

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie des polymères

Intitulé du mémoire

**Etude rhéologique de gel extrait du cactus
« Opuntia ficus indica »**

Présenté par :

BOUMESHED Asma

KIDAD Feriel

Encadré par :

DJEDRI Safia

USDB

Année universitaire 2019/2020

Remerciements

Tous d'abord nous remercions **ALLAH** de nous avoir donné le courage et la volonté pour achever ce travail.

Nous remercions nos très chers **parents** pour leurs soutiens et leurs prières.

Nous tenons à remercier notre promotrice **M^{me} DJADRI Safia** pour le temps qu'elle a consacré et les précieuses informations, les critiques et les encouragements.

Nous tenons également à exprimer nos profondes gratitude et nos remerciements les plus respectueux à notre doctorante **M^{me} BOURKAIB Camila** pour son énorme soutien tout au long de la période du projet.

Nous adressons aussi nos sincères remerciements à tous les professeurs, aux jurys pour avoir bien voulu examiner et juger ce travail.

Nous remercions aussi nos **Amis** et tous ceux qui nous ont aidés à la réalisation de ce modeste mémoire.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire :

A mon cher père

A ma chère mère

Qui ont été toujours là pour moi, qui n'ont jamais cessé, des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A ma sœur et mon frère

Qui ont été présents à me donner le soutien moral et les conseils avantageux.

A ma cousine

Qui m'a arrosé de tendresse et d'espoirs.

A mes grands parents

A qui je souhaite une bonne santé.

A mon amie et binôme « Asma » pour sa sympathie, son amitié et son soutien aussi.

A tous mes amis qui m'ont encouragé et à qui je souhaite plus de succès.

Feriel

Dédicaces

Je dédie se modeste travail

A mes parents

Qui m'ont soutenu et encouragé et aujourd'hui je mets entre leurs deux mains le fruit de longues années d'études et de longs jours d'apprentissage.

A mes sœurs

Ceux qui ont partagé avec moi tout les moments d'émotion lors de la réalisation de ce travail.

A mon frère et sa femme

Qui n'ont pas cessée de me conseiller et encourager tout au long de mes études .que dieu les protège et leurs offre la chance et le bonheur.

A mes amis

Intissar, Maroua, Islam et a qui je souhaite plus de succès et de la réussite.

A mes cousins et mes cousines

Pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.

Son oublier mon binôme *Feriel* pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet et surtout son amitié.

Asma

Résumé

Dans le cadre de ce mémoire nous sommes intéressés à l'étude de la synergie entre deux polymères l'un d'origine synthétique (HPAM) et l'autre d'origine naturel (gel d'OFI). A cet effet, notre travail consiste à faire une extraction et caractérisation du mucilage d'OFI, caractérisation rhéologique du mélange gel de cactus/HPAM et une Comparaison des résultats rhéologiques du mélange gel de cactus/HPAM avec celle de polymères synthétiques dans le but d'avoir les mêmes propriétés. Les principaux résultats ont montré que le gel obtenu est un liquide d'apparence visqueuse sans couleur ni odeur ainsi qu'il se comporte comme un fluide non newtonien, plastique rhéofluidifiant.

ملخص :

في ظل هذه الاطروحة ، نحن مهتمون بدراسة التآزر بين بوليمرين ، أحدهما من أصل اصطناعي (HPAM) والآخر من أصل طبيعي (هلام OFI) تحقيقا لهذه الغاية ، يتمثل عملنا في استخراج وتوصيف الصمغ OFI ، والتوصيف الريولوجي لخليط هلام الصبار / HPAM ومقارنة النتائج الريولوجية لمزيج هلام الصبار / HPAM مع الخصائص الموجودة في البوليمرات الاصطناعية . أظهرت النتائج الرئيسية أن الجل الذي تم الحصول عليه هو سائل ذو مظهر لزج بدون لون أو رائحة وأنه يتصرف مثل سائل غير نيوتوني ، من البلاستيك المُخفف للقص.

Abstract :

As part of this thesis we are interested in the study of the synergy between two polymers, one of synthetic origin (HPAM) and the other of natural origin (OFI gel). To this end, our work consists in extracting and characterizing the OFI mucilage, rheological characterization of the cactus gel / HPAM mixture and a Comparison of the rheological results of the cactus gel / HPAM mixture with that of synthetic polymers in order to 'have the same properties. The main results have shown that the gel obtained is a liquid of viscous appearance without color or odor and that it behaves like a non-Newtonian fluid, shear-thinning plastic.

Table des matières

Liste des figures.....	i
Liste des tableaux	iii
Liste des Abréviations	iv
Introduction générale.....	1

Chapitre I : Partie Bibliographique

I.1. Généralité sur les polymères	2
I.1.1 Définition d'un polymère	2
I.1.2. Les types de polymère.....	2
I.1.2.1 <i>le nombre de monomères</i>	2
I.1.2.2 <i>l'ordre moléculaire</i>	3
I.1.2.3 <i>l'architecture</i>	3
I.1.2.4 <i>Les éléments du squelette macromoléculaire</i>	4
I.1.2.5 <i>L'origine des macromolécules</i>	4
I.1.2.6 <i>Les propriétés thermomécaniques</i>	4
I.1.3 Domaine d'utilisation de polymères	5
I.1.4 Les polysaccharides.....	5
I.1.5 Présentation du HPAM	6
I.1.5.1 Caractéristiques du HPAM	7
I.1.5.2 Le principe de fonctionnement du HPAM	7
I.1.5.3 Applications du HPAM	7
I.2. Généralité sur l'OFI	8
I.2.1 Description D'OFI	8
I.2.2 Intérêt et utilisation d'OFI	10
I.2.3 Le Mucilage	11
I.2.3.1 composition chimique du mucilage	11
I.2.3.2 Propriétés du mucilage	12
I.2.3.3 Domaines d'applications du mucilage	12
I.3. Rhéologie des polymères	13
I.4. Mélange des polymères	15
I.4.1 Définition	16
I.4.2 Intérêt des mélanges de polymères.....	16
I.4.3 Types des mélanges de polymères	17
I.4.3.1 <i>Mélange miscible</i>	17
I.4.3.2 <i>Mélange de polymères partiellement miscible</i>	17
I.4.3.3 <i>Mélanges de polymères totalement incompatibles</i>	17
I.4.3.4 <i>Mélange de polymères compatibles</i>	18

I.4.4. Thermodynamique des mélanges de polymères	18
I.4.5. Comptabilisation des mélanges de polymères	19
I.4.5.1 Objectifs de la compatibilisation	19
I.4.5.2 Les méthodes de la comptabilisation	19
I.4.5.2.1 <i>La comptabilisation non réactive</i>	19
I.4.5.2.2 <i>La comptabilisation réactive</i>	20
I.4.6. Rhéologie des mélanges de polymères	20

Chapitre II : Partie Expérimentale

II.1 Analyses effectuées au laboratoire	23
II.1.1 Matériels et méthodes utilisés	23
II.1.1.1 Préparation du mucilage de cactus (OFI)	23
II.1.1.1.1 Préparation préliminaire de la matière première	23
II.1.1.1.2 Méthode d'extraction	23
II.1.1.2 Caractérisation rhéologiques	25
II.1.1.2.1 Appareillage utilisés	25
II.1.1.2.2 Analyses Rhéologique effectuées	26
II.1.2. Résultats et discussions	28
II.1.2.1 Aspect physique du gel	28
II.1.2.2 Test d'écoulement	28
II.1.2.3 choix de modèle rhéologique	29

Synthèse bibliographique

Exploitation d'articles	30
Conclusion générale	44
Références Bibliographique.....	45

Liste des figures

Figure I.1. Représentation schématique d'un monomère, macromolécule, polymère.	2
Figure I.2. Les types de copolymère.	3
Figure I.3. Représentation schématique de l'architecture des polymères	3
Figure I.4. Représentation schématique des polysaccharides.....	6
Figure I.5. poudre de HPAM.....	6
Figure I.6. Structure chimique du HPAM.	6
Figure I.7. Représentation de la plante opuntia ficus-indica.	9
Figure I.8. Coupe transversale d'une cladode d'OFI. (A) cellules du chlorenchyme (B) cellules du parenchyme..	11
Figure I.9. Structure du mucilage d'opuntia ficus indica.	12
Figure I.10. Les différentes régions du spectre viscoélastique des fluides non-Newtoniens. ...	13
Figure I.11. Interdépendance dans la nomenclature des mélanges polymères.....	17
Figure II.1. Description des différentes étapes d'extraction du gel de cactus (OFI).	24
Figure II.2. Système de mesure plan-plan	25
Figure II.3. Rhéomètre ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302.....	26
Figure II.4. Représentation de l'aspect physique du mucilage de cactus d'OFI	28
Figure II.5. Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à T=20°C	29
Figure II.6 : rendement Extraction du mucilage des cladodes nopaux à trois stades de maturité différents.....	30
Figure II.7 : Spectres FT-IR du mucilage de cladodes nopal à 50 jours de maturité, 100 jours de maturité et 150 jours de maturité.....	31
Figure II.8: Modèles de diffraction de mucilage à trois stades de maturité différents.....	32
Figure II.9 : Mesure de la viscosité à cisaillement régulier des suspensions de mucilage à trois étapes différentes (50, 100 à 150 jours) et à trois concentrations différentes (1, 3, 5%).....	32
Figure II.10: (a) Viscosité et (b) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des dilutions avec de l'eau distillée (à 23° C).	34
Figure II.11: (a) Viscosité et (b) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des dilutions avec SPW (à 23 ° C).....	34
Figure II.12 : Concentration critique de chevauchement (c^*) pour les fluides préparés avec: (a) de l'eau distillée et (b) du SPW (à 23 ° C).....	35
Figure II.13: Test de balayage de fréquence pour (a) des fluides sans sels et (b) des fluides formulés avec SPW, tous deux à 23 ° C.....	36
Figure II.14: Facteur d'amélioration de la viscosité en fonction du pourcentage en poids de Xanthane. ($t = 25 \text{ ° C}$; $C \text{ NaCl} = 0,2 \text{ mol L}^{-1}$).....	38
Figure II.15 Facteur d'amélioration de la viscosité en fonction du pourcentage en poids de	

gomme de xanthane sous différents taux de cisaillement. (25°C, C p =2000 mg L -1, C NaCl = 0,2 mol. L -1).....	39
Figure II.16 : Dépendance de G ' et G ' ' sur la fréquence angulaire (T = 25 ° C, C = 2000 mg.L -1, C NaCl = 0,2 mol L -1, M w = 2,3 × 10 7 g mol -1).....	40
Figure II.17 : La dépendance de la viscosité apparente η, du taux de cisaillement (T = 25 °C, C= 2000 mg L -1, C NaCl = 0,2 mol L -1, M w = 2,3 × 10 7 gmol-1).....	40
La Figure II.18 : La dépendance de la viscosité apparente η du taux de cisaillement, (a) HPAM, (b) XG, (c) solution de mélange (80% XG) (C = 2000 mg L -1, M w = 2,3×107 g mol -1, 25°C).....	41

Liste des tableaux

Tableau I.1. Caractéristiques du HPAM.....	7
Tableau I.2. Fiche technique sur l'OFI.....	9

Liste des symboles :

C^* : Concentration critique de chevauchement.

C_p : pourcentage en poids.

G_M : Modèle MAXWELL

G' : Module élastique.

G'' : Module visqueux.

K : Constante de Boltzman.

R^2 : Coefficient de corrélation.

T : Température.

W : Nombre de complexions.

Log : logarithme.

Variables grecques :

γ : Vitesse de cisaillement.

τ : Contrainte de cisaillement.

η_0 : viscosité à cisaillement nul.

η_∞ : Viscosité infini.

ω : Pulsation.

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

η : Viscosité Dynamique.

μ : Viscosité cinématique.

λ : temps caractéristique de relaxation.

$\Delta G_{\text{mél}}$: l'enthalpie libre de mélange.

$\Delta S_{\text{mél}}$: l'entropie de mélange.

$\Delta H_{\text{mél}}$: l'enthalpie de mélange.

Unités :

$^{\circ}\text{C}$: Degrés Celsius.

cm : centimètre.

h : heure.

kPa : kilo pascal.

L : litre.

m²/s : mètre carré. Seconde.

mm : millimètre.

ml : millilitre.

min : minute.

mPa : mili pascal.

Pa.s : Pascal. Seconde.

Pa : Pascal.

Ppm : partie par million

s⁻¹ : seconde moins un.

t_r : Tour.

Abréviations :

DH : Degré d'hydrolyse.

DRX : Diffraction des rayons X.

GE : Extrait gélifiant.

HPAM : Polyacrylamide partiellement hydrolysé.

IRTF : Spectroscopie infrarouge à transformée de fourier.

NE : Extrait non gélifiant.

OFI : Opuntia Ficus Indica.

XG : Xanthane.

Introduction générale

Les études menées sur les polymères ont montré qu'ils pouvaient avoir de nouveaux matériaux avec des propriétés et d'avantages plus importants. Parmi ces nouveaux matériaux, les mélanges de polymères et les biopolymères hydrosoluble constituent actuellement, un point fort de l'innovation et du développement dans le domaine de l'industrie. Si les mélanges de polymères ont pris une si grande importance dans la vie quotidienne, c'est en raison de leurs très grande diversité, de leurs faible prix de revient et de leurs légèreté par rapport aux matériaux traditionnels qu'ils offrent une palette de propriétés quasi infinie [1].

