

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET  
POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche  
Scientifique  
**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**  
**Faculté de Technologie**  
**Département de Génie des Procédés**



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de  
**MASTER EN GENIE DES PROCÉDES**  
Spécialité : Génie des polymères

**Caractérisation rhéologique des différentes type de  
Polyacrylamide Hydrolysés « HPAM »**

Présenté par :  
BOUZOUIDJA Hiba  
SAHKI Chahrazed

Encadré par :  
M<sup>me</sup> REBIHA Mounia  
M<sup>me</sup> DJEDRI Safia

Année universitaire 2020/2021

# *Dédicaces*

Avant tout je remercie **Dieu** le tout puissant de m'avoir donné la force, le courage et la patience pour continuer mon parcours...

Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents qui m'ont encouragé et soutenus tout le long de mes études. Que dieu les protège.

A mes chères sœurs FATIMA. Z, FAIZA, Fairouz, FATIHA

A toute ma famille

A ma chère amie et binôme BOUZOUIDJA HIBA

A Mes chers amies Houria, Meriem, Hassiba et tous ceux qui ont contribué à l'élaboration de ce travail.

*SAHKI CHAHRAZED*

# *Dédicaces*

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents, qui m'ont permis de continuer mes études dans les meilleures conditions et qui m'ont appris à ne jamais baisser les bras.

A ma chère sœur **Nesrine** et ses petites filles **Aya** et **Alae**.

A mes chers frères **Sidahmed** et **Rafik**.

A mes meilleurs amis à qui je souhaite plus de succès et de la réussite.

A mon binôme **Chahrazed** pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce travail.

Merci désormais chacun à leur façon, ce travail n'aurait pas vu le jour sans votre soutien et vos encouragements.

*Bouzouidja Hiba*

# REMERCIEMENTS

Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah, le clément et le miséricordieux de nous avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Nous voudrions exprimer nos vifs remerciements à notre promotrice **Madame REBIHA**, qu'elle a su nous prodiguer durant l'évolution de notre projet.

Nous ne manquerions pas de remercier **Madame DJEDRI** d'avoir co-dirigé notre travail.

Que tous les membres du jury trouvent ici l'expression de nos profonds

Respects pour avoir pris la peine d'examiner le manuscrit.

Nos remerciements vont également à tous ceux et celles qui de près ou de loin nous ont apporté aide et encouragement. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude.

## ملخص

في ظل هذه الاطروحة نحن مهتمون بدراسة الخصائص الانسيابية للمحاليل المائية لـ HPAM (HPAM1 و HPAM2 و HPAM3) بتركيزات مختلفة (من 0.001% إلى 0.1%) من أجل رؤية تأثير التركيز على السلوك الريولوجي لـ دراسة البوليمرات. تم تحديد الخصائص الريولوجية للمحاليل عن طريق اختبار التدفق الذي سمح لنا بتحديد اللزوجة واختبار اللزوجة المرنة الذي يقيس صلابة المحاليل في حالة السكون واختبار منحدر درجة الحرارة عن طريق التسخين والتبريد. ثم تم تحضير خليط HPAM2 مع الجيل الطبيعي المستخلص من الصبار وتم تحديد الخصائص الريولوجية ومقارنتها بنتائج الخصائص الريولوجية السابقة.

. أظهرت النتائج أن محاليل HPAM عبارة عن سوائل ترقق القص، بحيث تزداد لزوجتها عند السكون مع التركيز. أيضاً ، تصبح مادة صلبة لزجة مرنة في حالة الراحة. من ناحية أخرى ، أظهرت دراسة تأثير درجة الحرارة HPAM هلام عند درجة حرارة معينة ، وأن هياكلها غير قابلة للاسترداد بعد التبريد. تم بعد ذلك تحضير خليط HPAM2 مع الهلام الطبيعي المستخلص من الصبار وتم تحديد الخصائص الريولوجية لهذا الأخير من خلال مقارنتها مع تلك الخاصة بالبوليمرات المنفصلة. أظهرت النتائج أن إضافة البوليمر الصناعي إلى الجل الطبيعي لا يحسن خصائصه الريولوجية أو مقاومته لدرجة الحرارة .

**الكلمات المفتاحية :** ريولوجيا، خليط، HPAM.

## RÉSUMÉ:

Dans le cadre de ce mémoire nous nous sommes intéressées à l'étude des propriétés rhéologiques des solutions aqueuses de HPAM (HPAM1, HPAM2 et HPAM3) à différentes concentrations (de 0.001% à 0.1%) afin de voir l'effet de la concentration sur le comportement rhéologique des polymères étudiés. La caractérisation rhéologique de nos solutions a été effectuée par un test d'écoulement qui nous a permis de déterminer le type du fluide et modéliser les rhéogrammes obtenus par le modèle de Cross, et un test de viscoélasticité qui mesure la rigidité de nos solutions au repos et enfin un test en rampe de température en chauffant et refroidissant.

Les résultats ont montré que les solutions de HPAM sont des fluides rhéofluidifiants, dont la viscosité au repos augmente avec la concentration. Aussi, ils se comportent comme un solide viscoélastique au repos. L'étude de l'effet de la température par contre a montré que les HPAM gélifient à une certaine température, et leurs structures n'est pas récupérables après refroidissement.

On a procédé ensuite à la préparation du mélange de HPAM2 avec le gel naturel extrait du cactus et on a déterminé les caractéristiques rhéologiques de ce dernier en les comparant avec ceux des polymères séparés. Les résultats ont montré que l'ajout du polymère synthétique au gel naturel n'améliore pas ses propriétés rhéologiques ni sa résistance à la température.

**Mots clés :** HPAM, Rhéologie, Mélange, polymères.

#### **ABSTRACT:**

As part of this thesis we are interested in the study of the rheological properties of aqueous solutions of HPAM (HPAM1, HPAM2 and HPAM3) at different concentrations (from 0.001% to 0.1%) in order to see the effect of concentration on behavior rheology of the polymers studied. The rheological characterization of our solutions was carried out by tests, namely the flow test which allowed us to determine the viscosity, the viscoelasticity test which measures the rigidity of our solutions at rest and the temperature ramp test by heating and cooling.

We proceeded to prepare the mixture of HPAM2 with the natural gel extracted from the cactus, then the rheological characteristics are determined and compared with the results of the previous rheological characterizations.

. The results showed that the HPAM solutions are shear thinning fluids, the viscosity of which at rest increases with concentration. Also, they behave like a viscoelastic solid at rest.

The study of the effect of temperature, on the other hand, has shown that HPAMs gel at a certain temperature, and their structures are not recoverable after cooling.

The mixture of HPAM2 with the natural gel extracted from the cactus was then prepared and the rheological characteristics of the latter were determined by comparing them with those of the separate polymers. The results showed that adding the synthetic polymer to the natural gel does not improve its rheological properties or temperature resistance.

**Keywords:** HPAM, Rheology, Mixture.



# TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE.....	01
----------------------------	----

## CHAPITRE 1 :

### GENERALITE SUR LES POLYMERES

1-1- DEFINITION D'UN POLYMERES .....	03
1-2 CLASSIFICATION DES POLYMERES .....	03
1-2-1- Selon leur origine.....	03
1-2-3- Selon l'architecture .....	03
1-2-3- Selon la structure chimique .....	04
1-2-4- Selon le comportement thermique .....	04
1-3 LES PROPRIETES DES POLYMERES .....	05
1-3-1- Propriétés physiques .....	05
1-3-2- Propriétés chimiques .....	05
1-3-3- Propriétés thermiques.....	06
1-4 LES APPLICATIONS DES POLYMERES .....	06
1-5 PRESENTATIONS DE POLYACRYLAMIDE PARTIELLEMENT HYDROLYSE (HPAM).....	07
1-5-1- Caractérisations de HPAM .....	07
1-5-2- Les applications de HPAM .....	09
1-6- LES MELANGES DES POLYMERES .....	10
1-6-1- Types des mélanges des polymères .....	11
1-6-2- L'importance des mélanges des polymères et leur utilisation Dans L'industrie .....	11
1-6-3- Propriétés des mélanges des polymères .....	12



## **CHAPITRE 2 :**

### **LA RHEOLOGIE**

2-1- DEFINITION DE LA RHEOLOGIE .....	14
2-2- LES GRANDEURS UTILISEES EN RHEOLOGIES .....	14
2-2-1- La viscosités .....	14
2-2-2- Contrainte de cisaillement .....	14
2-2-3- Déformation de cisaillement .....	15
2-2-4- Vitesse de cisaillement .....	15
2-3- COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE.....	15
3-1-1- Les fluides Newtoniens .....	15
3-3-2- Les fluides non Newtonien .....	15
2-4- VISCOELASTICITE .....	19
2-4-1- Viscoélasticités linéaires .....	19
2-4-2- Paramètres complexes .....	20
2-5- LES MODELES RHEOLOGIQUES.....	20
2-6- PROPRIETES RHEOLOGIQUES DES POLYMERES .....	21
2-7- RHEOLOGIE DES MELANGES DES POLYMERES .....	22

## **CHAPITRE 3 :**

### **MATERIELS ET METHODES**

3-1- MATERIELS :.....	24
3-1-1- Matières premières :.....	24
3-1-2- Matériels de préparations de solutions .....	24
3-1-3- Equipements de caractérisations .....	24

3-2- METHODES : .....	25
3-2-1- Méthodes de préparation des solutions .....	25
3-2-2- Méthodes de caractérisations.....	26

## **CHAPITRE 4 :**

### **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

4-1- CARACTERISATIONS RHEOLOGIQUES :.....	29
4-1-1- Test d'écoulement .....	29
4 -1-2- Test de viscoélasticité .....	36
4-1-3- Rampe de température .....	39
4-2- CARACTERISATIONS RHEOLOGIQUES DU MELANGE HPAM AVEC GEL NATUREL EXTRAIT CACTUS :.....	42
CONCLUSION.....	45

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1-1</b> : Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia.....	<b>03</b>
<b>Figure 1-2</b> : Structure (HPAM).....	<b>07</b>
<b>Figure 1-3</b> : Poudre (HPAM).....	<b>07</b>
<b>Figure 1-4</b> : Effet de la force ionique sur la conformation des chaînes du HPAM.....	<b>08</b>
<b>Figure 2-1</b> : Rhéogramme d'un corps fluidifiant.....	<b>16</b>
<b>Figure 2-2</b> : Cisaillement et écoulement des corps rhéofluidifiants.....	<b>16</b>
<b>Figure 2-3</b> : Rhéogramme d'un matériau rhéoépaississant.....	<b>17</b>
<b>Figure 2-4</b> : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.....	<b>17</b>
<b>Figure 2-5</b> : Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.....	<b>18</b>
<b>Figure 3-1</b> : HPAM.....	<b>24</b>
<b>Figure 3-2</b> : Rhéomètre ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302.. ..	<b>25</b>
<b>Figure 4.1</b> : Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 1 à 20°C.....	<b>29</b>
<b>Figure 4.2</b> : Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 2 à 20°C.....	<b>30</b>
<b>Figure 4.3</b> : Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 3 à 20°C.....	<b>30</b>
<b>Figure 4.4</b> : Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 1 à 20°C.....	<b>33</b>
<b>Figure 4.5</b> : Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 2 à 20°C.....	<b>34</b>

<b>Figure 4.6 :</b> Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 3 à 20°C.....	<b>35</b>
<b>Figure 4.7 :</b> Viscosité au repos à différentes concentrations des polymères HPAM1, HPAM2 et HPAM3.....	<b>36</b>
<b>Figure 4.8 :</b> Courbe de viscoélasticité de la solution d'HPAM 1 0.05% en fonction de la déformation à T = 20°C et f= 1Hz.....	<b>37</b>
<b>Figure 4.9 :</b> Courbe de viscoélasticité de la solution d'HPAM 2 0.05% en fonction de la déformation à T = 20°C et f= 1Hz.....	<b>38</b>
<b>Figure 4.10 :</b> Courbe de viscoélasticité de la solution d'HPAM 3 0.05% en fonction de la déformation à T = 20°C et f= 1Hz.....	<b>38</b>
<b>Figure 4.11 :</b> Variation des modules de conservation G' de la solution aqueuses HPAM 1 en fonction de la déformation à T = 20°C et f= 1Hz.....	<b>39</b>
<b>Figure 4.12 :</b> Evaluation des modules G' et G'' de HPAM 1 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.....	<b>40</b>
<b>Figure 4.13 :</b> Evaluation des modules G' et G'' de HPAM 2 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.....	<b>41</b>
<b>Figure 4.14 :</b> Evaluation des modules G' et G'' de HPAM 3 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.....	<b>41</b>
<b>Figure 4.15 :</b> Variation des modules G' et G'' du gel et HPAM2 en fonction de la déformation.....	<b>43</b>
<b>Figure 4.16 :</b> Variation des modules G' et G'' du mélange HPAM/Gel en fonction de la déformation.....	<b>43</b>
<b>Figure 4.17 :</b> Evaluation des modules G' et G'' du mélange HPAM/Gel cactus en fonction de la température de refroidissement et de chauffage....	<b>44</b>

## **LISTE DES TABLEAUX**

<b>Tableau 1-1 :</b> Caractéristiques du HPAM.....	<b>08</b>
<b>Tableau 2-1 :</b> Les différents comportements rhéologiques des matériaux.....	<b>19</b>
<b>Tableau 4.1 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 1 a différentes concentrations.....	<b>31</b>
<b>Tableau 4.2 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 2 a différentes concentrations.....	<b>32</b>
<b>Tableau 4.3 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 3 a différentes concentrations.....	<b>32</b>
<b>Tableau 4.4 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 1.....	<b>33</b>
<b>Tableau 4.5 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 2.....	<b>34</b>
<b>Tableau 4.6 :</b> La viscosité à cisaillement nul, $\eta_0$ et le coefficient R de HPAM 3.....	<b>35</b>

## LISTE DES ABREVIATION

Tg : La température de transition vitreuse

Tf : La température de fusion

PVC : Polychlorure de vinyle

PE : Polyéthylène

PP : Polypropylène

PS : Polystyrène

PU : Polyuréthane

HPAM : Le polyacrylamide partiellement hydrolysé

g/m : Gramme par mole

Mesh : Le nombre de mailles du tamis par pouce

$\eta$  : Viscosité

$\tau$  : Contrainte de cisaillement

$\gamma$  : Vitesse de cisaillement

Pa.s : Pascal. Seconde

cP : Le centpoise

F : Force

A : Surface

$\omega$  : Pulsation

G' : Le module de conservation

G'' : Le module de perte

ml : Millilitre

°C : Degré Celsius

Vm : Volume prélevé de la solution mère

Rad/s : Radian par seconde

Hz : Hertz est l'unité dérivée de fréquence du Système international

---

# *Introduction générale*

---



## Introduction générale

Les études menées sur les polymères ont montré qu'ils pouvaient avoir de nouveaux matériaux avec des propriétés et d'avantages plus importants [1].

Les mélanges de polymères constituent un point fort de l'innovation et du développement dans les domaines des matériaux plastiques [2]. En effet, les polymères conventionnels ne suffisent souvent pas à répondre aux exigences des utilisateurs. Pour répondre aux besoins de matériaux à propriétés multiples et plurifonctionnels, les chercheurs ont développés toute une gamme de mélanges de polymères. Développer un mélange à partir des polymères existants revient considérablement moins cher que mettre au point une nouvelle molécule.

