

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE de BLIDA 1
Faculté De Technologique
Département de Génie des Procédés



Mémoire de fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DE PROCEDES
Spécialité : Génie Chimique

Rhéologie des polymères et récupération assistée du pétrole

Présenté par :

Melle : BANI Yousra

Melle : LAMRI Linda Bakhta

Encadré par :

Dr. Djedri-Bani. S

Année Universitaire :

2022-2023

Remerciement

Les travaux présentés dans ce projet ont été réalisés au sein du laboratoire de recherche d'Analyse Fonctionnelle des Procédés Chimiques du département génie des procédés de l'université de Blida-1.

Tout d'abord nous tenons à remercier ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme notre formation et pourvoir réaliser ce travail de recherche.

A notre encadreur Dr. DJEDRI-BANI. Safia Enseignant chercheur à l'université Saad Dahleb Blida 1, que nous avons eu l'honneur et la chance de bénéficier de ses connaissances et compétences, de ses précieux conseils, de son suivi attentif, son sens élevé du devoir, le fait d'être toujours montrée à l'écoute.

Nous remercions également l'ensemble des membres du jury, d'avoir accepté d'examiner notre travail de mémoire

Nous tenons à exprimer notre gratitude envers tous les enseignants, les collègues et les membres du personnel qui ont contribué de près ou de loin à notre parcours académique et qui ont partagé leurs connaissances et leur expérience avec nous.

Nous sommes extrêmement reconnaissants à nos familles, merci d'avoir cru en nous et de nous avoir soutenus durant tous nos parcours d'avoir été à nos côtés et de continuer à l'être.

Nous tenons à remercier sincèrement, tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce travail soit accompli,

BANI Yousra & LAMRI Linda Bakhta



Dédicace

Nous dédions ce travail à :

Nos parents.

*Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de
l'amour*

Dont ils ne cessent de nous combler

Que dieu leur procure bonne santé et longue vie

A nos frères et sœurs chacun par son nom

A toute la famille

Nos amis

A toute personne qui nous a aidés

YOUSRA & Linda



ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة سلوك خلائط البوليمر من أجل الاستفادة من أقصى قدر من الخصائص. تعتبر لزوجة محلول البوليمر خاصية أساسية في الاستخلاص المعزز للنفط. تتأثر هذه اللزوجة بعدد معين من المعاملات (تركيز البوليمر ومعدل القص والملوحة ودرجة الحرارة). تعد معرفة السلوك الريولوجي أمرًا ضروريًا لتقييم التحسن في نسبة التنقل، في حين ترتبط الخصائص المرنة بزيادة تعبئة الزيت. تم إجراء دراسة ريولوجية على بوليمرين تجاريين، HPAM و HEC شائع الاستخدام في PAP وعديد السكاريد المستخرج من صبار. Cladodes. أظهرت دراسة تم إجراء استخلاص متعدد السكاريد في المختبر وتميز بالأشعة تحت الحمراء وعلم الريولوجيا. أظهرت دراسة تأثير الملح على البوليمرات الثلاثة تدهور اللزوجة. هذا التدهور مهم جدًا بالنسبة لـ HPAM. وقد لوحظ أن تأثير درجة الحرارة يؤثر بشكل طفيف على HEC وعديد السكاريد المستخرج، في حين أنه يقل بشكل كبير من لزوجة HPAM. أظهرت الدراسة الريولوجية في خصائص التدفق وخصائص اللزوجة المرنة ومقارنات البوليمرات أن تركيبة B5N1 تعبر عن أفضل الخصائص في غياب الملح وفي وجوده. سمح استحلاب النفط الخام بواسطة المحاليل المختارة H3N1 و B5N1 و B5H5 بالحصول على نتائج واعدة.

الكلمات المفتاحية: الاستخلاص المعزز للنفط، استخلاص، البوليمر، السلوك الريولوجي

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement de mélanges de polymères afin de profiter d'un maximum de propriétés.

La viscosité de la solution de polymère est une propriété clé lors de la récupération assistée du pétrole. Cette viscosité est influencé par un certains nombres de paramètres (concentration en polymère, taux de cisaillement, salinité et température). La connaissance du comportement rhéologique est impérative pour évaluer l'amélioration du rapport de mobilité, tandis que les propriétés élastiques sont associées à une mobilisation supplémentaire de l'huile.

Une étude rhéologique a été réalisée sur deux polymères commerciales, le HPAM et le HEC couramment utilisés dans la RAP et d'un polysaccharide extrait des cladodes de cactus.

L'extraction du polysaccharide a été effectuée au laboratoire et caractérisées par infrarouge et par la rhéologie. L'étude de l'effet de sel sur les trois polymères a montré une dégradation de la viscosité. Cette dégradation est très significative concernant le HPAM. Il a été noté que l'effet de la température influence légèrement le HEC et le polysaccharide extrait, alors qu'il dégrade considérablement la viscosité du HPAM.

L'étude rhéologique en écoulement et des propriétés viscoélastiques des comparaisons de polymère permet de constater que la combinaison B5N1 exprime les meilleurs propriétés et ce en absence et en présence de sel.

Une émulsification du pétrole brute par les solutions mélanges choisis H3N1, B5N1 et B5H5 ont permis d'avoir des résultats prometteux.

Mots clé : RAP, extraction, polymère, rhéologie, émulsion.

Summary

The objective of this work is to study the behaviour of polymer blends in order to take advantage of a maximum of properties.

Polymer solution viscosity is a key property in enhanced oil recovery. This viscosity is influenced by a certain number of parameters (polymer concentration, shear rate, salinity and temperature). Knowledge of rheological behavior is imperative to assess the improvement in mobility ratio, while elastic properties are associated with further oil mobilization.

A rheological study was carried out on two commercial polymers, HPAM and HEC commonly used in EOR and a polysaccharide extracted from cactus cladodes.

Extraction of the polysaccharide was performed in the laboratory and characterized by infrared and rheology. The study of the salt effect on the three polymers showed a deterioration in viscosity. This degradation is very significant for HPAM. It was noted that the temperature effect slightly influences the HEC and the extracted polysaccharide, while it significantly degrades the viscosity of HPAM.

The rheological study in flow and viscoelastic properties, polymer comparisons show that the B5N1 combination expresses the best properties in the absence and in the presence of salt.

An emulsification of the crude oil by the chosen mixture solutions H3N1, B5N1 and B5H5 allowed to have promising results.

Key words: EOR, Extraction, polymer, rheology, émulsions.

Sommaire:

CHAPITRE I :	19
Récupération Assistée Du Pétrole et Polymères	19
I.1. Récupération assistée du pétrole (RAP):	20
I.1.1 le pétrole :	20
I.1.2 Aspect historique :	20
I.1.2 Aspect technique :	21
I.1.3 Techniques de récupération :	21
I.1.3.1 Récupération primaire:	21
I.1.3.2 Récupération secondaire:	22
I.1.3.3 La récupération tertiaire:	23
I.1.4 Mécanismes physiques liés à la récupération tertiaire :	25
I.2. Généralité sur les polymères :	29
I.2.1. Introduction.....	29
I.2.2. Définition :	29
I.2.3. Types de polymères :	29
I.2.4.L'origine des polymères :	31
I.2.5. Polymères pour la récupération du pétrole:	32
1) Polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) :	33
2) L'hydroxyéthylcellulose (HEC) :	34
Chapitre II :	35
Rhéologie et émulsion	35
II.1. La rhéologie :	36
II.1.1. Définition :	36
II.1.2. Domaines d'application :	36
II.1.3. Appareil de mesure rhéologique:	37
II.1.4. Rhéologie des Polymères en solution :	37
II.1.5. La viscosité des polymères :	38
II.1.5.1. Paramètres influençant la viscosité des polymères:	38
II.1.6. Comportement rhéologique des solutions :	41
II.1.7. Viscoélasticité : définition et propriétés	43

II.1.8. Viscoélasticité linéaire :	43
II.1.8. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole :.....	44
II.2. LES EMULSIONS :.....	46
II.2.1. Définition :	46
II.2.2. Compositions des émulsions :	47
II.2.3. Classification des émulsions :	47
II.2.3.2. selon la dimension des gouttelettes :	49
II.2.4. Les instabilités des émulsions :	49
II.2.5. Application des émulsions :.....	53
II.2.3. Émulsions d'eau dans l'huile (EHO) :.....	53
II.2.6 Émulsions d'huile dans l'eau (EHE) :	53
Chapitre III : Matériels et méthodes	55
III.1. Matériel :.....	56
III.1.1. Les équipements de caractérisation.....	56
III.1.2. Autres matériels :	56
III.1.3. Produits chimiques :.....	57
III.1.4. Matériel végétal:	59
III.2. Méthode :	60
III.2.1. Extraction des polysaccharides :	60
III.2.2. Préparation des solutions :	61
III.2.3. Préparation des Mélanges:	61
III.3. Caractérisation rhéologique:	62
III.3.1. Test d'écoulement :	62
III.3.2. Détermination de la viscosité.	62
II.1.9. Paramètres complexes :	63
III.3.3. Mesure de la viscoélasticité :	64
III.3.4. Rampe de Température :	64
III.3.5. Détermination des groupements fonctionnels :.....	64
III.4. Formulation d'émulsions :.....	65
Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSION	66
IV.1. Caractérisation spectroscopique :	67

IV.2. Caractérisation rhéologique :.....	69
IV.2.1. Rhéologie en écoulement :.....	69
IV.2.2. Etudes rhéologique des mélanges de polymères :.....	82
IV.2.3. Rampes température :	89
IV.3 Etude des émulsions du pétrole en présence des mélanges de polymères:	90
IV.3.1 Etude préliminaire :.....	90
IV.3.2 Essai d'émulsification :.....	92
IV.3.3. Essai d'émulsification en présence de SDS:.....	93
Conclusion générale.....	95
ANNEXES.....	102

LISTE DES FIGURES

Figure I.1: Evolution de la consommation d'huile projetée à 2030 [10].	21
Figure I.2 : Récupération primaire du pétrole.	21
Figure I.3 : Récupération secondaire du pétrole par injection d'eau.	22
Figure I.4 : Récupération secondaire du pétrole par injection du gaz.	23
Figure I.5 : Dépendance typique de la saturation résiduelle d'huile en fonction du volume du fluide déplaçant injecté (volume de drainage) pour l'eau et une formulation eau-polymère de viscosité supérieure [13].	25
Figure I.6 : Illustration de la tension de surface [1].	26
Figure I.7: Les relations de pression dans les tubes capillaire.	27
Figure I.8 : Deux gouttes d'huile dans l'eau. A gauche, sur une surface hydrophile, à droite sur une surface hydrophobe [15].	27
Figure I.9 : Équilibre des forces dans un système Eau(W)-Huile(O)-Roche(S) mettant en évidence les forces entre les trois phases [15].	28
Figure I.10 : Goutte d'huile dans l'eau. Le phénomène de surpression se produit entre les deux phases [15].	28
Figure I.11 : Schéma montrant le processus de polymérisation lors duquel les monomères s'assemblent pour former un polymère.	29
Figure I.12 : Types de polymères.	29
Figure I.13 : Différents modes de copolymères.	31
Figure I.14: Monomère d'acrylamide et molécule de polyacrylamide [17].	32
Figure I.15: Structure chimique du HPAM [22].	33
Figure I.16 : Structure chimique du HEC [22].	34
Figure II.1 : Effet de la nature du solvant (eau formamide, glycol) sur la viscosité réduite de polyacrylamide [33].	39
Figure II.2 : Représentation schématique des différents régimes de concentration de solutions de polymère avec C^* la concentration critique de recouvrement.	39
Figure II.3 : Influence de la masse molaire sur la viscosité de différents polymères industriels Flopaam (3630S, 3530S, 3430S, 3330S, 3230S, 3130S) [30].	40
Figure II.4 : Effet de la température sur la viscosité réduite d'une solution d'un polymère industriel de type SAV [31].	41
Figure II.5 : Schéma descriptif d'une émulsion (H/E) [54].	46

Figure II.6 : Représentations schématiques d'une émulsion directe et inverse (en bleu l'eau, en jaune l'huile) [60].....	48
Figure II.7 : Représentation schématique des émulsions multiples selon leurs sens.	49
Figure II.8 : Phénomènes de crémage et sédimentation [54].	50
Figure II.9 : Phénomène de floculation [57].	50
Figure II.10 : Phénomène de coalescence.	51
Figure II.11 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald [64].....	51
Figure II.12 : Phénomène d'inversion de phase [54].	52
Figure II.13 : Les principaux mécanismes de déstabilisation d'une émulsion [54].	52
Figure III.1 : Rhéomètre de marque Anton Paar MCR302.	56
Figure III.2 : Les différentes étapes de la collecte jusqu'au séchage.	59
Figure III.3 : Schéma général du processus d'extraction des polysaccharides des cladodes.	60
Figure III.4 : Polysaccharides hydrosolubles extraits des cladodes d'Opuntia ficus Indica	61
Figure IV.1 : Spectre infra-rouge du polysaccharide extrait.	67
Figure IV.2 : Les spectres infrarouges des polymères (HPAM, HEC et le mélange des deux)..	68
Figure IV.3 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du polymère HEC à différentes concentrations.	70
Figure IV.4 : Etude rhéologique des gels HPAM à différentes concentrations.	72
Figure IV.5 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du biopolymère à différentes concentrations.	73
Figure IV.6 : Courbes de viscoélasticité pour différentes concentrations en HEC ; a) H1 et H2, b) H3, c) H4 et H5.	75
Figure IV.7 : Etude de la viscoélasticité du gel HPAM à différentes concentrations.	76
Figure IV.8 : Le graphe de la viscoélasticité du biopolymère à 10000 PPM.	77
Figure IV.9 : Courbes d'écoulement des solutions de polymère HEC en fonction de la variation de la concentration en NaCl.	78
Figure IV.10 : Courbes d'écoulement des solutions de polymère HPAM (N1) pour différentes concentrations en sel.	79
Figure IV.11 : Conformation du polymère en absence et en présence de sel [74].	80
Figure IV.12 : Courbe d'écoulement de la solution HEC (H3) en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et d'une température égale à 80°C.	80

Figure IV.13 : Etude de la viscosité de la solution N1 en présence de sel et en présence de température.....	81
Figure IV.14 : Courbes d'écoulement de la solution biopolymère à 10000 PPM en présence de sel et d'une température égale à 80°C.....	82
Figure IV.15 : Variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différents mélanges ; a) H3N1, b) B5N1, c) B5H5.....	84
Figure IV.16 : Courbes d'écoulement du mélange H3N1 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.....	85
Figure IV.17 : Courbes d'écoulement du mélange B5N1 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.....	86
Figure IV.18 : Les courbes d'écoulement du mélange B5H5 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.....	87
Figure IV.19 : Variation des modules de perte et de conservation en fonction du taux de déformation pour les trois mélanges.....	88
Figure IV.20 : La rampe de température du gel H3N1.....	89
Figure IV.21 : Emulsions des solutions H1, N1 et B5 avant et après agitation.....	91
Figure IV.22 : Emulsions des trois polymères ; (a) polymères à 400 ppm, (b) polymères à 10000 ppm.....	92
Figure IV.23 : Emulsions des mélanges de polymères dans le pétrole.....	93
Figure IV.24 : Emulsification pétrole/SDS/Eau.....	93
Figure IV.25: Emulsification des mélanges en absence et en présence du SDS.....	93

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Différents types d'homopolymères.....	30
Tableau I 2: Différents modes de copolymères [18].....	31
Tableau II. 1 : Quelques exemples d'ingrédients de la phase lipophile [56].	47
Tableau II. 2 : Caractéristiques des différentes catégories d'émulsions	49
Tableau III. 1 : Matériel et produits utilisés.....	57
Tableau III. 2 : Les concentrations choisis pour la préparation des différentes solutions.....	61
Tableau IV 1: Les liaisons correspondant au principaux piques.....	68
Tableau IV 2 : Les liaisons correspondant au principaux piques.....	69
Tableau IV 3: Les viscosités de solutions déterminées par le modèle de Carreau et Cross	71
Tableau IV 4: Les résultats de modélisations de HPAM des concentrations différentes déterminés par le modèle de carreau et cross.....	73
Tableau IV 5: Les résultats de modélisations de BIOPOLYMERE des concentrations différentes déterminés par le modèle de carreau.....	74

LISTE DES ABREVIATIONS

API : American Pétroleum Institutue
E/H : Eau/huile
EOR : Récupération assistée du pétrole
EEH : Émulsions d'eau dans l'huile
E/H/E : « eau dans huile dans eau »
EHE : Émulsions d'huile dans l'eau
H/E : huile / eau
HEC : L'hydroxy éthyle cellulose
H/E/H : « huile dans eau dans huile »
HPAM :Le polyacrilamide partiellement hydrolysé
IRTF: Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier.
OFI: Opuntia Ficus Indica
PAM : Polyacrilamide
PPM : Partie Par Million
RAP : Récupération assiste du pétrole
SDS : Dodécylsulfate de sodium
TA : Tensioactif

Liste des symboles

Φ : fraction volumique
t : Temps [s].
T : Température [°C]
 τ : Contrainte [Pa].
 τ_c : Seuil d'écoulement [Pa].
 γ : taux de cisaillement [s^{-1}].
(n) : Indice de structure
 μ : Viscosité cinématique [Pa.s].
F : Force de cisaillement [N].
S : Surface de cisaillement [m^2].
H : Hauteur entre les deux plaques [m].
k : Indice de consistance (l'équation d'Herschel-Bulkley) [Pa.s]

G' : Module élastique ;

G'' : Module visqueux ;

N : HPAM

H : HEC

B : polysaccharide

η_0 : Viscosités à cisaillement nul ;

η_∞ : Viscosités à cisaillement infini ;

η_c : seuil de Casson et η la viscosité de Casson

λ : constante de temps.

N : indice de la loi de puissance.

P_c : La pression capillaire

P_w : pression dans le liquide de mouillage

P_{nw} : pression dans le fluide

σ_{sw} : la tension interfaciale entre l'eau et le solide

σ_{so} : la tension interfaciale entre la phase huile et le solide

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Jusqu'à l'heure le pétrole reste la principale source d'énergie, la consommation augmente de 2% chaque année. La récupération actuelle du pétrole reste insuffisante vue les contraintes des taux faible d'extraction du réservoir [1-2].

En effet, lorsqu'un nouveau réservoir de pétrole est foré, la quantité de pétrole obtenue par une récupération primaire suivi par une récupération secondaire est d'environ 20 à 40 % du potentiel, et il reste donc encore 80 à 60 % de pétrole dans le réservoir [3].

La RAP par l'injection de produits chimique (tensioactif, polymère,...) a montré son efficacité sur le terrain, l'injection de polymères peut faire augmenter la récupération de 5 à 30 % par rapport aux méthodes de récupération conventionnelles. Cette augmentation significative de la récupération est attribuée à la réduction des mouvements de by-pass et à l'amélioration du déplacement par augmentation de la viscosité du fluide déplaçant du pétrole résiduel ce qui conduit à l'augmentation de l'efficacité globale de l'extraction. Ce processus, connu sous le nom "polymer flooding" est communément caractérisé par la viscosité à faible gradient de vitesse du fluide injecté. Toute fois les polymères présentent des inconvénients qui rendent leur utilisation impossible dans certains cas ; par exemple pour les réservoirs de faible perméabilité, de forte salinité ou encore à haute température [3-5].

L'objectif de ce travail consiste à étudier l'effet de sel, de température et des forces de cisaillement pour plusieurs polymères. Ce qui permet de sélectionner ceux qui présentent les propriétés optimal. Ces derniers vont être sollicités afin d'améliorer le déplacement mais aussi pour stabiliser les émulsions en présence de tensioactif.

Pour une meilleure compréhension de la suite du manuscrit, ce dernier a été structuré comme suit:

- Dans un premier chapitre nous avons les différentes méthodes employées dans la récupération utilisée dans les gisements pétroliers ainsi qu'une étude bibliographique sur les polymères.

Une fois le contexte clarifié, le Chapitre 2 détaille la rhéologie des polymères ainsi que les émulsions pétrolières.

- Le troisième chapitre décrit le matériel et les méthodes utilisés dans notre travail.
- La quatrième partie sera consacrée à la discussion des résultats obtenus dans cette étude.

Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale dans laquelle nous résumons les principaux résultats auxquels nous avons aboutis ainsi que des recommandations pour le développement futur de cette thématique.

CHAPITRE I :
Récupération Assistée Du Pétrole et Polymères

I.1. Récupération assistée du pétrole (RAP):

I.1.1 le pétrole :

Le pétrole est une ressource naturelle d'origine organique et une source d'énergie fossile. Il se forme à partir de la décomposition de matière organique, telle que des microorganismes marins, des plantes et des animaux, qui se sont accumulés au fil du temps dans des environnements géologiques spécifiques, notamment des bassins sédimentaires. Le processus de formation du pétrole prend des millions d'années.

Selon sa composition chimique, le pétrole brut peut varier en termes de viscosité, de densité et de contenu énergétique [6-7].

Le pétrole a une multitude d'applications, principalement dans les domaines de l'énergie (production d'électricité), du transport et de la pétrochimie. L'industrie pétrolière est une composante majeure de l'économie mondiale, avec de nombreux pays producteurs et consommateurs de pétrole.

I.1.2 Aspect historique :

Avant les années 70, les grandes compagnies pétrolières imposent aux pays producteurs de pétrole des prix faibles où le baril de pétrole vaut moins de 2 \$. Au début des années 70 la forte demande de pétrole des pays industrialisés et les conflits politiques et économiques ont fait que le baril de pétrole coûte quatre fois le prix pour passer après l'éclat du premier "choc pétrolier" jusqu'à 40 à 65 \$/baril entre 1974 et 1980 [8].

La forte demande du pétrole durant ces années ont fait que les gisements exploités depuis de longues années commencent à s'épuiser et il faut donc exploiter les méthodes de récupération secondaire et surtout tertiaire (récupération assistée) [3].

Avec un prix moyen du pétrole autour de 65 \$/baril pour l'année 2009, la RAP qui est une technique coûteuse devient économiquement possible. L'augmentation de 2 % du taux de récupération correspond à 1 an de consommation au rythme actuel [9]. Ces facteurs expliquent pourquoi les estimations des économistes du pétrole pour les années à venir (Figure I.1), prédisent d'autres techniques d'exploitation et l'éventuel recours aux techniques de la RAP un futur plein d'opportunités d'expansion.

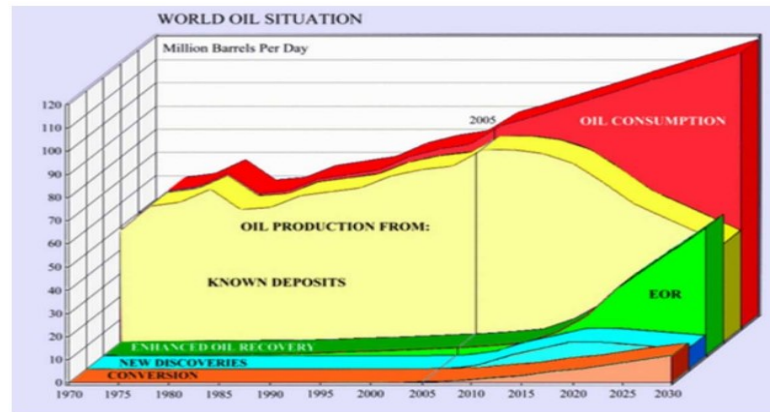


Figure I.1: Evolution de la consommation d'huile projetée à 2030 [10].

I.1.2 Aspect technique :

L'exploitation des gisements pétroliers souvent se fait d'une manière naturelle dans un premier temps par différences de pression entre le fond du gisement et la surface. Un équilibre de pression fait que cette exploitation s'arrête [1].

Normalement, le pétrole qui ne peut pas être extrait par la récupération primaire, ni la récupération secondaire, des méthodes de récupération tertiaire sont sollicitées.

I.1.3 Techniques de récupération :

I.1.3.1 Récupération primaire:

La production primaire, comme le terme suggère, est la première méthode de récupération. A la découverte, un réservoir de pétrole brut contient un mélange d'eau, huile et le gaz dans les pores de la roche réservoir. Initialement, le réservoir retient ces liquides sous une pression considérable due à la pression hydrostatique [11]. À cette pression une grande partie du gaz est dissoute dans l'huile. Ces deux fluides (l'eau initiale et le gaz dans la solution) en association fournissent l'élément moteur pour déplacer l'huile dans le puits [4]. (Voir Figure I.2)

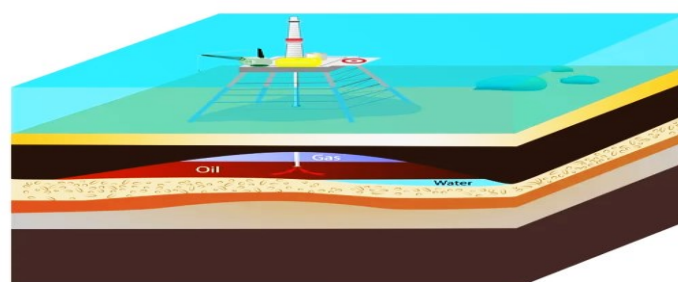


Figure I.2 : Récupération primaire du pétrole.

Si la pression sur le liquide dans le réservoir (l'énergie de réservoir) est assez grande, l'huile coulera dans le puits et jusqu'à la surface. Dans ce cas aucun équipement de pompage n'est exigé. Le taux de production d'un puits éruptif a tendance à baisser l'énergie du réservoir naturel. Quand un puits éruptif ne produit plus à un taux efficace, une pompe est installée [1].

La baisse de pression de réservoir affecte défavorablement la production de pétrole ; D'abord, elle diminue la force qui conduit l'huile dans le wellbore ; et elle cause l'échappement de faible quantité de gaz retenue dans la solution empêchant alors le flux d'huile de se déplacer [11].

La quantité d'huile qui peut être déplacée par l'énergie du réservoir naturelle varie avec le type de réservoir [6], elle ne dépasse pas les 20%.

I.1.3.2 Récupération secondaire:

La récupération secondaire est sollicitée lorsque le taux de récupération devient trop faible, un balayage du réservoir par l'eau ou du gaz s'avère nécessaire. Pour cela il est impérativement obligatoire de prévoir un ou des puits d'injection [3].

❖ L'injection d'eau:

L'eau injectée à la base du gisement, ou bien en périphérie pousse l'huile vers les puits de production tout en maintenant la pression dans le réservoir. Simple en apparence, cette opération requiert cependant toute une série de précautions. On injecte en général de l'eau traitée, car il faut éviter que cette eau apporte des ions qui réassent avec ceux contenus dans l'eau du gisement donnant des sels insolubles qui boucheraient les pores de la roche [1]. La figure I.3 illustre le processus.

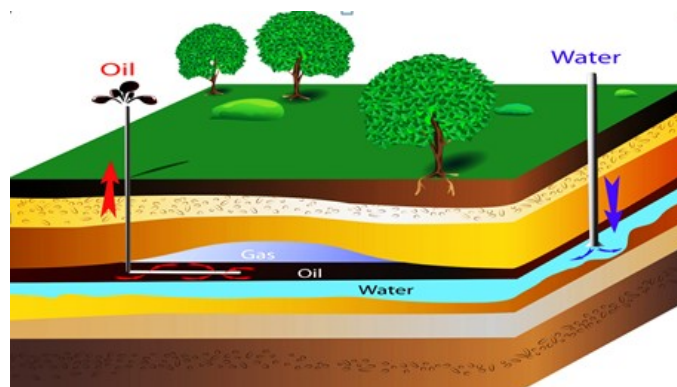


Figure I.3 : Récupération secondaire du pétrole par injection d'eau.

❖ L'injection de gaz:

Différents procédés impliquant l'injection de gaz ont été mis en œuvre au début des années 90 et se sont développés à la faveur des réglementations environnementales interdisant de brûler à la torche le "gaz associé" que la localisation du gisement ne permettrait pas d'acheminer vers une zone de consommation [1].

L'injection de gaz est réalisée soit au sommet du gisement quand il s'agit simplement de faire remonter la pression, soit à sa base pour déplacer huile vers les puits de production, tout en minimisant la ségrégation gravitaire (Voir figure I.4). L'avantage qui apporte le gaz par rapport à l'eau est la réduction de piégeage capillaire.

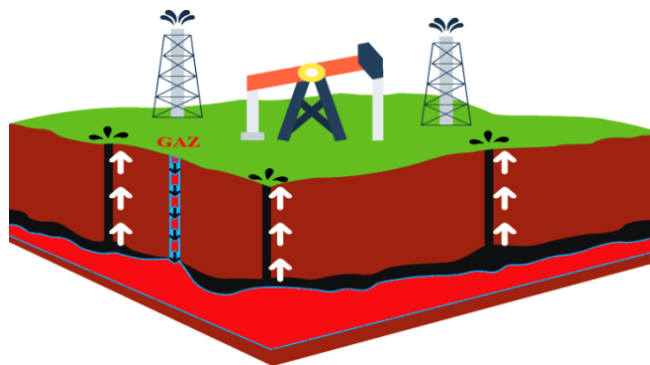


Figure I.4 : Récupération secondaire du pétrole par injection du gaz.

Le gaz injecté est habituellement gaz naturel produit dans le réservoir. On peut commercialiser le gaz lorsque l'opération secondaire est terminée et le gaz peut être récupéré par la déplétion. D'autres gaz, comme le N_2 , peut être injecté pour maintenir la pression dans le réservoir. Cela permet commercialiser le gaz naturel parallèlement avec la production [12].

La récupération restera toujours faible, ainsi d'autres méthodes appartenant à la récupération tertiaire sont préconisées pour augmenter la récupération assistée du pétrole.

I.1.3.3 La récupération tertiaire:

La récupération tertiaire est une façon d'essorer le réservoir et mieux contrôler l'extraction de l'huile. Un ensemble de techniques ont été développées, on cite alors :

- Procédés de miscibilités.
- Procédés thermique.
- Procédés chimiques.

❖ **Procédés de miscibilités :**

Le procédé miscible repose sur l'injection d'un fluide miscible qui va se dissoudre dans le pétrole et réduit sa viscosité. Cela facilite le déplacement du pétrole à travers le réservoir où il était piégé vers les puits de production. Le fluide miscible agit en réduisant la viscosité du pétrole, et augmentant la pression du réservoir et en améliorant la mobilité du fluide pétrolier [1].

❖ **Procédés thermiques :**

Il consiste à fournir de la chaleur au réservoir pour réduire la viscosité d'huile ce qui va augmenter la mobilité de ce dernier par rapport à celle de l'eau permettant un déplacement plus favorable [1].

