutical potential and biotechnological applications of an ancient Mexican plant: nopal (*Opuntia ficus-indica*) ». *Current Nutrition & Food Science* 10, 196-217. (2014).
- [20] Singthong, J., Ningsanond, S., Cui, S.W., Goff, H.D. « Extraction and physicochemical characterization of Krueo Ma Noy pectin ». *Food hydrocolloids* 19, 793-801. (2005).
- [21] Inglese P, Barbera G, La Mantia T. Research strategies for the improvement of cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit quality and production. *J.Arid. Envir.*, 1995, 29: 455-468.
- [22] Royer M, Robert Houde, M .Sci.(2010). technologies de conversion potentiel de développement lié aux extractibles: état des connaissances et revue des marchés.P36
- [23] I. Davies and K. Walter. *The Rheology of Lubricants*. T.C. Davenport, Applied Science Publishers, 1973.
- [24] Cartalos U., Baylocq P. Lecourtier J. and Piau J.M., (1997). "Caractérisation rhéologique et modélisation structurelle des systèmes argile-polymère, application aux fluides de forage", *Revue de l'institut français du pétrole*, vol. 52, n° 3, mai-juin, 285.297.
- [25] Luckham P.F., Rossi S., (1999). "The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions", *Advances in Colloid and Interface Science* 82,43-92;

- [26] M. Raffel, C. E. Willert, Steven Wereley, et J. Kompenhans, *Particle Image Velocimetry: A Practical Guide*. Springer, 2013.
- [27] Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C., 2007. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of arid environments* 68, 534-545.
- [28] Sáenz, C., Sepúlveda, E., Matsuhira, B., 2004. *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of arid environments* 57, 275-290.
- [29] Felkai-Haddache, L., Remini, H., Dulong, V., Mamou-Belhabib, K., Picton, L., Madani, K., Rihouey, C., 2016. Conventional and microwave-assisted extraction of mucilage from *Opuntia ficus-indica* cladodes: physico-chemical and rheological properties. *Food and bioprocess technology* 9, 481-492.
- [30] Di Lorenzo, F., Silipo, A., Molinaro, A., Parrilli, M., Schiraldi, C., D'Agostino, A., Izzo, E., Rizza, L., Bonina, A., Bonina, F., 2017. The polysaccharide and low molecular weight components of *Opuntia ficus indica* cladodes: structure and skin repairing properties. *Carbohydrate polymers* 157, 128-136.
- [31] Gheribi, R., Puchot, L., Verge, P., Jaoued-Grayaa, N., Mezni, M., Habibi, Y., Khwaldia, K., 2018. Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. *Carbohydrate polymers* 190, 204-211
- [32] Adjeroud, N., Elabbas, S., Merzouk, B., Hammoui, Y., Felkai-Haddache, L., Remini, H., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2018. Effect of *Opuntia ficus indica* mucilage on copper removal from water by electrocoagulation-electroflotation technique. *Journal of Electroanalytical Chemistry*.
- [33] Herbert A. Lieberman, Martin M. Rieger, Gilbert S. Banker, *Pharmaceutical Dosage Forms : Disperse systems*. Vol. 2. 1990.
- [34] Hydroxyéthyl cellulose. *Nationale Library of Medicine, aidsinfo.nih.gov*. 1-800-448-0440, 2006.
- [35] HASÇICEK.C, BEDİZ-ÖLÇER.A, GÖNÜL.N, Preparation And Evaluation Of Different Gel Formulations For Transdermal Delivery Of Meloxicam, *Turk J. Pharm. Sci.*, 6 (3), 177-186. 2009
- [36] Micheael Mc carthy, biopolymère Hydroxyethylcellulose-hec, 24.2.2006.
- [37] LF Lopes, BMO Silveira, RBZL Moreno. « Rheological Evaluation of HPAM fluids for EOR Applications ». *State University of Campinas. International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS Vol:14 No:03. June 2*

- [38] X. Xin, G. Xu, H. Gong, Y. Bai, Y. Tan, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 326, 1–9 (2008).
- [48] L. Piculell, K. Thuresson et [37] L. Piculell, K. Thuresson et B. Lindman, Mixed solutions of surfactant and hydrophobically modified polymer. *Polymers for advanced Tech.* 12, 44 (2001)
- [39] Bessi, Assia , « ETUDE DES PROPRIETES THERMIQUES ET CARACTERISATION DES MELANGES A BASE DE POLYSTYRENE (PS) – POLYETHYLENE (PE) ».Masters thesis, Université Mohamed Khider Biskra, 2004
- [40] L. LEIBLER, « Thermodynamique des mélanges de polymères –Aspect théorique Diagramme de phase », Ecole supérieure de physique et de chimie industrielle, Paris, (2003), pp : 38.
- [41] M. Coleman, J.F.Graf, P.Painter.” Specific Interactions and the Miscibility of Polymer Blends”. Paris: Technomic, 1991, p20-46.
- [42] V. N. Ignatov, C. Carraro, V. Tartari, R. Pippa, M. Scapin, F. Pilati, C. Berti, M.Toselli and M. Fiorini, *Polymer*, Vol. 38, 201, (1997).
- [43] Christophe Chassanieux, Hervé Lefebvre, Sagrario Pascual, « l’indispensable en polymères ». Editions Bréal, 2008
- [44] X. Xin, G. Xu, H. Gong, Y. Bai, Y. Tan, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 326, 1–9 (2008).
- [45] S. Datta and D. J. Lohse, ‘‘ polymeric compatibilizers ‘’. *Uses and Benefits in polymer Blends.* New York, 1996, P. 531 –586.
- [46] C. Z. CHAUI, K. ALMADAL et I. JOHANNSEN, « Miscibility evolution of polycarbonate/ polystyrene blends during compounding», *Poly. Eng. Sci.* Vol. 42, N° 5, (2002), pp: 961-968.
- [47] O. OLABISI, L. M. ROBESON et M. T. SHAW, « Polymer-Polymer miscibility », Academic Press, New York, (1979).
- [48] H. Cartier and G. H. Hu, « Compatibilisation of Polypropylene and Polybutylene Terephthalate Blends by Reactive Extrusion: Effects of the Molecular Structure of a Reactive Compatibiliser », *Journal of Materials Science*, Vol. 35, (2000), pp 1985-1996.
- [49] S. A. Madbouly and J. U. Otaigbe, « Broadband Dielectric Spectroscopy of Nanostructured Maleated Polypropylene/Polycarbonate Blends Prepared by In Situ Polymerization and Compatibilization », *Polymer Journal*, Vol. 48, (2007), pp 4097-4107.