Les polysaccharides sont des polymères de la famille des glucides constitués de plusieurs oses liés entre eux par des liaisons osidiques. Les polysaccharides extraits de plantes sont une source importante d'additifs pour plusieurs industries, en particulier pour l'industrie alimentaire. Ces polymères ont l'avantage d'être considérés comme totalement naturels pour de nombreux consommateurs. Beaucoup de ces polysaccharides, comme ceux de la famille des cactacées, ont été utilisés pour modifier les propriétés rhéologiques de certains produits [2]. Dans notre recherche on a extrait notre biopolymère des cladodes de cactus du type *Opuntia ficus indica*.

Notre travail porte essentiellement sur les objectifs suivants :

- Extraction et caractérisation du mucilage d'OFI.
- Caractérisation rhéologique du mélange gel de cactus/HPAM.
- Comparaison des résultats rhéologiques du mélange gel de cactus/HPAM avec celle de polymères synthétiques dans le but d'avoir les mêmes propriétés.

Le présent travail est reparti en deux parties :

- La première partie est relative à la partie théorique, elle est consacrée à une recherche théorique sur les polymères, leurs types et leurs propriétés ainsi que leurs utilisations. Aussi un bref aperçu sur l'OFI et son mucilage et sur la rhéologie des polymères fera l'objet de cette partie théorique.
- La deuxième partie est relative à la partie expérimentale, elle est divisée en deux parties : la première comporte notre travail au laboratoire avec la description des matériels et méthodes utilisées ainsi que les résultats obtenus et leurs interprétations.
- la deuxième partie de notre mémoire représente une exploitation d'articles des travaux intérieurs.

Chapitre 1 :

Partie Bibliographique

I.1.Généralité sur les polymères

Les polymères, sont indissociables de notre environnement et de notre vie pratique. Ils se sont imposés dans tous les domaines de nos activités: des objets les plus banals jusqu'à des applications techniques sophistiquées, en passant par leur utilisation dans les produits d'hygiène ou alimentaires [3].

I.1.1.Définition d'un polymère

En chimie et biologie, un polymère est une molécule constituée d'une chaîne de molécules semblables, appelées monomères ; un polymère est une macromolécule résultant de l'assemblage de nombreux motifs identiques (monomères), un composé chimique avec des unités structurales répétitives (Figure I.1) [4]. La chimie du carbone étant très adaptée à la création de longues chaînes atomiques, les polymères appartiennent aux espèces chimiques dites organiques, c'est à dire principalement constituées de carbone, d'hydrogène, d'oxygène et d'azote, à la base de la chimie du vivant. Certains polymères sont hydrosolubles quand d'autres sont hydrophiles et d'autres encore sont liposolubles. Les polymères ont des poids moléculaires élevés.

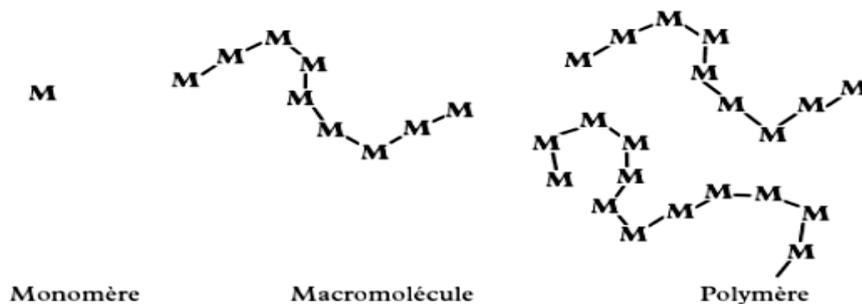


Figure I.1 : Représentation schématique d'un monomère, macromolécule, polymère [5].

I.1.2.Les types de polymère

Il existe Plusieurs façons pour classer les polymères selon :

I.1.2.1 le nombre de monomères:

- **Homopolymères:** un seul monomère utilisé.
- **Copolymères:** deux ou plus de monomères utilisés (Figure I.2) [6].

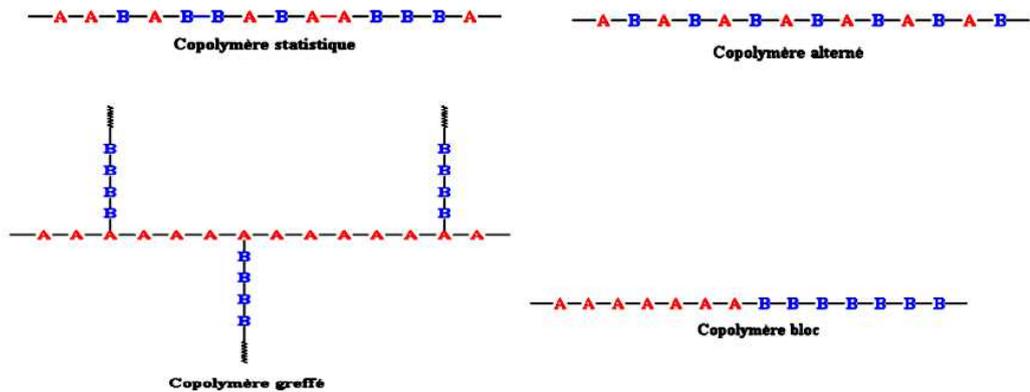


Figure I.2 : Les types de copolymère [6].

I.1.2.2 l'ordre moléculaire:

- **Polymères amorphes:** organisation des chaînes désordonnée.
- **Polymères cristallins:** organisation des chaînes ordonnée [6].

I.1.2.3 l'architecture:

- **Polymère linéaire :** Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. [7]
- **Polymère ramifié :** Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes au cours de la polymérisation. Au dessus de la température de transition vitreuse, ces matériaux présenteront comportement visqueux plus marqué que les polymères linéaires. [7]
- **Polymère réticulé:** La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau (Figure I.3) [7].

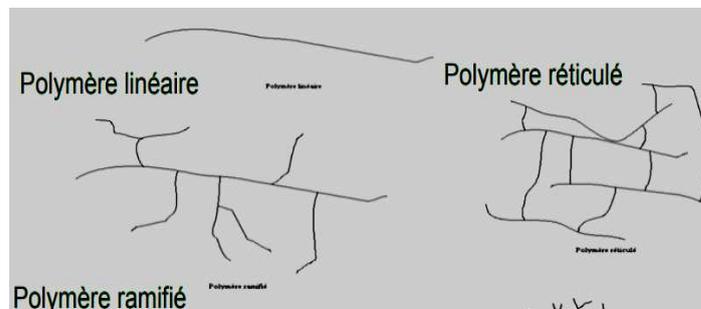


Figure I.3 : Représentation schématique de l'architecture des polymères [6].

I.1.2.4 Les éléments du squelette macromoléculaire:

- **Les polymères organiques** : obtenus à partir de monomères carbonés
- **Les polymères inorganiques** : obtenus à partir des autres monomères principalement des dérivés du silicium, de l'aluminium, ... [7].

I.1.2.5 L'origine des macromolécules:

- **Les polymères naturels**: La nature produit des polymères depuis toujours, on les trouve dans le bois et les végétaux sous forme de cellulose et d'amidon (les polysaccharides en général), dans les cheveux, les ongles, etc. L'ADN, les protéines, le collagène, la soie, le caoutchouc naturel ou le latex ..., sont des exemples de polymères constitutifs du monde vivant. [3]
- **Les polymères artificiels** : qui résultent de la modification chimique effectuée par l'homme de macromolécules naturelles sans altération profonde de la structure du squelette. Par exemple la cellulose nitrosée forme suivant le taux de nitrosation des matières plastiques, des peintures ... [7]
- **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 [3].

I.1.2.6 Les propriétés thermomécaniques:

- **Les thermoplastiques (thermoplastes)** : sont des solides généralement solubles, formés de chaînes linéaires ou ramifiées, liées entre elles par des seules liaisons secondaires et mis en forme par chauffage et refroidissement. Cette propriété permet leur recyclage. [5,8]
- **Les thermodurcissables (thermostables)** : sont des solides rigides, dénaturés plutôt que fondus par une élévation excessive de la température. Ils sont constitués d'un réseau réticulé très serré. La faible distance entre points de réticulation n'autorise aucune élasticité particulière. Leurs réactions avec la température n'est pas réversible, ce qui rend leur recyclage plus difficile. [8,9]
- **Les élastomères (matériaux caoutchoutiques)** : sont des solides souples et gonflables formés de chaînes peu compactées et très mobiles ; pour assurer une stabilité de forme indispensable et prévenir une souplesse excessive. Les caoutchoucs sont généralement réticulés. [8]

I.1.3. Domaine d'utilisation de polymères [10] :

Les polymères ont envahi tous les domaines de notre vie quotidienne. C'est pourquoi les exemples ci-dessous n'offrent qu'une vue très partielle de la réalité :

- vêtements et textiles : fibres textiles naturelles et synthétiques, non tissés, skaï, simili cuir ;
- maroquinerie- chaussure : skaï, simili cuir, mousses isolantes ;
- ameublement : skaï, simili cuir, colles, vernis, mousses
- articles ménagers : tupperware, poubelles, seaux, vaisselle ;
- sports-loisirs : cannes à pêche, coques de bateaux, piscines, bandes magnétiques, DVD ;
- emballage alimentaire (bouteilles, pots de yaourt, briques de lait, boîtes à œufs) ou industriel (flacons de détergents, sachets et sacs, casiers, sacs poubelles) ;
- transports et en particulier l'automobile (boucliers, carrosserie, optiques, planches de bord, habillage intérieur, réservoirs d'essence) ;
- industrie électrique et électronique : boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs ;
- industrie chimique : tuyauteries, cuves, revêtements ;
- bâtiment-travaux publics : peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries, géotextiles ;
- agriculture : irrigation, arrosage, serres, bâches ;
- hygiène : verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier (seringues, poches, tubes pour transfusion), couches.
- Industrie pétrochimique : récupération assistée du pétrole ;

I.1.4. Les polysaccharides :

Les polysaccharides sont des polymères d'unités de monosaccharides et leur nombre, et degré de polymérisation, varient selon la source. Plusieurs facteurs influencent la structure des polysaccharides. La nature des unités de base (monosaccharides), la liaison glycosidique, les groupements fonctionnels (carboxyle, sulfate, etc.) et le poids moléculaire influencent directement les propriétés des polysaccharides.

Les polysaccharides sont retrouvés dans les algues, les plantes ou synthétisés par des microorganismes qui produisent respectivement l'alginate, l'amidon et la gomme xanthane. Les B-glucanes sont une famille de polysaccharides retrouvées dans plusieurs sources

différentes (plante, champignon, levure, etc.) qui sont largement étudiées. Ces derniers possèdent tous la même caractéristique structurale soit d'être majoritairement composés de 3-D-glucose mais le type de liaison glycosidique et leurs poids moléculaires diffèrent grandement (Figure I.4) [11].

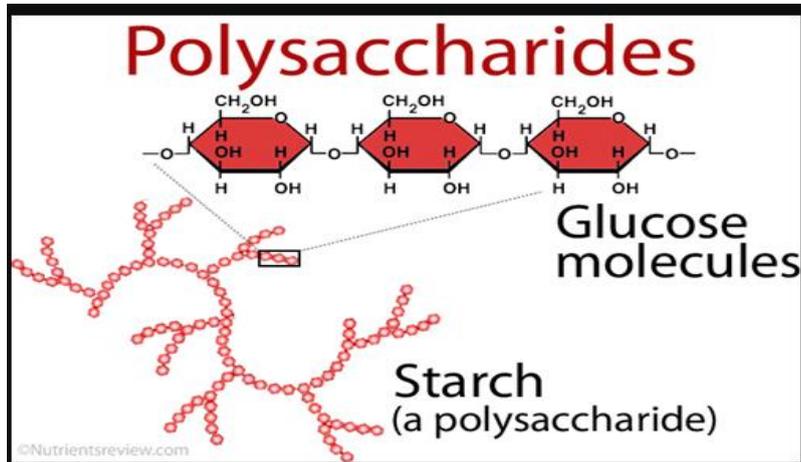


Figure I.4 : Représentation schématique des polysaccharides. [11]

I.1.5 Présentation du HPAM :

Le Polyacrylamide partiellement hydrolysé, HPAM, c'est un polymère synthétique linéaire anionique de masse molaire élevée, dont certaines fonctions amide ont été hydrolysées. Il se présente sous forme d'une poudre de granules blanches (figure I.5), la structure chimique de ces polymères est donnée sur la figure I.6 : [12]