❖ **Le processus chimique injection de polymères (polymer flooding) :**

Le RAP chimique, utilisé principalement dans les gisements de bruts légers, consiste à l'injection de produits chimiques à savoir ; des tensioactifs ou des polymères, des mélanges de tensioactifs et de polymères ou encore des solutions micellaires, des alcalins et des mélanges entre ces composants, comme les formulations ASP (injection successive d'alcalins, de surfactants et de polymères), qui permettent de déplacer l'huile en diminuant le rapport de mobilité, et/ou en diminuant la tension interfaciale pour réduire les forces capillaires qui piègent l'huile résiduelle [13].

Après la récupération secondaire par l'injection de l'eau, l'huile est piégée dans les pores de la roche réservoir, l'injection de tensioactifs permet de diminuer la tension interfaciale entre l'eau et l'huile et la tension de surface entre l'huile et la roche libérant ainsi les pores de l'huile existante [1].

Un des procédés les plus simples est l'addition de polymères pour augmenter la viscosité de l'eau à injecter, procédé connu comme le « polymer flooding », afin d'améliorer le rapport de mobilité par une augmentation des forces visqueuses. Ainsi la mobilité du système est effectivement diminuée, l'huile est alors balayée vers le puits de production (voir figure I.5) [13].

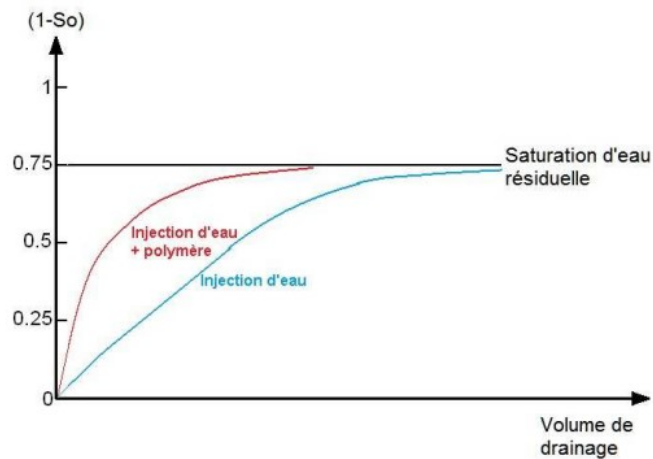


Figure I.5 : Dépendance typique de la saturation résiduelle d'huile en fonction du volume du fluide déplaçant injecté (volume de drainage) pour l'eau et une formulation eau-polymère de viscosité supérieure [13].

Les caractéristiques idéales pour l'utilisation de polymer flooding sont des gisements de haute perméabilité et à faible contenu d'argile avec une viscosité de l'huile ne dépassant pas les 0,1 mPa.s in situ [13]. Une formulation eau-polymère dont la viscosité est entre 10 et 100 fois plus grande par rapport à celle de l'eau fait augmenter considérablement la quantité de l'huile déplacée [3].

Les échecs les plus souvent rencontrés dans les opérations de polymer flooding sont la perte du polymère (par adsorption dans la roche) et la dégradation de la formulation dépendant des contraintes de cisaillement élevées pendant l'injection.

I.1.4 Mécanismes physiques liés à la récupération tertiaire :

Pour mesurer l'efficacité liée à ces processus de déplacement de l'huile par une phase aqueuse (avec ou sans additifs) en extraction pétrolière, différentes échelles peuvent être considérées. À l'échelle macroscopique, les facteurs qui affectent le déplacement dépendent des caractéristiques de la roche (composition, porosité, hétérogénéités, etc.) ainsi que du rapport de mobilité entre le fluide qui déplace et le fluide qui est déplacé [2]. À l'échelle des pores, plusieurs facteurs interviennent, dont la mouillabilité de la roche, les forces visqueuses et les forces capillaires [3].

Après la récupération secondaire, une quantité d'huile (saturation résiduelle) reste piégée dans le réservoir. Certaines quantités d'huile restent sur la paroi des pores, d'autres bloquent certains pores complètement ou partiellement. La récupération tertiaire peut intervenir au niveau de l'échelle des pores sur les équilibres entre la

mouillabilité de la roche, les forces capillaires (dépendant des tensions interfaciales entre les phases) qui tendent à piéger l'huile, et les forces visqueuses qui contribuent à la mobiliser afin de diminuer cette saturation résiduelle. La compréhension des phénomènes de piégeage et d'écoulement diphasique dans un milieu poreux est nécessaire pour optimiser les processus de récupération améliorée du pétrole [3].

a) Tension interfaciale:

S'agissant des systèmes poly phasiques, il est nécessaire d'examiner l'effet des forces à l'interface lorsque deux liquides non miscibles sont en contact. Lorsque ces deux fluides sont liquides et gazeux, le terme de tension de surface est utilisé pour décrire les forces agissant sur l'interface. Lorsque l'interface est entre deux liquides, les forces sont appelées tension interfaciale [13].

Les surfaces de liquides sont généralement recouvertes de ce qui agit comme une couche mince. Bien que ce film apparent possède peu de force, il néanmoins agit comme une membrane mince et résiste à la rupture comme illustrée sur figure I.6 [1].

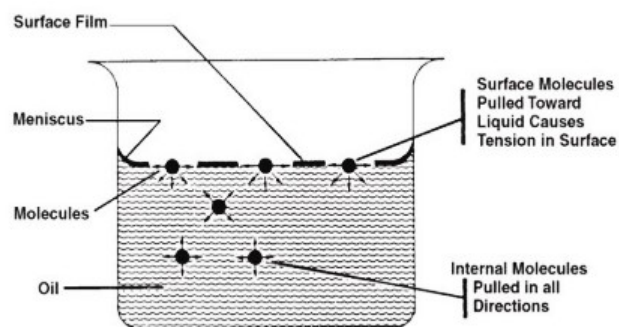


Figure I.6 : Illustration de la tension de surface [1].

b) Pression capillaire :

Les forces capillaires dans un réservoir de pétrole sont le résultat de l'effet combiné des tensions superficielles et interfaciales de la roche et de fluides, de la taille des pores et de géométrie et les caractéristiques de mouillage du système. Toute surface courbe entre deux fluides non miscibles a tendance à se contracter dans la plus petite superficie possible par unité de volume. Cela est vrai si les fluides sont l'huile et l'eau, eau et gaz (même l'air). Lorsque deux liquides non miscibles sont en contact, une discontinuité dans la pression existe entre les deux fluides, qui dépend de la courbure

de l'interface séparant les fluides (voir figure I.7). Nous appelons cette différence de pression est la pression capillaire (P_c) [15].

La pression capillaire peut être exprimée par la relation 1 :

$$P_c = P_{nw} - P_w \dots \dots \dots (1)$$

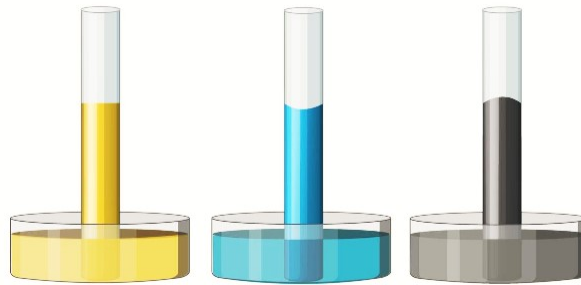


Figure I.7: Les relations de pression dans les tubes capillaire.

c) La mouillabilité :

La valeur de l'angle de contact permet d'identifier quelle phase « mouille » une roche dans un gisement. Dans le cas de la Figure I.8, si l'angle est inférieur à 90° , on dit que l'eau mouille la surface ; dans le cas contraire, c'est le brut qui mouille la surface [14].

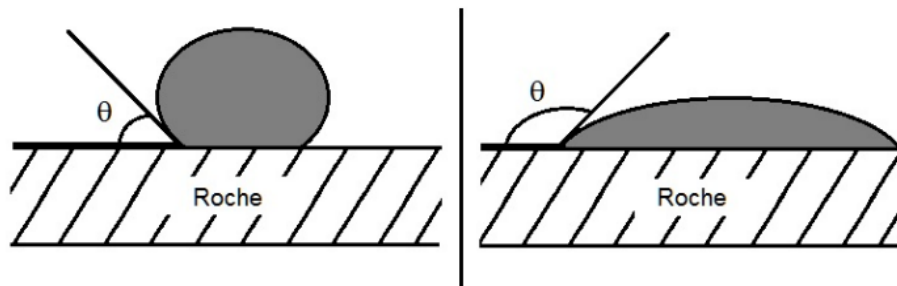


Figure I.8 : Deux gouttes d'huile dans l'eau. A gauche, sur une surface hydrophile, à droite sur une surface hydrophobe [15].

Même si dans la plupart des cas, les roches sont naturellement plus mouillables à l'eau, la mouillabilité est affectée de façon assez importante pendant le procédé, du fait de l'adsorption et de la désorption des constituants de l'huile et des additifs utilisés [13].

Pour le calcul de l'angle de mouillage, nous prenons une goutte d'un fluide par exemple de l'huile, qui est immergée dans un autre fluide immiscible de l'eau en

présence d'une surface solide S on a un équilibre de forces, relié aux différentes tensions interfaciales (Figure I.9) on utilise la relation de l'équation (2) :

$$\sigma_{sw} + \sigma_{so} = \sigma \cos \theta \dots (2)$$

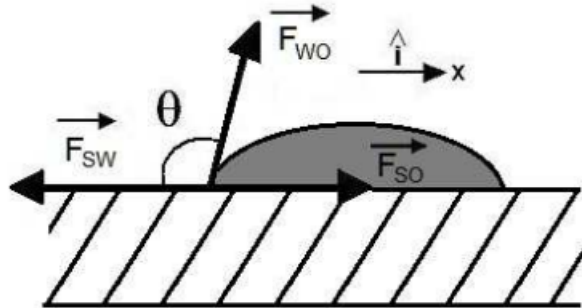


Figure I.9 : Équilibre des forces dans un système Eau(W)-Huile(O)-Roche(S) mettant en évidence les forces entre les trois phases [15].

d) La capillarité :

D'un point de vue simple, la capillarité est le phénomène physique par lequel un liquide tend à monter le long d'un tube étroit ou à imbiber spontanément un corps poreux. Ces effets capillaires résultent du saut de pression lorsqu'une interface courbe est traversée [16]. Prenons par exemple une goutte d'huile de rayon r (phase 0) entourée d'eau (phase 1) et supposons que l'on veuille faire grossir cette goutte (Figure I.10) : pour cela, il faut déplacer l'interface eau/huile :

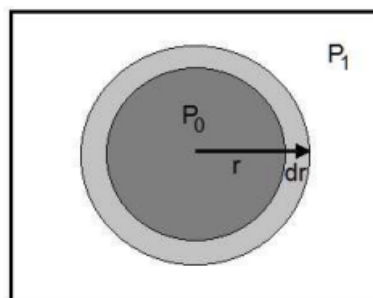


Figure I.10 : Goutte d'huile dans l'eau. Le phénomène de surpression se produit entre les deux phases [15].

La déformation de la goutte implique de fournir un travail associé à la variation du volume de la goutte, un travail associé à la variation du volume de l'eau qui l'entoure et une variation d'énergie interfaciale entre les deux liquides [15].

I.2. Généralité sur les polymères :

I.2.1. Introduction

Les polymères trouvent des applications ciblées dans des domaines variés, cela grâce à leurs propriétés physico-chimiques intéressantes. De ce fait, connaître leurs structures Conformationnelles et configurationnelles, leurs propriétés physico-chimiques rend leur utilisation plus efficace.

I.2.2. Définition :

Un polymère est une macromolécule composée de plusieurs sous-unités répétées appelées des monomères. Le processus par lequel ces derniers se lient les uns aux autres pour former des polymères est appelé polymérisation Goutte d'huile dans l'eau. Le phénomène de surpression se produit entre les deux phases [17]. (Voir figure I.11).

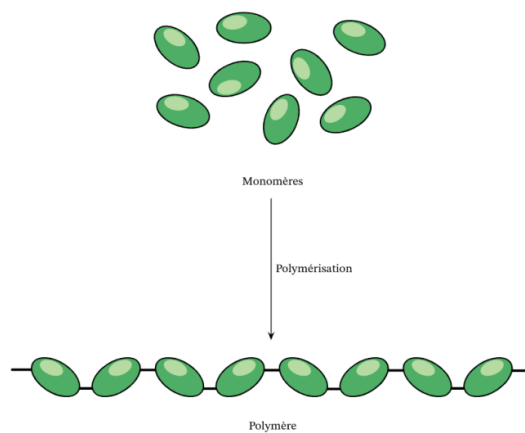


Figure I.11 : Schéma montrant le processus de polymérisation lors duquel les monomères s'assemblent pour former un polymère.

I.2.3. Types de polymères :

D'après l'assemblage des polymères par rapport à l'unité monomère identique ou non on peut trouver différentes classes de polymères (Voir figure I.12) :

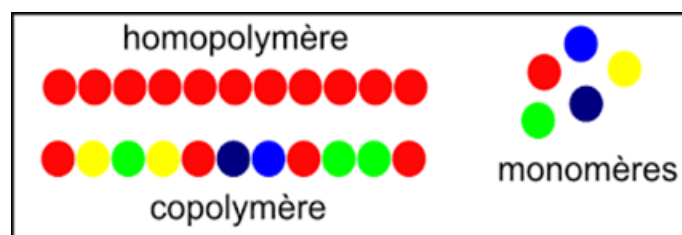


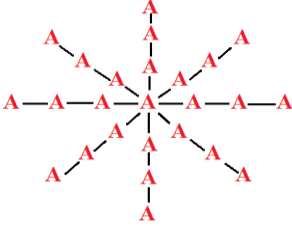
Figure I.12 : Types de polymères.

❖ **Les homopolymères :**

Sont des polymères qui ne possèdent que des unités identiques, ces homopolymères sont de longues chaînes formées par la répétition d'un monomère, leurs propriétés mécaniques, écoulement à l'état fondu, optique, sont directement liées à la structure chimique des monomères et à la longueur des chaînes [18].

Par rapport à la configuration du monomère A dans la structure du homopolymère on trouve différents types d'homopolymères qui sont représentés dans le Tableau I.1.

Tableau I.1 : Différents types d'homopolymères.

Types	Formes
linéaire	$\text{A-A-A-A-A-A-A-A-A-A}$
branchés	$\begin{array}{c} \text{A-A-A-A-A-A-A-A} \\ \quad \\ \text{A-A} \quad \text{A-A-A} \\ \\ \text{A-A} \end{array}$
étoilés	

❖ **Les copolymères :**

Les copolymères sont des polymères qui possèdent différents types d'unités. Polymère formé de macromolécules dont les chaînes renferment au moins deux types d'unités monomère. Selon le nombre d'unités monomère différentes, on parle de copolymère binaire, ternaire, etc. [19]

L'intérêt des copolymères réside dans le fait que l'on peut modifier les propriétés d'un homopolymère selon la structure et la proportion de chaque unité de répétition introduit dans le nouveau polymère [20] (Voir figure I.13).

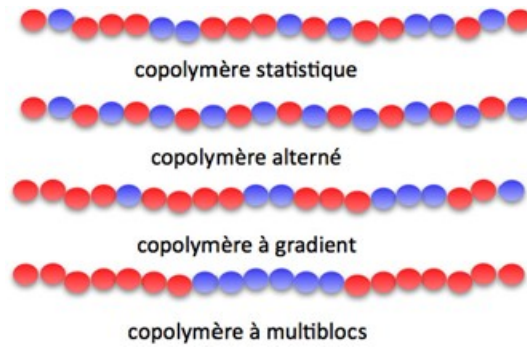


Figure I.13 : Différents modes de copolymères.

Comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. Lorsque le copolymère possède deux unités différentes (A et B) on peut trouver différents modes de copolymères, regroupés dans le tableau I.2 :

Tableau I 2: Différents modes de copolymères [18].

Mode	Forme
statistique	A-A-B-A-B-B-B-B-A-A-B-A
alterné	A-B-A-B-A-B-A-B-A-B-A-B
Séquencé	A-A-A-A-A-A-B-B-B-B-B-B
greffé	<pre> A-A-A-A-A-A-A B B B B B-B-B B-B-B B-B-B </pre>

I.2.4.L'origine des polymères :

❖ Les polymères naturels (bios polymères):

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), les cheveux, les ongles, l'ADN, les protéines, le collagène, la soie, le caoutchouc naturel ou le latex ..., sont des exemples de polymères constitutifs du monde vivant [18].

Les bio-polymères 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 [20].

❖ Les polymères artificiels :

Ils résultent de la modification chimique effectuée par l'homme sur des macromolécules naturelles sans altération profonde de la structure du squelette [18]. Par exemple la cellulose nitrosée forme suivant le taux de nitrosation des matières plastiques, des peintures ...

❖ 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 [18]. Comme le HPAM et le HEC.

I.2.5. Polymères pour la récupération du pétrole:

Les polymères hydrogels pour contrôler la mobilité de l'eau injectée sont utilisés depuis de nombreuses années dans les applications EOR. Ces polymères sont des fluides non newtoniens (également appelés pseudo plastiques), car leur viscosité est fonction du taux de cisaillement. Ils sont généralement utilisés avec des tensioactifs et des agents alcalins pour augmenter l'efficacité de balayage de ces crues de récupération tertiaires. Diverses activités de recherche ont développé de nombreux types de polymères à utiliser dans l'EOR depuis plus de 20 ans [21].

Les polymères communément utilisés pour augmenter la viscosité de la phase aqueuse sont les polyacrylamides (Figure I.14) et les polysaccharides. Les polyacrylamides (- CH₂CHCONH₂-) sont des polymères synthétiques (polymérisation de l'acrylamide) solubles en phase aqueuse, qui peuvent être linéaires ou réticulés, avec des masses moléculaires comprises généralement entre quelques milliers et 20 10⁶ g/mol [17].

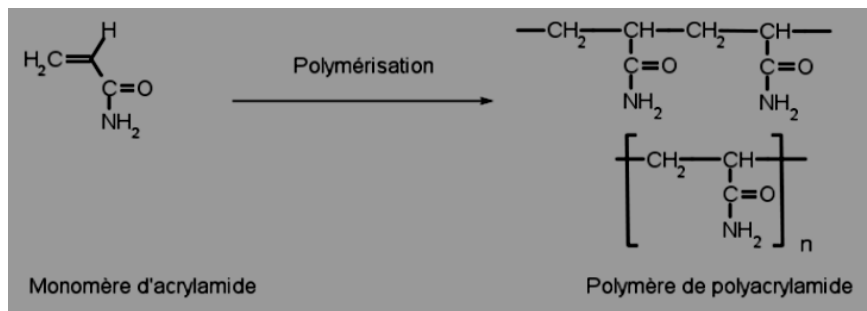


Figure I.14: Monomère d'acrylamide et molécule de polyacrylamide [17].

Les polyacrylamides, en solution aqueuse, une fraction de l'acrylamide peut être hydrolysée pour produire de l'acide acrylique ; cela se traduit par une augmentation de son pouvoir viscosifiant dans l'eau sans électrolytes, mais sa viscosité diminue d'une manière abrupte dans l'eau salée [15].

1) Polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) :

Le polyacrylamide partiellement hydrolysé, HPAM, est parmi les polymères synthétiques les plus utilisés dans le domaine pétrolier comme agent viscosifiant. C'est un polymère linéaire anionique de masse molaire élevée, dans certaines fonctions amide ont été hydrolysées. La description détaillée de la structure de ces polymères est donnée dans la figure I.15 :

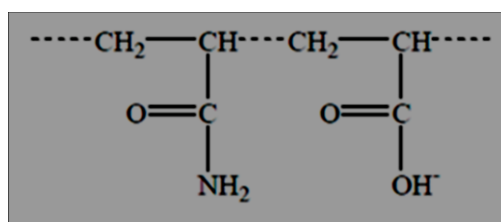


Figure I.15: Structure chimique du HPAM [22].

La mise en œuvre du HPAM est relativement facile et peut améliorer considérablement le taux de récupération du pétrole dans des conditions de réservoir standard. Ce polymère est disponible en différents poids moléculaires jusqu'à 30 millions et peut être utilisé pour des températures allant jusqu'à 99° C en fonction de la dureté de la saumure [22].

Lors de la synthèse de ce polymère, il est important d'optimiser ce degré d'hydrolyse : si le degré 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 doit être comprise entre 30 et 35% [22].

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.

2) L'hydroxyéthylcellulose (HEC) :

Le HEC est un dérivé de cellulose non ionique qui se dissout dans l'eau froide et chaude. Il est utilisé afin de produire des solutions d'une grande variété de viscosité. De telles solutions ont une caractéristique typique de fluidité non newtonienne. Il a d'excellentes fonctions de rétention de l'eau, filmogène, de tolérance au sel et d'épaississement dans des applications différentes [17]. Le HEC peut également être utilisé dans d'autres applications industrielles telles que l'exploitation pétrolière, la teinture et l'impression de textile, les détergents, les textiles, les liants, les adhésifs, etc. La description détaillée de la structure de ce polymère est donnée dans la figure I.16.

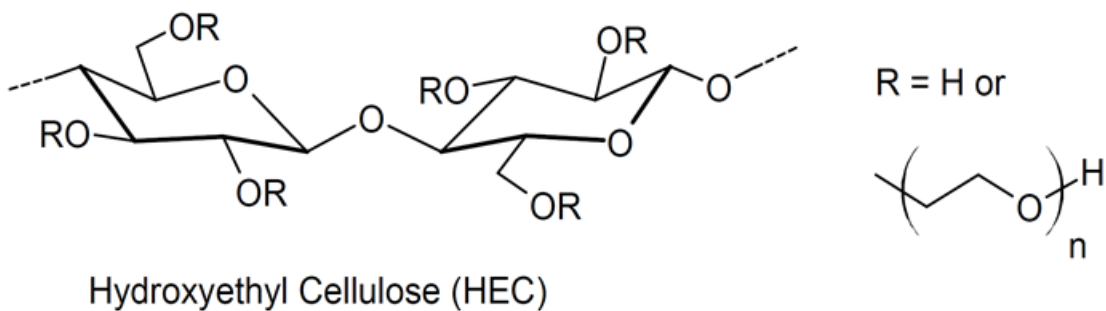


Figure I.16 : Structure chimique du HEC [22].

L'hydroxyéthylcellulose est principalement utilisée dans les produits à base d'eau. Il trouve des applications en tant que liant, filmogène, modificateur de rhéologie (épaississant), promoteur d'adhérence, stabilisateur de dispersion, diluant et réducteur d'affaissement dans de nombreux produits, notamment les peintures, les encres, les adhésifs, les cosmétiques, les produits de soin personnels, les textiles, les ciments, les céramiques et les produits en papier.

Chapitre II :
Rhéologie et émulsion

II.1. La rhéologie :

II.1.1. Définition :

La rhéologie est une partie de la physique qui étudie la plasticité, l'élasticité, la viscosité et la fluidité caractéristiques des corps déformables. Du grec *reos* (couler) et *logos* (étude) [23]. C'est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous cisaillement. Elle permet de comprendre comment les matériaux se comportent sous différentes contraintes telles que la pression, la température et la vitesse de cisaillement [24].

Elle repose sur deux principes fondamentaux ; la viscosité et l'élasticité : La viscosité mesure la résistance d'un fluide à l'écoulement tandis que l'élasticité mesure la capacité d'un matériau à retrouver sa forme initiale après une déformation.

Ces deux propriétés sont mesurées par des tests rhéologiques tels que le test de cisaillement, le test de fréquence et le test de viscoélasticité et autres.

II.1.2. Domaines d'application :

La rhéologie est une discipline scientifique passionnante qui permet de comprendre comment les matériaux se déforment et s'écoulent sous différentes contraintes, elle trouve son application dans de nombreux domaines tels que [25] :

- ✓ la fabrication de peintures, de cosmétiques et de produits alimentaires. Elle permet d'optimiser les formulations pour obtenir les propriétés souhaitées en termes de texture, de stabilité et de viscosité.
- ✓ l'industrie pétrolière pour étudier le comportement des fluides dans les pipe-lines et les réservoirs de stockage.
- ✓ La biologie pour étudier le comportement des cellules et des tissus sous contrainte. Elle permet de comprendre comment les cellules se déforment et se déplacent dans le corps humain.
- ✓ L'étudier les propriétés physiques des biomatériaux tels que les hydrogels et les polymères pour la régénération tissulaire et la libération de médicaments.
- ✓ La géologie pour étudier le comportement des roches et des sols sous contrainte. Elle permet de comprendre comment les matériaux géologiques se déforment et se cassent lors d'événements tels que les tremblements de terre.
- ✓ L'étudier du comportement des glaciers et des avalanches pour mieux comprendre les risques naturels associés à ces phénomènes.

II.1.3. Appareil de mesure rhéologique:

Un rhéomètre est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un matériau, qui est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte extérieure. Il permet d'observer la façon dont s'écoule un liquide, une suspension ou une pâte en réponse à une force appliquée en pascalle (Pa).

Un rhéomètre sert aussi à déterminer les propriétés viscoélastiques de la matière, qui dépendent surtout de la température, de la vitesse angulaire (ω) et du temps [26] :

- viscosité (en fonction de la température, du temps, du taux de cisaillement, etc.) et viscosité complexe ;
- module de cisaillement complexe G^* (accès aux modules viscoélastiques G' et G'') et complaisance complexe ;
- angle de phase (δ) et facteur d'amortissement ($\tan \delta$), pour la détermination de transitions.

L'appareil permet surtout d'évaluer le seuil d'écoulement selon Bingham (relié à l'application du produit), la thixotropie, la stabilité des mesures de viscosité sous cisaillement, le fluage, la recouvrance, la relaxation de contrainte, la dégradation [2]. Il décrit le comportement de l'échantillon à l'état liquide (plus ou moins visqueux) ou pâteux.

Le rhéomètre permet d'étudier l'effet des propriétés des particules d'une suspension [concentration (fraction volumique Φ) (équation de Krieger-Dougherty), taille, distribution de taille, forme et charge des particules] sur les propriétés rhéologiques [23].

II.1.4. Rhéologie des Polymères en solution :

Les polymères sont des matériaux complexes qui peuvent se comporter comme des solides, des liquides ou même des gaz en fonction de leur structure moléculaire.

Les polymères en solution ont un comportement rhéologique différent des polymères solides. En solution, les polymères ont tendance à former des structures enchevêtrées qui affectent leur comportement sous contrainte mécanique.

Les polymères ont un comportement viscoélastique, ce qui signifie qu'ils ont à la fois des propriétés visqueuses et élastiques. Cela signifie que leur réponse à une contrainte mécanique dépend à la fois de leur viscosité et de leur élasticité [27].

Le comportement viscoélastique des polymères est souvent décrit par des modèles mathématiques tels que le modèle de Maxwell et le modèle de Kelvin-Voigt. Ces modèles permettent de prédire le comportement des polymères dans différentes conditions de contrainte mécanique [28].

En comprenant la rhéologie des polymères, il est possible de concevoir des matériaux avec des propriétés spécifiques pour répondre aux besoins de chaque application.

II.1.5. La viscosité des polymères :

La viscosité des polymères est une propriété importante qui décrit la résistance d'un polymère à l'écoulement sous l'effet d'une contrainte de cisaillement. La viscosité peut être définie comme la mesure de la "fluidité" d'un matériau, c'est-à-dire sa capacité à s'écouler librement ou à résister à l'écoulement.

La mesure de la viscosité des polymères peut être réalisée à l'aide de différentes méthodes, telles que la viscosimétrie capillaire, la rhéométrie ou la viscosité en rotation. Ces techniques permettent de caractériser le comportement visqueux des polymères et de fournir des informations utiles pour diverses applications, telles que le moulage, l'extrusion, la formulation de peintures et les procédés de revêtement [29].

II.1.5.1. Paramètres influençant la viscosité des polymères:

Les paramètres physico-chimiques influençant la viscosité d'une solution de polymères sont nombreux et répertoriés ci-après.

➤ La rigidité des chaînes :

Les polymères peuvent être semi-rigides en solution, comme les bio polymères tels que le xanthane [32], et adoptent une configuration d'hélice ; mais ils peuvent aussi être flexibles, ce qui est le cas des polymères synthétiques comme les polyacrylamides. La viscosité sera plus importante pour un polymère semi-rigide qu'un polymère flexible.

➤ La composition chimique des polymères :

Les polymères peuvent être constitués de différentes unités monomères comme il a été décrit au I.2.3. Un polymère neutre développera une viscosité moins importante

qu'un polymère chargé. Cette composition procure des propriétés plus ou moins adéquates pour les champs pétroliers [28].

➤ **Le solvant :**

L'affinité des unités monomères pour le solvant ainsi que celle entre les unités monomères influencent la conformation de la chaîne de polymère. La Figure II.1 illustre avec des valeurs expérimentales l'effet de différents solvants sur la viscosité de solutions de polyacrylamide [33]. La qualité du solvant a un impact immédiat sur la viscosité : l'eau étant le meilleur des trois solvants présentés, le polymère y est en conformation flexible alors que pour le glycol le polymère se contracte et développe une viscosité 4 fois plus faible [33].

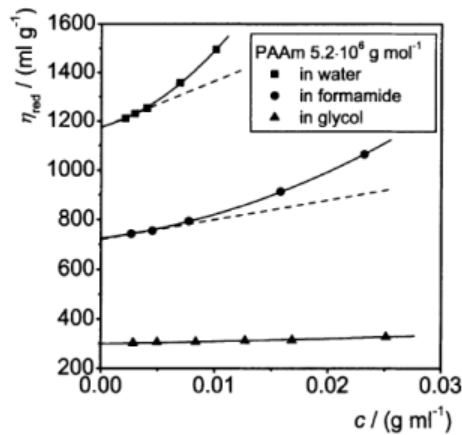


Figure II.1 : Effet de la nature du solvant (eau formamide, glycol) sur la viscosité réduite de polyacrylamide [33]

➤ **La concentration de la solution de polymère :**

On définit une concentration critique de recouvrement C^* afin de distinguer le régime dilué ($C < C^*$)

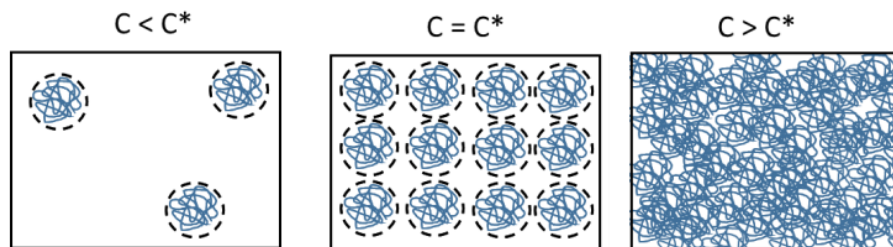


Figure II.2 : Représentation schématique des différents régimes de concentration de solutions de polymère avec C^* la concentration critique de recouvrement.

Dans le cas des solutions en régime dilué (CC*), le comportement d'écoulement est dominé par les interactions intermoléculaires des chaînes. Quand la concentration en polymère augmente, les chaînes de polymère sont de plus en plus proches [28].