- [50] K. Cho, K. H. Seo and T. O. Ahn, « Morphology and Rheological Behavior of Amorphous Polyamide/(Styrene-Acrylonitrile/Styrene Maleic Anhydride) », *Polymer Journal*, Vol. 29, (1997), pp 987-991.
- [51] J.P. Decruppe. Rhéologie et biréfringence d'écoulement, du macroscopique au microscopique. *Rhéologie*, 10 :1–12, 2006.
- [52] C.L.A. Berli and D. Quemada. Rheological modeling of microgel suspensions involving solid-liquid transition. *Langmuir*, 16 :7968–7974, 2000
- [53] Guy Couarraze, Jean-Louis Grossiord, *Initiation à la rhéologie*. 3ème édition. 2000.
- [54] Touzouirt.S, *Formulation d'un gel anti-inflammatoire et bactéricide à base d'Alkylphénol*, thèse magister, faculté de Génie des procédés chimiques et pharmaceutiques, Université M'hamed Bougara Boumerdes. 2009
- [55] A.Pevere, *Apport des mesures rhéologiques à l'étude des biomasses épuratoires granulaires anaérobies*, thèse doctorat, Université de Limoges. 2006.
- [56] I. Davies and K. Walter. *The Rheology of Lubricants*. T.C. Davenport, Applied Science Publishers, 1973.
- [57] Français Arsène d'Arsonval et F. Bordas ;Biopharmatech,;biopharma technologie *Introduction à la lyophilization*,2 2016.
- [58] P.Coussot. *Rheometry of pastes, suspension and granular materials : Application in industry and environment*. John Wiley and Sons 2005.
- [59] Coussot P. et Grossiord J, "Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton", EDP Science, 221p ; 2002
- [60] Couarraze g., grossiord j. L., *Initiation à la Rheologie*, 2ème edition, Lavoisier TEC & DOC, paris, 1991, 69.
- [61] Cross M.M., "Rheology of Non-Newtonian Fluids. A new flow equation for pseudo-plastic systems", *Journal of Colloid Sciences*, 20: 417-437, (1965)
- [62] J. Li, H. Li, C. Wuc, Y. Ke, D. Wang, Q. Li, L. Zhang and Y. Hua, « Morphologies, Crystallinity and Dynamic Mechanical Characterizations of Polypropylene/Polystyrene Blends Compatibilized with PP-g-PS Copolymer: Effect of the Side Chain Length », *European Polymer Journal*, Vol. 45, (2009), pp 2619-2628.
- [63] H. Cartier and G. H. Hu, « Compatibilisation of Polypropylene and Polybutylene Terephthalate Blends by Reactive Extrusion: Effects of the Molecular Structure of a Reactive Compatibiliser », *Journal of Materials Science*, Vol. 35, (2000), pp 1985-1996.

[64] DJOUDI, Tarek (2005) Etude De L'écoulement Du Polymère Fondu Dans Les Moules Résolution Par : La Méthode Des Volumes Finis (MVF). Masters thesis, Université Mohamed Khider Biskra.

viscoélasticité

[65] J.D. Sherwood and G.H. Meeten. The use of the vane to measure the shear modulus of linearelastic solids. *J.Non-Newtonian Fluid Mech*, 41 :101–118, 1991.

[66] G.I. Taylor. stability of a viscous liquid contained between tow rotating cylinders. *Phil.Trans. Soc. Lond*, A223 :289–343, 1923.

[67] I. Dris and E.S.C. Shaqfeh. Flow of a viscoelastic fluid between eccentric cylinders : impacton flow stability. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 80 :59–87, 1998.

[68] Couarraze g., grossiord j. L., *Initiation à la Rheologie*, 2ème edition, Lavoisier TEC & DOC, paris, 1991, 69.

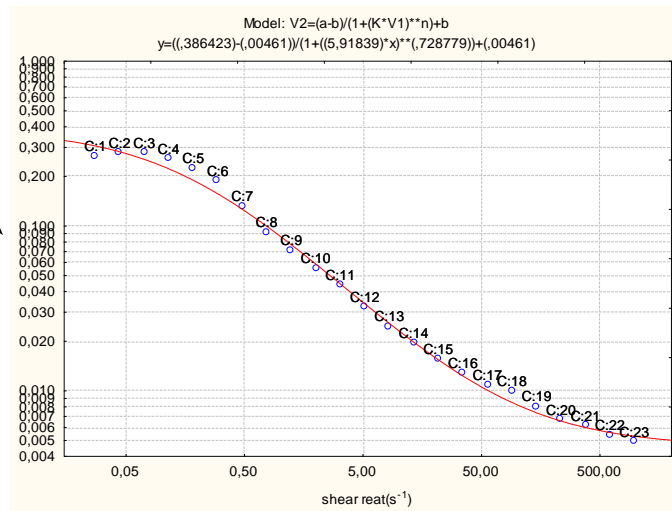
[69] De Gennes, P. G., "Scaling Concepts in Polymer Physics", Cornell University Press, 1er edition, New York (November 1979), 324.