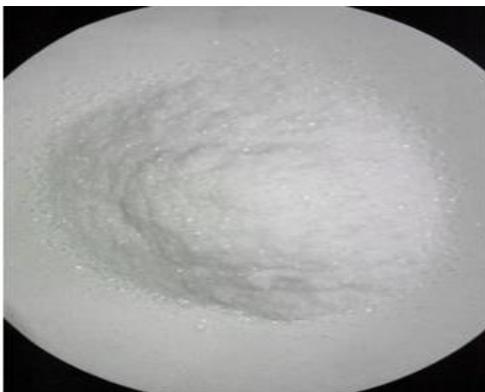


Figure I.5 : poudre de HPAM

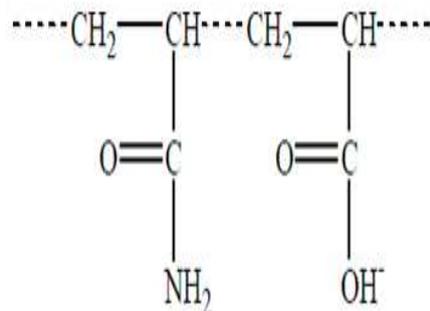


Figure I.6 : Structure chimique du HPAM [10]

I.1.5.1 Caractéristiques du HPAM :

Le HPAM est un polyélectrolyte avec des charges négatives sur les groupes carboxylate (figure I.6), ce qui implique une forte interaction entre les chaînes polymères et tout cation présent dans le solvant, en particulier pour des degrés d'hydrolyse plus élevés. [13]

Le pourcentage d'acide acrylique permet de calculer le degré d'hydrolyse DH. Lors de la synthèse de ce polymère, il est important d'optimiser ce DH : s'il est trop faible, le polymère n'est pas soluble dans l'eau et s'il est trop élevé, le polymère est trop sensible à la salinité. Pour ces raisons, le DH d'un HPAM est compris entre 30 et 35%. Le tableau ci-dessous représente quelques caractéristiques du HPAM (Tableau I.1)

Tableau I.1 : Caractéristiques du HPAM

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

Un des inconvénients des HPAM est leur dégradabilité dans certaines conditions (température, sollicitation mécanique). Ils sont notamment très sensibles à la dégradation mécanique. [14]

I.1.5.2 Le principe de fonctionnement du HPAM :

- Mécanisme de floculation:

Adsorbant les particules de suspension, les chaînes de polymère entangle et réticulation pour former un pont, et faire agrandir et épaissir la structure de floculation, et a les fonctions d'adsorption de surface et de neutralisation électrique.

- Renforcement du mécanisme:

La chaîne de molécule de PAM et la phase dispersée forment la liaison de pont, la liaison ionique et la liaison covalente pour augmenter la force de combinaison.

I.1.5.3 Applications du HPAM :

Le HPAM est applicable dans: stabilisation de schiste, viscosités, réduction de frottement, contrôle de perte de fluide, forage, pétrole, gaz, Traitement de l'eau,

fabrication de papier, déshydratation des boues, textile, sucre et jus et Lubrification. Mais la principale application de ce polymère est dans la récupération assistée du pétrole EOR, principalement en raison de sa disponibilité et de son coût relativement faible aussi car il peut ajuster la rhéologie de l'eau remplie, augmenter la viscosité du liquide d'entraînement, améliorer l'onde d'entraînement de l'eau et l'efficacité, réduire la perméabilité de la phase d'eau dans la couche de sol, et permettre à l'eau et à l'huile de circuler à vitesse uniforme [15].

I.2.Généralité sur l'OFI :

Le mot cactus vient du grec, désignant le chardon. Les Cactacées (cactées) sont des plantes grasses, vivaces, terrestres ou arboricoles. On les qualifie de plantes xérophytes. Ce terme signifie qu'elles stockent dans leurs tissus des réserves de « suc » pour faire face aux longues périodes de sécheresse. Les cactacées, comprenant environ 2500 espèces réparties en près de 90 genres, sont subdivisées en trois sous-familles : les Pereskioideae, les opuntioideae et les cactoideae. Ces trois sous-familles partagent la même capacité à stocker l'eau [16].

Dans notre recherche, on s'intéresse sur «OPUNTIA FICUS INDICA » qui est le genre le plus répandu dans la sous-famille des Opuntioideae.

I.2.1.Description D'OFI : Le figuier de Barbarie (Opuntia ficus-indica) est une plante succulente vivace faisant partie de la famille des Cactacées et du genre Opuntia. Elle est reconnait par son fruit comestible du nom « figue de Barbarie ». Cette plante est originaire du Mexique, puis il a atteint un beau développement dans les régions méditerranéennes et de nos jours là elle est trouvée dans la plupart des régions du monde [17]. L'OFI a plusieurs appellations comme figuier des indes, figue du désert, nopal, semelle du pape, figuier d'Espagne. Ce cactus est remarquable par ses larges segments aplatis de forme elliptique ou ovoïdale vert/grisâtre portant des glochides jaunes et un ou deux aiguillons et ayant une longueur de 30 à 40 cm, une largeur de 15 à 30 cm et une épaisseur de 1 à 3 cm appelés cladodes ou raquettes (Figure I.5) [18]. Ces derniers s'épaississent en vieillissant en devenant ligneuses comme le tronc.

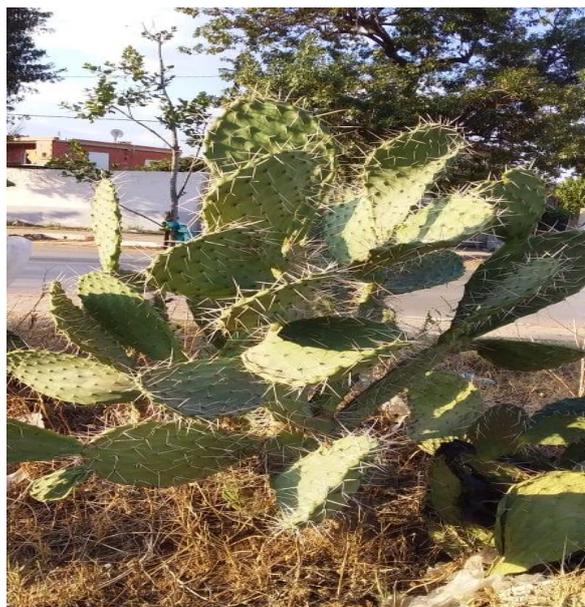


Figure I.7 : Représentation de la plante opuntia ficus-indica.

Le tableau suivant résume la fiche technique du figuier de Barbarie (Tableau I.1) :

Tableau I.2 : Fiche technique sur l'OFI

Règne	Plante
Ordre	<i>Caryophyllales</i>
Famille	<i>Cactaceae</i>
Genre	<i>Opuntia</i>
Espèce	<i>Opuntia ficus indica</i>
Nom commun	<i>Figuier de Barbarie</i>
Provenance / origine	<i>Mexique</i>
Période de floraison	<i>Printemps</i>
Couleur de floraison	<i>Jaune</i>
Température	<i>climat doux. Résiste à de gels de -10°C</i>
Exposition à la lumière	<i>plein soleil</i>
Composition du sol	<i>sol peu fertile, peu profond</i>
Hauteur	<i>150 à 500 cm</i>
Espacement	<i>100 à 200 cm.</i>

I.2.2 Intérêt et utilisation d’OFI : le cactus est connu pour ses nombreuses utilisations et divers intérêts :

- **Intérêt nutritionnel :** *Opuntia ficus indica* est utilisé dans l’industrie pour améliorer la qualité de la nourriture en raison de sa teneur assez élevée en fibres. Les cladodes sont transformés en farine pour remplacer la farine de blé dans les cookies [19]. Le cactus est cultivé comme espèce fourragère dans le but d’assurer un stock alimentaire pour le bétail dans le cas d’une situation critique de sécheresse vu la richesse du cladode en eau [20]. Concernant le fruit, la principale importance nutritionnelle de la figue de barbarie est sa richesse en acide ascorbique, en fibres et en acides aminés [21]. Comme elle contient aussi un pourcentage élevé de pectines et de fibres. Elle est utilisée, à la fois, pour l’alimentation humaine et l’alimentation du bétail. [22]
- **Intérêt médicinal :** l’OFI est l’une des plantes les plus utilisées dans la médecine traditionnelle en raison de son rôle dans le traitement d’un certain nombre de maladies tels que les diarrhées, les coliques et les maux de rein, en outre l’*Opuntia* possède des propriétés antimicrobiennes, anti-oxydantes et anti-inflammatoire.[23] D’autres vertus également ont été attribuées à cette espèce, il s’agit des effets hypoglycémifiants, anxiolytiques, et galactogènes et fortifiants chez les femmes allaitant leur enfant. [24]
- **Intérêt économique :** La culture du figuier de barbarie ne nécessite pas de sources importantes en eau, ni de traitements antiparasitaires. De plus, le cactus présente de faibles coûts énergétiques pour la culture en implantation spécialisées. [25]
- **Intérêt écologique :** Le cactus est utilisé pour lutter contre l’érosion et comme obstacle contre les incendies car il résiste aux feux. [26] Le cactus est connu pour avoir un effet anti érosion et désertification. [27]
- **Intérêt cosmétologiques :** Le jus de raquette est destiné à la fabrication de différents produits cosmétiques comme les shampooings, les lotions, les savons et les crèmes solaires. [28]
- **Autres domaines d’utilisation de la plante :**, le jus de cladode est parfois ajouté au mortier de la chaux, agissant comme liant pour réduire la fissuration et la pénétration de l’eau, et aussi réduire la résistance mécanique du mortier à la chaux. [29] Le mucilage est utilisé comme agent mucoprotecteurs en raison de sa capacité à former un réseau moléculaire et à retenir une quantité importante d’eau [30].

D'autres travaux incluent l'utilisation de l'OFI dans la bio-fabrication de nanoparticules d'argent [31] et encore plus surprenant est son utilisation comme matériau holographique [32].

I.2.3. Le Mucilage :

C'est une substance polymérique complexe de nature glucidique (polysaccharides), avec une structure fortement ramifiée [33]. Le mucilage est produit dans les cellules du chlorenchyme (partie externe verte de la cladode) et du parenchyme (partie interne blanche de la cladode) (Figure I.8) et aide le cactus à retenir l'eau. C'est une matière épaisse et gommeuse, possédant des propriétés tensio-actives uniques dans l'eau qui lui donne la capacité de précipiter des particules et des ions à partir de solutions aqueuses [34].



Figure I.8 : Coupe transversale d'une cladode d'OFI. (A) cellules du chlorenchyme (B) cellules du parenchyme.

I.2.3.1. composition chimique du mucilage :

La nature glucidique du mucilage se caractérise par des proportions variables de L'arabinose, D-galactose, L-rhamnose, D-xylose et l'acide galacturonique, toutefois des minéraux tels que le Ca^{2+} et le K^{2+} , les hydrates de carbone et les fibres alimentaires sont aussi retrouvés dans cette structure complexe et ramifiée. La structure du mucilage est proposée par Mcgravia et paroli en 1981 sous la forme de deux fractions hydrosolubles distinctes (Figure I.9) : L'une est une pectine avec des propriétés gélifiantes avec du Ca^{2+} , « gelling extract » (GE) ou l'extrait gélifiant et l'autre est un mucilage sans propriétés gélifiantes, « non-gelling extract » (NE) ou l'extrait non gélifiant [33]. Aussi, le mucilage est considéré comme une fraction soluble de pectines hautement méthylées ce qui réduit l'action de l'acide poly-galacturonique dans sa capacité de gélification par rapport aux pectines proprement dites qui sont faiblement méthylées [35].

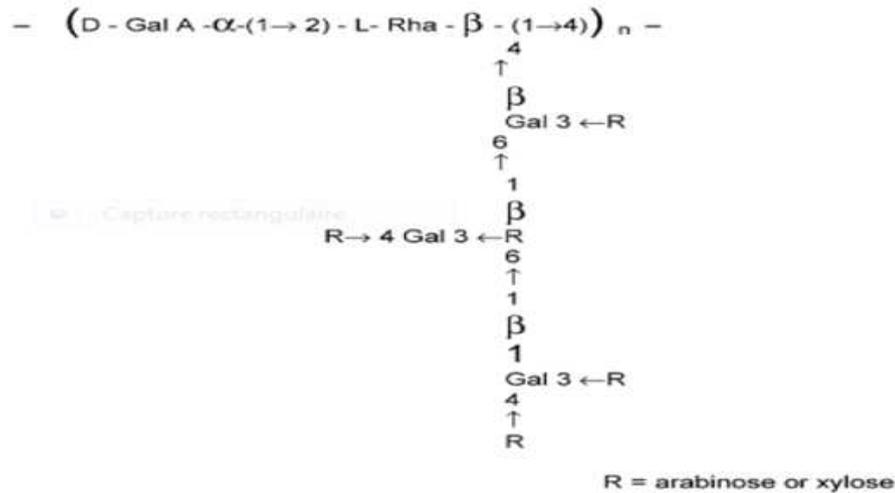


Figure I.9 : Structure du mucilage d'opuntia ficus indica.

I.2.3.2 Propriétés du mucilage

Les propriétés physico-chimiques des mucilages (GE et NE) ont été largement étudiées dans le seul but de trouver une application adéquate à ces produits qui représentent des avantages très importants en terme de cout, disponibilité et biodégradabilité.