Ainsi, une solution de polymère à faible concentration développe une viscosité moins importante qu'une solution de polymère à haute concentration.

➤ **La distribution des chaînes :**

La masse molaire moyenne en masse M_w ainsi que sa dispersité \bar{D} ont un impact sur la viscosité. La Figure 16 reporte les viscosités de différents Flopaam avec une masse molaire qui augmente du 3130s au 3630s. Plus la masse molaire augmente plus la viscosité du polymère en solution augmente [30].

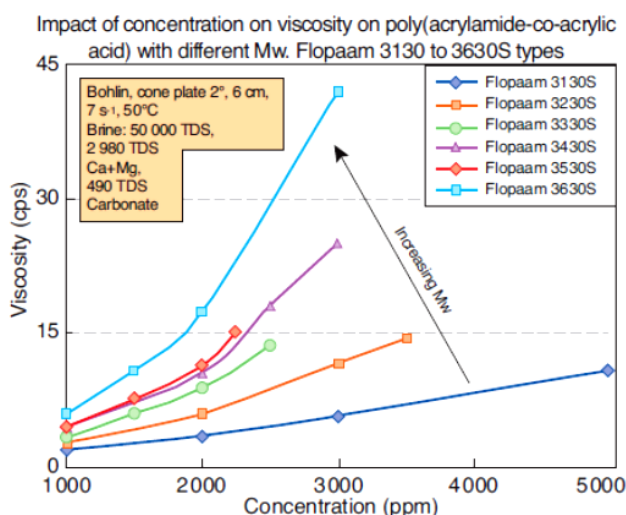


Figure II.3 : Influence de la masse molaire sur la viscosité de différents polymères industriels Flopaam (3630S, 3530S, 3430S, 3330S, 3230S, 3130S) [30].

➤ **La composition ionique de la phase aqueuse :**

Le polymère ionique adopte une conformation semi-rigide dans un milieu non salé du fait de la présence de répulsions électrostatiques entre les unités monomères chargées. A l'inverse, en milieu salé, le polymère adopte une conformation de chaîne flexible, par neutralisation des charges, le polymère se comporte comme un polymère neutre et perd son caractère de polyélectrolyte [34].

➤ **La température :**

Elle peut influencer la viscosité du polymère en solution comme montré sur la Figure II.4 par exemple sur des solutions d'un terpolymère SAV composé d'ATBS, d'AM et de NVP. Plus la température augmente (25 à 140°C), plus la viscosité intrinsèque de ce terpolymère diminue (1633 à 1102 ml/g) dans un milieu salé le comportement de la viscosité est identique [31].

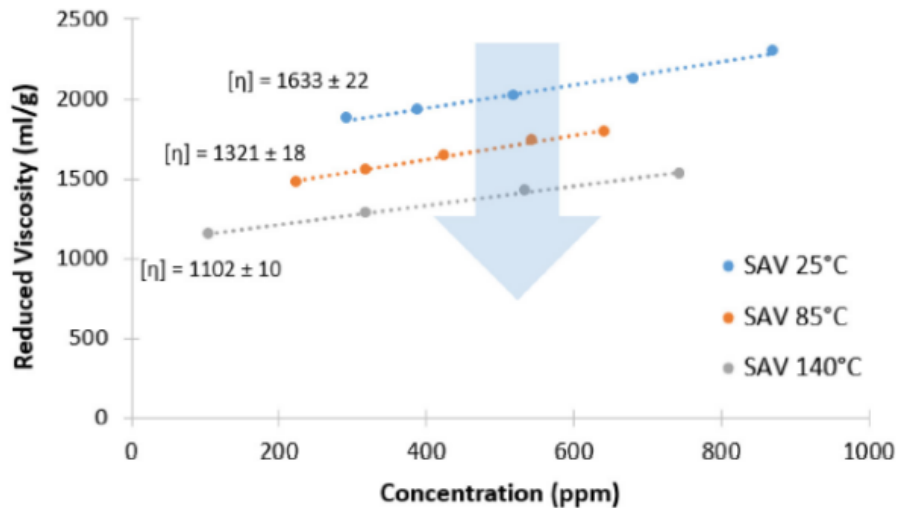


Figure II.4 : Effet de la température sur la viscosité réduite d'une solution d'un polymère industriel de type SAV [31].

En résumé, la viscosité des polymères est une propriété complexe qui dépend de plusieurs facteurs. Comprendre et contrôler la viscosité des polymères est essentiel pour optimiser leur utilisation dans divers domaines industriels et technologiques.

II.1.6. Comportement rhéologique des solutions :

Le comportement rhéologique des solutions décrit la façon dont ces solutions se déforment et s'écoulent sous l'application d'une contrainte de cisaillement. Il existe différents types de comportements rhéologiques couramment observés dans les solutions, tels que les fluides newtoniens et les fluides non newtoniens [29].

a) Fluides newtoniens :

Les fluides newtoniens présentent un comportement rhéologique linéaire, ce qui signifie que leur viscosité reste constante indépendamment de la contrainte de

cisaillement appliquée. L'eau est un exemple courant de fluide newtonien [27]. Dans un fluide newtonien, l'écoulement est directement proportionnel à la contrainte appliquée.

b) Fluides non newtoniens :

Les fluides non newtoniens ont un comportement rhéologique qui diffère du modèle linéaire des fluides newtoniens. Ces fluides peuvent présenter une viscosité qui varie en fonction de la contrainte de cisaillement appliquée [35]. Il existe plusieurs types de fluides non newtoniens :

- **Les fluides pseudo-plastiques ou rhéofluidifiant** : Ce sont des fluides dont la viscosité *diminue* sous l'effet d'une action et dont la diminution dépend de l'intensité de l'action. C'est le cas du ketchup, du sang, de la lave, de la mélasse, de certaines peintures, encres ou encore du vernis à ongles. Ils sont tout d'abord pâteux, mais deviennent pratiquement liquides quand on la remue.
- **Les fluides dilatants ou rhéo-épaississants** : Ce sont des fluides non-newtoniens si efficaces qu'ils permettent de marcher dessus : leur viscosité *augmente* quand on applique une action mécanique dessus. De plus, si cette augmentation est directement fonction de l'intensité de l'action, Par exemple, **le sable mouillé** ou une préparation à la **maïzena** coulent comme un liquide quand ils sont au repos, mais ils deviennent au contraire très durs quand on les remue ou qu'on appuie dessus.
- **Fluides thixotropes et antithixotropes** : Certains autres fluides évoluent, mais il faut les remuer durant un certain temps : ainsi, au fur et à mesure que l'on remue un yaourt il devient de plus en plus liquide. Le yaourt est dit **thixotrope**.

À l'inverse, la crème liquide devient moins fluide quand on la remue longtemps : elle se transforme en beurre. La crème est dite **antithixotrope**. Tous ces phénomènes s'expliquent par une déstructuration des liaisons intermoléculaire (thixotropie) ou au contraire d'un « nouage » des molécules entre-elles et qui épaississent un fluide (antithixotropie).

La compréhension du comportement rhéologique des solutions est essentielle dans de nombreux domaines, notamment l'industrie chimique, pharmaceutique, alimentaire et cosmétique. La rhéologie permet de caractériser les propriétés de déformation, d'écoulement et de viscosité des solutions.

II.1.7. Viscoélasticité : définition et propriétés

En rhéologie, le comportement viscoélastique entre le caractère visqueux de l'eau par exemple, et le comportement élastique d'un solide (ressort). La viscosité d'un matériau traduit sa capacité à dissiper de l'énergie alors que l'élasticité d'un matériau traduit sa capacité à conserver et restituer de l'énergie après déformation.

Différents modèles permettent de décrire la viscoélasticité linéaire. Le modèle de Maxwell est adapté au liquide viscoélastique. Le modèle de Kelvin-Voigt quant à lui est un modèle élémentaire de solide viscoélastique. Il existe aussi respectivement pour ces deux cas le modèle de Zener et celui de Burgers [37].

Pour tenir compte de la dualité entre viscosité et élasticité, on utilise souvent des nombres complexes (deux composantes). A titre d'exemple, le module complexe en cisaillement s'écrit : $G^* = G' + iG''$ où G' est le module de conservation et G'' le module de perte (caractéristique du comportement visqueux). De même, on utilise une viscosité complexe [23].

En viscoélasticité linéaire, on peut associer une loi de comportement à un matériau, qui sert à calculer la réponse à une histoire de sollicitation donnée. Il s'agit de l'équation de Boltzmann.

Les polymères, et en réalité la plupart des matériaux, ont un comportement viscoélastique. En agroalimentaire, cela concerne notamment les produits contenant des protéines et/ou des polysaccharides, avec comme archétype, la pâte à pain riche à la fois en protéines et en amidon.

II.1.8. 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 [36].

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 [37].

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 solide.

II.1.8. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole :

Alors que l'augmentation de production en polymer flooding est en théorie uniquement liée à l'amélioration du rapport de mobilité due à l'accroissement de la viscosité du fluide pousseur, certaines observations expérimentales récentes, particulièrement des équipes de Daqing, suggèrent que le caractère viscoélastique des solutions de polyacrylamide contribue à améliorer la mobilisation de l'huile piégée à l'échelle microscopique des pores et donc diminue la saturation résiduelle en huile [3].

Le terme « viscoélasticité » est cependant peu précis, en effet, l'élasticité d'une solution polymérique issue de la flexibilité des chaînes de polymère en solution est à l'origine de caractéristiques telles que la viscosité d'élongation et la première différence de contraintes normales. La complexité introduite par ces propriétés non newtoniennes des fluides déplaçants nous oblige à analyser d'abord les différents effets produits par l'écoulement des fluides viscoélastiques en conditions plus simples, c'est à dire en écoulement monophasique et aussi en conditions de déplacement instable (digitation visqueuse) [3].

❖ Effets de la viscoélasticité en écoulement monophasique :

L'écoulement des fluides viscoélastiques à travers des milieux poreux et dans des conditions d'élongation (contraction ou expansion) mettent en évidence des effets qu'on ne trouve pas avec un fluide newtonien. Dans le cas d'un écoulement en milieu poreux, l'analogie de la loi de Darcy peut être décrite pour un fluide viscoélastique tel que la perte de la pression est calculé comme une fonction des propriétés du fluide [38;39].

En élongation, on peut distinguer plusieurs effets, comme l'effet d'entrée, les écoulements à trou et les écoulements secondaires. L'effet d'entrée a lieu quand le fluide viscoélastique rentre dans un capillaire, aux alentours de l'entrée l'écoulement

n'est pas complètement développé et la conséquence est une surpression produite au niveau de la contraction [40]. Cet effet est à l'origine d'un problème bien connu en rhéologie et que peut donner des fausses contraintes de cisaillement dans un rhéomètre de cylindres coaxiaux [41].

Les écoulements à trou sont mis en évidence quand un fluide viscoélastique en écoulement dans un canal passe à côté d'un pore qui finisse dans une impasse (Figure 16). Une pression additionnelle se développe à cause de la première différence de contrainte normale (N1). Une mesure de la chute de pression au niveau du trou peut être utilisée pour caractériser cette propriété [42]. Cet effet est aussi en relation avec les observations de Souza et al. [43] qui ont montrés aussi la capacité de pénétration d'un fluide viscoélastique dans une expansion abrupte en fonction de ces propriétés rhéologiques. Les écoulements secondaires ont un effet bien connu qui est produit à l'entrée d'une contraction abrupte non cylindrique et se manifeste comme un vortex ou le fluide viscoélastique va recirculer par effet de la deuxième différence de contraintes normales (N2) [44]. Cette zone « morte » d'écoulement est caractérisée par le nombre de Deborah et dépend aussi de la contraction [45].

En ce qui concerne la viscosité élongationnelle, des expériences avec des solutions de polyacrylamide ont montré une haute résistance hydraulique en écoulement extensionnel dans des milieux poreux à partir d'un certain gradient de vitesse critique [46], ce qui suggère de considérer également l'influence de la viscosité élongationnelle dans les procédés impliquant des solutions de polyacrylamide [47].

❖ Effets de la viscoélasticité dans un écoulement diphasique :

Nous avons déjà mentionné le phénomène de la digitation visqueuse qui a lieu quand deux fluides s'écoulent simultanément en milieu poreux. Diverses études fondamentales [49;50] nous montrent que la relation de viscosité entre les fluides et le nombre capillaire (Ca) permettant d'établir trois situations : la digitation visqueuse, la digitation capillaire et l'écoulement stable.

Si le fluide déplacé est viscoélastique, les travaux de Wilson et Lindner [51 ; 52] nous montrent que la dimension caractéristique de l'instabilité de Saffman Taylor (l'épaisseur du doigt) est en relation directe avec des propriétés rhéologiques des fluides (comme N1 et le coefficient de la loi de puissance).

II.2. LES EMULSIONS :

II.2.1. Définition :

Il est possible de définir une émulsion comme une dispersion de gouttelettes d'un liquide A dans une phase liquide continue B. Ce sont des systèmes finement divisés qui sont caractérisés par le développement important d'une interface entre les deux liquides A et B non miscibles [52]. A titre exemple l'eau est dispersée dans l'huile ou l'inverse. Le schéma ci-dessous présente un exemple d'émulsion Huile dans l'eau.

Pour formuler une émulsion il faut une phase hydrophile et une phase lipophile. Ces deux phases étant naturellement non miscibles, on utilise un tensioactif afin de lier ces deux phases. Le tensioactif est le constituant clé, sans lui, il est impossible de former une émulsion [53]. (voir figure II.5)



Figure II.5 : Schéma descriptif d'une émulsion (H/E) [54].

Ces systèmes sont thermodynamiquement instables et peuvent être stabilisés cinétiquement par l'ajout d'émulsifiants qui renferme à la fois une chaîne possédant une affinité pour l'huile et pour l'eau. Ces derniers peuvent être de différentes natures : des agents tensioactifs, de fines particules solides ou bien des bio polymères, qui vont ainsi conférer des propriétés particulières à l'interface et jouer un rôle fondamental dans la stabilisation de l'émulsion. Cette dernière peut être fluide, crémeuse ou même gélifiée, ce qui permet d'explorer une large gamme de textures [52].

D'après la définition, nous constatons qu'une émulsion comprend trois parties essentielles :

- Une phase dispersante qui correspond à la phase externe ou « continue ».
- Une phase dispersée qui constitue la phase interne ou « discontinue ».
- L'interface (formation d'un film) constituée d'un ou plusieurs agents émulsionnants [55].

II.2.2. Compositions des émulsions :

La réalisation d'une émulsion nécessite la mise en contact de deux phases :

❖ La phase lipophile :

Appelée également phase huileuse, phase grasse ou phase organique, non polaire où interviennent seulement des interactions de Van der Waals, est généralement composée d'un mélange d'ingrédients, elle peut contenir des huiles, des cires et des graisses (respectivement liquides, solides ou semi-solides à température ambiante) d'origine végétale, animale ou minérale [56].

Tableau II. 1 : Quelques exemples d'ingrédients de la phase lipophile [56].

Origine	Cires	Graisses	Huiles
Animale	Cire d'abeille Blanc de baleine	Lanoline	Huile de baleine, de foie de requin
Végétale	Cire de Carnauba	Beurre de cacao Beurre de karité	Huile d'arachide, d'olive, d'amande, de soja
Minérale	Paraffine	Vaseline	Vaseline Paraffine
Synthétique	Esters gras	Esters gras	Esters et alcools gras Huile de silicone

❖ Phase hydrophile :

Polaire où sont échangées des interactions de type Van der Waals ainsi que des liaisons hydrogène [53]. Elle est dans la plupart des cas une solution aqueuse constituée de l'eau et divers composants hydrosolubles tel que les ions minéraux, les acides, les bases, les vitamines, les glucides, les protéines, etc. [56]

Selon le domaine d'application (alimentaire, cosmétique, pharmaceutiques ou pétrolier) et le type d'émulsion, différentes substances peuvent être ajoutées dans la phase lipophile ou hydrophile afin de conférer au produit diverses propriétés (augmentation de la durée de conservation, modification du goût, de la texture, de l'aspect, maintien de l'humidité, etc....) [57].

II.2.3. Classification des émulsions :

Les émulsions peuvent être classées suivant différents critères :

❖ **Selon la complexité du mélange :**

Elle repose le nombre de phases composant l'émulsion. Cette catégorie est aussi souvent subdivisée en sous classes d'émulsions selon la nature des phases dispersée et dispersante. Pour cela, on distingue :

✓ Les émulsions simples : elles concernent les émulsions composées uniquement de deux phases hydrophile et lipophile et d'un émulsifiant. Suivant que l'une des phases est continue ou discontinue, on définit deux sous types d'émulsions (Figure II.6):

- Émulsions directes ou émulsion huile dans l'eau (H/E, O/W) lorsque la phase externe est la phase aqueuse [58 ; 59].
- Émulsions inverses ou émulsions eau dans huile (E/H, W/O) lorsque la phase externe est la phase huileuse [58 ; 59].

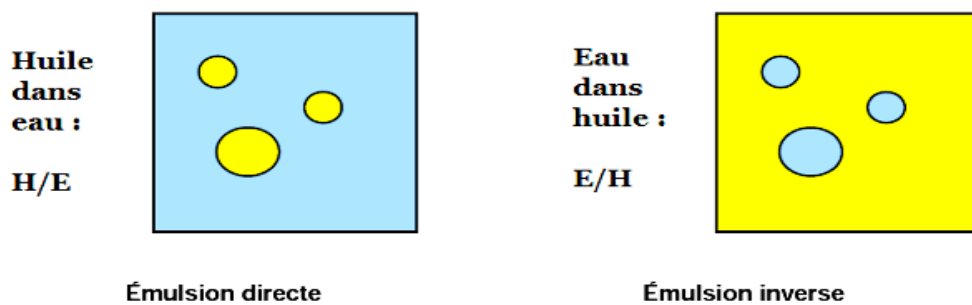


Figure II.6 : Représentations schématiques d'une émulsion directe et inverse (en bleu l'eau, en jaune l'huile) [60].

✓ Les émulsions multiples : elles correspondent aux émulsions composées de deux phases enchevêtrées dans une troisième. Il s'agit donc d'une émulsion simple dispersée à son tour dans une autre phase. On trouve ici deux types (Figure II.7): S

- Des émulsions E/H/E « eau dans huile dans eau »,
- Des émulsions H/E/H « huile dans eau dans huile » où la phase la plus externe entoure une émulsion [58].

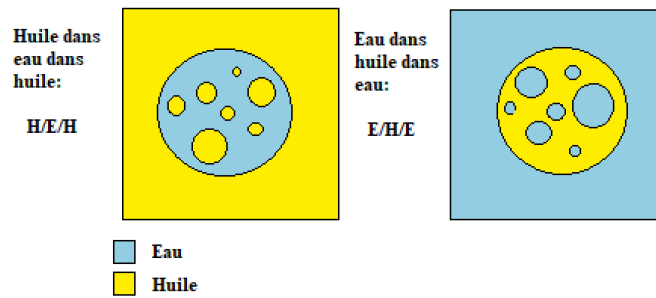


Figure II.7 : Représentation schématique des émulsions multiples selon leurs sens.

II.2.3.2. selon la dimension des gouttelettes :

On distingue trois grandes catégories d'émulsion selon la dimension des gouttelettes présentes dans la phase dispersée. En les classant dans l'ordre croissant de taille, on trouve les microémulsions, nano-émulsions, et macro-émulsions. De plus chacun de ces types d'émulsion possède des caractéristiques qui lui sont propres [61].

Tableau II. 2 : Caractéristiques des différentes catégories d'émulsions

Propriétés :	Macro-émulsion :	Nano-émulsion :	Micro-émulsion :
Apparence	Opaque	Transparent ou légèrement turbide	Transparent ou légèrement turbide
Stabilité	Thermodynamiquement instable	Thermodynamiquement instable mais cinétiquement stable	Thermodynamiquement stable
Durée de vie	Courte	Courte	Longue
Taille gouttelettes	Supérieur à 1µm	Entre 20 et 500 nm	Entre 10 et 100 nm
Energie nécessaire à la formation	Méthode à forte ou faible énergie	Méthode à forte ou faible énergie	Méthode à faible énergie (formation spontanée)
Coût pour la formation	Peu important	important	Peu important

II.2.4. Les instabilités des émulsions :

Du fait de leur nature, les émulsions sont thermodynamiquement instables, les collisions, lors desquelles les gouttelettes peuvent soit rebondir soit s'agréger, ont des causes diverses selon les conditions dans lesquelles est placée l'émulsion [62].

Les phénomènes de déstabilisation fréquemment rencontrés dans les émulsions sont relativement nombreux et bien décrits dans la littérature [62].

a) Crémage et sédimentation :

La sédimentation et le crémage sont le résultat du même phénomène (figure II.8), dont le moteur est la pesanteur. Lorsqu'une différence de densité existe entre les deux phases, la phase la moins dense a tendance à se diriger vers le haut et inversement pour la plus dense, il y aura donc un crémage si la phase dispersée est moins dense que la phase dispersante provoquant son ascension, ou bien une sédimentation si celle-ci est plus dense en provoquant sa chute. Ces phénomènes sont généralement réversibles, et une simple agitation mécanique permet de retrouver leur état initial [63].

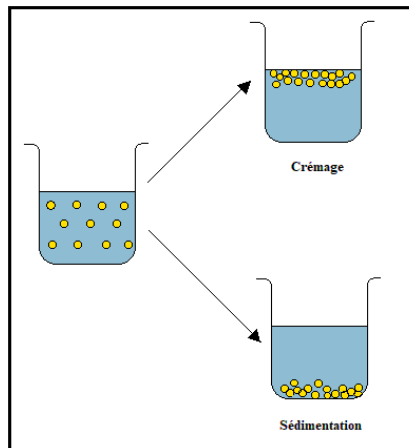


Figure II.8 : Phénomènes de crémage et sédimentation [54].

b) La floculation :

La floculation est le passage d'un système dispersé à un système non-dispersé dans lequel existent des agrégats appelés floccs [62], Les agrégats se forme très rapidement ; en effet leur temps de formation est compris entre quelques fractions de secondes et plusieurs secondes, en fonction de la concentration de la phase aqueuse interne. Cependant, leur structure dans les émulsions E / H et la vitesse de leur formation dépendent de la concentration de la phase dispersée [57].

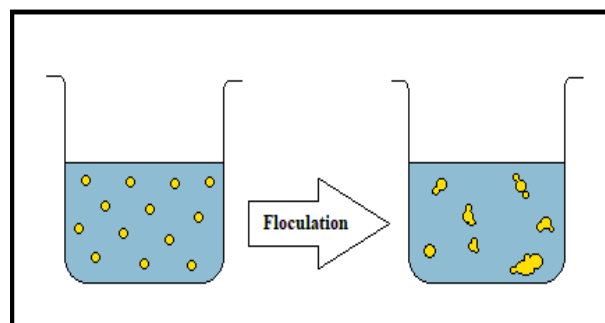


Figure II.9 : Phénomène de floculation [57].

c) Coalescence :

La coalescence est une forme d'instabilité dans laquelle les gouttelettes flocculées perdent leur film inter-facial et fusionnent de façon irréversible, [63] Ceci est dû à un rapprochement des gouttes qui va tendre à réduire le film mince sous l'effet de la pression exercée sur les gouttes afin donner des gouttelettes de taille supérieure. A terme, on peut voir apparaître une rupture de l'émulsion ou un déphasage Figure II.10 [54].

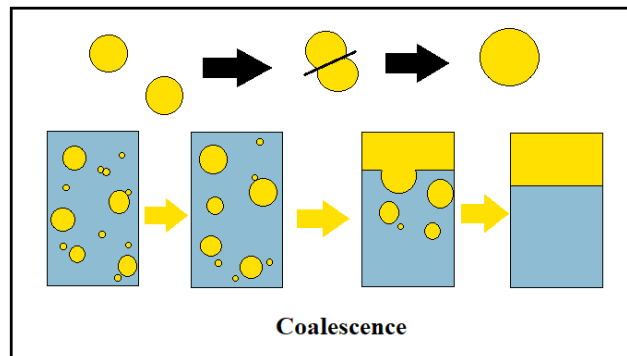


Figure II.10 : Phénomène de coalescence.

d) Murissement d'Ostwald :

Le mûrissement d'Ostwald représente la diffusion du contenu des petites gouttelettes vers les plus grandes via la phase externe, à cause d'une tension inter-faciale élevée, d'une phase dispersée soluble ou d'une différence de pression de Laplace élevée, jusqu'à disparition complète des petites gouttelettes qui entraîne une augmentation de la taille moyenne des gouttelettes dispersés dans l'émulsion, [62].

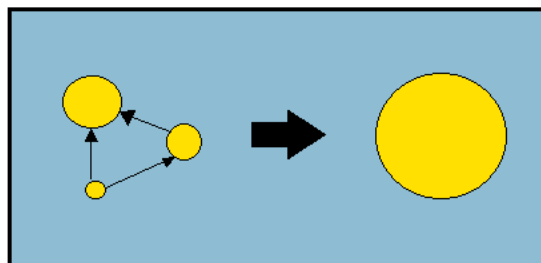


Figure II.11 : Phénomène de mûrissement d'Ostwald [64].

Deux stratégies principales permettent de limiter ce phénomène.

- La première consiste à diminuer la migration des molécules, soit en utilisant une phase dispersée parfaitement insoluble dans la phase continue,

- La seconde stratégie est de partir d'une émulsion parfaitement mono dispersée : la pression étant alors égale dans toutes les gouttes, le mûrissement d'Ostwald ne peut pas avoir lieu.

Enfin, il est également possible d'ajouter, dans la phase dispersée, une espèce non soluble dans la phase continue, qui ne peut donc diffuser. En augmentant la pression capillaire dans les gouttes, cette espèce peut alors réduire le phénomène de mûrissement [63].

e) Inversion des phases :

L'inversion des phases est un phénomène qui se traduit par un brusque changement du sens de l'émulsion. L'émulsion E/H se transforme en une émulsion H/E et inversement due à un mauvais choix de matières premières et notamment de tensioactif ou à une augmentation de la température [62].

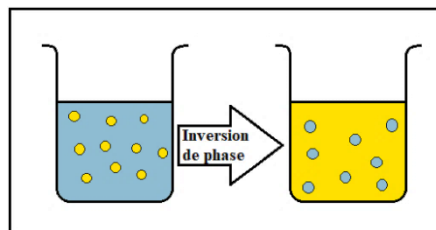


Figure II.12 : Phénomène d'inversion de phase [54].

Cette dernière peut être maîtrisée en contrôlant la concentration de l'émulsion, la température, le type et la concentration de l'émulsifiant

Tous les phénomènes sont présentés dans le schéma suivant :

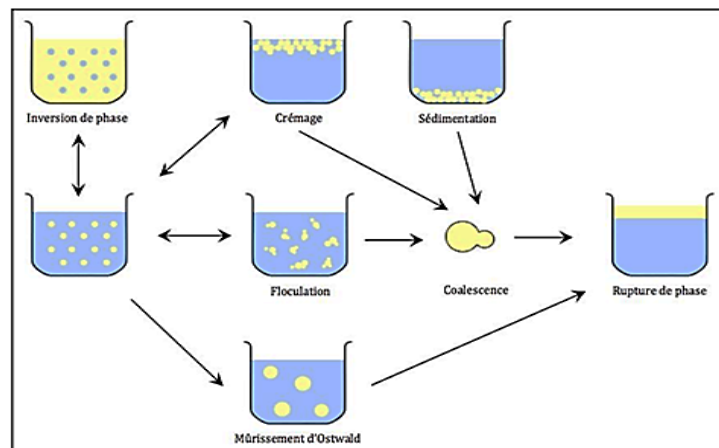


Figure II.13 : Les principaux mécanismes de déstabilisation d'une émulsion [54].

II.2.5. Application des émulsions :

Elles sont largement utilisées dans de nombreux domaines pour diverses applications en raison de leurs propriétés uniques. Voici quelques exemples courants d'applications des émulsions :

- ✓ **Cosmétiques et soins personnels :** Les émulsions sont largement utilisées dans les produits cosmétiques tels que les crèmes hydratantes, les lotions, ... Elles permettent de mélanger des ingrédients hydrophiles et lipophiles, offrant ainsi une texture agréable, une absorption facile et une stabilité du produit.
- ✓ **Aliments et boissons :** De nombreuses sauces, vinaigrettes, crèmes, desserts, margarines et produits laitiers sont des émulsions.
- ✓ **Peintures et revêtements :** Les émulsions de polymères sont utilisées comme liants dans les peintures, les revêtements et les encres. Elles permettent une dispersion uniforme des pigments, une application facile, une bonne adhérence et une résistance à l'eau.

❖ Les émulsions dans le domaine de la récupération du pétrole :

Les émulsions sont également utilisées dans l'industrie pétrolière, notamment dans le domaine de la récupération assistée du pétrole. Formulation et caractérisation d'émulsion huile-eau.

II.2.3. Émulsions d'eau dans l'huile (EHO) :

Les émulsions d'eau dans l'huile sont utilisées dans les techniques d'injection d'eau pour la récupération assistée du pétrole. Dans ce processus, une émulsion d'eau dans l'huile est injectée dans le réservoir pétrolier pour augmenter la pression et réduire la viscosité du pétrole. Cela facilite son écoulement vers les puits de production.

II.2.6 Émulsions d'huile dans l'eau (EHE) :

Les émulsions d'huile dans l'eau sont utilisées dans la technique de déplacement miscible pour la récupération assistée du pétrole. Dans cette méthode, une émulsion d'huile dans l'eau est injectée dans le réservoir pétrolier pour mélanger l'huile résiduelle avec l'émulsion, ce qui facilite son déplacement et sa récupération [68].

Les émulsions utilisées dans la récupération assistée du pétrole sont généralement stabilisées à l'aide d'agents tensioactifs ou d'agents émulsifiants. Les

agents tensioactifs ou émulsifiants utilisés dans la récupération assistée du pétrole sont sélectionnés en fonction de plusieurs facteurs, tels que la composition chimique du pétrole, la salinité de l'eau présente dans le réservoir et les conditions de température et de pression.

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1. Matériel :

III.1.1. Les équipements de caractérisation :

❖ Rhéomètre :

Les mesures rhéologiques ont été effectués au laboratoire de recherche d'Analyse Fonctionnelle des Procédés Chimiques du département génie des procédés de l'université de Blida-1, avec un rhéomètre de marque Anton Paar Modulat Compact Rheometer MCR 302, relié à un bain thermostaté et un logiciel Rhéoplus qui permet de faire rentrer les commandes et de traiter les données (voir figure III.1).



Figure III.1 : Rhéomètre de marque Anton Paar MCR302.

L'objectif de ce travail consiste à étudier l'effet de sel, de température et des forces de cisaillement pour plusieurs polymères. Ce qui permet de sélectionner ceux qui présentent les propriétés optimal. Ces derniers vont être sollicités afin d'améliorer le déplacement mais aussi pour stabiliser les émulsions en présence de tensioactif.