[70] Bouldin, M., Kulicke, W., Kehler, H., "Prediction of the Non-Newtonian Viscosity and Shear Stability of Polymer Solutions", *Coll. Polym. Sci.*, V.266, N° 9, (1988), 793-805.

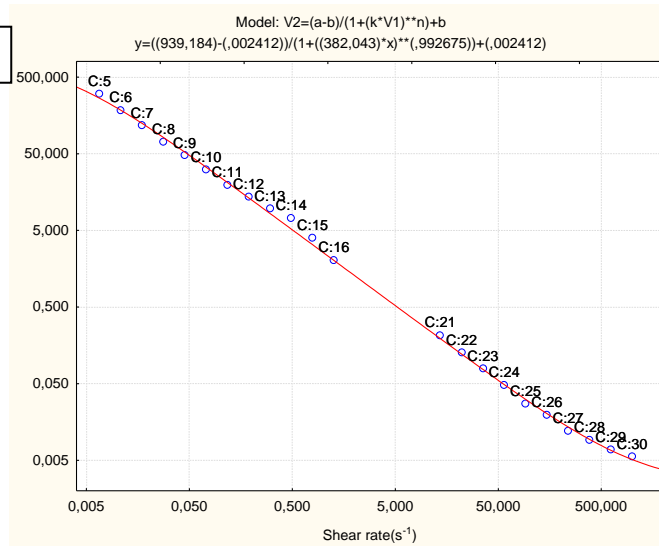
ANNEXE

Annexe

Gel initial



Dilution lyophilisé 2.6%



Gel concentré

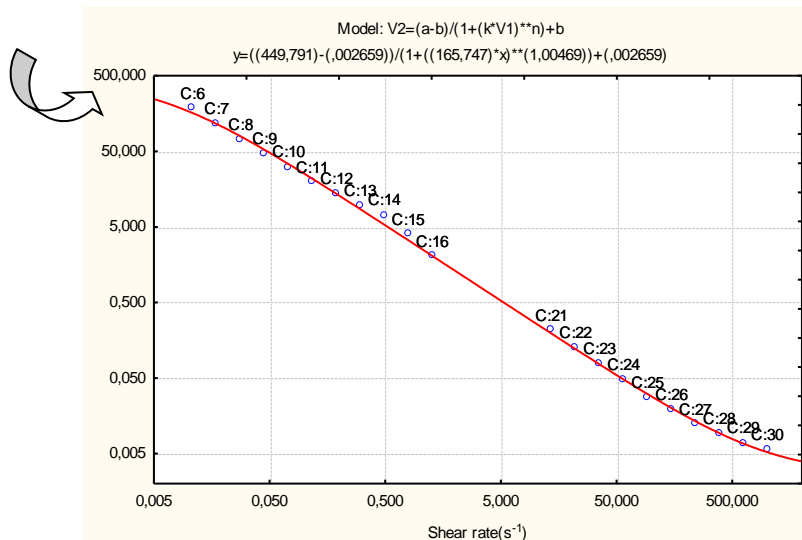
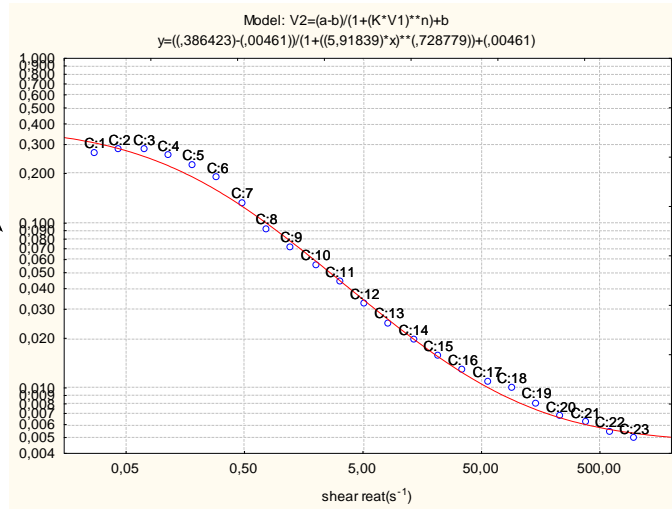
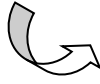


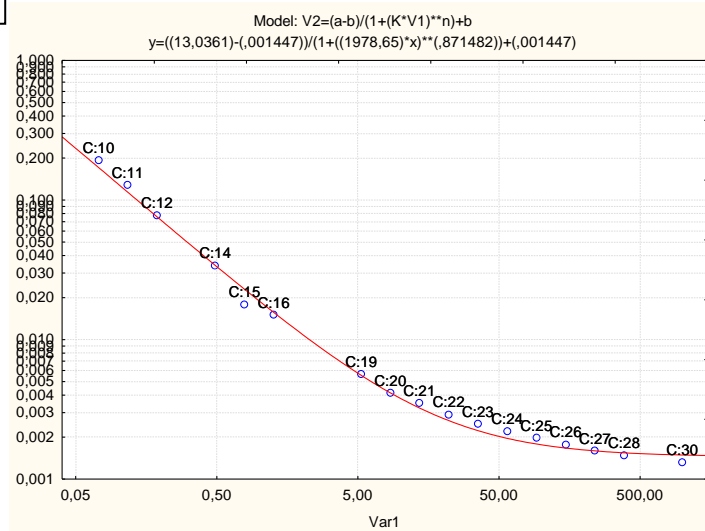
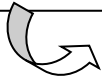
Figure 2.9: Etude rhéologique en écoulement des gels.