Les polyacrylamides (PAM) sont des polymères de hauts poids moléculaires, solubles dans l'eau, dont le squelette de base est composé d'unités répétitives de monomères d'acrylamides (AMD). Ces polymères sont utilisés pour plusieurs applications comme le traitement des eaux, la stabilisation des sols et la récupération assistée du pétrole et sont impliqués aussi dans divers processus industriels (industrie cosmétique, textile, papeterie). Plusieurs types (anioniques, cationiques, linéaires, réticulés) de PAM existent sous différentes formes (sec sous forme de poudre, flacons ou granules; liquide sous forme d'émulsion ou de dispersion).

La connaissance des caractéristiques de ces derniers est l'objectif de notre étude. Cela nous permettra d'analyser le polymère c'est-à-dire déterminé leur identification et leur propriété.

L'étude rhéologique des polymères présente un grand intérêt en raison de leurs applications étendues dans l'industrie qui ne cessent de croître. L'avancée et la multiplication des technologies de mise en forme et de fabrication, nécessitent une connaissance plus approfondie et plus exacte du comportement rhéologique des matériaux. Parallèlement, les tests rhéologiques permettent d'obtenir des informations sur la structure des matériaux et l'effet qu'une contrainte ou un temps appliqué a sur elle.

Notre travail s'est porté sur l'étude de trois polyacrylamides hydrolysés de différents grades. Une caractérisation rhéologique détaillée a été réalisée afin de comprendre son comportement au repos et sous écoulement et de voir aussi les différences entre eux. L'effet de la concentration et de la température ont aussi été abordé.

Notre travail est présenté en deux parties :

- La première partie est une revue bibliographique qui traite des généralités sur les polymères en donnant un aperçu sur les mélanges des polymères dans le premier chapitre, ainsi de traiter la rhéologie et ses différentes caractéristiques dans le second chapitre .
- La deuxième partie traite le travail expérimental effectué dans notre étude dans laquelle on décrit dans un chapitre les matériels et les méthodes qu'on a utilisés suivi d'un autre réservé à la présentation, discussion et l'interprétation des résultats obtenus.

On terminera l'étude par une conclusion générale qui résumera l'ensemble de ces résultats et perspectives.

---

***CHAPITRE 1 :***  
***GENERALITE SUR LES***  
***POLYMERES***

---

## 1-1- Définition d'un polymère :

Un polymère est une macromolécule formée de l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités de répétition qui dérivent d'un ou de plusieurs monomères (qui sont également appelés motifs) et préparée à partir de molécules appelées monomère. Le monomère est le nom donné à la petite molécule à partir de laquelle est formée la macromolécule, le déroulement de cette réaction est dit une polymérisation [1].

## 1-2- Classification des polymères :

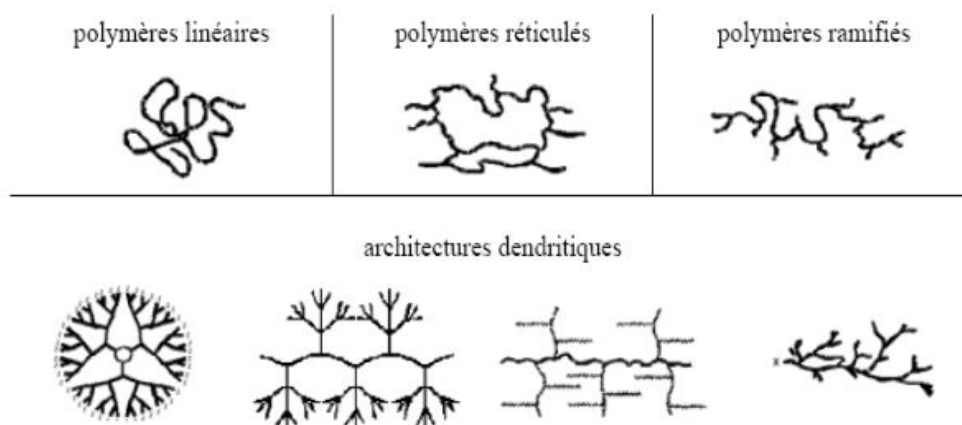
### 1-2-1- Selon leur origine :

Les polymères classés selon l'origine peuvent être:

- des polymères naturels : ce sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose, la chitine...
- des polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel, exemple: méthylcellulose.
- des polymères synthétiques : ce sont les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs. [2]

### 1-2-2- Selon l'architecture:[3]

Les architectures macromoléculaires peuvent être divisées en quatre grandes familles : les polymères linéaires, ramifiés, réticulés et plus récemment, les polymères dendritiques.



**Figure 1-1 :** Classification des architectures macromoléculaires selon Tamolia [4].

- Les **polymères d'architecture linéaire** sont essentiellement obtenus par des techniques de polymérisation en chaîne ou des réactions de polymérisation par étapes ou polycondensation.

-**Les architectures ramifiées** découlent de réactions de transfert de chaîne, ou bien sont générées par des réactions de greffage. Dans tous les cas, ces architectures linéaires ou ramifiées définissent le domaine des thermoplastiques.

-L'introduction de liaisons covalentes entre chaînes de polymères linéaires ou ramifiés aboutit à la troisième famille, **les polymères réticulés** ou « crosslinked polymers ».

-**Les systèmes dendritiques** constituent la quatrième famille d'architecture macromoléculaire. C'est Paul Flory en 1953 qui a le premier évoqué la possibilité de synthétiser des dendrimères à partir de monomères multifonctionnels, dans son célèbre livre "Principles of Polymer Chemistry" [5]. Mais ce n'est qu'à la fin des années 1970 que Vögtle [6] a décrit la première synthèse de dendrimères (qu'il appelle « arborols »), suivi par Tomalia [7] et Newkome [8].

### **1-2-3- selon la structure chimique :**

La structure chimique des motifs permet une classification des composés macromoléculaires en homopolymères et copolymères.

**a- Les homopolymères:** sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité, ces homopolymères sont des longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont dues à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes. [9]

**b- Les copolymères:** sont des polymères qui possèdent plusieurs unités, comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles, citons: le mode statistique, alterné, séquencé et greffé.

### **1-2-4- Selon le comportement thermique :**

**a- Les thermoplastiques :** ramollissent sous l'effet de la chaleur, ils deviennent souples, malléables et durcissent à nouveau quand on les refroidit, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables. Leurs polymères de base sont constitués par des macromolécules linéaires reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou de fortes contraintes, elles peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leurs nouvelles formes. [10]

**b- Les thermodurcissables:** les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermodurcies ou thermorigides. Dans ce cas les chaînes de départ sont beaucoup plus courtes et plus réactives, ces chaînes vont se lier ensemble chimiquement, cette réaction conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel. [11]

**c- Les élastomères :** ces polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc, un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles-mêmes, sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer. [12]

### **1-3- Propriétés des polymères :**

#### **1-3-1- Propriétés physiques:**

Avant tout, rappelons qu'il existe une grande variété de matières plastiques, tout comme il existe un grand nombre d'alliages métalliques, une des caractéristiques physiques générales des polymères est :

La masse volumique : La masse volumique des matières plastiques est peu élevée.

La légèreté des polymères est sans aucun doute une des qualités qui a le plus largement contribué à leur diffusion. En ce qui concerne le rapport (résistance à la traction / masse volumique), certains polymères sont en fait supérieurs bien à des matériaux métalliques.

La faible masse volumique des plastiques est due au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone).

#### **1-3-2- Propriétés chimiques :**

Les réactions chimiques des polymères comme de tous les corps rigides se font essentiellement par leur surface extérieure. L'inertie chimique des polymères est bonne sauf dans le cas des solvants qui détruisent la cohésion intermoléculaire en pénétrant dans la matrice. Globalement les polymères sont résistants aux acides et aux bases tandis qu'ils sont sensibles aux solvants.

### **1-3-3- Propriétés thermiques :**

La température de transition vitreuse "Tg" et la température de fusion "Tf" sont les deux températures fondamentales nécessaires dans l'étude des matériaux polymères. La température de transition vitreuse est partiellement importante pour les polymères amorphes, notamment les thermoplastiques amorphes, pour lesquels, il n'existe aucune force de cohésion importante autre que l'enchevêtrement.

Les zones cristallines ne fondent que bien au-delà de la température de transition vitreuse.

Les températures caractéristiques d'un seul et même matériau peuvent alors être classées de la façon suivante: Température de transition vitreuse < Température de cristallisation < Température de fusion < Température de décomposition thermique.

Selon la température à laquelle il est soumis, un matériau polymère peut présenter des comportements mécaniques différents. Ceci peut se produire pour les thermoplastiques semi cristallins dans un domaine même étroit de la température.

### **1-4- Applications des polymères :**

Les polymères sont à la base de plusieurs matériaux et sont utilisés dans différents domaines, tels que : fibres textiles naturelles et synthétiques, mousses isolantes, colles, vêtements, vaisselle, emballage alimentaire (bouteille), et industrie (flacons de détergents, sachets,...) industrie chimique (tuyauteries, cuves,...) [13].

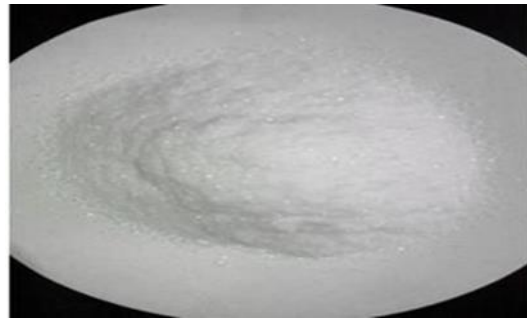
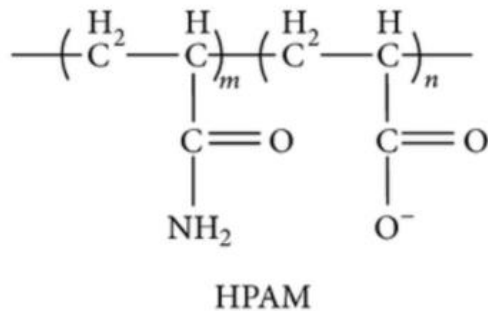
Les cinq familles les plus utilisées sont:

- Les polychlorures de vinyles (PVC) utilisés comme pièces rigides, tuyauterie, films d'étanchéité ;
- Les polyéthylènes (PE) utilisé comme emballages transparents, pièces rigides;
- Les polypropylènes (PP) et les polystyrènes (PS): pièces rigides, fibres;
- Les polyesters saturés : cosmétiques, revêtements de surface, peintures, vernis, plastifiants pour autres polymères; et les polyesters insaturés: films, fibres textiles, matériaux composites ;
- les polyuréthanes (PU).

Citons également les élastomères, qui proviennent pour certains de ces différentes familles et ou du caoutchouc naturel, et dont la principale utilisation se trouve dans le domaine des pneumatiques.

### 1-5- Présentation de polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) :

Le polyacrylamide partiellement hydrolysé, HPAM, est, parmi les polymères synthétiques, le plus utilisé dans le domaine pétrolier comme agent viscosifiant [14] [15]. C'est un polymère linéaire anionique de masse molaire élevée, dont certaines fonctions amide ont été hydrolysées, la description détaillée de la structure de ces polymères est donnée à la (Figure 1-2), Il se présente sous forme d'une poudre de granules blanches (figure 1-3).



**Figure 1-2 :** Structure (HPAM).

**Figure 1-3:** Poudre (HPAM).

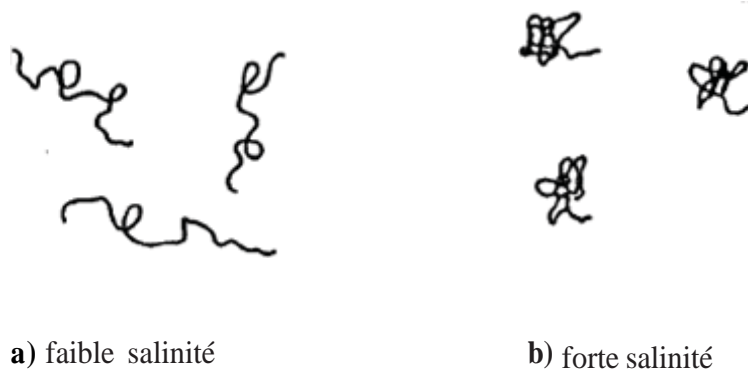
#### 1-5-1- Caractérisation de HPAM :

Le pourcentage d'acide acrylique permet de calculer le degré d'hydrolyse. Lors de la synthèse de ce polymère, il est important d'optimiser ce degré d'hydrolyse : si le degré d'hydrolyse est trop faible, le polymère n'est pas soluble dans l'eau ; s'il est trop élevé, le polymère est trop sensible à la salinité. Pour ces raisons, le degré d'hydrolyse d'un polyacrylamide hydrolysé est compris entre 30 et 35 %. De plus, il est à noter que, lors de l'injection dans le réservoir et notamment à haute température, l'hydrolyse de l'amide continue, ce qui peut modifier les propriétés physico-chimiques du polymère.

De par sa structure chimique, le HPAM est un polyélectrolyte et peut donc interagir avec les ions présents en solution. Selon la force ionique du milieu, la conformation des chaînes peut être compacte (effets d'écrantage électrostatique à force ionique élevée)



ou étirée (à faible force ionique) (figure 1-4).



**Figure 1-4** : Effet de la force ionique sur la conformation des chaînes du HPAM [16].

- Le tableau ci-dessous représente quelques caractéristiques du HPAM (Tableau 1-1)

**Tableau 1-1** : Caractéristiques du HPAM

Apparence:	Poudre de granules blanches
Charge ionique:	Anionique
Masse moléculaire:	20-30 millions g/mol
Granule:	20-60 mesh
Du contenu solide:	≥90%
Degré d'hydrolyse:	30-45%
Temps de dissolution:	≤60 minutes

Un des inconvénients des polyacrylamides partiellement hydrolysés est leur dégradabilité dans certaines conditions (température, sollicitation mécanique). Ils sont notamment très sensibles à la dégradation mécanique, d'où leur intérêt dans la présente étude. Malgré ces inconvénients, ces polymères restent les plus utilisés en raison de leur faible coût et de leur résistance à la dégradation bactérienne.

## **1-5-2- Les applications de HPAM :**

### ➤ **Agent de déplacement de pétrole et récupération de pétrole tertiaire:**

Il peut ajuster la rhéologie de l'eau remplie, augmenter la viscosité du liquide moteur, améliorer l'efficacité et la puissance de l'eau, réduire la perméabilité de la couche d'eau et permettre à l'eau et à l'huile de circuler à vitesse égale. Son effet est qu'il est principalement utilisé dans la récupération tertiaire de pétrole des champs de pétrole dans la production d'huile de l'aspect, et l'huile brute d'environ 100 à 150ton plus peut être produite en remplissant le produit macromolécule polyacrylamide une tonne.

### ➤ **Forage boue matières premières:**

Dans l'exploration et le développement des champs de pétrole et l'exploration de la géologie, de l'eau et du charbon, il est utilisé comme adhésif de forage de boue, peut améliorer la durée de vie des forages, améliorer la vitesse de forage et le forage. , et a un effet préventif bien évasé, et il peut être utilisé comme fluide de fracturation des champs de pétrole ou comme agent bouchant pour contrôler le profil et boucher l'eau.

### ➤ **Floculant:**

Le gène de polarité adsorbe les particules solides dispersées dans l'eau, forme des ponts entre les particules et forme les grands agrégats, sédimentant et sépare l'eau, flocule les détritiques et l'argile dans le fluide de forage.