❖ Spectrophotomètre :

La poudre de polysaccharide extrait à partir de cladodes de cactus ont été caractérisé par un Spectrophotomètre Infrarouge a Transformé de Fourier (IRTF) afin de déterminer les principaux groupements fonctionnelles existant. L'analyse a été effectuée au laboratoire d'analyse physicochimique du département de Génie des procédés de l'université de Blida 1.

III.1.2. Autres matériels :

Le matériel du laboratoire utilisé pour cette étude est rassemblé dans le tableau suivant:

Tableau III. 1 : Matériel et produits utilisés.

Appareillages	Verreries
- Agitateur magnétique chauffant	-Béchers : 100, 250, 600,1000
- Balance analytique	- Boite des sels
- Etuve	- Tubes à essais
- Thermomètre	- Barreaux magnétiques
- Centrifugeuse	- Verres de montres
- Broyeur	- Spatule
	- seringue
	- Pipette
	- Pro pipette
	- Erlenmeyer
	- Eprouvette

III.1.3. Produits chimiques :

Pour la réalisation de l'ensemble de travail effectué au laboratoire afin d'atteindre nos objectifs, un certain nombre de produits chimique et d'appareillage ont été sollicités, on cite les plus important :

✓ Ethanol :

L'éthanol, également connu sous le nom d'alcool éthylique, est un composé organique de formule chimique C_2H_5OH . Il se présente sous la forme d'un liquide incolore, clair, volatil et inflammable à température ambiante. L'éthanol est un liquide miscible à l'eau de point d'ébullition de 78 °C et de densité de 0,790 - 0,793 à 20°C

On a choisit de l'utilisé à cause de son rôle important dans l'extraction des composés à partir de plantes. Il permet de solubiliser les composés souhaités et de les extraire efficacement. Et aussi à cause de ces propriétés antimicrobiennes et antiseptiques, il peut tuer ou inhiber la croissance des microorganismes, ce qui en fait un ingrédient clé dans les désinfectants pour les mains, les solutions de nettoyage médical, etc.

✓ **Acétone :**

L'acétone est un composé organique de formule chimique C_3H_6O . Il s'agit d'un liquide volatil, incolore et inflammable à température ambiante. L'acétone a une odeur caractéristique et un goût sucré.

L'acétone est utilisée dans l'extraction végétale pour extraire les composés actifs des plantes. Son rôle principal dans ce processus est d'agir en tant que solvant pour dissoudre les composés souhaités. Après l'extraction, l'acétone peut être facilement éliminée par évaporation, laissant derrière elle les composés actifs extraits.

✓ **Le polyacrylamide partiellement hydrolysé (HPAM) :**

Le produit se présente sous forme de poudre blanche sans aucune odeur caractéristique en peut trouver différents grade d'HPAM selon leur poids moléculaire et leurs taux d'hydrolyse. Le poids moléculaire de l'HPAM utilisé durant notre travail est de $7,12 \cdot 10^6$ avec un degré d'hydrolyse de 25,3%. Le HPAM est utilisé comme un fluide de balayage dans la récupération assistée du pétrole.

✓ **Hydroxyéthylcellulose (HEC) :**

HEC est un produit non-ionique. C'est une poudre légère et inodore, soluble dans l'eau. Il s'agit d'une poudre blanche à jaune clair, Donne une solution claire et variablement visqueuse, insipide et non toxique qui se dissout facilement dans l'eau chaude et froide mais qui est insoluble dans la plupart des solvants.

✓ **SDS:**

Le SDS (dodécyl sulfate de sodium) de formule chimique $NaC_{12}H_{25}SO_4$ et d'une masse molaire de 288,38 g/mol, est un tensioactif anionique largement utilisé comme agent tensioactif. Il a la capacité de réduire la tension superficielle et de faciliter la dispersion et l'émulsification de substances insolubles dans l'eau. Le SDS est utilisé pour solubiliser les substances hydrophobes dans les solutions aqueuses.

✓ **Brut de pétrole :**

Le pétrole utilisé est un brute du TFT sans traitement préliminaire de densité de 0,83.

✓ **NaCl :**

L'Effet des ions, cationiques ou anioniques affecte considérablement les propriétés des polymères.

III.1.4. Matériel végétal:

Les jeunes cladodes (raquettes) d'*Opuntia ficus indica*, ayant une longueur et une largeur comprise entre 20 - 30cm et 12– 15 cm respectivement ; ont été récoltées le mois de mars 2023, de l'université de SAAD Dahleb Bida 1. Les échantillons sont ensuite débarrassés de leurs épines, nettoyés et séchés à l'air libre pendant 1 mois, puis broyer et conservés dans un bocal hermétique à température ambiante jusqu'à leur utilisation (Voir figure II.14)

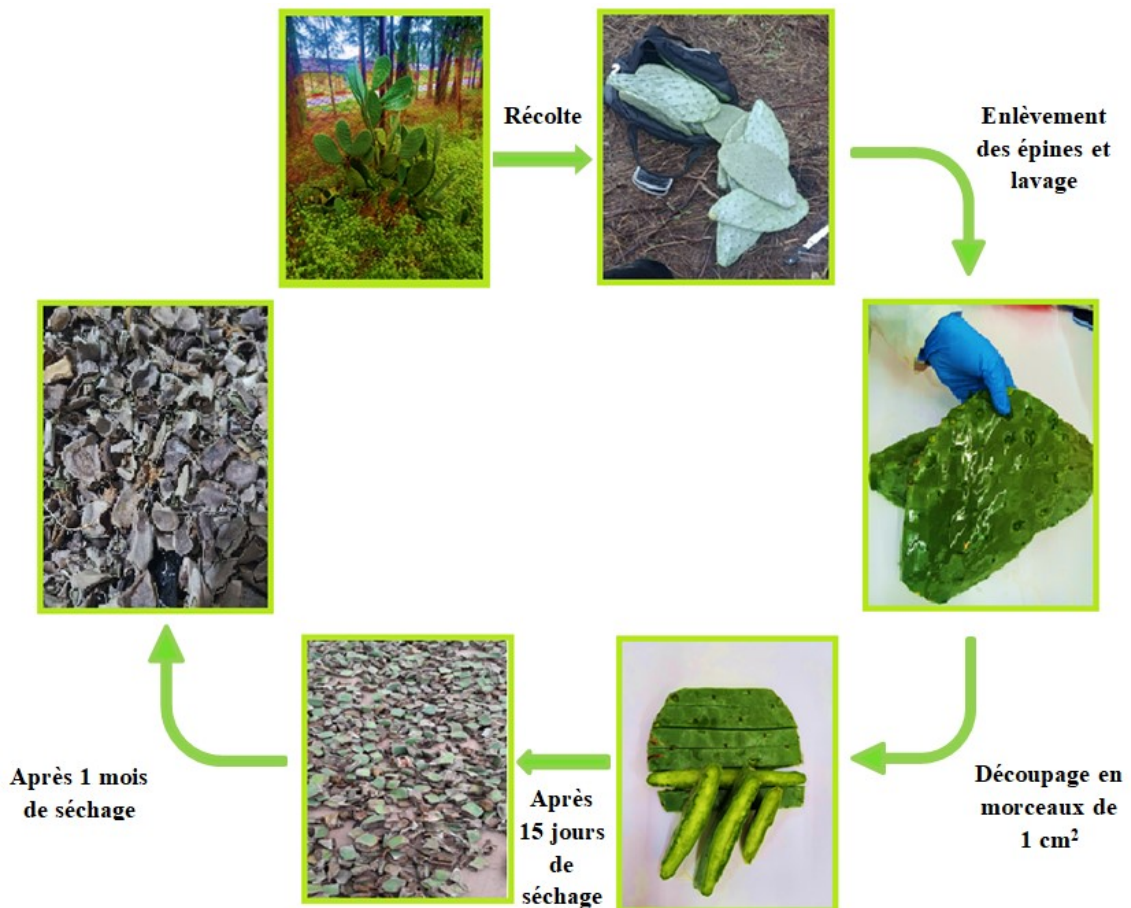


Figure III.2 : Les différentes étapes de la collecte jusqu'au séchage.

III.2. Méthode :

III.2.1. Extraction des polysaccharides :

L'extraction des polysaccharides des cladodes d'*Opuntia ficus-Indica* a été réalisée selon le procédé décrit par Benjamin [76], les différentes étapes du processus de l'extraction sont résumés dans un organigramme présenté sur la Figure III.3.

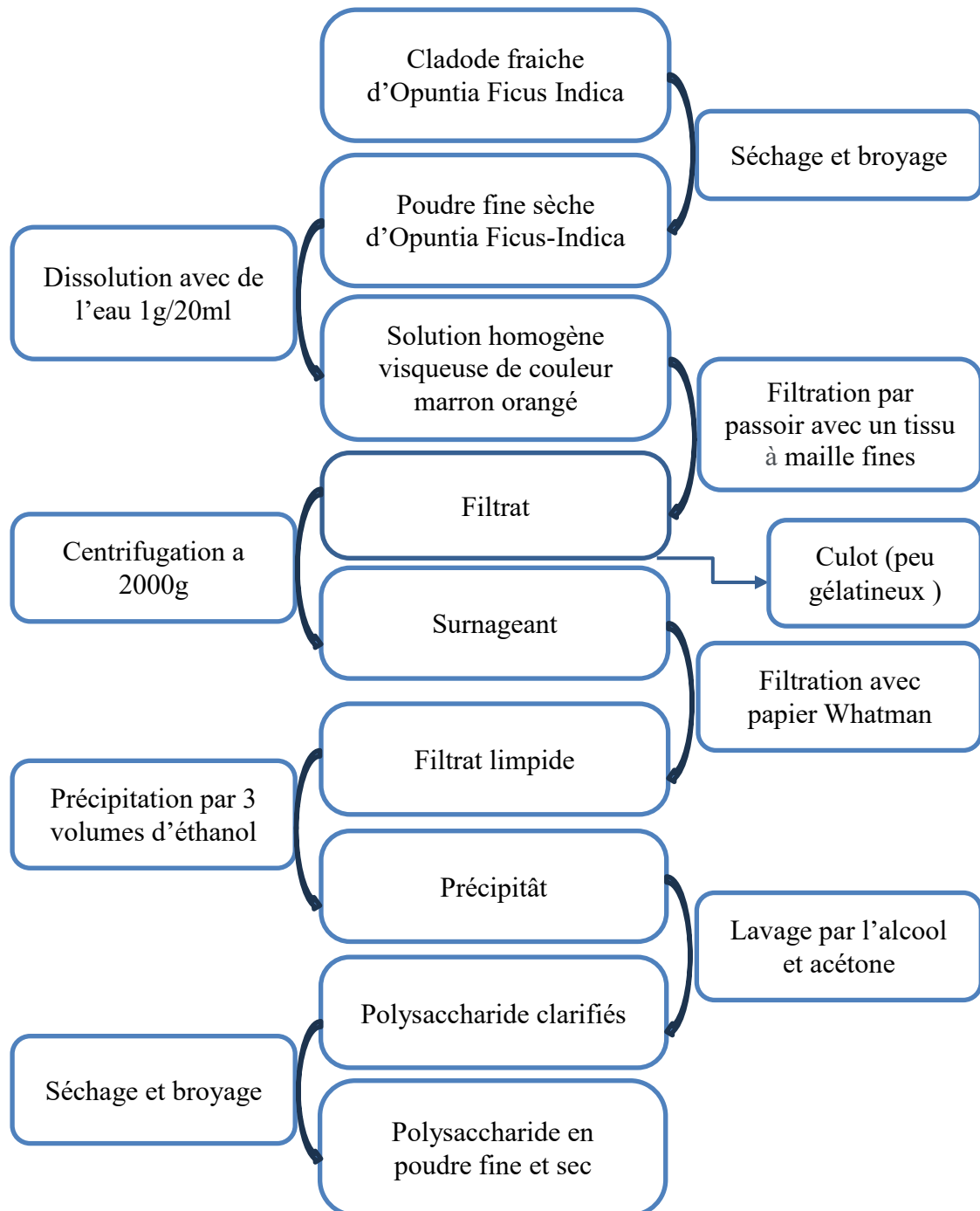


Figure III.3 : Schéma général du processus d'extraction des polysaccharides des cladodes.

L'extraction des polysaccharides hydrosolubles des cladodes d'Opuntia ficus-Indica a été suivie de leur purification par précipitation à l'éthanol et lavage à l'acétone. Puis un séchage dans l'étuve pendant 24 h à 60 °C.



Figure III.4 : Polysaccharides hydrosolubles extraits des cladodes d'Opuntia ficus Indica

III.2.2. Préparation des solutions :

En cherchant une solution de gel qui résiste aux forces de cisaillements, température et à la salinité nous avons choisie de travailler avec trois polymères :

- Le premier est un polymère naturel c'est celui extrait d'Opuntia Ficus Indica,
- Le deuxième est le HPAM,
- Le troisième est le HEC.

Les trois polymères ont été préparés à différentes concentrations résumés dans le tableau 6.

Tableau III. 2 : Les concentrations choisies pour la préparation des différentes solutions.

Numéro de la solution	1	2	3	4	5
Concentration (PPM)	400	800	2000	6000	10000
Concentration (%)	0.04	0.08	0.2	0.6	1

III.2.3. Préparation des Mélanges:

Dans cette étude et afin de tirer profit des caractéristiques de chaque polymères à savoir la thermorésistance du HEC, différents mélange ont été préparés HPAM / HEC, HEC/gel et HPAM/gel a un rapport égale à 1.

➤ **Etude de l'effet de la salinité :**

Pour déterminer l'effet du sel sur le comportement rhéologique des trois polymères étudiés, différentes solutions ont été préparées à des différentes concentrations en sel à savoir 1, 1,5, 2, et 2,5%

➤ **Etude de l'effet de la température :**

Pour déterminer l'effet de la température sur le comportement rhéologique des polymères, une température de 80°C a été choisie. Cette température correspond à la majorité des températures des réservoirs pétroliers Algérien.

III.3. Caractérisation rhéologique:

III.3.1. Test d'écoulement :

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique des solutions des différents polymères a différentes concentrations [67]. 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 de 0,0001 à 1000 s⁻¹, avec des temps de mesure entre deux points successifs suffisamment long pour atteindre l'équilibre et 30 points de mesure à température constante de 25°C puis 80°C.

III.3.2. Détermination de la viscosité.

La viscosité a été déterminée on traçant les courbes de la viscosité en fonction de du taux de cisaillement, des modèles mathématique prédéfini ont été sollicités.

- **Modèle de Cross [69]:**

Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [60], tient compte des limites du comportement rhéologique [60 ; 61]. 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) :

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n} \dots\dots(3)$$

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:**

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) [70]:

$$\eta = \eta_0 [1 + (\lambda \dot{\gamma})^2]^{\frac{n-1}{2}} \dots\dots(4)$$

η_0 : viscosité à cisaillement nul.

λ : constante de temps.

N : indice de la loi de puissance.

- **Modèle de Casson:**

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 [71].

$$\sqrt{\tau} = \tau_c + \sqrt{(\eta_c \dot{\gamma})} \dots\dots(5)$$

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

II.1.9. Paramètres complexes :

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

$$\gamma(\omega) = \gamma_0 \cos(\omega t) \dots (6)$$

$$\dot{\gamma}(\omega) = \omega \cdot \gamma_0 \cos(\omega t + \varphi) = \omega_0 \cdot \cos(\omega t + \varphi) \dots (7)$$

Les viscosités complexes traduisent les rapports de déphasage de la contrainte avec la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$. La viscosité pure μ' (caractère visqueux) est en phase avec $\dot{\gamma}$ alors que la viscosité élastique μ'' est déphasée en 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...) [70].

III.3.3. Mesure de la 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, 64]. Les propriétés viscoélastiques linéaires et dynamiques ont été déterminées par des essais de balayage de vitesse angulaire de 0,1 à 100 rads/mn (mode logarithmique 5 points/décade) à une température constant de 25°C.

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, 65]. Un gel est considéré 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 ; 66].

III.3.4. Rampe de Température :

Le teste de rampe de température serve à étudier l'influence de la température sur le produit. On effectue une rampe de température aller-retour aux solutions, en chauffant de 25°C à 80°, puis refroidissement de 80°C à 25°C. Les conditions de déformation de 1 % et une fréquence de 1Hz correspondantes au repos, une vitesse de 5°C/min, et ensuit l'évolution du module de conservation G' et de perte G'' en fonction de la température.

III.3.5. Détermination des groupements fonctionnels :

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse physico-chimique qui sonde les liaisons entre les noyaux atomiques et leurs arrangements. Cette méthode permet d'accéder directement à l'information moléculaire, à la nature chimique, à l'organisation et à la structure des matériaux analysés. Sous l'effet du rayonnement IR,

les molécules de l'échantillon analysé vont subir des changements d'état vibrationnel, à des fréquences de vibration caractéristiques de chaque groupement moléculaire [18].

Pour réaliser la spectroscopie des trois polymères a été effectuée en préparant des pastilles KBr polymères (poudre de cactus, le HPAM et le HEC) à l'aide d'une pastilleuse. La pastille est ensuite déposée sur un ATR A225 en diamant. Les spectres IR (60 scans) ont été enregistrés à température ambiante avec une gamme de nombre d'onde allant de 500-4000 cm^{-1} . Les spectres ont été analysés avec le logiciel OPUS 7.2.

III.4. Formulation d'émulsions :

Pour formuler nos émulsions, il est nécessaire d'avoir deux phases non miscibles naturellement : une phase continue et une phase dispersée. Pour cela, nous avons utilisé les trois ingrédients suivants :

- solution de polymère choisis, qui constitue la phase continue aqueuse ;
- pétrole brut, qui représente la phase dispersée ;
- Le tensioactif SDS qui joue le rôle d'émulsifiant.

Nous avons préparé des émulsions en utilisant un rapport de 1 entre la phase huileuse et la phase aqueuse. Cela signifie que nous avons pris une quantité équivalente de pétrole que nous avons ajoutée à la phase aqueuse dans un tube à essais.

Pour assurer une dispersion uniforme du pétrole dans l'eau, nous avons utilisé un agitateur mécanique pour mélanger vigoureusement le mélange. Nous avons maintenu une température de 60°C pendant le processus.

Après avoir agité le mélange, nous l'avons laissé reposer pendant une heure afin de permettre à l'émulsion de se stabiliser. Pendant cette période de repos, les différentes phases de l'émulsion ont eu le temps de se séparer et de se stabiliser.

Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1. Caractérisation spectroscopique :

Afin d'avoir une idée sur la structure de polysaccharide extrait des cladodes d'Opuntia Ficus-Indica, une spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier a été réalisé à l'aide d'un spectromètre **IRAffinity-1** dans la région de 400 à 4000 cm^{-1} . Les échantillons à analyser ont été préparé à l'aide du KBr en poudre sous forme de pastille.

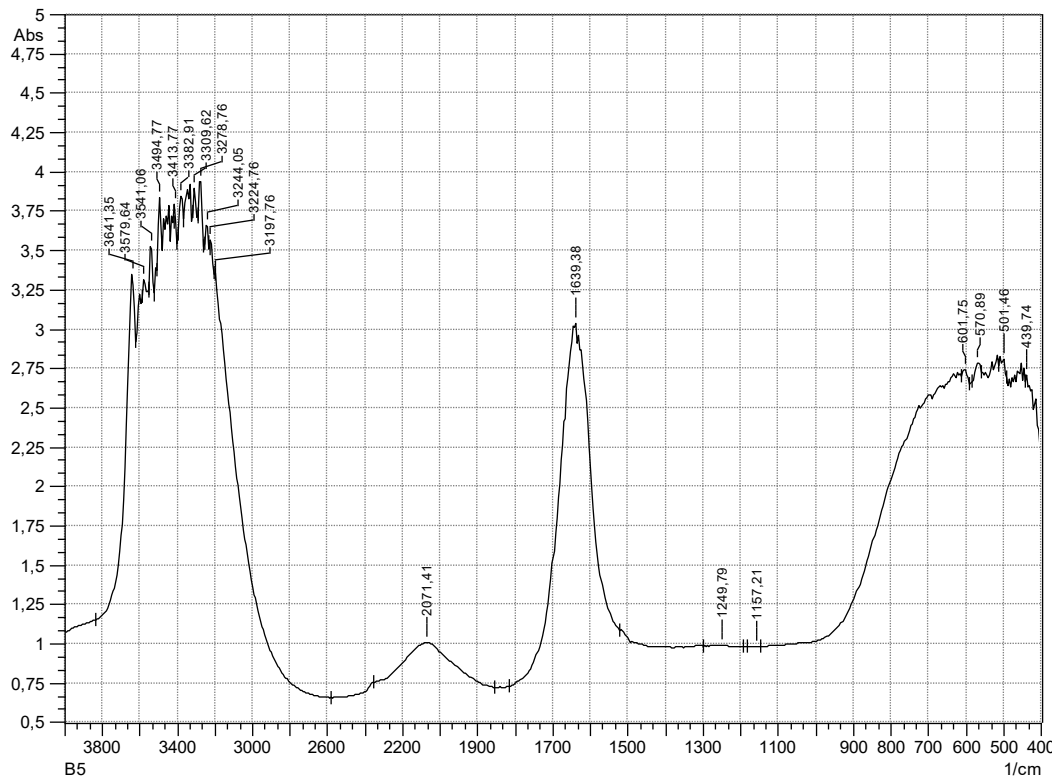


Figure IV.1 : Spectre infra-rouge du polysaccharide extrait.

Les groupements fonctionnels qui correspondent aux principaux pics sont regroupés dans le tableau IV.1

Tableau IV 1: Les liaisons correspondant au principaux pics.

numéros	pics	Type de vibration et liaisons
1	1076	-C-N valence amides.
2	1157	-C-O valence éthers, alcools
3	1249	-C-O esters saturés
4	1639	-N-H amines primaires et secondaires
5	2071	-C≡X alcynes, nitriles (X= C, N, O)
6	3197	-N-H amines primaires (2 bandes) et secondaires
7	3224	-NH ₃ ⁺ chlorhydrates d'amine
8	3278	≡ C-H alcynes monosubstitués
9	3541, 3579, 3641	-N-H (associé) amines primaires (2 bandes) et secondaires -O-H (non associée) alcools, phénols, acides

Les spectres FTIR des polymères synthétique et leur mélange ont été réalisés afin d'obtenir un maximum d'information sur les groupements fonctionnels présents dans nos échantillons.

Les spectres infrarouges des polymères (HPAM, HEC et leur mélange) sont présentés sur la figure IV.2 :

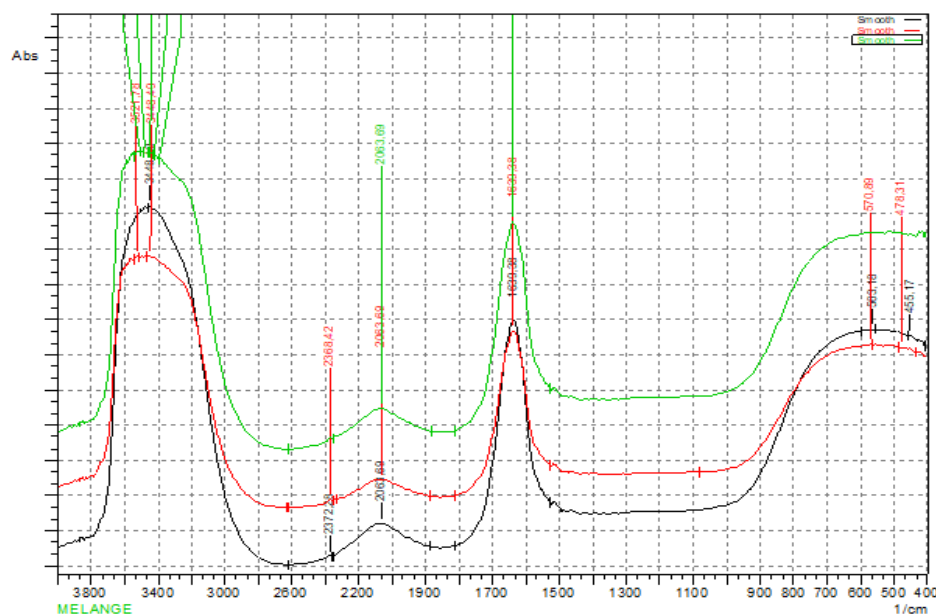


Figure IV.2 : Les spectres infrarouges des polymères (HPAM, HEC et le mélange des deux).

Nous remarquons sur la figure IV.1 une superposition des spectres montrant l'existence des mêmes groupements fonctionnels pour les deux polymères (HPAM et HEC) ainsi que pour la solution de leurs mélanges.

Les groupements fonctionnels qui correspondent aux principaux pics sont regroupés dans le tableau IV.2

Tableau IV 2 : Les liaisons correspondant au principaux pics.

numéros	pics	Type de vibration et liaisons
1	570, 478	Liaisons Halogène
2	1639	liaison C=O ou C=C
3	2372, 2063	Elongation alcyne -C≡X
4	3448	liaison N-H des groupements des amides
5	3000 - 3450	Groupement fonctionnel OH

IV.2. Caractérisation rhéologique :

La caractérisation rhéologique nous permet d'étudier comment les polymères se comportent lorsqu'ils sont soumis à des contraintes mécaniques, telles que les forces de cisaillement ou des tensions par rapport à la viscosité du produit fondu, la fluidité, les propriétés viscoélastiques. Cela permet de sélectionner les polymères appropriés en fonction de leurs propriétés rhéologiques et de prédire leur domaine d'application.

IV.2.1. Rhéologie en écoulement :

Une caractérisation des trois polymères par une étude rhéologique en écoulement a été effectuée 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.

a) Etude de l'effet de la concentration :

Dans un premier temps, nous avons cherché à déterminer les différents régimes des biopolymères HEC, HPAM et BIOPOLYMERE à différentes concentrations.

Des courbes d'écoulement à température fixée à 25 °C représentant l'évolution de la viscosité en fonction du gradient de vitesse (balayage logarithmique) ont été tracées. Pour cela on a fait varier la vitesse de cisaillement entre 0,001 et 1000 s⁻¹.

➤ **HEC :**

L'étude rhéologique en écoulement des différentes concentrations en HEC a été effectuée en faisant varier la concentration du polymère HEC, les résultats représentant la viscosité en Pa.s en fonction du taux de cisaillement sont présentés sur la figure IV.3

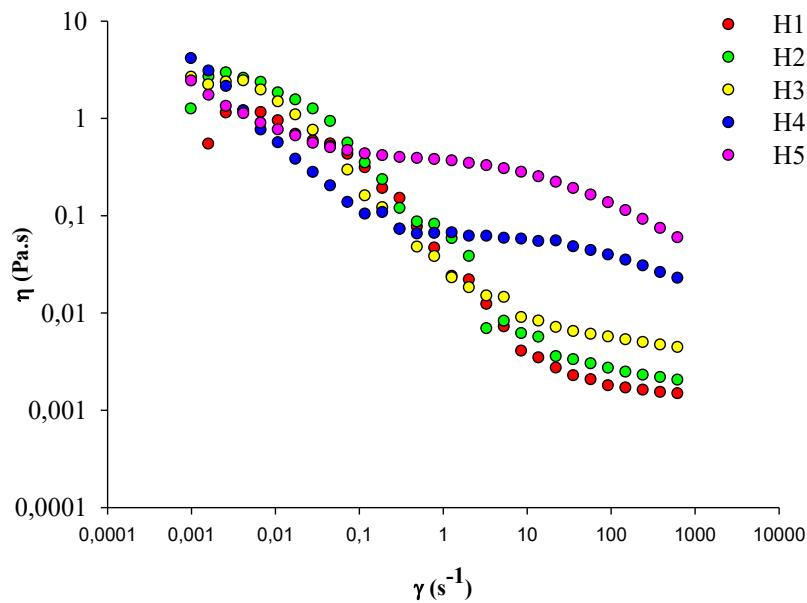


Figure IV.3 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du polymère HEC à différentes concentrations.

On remarque sur la figure IV.3 que pour les faibles concentrations, 400, 800 et 2000 ppm les courbes présentent trois zones. Aux faibles taux de cisaillement inférieurs à 0,1 s⁻¹ les courbes présentent un plateau exprimant un comportement newtonien. Entre 0,1 s⁻¹ et 10 s⁻¹ la viscosité chute de plus de deux décades, le comportement du polymère dans ce cas est rhéofluidifiant. Au-delà de 10 s⁻¹ les courbes présentent un deuxième plateau newtonien.

Pour les concentrations de 6000 et 10000 ppm, on constate que les courbes présentent deux régions ; à faible taux de cisaillement (< 0,5 s⁻¹) le comportement est rhéofluidifiant au-delà le comportement devient quasi-Newtonien. 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 et Carreau comme défini dans la partie matériels et méthodes, nous a permis de déterminer les viscosités, les résultats du modèles ou R^2 le plus significatif sont regroupés sur le tableau IV.3.

Tableau IV 3: Les viscosités de solutions déterminées par le modèle de Carreau et Cross

Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ^∞ (Pa.s)	R^2	Modèles
H1	1,3064	0,0014145	0,98901	Cross
H2	2,7566	0,0018865	0,99358	Carreau
H3	3,0171	0,0039173	0,9381	Carreau
H4	4,5846	—	0,98938	Cross
H5	5.1621	—	0,98731	Cross

D'après les courbes et les résultats présentés sur le tableau IV.3 on constate que la viscosité des solutions HEC est directement proportionnelle à sa concentration. Cela signifie que plus la concentration du polymère dans la solution est élevée, plus la viscosité est élevée aussi. Par conséquent, l'HEC est souvent utilisée comme agent épaississant dans diverses applications. Le HEC peut former même des gels à des concentrations suffisamment élevées. Lorsque la concentration d'HEC atteint un seuil critique, les chaînes polymériques peuvent s'entrecroiser pour former une structure de gel tridimensionnelle [67].

➤ **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 IV.4

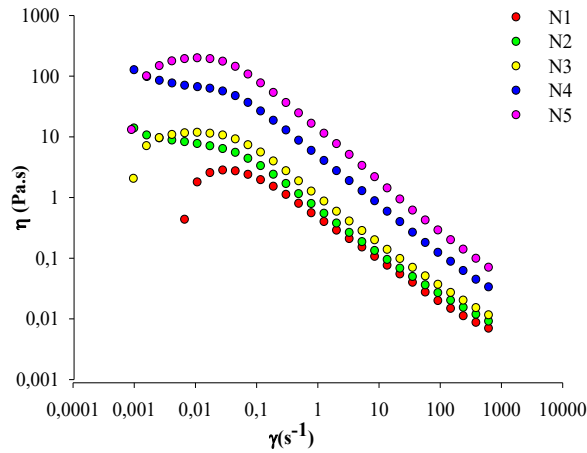


Figure IV.4 : Etude rhéologique des gels HPAM à différentes concentrations.