Annexe

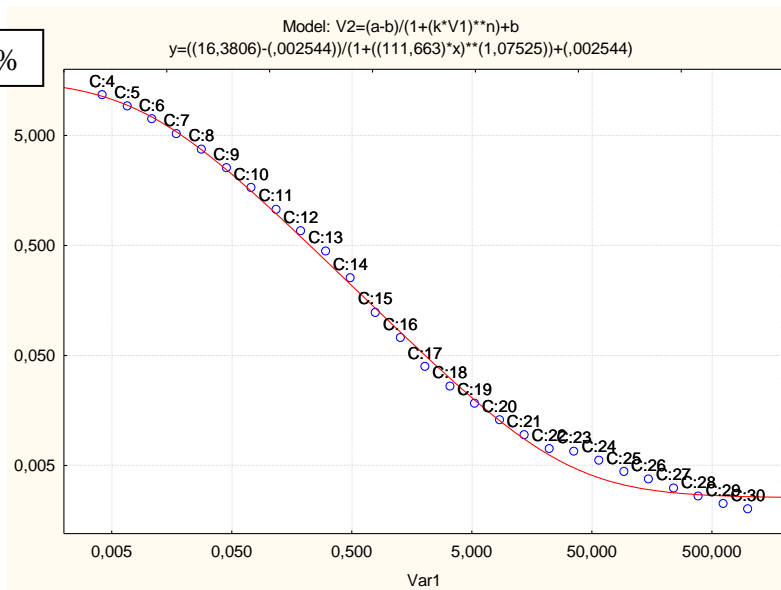
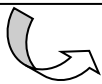
Gel initial