### ➤ **Dispersant:**

Dans le traitement de boue de forage, ce produit peut améliorer la lubrification et la stabilité de la boue pour réduire la perte d'eau, empêcher le collage efficace, augmenter l'efficacité de forage.

### ➤ **Agent de blocage:**

Le produit peut générer une réticulation sous l'effet de  $Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$  et d'autres ions, une partie du composé de haut poids moléculaire est changé de forme linéaire en formes du corps. Le produit n'est pas soluble dans l'eau et peut être adsorbé sur le trou de forage pour bloquer les lacunes de la couche de

fond et surmonter la fuite de fluide de forage.

➤ **Lubrifiant:**

Le produit peut être absorbé à la surface des particules de métal ou d'argile pour former un film liquide afin de changer le frottement sur la surface solide en fricage liquide.

➤ **Additif de perte de liquide:**

Le degré d'hydrolyse est plus élevé, le groupe d'hydratation sur la chaîne moléculaire est plus élevé, l'hydratation est meilleure et il passe du flocculant à l'additif de perte de fluide. La boue de forage doit être traitée afin de maintenir la perméabilité du gâteau aussi basse que possible afin de maintenir un trou de forage stable et de minimiser l'invasion du filtrat et les dommages à la zone de paye.

➤ **Agent d'inhibition du schiste:**

L'adsorption multipoint des formats de polymères aux macromolécules de la membrane entrecroisée joue un rôle d'amélioration de la stabilité du forage. [17]

### **1-6- Les mélanges des polymères :**

L'intérêt porté depuis ces vingt dernières années aux mélanges de polymères provient du fait qu'ils constituent un moyen peu onéreux de réaliser de nouveaux matériaux offrant des propriétés intermédiaires et parfois même supérieures à celles de leurs constituants, en partant de monomères et de polymères facilement accessibles [18].

On appelle un mélange de polymère tout mélange d'au moins deux polymères ou copolymères. Ces polymères peuvent être miscibles ou non miscibles [19]. Ce sont des mélanges de polymères de natures chimiques différentes. Ils obéissent principalement à des systèmes pluriphasiques dont la structure dépend de la composition et des conditions de transformation. Ils peuvent être classifiés suivant leur miscibilité et la méthode de préparation [20].

### **1-6-1- Types des mélanges de polymères :**

Il existe plusieurs types de mélanges de polymères et/ou copolymères : les systèmes homogènes obtenus à partir de polymère miscible, les systèmes hétérogènes obtenus à partir de polymères non miscible et les systèmes obtenus par mélange de polymères partiellement miscibles. Les mélanges de polymères peuvent consister en deux phases continues ou en une phase continue et une phase dispersée dans la première [21]. On distingue :

#### **a- 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 [22].

#### **b- Mélange non miscible :**

Un mélange de deux polymères est considéré non miscible lorsqu'il se sépare en deux phases quelles que soient leurs proportions relatives et la température considérée.

#### **c- Mélange partiellement miscible :**

Un mélange dit partiellement miscible s'il se sépare en deux phases, dont chacune est enrichie en l'un des deux constituants [23].

### **1-6-2- L'importance des mélanges de polymères et leurs utilisations dans l'industrie :**

Le mélange des polymères donne des matériaux exhibant des bonnes propriétés mécanique électriques et thermique, offrent également 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 leur processabilité ou leur résistance 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 [24].

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

- Développement d'un matériau répondant à des exigences précises ;

- Elargissement de performance d'un polymère technique en le mélangeant avec un polymère moins cher ;
- L'amélioration d'une propriété spécifique ;
- Ajustage de la composition du mélange selon les spécifications du client ;
- Recyclage des 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 [25].

De nos jours, les mélanges représentent quelques 30% de la consommation mondiale de matières plastiques. Cette part est en constante augmentation de près de 10% depuis plus de 10 ans [26].

### **1-6-3- Propriétés des mélanges de polymères :**

Pour les producteurs de résines, mélanger des polymères, fournit un moyen permettant l'amélioration de la performance d'une résine donnée et par conséquent l'augmentation des ventes.

Par contre, les transformateurs cherchent à générer un ensemble de propriétés pour des applications prédéfinies .La tâche la plus difficile et la plus intéressante est le développement de mélanges possédant un ensemble de propriétés bien définies. Pour cela une procédure systématique doit être appliquée.

La procédure commence par la sélection des constituants du mélange qui possèdent au moins une propriété recherchée. Cette tâche peut être facilitée par une liste de résines et leur contribution principale dans le mélange.

L'expérience indique que l'addition d'un polymère à un autre peut induire une réponse spécifique. Donc la stratégie pour modifier un polymère est de sélectionner un modificateur causant ainsi l'effet désiré.

Ensuite, il faut sélectionner le meilleur modificateur parmi ceux qui pourraient convenir. La sélection est basée sur le principe de compensation des propriétés .Les mélanges non compatibles sont introduits afin de réduire les tensions interfaciales.

Enfin, la méthode de fabrication est choisie, du fait que la performance d'un mélange ne dépend pas seulement des propriétés des ingrédients et de la composition, mais aussi la morphologie, l'objectif principal de cette étape est de générer et maintenir la morphologie désirée en sélectionnant les méthodes de comptabilisation, de formulation et de mise en œuvre.

Le facteur économique doit être considéré à chacune des étapes. Une approche alternative consiste à déterminer le rapport coût/performance pour différentes compositions. L'un des problèmes les plus sérieux est de trouver des données fiables concernant les performances du mélange à long terme et son vieillissement.

---

***CHAPITRE 2 :***  
***LA RHEOLOGIE***

---

## 2-1- Définition de la rhéologie :

Le terme « rhéologie » a été proposé par Eugène Cook Bingham en 1928, pour désigner « la science qui étudie les déformations et l'écoulement de la matière », et qui prolonge et complète les différentes branches de la mécanique : élasticité, plasticité, mécanique des fluides, hydraulique, etc. Plus exactement, l'objet de la rhéologie est l'étude du comportement mécanique, c'est-à-dire des relations entre les déformations et les contraintes de matière [27].

## 2-2- Les grandeurs utilisées en rhéologie :

Contraintes et déformations sont les grandeurs physiques qui sont à la fois l'objet et l'outil de la rhéologie. De façon schématique, une mesure rhéologique consiste à soumettre un échantillon du matériau de géométrie définie à une contrainte et à mesurer la déformation (ou la vitesse de déformation) qui en résulte, ou réciproquement [28].

### 2-2-1- La viscosité :

De manière imagée, la viscosité d'un fluide représente sa résistance à l'écoulement. D'un point de vue physique, on définit la viscosité dynamique newtonienne (souvent noté  $\mu$  ou  $\eta$ ) comme étant le rapport entre contrainte et vitesse de cisaillement :

$$\eta = \tau / \dot{\gamma}$$

Avec :  $\tau$  contrainte de cisaillement (en Pa) et  $\dot{\gamma} = d\gamma / dt =$  vitesse de cisaillement (en  $s^{-1}$ ).

La viscosité s'exprime donc, dans le système international, en Pa.s. On emploie encore souvent une sous unité qui est le Poise (P), ou le centpoise (cP) :  $1cP = 10^{-3}$  Pa.s.

A 20°C la viscosité de l'eau est égale à 1cP, soit 0.001 Pa.s [29].

### 2-2-2- Contrainte de cisaillement :

Soit une force F appliquée à une surface A, interface entre une plaque supérieure et un liquide sous-jacent. Cette force F va provoquer un écoulement dans la couche liquide. La rapidité de l'écoulement est subordonnée à la résistance interne de liquide, c'est-à-dire, sa viscosité. La contrainte tangentielle  $\tau$  est alors définie comme étant le



rapport de la force  $F$  à la surface  $A$ .  $\tau$  s'exprime en Pascal ou en  $N/m^2$  dans le système MKSA [30].

$$\tau = dF / dS$$

### 2-2-3- Déformation de cisaillement :

On définit la déformation de cisaillement dans le cas de la symétrie plane, ou deux couches fluide séparées par une distance  $dx$  et se déplaçant l'une par rapport à l'autre avec une vitesse  $v$  par la relation [30] :

$$\gamma(x,t) = du(x,y) / dx$$

### 2-2-4- Vitesse de cisaillement :

Par définition, la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ; c'est une vitesse de déformation [30] :

$$\dot{\gamma} = d\epsilon / dt$$

## 2-3- Comportement rhéologique :

### 2-3-1- Les fluides Newtoniens :

L'écoulement des fluides newtoniens est le cas le plus simple que l'on puisse trouver, la vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement sont reliées par une loi linéaire, la pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogramme est la viscosité du fluide.

$$\tau = \mu \dot{\gamma}$$

$\mu$  : viscosité dynamique ou absolue du fluide (Pa.s).

### 2-3-2- Les fluides non newtoniens :

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement et qui sont caractérisés par une relation générale de type:

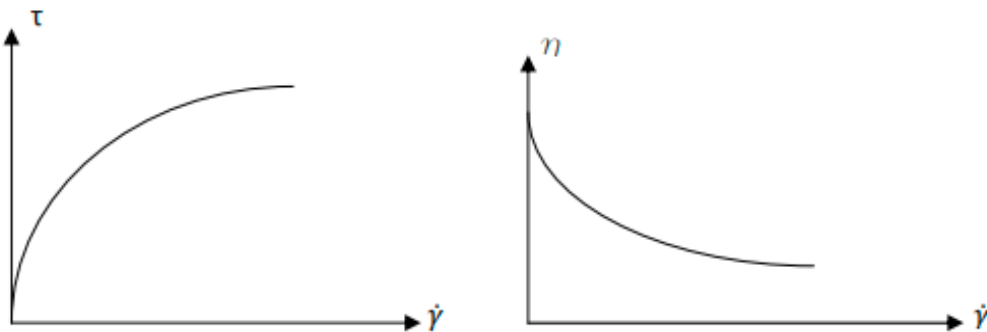
$$\tau = \mu_a \dot{\gamma}$$

$\mu_a$  : viscosité apparent dépendante de la vitesse de déformation de cisaillement.

On distingue deux catégories principales de fluides non newtoniens:

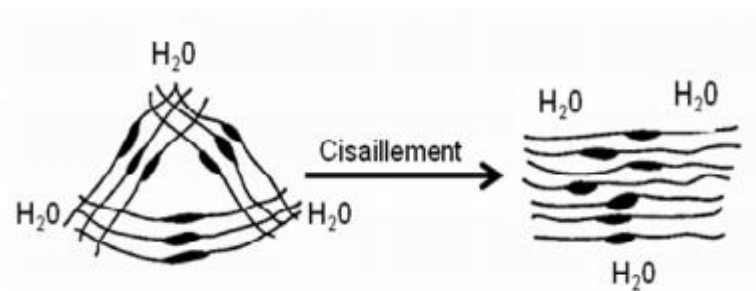
**a- Le fluide rhéofluidifiant :**

Il est caractérisé par une diminution de la viscosité lorsque le gradient de vitesse augmente. Les émulsions, les suspensions, les dispersions et les polymères fondus appartiennent généralement à ce groupe. Ces matériaux présentent au repos une structure organisée qui provoque une résistance à l'écoulement. Une autre interprétation moléculaire consiste à envisager une modification de structure de liquide (destruction par rupture de liaison ou défloculation de particules) en fonction de la vitesse de cisaillement. (Figure 2-1)



**Figure 2-1 :** Rhéogramme d'un corps fluidifiant.

Au repos et pour les faibles forces de cisaillement, les molécules sont plus ou moins entrelacées dans un état désordonné, et emprisonnent une certaine quantité d'eau. Ces molécules s'alignent progressivement dans le sens de l'écoulement au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement augmente avec libération de molécules d'eau, favorisant ainsi l'écoulement des différentes couches de fluide (figure 2.2). [31]



**Figure 2-2 :** Cisaillement et écoulement des corps rhéofluidifiants.

### b- Fluide rhéoépaississant :

La viscosité d'un matériau rhéoépaississant s'élève lorsque le gradient de vitesse augmente. C'est le cas des suspensions aqueuses de concentration élevée (fraction volumique supérieure à 0.5). Au repos, chaque particule est entourée d'une mince couche de liquide. Lors du cisaillement, des zones "sèches" dues à l'insuffisance de phase continue apparaissent à la surface des particules et créent des forces de frottements dont l'intensité augmente avec le cisaillement. Il en résulte une augmentation de la viscosité. (Figure 2-3)

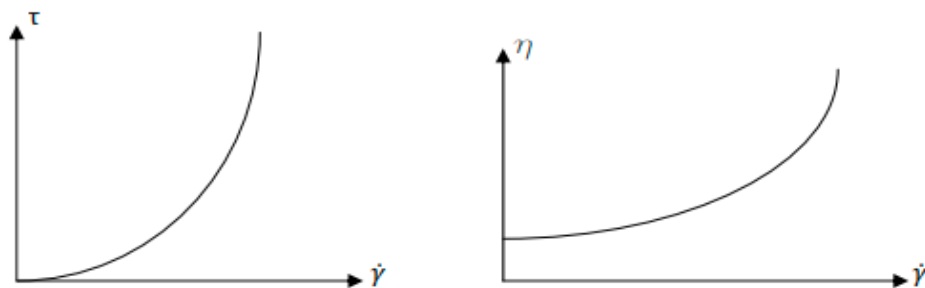


Figure 2-3 : Rhéogramme d'un matériau rhéoépaississant

- **Fluides à contrainte critique :**

Cette catégorie de fluides est aussi communément désignée par l'appellation fluide plastique, la figure (2-4) donne une vue des courbes d'écoulement les caractérisant. Il s'agit de fluides ne s'écoulant pas avant qu'il leur soit appliqué une contrainte de cisaillement minimale.