La plupart des utilisations sont dans le domaine agroalimentaire, ils utilisent le mucilage comme source de pectine. Ce polysaccharide présenté des propriétés gélifiantes importantes notamment en présence de Ca^{2+} , il est utilisé également dans le domaine de traitement des eaux, le mucilage possède des propriétés floculantes remarquables, ainsi que l'adsorption des métaux lourds.

Dans pratiquement tous les applications, le mucilage est utilisé en milieu aqueux, d'où la nécessité de bien connaitre son comportement dans l'eau, pour cela une étude rhéologique est jugée primordiale.

I.2.3.3 Domaines d'applications du mucilage

Les Opuntias à tiges aplaties inclus plusieurs espèces (O. megacantha, O. streptacantha, O. albicarpa, O. amyclaea, O. robusta, O. hyptiacantha, et O. cochenillifera) importantes sur le plan agronomique qui sont cultivées pour leurs fruits et comme cultures fourragères. Cependant, l'espèce la plus répandue et la plus importante sur le plan économique est O. ficus indica [36].

Le mucilage d'OFI est considéré comme une source potentielle d'hydro-colloïdes industriels, des utilisations multiples ont été trouvées pour ce composant comme épaississant et émulsifiant alimentaire, comme adhésif pour la chaux, comme super-plastifiant naturel dans le mortier et comme produit alimentaire [37].

Le mucilage du cactus a été utilisé comme biomatériau durable pour développement des films comestibles [38]. Il a été aussi utilisé comme bio-coagulant dans le processus d'électrocoagulation-électroflottation afin d'améliorer le rendement d'élimination du trouble et du cuivre en eaux polluées [39, 40].

I.3. Rhéologie des polymères :

Rhéologie, mot créé aux États Unis en 1929 par Eugène Cook Bingham (1878-1945), du grec « couler ». Son émergence est liée à l'épanouissement des polymères et bien sûr la construction des premiers rhéomètres. Il existe des solides élastiques parfaits basés sur la théorie de l'élasticité où les contraintes sont proportionnelles aux déformations; La déformation élastique est instantanée et récupérable. L'énergie du système est conservée. On les caractérise par leurs propriétés mécaniques en traction, compression... ; Des fluides visqueux réels qui satisfont à la théorie de la mécanique des fluides et où les contraintes sont proportionnelles aux vitesses de déformation (loi de Newton). L'énergie du système est dissipée on les caractérise à l'aide d'un rhéomètre [41]. Et des corps à comportement intermédiaires: c'est le domaine de la rhéologie.

La propriété la plus spectaculaire des polymères est leur viscoélasticité, autrement dit un comportement mécanique en partie élastique et en partie visqueux. La viscoélasticité est donc la combinaison des caractéristiques visqueuses et élastiques dans un même matériau. Maxwell (1867) est l'un des premiers à proposer un modèle mathématique pour un liquide avec des propriétés élastiques [42].

L'équation rhéologique d'état $\gamma = f(\tau)$ reliant la déformation de cisaillement γ ; La contrainte de cisaillement τ , détermine les propriétés rhéologiques de la suspension. Les courbes qui traduisent graphiquement l'équation rhéologique d'état sont appelées rhéogrammes ou courbes d'écoulement. Les rhéogrammes les plus fréquemment utilisés sont les graphes $\tau, \dot{\gamma}$ (gradient de vitesse de cisaillement), à pression et température extérieures constantes [43,44]. La viscosité caractérise la résistance au glissement de deux couches de substance proches l'une de l'autre, sous l'effet d'une contrainte appliquée dans leur plan [44].

Le modèle Maxwell représente un fluide viscoélastique et il est schématisé par un ressort idéal de raideur G_M et un amortisseur idéal de constante η_M montés en série pour simuler le comportement élastique et la viscosité. La contrainte est reliée à la déformation par l'équation (eq I.1) [45] :

$$\tau = G_M \gamma \quad (eq I.1)$$

Les modules G' et G'' , sont donnés par : (eq I.2)

$$\left(\begin{array}{l} \frac{G'}{G_M} = \frac{\omega^2 t_r^2}{1 + \omega^2 t_r^2} \\ \frac{G''}{G_M} = \frac{\omega t_r}{1 + \omega^2 t_r^2} \end{array} \right)$$

Où : G' représente le module de conservation et il caractérise la réponse en phase avec la déformation. Il est associé à la réponse élastique.

G'' , est le module de perte. Il est en quadrature de phase avec la déformation et caractérise la réponse visqueuse.

ω représente la pulsation.

t_r , le temps de relaxation.

A basses fréquences, le module de perte G'' est largement plus élevé que le module de conservation G' . Dans ce cas, le comportement visqueux est prédominant.

De plus: $2 G' \propto \omega$ et $G'' \propto \omega$.

Quand la fréquence augmente, G' tend vers un plateau et G'' décroît rapidement. Le comportement élastique est prédominant. Lorsque $G' = G''$ on a $\omega t_r = 1$ (donc $t_r = 1/\omega$)

Le modèle de Maxwell fait intervenir deux composants parfaits. Dans le cas réel, le comportement des matériaux est différent. On peut différencier cinq régions spécifiques (figure I.10).

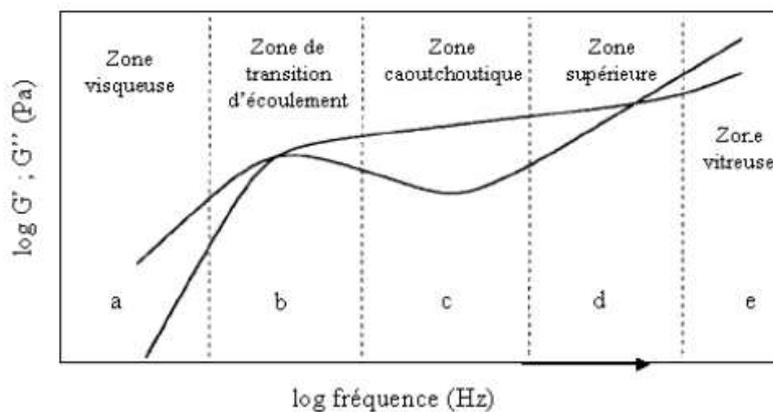


Figure I.10 : Les différentes régions du spectre viscoélastique des fluides non-Newtoniens [45].

Les polymères ont des propriétés rhéologiques spécifiques [46] :

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

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

- L'écoulement du polymère dans un moule; est généralement en fonction de la section de passage de ce dernier et le refroidissement au contact des parois de moule froid.
- La basse température du moule par rapport au polymère, augmente la viscosité de ce dernier, la matière aura du mal à se couler, on dit alors que le polymère est visqueux.
- La vitesse d'écoulement d'un polymère fondu entre deux bords varie (entre le cœur et la paroi), cette variation est due au caractère visqueux des polymères.
- La modélisation de l'écoulement du polymère nécessite de trouver des fonctions qui donnent la viscosité en fonction du taux de cisaillement et la température, ces deux derniers sont les paramètres les plus influant.

Viscosité : La viscosité η est la grandeur la plus couramment utilisée pour décrire le comportement d'un fluide. C'est une propriété intrinsèque du matériau. La viscosité est définie pour un fluide Newtonien comme le rapport de la contrainte de cisaillement τ , sur le gradient de vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$, avec pour unité le (Pa.s). Pour les fluides non Newtoniens, la viscosité est définie comme étant le rapport $\tau/\dot{\gamma}$; il s'agit alors d'une viscosité apparente (dynamique) .

- **Viscosité apparente (dynamique) :** c'est le rapport de la contrainte de cisaillement qui accompagne l'existence d'un gradient de vitesse perpendiculaire au plan de cisaillement.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad [\text{Pa.s}] \quad (\text{eq I.3})$$

- **Viscosité cinématique :** La viscosité cinématique est le quotient de la viscosité dynamique par la masse volumique.

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad [\text{m}^2/\text{s}] \quad (\text{eq I.4})$$

I.4 Mélange des polymères

Le concept de mélanger physiquement deux polymères existants ou plus pour obtenir de nouveaux produits ou pour résoudre un problème qui n'a pas été développé, maintenant

attire l'intérêt répandu et l'utilisation commerciale [47]. Cependant, la plupart des polymères de nature chimique différente sont incompatibles et leurs mélanges se présentent sous forme biphasique [48].

Les propriétés d'un mélange polymérique dépendent de sa composition, des propriétés de ses composants, des régimes de mélange et des processus technologiques ainsi que de la compatibilité des mélanges [47].

I.4.1 Définition

On appelle un mélange de polymère tout mélange d'au moins deux polymères ou copolymères. Ces polymères peuvent être miscibles ou non miscibles. Ce sont des mélanges de polymères de natures chimiques différentes. Ils obéissent principalement à des systèmes pluriphasiques dont la structure dépend de la composition et des conditions de transformation. Ils peuvent être classifiés suivant leur miscibilité et la méthode de préparation [49].

I.4.2 Intérêt des mélanges de polymères

Le mélange des polymères donne des matériaux exhibant des bonnes propriétés mécanique électriques et thermique, offrent également l'opportunité pour l'obtention d'une large gamme de caractéristiques et de propriétés en modifiant seulement la composition des polymères combinés. Il offre aussi des bénéfices économiques ; (c'est une nécessité pour plusieurs polymères techniques, soit pour améliorer leur processabilité ou leur résistance au choc). Les objectifs essentiels des matériaux obtenus par l'intermédiaire des mélanges de polymères sont de répondre à plusieurs exigences nécessaires pouvant être liées soit aux produits soit aux producteurs [50].

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

- Développement d'un matériau répondant à des exigences précises ;
- Elargissement de performance d'un polymère technique en le mélangeant avec un polymère moins cher ;
- ✓ L'amélioration d'une propriété spécifique ;
- ✓ Ajustage de la composition du mélange selon les spécifications du client ;
- ✓ Recyclage des rebuts industriels.

Par ailleurs, les raisons reliées aux producteurs se résument essentiellement en:

- Une meilleure transformabilité et uniformité du produit,

- La réduction du nombre de grades devant être stockés ou produits et de ce fait, des économies énormes peuvent être faites sur l'espace et le capital investi [50].

I.4.3 Types des mélanges de polymères

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

I.4.3.1 Mélange miscible : C'est un mélange de polymère qui se comporte comme un système monophasé à l'échelle moléculaire. Son comportement est celui d'un homopolymère. Ses propriétés varient avec la composition suivant une loi de mélange simple. La miscibilité dépend de la nature des chaînes, de leur longueur, de leur concentration ainsi que de la température de fusion de chacune (Figure I.11) [51].

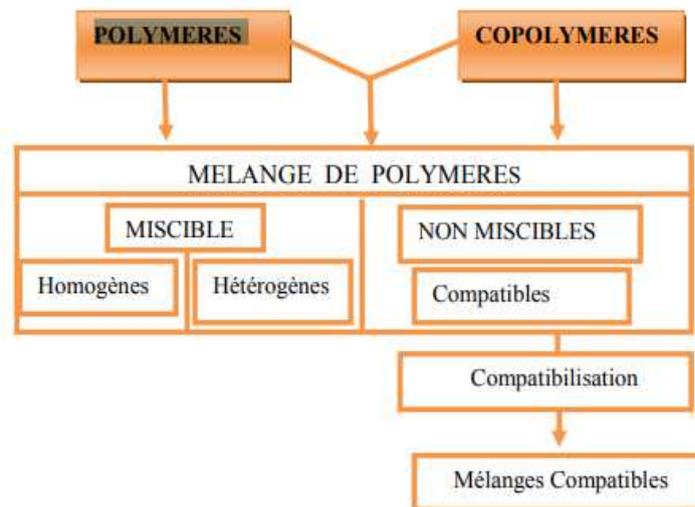


Figure I.11 : Interdépendance dans la nomenclature des mélanges polymères [51].

I.4.3.2 Mélange de polymères partiellement miscible : Ce sont les mélanges dont la miscibilité mutuelle correspond seulement à certains rapports [52].

I.4.3.3 Mélanges de polymères totalement incompatibles : Cette incompatibilité des composants est due soit à la structure chimique complètement différente, comme dans le cas du mélange PVC/PE, soit à la masse molaire relative très élevée. L'incompatibilité des composants provoque la formation d'une structure polyphasique composée de grosses particules ou plutôt de petits domaines ayant une mauvaise adhésion interfaciale. Une telle structure donne généralement des propriétés mécaniques médiocres [53].

I.4.3.4 Mélange de polymères compatibles : Il s'agit d'un groupe de mélanges de polymères mutuellement non miscibles mais compatibles de telle sorte qu'un malaxage convenable permet de former des structures, dont la taille des domaines de phases miscibles est inférieure aux domaines de phases des Polymères incompatibles. Les propriétés mécaniques, surtout la résistance aux chocs, sont améliorées grâce aux forces d'adhésion interfaciales [5].

I.4.4 Thermodynamique des mélanges de polymères :

Il n'existe aucune théorie générale prenant en compte à la fois la polymolécularité, le nombre de constituants du mélange et la structure chimique (homopolymère ou copolymère) des mélanges macromoléculaires. L'analyse est généralement simplifiée dans le cas de deux homopolymères A et B isomoléculaires [47]. La thermodynamique est essentielle pour comprendre le comportement des mélanges de polymères .Le premier problème qui se pose concerne la miscibilité ou non des constituants du mélange.