Gel lyophilisé 0.5 %



Gel lyophilisé 1 %



Annexe

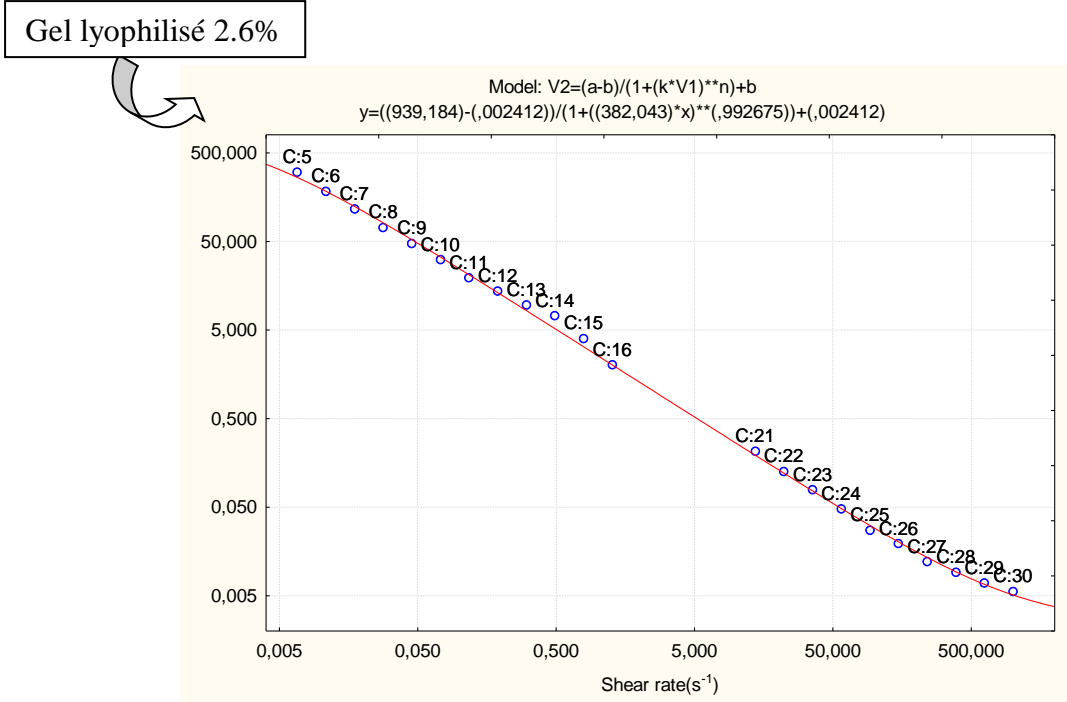
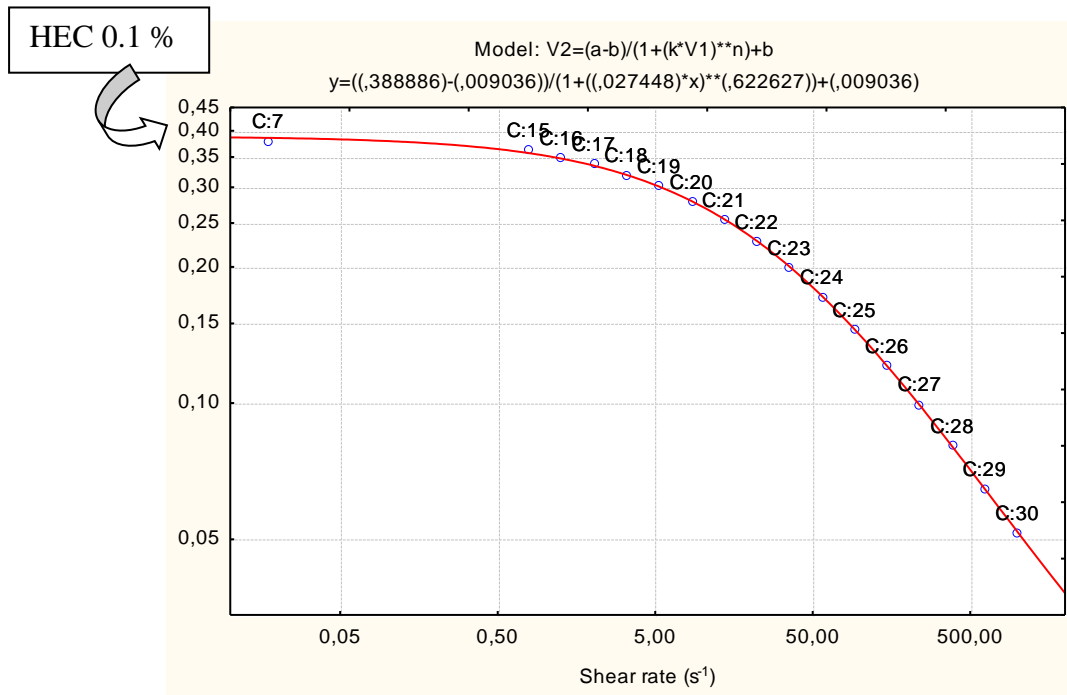
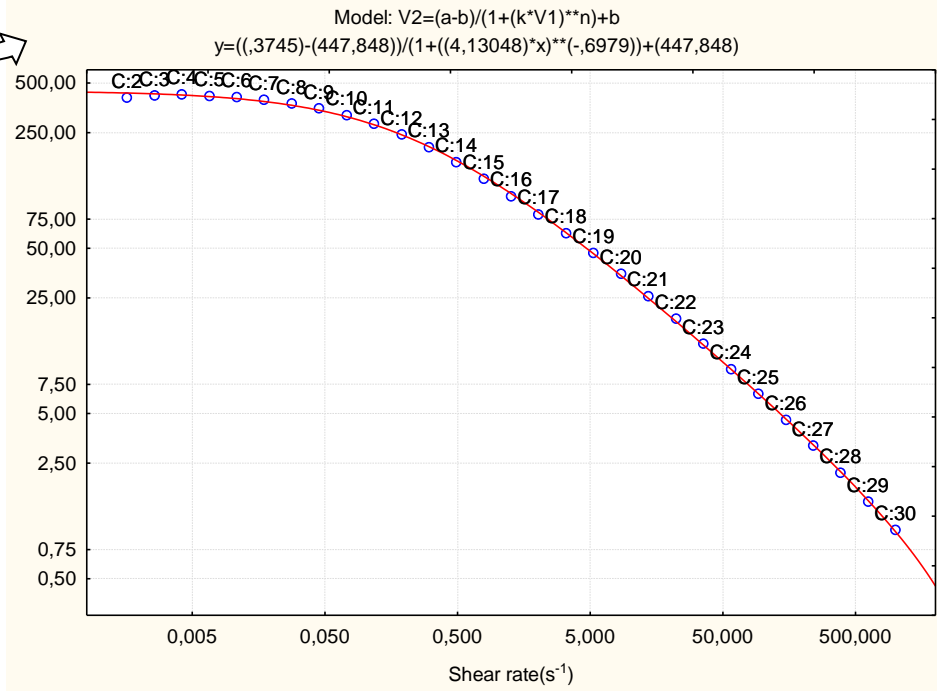


Figure 2.11 : Variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement des gels (initial, et lyophilisé à différentes concentration).



Annexe

HEC 0.05 %



HEC 0.5%

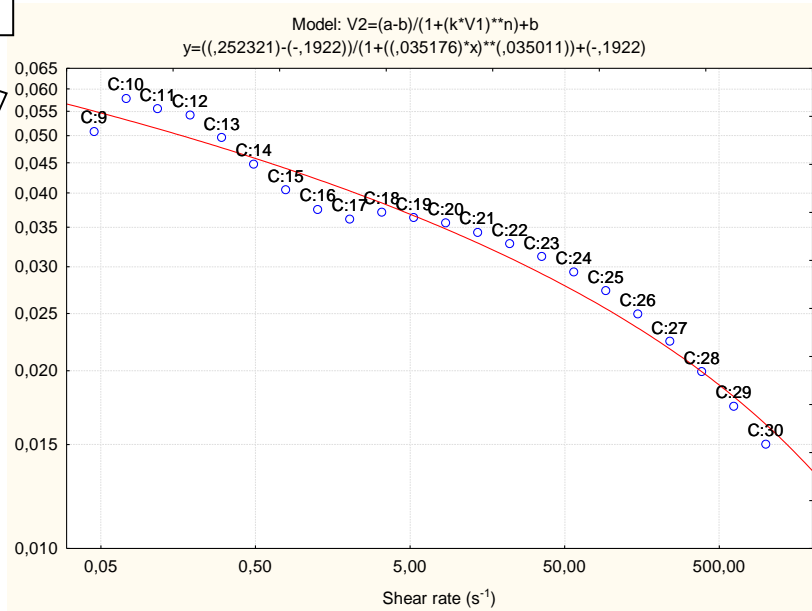


Figure 2.13 : Etude rhéologique des gels HEC à différentes concentrations.