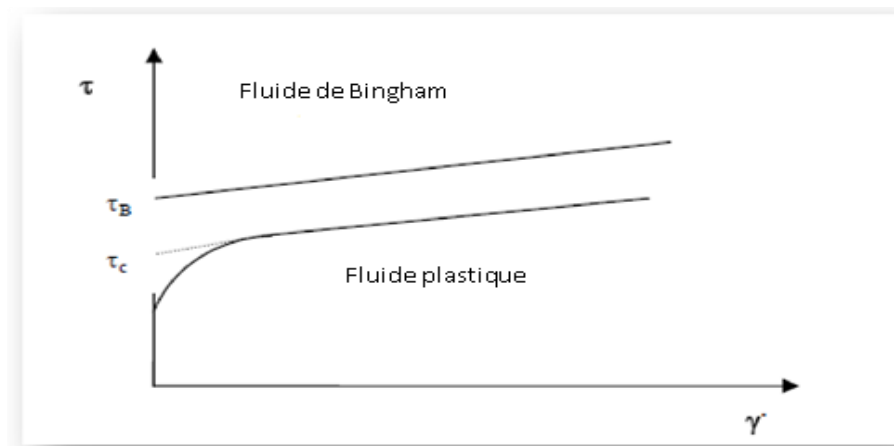
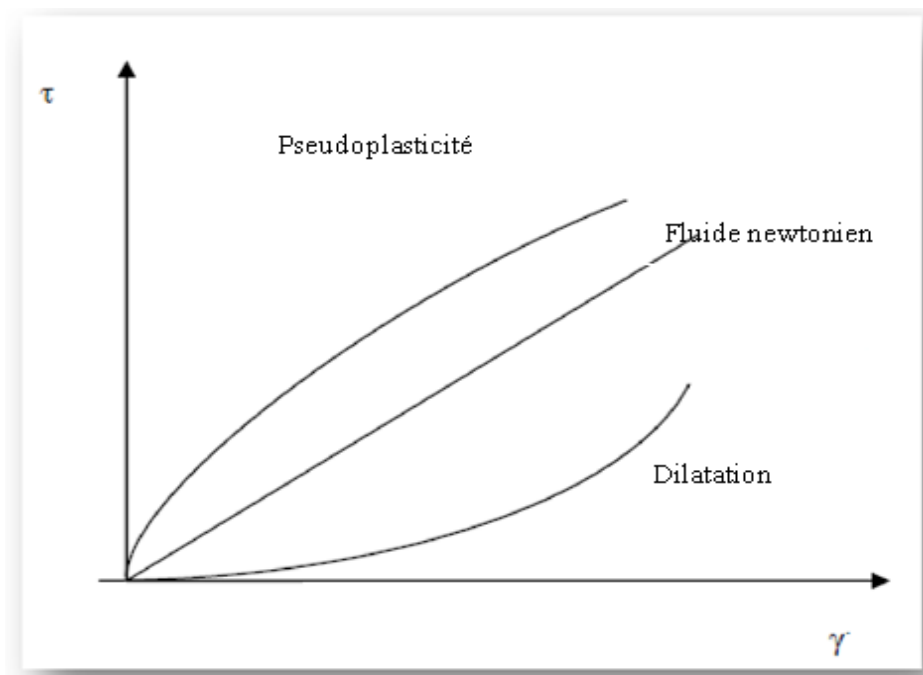


Figure 2-4 : Courbes d'écoulement de fluides présentant une contrainte critique.

- **Fluides sans contrainte critique :**

La figure (2-5) présente les courbes d'écoulement des deux principales catégories de fluides sans contrainte critique, à savoir les fluides pseudo-plastiques (ou rhéofluidifiants) et les fluides dilatants (ou rhéoépaississants).

Pour les fluides pseudoplastiques, le rapport  $\tau/\dot{\gamma} = \mu_{app}$  (viscosité apparente) est à peu près constant pour les plus faibles valeurs de vitesse de cisaillement imposées et vaut  $\mu_0$ . Ce rapport décroît ensuite progressivement lorsque la vitesse de cisaillement augmente (d'où le nom de rhéofluidifiant), jusqu'à atteindre une valeur de viscosité limite ( $\mu_\infty$ ) [32].



**Figure 2-5 :** Courbes d'écoulement des principales catégories de fluides sans contrainte critique.

Les différents comportements rhéologiques des matériaux sont résumés dans le tableau (2-1) :

**Tableau 2-1** : Les différents comportements rhéologiques des matériaux [33].

Indépendants du temps	Dépendants du temps
<p><b>Newtonien</b> : la viscosité est une constante.</p> <p><b>Rhéofluidifiant</b> : la viscosité diminue quand le gradient de vitesse augmente.</p> <p><b>Rhéopaisissant</b> : la viscosité augmente quand le gradient de vitesse augmente.</p> <p><b>Plastique</b> : viscosité infinie (pas d'écoulement) en dessous d'un seuil de contrainte.</p>	<p><b>Thixotrope</b> : la viscosité diminue en fonction du temps sous l'effet du cisaillement et se reconstitue au repos.</p> <p><b>Antithixotrope</b> : la viscosité augmente en fonction du temps sous l'effet du cisaillement et se reconstitue au repos.</p> <p><b>Viscoélastique</b> : associe à un comportement visqueux un comportement élastique caractérisé par un effet mémoire.</p>

#### 2-4- La viscoélasticité :

Tous les liquides présentent des propriétés visqueuses, certains possédant une structure complexe peuvent également présenter des propriétés élastiques. Ce comportement se manifeste notamment lorsqu'on applique ou lorsqu'on supprime brutalement un cisaillement par l'apparition d'un régime transitoire pendant lequel la structure de l'échantillon évolue avant de se stabiliser. La détermination des propriétés viscoélastiques de certains matériaux passe par la mise en place d'une analyse oscillatoire. Ce type de test consiste à imposer à l'échantillon un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée  $\omega$ . Lors de ces tests, la contrainte  $v(t)$  et la vitesse de cisaillement  $y(t')$  évoluent sinusoïdalement au cours du temps [34].

##### 2-4-1- Viscoélasticité linéaire :

Un fluide viscoélastique récupère une partie de ses déformations après suppression des contraintes et la contrainte associée à une déformation, diminue dans le temps.

La viscoélasticité linéaire caractérise le comportement élastique et dissipatif d'un matériau en petites déformations. Celle-ci peut être considérée à différentes échelles. En mécanique des structures, c'est le niveau macroscopique qui est retenu. Cependant,

quelques éléments d'une approche à une échelle inférieure (ici moléculaire) permettent de comprendre le phénomène physique de dissipation dans ces matériaux, ce qui permet de déterminer ou d'expliquer l'influence de certains facteurs à prendre en compte [35].

La notion de la viscoélasticité repose sur deux termes principaux  $G'$  et  $G''$ , tel que :  $G'$  le module de conservation et  $G''$  le module de perte, on peut caractériser un polymère selon son  $G'$  et  $G''$  comme suit :

- $G'' \gg G'$  : structure de liquide.
- $G'' = G'$  : point de gel.
- $G' > G''$  : structure d'un gel.

#### **2-4-2- Paramètres complexes :**

En mode dynamique, on applique des contraintes ou des déformations qui répondent à des fonctions sinusoïdales du temps ( $t$ ) de pulsations données ( $m$ ) qui ne provoquent pas l'écoulement du fluide. A l'instant initial on a :

$$y(m) = y_0 \cos(mt)$$

$$v(m) = \mu \cdot m \cdot y_0 \cos(mt + \phi) = v_0 \cdot \cos(mt + \phi)$$

Les viscosités complexes traduisent les rapports de déphasage de la contrainte avec la vitesse de déformation  $\dot{\gamma}$ . La viscosité pure  $\mu'$  (caractère visqueux) est en phase avec  $\dot{\gamma}$  alors que la viscosité élastique  $\mu''$  est déphasée de  $\pi/2$ .

L'analyse oscillatoire permet une identification très précise de la structure de l'échantillon étudié, elle peut aussi permettre la mise en évidence de transitions (température de fusion, transition vitreuse, gélification...) [35].

#### **2-5- Les modèles rhéologiques :**

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 rhéogrammes à des modèles rhéologiques usuels tel que :

- Modèle de Cross [36]: Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [37], tient compte des limites du comportement rhéologique. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par «  $\eta_0$  » (Pa.s). Le modèle de Cross s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n}$$

Où  $\lambda$  et  $n$  sont des constantes  $\lambda$  est un temps caractéristique de relaxation.

$\eta_0$  et  $\eta_\infty$  sont les viscosités respectives à cisaillement nul et infini.

- Modèle de Carreau [38]: 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:

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

$\eta_0$ : viscosité à cisaillement nul.

$\lambda$ : constante de temps.

$n$ : indice de la loi de puissance.

- Modèle de Casson : Dans le cas particulier des fluides rhéofluidifiants 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.

$$\sqrt{\tau} = \tau_c + \sqrt{(\eta_c \cdot \dot{\gamma})}$$

Où  $\eta_c$  est le seuil de Casson et  $\eta$  la viscosité de Casson.

## 2-6- Propriétés rhéologiques des polymères :

Certains liquides n'obéissent pas à la loi de Newton. Il est connu expérimentalement que les polymères fondus ne sont pas newtoniens. Leur viscosité

apparente est fonction décroissante du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  ; cette propriété est appelée la pseudo-plasticité.

L'écoulement du polymère dans un moule; est généralement en fonction de la section de passage de ce dernier et le refroidissement au contact de la paroi de moule froid.

La basse température du moule par rapport au polymère, augmente la viscosité de ce dernier, la matière aura du mal à se couler, on dit alors que le polymère est visqueux.

La vitesse d'écoulement d'un polymère fondu entre deux bords varie (entre le cœur et la paroi), cette variation est due au caractère visqueux des polymères.

La modélisation de l'écoulement du polymère nécessite de trouver des fonctions qui donnent la viscosité en fonction du taux de cisaillement et la température, ces deux derniers sont les paramètres les plus influents.

## **2-7- 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  $\omega^2$  alors que le module visqueux  $G''$  est proportionnel à  $\omega$ .

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 [34] [35].

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 [39].

---

***CHAPITRE 3 :***  
***MATERIELS ET***  
***METHODES***

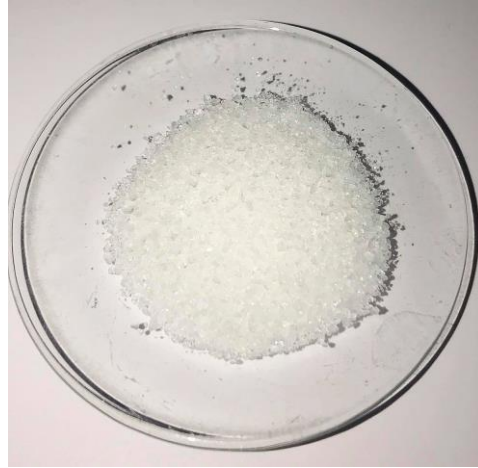
---

Dans ce chapitre, nous avons tenu à présenter les matériels et les méthodes utilisées pour caractériser les propriétés rhéologiques des solutions que nous avons préparées.

### **3-1- Matériels :**

#### **3-1-1- Matière première :**

- **HPAM (Polyacrylamide partiellement hydrolysé) :** Il se présente sous forme d'une poudre de granules blanches (Figure 3-1)



**Figure 3-1 : HPAM**

#### **3-1-2- Matériels de préparation de solution :**

- Verreries courantes de laboratoire (Bécher de 50 ml et 250 ml en verre, spatule, pissette...)
- Balance électronique.
- Agitateurs.

#### **3-1-3- Equipements de caractérisation :**

Les mesures rhéologiques ont été effectuées à l'aide d'un rhéomètre (figure 3-2) à contrainte imposée (ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302) équipé d'un système de régulation thermique à effet Peltier. La géométrie de mesure utilisée est de type cône-plan CP 60-1/ TG.



**Figure 3-2:** Rhéomètre ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302

### **3-2- Méthodes :**

#### **3-2-1- Méthode de préparation des solutions :**

- **Préparation d'une solution mère de 0.1% :**

On a préparé tout d'abord une solution mère concentrée de 0.1% de chacun des HPAM étudiés. On fait dissoudre une masse de 0.1g de poudre dans 100 ml d'eau distillée qu'on fait agiter à l'aide d'un agitateur magnétique pour accélérer la dissolution et homogénéiser la solution, pendant 1h et sans chauffage.

- **Préparation des solutions diluées de HPAM :**

A partir de la solution mère préparée, on fait des dilutions pour obtenir des solutions filles à des concentrations désirées (0.001, 0.01, 0.05, 0.06, 0.07, 0.08 %). Pour ce faire on utilise la loi de dilution :

$$C_m \cdot V_m = C_f \cdot V_f$$

Où :

$C_m$  : concentration de la solution mère

$V_m$  : volume la solution mère à prélever

$C_f$  : concentration de la solution fille

Vf : volume de la solution fille

Les solutions filles sont aussi bien agitées après dilution.

- **Préparation du mélange HPAM2/Gel naturel extrait cactus :**

Pour la préparation de notre mélange on a choisi HPAM2 à 0.05% de concentration parmi les solutions qu'on a préparé. On prend 1ml de notre solution HPAM2 et on ajoute 1 ml du gel extrait du cactus ensuite on agite le mélange afin d'avoir une solution homogène.

### **3-2-2- Méthode de caractérisation :**

Nous avons effectué plusieurs tests pour caractériser le comportement rhéologique des solutions :

- **Test d'écoulement :**

Le test d'écoulement permet une mesure macroscopique de la force nécessaire pour vaincre les résistances à l'écoulement, ainsi d'évaluer la stabilité et la facilité de prise au moment de l'emploi. Alors, tous les éléments obtenus lors de cette étude permettent de cerner le domaine de variation, auquel les essais présentent un comportement rhéologique intéressant.

Des courbes d'écoulement en régime continu sous cisaillement variable, se traduisant par la viscosité apparente  $\eta$  (Pa.s) en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ (s<sup>-1</sup>).

Pour l'obtention des courbes d'écoulement, on fait varier la vitesse de cisaillement par pas logarithmique de 0,001 à 1000 s<sup>-1</sup>, avec un nombre de point de mesure de 30, et un temps de mesure pour deux points successifs variable, équivalent au temps d'équilibre auquel la viscosité enregistre un palier.

- **Test de viscoélasticité :**

Les propriétés viscoélastiques des solutions ont été mesurées en mode dynamique par un test non destructif d'oscillations de faible amplitude. Un balayage croissant en déformation, de 0,01 à 1000% a été effectué à la fréquence de 1 Hz (mode logarithmique, 5 points/décade) et a une température constante de 20°C. Cette mesure a permis d'obtenir les valeurs des modules G', G'' dans le domaine linéaire viscoélastique.

Avec :

- **G'** : appelée module de conservation, il représente le caractère élastique du polymère, l'énergie emmagasinée dans le matériau.
- **G''** : appelée module de perte, qui représente le caractère visqueux du polymère et correspond à l'énergie dissipée.
- **Rampe de température :**

On effectue une rampe de température aller-retour aux solutions, en chauffant de 20 à 90°C, puis refroidissant de 90 à 20°C dans les conditions de déformation (1%), de fréquence (1Hz) correspondantes au repos du fluide, avec une vitesse 5°C/min, et on suit l'évolution du module de conservation G' et de perte G'' en fonction de la température.

- **Modélisation des courbes d'écoulement :**

Les rhéogrammes issues du test d'écoulement sont modélisées par un modèle mathématique qui décrit le comportement rhéologique des solutions HPAM 1, HPAM2 et HPAM3 à différentes concentrations à l'aide d'un logiciel « STATISTICA » qui offre une multitude de technique de méthodes d'optimisation non linéaires se basant sur un calcul itératif.

Le modèle de Cross est le modèle qui convient le mieux au comportement de nos échantillons.

- **Modèle de cross :** Ce modèle tient compte des limites du comportement rhéologique. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité a cisaillement nul est designer par «  $\eta_0$  » (Pa.s).

Le modèle de cross s'écrit comme suit :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \cdot \dot{\gamma})^m}$$

Avec :

$\eta$ : viscosité apparente (Pa.s).

$\eta_0$  : est la viscosité pour un taux de cisaillement nul

$\eta_\infty$  : est l'asymptote viscosité pour un taux de cisaillement très élevé

$\dot{\gamma}$  : vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ ).

k et m sont des constantes propres au fluide, définissant la forme de la courbe  $\eta=f(\dot{\gamma})$ .

---

***CHAPITRE 4 :***  
***RESULTATS ET***  
***DISCUSSIONS***

---



Dans ce chapitre, on a englobé l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus de l'étude effectuée, et cela afin de discerner l'effet de la concentration sur les différentes propriétés rhéologiques de nos polymères.