La miscibilité de deux constituants d'un mélange impose (condition nécessaire mais pas suffisante) que la variation d'enthalpie libre du système $\Delta G_{mél}$ soit négative or on a à la température T (K) considérée [47].

$$\Delta G_{mél} = \Delta H_{mél} - T\Delta S_{mél} \quad (eq\ I.5)$$

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

$$\Delta S_{mél} = K \log W \quad (eq\ I.6)$$

Avec :

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

K : constante de Boltzman

Le terme entropie est d'autant plus faible que les chaînes concernées sont longues et n'est généralement pas suffisant pour compenser les interactions répulsives entre les unités de nature chimique différente. Ces interactions reflètent la nature endothermique du processus de mélange et se traduisent par une $\Delta H_{mél} > 0$. Dans ces conditions, l'enthalpie libre du mélange est positive, ce qui est favorable à la démixtion du polymère. Toutefois, les

mélanges miscibles peuvent être obtenus lorsque les chaînes sont courtes ou lorsque l'enthalpie de mélange n'est que faiblement positive. En revanche, lorsque des liaisons attractives type liaison hydrogène se forment entre des unités de natures chimiques différentes, l'enthalpie libre du mélange est négative. Toutes les conditions sont alors réunies pour que le mélange formé soit homogène.

I.4.5 Comptabilisation des mélanges de polymères

La compatibilité est un processus de modification des propriétés interfaciales dans un mélange de polymère non miscible qui aboutit à la formation des interphases et à la stabilisation de la morphologie, conduisant à la création d'un mélange de polymère [55].

I.4.5.1 Objectifs de la compatibilisation :

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

1) La réduction de la tension interfaciale qui constitue le principal obstacle à l'obtention d'un degré de dispersion idéal et conduit à des systèmes instables. La comptabilisation a donc pour rôle d'engendrer une dispersion fine de la phase dispersée dans la matrice polymérique,

2) Garantir que la morphologie générée ne soit pas détruite durant les procédés ultérieurs de transformation,

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

En fonction de la méthode de comptabilisation choisie et du type de comptabilisant utilisé, chacun des trois objectifs cités ci-dessus peut être plus ou moins bien atteint [56,57].

I.4.5.2. Les méthodes de la comptabilisation :

En général, la comptabilisation des mélanges de polymères est effectuée à l'aide de deux voies principales.

I.4.5.2.1 La comptabilisation non réactive :

Historiquement, la méthode la plus classique pour la comptabilisation d'un mélange de polymères est l'incorporation d'un troisième composant [58].

Cette méthode est basée sur l'addition d'un comptabilisant avant ou durant le processus de malaxage. Il s'agit souvent d'un copolymère greffé ou en bloc, ayant des segments miscibles

avec au moins un des composants du mélange, il se localise à l'interface entre les phases du mélange immiscible pour réduire la tension interfacial entre les phases du mélange, réduire la taille de la phase dispersée et la stabilise contre la coalescence [59]. Cependant, l'utilisation des copolymères greffés ou en blocks présente des limitations qui résident dans leurs localisation non sélective à l'interface, formant des micelles dans l'un des deux phases pures et cause l'augmentation de la viscosité du système [58,60].

1.4.5.2.2. La comptabilisation réactive :

La plupart des comptabilisant sont chers, non disponibles commercialement, et souvent difficiles à synthétiser. Par conséquent, il est essentiel de remplacer ces copolymères en employant une alternative et une efficace méthode pour produire des mélanges compatibles de polymères avec les propriétés désirées [61].

La comptabilisation réactive est la méthode la plus dominante aujourd'hui ; elle est basée sur la formation d'un copolymère à l'interface pendant la transformation à travers une réaction chimique spécifique entre les deux segments des deux polymères. Par conséquent, un agent interfacial est produit in situ; le copolymère formé in situ assure une morphologie fine et augmente l'adhésion interfaciale entre les phases [62].

La comptabilisation réactive permet de générer des mélanges déjà connus avec de nouvelles gammes de propriétés et de développer de nouveaux mélanges [58].

1.4.6 Rhéologie des mélanges de polymères

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

Les viscosités complexes des phases peuvent généralement être adéquatement décrites par un modèle a un temps caractéristique, comme le modèle de Carreau-Yasuda. Les modules dynamiques suivent le comportement typique des fluides de Maxwell. À basses fréquences, le module élastique G' est proportionnel à ω^2 alors que le module visqueux G'' est proportionnel à ω .

Dans le cas des mélanges, les viscosités complexes ne peuvent plus être représentées par les modèles classiques car ils ne comportent qu'un seul temps caractéristique. Dans le cas où les inclusions sont moins visqueuses que la matrice, on observe un épaulement du

module élastique G' dans la zone des basses fréquences. Cette augmentation d'élasticité est attribuée à la déformabilité des gouttelettes [63,64].

En général, dans le cas où les inclusions sont plus visqueuses que la matrice, l'épaulement de G' à basses fréquences n'apparaît pas, confirmant le rôle de la déformabilité des inclusions. Ce type de comportement est décrit adéquatement par le modèle de Palierne.

À hautes fréquences, le comportement rhéologique du mélange est directement influencé par les propriétés de la matrice. Les diagrammes Cole-Cole ou les spectres de relaxation permettent de mettre en évidence pour les mélanges l'apparition d'un deuxième mécanisme de relaxation, avec des temps caractéristiques nettement plus longs que ceux des phases [65].

Chapitre 2 :

Partie Expérimentale

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

II.1 Analyses effectuées au laboratoire

II.1.1 Matériels et méthodes utilisés :

II.1.1.1 Préparation du mucilage de cactus (OFI) :

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

II.1.1.1.1 Préparation préliminaire de la matière première :

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

II.1.1.1.2 Méthode d'extraction :

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

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

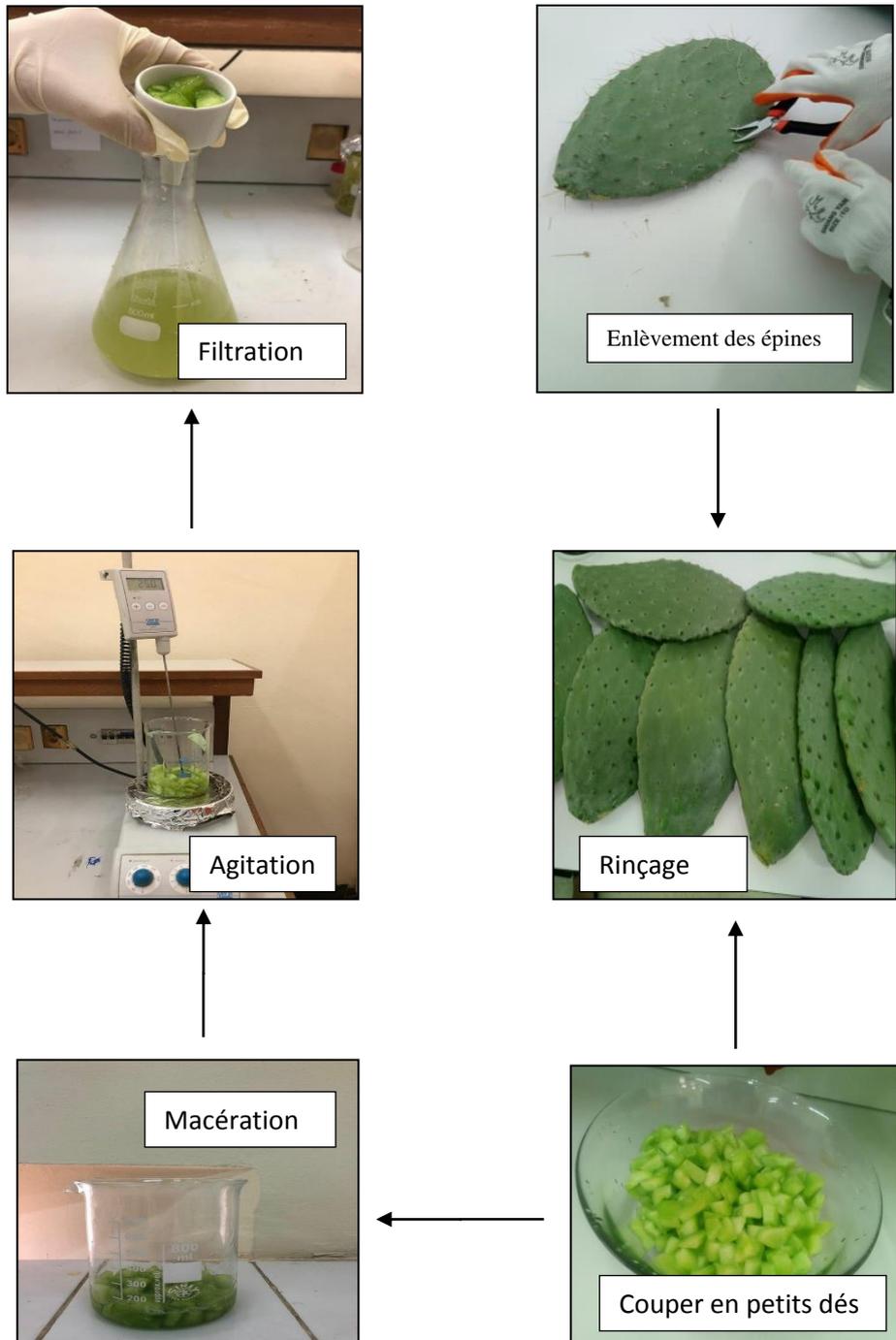


Figure II.1 : Description des différentes étapes d'extraction du gel de cactus (OFI).

II.1.1.2 Caractérisation rhéologiques :

II.1.1.2.1 Appareillage utilisés :

• **Le Rhéomètre** : Un rhéomètre est un appareil de laboratoire capable de faire des mesures relatives à la rhéologie d'un fluide, qui est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte extérieure. Il applique un cisaillement à l'échantillon. Généralement de faible dimension caractéristique (très faible inertie mécanique du rotor), il permet d'étudier fondamentalement les propriétés d'écoulement d'un liquide, d'une suspension d'une pâte, etc., en réponse à une force appliquée. Il existe plusieurs géométries de rhéomètre, on peut citer les trois types les plus utilisés dans la pratique:

- ***Géométrie plan-plan*** : Cette géométrie est composée de deux disques coaxiaux en rotation relative (Figure II.2). En général, le disque supérieur est mobile alors que le disque inférieur est fixe. Le principal avantage de cette géométrie est que la mise en place requiert une faible quantité de fluide à mesurer et un nettoyage aisé. De plus, on peut régler l'entrefer (espace entre les deux disques) de cette géométrie à l'épaisseur souhaitée. Cela permet donc de tester des matériaux contenant des particules de tailles diverses [69].

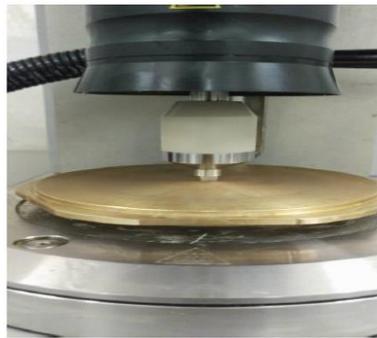


Figure II.2 : Système de mesure plan-plan.

- ***Géométrie cône-plan*** : Cette géométrie est constituée d'un plan et d'un cône tronqué coaxiaux en rotation relative. Le plus souvent, le cône tronqué est mobile alors que le plan reste fixe. La vitesse locale d'un point du cône situé à une distance r de l'axe vaut [70].

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

Dans notre travail, l'étude du comportement rhéologique est réalisée à l'aide d'un rhéomètre rotatif Rhéomètre « ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302 » (figure II.3) muni d'un système de mesure de type « plan-plan » de 8 mm de diamètre. Le rhéomètre est relié à un thermostat, où la température est fixée à 20°C. Ce rhéomètre est piloté par un microordinateur qui permet la commande, la saisie et l'analyse des résultats d'étude.



Figure II.3: Rhéomètre ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302

II.1.1.2.2 Analyses Rhéologique effectuées :

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

Pour l'obtention des courbes d'écoulement, on fait varier le taux de cisaillement par pas logarithmique de 0,1 à 1000 s⁻¹, avec un temps de mesure pour chaque point suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre, auquel la viscosité enregistre un palier se traduisant par un équilibre dynamique des deux cinétiques antagonistes de déstructuration/restructuration.

D'une autre part, dans le but d'étudier l'influence de la température sur la viscosité η , on a fait varier la température dans une plage de 20 à 70°C, Afin d'obtenir le rhéogramme de la viscosité η en fonction de la température.

Pour le traitement de modélisation des courbes d'écoulement d'équilibre, on privilégie l'utilisation du logiciel STATISTICA qui offre une multitude de technique de méthodes d'optimisation non linéaires se basant sur un calcul itératif (Quasi-Newton, Simplex, Simplex and quasi-Newton, Hooke-Jeeves pattern moves, Hooke-Jeeves and quasi Newton, Rosenbrock pattern search, Rosenbrock and quasi-Newton).