Annexe

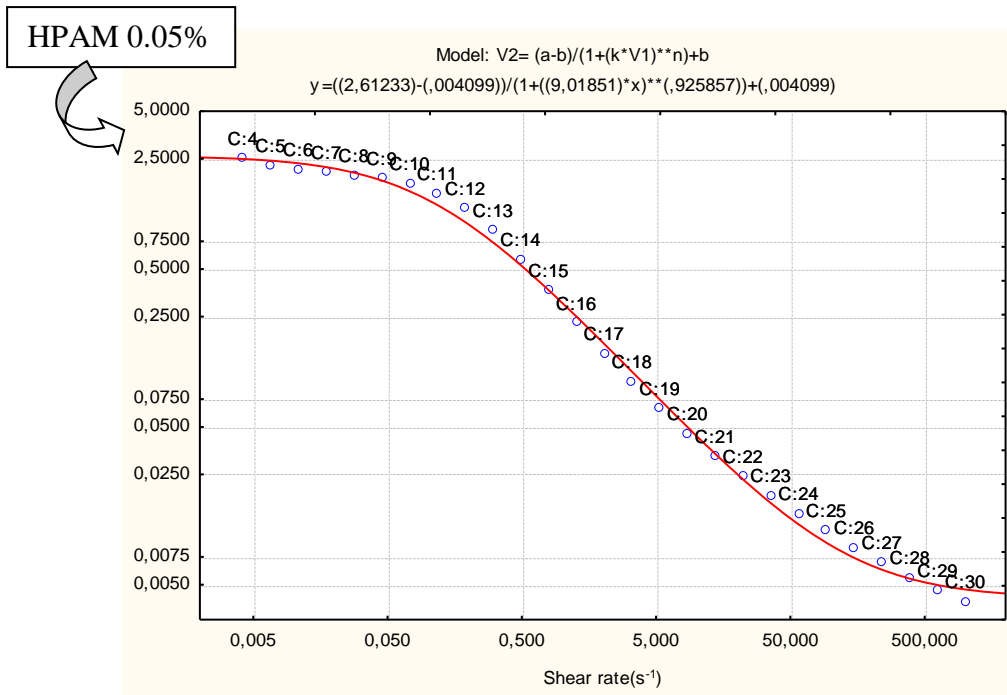
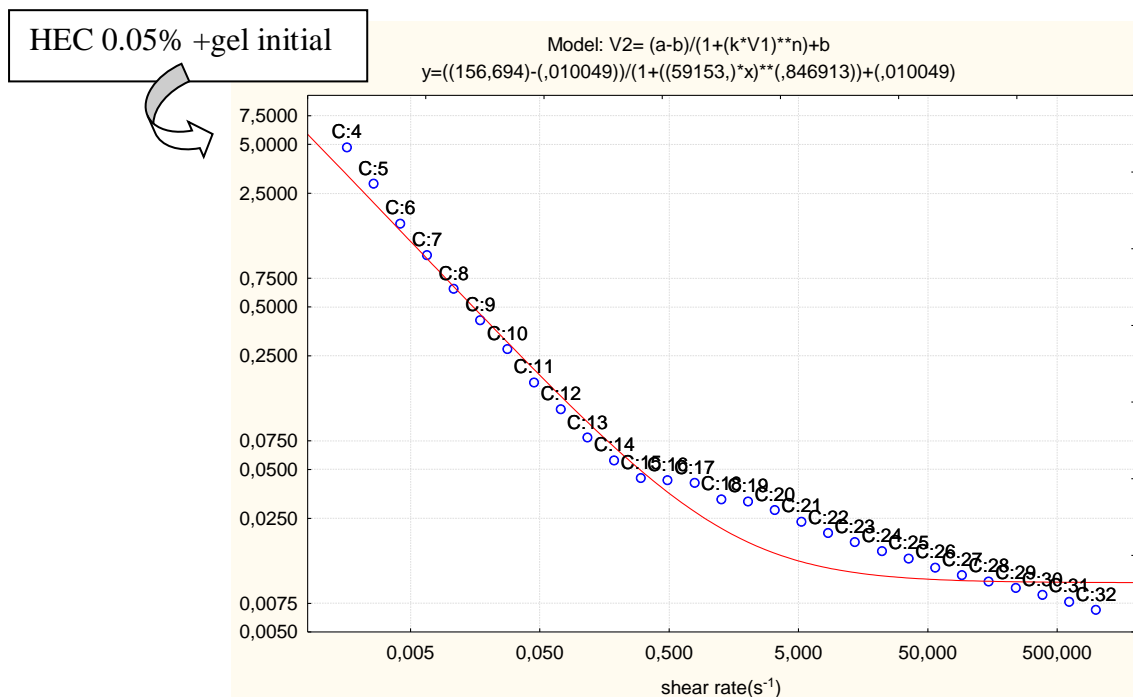
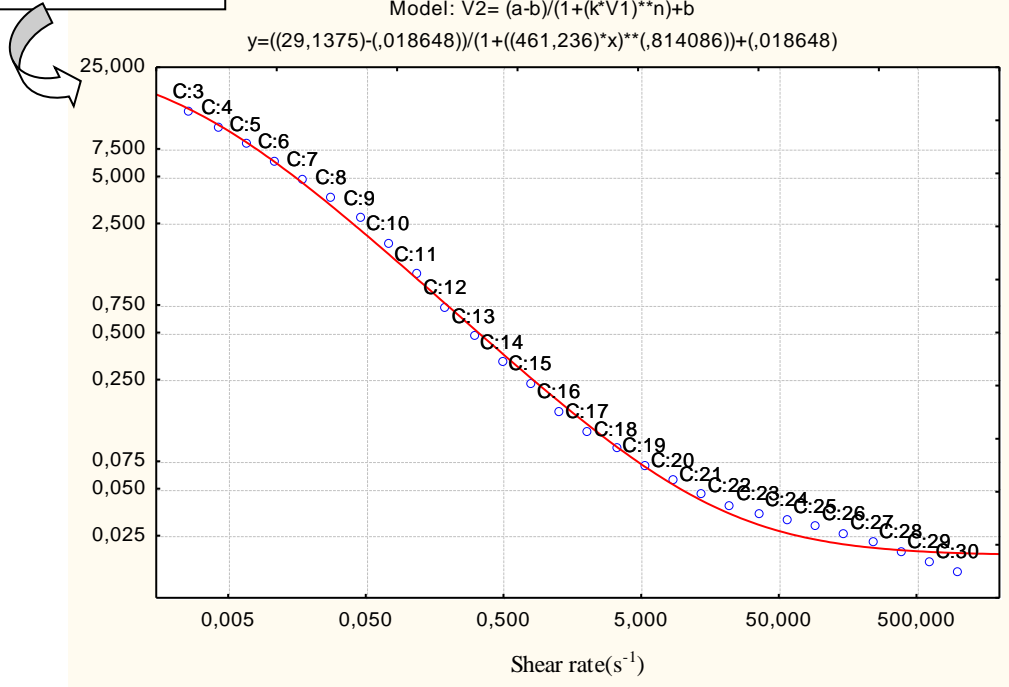