Sur la figure IV.4 on remarque que les cinq concentrations du polymère se comporte de la même façon, à faible vitesse de cisaillement ($< 0,1 \text{ s}^{-1}$) le comportement des solutions HPAM présente un plateau exprimant un comportement newtonien, ce qu'il se traduit par le fait qu'à une telle vitesse de cisaillement les macromolécules sont indéformables donnant une viscosité constante. Au-delà de $0,1 \text{ s}^{-1}$ une chute de la viscosité donnant aux solutions un comportement plutôt rhéofluidifiant. Bouldin [71] explique qu'à de 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.

La détermination de la viscosité des cinq solutions d'HPAM a été effectuée par les modèles mathématiques précédemment définies, les résultats sont regroupés sur le tableau IV.4

Tableau IV 4: Les résultats de modélisations de HPAM des concentrations différentes déterminés par le modèle de carreau et cross

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ^∞ (Pa.s)	R^2	Modèles
N1	2,9332	0,0025024	0,99642	Carreau
N2	10,599	0,0030884	0,99996	Cross
N3	13,593	0,0055335	0,96714	Carreau
N4	69,967	0,0085023	0,99673	Carreau
N5	200,15	0,015699	0,99923	Carreau

Les valeurs des viscosités montrent la différence entre les cinq concentrations du HPAM. Plus la concentration augmente et plus la viscosité à une concentration donnée augmente. De Gennes et al [72] 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. 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^* .

➤ **Polysaccharide :**

Les solutions du polymère ont été préparées à partir de la poudre issu de la plante cactus, l'étude en écoulement de la viscosité en fonction du taux de cisaillement a permis de tracer les courbes de la figure IV.5

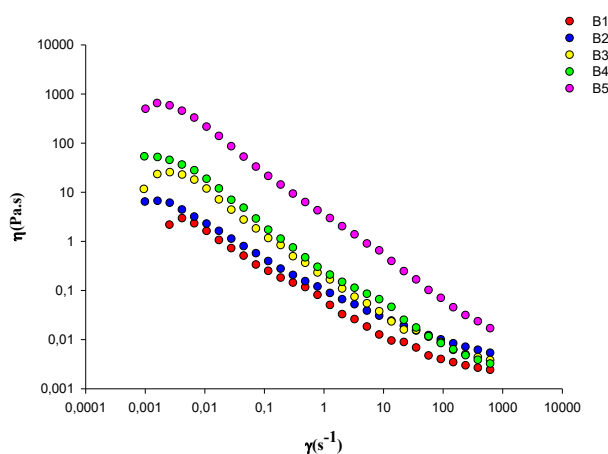


Figure IV.5 : Les graphes de la viscosité sous un taux de cisaillement du biopolymère à différentes concentrations.

On Remarque que la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente et ce pour les cinq concentrations du gel BIOPOLYMERE, Cela signifie que nos gels sont plus fluides lorsqu'ils sont soumis à une contrainte de cisaillement plus élevée. 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 les fluides présentent un comportement rhéofluidifiant.

Afin de connaître les valeurs de la viscosité pour chaque concentration, les modèles de cross et carreau ont été adoptés. Ces modèles permettent d'avoir les coefficients de corrélations le plus de 1, les résultats sont regroupés dans le tableau IV.5

Tableau IV 5: Les résultats de modélisations de BIOPOLYMERE des concentrations différentes déterminés par le modèle de carreau.

Facteurs Solutions	μ_0 (Pa.s)	μ^∞ (Pa.s)	R^2
B1	3,0452	0,0018642	0,95527
B2	8,6264	0,0036276	0,97556
B3	21,852	0,0028264	0,88196
B4	62,527	0,0019859	0,98955
B5	662,68	0,0047309	0,97041

Les valeurs de la viscosité présentés dans le tableau IV.4 permettent de voir que cette dernière augmente lors que la concentration augmente, il est à remarqué que cette augmentation est importante lorsque la concentration passe de B4 à B5. 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.

En conclusion, les trois polymères présentent un comportement rhéofluidifiant, ce qui signifie que leur viscosité diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement.

En ce qui concerne la viscosité, le polymère HEC présente les valeurs les plus basses, inférieures à 10 Pa.s, tandis que les polymères HPAM et BIOPOLYMERE ont des valeurs dans l'ordre des centaines de Pa.s. Cette différence de viscosité peut être attribuée aux structures moléculaires et aux interactions spécifiques de chaque polymère.

b) Etudes des propriétés viscoélastiques des polymères :

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. Pour notre étude on impose un cisaillement oscillatoire de pulsation donnée ω qui varie de 0,1 à 1000 rad/s.

➤ HEC :

Les courbes des différentes concentrations du module de perte et du module de conservation en fonction de la pulsation ω sont données sur la figure IV.6.

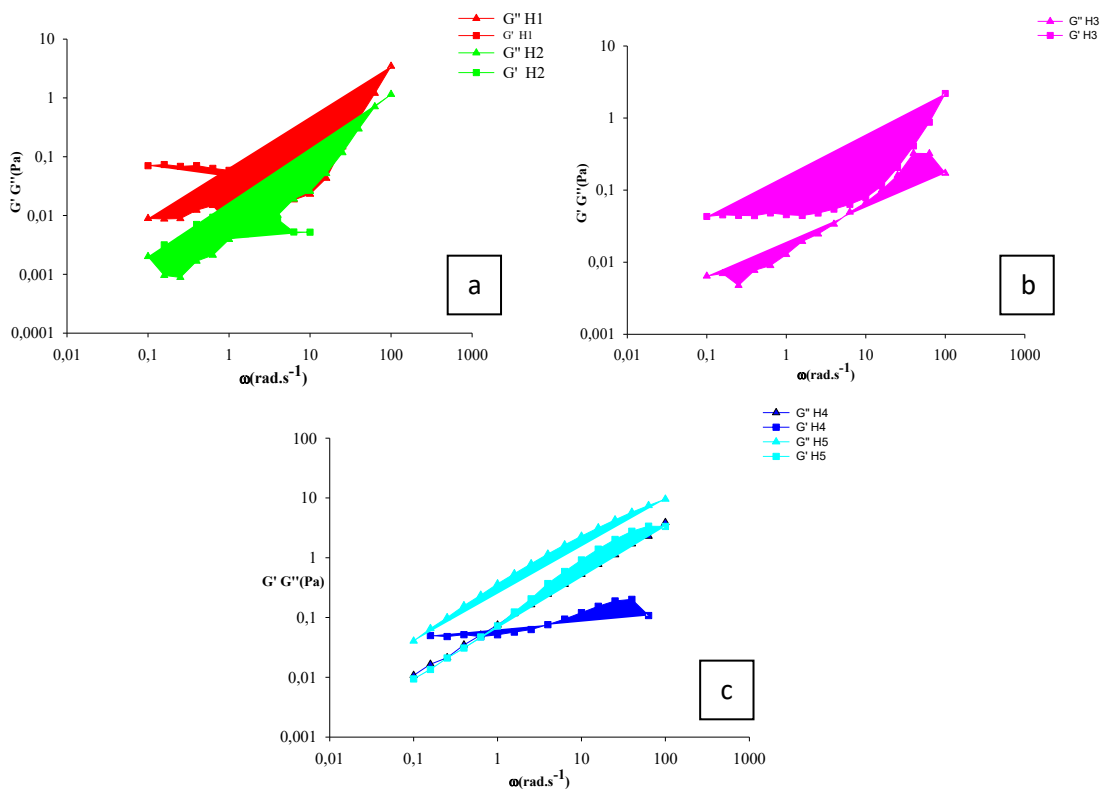


Figure IV.6 : Courbes de viscoélasticité pour différentes concentrations en HEC ; a) H1 et H2, b) H3, c) H4 et H5.

On remarque sur la figure IV.6 a et b que pour les HEC à la concentration 400 et 800 ppm et aux faibles pulsations, on enregistre que G' et G'' avec des valeurs constantes et donc ne dépendent pas de la sollicitation(ω). Aussi, G' est supérieur à G'' ce qui veut dire que la solution se comporte comme un solide (élastique). Au fort sollicitation un changement de comportement est remarqué avec

une croissance du comportement visqueux et atténuation de la rigidité.

Pour le HEC à une concentration de 2000 ppm les courbes de figure IV.6 dans c on remarque G' est supérieur à G'' expriment un comportement élastique croissant. Alors que les concentrations de 6000 et 10000 ppm présentent un comportement plutôt visqueux qui croit avec l'augmentation de la sollicitation (ω).

➤ HPAM

On a aussi étudié le comportement viscoélastique des solutions HPAM à différentes concentration (400, 800, 2000, 6000 et 10000 ppm).

La figure IV.7 Présente les courbes de viscoélasticité des solutions HPAM exprimant les coefficients de rigidité G' et de viscosité G'' en fonction du cisaillement oscillatoire de pulsation (ω).

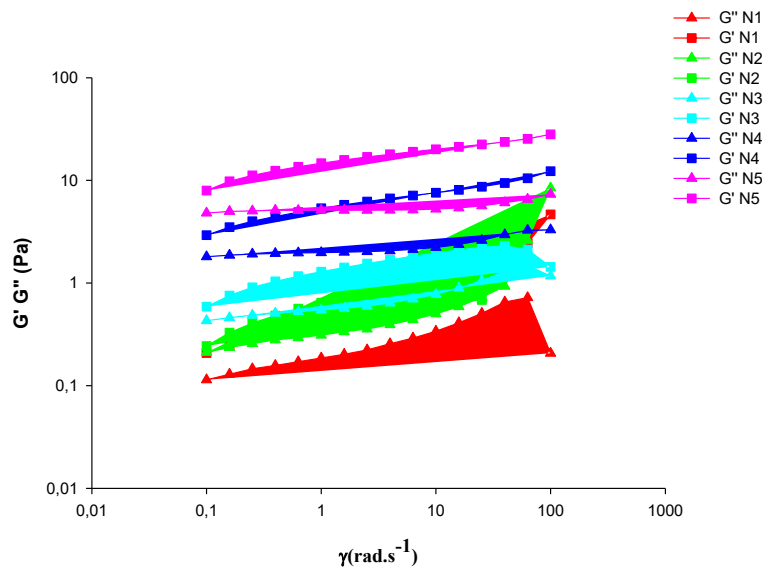


Figure IV.7 : Etude de la viscoélasticité du gel HPAM à différentes concentrations.

Au vu des courbes, on remarque que toutes les concentrations présent dans cette étude, le polymère enregistre un palier qui correspond au domaine de la viscoélasticité linéaire, où G' et G'' sont quasi 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 (élastique).

➤ **Polysaccharide :**

Pour le polymère extrait les tests de viscoélasticité a été effectué pour la concentration 10000 ppm car c'est cette concentration qui nous intéresse pour la suite de notre travail. Les résultats nous ont permet de tracer les courbes de la figure IV.8

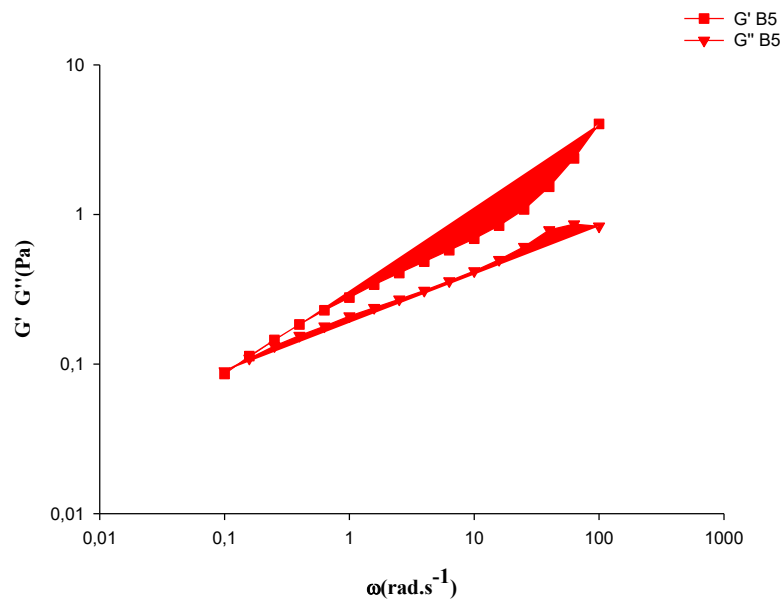


Figure IV.8 : Le graphe de la viscoélasticité du biopolymère à 10000 PPM.

On remarque sur la figure IV.8 que G' est supérieur à G'' s'explique un comportement élastique de la solution, se comportement croit considérablement en fonction du cisaillement oscillatoire de pulsation (ω) offrant rigidité plus élevé à la solution.

Après avoir analysé les différents graphes de viscoélasticité, nous avons sélectionnés le HEC à une concentration de 2000 ppm pour la suite de notre travail, car il est le seul à présenter un comportement solide parmi les différentes concentrations étudiées. De plus, nous avons également retenu les polymères N1 et B5.

c) Etude de l'effet de sel (NaCl) :

L'effet de sel (NaCl) sur le comportement rhéologique des biopolymères a fait l'objet de notre étude. L'étude de l'effet du sel n'a été effectué que pour les concentrations en polymère choisit à partir de l'étude des propriétés viscoélastiques à savoir (H3, N1, B5). Les résultats sont représentés sous forme de graphique donnant la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour différentes concentrations de sel pour le H3, N1 sont présentés respectivement sur les figures IV.9, IV.10 .

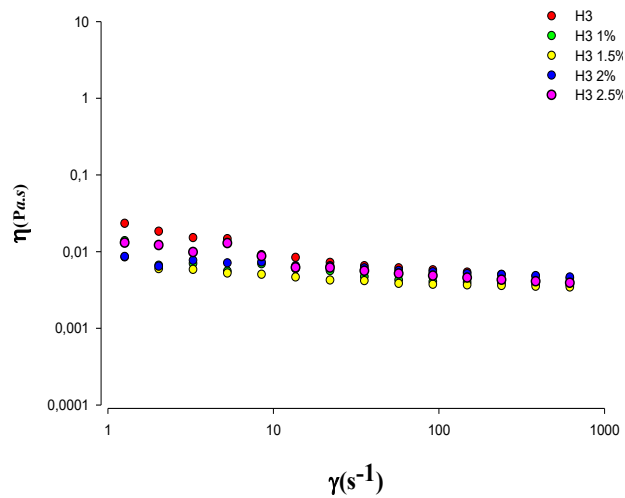


Figure IV.9 : Courbes d'écoulement des solutions de polymère HEC en fonction de la variation de la concentration en NaCl.

Sur les courbes de la figure IV.9 on note que la présence de sel n'a pas un effet remarquable sur la viscosité du HEC. Cela est dû à sa structure chimique et à sa capacité à former des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau, ce qui lui permet de maintenir son intégrité et sa fonctionnalité en présence de sels.

L'HEC peut résister à des concentrations élevées de sels sans précipitation ni floculation. Cela signifie qu'il peut maintenir ses propriétés viscoélastiques et son épaissement même lorsque la concentration de sel est élevée. Il est souvent utilisé dans des applications où la salinité est un défi, telles que le forage pétrolier en milieu

Il peut s'adapter à une large gamme de conditions salines en fonction de la concentration.

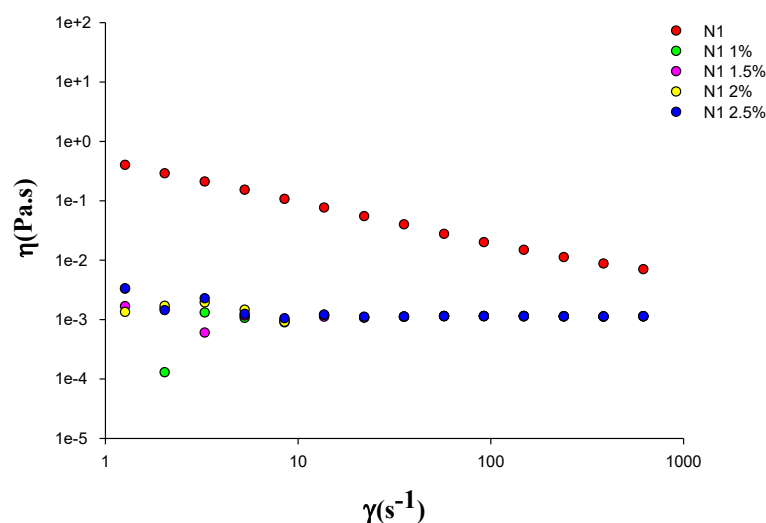


Figure IV.10 : Courbes d'écoulement des solutions de polymère HPAM (N1) pour différentes concentrations en sel.

On observe que la présence du sel à affecter le comportement du HPAM d'une manière remarquable et importante. Une chute de la viscosité de 500 à 1 Pa.s pour le N1. La rupture de la courbe pour N1 à 1, 1,5 et 2% de sel signifie que la viscosité diminue de manière significative à un certain taux de cisaillement critique. Cela peut être observé comme une cassure nette dans la courbe, indiquant un changement brusque de viscosité. Cela est dû à l'interaction entre les ions du sel et les groupes fonctionnels du polymère, ce qui peut entraîner une réduction de l'enchevêtrement des chaînes polymériques et donc une diminution de la viscosité. Effectivement Levitt et al [74] explique que lorsqu'une solution cationique monovalente comme Na^+ , Cl^- est en contact avec un polymère anionique, des forces d'attraction électrostatique sont créées entre les chaînes du polymère chargé négativement et Na^+ qui conduisent au phénomène de l'enroulement du polymère.

La concentration en polymères d'une solution joue un rôle important dans sa rhéologie. À faible concentration (régime dilué), les anneaux sont isolés et peuvent donc librement se mouvoir. Lorsque la concentration de la solution augmente (régime semi-dilué et concentré), les anneaux de polymères commencent à se toucher les uns les autres, suivi d'une interpénétration des chaînes et leurs chevauchements. La transition d'une solution diluée vers une solution semi-diluée (réseau enchevêtré) est accompagnée d'une augmentation de la viscosité (voir figure IV.11) [74, 75].

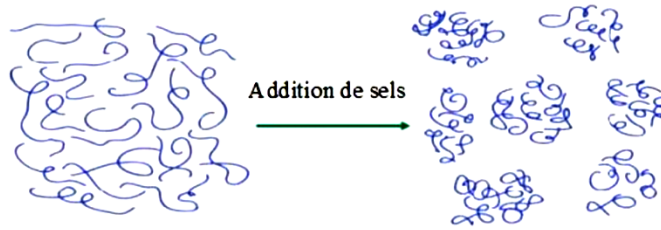


Figure IV.11 : Conformation du polymère en absence et en présence de sel [74].

d) Etude de l'effet du sel et de la température :

Pour voir comment les solutions du gel HEC, BIO et HPAM, vis-à-vis a une salinité de 2,5% supposé extrême pour une application ultérieur et une température de 80°C pour la même application.

➤ **HEC :**

La présence de sel en combinaison avec la température peut influencer le comportement de l'hydroxyéthylcellulose (HEC). La figure IV.12 exprime les courbes de viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement en explicitant l'effet de sel et température.

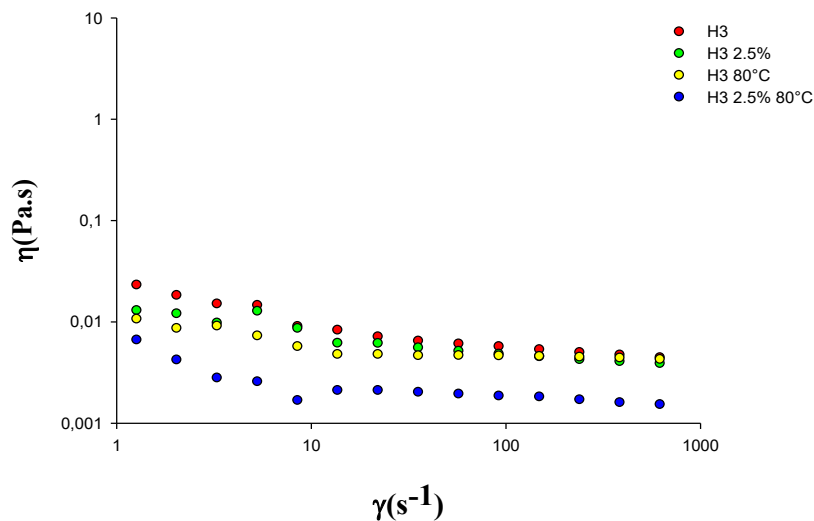


Figure IV 12 : Courbe d'écoulement de la solution HEC (H3) en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et d'une température égale à 80°C.

La présence de sel et de la température peuvent également influencer la viscosité de la solution du HEC. À des températures plus élevées, les interactions entre les chaînes du polymère peuvent être affaiblies, ce qui peut entraîner une diminution de la viscosité de la solution.

De plus, la température peut également jouer un rôle dans l'instabilité du gel d'HEC. Des températures plus élevées peuvent entraîner une diminution de la stabilité du gel.

Il est important de noter que l'effet de la présence de sel avec la température sur le comportement de l'HEC peut être complexe et dépendra des concentrations de sel, des caractéristiques spécifiques de l'HEC et des conditions expérimentales.

➤ **HPAM :**

L'étude du comportement du HPAM en présence de sel et en présence de température a permis de tracer la courbe d'écoulement représenté dans la figure IV.13.

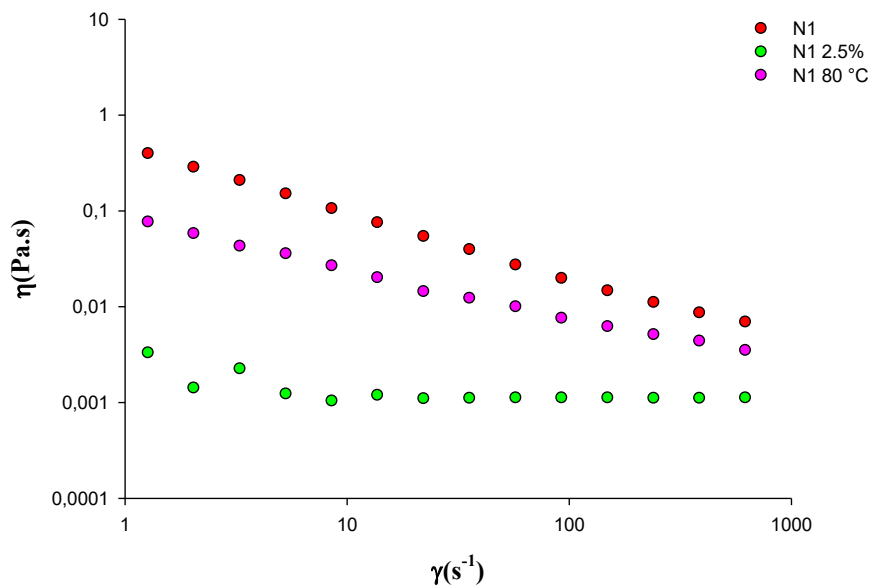


Figure IV.13 : Etude de la viscosité de la solution N1 en présence de sel et en présence de température.

A partir de la figure IV.13 on peut s'assurer que la présence du sel et une température de 80°C a un effet négatif sur la viscosité du polymère HPAM. Il est à noter que la présence de sel en combinaison avec la température va détruire la viscosité. Les ions du sel peuvent favoriser la dégradation thermique du polymère, ce qui peut réduire sa stabilité et sa performance à des températures élevées.

Cependant, la température peut également affecter la viscosité. À des températures plus élevées, les interactions entre les chaînes de HPAM peuvent être affaiblies, ce qui peut entraîner une diminution de la viscosité de la solution.

Il est à remarquer que la courbe du HPAM à une salinité de 2,5% et une température de 80 °C n'a pu être obtenue, les mesures enregistrés par le logiciel ne permettent en aucun cas de tracer la courbe, ceci dit que à cette salinité et avec une température de 80 °C, le polymère est totalement dégradé.

➤ Polysaccharide :

La figure IV.14 montre les courbes d'écoulement représentant la variation de la viscosité du polysaccharide en fonction de la vitesse de cisaillement.

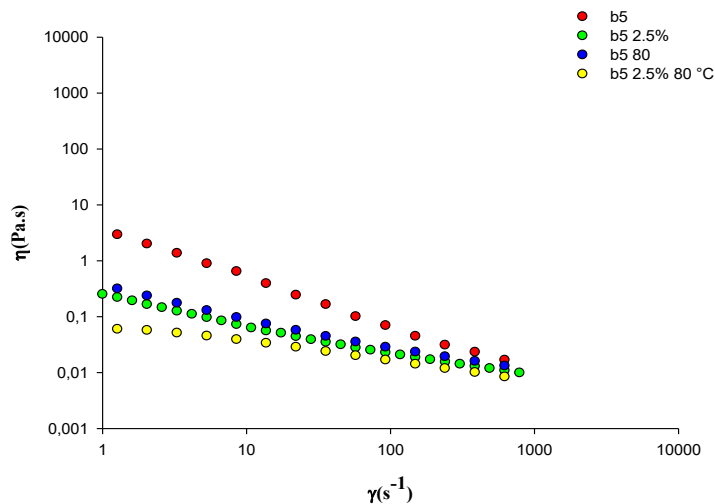


Figure IV.14 : Courbes d'écoulement de la solution biopolymère à 10000 PPM en présence de sel et d'une température égale à 80°C.

Il est à constater que lorsque la température passe de 25 °C à 80 °C la viscosité chute d'une décade cela est dû à l'affaiblissement des interactions existantes entre les chainons. Aussi il est important de noter que la salinité enregistre la même dégradation de la viscosité, on remarque sur la figure IV.14 que la courbe de la solution en présence du sel à 2,5% et celle de la même solution à 80 °C sont pratiquement superposables.

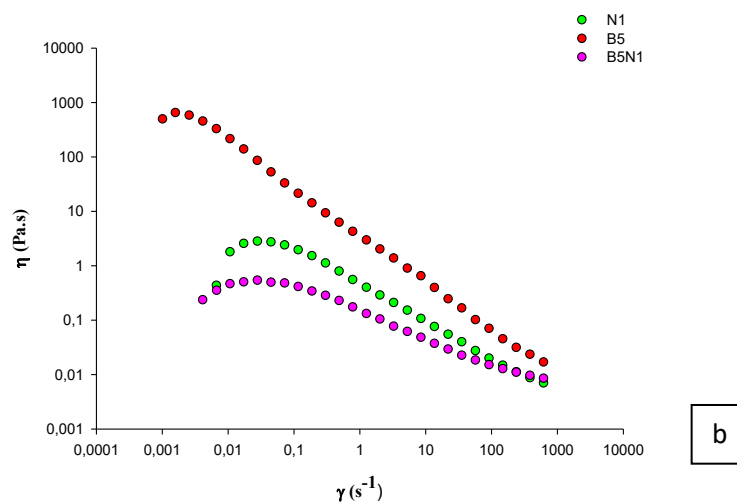
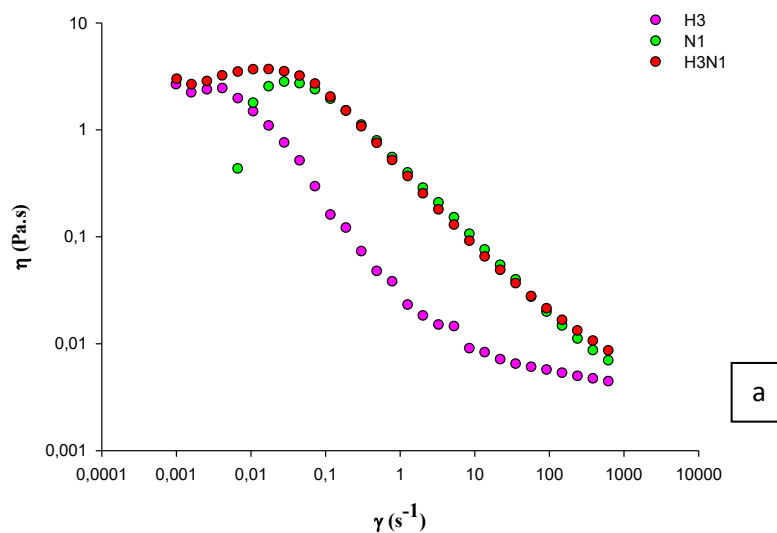
IV.2.2. Etudes rhéologique des mélanges de polymères :

L'idée principale de mélanger les polymères est de profiter des propriétés de chaque polymère seul.

Pour notre étude, il a été remarqué que le HPAM est un polymère plutôt rigide. Toute fois sa sensibilité considérable vis-à-vis des sels lui fait défaut. Alors que le HEC non sensible à la salinité et la variation de la température mais viscoélasticité est variable en fonction de la concentration. A partir des tests et on synthèse de cette étude, le choix du mélange HPAM, HEC était pour les solutions H3 et N1, B5et N1 puis B5 et H5 pour la suite de notre travail.

a) Etude rhéologique en écoulement :

Afin d'assurer un maximum de propriétés des mélanges de polymères des combinaisons des trois polymères ont été étudiés à savoir H3N1, B5N1 et B5H5. Les courbes du comportement rhéologique exprimé par la viscosité en fonction du taux de cisaillement sont représentées par les figures IV.15



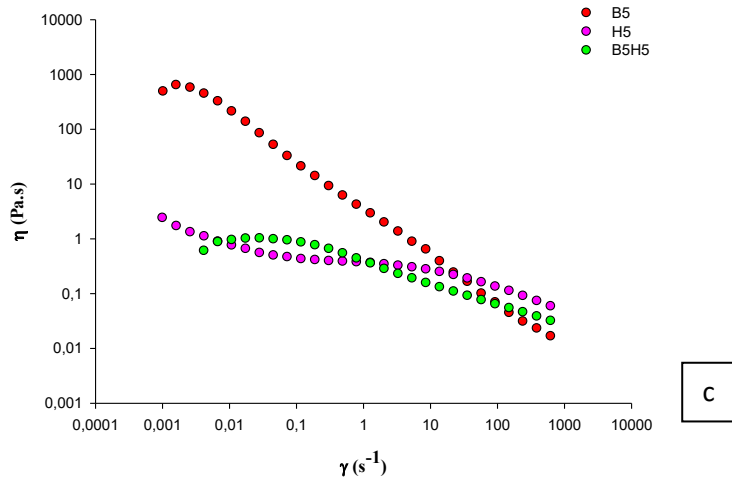


Figure IV.15 : Variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différents mélanges ; a) H3N1, b) B5N1, c) B5H5.

A partir de la figure IV.15 (a) qui met en évidence le résultat du mélange des polymères H3, N1. Il a été constaté que le mélange a conduit à une amélioration de la rigidité par rapport aux polymères individuels, ce qui suggère une synergie entre ces deux composants, Cela indique que le mélange des deux polymères a eu un effet positif en termes de rigidité.