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

- **Modèle de Cross [71]:** Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [62], tient compte des limites du comportement rhéologique [62, 63]. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par « η_0 » (Pa.s). Le modèle de Cross s'écrit (eq II.1):

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

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

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

η_0 : viscosité à cisaillement nul.

λ : constante de temps.

n : indice de la loi de puissance.

- **Modèle de Casson :** Dans le cas particulier des fluides rhéofluidifiants avec seuil d'écoulement, il est possible d'utiliser l'équation de Casson (équation II.3). Ces fluides

présentent un comportement plastique fluidifiant avec, généralement, une « région newtonienne » pour des vitesses de déformation élevées.

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

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

II.1.2 Résultats et discussions :

II.1.2.1 Aspect physique du gel :

Notre produit obtenu par extraction des cladodes de cactus d'*Opuntia ficus indica* est sous forme d'un liquide visqueux sans couleur et sans odeur, on peut l'observer visuellement comme il est représenté sur la figure II.4 :



Figure II.4 : Représentation de l'aspect physique du mucilage de cactus d'OFI.

II.1.2.2 Test d'écoulement :

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique de notre mucilage, lorsqu'il est en écoulement.

La variation de la viscosité η en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ pour une température de 20°C est illustrée dans la **figure II.5**

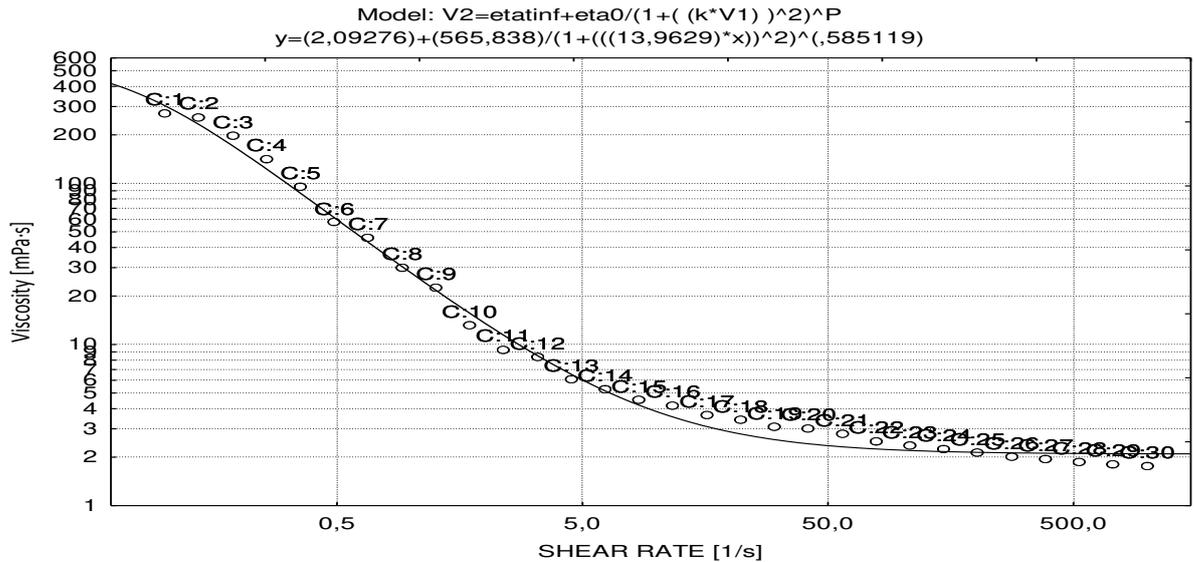


Figure II.5 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à T=20°C.

Le rhéogramme de $\eta = f(\dot{\gamma})$ représenté sur la figure II.5 montre une diminution de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Cela peut être justifié par le fait qu'il s'agit d'un fluide plastique rhéofluidifiant (pseudoplastique).

II.1.2.3 choix de modèle rhéologique :

La modélisation des courbes d'écoulement a été effectuée par l'utilisation du logiciel STATISTICA en utilisant des modèles pour le calcul des paramètres rhéologiques. Le modèle le plus adéquat est celui qui a un coefficient de corrélation R^2 proche de 1.

Dans notre modélisation on a choisit le modèle de CROSS car il décrit mieux nos résultats expérimentaux avec un $R^2 = 0,99234$ et une viscosité à l'infinie $\eta_\infty = 2,09276$ MPa.s : c'est la valeur à laquelle tend la viscosité à partir d'une vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ infinie. Le calcul par le modèle de CROSS se fait à l'aide de son module « estimation non linéaire ». Le principe de calcul des paramètres est basé sur des méthodes d'optimisation non linéaire.

Exploitation d'articles :

En 2016, Margarita Contreras-Padilla et al [72] ont fait une recherche dont le but est d'étudier les propriétés physico-chimiques et rhéologiques du mucilage extrait d'OFI à trois stades de maturité différents.

Le mucilage a été isolé des cladodes de cactus de type OFI. La caractérisation physico-chimique a été réalisée par diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge transformée de Fourier. Lors de cette étude une caractérisation rhéologique en écoulement ainsi que par des tests de cisaillement oscillatoire à petite déformation sur des suspensions de différentes concentrations de mucilage ont été réalisées.

Tous d'abord Pour l'extraction du mucilage, une suspension de 4 L de 8% de cladodes de nopal déshydratés a été préparée dans de l'eau distillée en utilisant un homogénéisateur type Eurostar. La suspension a été laissée au repos pendant 2 h afin de permettre une hydratation complète de la poudre de nopal.

L'extraction du mucilage a été réalisée en utilisant une centrifugeuse à une vitesse de 6000 tr / min. Une extraction en deux phases, une soluble et l'autre insoluble dans l'eau, ont été obtenues. La phase hydrosoluble est la fibre soluble qui contient le mucilage. Cette phase a été ajoutée à 96% de l'alcool éthylique (96%) avec un rapport 1/2 respectivement. Des réseaux de mucilage se sont formés et précipités. L'échantillon a été filtré et séché à une température de 40° C et une pression de 13 kPa pendant 30 min.

Les principaux résultats présentés par l'auteur sont discutés comme suit :

- ✓ Le rendement Extraction du mucilage des cladodes nopaux à trois stades de maturité différents sont représentés sur la figure II.6.

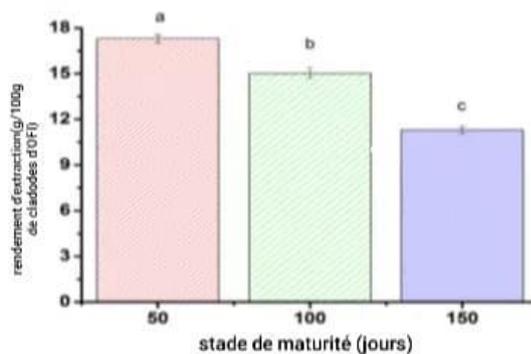


Figure II.6 : rendement Extraction du mucilage des cladodes nopaux à trois stades de maturité différents.

Margarita Contreras-Padilla et al ont démontrés que l'utilisation de l'éthanol qui est un composé plus respectueux de l'environnement que l'alcool isopropylique ou l'acétone permet d'obtenir des rendements qui varient de 17 à 11%. Ils ont fait remarqués que la maturité des cladodes nopal a un effet sur le rendement mucilage. Ils expliquent que lorsque le cladode mûrit, la concentration de fibre soluble diminue.

- ✓ Les résultats du pH indiquent que le mucilage a une valeur comprise entre 5,5 et 6, donc cela suggère que toutes les suspensions sont légèrement acides. Aucune différence significative entre les différents échantillons de mucilage cladodes nopal n'a été observée.
- ✓ Les spectres FT-IR du mucilage des cladodes nopal à trois stades de maturité différents sont présentés dans Figure II.7.

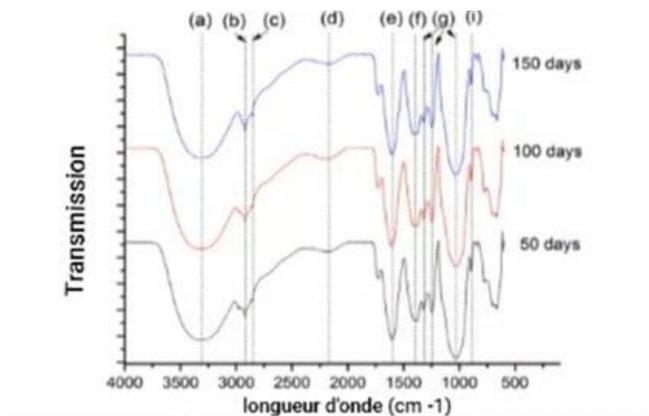


Figure II.7 : Spectres FT-IR du mucilage de cladodes nopal à 50 jours de maturité, 100 jours de maturité et 150 jours de maturité.

Les bandes de groupements fonctionnels sont : Bandes de 3500 à 3200 cm^{-1} région (a), correspondent à O-H Liaison H de plusieurs groupes hydroxyle associés à des molécules présentes dans l'échantillon. À 2919 cm^{-1} (b) apparaît une bande caractéristique liée au C-H étirement des groupes pyranose. La bande de transmission à 2850 cm^{-1} (c) est attribuée au -CH₂ étirement du groupe carboxylique. La bande située à 2175 cm^{-1} (d) correspond à C-C étirement des liaisons. Une bande forte est située à 1600 cm^{-1} (e), qui correspond à C=C étirement des vibrations du groupe carboxyle, COOH. La bande apparaissant à 1400 cm^{-1} (f) est attribuée à H-C-H vibrations de flexion. Les bandes fortes entre 1300, 1245 et 1033 cm^{-1} (g) correspondent aux vibrations d'étirement de l'anneau pyranose. Une bande caractéristique se situe à 890 cm^{-1} (i) indiquant les sucres de configuration alpha sur l'échantillon.

La **figure II.7** montre les spectres FT-IR pour trois stades de maturité différents des cladodes nopal. L'analyse de ces spectres indique que des changements non significatifs ont été trouvés entre les trois échantillons.

- ✓ Les diagrammes de diffraction des rayons X d'échantillons incinérés de mucilage sont représentés sur la figure II.9.

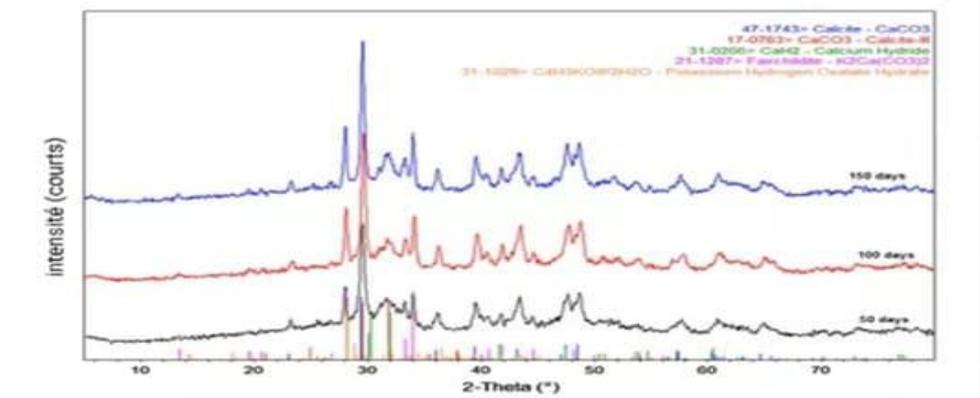


Figure II.8 : Modèles de diffraction de mucilage à trois stades de maturité différents.

L'auteur note une remarquable présence de carbonate de calcium $[CaCO_3]$ sous deux formes cristallines. Il a été démontré que le calcium contenu dans les composés susmentionnés est biodisponible pour le corps humain se qui met en évidence l'augmentation de l'intérêt des applications du mucilage dans l'industrie alimentaire. Les autres composés cristallins trouvés correspondent à Fairchildite $[K_2Ca(CO_3)_2]$, Hydrure de calcium $[CaH_2]$ et l'hydrogène-oxalate de potassium hydraté $[C_4 H_3KO_8 2H_2O]$.

- ✓ Analyse rhéologique :

Les résultats ont permis de tracer les courbes de la viscosité en fonction du taux cisaillement (**figure II.9**). Tous les échantillons ont montré un comportement non newtonien. Le modèle rhéologique utilisé est le modèle d'Ostwald deWaele car il a donné un $R_2 \geq 0,99$ donc ça indique que l'ajustement au modèle était bon.

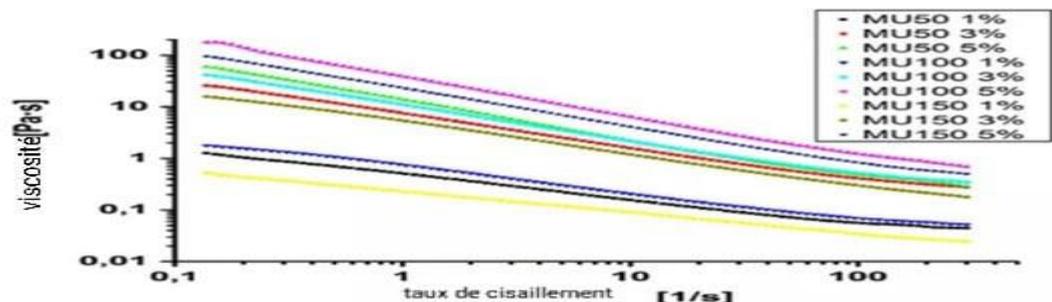


Figure II.9 : Mesure de la viscosité à cisaillement régulier des suspensions de mucilage à trois étapes différentes (50, 100 à 150 jours) et à trois concentrations différentes (1, 3, 5%).