Figure 2.15 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du polymère HPAM à différentes concentrations



Annexe

HEC 0.1% +gel initial



HEC 0.5% +Gel initial

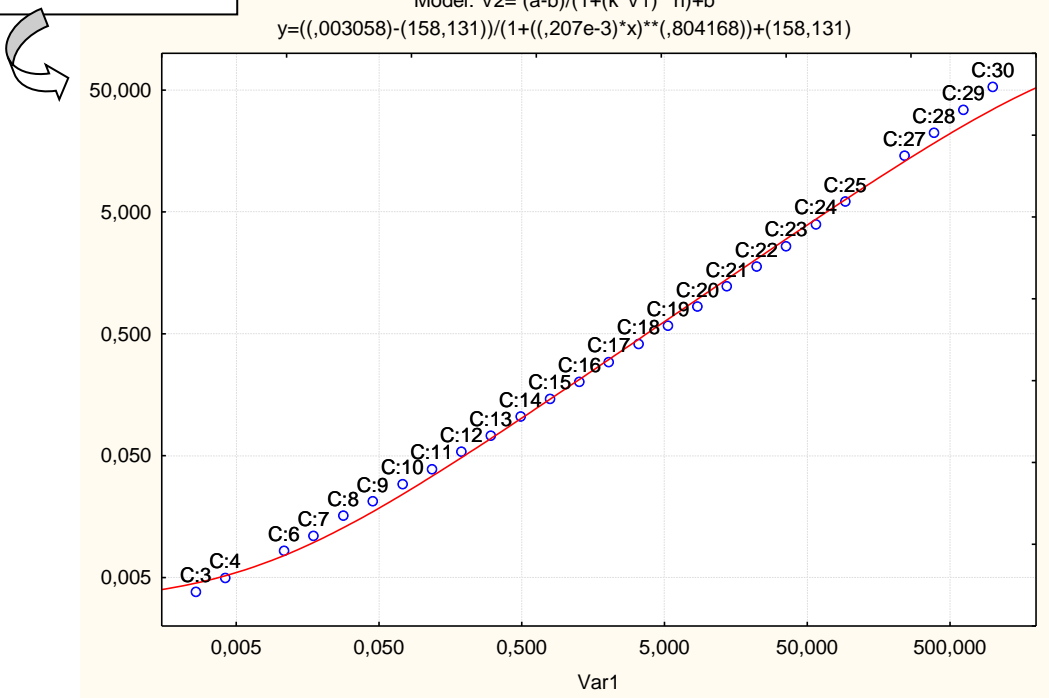
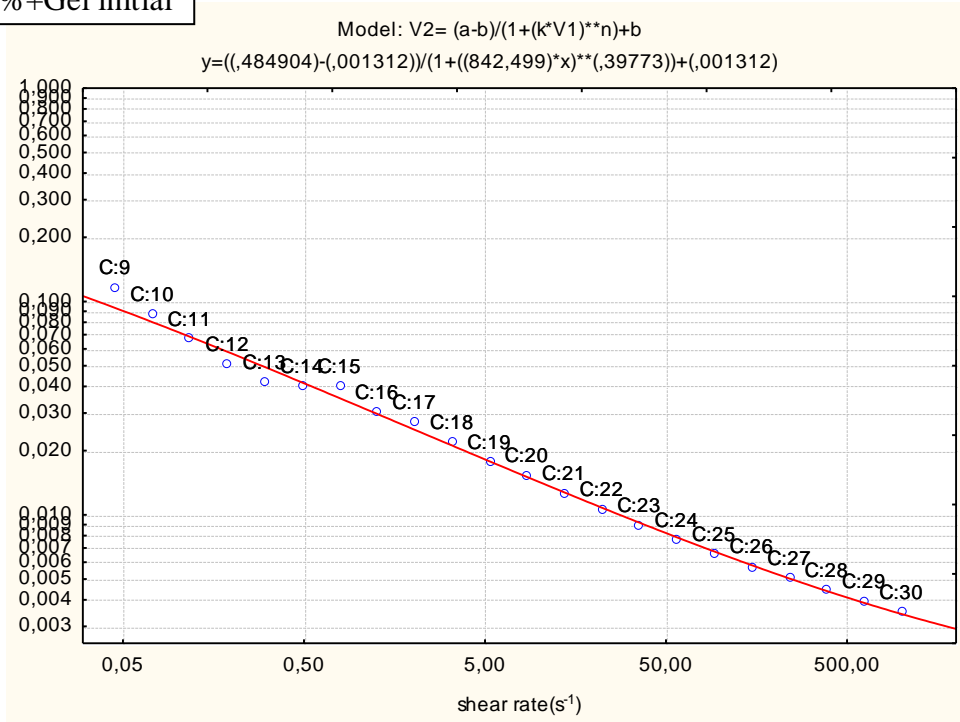


Figure 2.18 : variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différentes concentrations en HEC et mélange HEC + Gel.