#### 4-1- Caractérisations rhéologiques :

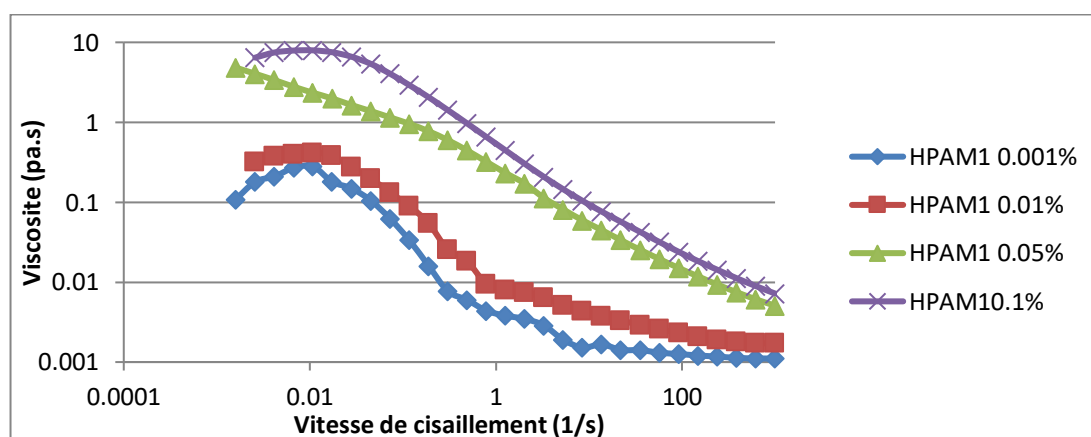
On a fait varier les concentrations des différents polymères étudiés, à savoir les polyacrylamides hydrolysés de différents grades, à savoir le HPAM1, le HPAM2 et le HPAM3, afin de comparer leurs comportements rhéologiques en solutions par deux tests, en écoulement et viscoélasticité.

##### 4-1-1- Test d'écoulement :

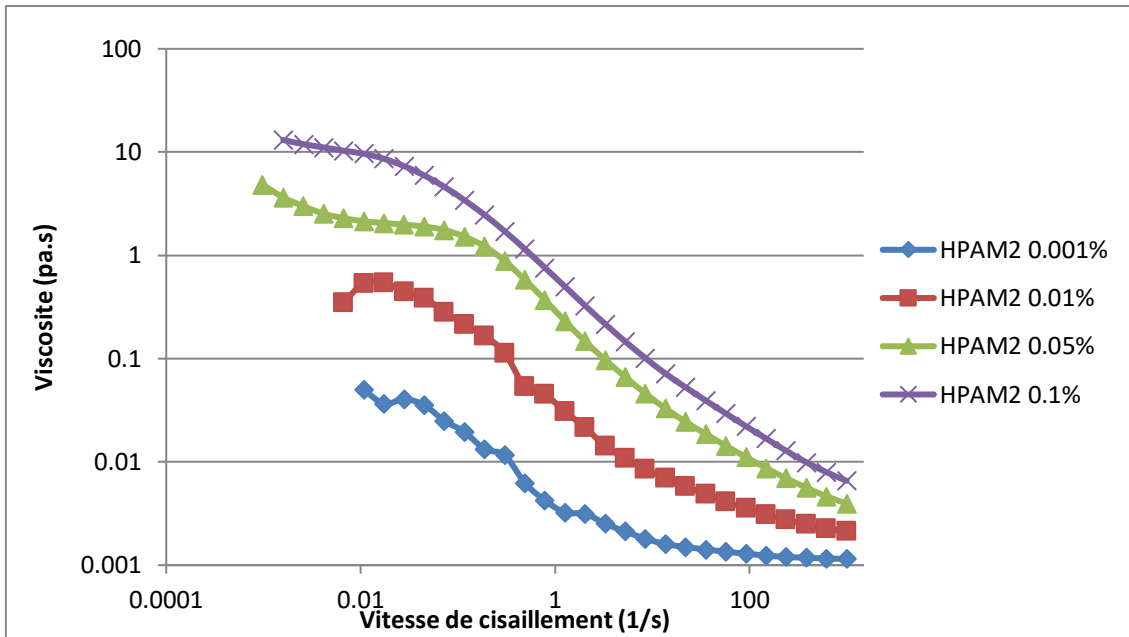
Pour que les échantillons soient dans un état structural proche de l'équilibre pendant la mesure, des protocoles expérimentaux précis ont été définis après une série d'essais préliminaires.

Les figures (4.1), (4.2), (4.3) montrent les courbes d'écoulement représentant la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement, à différentes concentrations (0.001%, 0.01%, 0.05%, 0.1%) de HPAM 1, HPAM2 et HPAM3 à une température maintenue constante à 20°C.

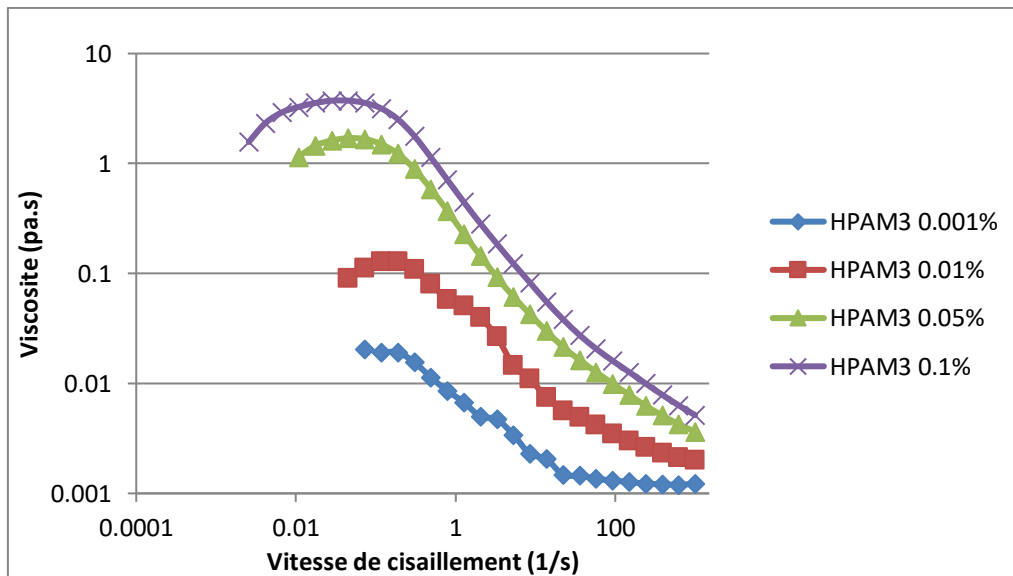
On remarque que les rhéogrammes obtenus présentent la même allure: un plateau newtonien aux faibles vitesses de cisaillement, suivi d'une décroissance de la viscosité, ce qui montre le caractère rhéofluidifiant des solutions, et enfin un deuxième plateau newtonien dans la gamme de vitesses de cisaillement élevés.



**Figure 4.1 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 1 à 20°C.



**Figure 4.2 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 2 à 20°C.



**Figure 4.3 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.001%, 0.01%, 0.05% et 0.1% de HPAM 3 à 20°C.

Les rhéogrammes ont été corrélés en utilisant un modèle rhéologique à quatre paramètres reliant la structure interne du fluide à la modification de son comportement macroscopique sous l'effet du cisaillement.

Le modèle de Cross a été choisi parce qu'il décrit le même comportement que nos résultats, il est donné par l'équation suivante :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \cdot \dot{\gamma})^m}$$

Où  $\eta_0$  et  $\eta_{\infty}$  sont les viscosités à cisaillements nul et infini, respectivement,

$\lambda$ , est un temps caractéristique de relaxation et  $m$  est un indice d'écoulement.

On remarque que le modèle de Cross décrit de manière satisfaisante les rhéogrammes de nos solutions pour toutes les concentrations, traduit par un coefficient de corrélation **R** proche de 1.

Parmi les paramètres du modèle calculés, on s'est intéressé uniquement à  $\eta_0$ . Ce dernier décrit la résistance du polymère lorsque le cisaillement est encore faible et il n'apporte encore aucune destruction à la structure.

Les tableaux (4.1), (4.2) et (4.3) résument les valeurs de la viscosité à cisaillement nul  $\eta_0$  et le coefficient de corrélation **R** issus de la modélisation par le logiciel STATISTICA.

**Tableau 4.1** : La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient **R** de HPAM 1 a différentes concentrations.

HPAM1	$\eta_0$	<b>R</b>
0.001%	0,333887	0,97053
0.01%	0,446186	0,97538
0.05%	3,416855	0,99734
0.1%	9,202755	0.97900

**Tableau 4.2 :** La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient R de HPAM 2 a différentes concentrations.

HPAM2	$\eta_0$	R
0.001%	0,080707	0,95399
0.01%	0,558574	0,96489
0.05%	2,930128	0,94578
0.1%	13,80421	0.99886

**Tableau 4.3 :** La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient R de HPAM 3 a différentes concentrations.

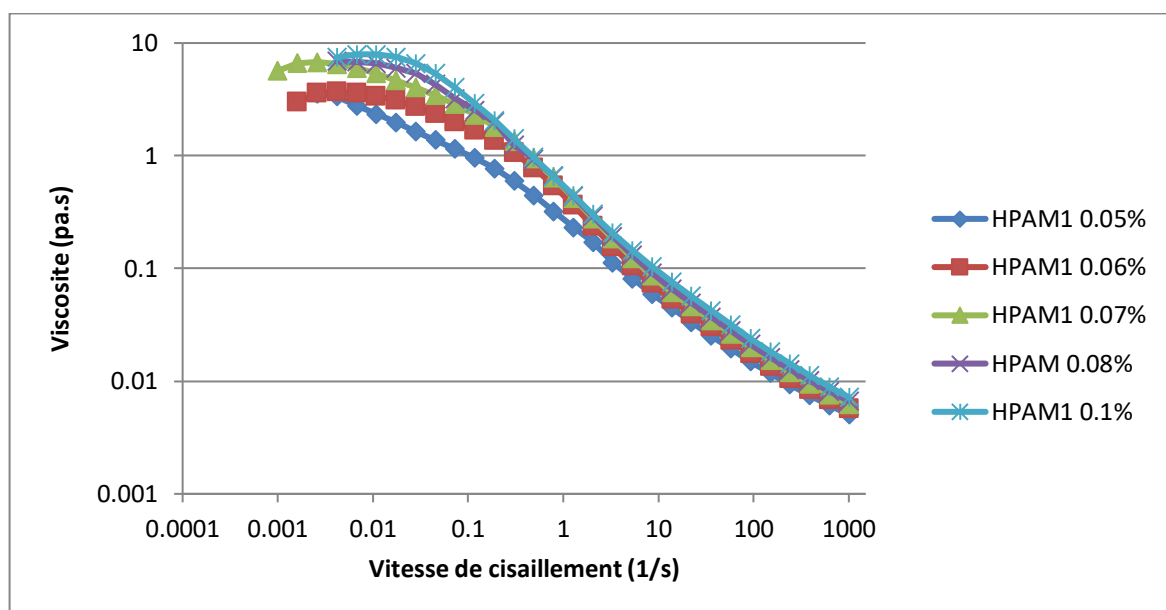
HPAM3	$\eta_0$	R
0.001%	0,020731	0,98751
0.01%	0,081796	0,98044
0.05%	1,676592	0,96136
0.1%	3,415954	0.95606

L'analyse des paramètres du modèle de Cross montre que la viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  augmente en fonction de la concentration en HPAM1, HPAM2 et HPAM3. Cette viscosité traduit l'état structural du polymère au repos. Plus la concentration augmente, les chainons macromoléculaires en solution augmentent alors la résistance à l'écoulement est plus importante.

D'après les résultats des courbes d'écoulements précédentes et la modélisation, il apparaît clairement le saut des valeurs de viscosité de 0.01% à 0.05%. Pour de faibles concentrations 0.001% et 0.01%, les solutions sont tellement diluées que leurs viscosités sont très faibles et il est difficile de faire leurs caractérisations rhéologiques.

C'est la raison pour laquelle on a opté pour l'intervalle de concentration de 0.05% à 0.1%. On a préparé d'autres solutions dans cet intervalle de concentration choisi et on a fait les tests rhéologiques.

Les figures (4.4), (4.5), (4.6) représentent les courbes d'écoulement des trois polymères étudiés, en termes de viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement des solutions étudiée. Le comportement des solutions est globalement non newtonien, vu la variation affichée de la viscosité. On a ainsi comportement rhéofluidifiant qui répond au modèle de Cross.

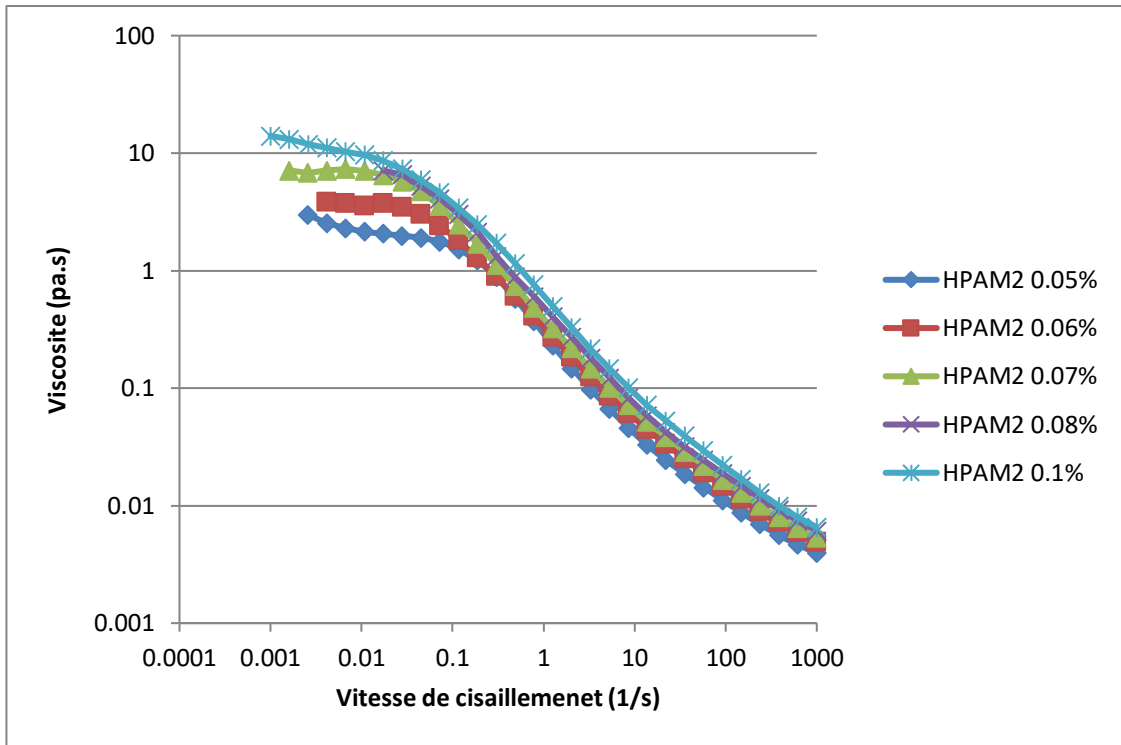


**Figure 4.4 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 1 à 20°C.

Les résultats de la modélisation de ces dernières solutions sont présentés sur les tableaux (4.4), (4.5), (4.6).