D'après les résultats obtenus, l'auteur rapporte que L'échantillon à 50 jours de maturité présente le meilleur rendement parmi les échantillons étudiés et que le rendement du procédé d'extraction utilisé dans ce travail était plus élevé que d'autres procédés précédemment rapportés. De plus, l'utilisation de l'éthanol dans les procédés d'extraction est plus respectueuse de l'environnement.

Le pH révèle que les solutions de mucilage ont une nature légèrement acide. L'analyse par diffraction des rayons X montre la présence dans le mucilage de carbonate de calcium sous deux formes cristallines différentes, l'importance de cette découverte réside dans le fait que le calcium de ces composés est biodisponible pour le corps humain. Ce fait pourrait conduire à de nouvelles et importantes applications du mucilage d'*Opuntia* dans l'industrie alimentaire. Les échantillons montrent un comportement d'amincissement par cisaillement non newtonien avec une bonne corrélation avec la loi de puissance ou le modèle d'Ostwald de Waele. Les suspensions aqueuses de mucilage ont montré des propriétés élastiques élevées en particulier à 100 jours de maturité.

Le mucilage extrait de cladodes à différents stades de maturité montre des changements dans ses propriétés rhéologiques. En conséquence, ces découvertes ouvrent des opportunités d'utilisations potentielles de cet hydrocolloïde, extrait du produit traditionnel, dans l'industrie alimentaire, cosmétique et pharmaceutique en fonction de l'application fonctionnelle recherchée.

En 2016, Bruno MO Silveira et al [73] ont travaillé sur l'adaptation des solutions HPAM (Flopaam 5115SH) préparées avec de l'eau synthétique (SPW) ou à l'eau distillée uniquement, et à évaluer leurs propriétés rhéologiques.

L'objectif de cette étude est d'évaluer certaines propriétés rhéologiques, telles que la viscosité, la contrainte de cisaillement, la concentration de chevauchement et les caractéristiques viscoélastiques des solutions polymères adaptées avec Flopaam 5115SH pour une composition d'eau de production synthétique (SPW) donnée (conditions de salinité et de dureté élevées).

Les résultats obtenus sur la viscosité cible (10 mPa.s à $\sim 7,8 \text{ s}^{-1}$ et 23°C), qui est choisi pour effectuer d'autres tests d'injection de polymère, la concentration de polymère requise est de 1250 ppm. A cette concentration, la solution présente un comportement thermo-étourdissant lorsque la température augmente. En ce qui concerne les propriétés

viscoélastiques, le module visqueux est prédominant pour les fluides préparés avec SPW, tandis que le module élastique est prédominant pour les fluides sans sels.

Le comportement rhéologique du stock et des solutions diluées, préparées avec de l'eau distillée ou SPW, sont présentés respectivement sur la figure II.9 et 10.

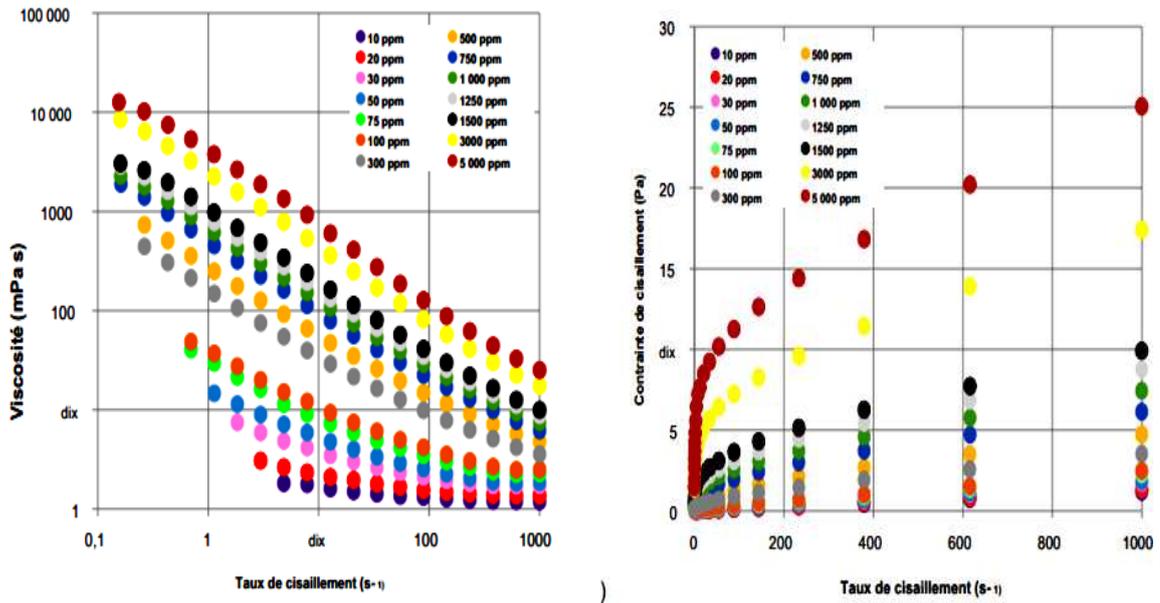


Figure II.10: (a) Viscosité et (b) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des dilutions avec de l'eau distillée (à 23 °C).

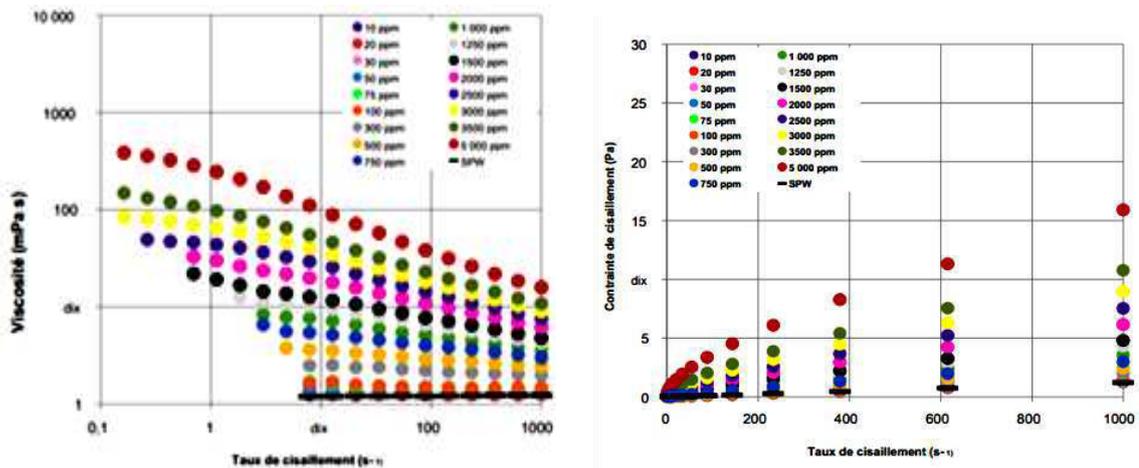


Figure II.11 : (a) Viscosité et (b) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement des dilutions avec SPW (à 23 °C).

Sur la figure II.10 (a) et la figure II.11 (a), l'auteur a montré que la viscosité apparente des fluides augmente lorsque la concentration de polymère augmente. Ce comportement est lié à l'augmentation de l'intrication intermoléculaire. De plus, le comportement d'amincissement par cisaillement est observé lorsque le taux de cisaillement

augmente. Cet effet est dû au déroulement et à l'alignement des chaînes polymères lorsqu'elles sont soumises au cisaillement. On peut également observer que la teneur en sel affecte négativement la viscosité des solutions polymères, comme décrit dans la littérature. À partir des courbes de contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement (figure II.10 (b) et figure II.11 (b)), le comportement pseudoplastique peut être ajusté par le modèle d'Ostwald de Waele.

L'auteur observe que plus la concentration en polymère est élevée, plus le paramètre K sera élevé, ce qui fournira une résistance plus élevée à l'écoulement du fluide.

De plus, cela implique que le comportement rhéologique de la solution de polymère s'éloignera du comportement newtonien ($n \neq 1$). Pour les solutions polymères préparées avec SPW, ces effets sont moins prononcés.

Sur la figure II.12 (a), l'auteur a pu voir que 1250 ppm de concentration de polymère fournissent la viscosité cible (~ 10 mPa.s à $\sim 7,8$ s⁻¹) pour inondation. Cette valeur se situe dans la plage des concentrations de polymère pour les applications sur le terrain qui varie généralement de 500 à 2500 ppm.

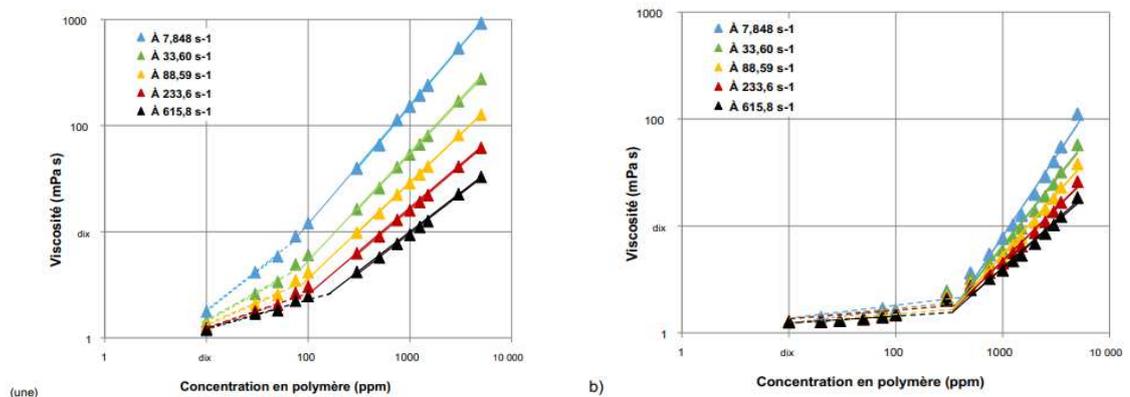


Figure II.12 : Concentration critique de chevauchement (c^*) pour les fluides préparés avec: (a) de l'eau distillée et (b) du SPW (à 23 °C).

Sur la figure II.13, il est possible de voir les deux régions pour les solutions de polymère préparées avec de l'eau distillée ou SPW. Les lignes pointillées représentent la région diluée et les lignes continues représentent la région semi-diluée.

Les solutions préparés avec le SPW présentaient des valeurs similaires pour C^* (la valeur moyenne était de 337,7 ppm à 23 °C) quel que soit le taux de cisaillement.

Cette valeur de C^* (337,7 ppm) est proche des valeurs rapportées par certains auteurs. Pour une solution préparée avec HPAM (27,8% d'acrylate, 72,2% de monomères d'acrylamide et $18,5 \times 10^6$ g / mol en poids et 2% de KCl à 30 ° C, une concentration

critique de recouvrement de 295 ppm a été obtenus [35]. Dans un autre travail, la solution avec HPAM (SNF Flopaam 3230S, 8×10^6 g/ mol en poids avec 30% de degré d'hydrolyse) et 2% de NaCl à 25 ° C, une valeur $C^* = 300$ ppm a été rapportés pour [..].

Concernant les solutions Flopaam 5115SH avec de l'eau distillée, l'auteur fait remarquer que plus le taux de cisaillement est élevé, plus la valeur C^* augmente. Des résultats similaires ont été rapportés pour les solutions de polystyrène, attribuant ce comportement aux déformations des chaînes induites par l'écoulement des solutions [..].

Dans les deux conditions, l'amplitude des modules de G' et G'' augmentent au fera à mesure que la concentration en polymère augmentait, de sorte que les caractéristiques viscoélastiques des fluides puissent être guidées par le type et la concentration du polymère. De plus, si la concentration de polymère dans la solution est supérieure à C^* , le module élastique sera dominant sur le module visqueux [40]. Cette condition a été observée pour les fluides sans sels, où les valeurs de G' étaient supérieures à celles de G'' pour des concentrations de polymère supérieures à 100 ppm (voir figure II.12 (a)). Cependant, pour les fluides contenant des sels, le comportement visqueux était prédominant pour toutes les concentrations de polymère évaluées.