Sur la figure IV.15 (b), il est clairement observé que le mélange des polymères B5 et N1 a entraîné une diminution de la viscosité par rapport aux valeurs obtenues pour les polymères B5 et N1 pris individuellement. Cela peut être expliqué par la réorganisation des molécules de HEC en présence du biopolymère qui se caractérise par des interactions attractives de type Vander Waals considérablement affaiblies, par conséquent, le moindre cisaillement affecte le système B5N1 conduisant ainsi à une diminution de la viscosité.

Cependant, la figure IV.15 (c) ne montre aucun avantage significatif du mélange des deux polymères B5 et H5. Cela indique que, dans ce cas particulier, la combinaison des polymères n'a pas entraîné d'amélioration notable.

b) Effet du sel et de la température sur les mélanges :

L'idée principale de mélanger les polymères est de profiter des propriétés de chaque polymère seul.

Pour notre étude, il a été remarqué que le HPAM est un polymère plutôt rigide. Toutefois sa sensibilité considérable vis-à-vis des sels lui fait défaut. Alors que le HEC

non sensible à la salinité et la variation de la température mais sa viscoélasticité est variable en fonction de la concentration. A partir des tests et on synthèse de cette étude, le choix du mélange HPAM, HEC était pour les solutions H3 et N1, B5et N1 puis B5 et H5 pour la suite de notre travail.

Étudier l'effet du sel sur les polymères nous permet de comprendre comment les sels influencent le comportement et les propriétés des polymères en mélange dans différentes situations. Cela nous aide à prédire comment les polymères réagiront vis-à-vis à une salinité de 2,5% supposé extrême pour une application ultérieur et une température de 80°C pour la même application.

Une étude du comportement rhéologique en écoulement a été effectuée pour les trois mélanges (H3N1, H5N1 et H5N1) en présence de sel et de température. Les figures IV.16, 17, 18 représentent les courbes de viscosité

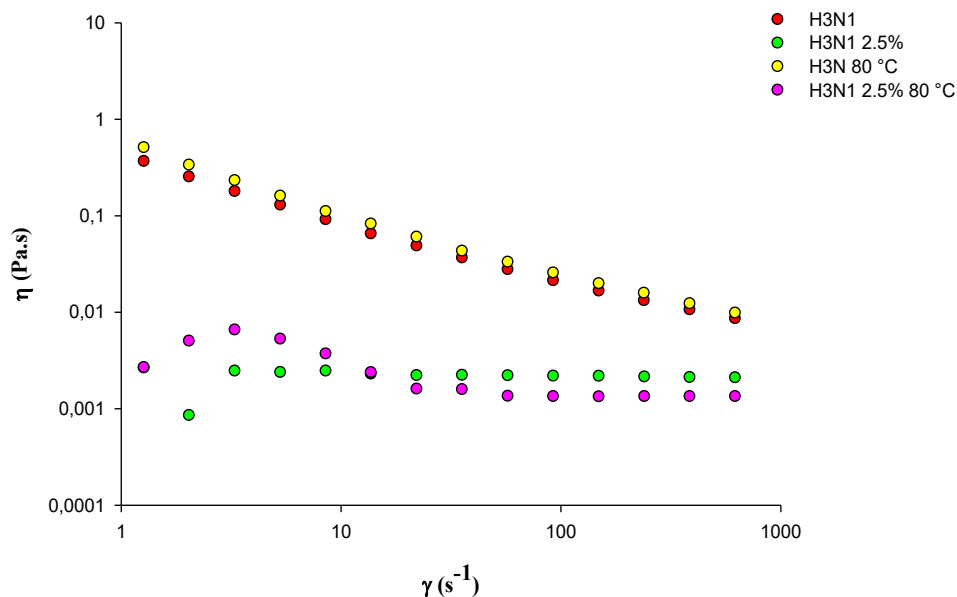


Figure IV.16 : Courbes d'écoulement du mélange H3N1 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.

En observant la figure IV.16, on peut confirmer que le sel est l'élément le plus influent sur la viscosité de notre mélange. La température de 80°C n'a pas montré d'effet significatif sur le comportement et viscosité. Il est important de souligner que la présence de sel en combinaison avec la température a joué un rôle prédominant dans la dégradation de la viscosité.

La figure IV.17 montre les courbes d'écoulement représentant la variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement pour le mélange B5N1.

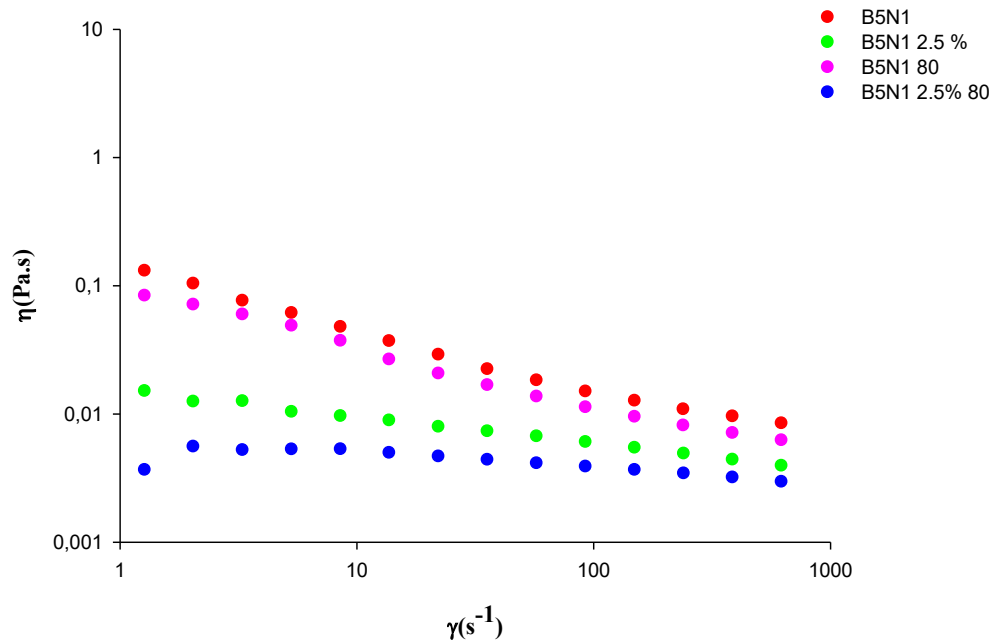


Figure IV.17 : Courbes d'écoulement du mélange B5N1 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.

En observant la figure IV.17, on peut confirmer que le sel est l'élément le plus influent sur la viscosité de notre mélange. La température de 80°C n'a pas montré d'effet significatif sur son comportement. Il est important de souligner que la présence de sel en combinaison avec la température a joué un rôle prédominant dans la diminution de la viscosité.

Les courbes de la figure IV.18 présentent l'écoulement du mélange B5H5 avec l'effet de sel et l'effet de température. Cette analyse a été effectuée pour des vitesses de cisaillement allant de 1 s⁻¹ à 1000 s⁻¹.

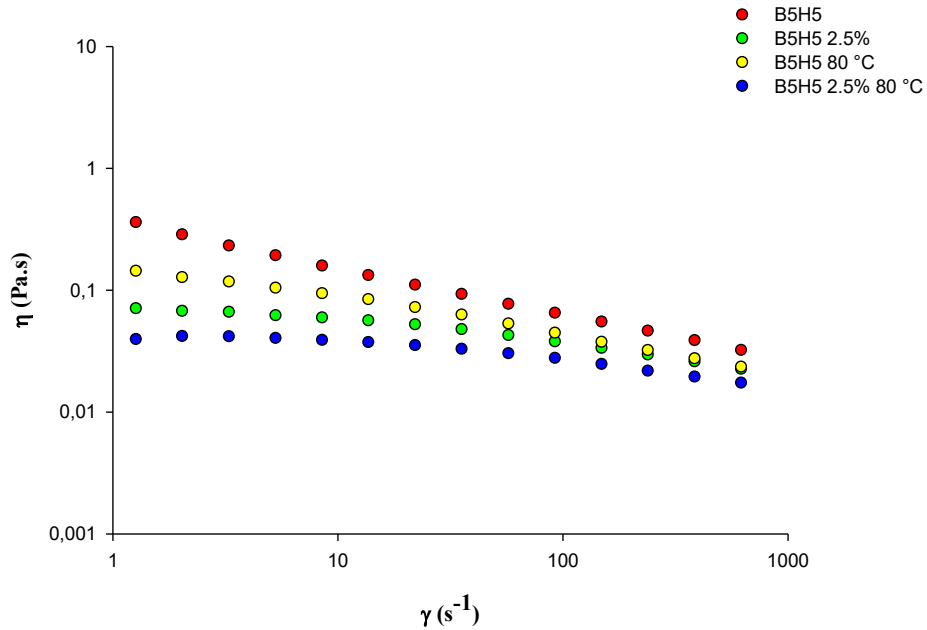


Figure IV 18 : Les courbes d'écoulement du mélange B5H5 en fonction de la vitesse de cisaillement en présence de sel et de température de 80°C.

On remarque que les rhéogramme présentent une allure similaire, avec un comportement quasi-newtonien. La plus faible valeur de viscosité a été obtenue avec le mélange B5H5 à 2,5 % de sel et une température de 80°C. Cela suggère que la combinaison de ces deux facteurs conduit à une diminution de la viscosité.

c) Etudes des propriétés viscoélastiques des mélanges de polymères:

Une étude du comportement viscoélastique des mélanges H3N1, B5H5 et B5N1 en cisaillement oscillatoire de pulsation (ω) a été réalisé, la figure IV.19 représente la variation des modules de perte et de conservation en fonction de la pulsation.

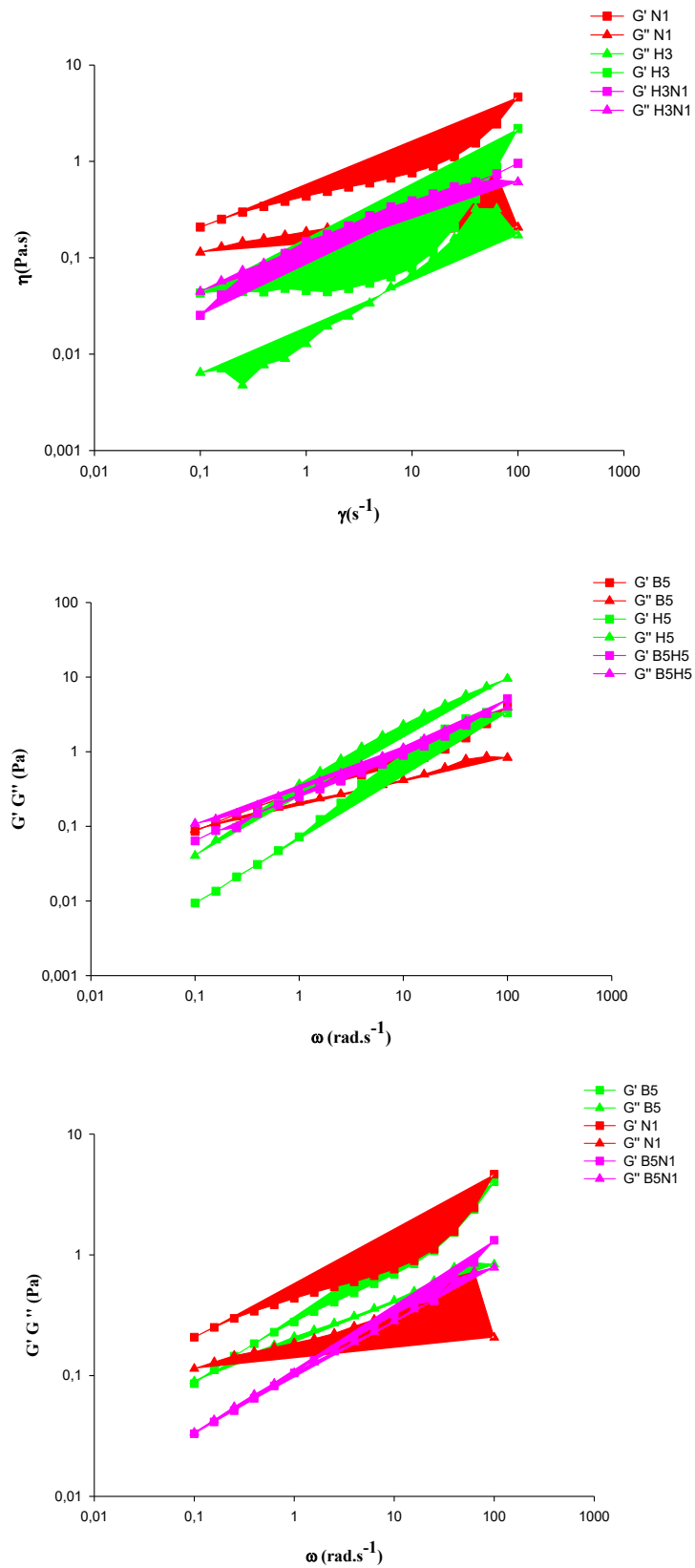


Figure IV.19 : Variation des modules de perte et de conservation en fonction du taux de déformation pour les trois mélanges.

D'après la figure IV.19, on observe que le mélange H3N1 présente des valeurs presque comparables pour G' et G'' , 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. Il est important de noter que le point d'inversion de comportement se situe à un faible taux de déformation. Par ailleurs, G' est légèrement supérieur à G'' pour le mélange sans sel, ce qui indique une prédominance du comportement élastique (solide).

Pour le mélange B5H5, G'' est supérieur à G' , ce qui indique un comportement visqueux. Les courbes présentent un point d'intersection appelé "point gel", à partir duquel les deux modules s'inversent, indiquant une prédominance liquide.

En revanche, pour le mélange B5N1, les valeurs de G' et de G'' sont superposées, et le point d'intersection des courbes G' et G'' n'est pas mesurable sur toute la plage étudiée. Ce point d'intersection se situe à des fréquences plus élevées.

IV.2.3. Rampes 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 H3N1 pour un taux de déformation assez faible dans le domaine linéaire, lorsque 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 IV.20.

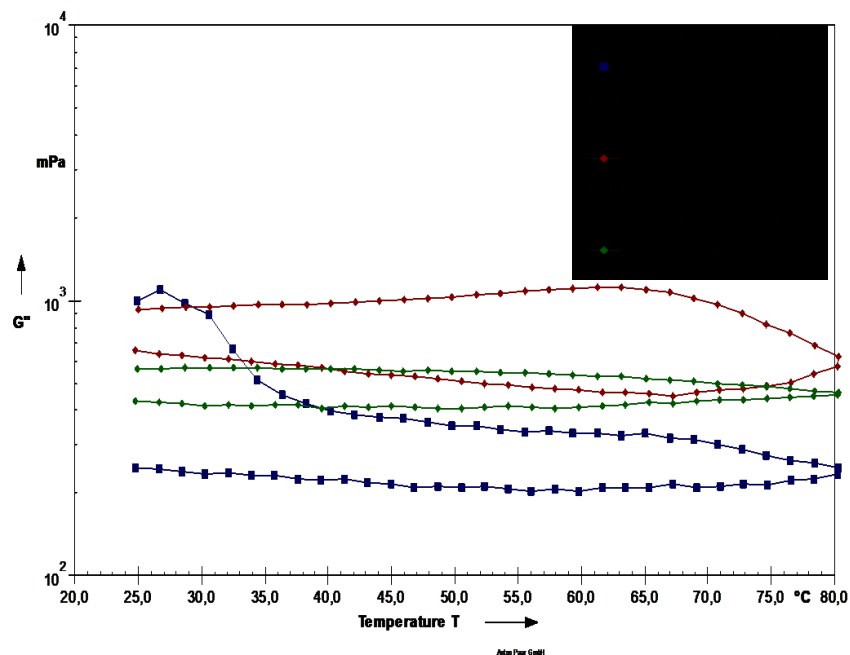


Figure IV.20 : La rampe de température du gel H3N1.

Les graphes de la rampe de température représentés dans cette figure permettent d'analyser le comportement thermique des gels H3, N1 et H3N1. En observant ces courbes, on peut noter qu'elles présentent un parcours récupérable, c'est-à-dire qu'elles suivent des trajectoires similaires lors du chauffage et du refroidissement.

Cependant, après le refroidissement, on constate que les chemins suivis par les gels diffèrent les uns des autres. Ce constat indique que la structure initiale du polymère n'est pas totalement récupérée pour tous les échantillons après le cycle thermique.

De plus, la comparaison entre les valeurs de $G'(20) = G'(80)$ et $G''(20) = G''(80)$ permet d'évaluer la stabilité thermique des polymères. Lorsque ces valeurs sont égales, cela signifie que le polymère a retrouvé sa structure initiale après le chauffage et le refroidissement.

IV.3 Etude des émulsions du pétrole en présence des mélanges de polymères:

L'objectif principal de ce travail est d'effectuer des émulsions pétrole/eau avec les polymères aux concentrations et aux mélanges présélectionnés lors de l'étude rhéologique, des essais en présence du SDS comme tensioactif ont été aussi réalisés.

IV.3.1 Etude préliminaire :

Lors de notre expérience d'émulsification en utilisant nos solutions (H1, N1 et B1) avec du pétrole, nous avons effectué une observation préliminaire en déposant une grosse goutte de pétrole sur de l'eau contenant 2,5 % de NaCl dans une boîte de pétrie, auquel on ajoute une goutte de la solution au centre de la goutte de pétrole. Les remarques suivantes sont notées :

- La goutte de la solution du HEC s'est déplacée en dessous du pétrole, laissant la goutte de pétrole intacte.
- La goutte de la solution du HPAM a trouvé un chemin et s'est étendue autour du pétrole.
- La goutte de la solution du polysaccharide extrait a pris place au milieu, laissons constater que le pétrole a cédé sa place.

Ces observations initiales suggèrent que les comportements d'interaction entre les solutions de polymères et le pétrole diffèrent selon le type de polymères utilisé. La solution du HEC semble avoir moins d'affinité avec le pétrole et tend à s'éloigner de

celui-ci, tandis que la solution du HPAM a la capacité de s'étendre autour du pétrole. Le gel du biopolymère semble avoir une stabilité dans son positionnement au milieu du pétrole. Ces résultats peuvent donner une première idée sur les propriétés d'émulsification des gels avec le pétrole (voir figure IV.21).

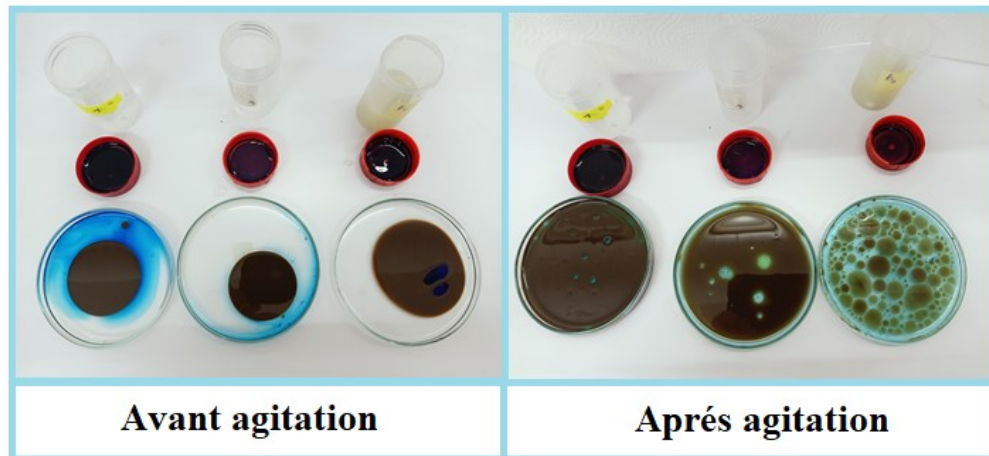


Figure IV 21 : Emulsions des solutions H1, N1 et B5 avant et après agitation.

Après une légère agitation, nous avons observé les résultats suivants :

- En présence de la solution du HEC, le pétrole s'est étalé sur la paroi en verre de la boîte.
- Dans la boîte contenant la solution du HPAM, les gouttelettes de pétrole se sont à nouveau regroupées à la surface de l'eau salée.
- Les gouttelettes de pétrole mélangées avec la solution du polysaccharide ont formés une émulsion grossière exprimant un déplacement significatif du pétrole.

Ces observations suggèrent que la solution du HEC n'a pas la capacité de retenir les gouttelettes de pétrole, ce qui a entraîné leur étalement sur la surface en verre. En revanche, la solution du HPAM a la capacité de réunir les gouttelettes de pétrole à la surface de l'eau, indiquant une interaction entre la solution du polymère et le pétrole. la solution du polysaccharide quant à lui, semble maintenir les gouttelettes de pétrole séparées les unes des autres, sans former d'émulsion significative. Ces résultats donnent une indication préliminaire sur les propriétés d'interaction et d'émulsification des différents gels avec le pétrole.

IV.3.2 Essai d'émulsification :

- ✓ Des solutions des trois polymères (HPAM, HEC et polysaccharide) à différentes concentrations 400 ppm et 10000 ppm en présence de 2,5% en sel ont été préparées, puis mélangés avec la même quantité de pétrole (50/50) et laissés reposer pendant 24 heures. Les observations ont été effectuées à l'œil nu sont montrés sur les images de la figure IV.22 (a) et (b)

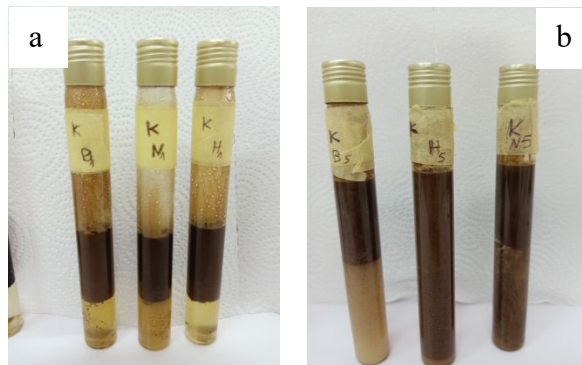


Figure IV 22 : Emulsions des trois polymères ; (a) polymères à 400 ppm, (b) polymères à 10000 ppm

On remarque sur la figure IV.22 (a) que les solutions du polymère seul à 400ppm n'ont pu donner aucune émulsification, alors qu'à la concentration de 10000ppm des émulsions ont été formés, à noter que l'émulsification en présence de solutions du HEC est la plus concentrés.

- ✓ Pour les mélanges (H3N1, B5N1 et B5H5) des émulsions ont été préparés avec de la même manière que précédemment. La figure IV.23 montre que une émulsification partielle est enregistrée pour les solutions du H3N1et B5H5 alors que aucune émulsification n'est observée pour le mélange B5N1 une séparation constaté, ce qui indique une coalescence des gouttelettes d'huile. Les résultats obtenus soulignent la nécessité d'ajouter un tensioactif, en particulier le SDS qui est largement utilisé dans l'industrie pétrolière.

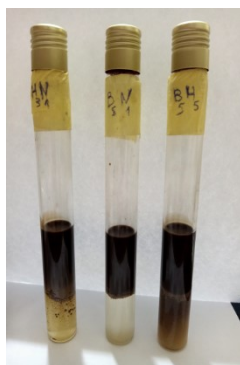


Figure IV 23 : Emulsions des mélanges de polymères dans le pétrole.

IV.3.3. Essai d'émulsification en présence de SDS:

La formulation d'une émulsion en présence de SDS seul à 1% a été réalisée, une émulsification partielle de l'huile dans l'eau a été observée (voir figure IV.24)



Figure IV 24 : Emulsification pétrole/SDS/Eau.

La figure IV.24 présente les résultats des formulations.

En présence du SDS des mélanges de polymères (H3N1, B5N1 et B5H5), on remarque que la quantité de l'huile émulsifiée augmente sur tous concernant le mélange B5N1 (voir figure IV.25).

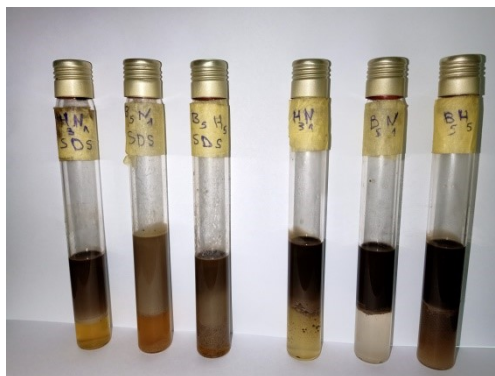


Figure IV.25: Emulsification des mélanges en absence et en présence du SDS.

On conclut que le complexe pétrole-SDS-B5N1 est celui qui présente de bon résultat. Cela est due à la présence de deux aspects pour l'émulsification, le tensioactif diminué la tension superficielle entre l'huile et l'eau permettant la formation de gouttelettes alors que le polymère stabilise cette émulsion et draine l'huile vers la phase aqueuse.

Conclusion générale

Le but de notre travail est l'étude rhéologique des polymères HEC, HPAM et le polysaccharide extrait ou le comportement élastique et la thermorésistance sont recherchés.

L'extraction de la poudre de polysaccharide à partir des cladodes du cactus de type OPUNTIA FICUS INDICA a été effectué afin de quantifier les concentrations des solutions a étudiés.

Les résultats de l'étude rhéologique des polymères étudiés obtenus nous ont permis de conclure :

- ✓ La caractérisation par FTIR des polymères a permis de déterminer, Les groupements fonctionnels alcool et carbonyle comme principaux pic des deux polymères (HPAM et HEC ainsi que leur mélange).Le polysaccharide extrait présente les mêmes groupements que les polymères étudiés avec un groupement fonctionnel amide.
- ✓ L'étude en écoulement des trois polymères montre que ces derniers ont un comportement principalement rhéofluidifiant.
- ✓ A partir des tests de la viscoélasticité ont permis de choisir H3 à 2000ppm de HEC et N1 à 400ppm pour le HPAM pour les mélanges ces derniers expriment un comportement plutôt élastique.
- ✓ La combinaison H3, N1 a permis de trouver des propriétés intéressantes à savoir une augmentation de la viscosité concernant HEC.
- ✓ Le polysaccharide extrait présente des propriétés intéressantes à savoir un comportement élastique et résistance au sel et à la température.
- ✓ L'étude de l'effet du sel et de la température du mélange pour les concentrations choisis montre que le HPAM contrairement au HEC exprime une dégradation vis-à-vis de ces paramètres.
- ✓ Une émulsification du pétrole brute par les solutions mélanges choisis H3N1, B5N1 et B5H5 pour une salinité de 2.5% ont permis d'avoir une bonne émulsification H/E. cette émulsification est plus importante en présence de SDS.

Les références bibliographiques

- [1] Benavides, Jorge Antonio Avendaño. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole. PARISEST : UNIVERSITÉ PARISEST, 2008. 197.
- [2] LAURENCIN, Tanguy. Étude de la rhéologie des suspensions de fibres non-newtoniennes par imagerie et simulation numérique 3D à l'échelle des fibres. s.l. : UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES, 17 mars 2017. 165.
- [3] Noureddine, MAHDJOUR ARAIBI. . La récupération assistée dans les gisements pétroliers (Etude de cas : l'injection d'un solvant miscible). s.l. Ouargla : Université Kasdi Merbah Ouargla, 19/ 06/ 2019. 55.
- [4] Thomas, S. ,Enhanced Oil Recovery: An Overview.Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP. 2008. 9-19 . 63.
- [5] ZAMI-PIERRE, M. FREDERIC. Ecoulements de solutions de polymères en milieux poreux : lien entre physique à l'échelle des pores et comportement macroscopique. s.l. s.l. : L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE, 20 octobre 2017. 166.
- [6]. Sanier, A, Hénaut, I, and Argillier, J. (2004) Pipeline transportation of heavy oils, a strategic, economic and technological challenge, Oil & Gas Science and Technology 5. 2004. 59, 455-466.
- [7] Dictionnaire du pétrole.. Edition SCM 92081 collection ISBN . Paris France : s.n. 2 -201 133-19-3. 198.
- [8] Buridant J, Figliuzzi A, Montouss M, Waquet I. Histoire des faits économiques. Breal,, 2007.
- [9] safia, djedri- bani. Interaction tentionactifs / polymees et leurs influence sur le comportement de phases:application a la recuperation assistee du petrole . Blida : universite de blida 1, février 2015. 255.
- [10] Letorneau, J. Oilfield Hacks and Future Oil Prices. Seeking Alpha . 1-12-2007. 19-12-2007.
- [11] AvendañoBenavides, Jorge Antonio. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole. ,2008.
- [12] Noureddine T, Abderrahim D,. Etude de l'efficacité de l'injection d'eau dans la zone 12 du champ de HassiMessaou, . IAP.2013.
- [13] Asma, Bensadallah. Asma, Bensadallah. critère de choix de polymère pour la récupération assistée de pétrole. . blida : université de blida 1, 2019/2020. 54.
- [14] Wang, Moran. Application des nanoparticules dans la récupération assistée du pétrole : un examen critique des progrès récents. s.l. . s.l. : Université chinoise du pétrole , 11 mars 2017. 33.

- [15]. Sara, Zérari. Etude de la polymérisation cationique et modification du 4-vinyle chlorure de benzyle. s.l. s.l. : UNIVERSITE LARBI BEN M'HIDI OUM EL BOUAGHI, 23 / 06 / 2011. 64.
- [16] D., Tarek Ahmed & Paul. . McKinney, Advanced Reservoir Engineering, Editions Elsevier 2, ISBN: 0-7506-7733-3. 2005. ,292-294..
- [17] AZ Abidinun, , T. Puspasariun, WA Nugrohoun. Polymères pour la technologie de récupération d'huile améliorée. 2012. 6.
- [18] Fatma, Khalifa. Fatma, Khalifa. «Elaboration et Caractérisation d'un Composite à Base d'Amidon /Charge Naturelle». Biskra . Biskra : Université Mohamed Khider de Biskra , 07 /09 /2020. 68.
- [19] P. Weiss. . Weiss, La chimie des polymères, «Support de Cours (Version PDF)», . s.l. : Université Médicale Virtuelle Francophone, Société Francophone de Biomateriaux Dentaires , 2010.
- [20] Naima, Kal. . Etude expérimental de comportement mécanique de PMMA a l'état vierge et après vieillissement par UV. . tizi ouzou : Université Mouloud Mammeri de tizi ouzou, 2014.
- [21] Avendano., Jorge. Paris-Est : Université Paris-Es, Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole. Autre. 2012PEST 1020ff-00695896f.
- [22] Dupas, Adeline. Dégradation mécanique de solutions de polymères et ses impacts en récupération assistée d'hydrocarbures. s.l. : . BRETAGNE : : UNIVERSITÉ DE BRETAGNE OCCIDENTALE, 12 Décembre 2012. 121.
- [23] PHAM, Ba Tung. CARACTERISATION DU POTENTIEL DE SEGREGATION DES PARTICULES COLLOIDALES ET NON - COLLOIDALES DES SUSPENSIONS CIMENTAIRES SOUS CISAILLEMENT. s.l. : L'UNIVERSITE DE CERGY - PONTOISE, 9/12/2019. 218..
- [24] Wang X., and al (2006). "Unusual rheological behavior of liquid polybutadiene rubber/clay nanocomposite gels: the role of polymer-clay interaction, clay exfoliation and clay orientation and disorientation", *Macromolecules*. 2006. 39, 6653-6660..
- [25]. Zhu J., and al., (2007). . "Room temperature spontaneous exfoliation of organo-clay in liquid polybutadiene: effect of polymer end-groups and the alkyl tail number of organic modifier", *Polymer*. 2007. 48 7590-7597..
- [26]. BENAOUZAHMED AHMED, Kaouther BEN AZOUZ. Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères . s.l. : UNIVERSITÉ DE HAUTE ALSACE , e 09/11/2010 . 93..
- [27] Avendano., Jorge. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole. Paris-Est, : . Université Paris-Est,, 2012/5/10.
- [28] Miguel-Arricau., : Sophie. . s.l. Corrélation structure/propriété de polymères à base d'acrylamide pour des applications en récupération assistée des hydrocarbures (RAH). 2 Mar 2023.