**Tableau 4.4 :** La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient R de HPAM 1.

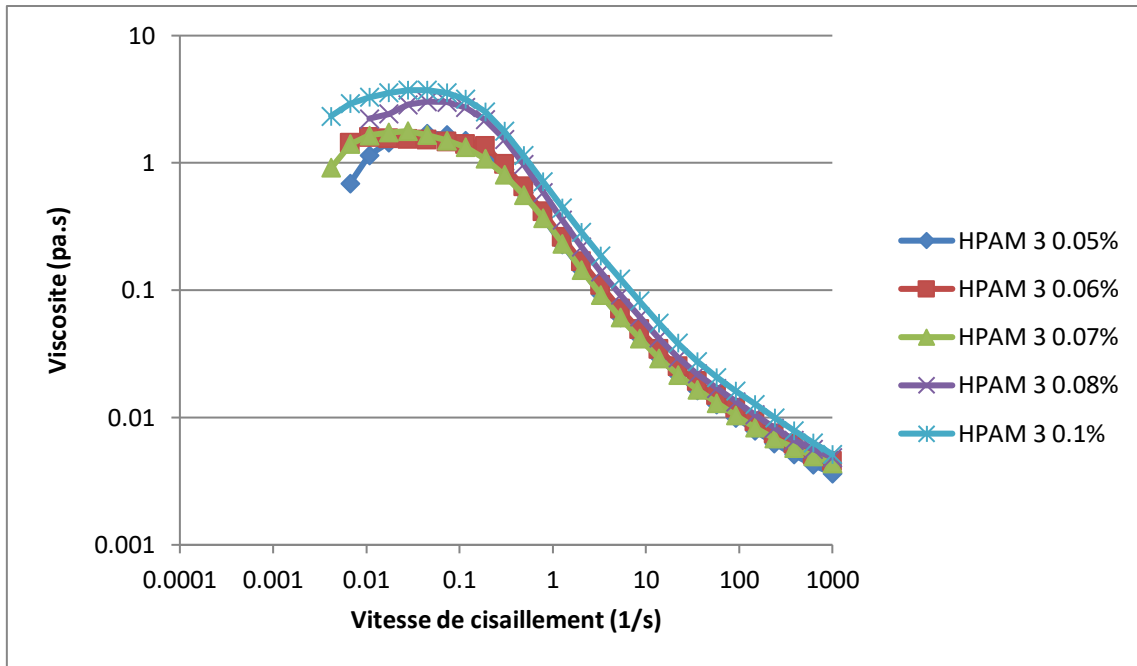
HPAM 1	$\eta_0$	R
0.05%	3,416855	0,99734
0.06%	4,001028	0,99936
0.07%	6.825502	0.99576
0.08%	8.89	0.98772
0.1%	10.77	0.9900



**Figure 4.5 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 2 à 20°C.

**Tableau 4.5 :** La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient R de HPAM 2.

HPAM 2	$\eta_0$	R
0.05%	2,930128	0,94578
0.06%	4,366002	0.97701
0.07%	6.051384	0.93807
0.08%	7,176483	0.94344
0.1%	13,80421	0.99886



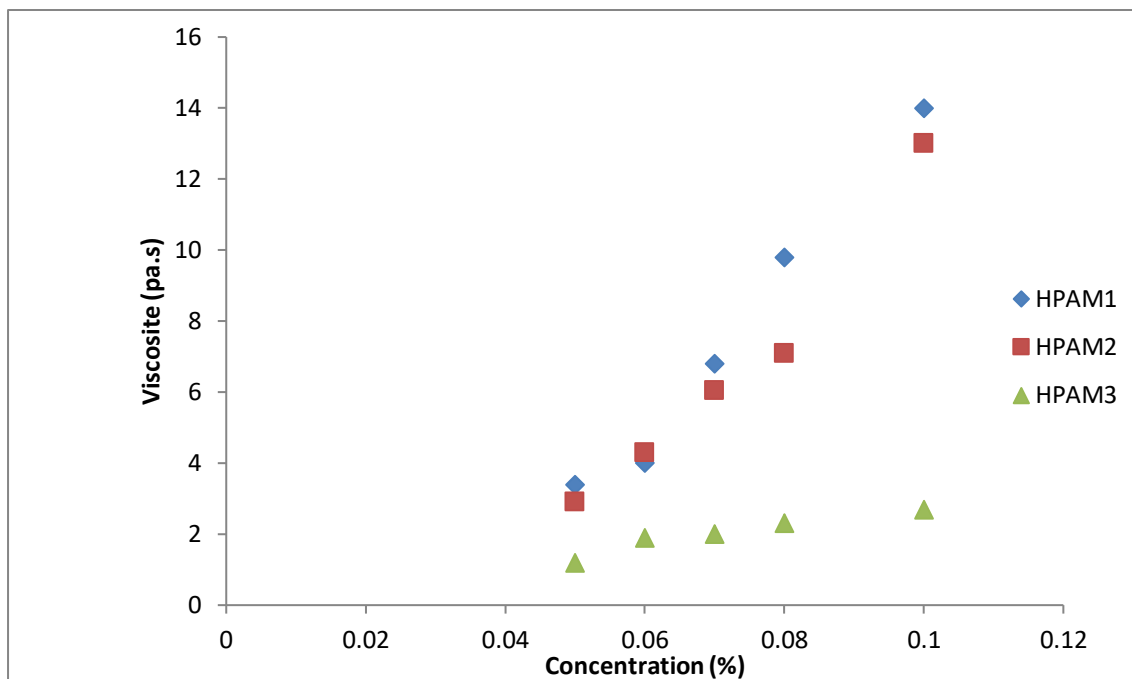
**Figure 4.6 :** Courbe d'écoulement des solutions aqueuses à 0.05% 0.06% 0.07% 0.08% 0.1% de HPAM 3 à 20°C.

**Tableau 4.6 :** La viscosité à cisaillement nul,  $\eta_0$  et le coefficient R de HPAM 3.

HPAM 3	$\eta_0$	R
0.05%	1,191387	0,96136
0.06%	1,916875	0.89424
0.07%	2,046591	0.99329
0.08%	2,328437	0.91019
0.1%	2,701454	0.95606

Au vu des résultats obtenus, on remarque l'effet positif de la concentration sur les valeurs de viscosité au repos.

Afin de pouvoir mieux visualiser cet effet, on a représenté les résultats des différents polymères sur la figure (4.7).



**Figure 4.7 :** Viscosité au repos à différentes concentrations des polymères HPAM1, HPAM2 et HPAM3.

On observe la ressemblance des HPAM 1 et HPAM 2, en termes de valeurs de viscosités et d'effet sur la concentration. En effet, ces deux types d'HPAM font augmenter considérablement la viscosité lorsque la concentration augmente.

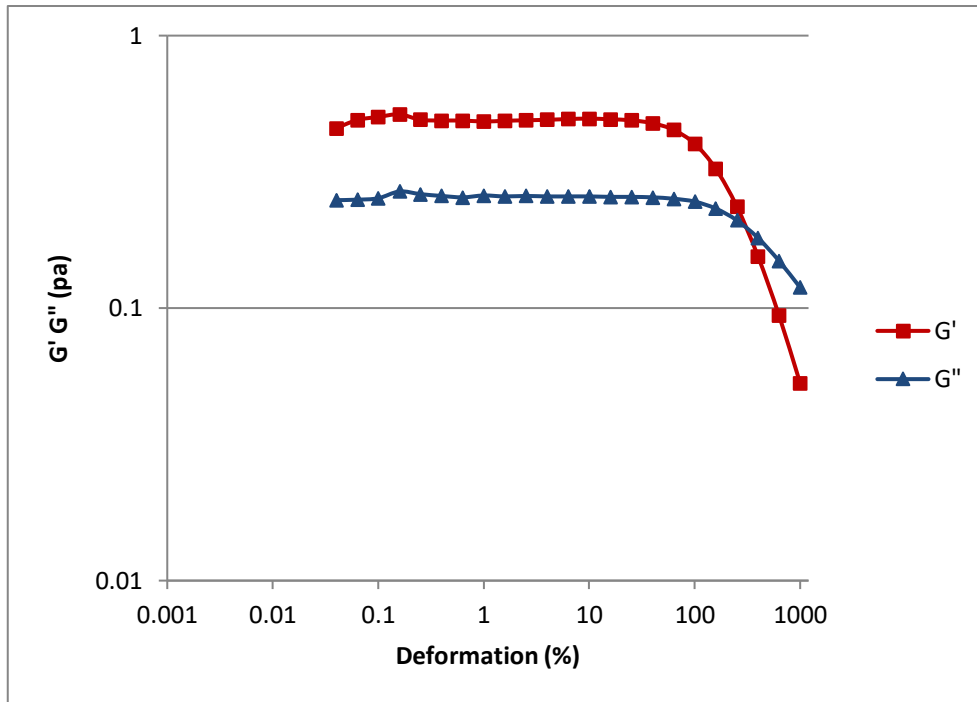
Quant au HPAM 3, sa viscosité est plus faible que celle de ses homologues, et son effet sur la viscosité n'est pas aussi important.

#### 4-1-2- Test de viscoélasticité :

On a étudié le comportement viscoélastique des solutions HPAM1, HPAM2 et HPAM3 à différentes concentration (0.05%, 0.06%, 0.07%, 0.08% et 0.1 %) en rampe de déformation.

Les figure (4.8), (4.9), (4.10) présentent les courbes de viscoélasticité des solutions HPAM à 0.05% exprimant les coefficients de rigidité  $G'$  et de viscosité  $G''$  en fonction de la déformation à une fréquence constante et une température constante.



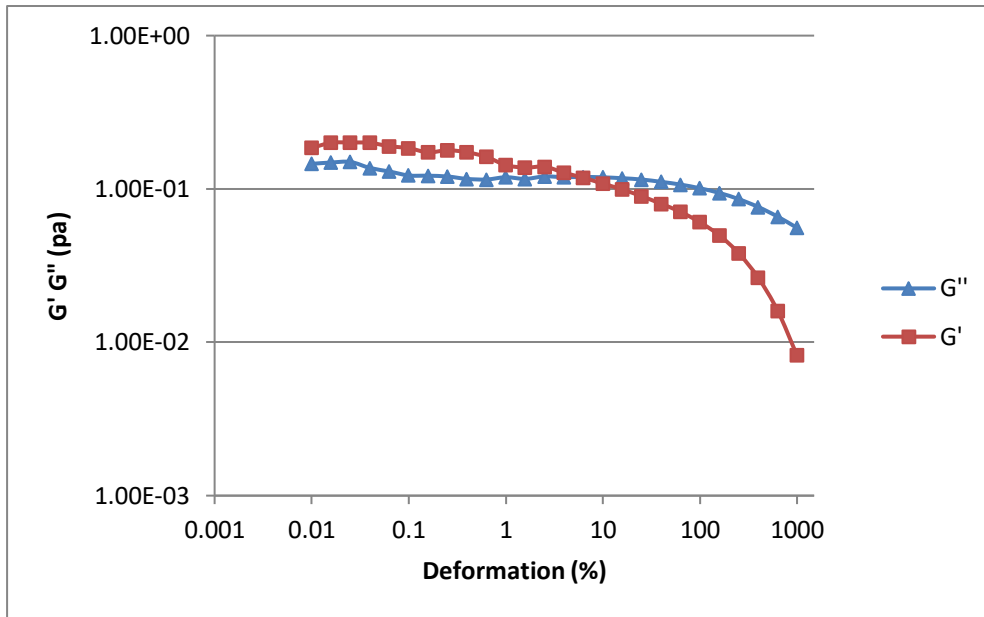


**Figure 4.8 :** Courbe de viscoélasticité de la solution d’HPAM 1 0.05% en fonction de la déformation à  $T = 20^{\circ}\text{C}$  et  $f = 1\text{Hz}$ .

Au vu de cette courbe, on remarque qu’aux faibles déformations, on enregistre un palier qui correspond au domaine de la viscoélasticité linéaire, où  $G'$  et  $G''$  sont constants et donc ne dépendent pas de la sollicitation. Aussi,  $G'$  est supérieur à  $G''$  ce qui veut dire que la solution se comporte comme un solide.

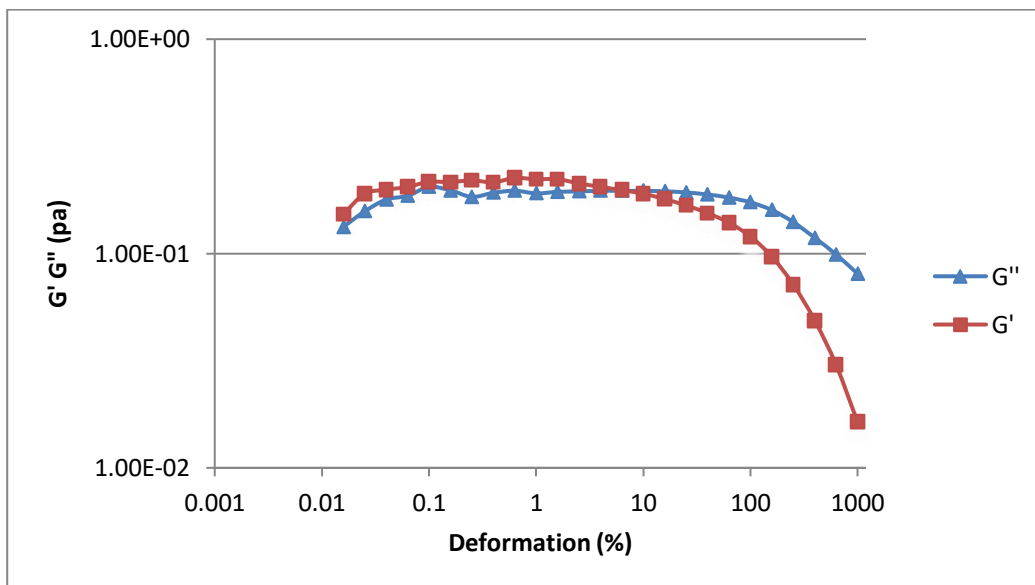
Quand la déformation dépasse 251% on remarque que  $G'$  diminue et intercepte  $G''$ , ce point-là est appelé point gel. A ce stade le comportement s’inverse, donc pour de faibles déformations la solution se comporte comme un solide viscoélastique, au-delà du point gel le produit se comporte comme un liquide viscoélastique.

Le même comportement est observé pour le HPAM 2, sauf que l’écart entre  $G'$  et  $G''$  n’est pas aussi important que celui enregistré par le HPAM1. Aussi la valeur du point gel est beaucoup plus petite, le comportement solide s’inverse à un comportement liquide à une valeur de déformation égale approximativement à 10%.