Annexe

HPAM 0.05%+Gel initial



HPAM 0.05%

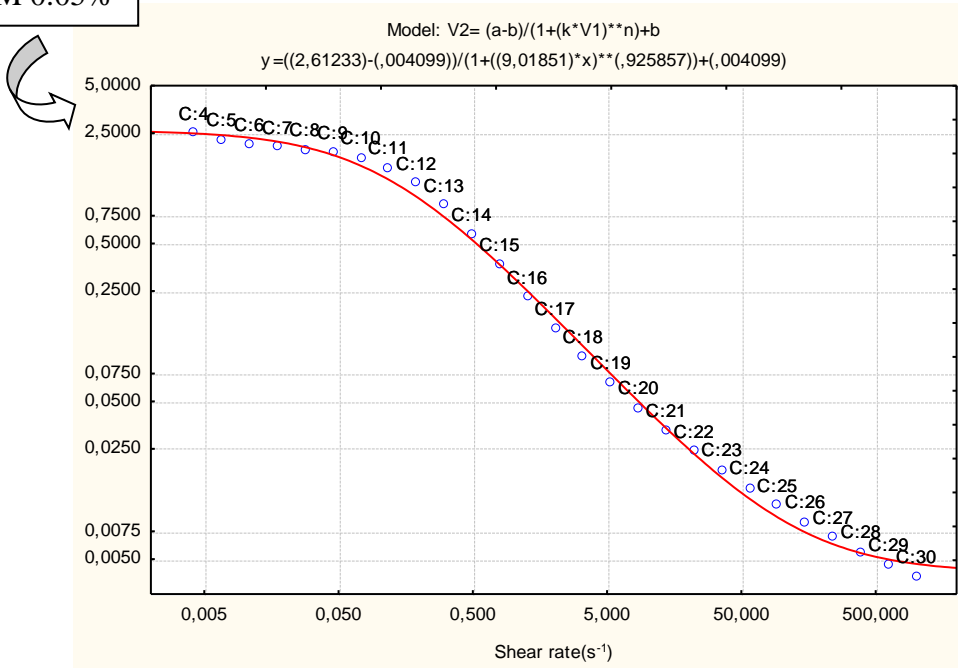


Figure 2.20 : Comportement de la viscosité en fonction du taux de cisaillement HPAM 0.05%, Gel initial et Mélange gel initial + HPAM 0.05%.

Annexe

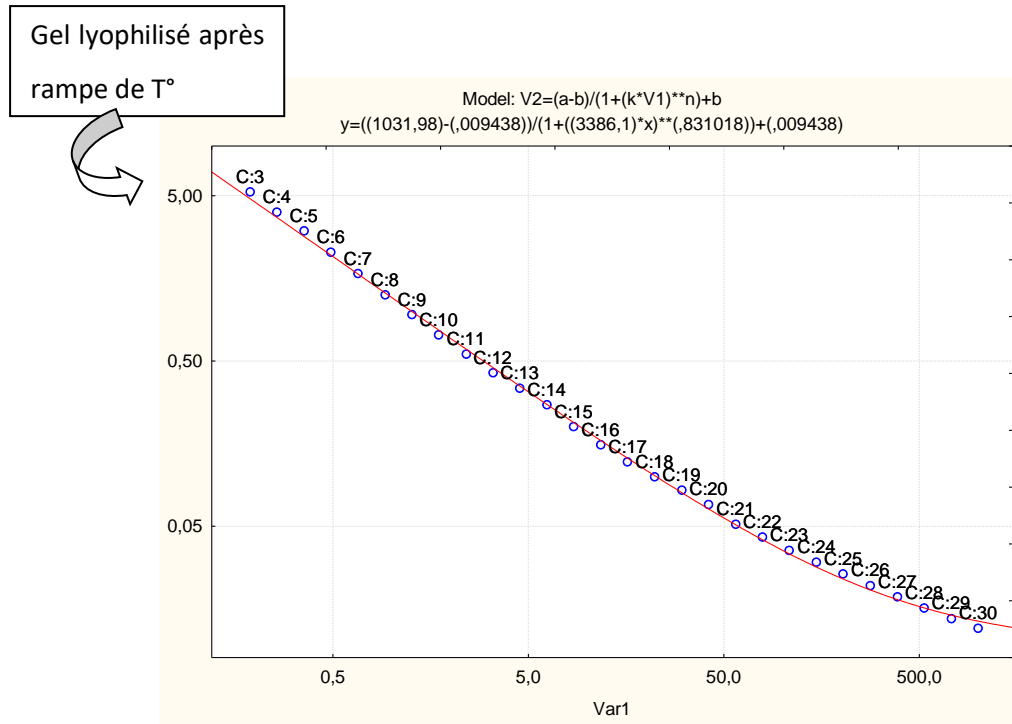


Figure 2.22 : la rampe de température du gel lyophilisé.