- [29] Dawson, . Christian. Modèle de réseau de neurones artificiels pour estimer la viscosité des solutions polymères pour une récupération améliorée du pétrole. Christian Dawson . s.l. : : Université du Texas à Austin, 29 juin 2016. 15.
- [30] Thomas et al. « Some Key Features to Consider When Studying Acrylamide-Based Polymers for Chemical Enhanced Oil Recovery ». Oil & Gas Science and Technology – Revue d'IFP Energies nouvelles. 2012. 67 (6), 887 902..
- [31] Rodriguez et. . « Monitoring Thermal and Mechanical Stability of Enhanced Oil Recovery (EOR) Acrylamide Based Polymers (PAM) Through Intrinsic Viscosity (IV) Determination Using a New Capillary Rheology Technique ». In SPE EOR Conference at Oil and. 2016.
- [32] Boger, Zirnsak et. « Axisymmetric Entry Flow of Semi-Dilute Xanthan Gum Solutions: Prediction and Experiment ». s.l. : Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 1998. 79 (2 3), 105 36..
- [33] Clasen., Kulicke et. « Viscosimetry of Polymers and Polyelectrolytes». s.l. : Springer Berlin Heidelberg., 2004.
- [34] Doe., Needham et. « Polymer Flooding Review ». . s.l. : Journal of Petroleum Technology, 1987. 39 (12), 1503 1507..
- [35] LAURENCIN, Tanguy. Étude de la rhéologie des suspensions de fibres non-newtoniennes par imagerie et simulation numérique 3D à l'échelle des fibres. . s.l. : université grenoble alpes, 17 mars 2017, . 165.
- [36] GORLIER, FRANCOIS. RHEOLOGIE DES MOUSSES DE FLUIDES COMPLEXES. PARIS-EST : L'UNIVERSITE PARIS-EST, 6 décembre 2017. 163..
- [37]. Bouton, Jacques. Jacques Bouton, "Les mesures rhéologiques, complexes mais pas insurmontables", ThermoRhéo., JUIN 2001. pp81-86..
- [38]. Pascal H, Pascal F. . On viscoelastic effects in non-Newtonian steady flows through porous media. Transport in Porous Media . 1989. ; 4: 17-35..
- [39]. JC, Slattery. . Flow of Viscoelastic Fluids Through Porous Media. s.l. : AIChE Journal 1967, 1967. ; 13: 1066-71..
- [40]. Chhabra RP, Richardson JF. Non-Newtonian Flow and Applied Rheology: Engineering Applications. Elsevier Science. 2008.
- [41]. Gucuyener IH, Kok MV, Batmaz T. End Effect Evaluation in Rheological Measurement of Drilling Fluids Using Coutte Coaxial Cylinder Viscometer. Energy Sources 2002; 24: 441-9.
- [42]. R., Srinivasan. The hole pressure problem: On the Higashitani-Pritchard theory for transverse and axial slots. Rheologica Acta 1987. 1987. 26: 107-18.
- [43] BIBLIOGRAPHY \l 1036 43]. de Souza Mendes PR, Naccache MnF, Varges PR, Marchesini FH. . Flow of viscoplastic liquids through axisymmetric expansionsΓÇôcontractions. s.l. : Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics , 2007. 142: 207-17..

- [44]. Yue P, Dooley J, Feng JJ. . A general criterion for viscoelastic secondary flow in pipes of noncircular cross section. s.l. : . Journal of Rheology, 2008;. 52: 315-32.
- [45]. McKinley GH, Raiford WP, Brown RA, Armstrong RC. Journal of Fluid Mechanics 1991 : 1991, . Nonlinear dynamics of viscoelastic flow in axisymmetric abrupt contractions. . ; 223: 411-56..
- [46]. Mackay ME, Petrie C. . Estimates of apparent elongational viscosity using the fibre spinning and pure methods. Rheologica Acta . 1989. ; 28: 281-93.
- [47]. Jones, D. M. and Walters, K. . Extensional Viscosity Effects in EOR. SPE 18070. 1988. Houston, Texas, 1988 Copyright 1988, Society of Petroleum Engineers. SPE Annual Technical Conference and Exhibition. -1988. 1-1-1988..
- [48]. Lenormand R, Zarcone C, Sarr A. . Mechanisms of the displacement of one fluid by another in a network of capillary ducts. . s.l. : Journal of Fluid Mechanics , 1983;. 135: 337- 53..
- [49].] Lenormand R, Touboul E, Zarcone C. Numerical models and experiments on immiscible displacements in porous media. . s.l. : Journal of Fluid Mechanics, 1988. ; 189: 165-87..
- [50]. SDR., Wilson. The Taylor-Saffman problem for a non-Newtonian liquid. s.l. : Journal of Fluid Mechanics , 1990;. 220: 413-25..
- [51]. Lindner A, Bonn D, Eugenia C, Amar M, Meunier J. . Viscous fingering in nonNewtonian fluids. . s.l. : Journal of Fluid Mechanics, 2002. ; 469: 237-56..
- [52]. BOUYER, Eléonore, jouanny stabilisation d'émulsions d'intérêt pharmaceutique par des protéines et des polysaccharides : exemples de la lactoglobuline, de la gomme arabique et de la gomme xanthane. UNIVERSITÉ PARIS-SUD 11, 21/02/2011. 228..
- [53]. LEGRAND, J. Emulsions alimentaires et foisonnement.. Chapitre 1.4 : Ingrédients et additifs dans la formulation des émulsions et des mousses. ISBN. Paris : Paris : Hermes science publ.. Lavoisier. , 2013. 978-2-7462-3203-7.
- [54]. Bouiba, Mlle. Soumia. Formulation et caractérisation d'émulsion huile/eau d'une mayonnaise à base d'huile de fruit de Pistacia Lentiscus. Adrar : : Université Ahmed Draïa Adrar , 2020/2021. 82.
- [55]. M., J. Wiley - ROSEN. , Surfactants, and Interfacial Phenomena, . 2004.
- [56]. GAOUA, Nesrine SEBA et Sarra Yasmine. Etude expérimentale de la stabilité d'une émulsion H/E diluée . s.l. : Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique, . 06/07/2021. 90.
- [57]. Fahima, HOUSSOU. . Contribution à l'étude de la réduction de la viscosité du pétrole brut et des émulsions pétrolières par des additifs chimiques: études rhéologiques, microscopiques et cinématiques. . . BOUMERDES : : UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES, , 23/07/.
- [58]. DOUMEIX, Olivier. Opérations unitaires en génie biologique: Les émulsions. s.l. : SCÉRÉN-CNDP-CRDP [Aquitaine], 2011., 2011.

BIBLIOGRAPHY \ 1036

[59]. CAULLET, Laurine., DOS SANTOS, Alexandra., KNIPPER, Geoffrey., RUSALEN, Margaux., et SEIGNEUR Marie. Les émulsions alimentaires et cosmétiques. Projet Professionnel. s.l. : . ENSAIA., 2018.

[60]. Laurine CAULLET, Alexandra DOS SANTOS, GeoffreyKNIPPER, Margaux RUSALEN et Marie SEIGNEUR. . LES ÉMULSIONS ALIMENTAIRES ET COSMÉTIQUES. s.l. s.l. : : Université de lorraine,, 2017-2018. . 50.

[61]. B, DANIELSSON I. LINDMAN. , The definition of micro-emulsion, Colloids and Surfaces, 1981 . [Consulté le 5 décembre 2017] . Volume 3, Pages 391 à 392..

[62]. Karima, Melle AIDI Fatima -BENAZEDDINE Fatima zohra -BENSAID. Etude des propriétés émulsifiantes du sérum albumine bovine . . . TIARET : : Université Ibn Khaldoun, Tiaret ,, 02/07/2018. 63.

[63]. MERIEM, KARA AMAR - BEDDEK. . Mise au point d'un système dispersé stable à usage cosmétique . . TIZI-OUZOU : : UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU ,, 26 / 09 / 2017. 58.

[64]. Zoheir, BELHADJ Amina et BELMILOUDE. Les Émulsions Pharmaceutiques. blida : : Université SAAD DAHLEB / BLIDA I,, 2014-2015 . . 45.

[65]. Chanese, HASSANI Yasmine et AMRIOUI. . Etude de la stabilité des émulsions pharmaceutique par les protéines et/ou polysaccharides . Bejaia, : : Université a. Mira de Bejaia,, 22/06/2022 . . 70.

[66]. Feriel, Melle : Adjout Aya Rayane - Melle : Zenati. Etude rhéologique d'un gel extrait à partir de Cactus, en absence et en présence de Cactus, polymères commerciaux. . BLIDA : Université SAAD DAHLAB BLIDA, 2021-2020 . 81..

[67] BIBLIOGRAPHY \ 1036 67]. 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 », . s.l. : Journal of Materials Science, , 2000. Vol. 35, (2000), pp 19851996..

[68]. S. A. Madbouly and J. U. Otaigbe. « Broadband Dielectric Spectroscopy of Nanostructured Maleated Polypropylene/Polycarbonate Blends Prepared by In Situ Polymerization and Compatibilization », . s.l. : Polymer Journal,, 2007. Vol. 48, (2007), pp 40974107..

[69]. M.M., Cross. , “Rheology of Non-Newtonian Fluids. A new flow equation for pseudo- plastic systems”, . s.l. : Journal of Colloid Sciences, 1965. , 20: 417-437, (1965)..

[70]. Bouldin, M., Kulicke, W., Kehler, H.,. “Prediction of the Non-Newtonian Viscosity and Shear Stability of Polymer Solutions”,. s.l. : Coll. Polym. Sci., V.266, N° 9, , 1988. 793- 805.

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

[72]. Levitt D., Pope G.A. Selection and screening of polymers for enhanced-oil recovery, in: SPE Symposium on Improved Oil Recovery, . s.l. : Society of Petroleum Engineers , 2008.

[73]. R. Ndjouenkeu., J. O. A. Gbemeloluwa., B. Oguntimein. Emulsifying properties of three African food hydrocolloids: okra (*Hibiscus esculentus*), dika nut (*Irvingia gabonensis*), and klan (*Belschmiedia sp.*). s.l. : Plant Foods for Human Nutrition. , vol 51, pp245-255, .

[74]. Daripa., P. An optimal viscosity profile in enhanced oil recovery by polymer flooding. . s.l. : International Journal of Engineering Science, 2004. , vol 42, pp 2029-2039.

[75]. PETERA, Benjamin. Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladodes de *Cereus triangularis*. s.l. : UNIVERSITE D'AUVERGNE, 02 décembre 2016. 236

ANNEXES

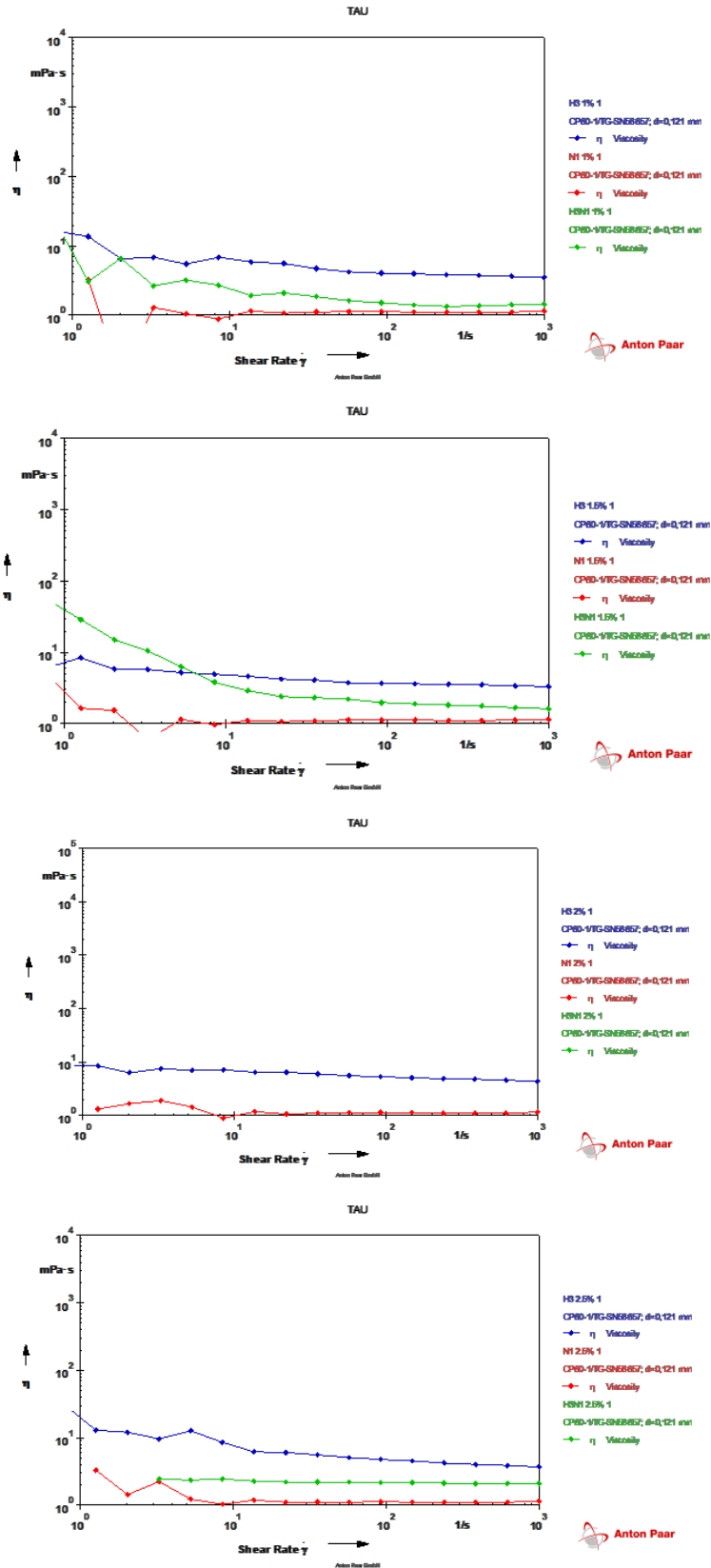


Figure : Etude rhéologique des gels H3, N1 et le mélange H3N1 à différentes concentrations en sel.

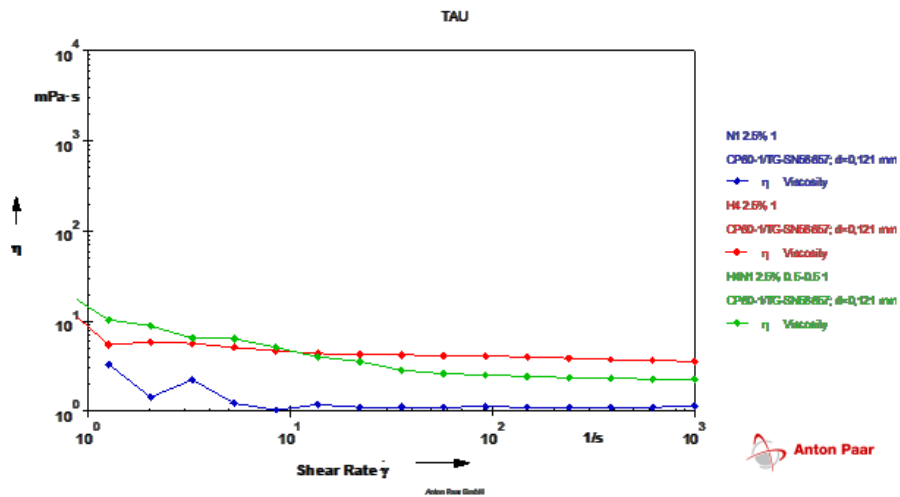


Figure : variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour mélange H4N1 à 2.5% en sel.

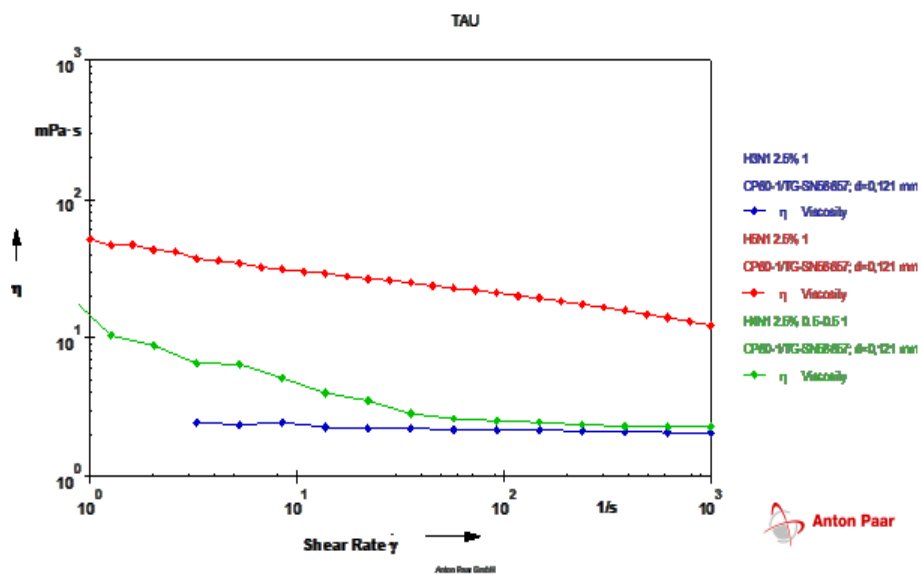
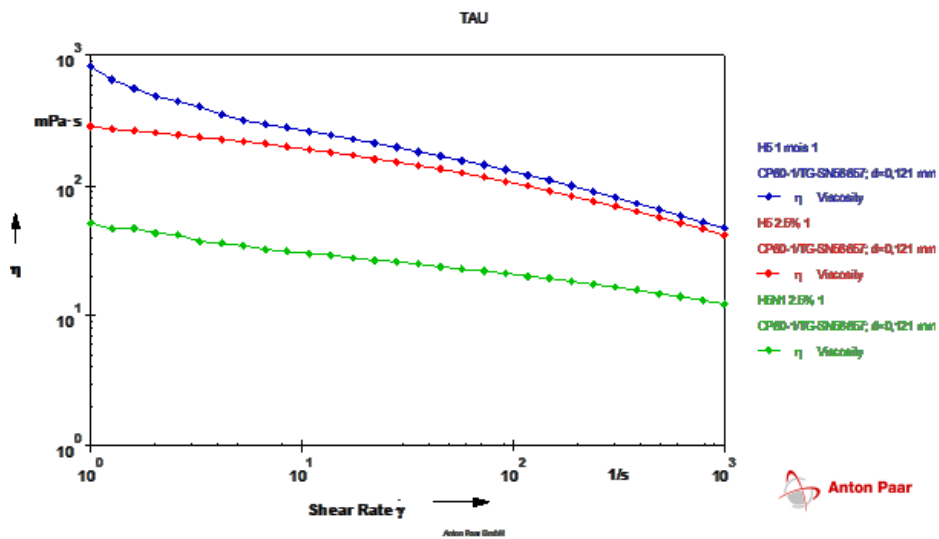


Figure: variation de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour les mélanges H3N1, H4N1 et H5N1 à 2.5% en sel.

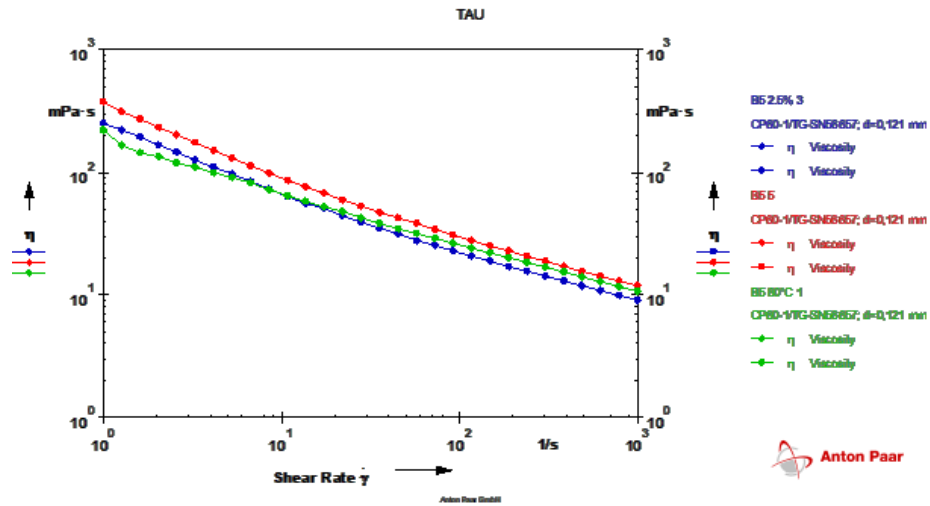


Figure: effet de sel et température sur le biopolymère à 10000 ppm.

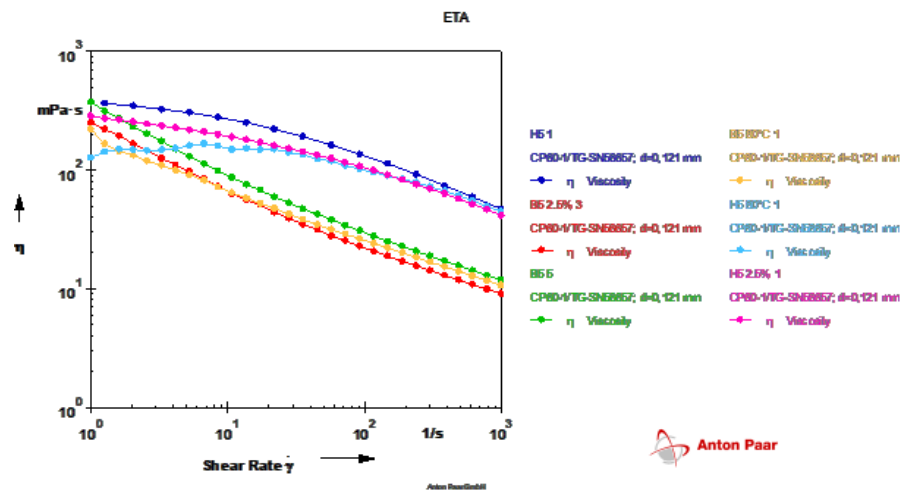


Figure : courbes d'écoulement exprimant l'effet de sel et température sur le biopolymère et le HEC à 10000 ppm

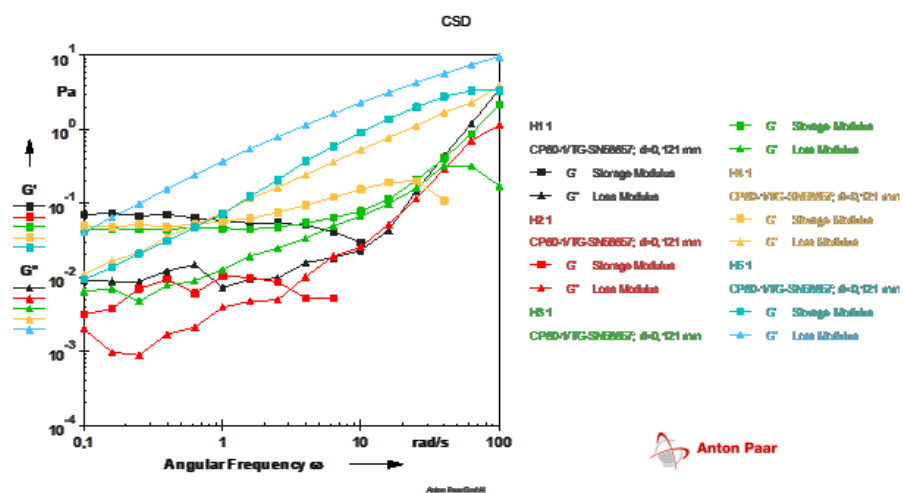


Figure : variation des modules de perte et module de conservation en fonction du taux de déformation pour différentes concentrations en HEC

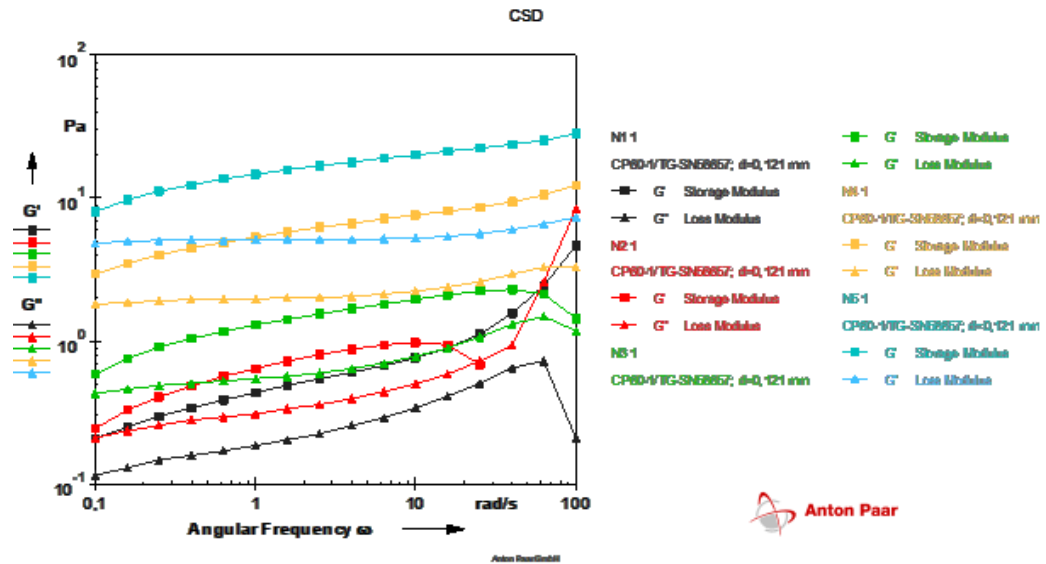


Figure: variation des modules de perte et module de conservation en fonction du taux de déformation pour différentes concentrations en HPAM.

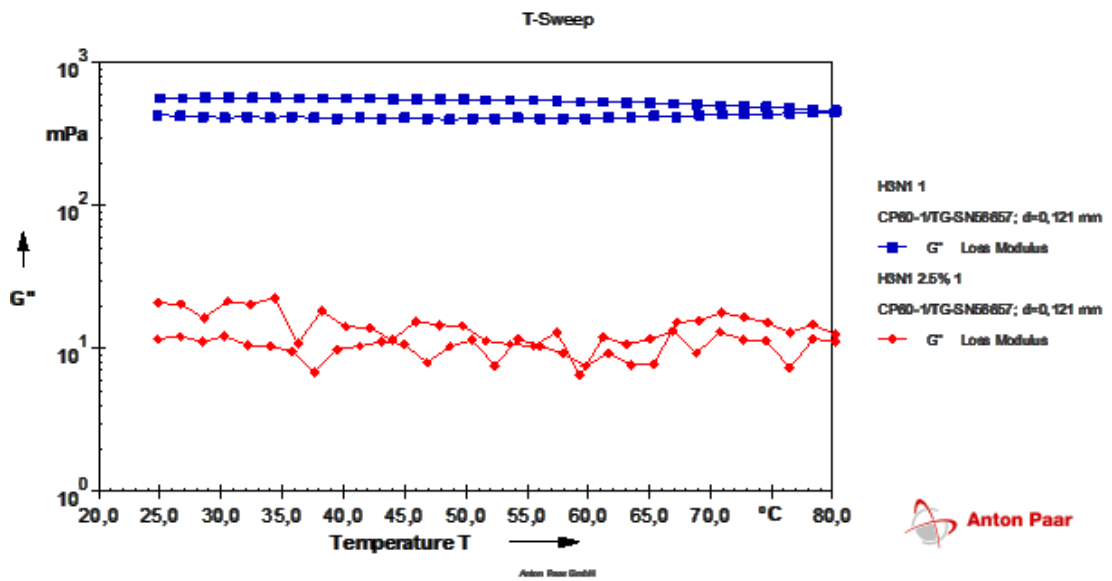
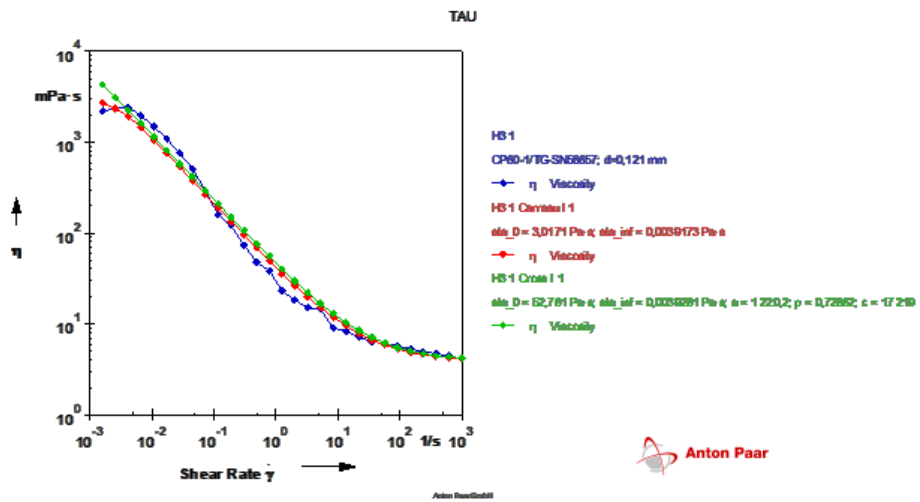
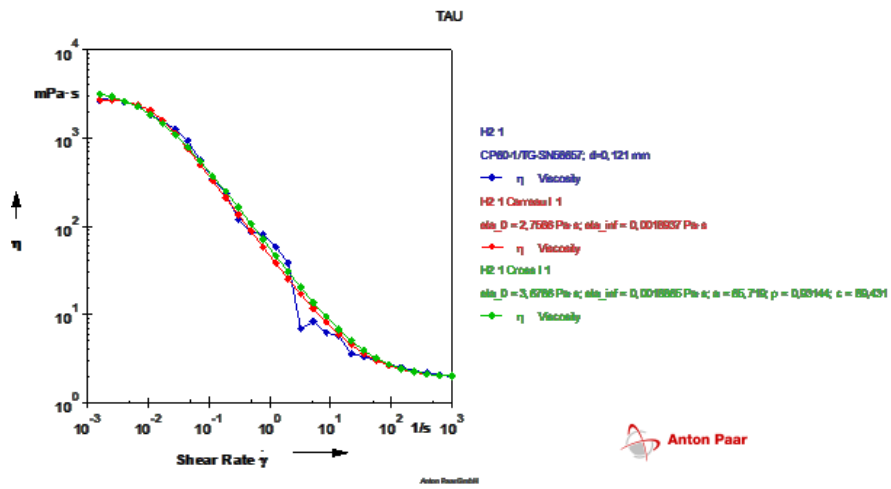
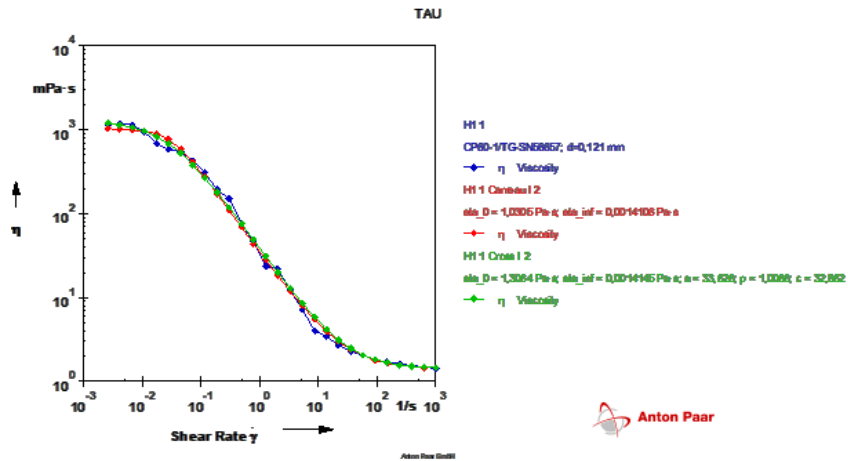


Figure: Rampe de température du mélange H3N1 en présence et en absence de sel.