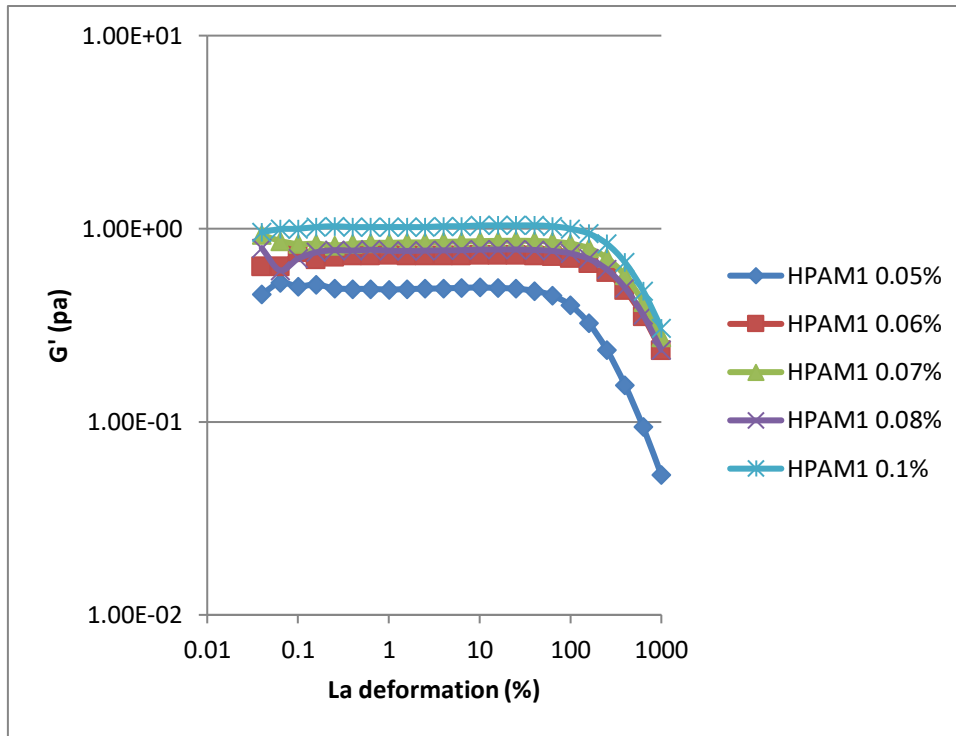
**Figure 4.9 :** Courbe de viscoélasticité de la solution d'HPAM 2 0.05% en fonction de la déformation à  $T = 20^{\circ}\text{C}$  et  $f = 1\text{Hz}$ .

La courbe de la figure 4.10 présente les modules viscoélastiques du HPAM3, qui présente lui aussi le même comportement que ses homologues avec un écart entre  $G'$  et  $G''$  encore plus réduit.



**Figure 4.10 :** Courbe de viscoélasticité de la solution d'HPAM 3 0.05% en fonction de la déformation à  $T = 20^{\circ}\text{C}$  et  $f = 1\text{Hz}$ .

La figure (4.11) décrit la variation du module de conservation  $G'$  de la solution HPAM1 a différentes concentration en fonction de la déformation.



**Figure 4.11 :** Variation des modules de conservation  $G'$  de la solution aqueuses HPAM 1 en fonction de la déformation à  $T = 20^\circ\text{C}$  et  $f = 1\text{Hz}$ .

On remarque que plus la concentration de la solution augmente la rigidité augmente. Quand la concentration augmente les chaînes macromoléculaires augmentent ce qui traduit l'augmentation du module de conservation  $G'$ .

Le même constat est remarque pour les deux autres HPAM.

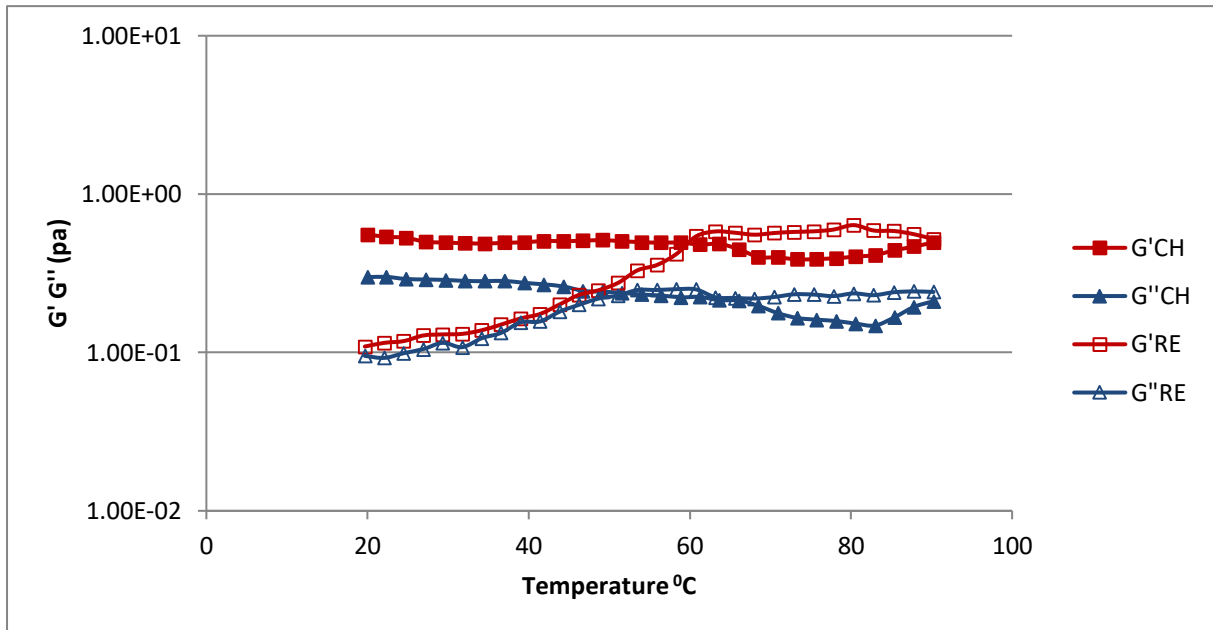
#### 4-1-3- Rampe de température :

Dans le but de voir l'effet de la température sur le comportement viscoélastique des polymères étudiés, un test en rampe de température aller-retour a été effectué.

Les résultats de la caractérisation viscoélastique en rampe de température, dans le domaine linéaire ( $\gamma = 1\%$  et  $f = 1\text{ Hz}$ ) des solutions HPAM1, HPAM2 et HPAM3 à 0.05% en fonction de la température sont illustrés sur la figure (IV.12, IV.13, IV.14)

Au vu de la courbe (figure 4.12), on remarque la stabilité de la solution HPAM1 pendant le chauffage : les modules viscoélastiques demeurent constants, tout en conservant leur comportement de solide ( $G' > G''$ ) dans tout le domaine de température. Par contre, au cours du refroidissement, une diminution de  $G'$  et de  $G''$

est observée à partir de 50°C, accompagnée d'une égalité des modules viscoélastiques ce qui explique une égalité du caractère visqueux et élastique ( $G' = G''$ ).

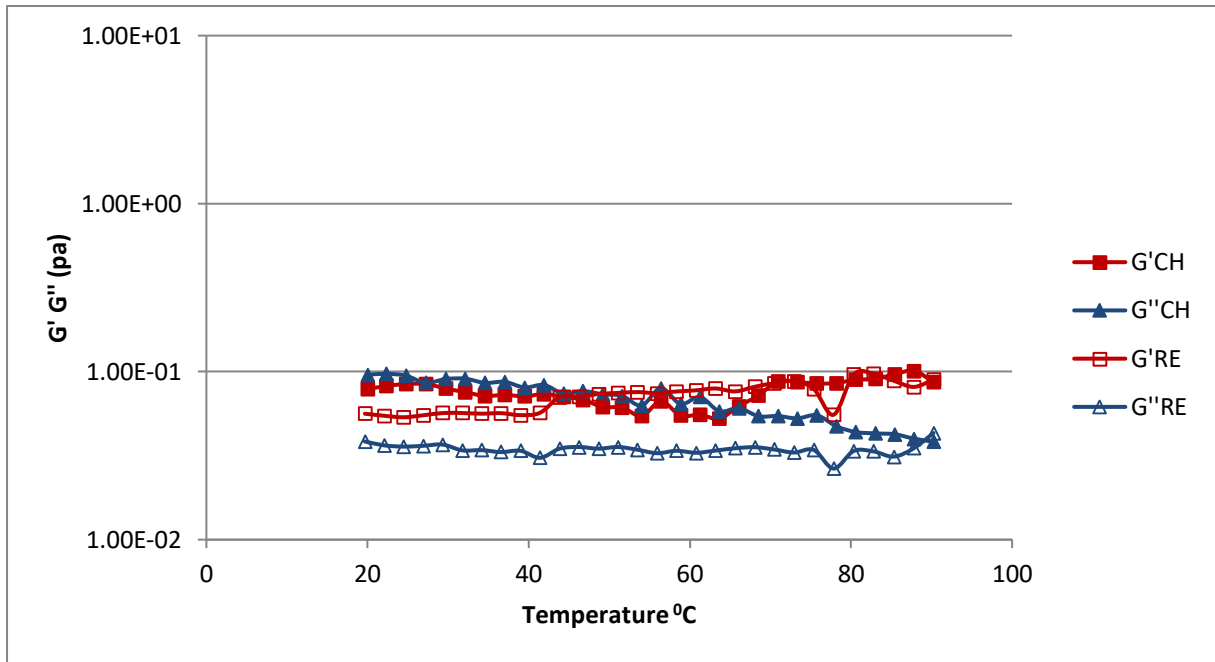


**Figure 4.12 :** Evaluation des modules  $G'$  et  $G''$  de HPAM 1 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.

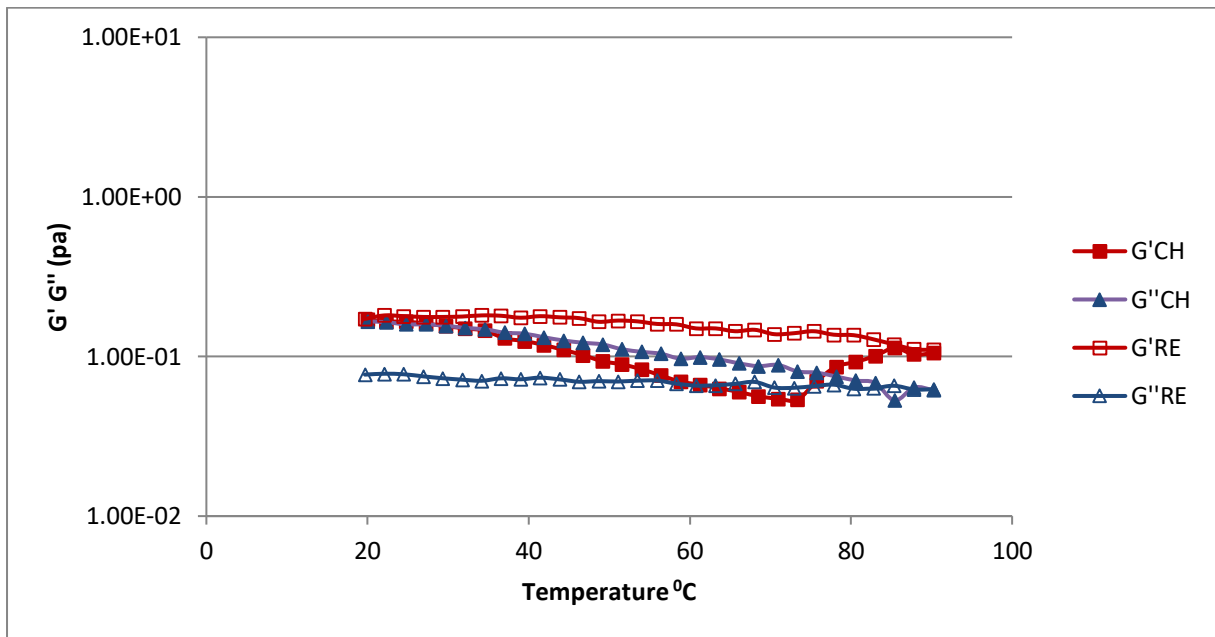
Quant à HPAM 2 et HPAM3, les deux modules  $G'$  et  $G''$  sont égaux à basse température.

Le HPAM2 (figure 4.13) gélifie aux environs de 65°C expliqué par l'augmentation du module élastique. Cette structure de gel persiste pendant le refroidissement.

Le HPAM 3 (figure 4.14) par contre expose un comportement liquide aux alentours de 45°C puis il gélifie aux environs de 77°C. Il conserve son comportement de solide pendant le refroidissement, et il récupère même sa rigidité de départ ( $G'$  à 20°C avant le chauffage =  $G'$  à 20°C après le refroidissement), ce qui n'est pas le cas pour  $G''$ .



**Figure 4.13 :** Evaluation des modules  $G'$  et  $G''$  de HPAM 2 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.



**Figure 4.14 :** Evaluation des modules  $G'$  et  $G''$  de HPAM 3 en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.

Ces résultats montrent clairement que les 3 HPAM se comportent différemment aux changements de la température.

Il a été trouvé dans la littérature qu'à haute température, l'hydrolyse de l'amide dans les HPAM continue, ce qui peut modifier les propriétés physico-chimiques du polymère.

On pourrait attribuer ces différences aux degrés d'hydrolyse différents, c'est la raison pour laquelle l'effet de la température soit différent. Malheureusement, on n'a pas des informations suffisantes sur les structures chimiques de nos polymères, alors on ne peut pas trop se prononcer.

La seule conclusion qu'on peut tirer est que le HPAM 1 résiste au chauffage, malgré qu'il ne récupère pas sa structure initiale après refroidissement.

#### **4-2- Caractérisation rhéologique du mélange HPAM avec Gel naturel extrait cactus :**

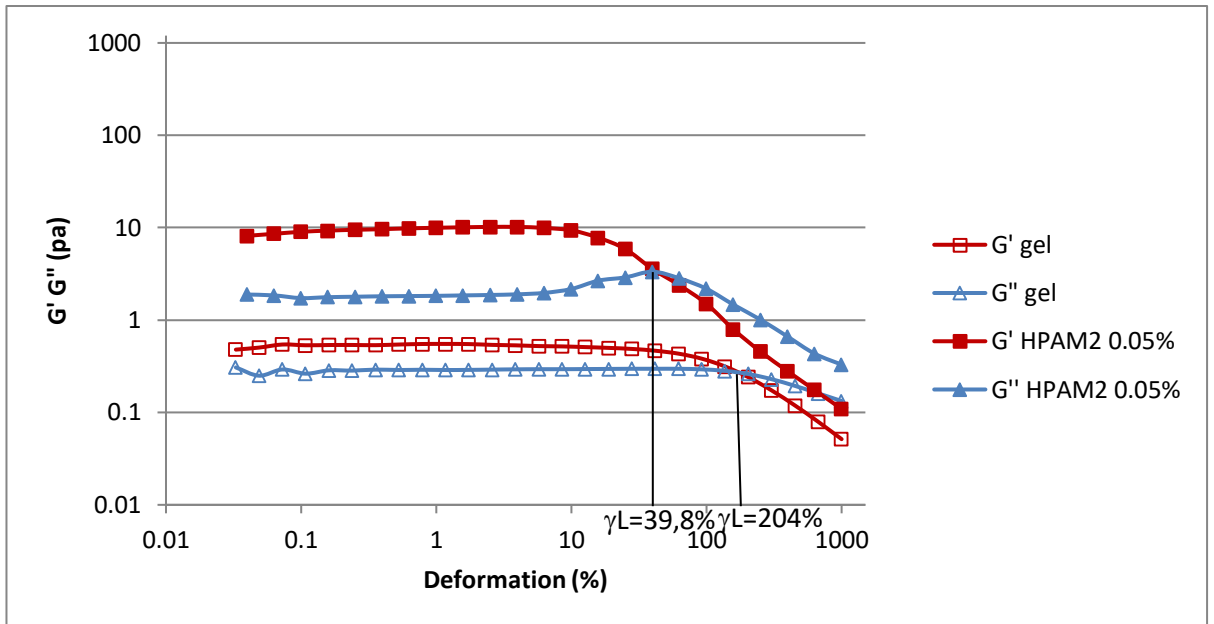
Un gel naturel extrait du cactus et caractérisé par un autre projet de fin d'études en parallèle, a été mélangé avec une solution HPAM 2 à 0.05% afin de comparer leurs propriétés viscoélastiques. Le mélange a été préparé avec une proportion de 1/1.

- **Test de Viscoélasticité en rampe de déformation:**

Le test de viscoélasticité de mélange en rampe de déformation a été réalisé dans les mêmes conditions déjà décrites.

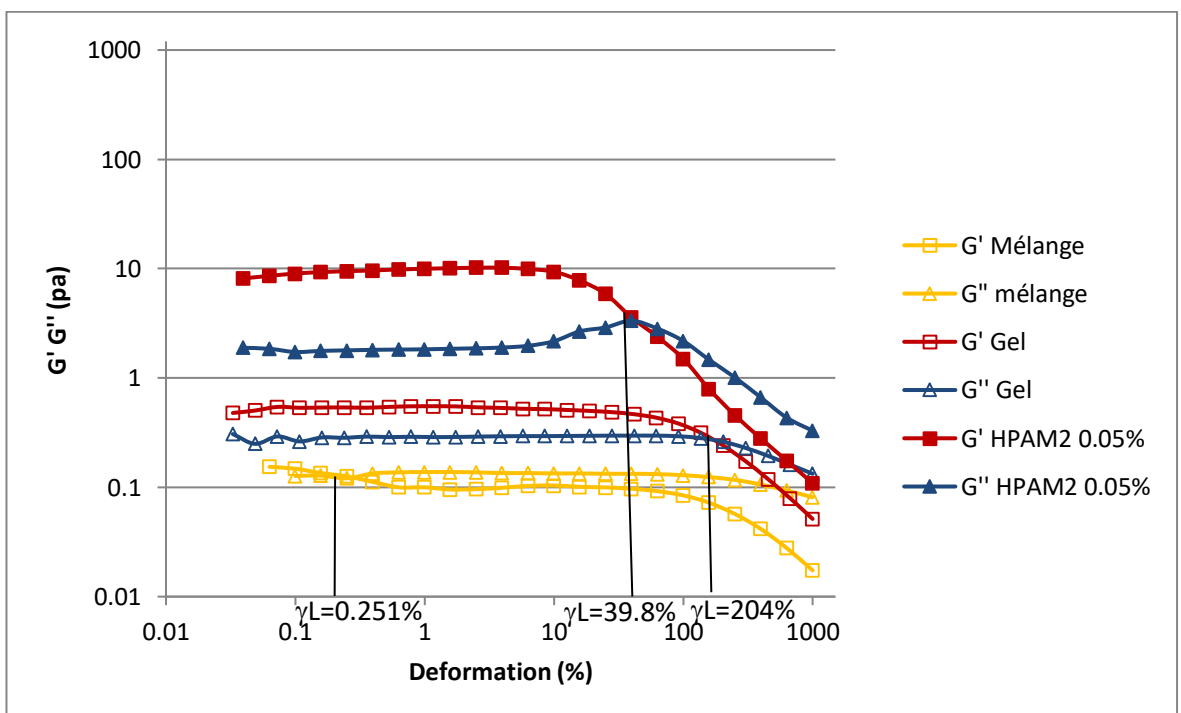
Avant de traiter les résultats du mélange, on aimerait d'abord exposer et comparer le comportement du gel naturel avec le HPAM2.

Au vu de la courbe présentée sur la figure (4.15), le gel a le même comportement rigide dans le plateau linéaire. Il apparaît clairement, que malgré la rigidité du HPAM 2 traduite par la valeur plus élevée de  $G'$ , le gel résiste mieux à la déformation et il devient liquide à une déformation plus grande que le HPAM2.



**Figure 4.15 :** Variation des modules  $G'$  et  $G''$  du gel et HPAM2 en fonction de la déformation

La figure (4.16) montre l'évolution des modules  $G'$  et  $G''$  du mélange HPAM/Gel en fonction de la déformation. On a jugé plus intéressant de superposer les résultats du mélange sur ceux de la solution HPAM2 et du gel séparément.



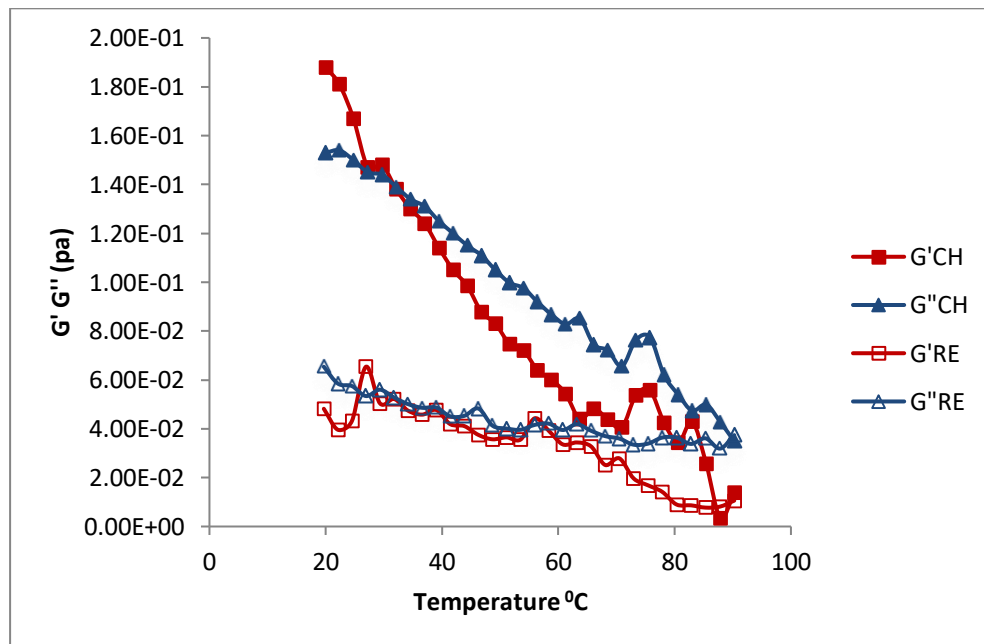
**Figure 4.16 :** Variation des modules  $G'$  et  $G''$  du mélange HPAM/Gel en fonction de la déformation

Au fait, en réalisant le mélange, on espérait améliorer la rigidité du gel naturel. Le résultat obtenu montre que le mélange est beaucoup moins rigides que les deux polymères seuls, et qu'il devient très rapidement liquide ( $\gamma_1 = 0.25\%$  approximativement).

- **Test de viscoélasticité en rampe de température :**

On a également réalisé la rampe en température aller/ retour, (chauffage jusqu'à 90°C suivi d'un refroidissement).

Au vu de cette courbe, on remarque que pendant le chauffage le module  $G'$  est supérieur à le module  $G''$  le mélange se comporte comme un solide jusqu'à une température de 30°C le comportement s'inverse avec une diminution des modules  $G'$  et  $G''$ , le mélange se comporte comme un liquide, au cours de refroidissement une faible augmentation de  $G'$  et  $G''$  est observé et à partir de 57°C on a une égalité des modules de viscoélasticité. La structure du mélange n'est pas récupérée et il demeure liquide à 20°C.



**Figure 4.17 :** Evaluation des modules  $G'$  et  $G''$  du mélange HPAM/Gel cactus en fonction de la température de refroidissement et de chauffage.



---

## ***Conclusion***

---

## Conclusion

Le polyacrylamide hydrolysé est un polymère synthétique qui possède des propriétés rhéologiques intéressantes pour les applications industrielles avec un effet viscosifiant important.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à la caractérisation rhéologique de ce polymère. On a abordé l'effet de la concentration sur HPAM1, HPAM2 et HPAM3 et l'effet de la température sur le comportement viscoélastique de ces derniers.

Nous avons caractérisé les solutions séparément par plusieurs tests rhéologiques, le test d'écoulement, qui nous a montré que les rhéogrammes obtenus obéissent au modèle de Cross qui était le plus adéquat et le plus expressif pour nos résultats. Les résultats de la modélisation obtenus étaient satisfaisants au regard des coefficients de corrélation R qui est supérieur à 90%. Il a été trouvé que les trois HPAM ont un comportement rhéofluidifiant dans la majorité de l'intervalle de vitesse de cisaillement. Trois régions ont été observées, un premier plateau newtonien a faible vitesse de cisaillement, une région rhéofluidifiante a des vitesses intermédiaires et une deuxième région newtonienne a forte vitesse de cisaillement. Ce comportement a déjà été observé par d'autres chercheurs (Díaz, Navarro & Tavera, 2007]. Leurs viscosités a cisaillement nul ont été calculées par le modèle de Cross. Il a été trouvé que ces dernières augmentent avec la concentration des HPAM. Aussi, le HPAM 3 a enregistré des valeurs plus petites que ces homologues et l'effet de la concentration sur sa viscosité n'était pas si important.

Le test de viscoélasticité en rampe de déformation des HPAM a démontré leurs comportements viscoélastiques, avec un comportement de solide dans la région linéaire.

Quant au test viscoélastique en rampe de température, il a été montré que les HPAM 1 et HPAM 2 résistent mieux au chauffage, avec une gélification du HPAM 2 à 65°C. Le HPAM 3 par contre est plus sensible à la température et il gélifie trop tôt.

Les résultats de la viscoélasticité du mélange ont montré que l'ajout d'un HPAM synthétique au gel naturel n'améliore pas ses propriétés, bien au contraire, les modules viscoélastiques du mélange sont plus faibles que ceux des polymères séparément.

La caractérisation de ces polymères est loin d'être achevée, il serait intéressant d'associer l'étude rhéologique à d'autres techniques pour étudier d'autres caractères et propriétés. On aurait aimé également voir le comportement des mélanges entre les différentes HPAM.

- [1] : Rémi Deterre, Bernard Lestriez, « *Introduction aux matériaux polymères* ». 2016, Lavoisier, Paris 978-2-7430-2028-6.
- [2]: Elbaz Mikael. Master nanotechnologie, « les nanocomposites à matrice organique ». France, 2005, P.3.
- [3] : J. P Mercier, E Marchal , chimie des polymères synthèse réaction dégradation , éditions presses polytechniques universitaires , romandes Lausanne.
- [4]: "Polymère" Microsoft ® Encarta ® 2007.[CD].Microsoft Corporation.
- [5]: F. Moingeon; Thèse de Doctorat; option chimie; Université Louis Pasteur Strasbourg I, (2006).
- [6]: D.A. Tomalia, J. M .J. Fréchet. Dendrimers and other Dendritic Polymers; Wiley, New York, (2001).
- [7]: P.J. Flory. Principles of Polymer Chemistry; Ithaca, NY: Cornell University Press, (1953).
- [8]: Buhleier, E., Wehner, W., Vögtle, F., Synthesis(1978), 155.
- [9]: Tomalia, D. A., Baker, H., Dewald, J., Hall, M., Kallos, G., Martin, S., Roeck, J., Ryder, J., Smith,P., Polym. J. (1985), 17, 117.
- [10]: G.R. Newkome, Z.Q. Yao, Baker, V.K.G. Gupta. J. Org. Chem. 1985, 50,(2003) .
- [11]: S. Jouenne, Thèse de Doctorat; option chimie et physicochimie des polymères; Université Pierre et Marie Curie, (2005).
- [12]: "Différents types de matières plastiques "[http://: cap-sciences.net/upload/differents\\_plastiques](http://cap-sciences.net/upload/differents_plastiques)
- [13]: " Aucun titre de diapositive" [http://:www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/notes\\_cours/5.2polymères.pp6](http://www.civil.usherbrooke.ca/cours/gci116/notes_cours/5.2polymères.pp6).
- [14]: M. Fontanille, P. Vairon ; Polymérisation; Techniques de l'ingénieur, Traité plastiques et composites;(A3 040).
- [15]: Matériaux pour l'ingénieur. A-F. Gourgues- Lorenzon et J –M. Haudin.2006.
- [16]: Gogarty, W. E., Mobility Control with Polymer Solutions, *Journal of Petroleum Technology*, 7, 161-173, **1967**.

- [17]: Pye, D. J., Improved Secondary Recovery by Control of Water Mobility, *Journal of Petroleum Technology*, 16, 911-916, **1964**.
- [18]: Sorbie, K. S., *Polymer-Improved Oil Recovery*, Blackie and Son Ltd, Glasgow, **1991**.
- [19]: [https://www.polyacrylamidechina.com/fr/products/Partially-Hydrolyzed-Polyacrylamide-PHPA-for-drilling-muds.html?fbclid=IwAR3Niel3-s7Rrw8VqktQ16Godj3NaZqN2EJLFpiMyYc-DmxnR5u7t\\_UUxTA](https://www.polyacrylamidechina.com/fr/products/Partially-Hydrolyzed-Polyacrylamide-PHPA-for-drilling-muds.html?fbclid=IwAR3Niel3-s7Rrw8VqktQ16Godj3NaZqN2EJLFpiMyYc-DmxnR5u7t_UUxTA)
- [20]: Nizar MNIF : Elaboration et caractérisation de mélanges complexes à base de polypropylène en vue de son écoconception et de son recyclage dans les véhicules hors d'usage, Lyon (INSA)[2008].
- [21]: L. A. UTRACKI, « Melt flow of polymer blends»; *Polym. Eng. and Sci.*, Vol. 123, N° 11, (1983), pp: 602.
- [22]: M. M. Coleman, J.F.Graf, P.Painter.” Specific Interactions and the Miscibility of Polymer Blends”. Paris: Technomic, 1991, p20-46.
- [23]: D. R. PAUL et J. W. BARLOW, « Polymer blends or alloys », international plastics Exposition Conference, Chicago, (1979).
- [24]: N.A WILKISON, A.J.RYAN, *Polymer processing and structure development*, Ed : Spring, London, 1998.
- [25]: L.M. Robeso, « Polymer Blends: a Comprehensive Review », Ed: Hanser, Munich, (2007).
- [26]: M. M. Coleman, J.F.Graf, P.Painter.” Specific Interactions and the Miscibility of Polymer Blends”. Paris: Technomic, 1991, p20-46.
- [27]: 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).
- [28]: Callaghan, T.A., et al., Polycarbonate-SAN copolymer interaction. *Polymer*, 1993, 34(18): p. 3796-3808.
- [29]: Hadj Sadouk, cours de rhéologie, université de Blida 2010.
- [30]: Lefebvre J. INRA. Laboratoire de physico-chimie des macromolécules : Eléments de rhéologie ; 2003, 80 pages.

- [31]: Pointurier H., Gestion des matières dans l'industrie laitière, Paris Technique et documentation, 2003.
- [32]: Couarraze G. et GROSSIORD J.L, initiation à la rhéologie TEC/DOC. Lavoisier, Paris 2000, 3ème édition, 300 pages.
- [33]: Chabni. M, Thèse de Doctorat; option génie chimique; Université Mouloud Mammeri De Tizi-ouzou (2012).
- [34] : Nicolas Tixier, "Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées", thèse de doctorat, université de Limoge, 2003.
- [35]: Jacques Bouton, "Les mesures rhéologiques, complexes mais pas insurmontables", ThermoRhéo, JUIN 2001, pp81-86.
- [36]: 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.
- [37]: 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.
- [38]: Cross M.M., "Rheology of Non-Newtonian Fluids. A new flow equation for pseudo-plastic systems", Journal of Colloid Sciences, 20: 417-437, (1965).
- [39]: 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.
- [40] : 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.
- [41]: 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.