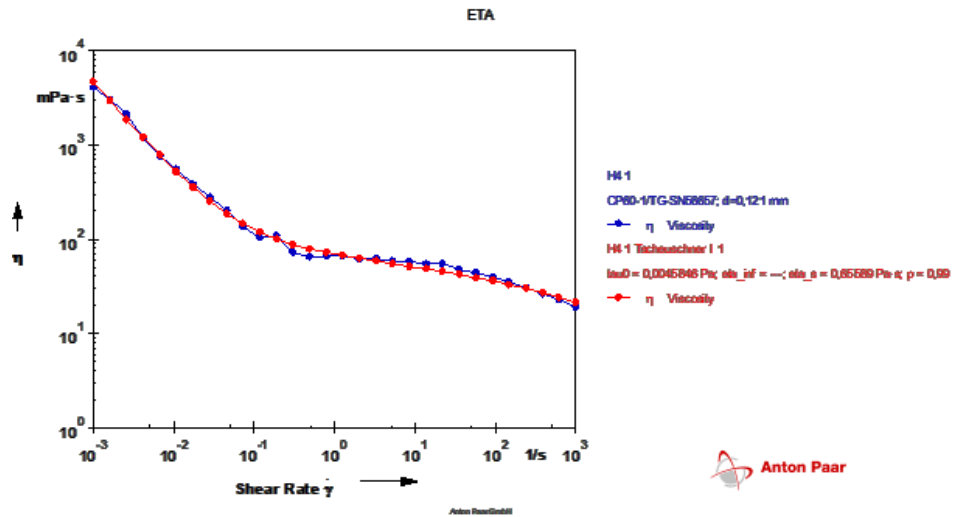
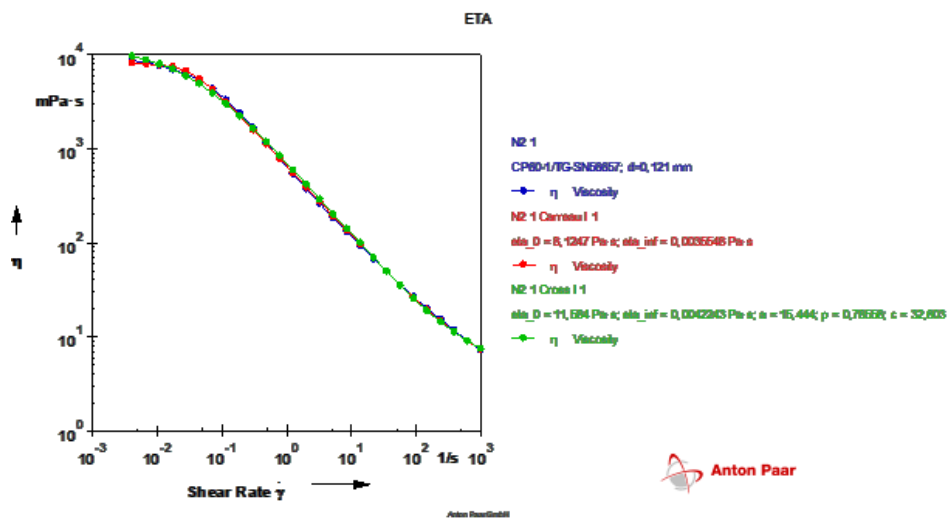
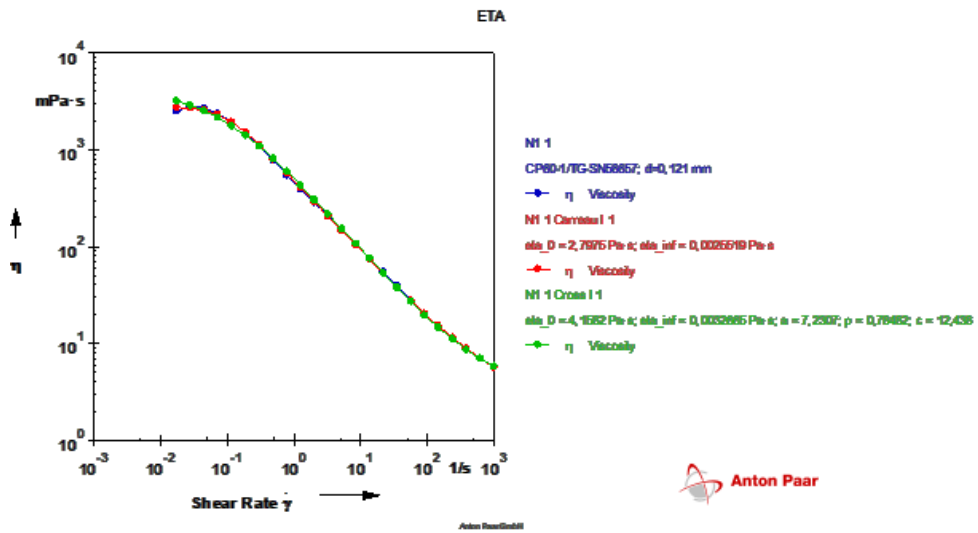


Figure : modélisation des courbes du polymère HEC à différentes concentrations.



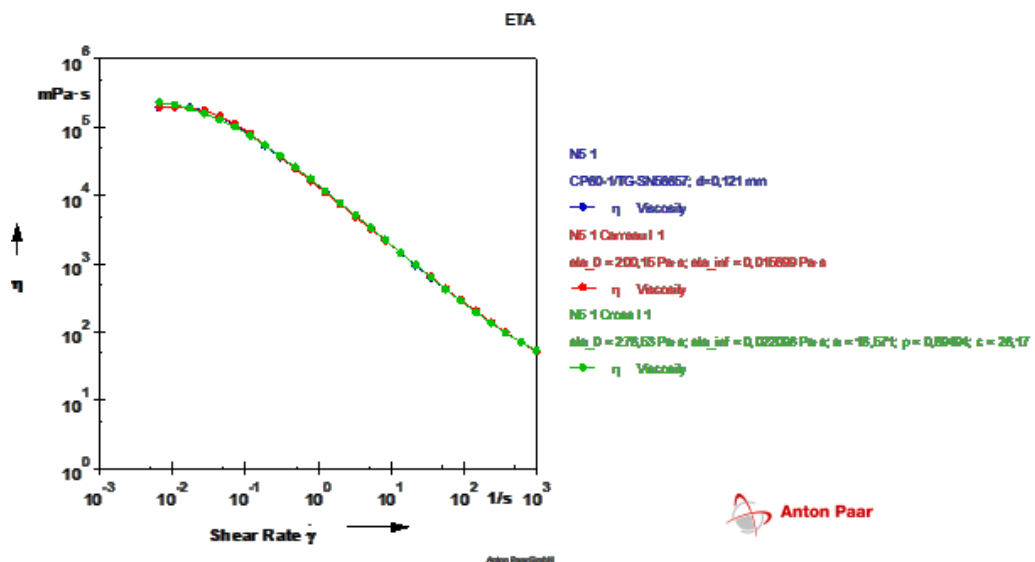
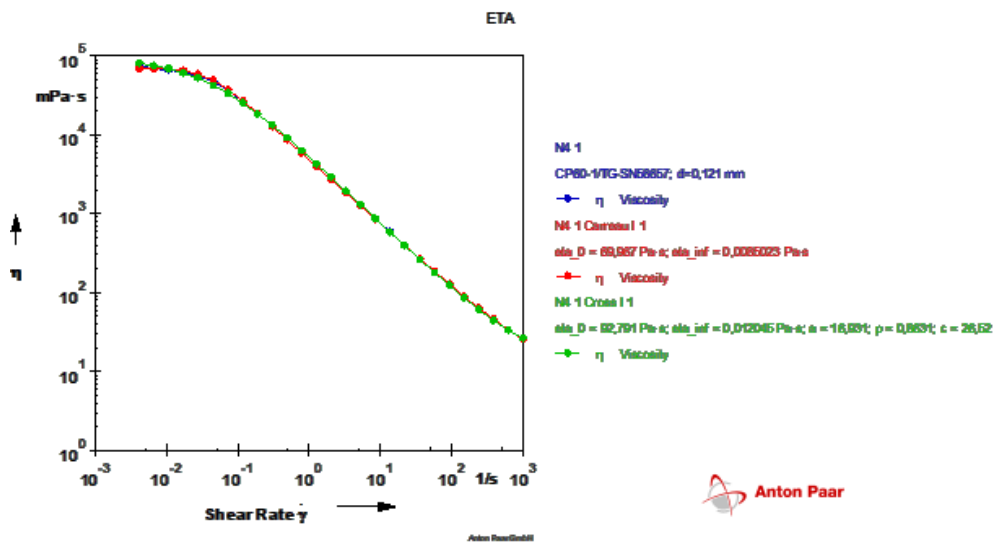
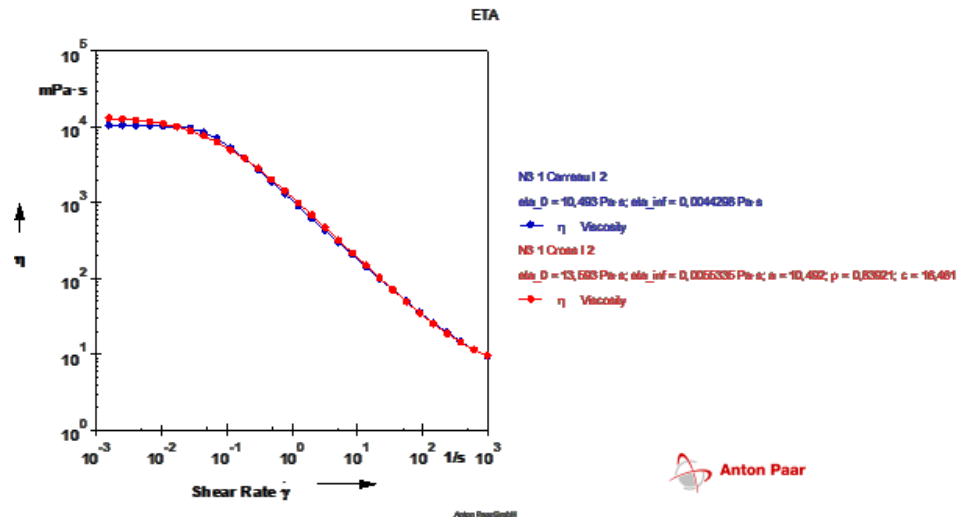
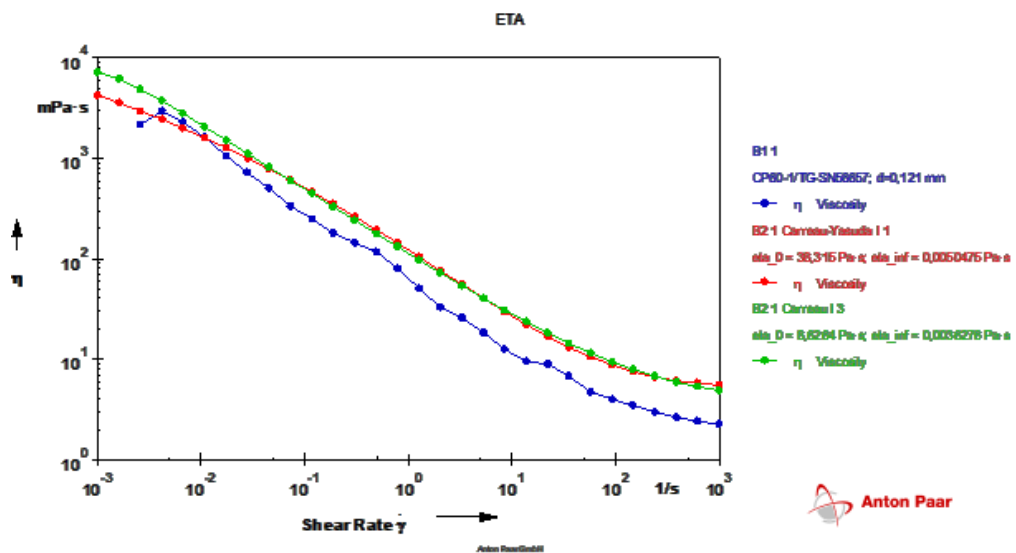
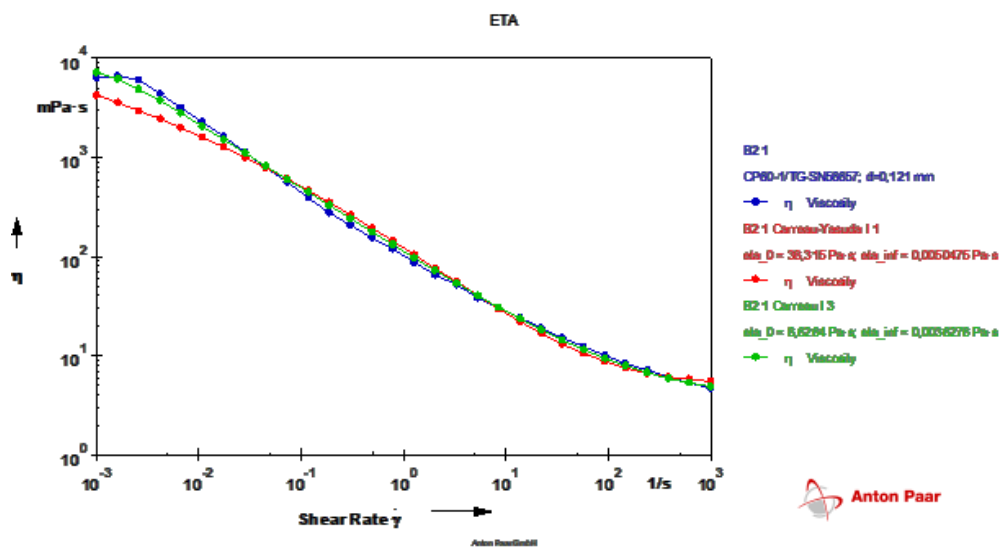
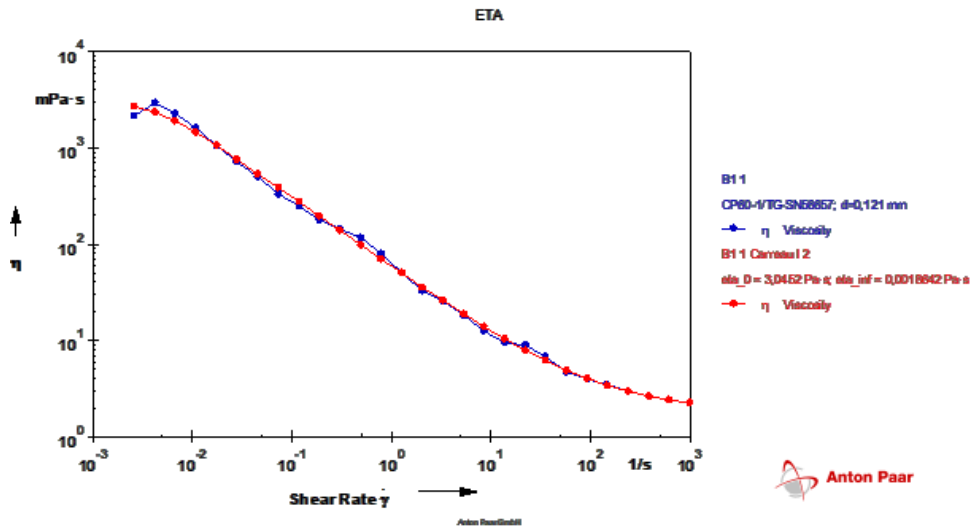


Figure : modélisation des courbes du polymère HPAM à différentes concentrations.



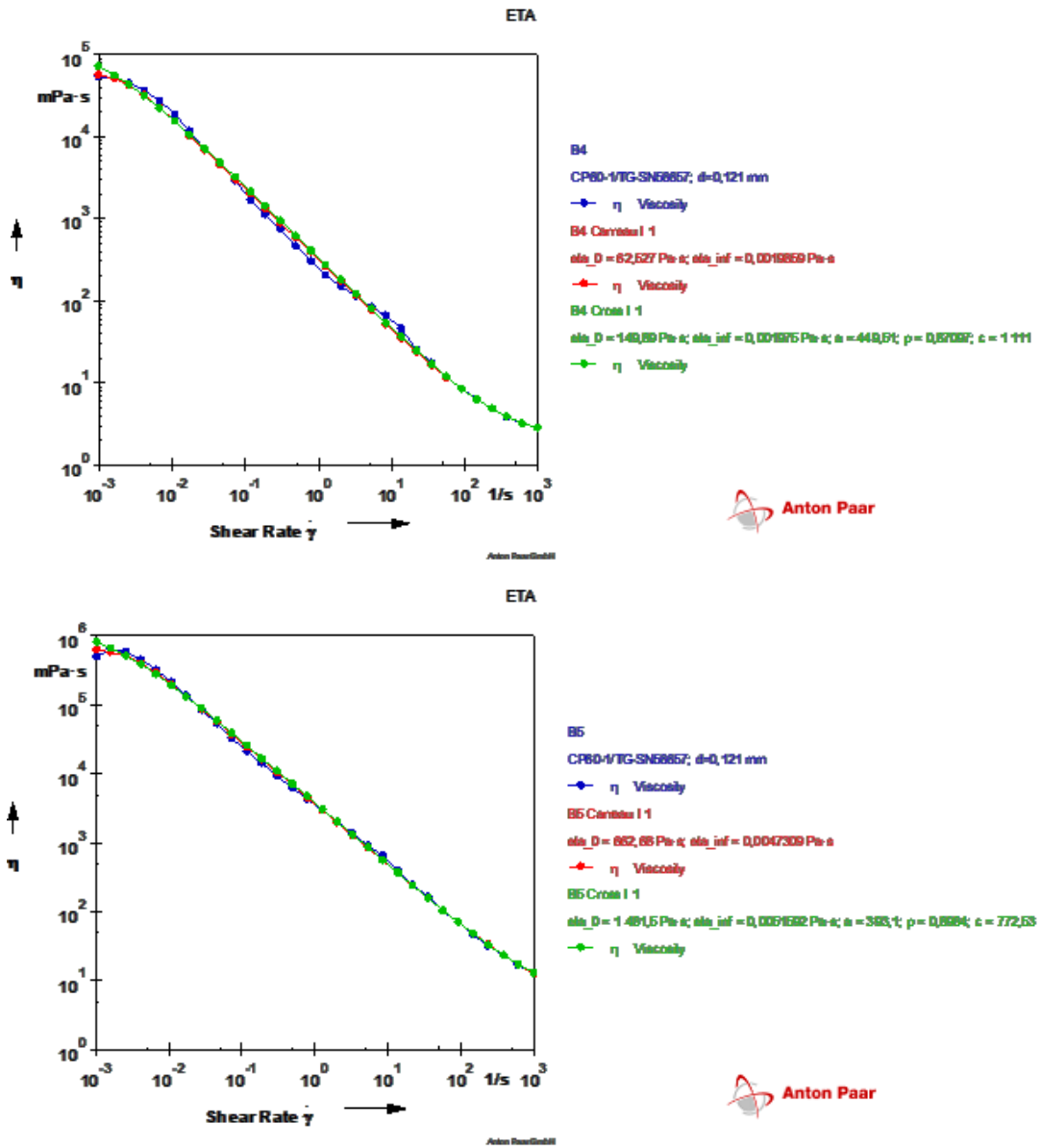
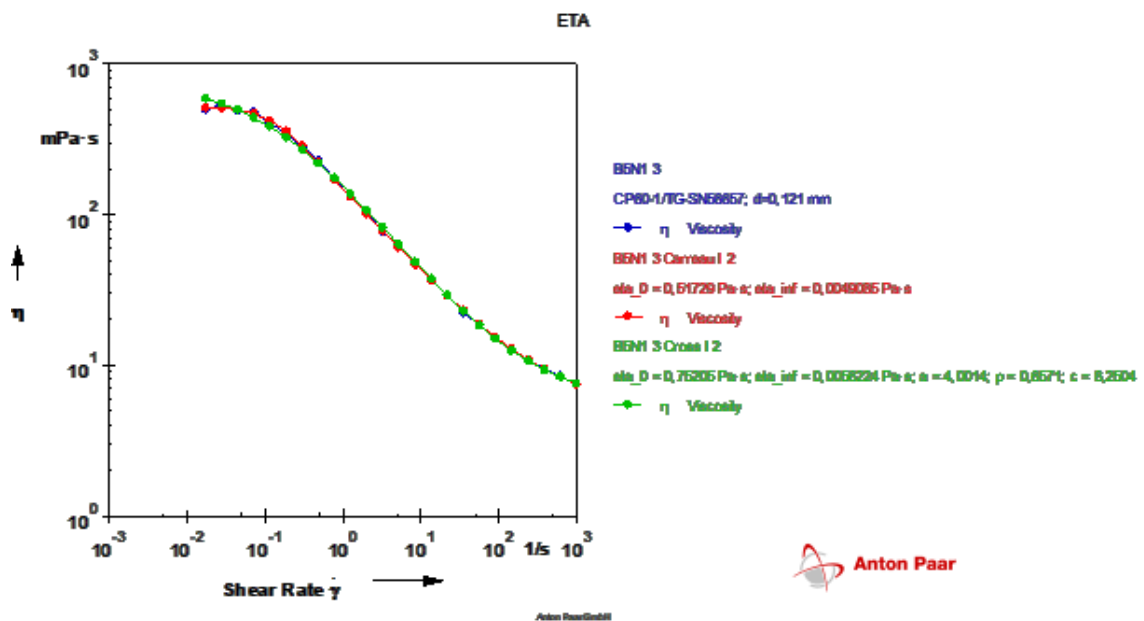
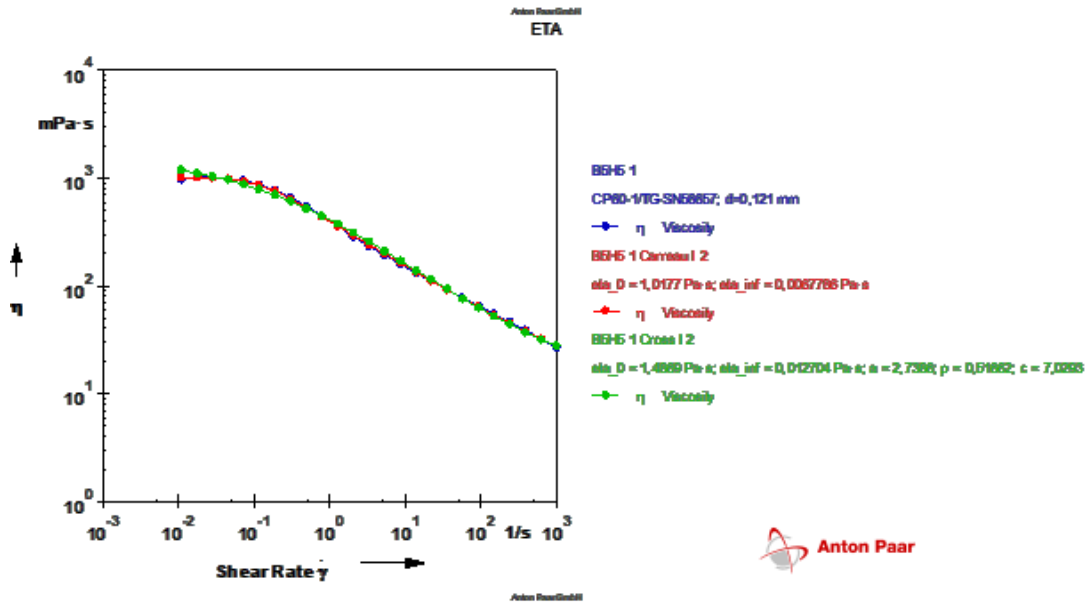
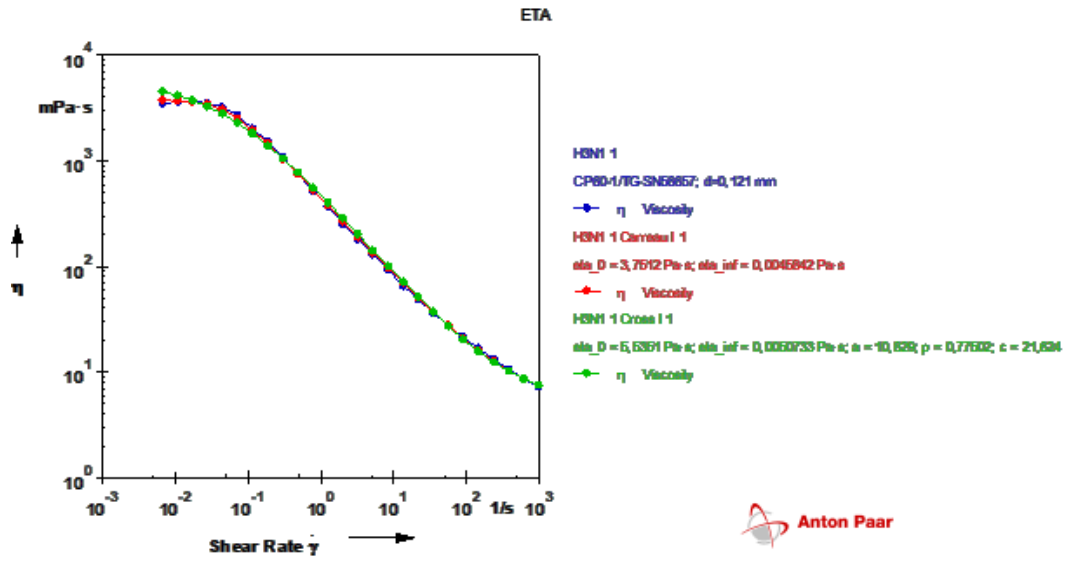


Figure : modélisation des courbes du polysaccharide extrait à différentes concentrations.



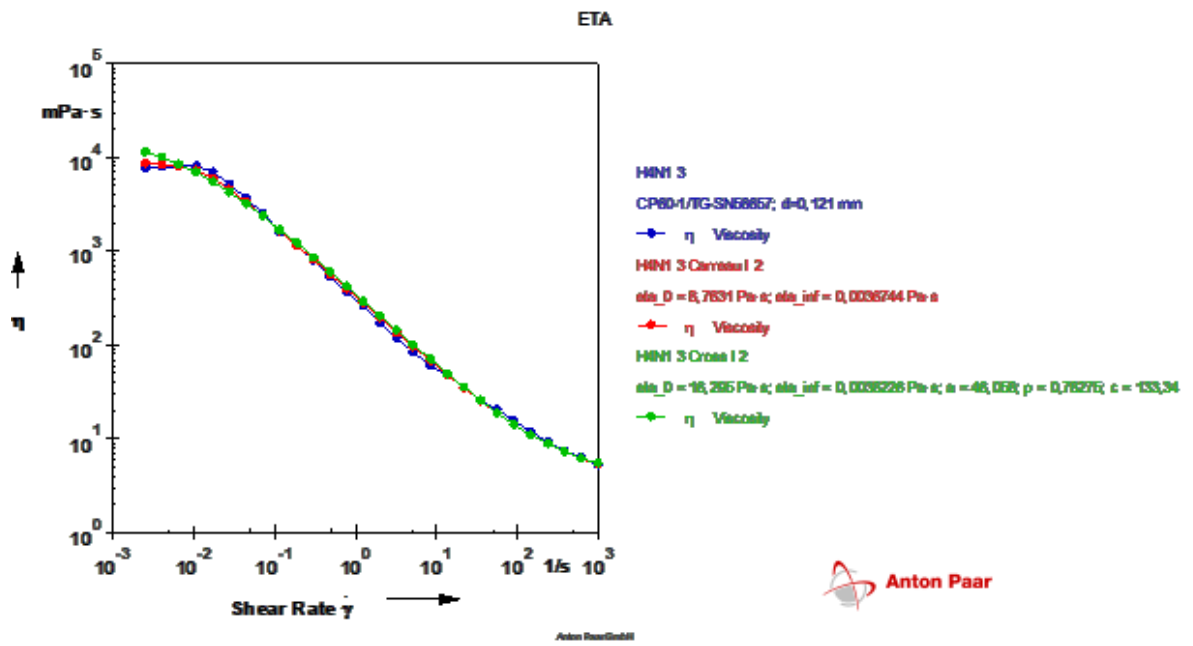


Figure : modélisation des courbes des mélanges H5N1, B5H5, B5N1 et H4N1.