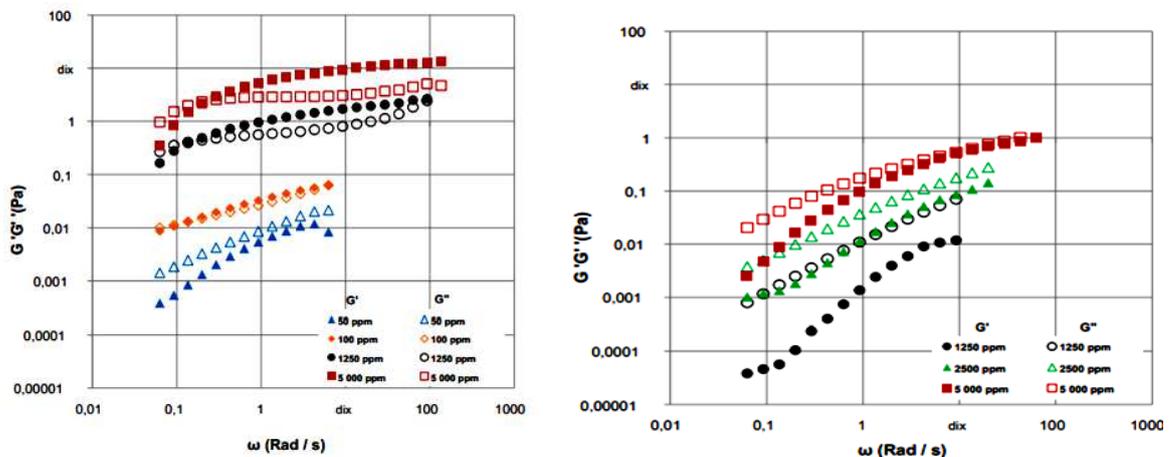


Figure II.13 : Test de balayage de fréquence pour (a) des fluides sans sels et (b) des fluides formulés avec SPW, tous deux à 23 ° C.

A on conclure que, Les solutions préparées en mélangeant HPAM Flopaam 5115SH avec SPW ou de l'eau distillée ont présenté un comportement rhéofluidifiant par cisaillement (un comportement pseudoplastique) qui peut être ajusté par le modèle d'Ostwald de Waele.

Les solutions de polymère préparées avec de l'eau distillée indiquent que la concentration de chevauchement augmente au fera et à mesure que le taux de cisaillement

augmente, contrairement aux résultats observés pour les fluides contenant des sels. Pour ces fluides, la concentration de chevauchement était presque indépendante du taux de cisaillement imposé.

En ce qui concerne les propriétés viscoélastiques des solutions de polymère, l'auteur a observé que le comportement visqueux (G'') était prédominant pour les fluides préparés avec SPW. Pour les fluides sans sel, le comportement élastique (G') était plus prononcé, sauf pour les fluides avec des concentrations de polymère inférieures à 100 ppm. **En 2017, Shuwei Cai , Xianru He , Kun Liu, Alisson M. Rodrigues et Rui Zhang [74]** ont fait une étude sur l'interactions macromoléculaires et synergie de xanthane / HPAM dans les solutions aqueuses. Le HPAM est un polymère qui a une excellente viscosité mais une faible tolérance à la température et une faible résistance au sel, tandis que le XG a une bonne tolérance à la température et une résistance au sel, mais une viscosité inférieure à celle de HPAM.

Dans le cas où il existe des liaisons hydrogène entre XG et HPAM dans des conditions neutres, HPAM et XG peuvent former des structures d'assemblage en solution aqueuse. Dans cette étude, un composé en solution aqueuse composé de XG et HPAM a été préparé pour améliorer la tolérance à la température et la résistance au sel des agents de déplacement d'huile. La synergie et les interactions entre HPAM/XG ont été explorées par des études de rhéologie et de diffusion dynamique de la lumière.

Le HPAM et le xanthane ont été séchés à 30 ° C dans une armoire de séchage avant utilisation. Les solvants étaient des solutions salines avec des concentrations de 0,05 mol L⁻¹, 0,1 mol L⁻¹, 0,15 mol L⁻¹ et 0,2 mol L⁻¹ puis ils sont agités à vitesse lente pendant 3 jours à 35°C. Des solutions mères de divers volumes ont ensuite été mélangées pour obtenir la solution de mélange souhaitée. Les solutions d'échantillon ont été laissées pendant une nuit pour s'équilibrer.

Des mesures de viscosimétrie pour une série de solutions HPAM / XG ont été réalisées avec un viscosimètre Ubbelohde dans un bain-marie avec contrôle automatique de la température. Toutes les mesures ont été effectuées à 25 °C.

Les tests de rhéologie ont été effectués à l'aide d'un rhéomètre AR-2000ex en utilisant un modèle de maintien de crête, un modèle de débit en régime permanent et un modèle d'oscillation. Les spectres de temps de relaxation continue ont été calculés et traités par Matlab et le logiciel Originpro 8.0

Les résultats obtenus sont exprimés par la suite :

- Mesures de viscosimétrie relative :

Pour une solution de polymère à un seul composant, sa viscosité apparente augmente avec l'augmentation de la concentration en polymère. La contribution d'une seule macromolécule à la solution peut être mesurée comme la viscosité spécifique calculée à 0 concentration par extrapolation. Un facteur d'augmentation de la viscosité R peut être défini comme suit :

$$R = \eta_{r, exp} / \eta_{r, m} - 1 \quad (eq II.4)$$

R reflète la variation relative par rapport à une solution à un seul composant à la même concentration en raison d'interactions spécifiques.

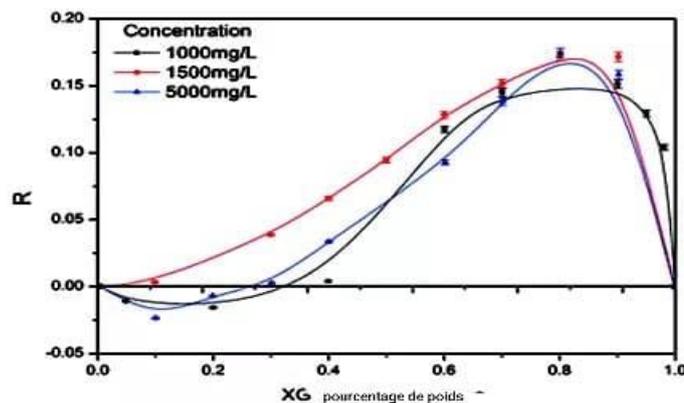


Figure II.14 : Facteur d'amélioration de la viscosité en fonction du pourcentage en poids de Xanthane. ($t = 25 \text{ } ^\circ \text{C}$; $C_{\text{NaCl}} = 0,2 \text{ mol L}^{-1}$)

La **Figure II.14** montre que lorsque la teneur en XG est faible, la valeur de viscosité est inférieure à leurs $\eta_{r, i}$, en particulier pour une concentration totale de polymère (C_p) de 1000 mg L^{-1} et 2000 mg L^{-1} . Ceci indique que HPAM et XG ont une synergie négative, la viscosité de la solution mélange diminué légèrement. Cependant, dans la zone à haute teneur en XG, la viscosité augmente et montre une synergie positive. Lorsque le pourcentage pondéral XG est égal à 0,8, les trois solutions présentent une synergie positive maximale. L'auteur explique que l'interaction de deux types de polymères peut être influencée par la solvatation et les liaisons hydrogène intermoléculaires.

- Etude rhéologique :

Un rhéomètre de couple a été utilisé pour observer les effets du cisaillement du HPAM; sur la base des résultats obtenus avec le viscosimètre Ubbelohde. Une série de viscosité sous

différents taux de cisaillement a été mesurée. La **figure II.15** montre la valeur R de la solution de mélange à 2000 mg L^{-1} sous différents taux de cisaillement ($0,25\text{--}73 \text{ S}^{-1}$) en fonction du pourcentage en poids XG. On a trouvé qu'avec l'augmentation du pourcentage en poids de XG, l'effet de synergie passait d'une synergie négative à une synergie positive. La plus grande synergie positive est apparue à 80%, cela concorde avec les résultats des mesures du viscosimètre Ubbelohde. De plus, avec l'augmentation du taux de cisaillement, la valeur absolue de R diminuait pour toutes les teneurs du XG. Cela peut être attribué à la structure supermoléculaire endommageant la contrainte de cisaillement dans la zone à haute teneur en XG. Plus le taux de cisaillement est élevé, plus le degré d'endommagement est important.

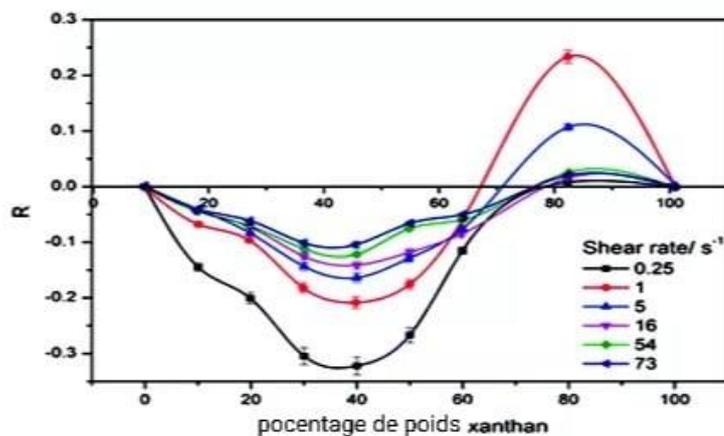


Figure II.15 Facteur d'amélioration de la viscosité en fonction du pourcentage en poids de gomme de xanthane sous différents taux de cisaillement. (25°C , $C_p = 2000 \text{ mg L}^{-1}$, $C_{\text{NaCl}} = 0,2 \text{ mol. L}^{-1}$).

- Effet du rapport de mélange différent de HPAM/XG sur ses propriétés viscoélastiques :

Le module des solutions de mélange avec des teneurs en XG différentes en fonction de la fréquence angulaire est illustré à la **figure II.16**. La **figure II.16 (a)** illustre la dépendance du G' sur la fréquence angulaire en termes de coordonnées log – log. Le G' de la solution XG pure est le plus grand tandis que le G' de la solution HPAM pure est le plus bas sur toute la gamme de fréquences; le G' augmente continuellement avec l'augmentation de la teneur en XG. Cela indique que la valeur du G' dépende de la teneur en XG dans ce système. La **figure II.16 (b)** présente un tracé de G'' par rapport à la fréquence angulaire de la même série de solutions. Les résultats montrent la même variation qu'avec G' . Ceci est en accord avec l'étude de synergie qui indique qu'une interaction par liaison hydrogène entre HPAM et XG est confirmée.

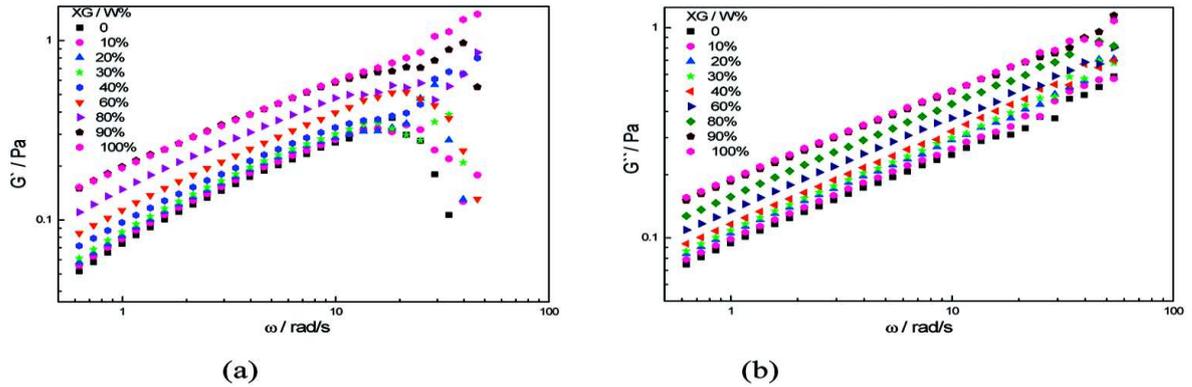


Figure II.16 : Dépendance de G' et G'' sur la fréquence angulaire ($T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C = 2000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, $C_{\text{NaCl}} = 0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, $M_w = 2,3 \times 10^7\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$).

La **figure II.17** montre la viscosité apparente des différentes solutions de mélange HPAM / XG par rapport au taux de cisaillement envers des coordonnées log – log. Il est évident qu'avec l'augmentation du taux de cisaillement, la viscosité apparente de toute la solution diminue, présentant un comportement de rhéofluidifiant. Dans le domaine de la synergie négative (la teneur en XG <30%), la viscosité apparente de la solution HPAM / XG se rapproche de la HPAM pure. Lorsque la teneur en XG est supérieure à 40%, la viscosité augmente. Ceci corrobore donc les mesures du viscosimètre Ubbelohde.

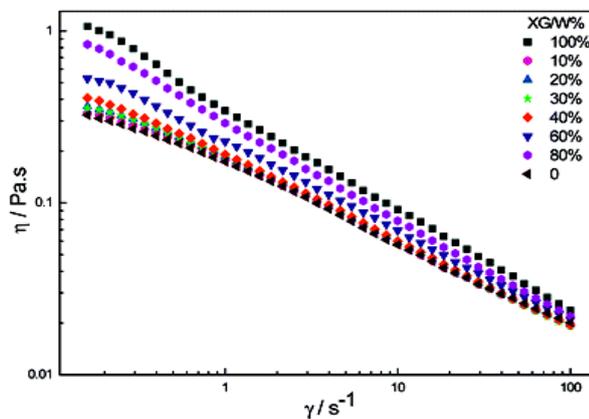
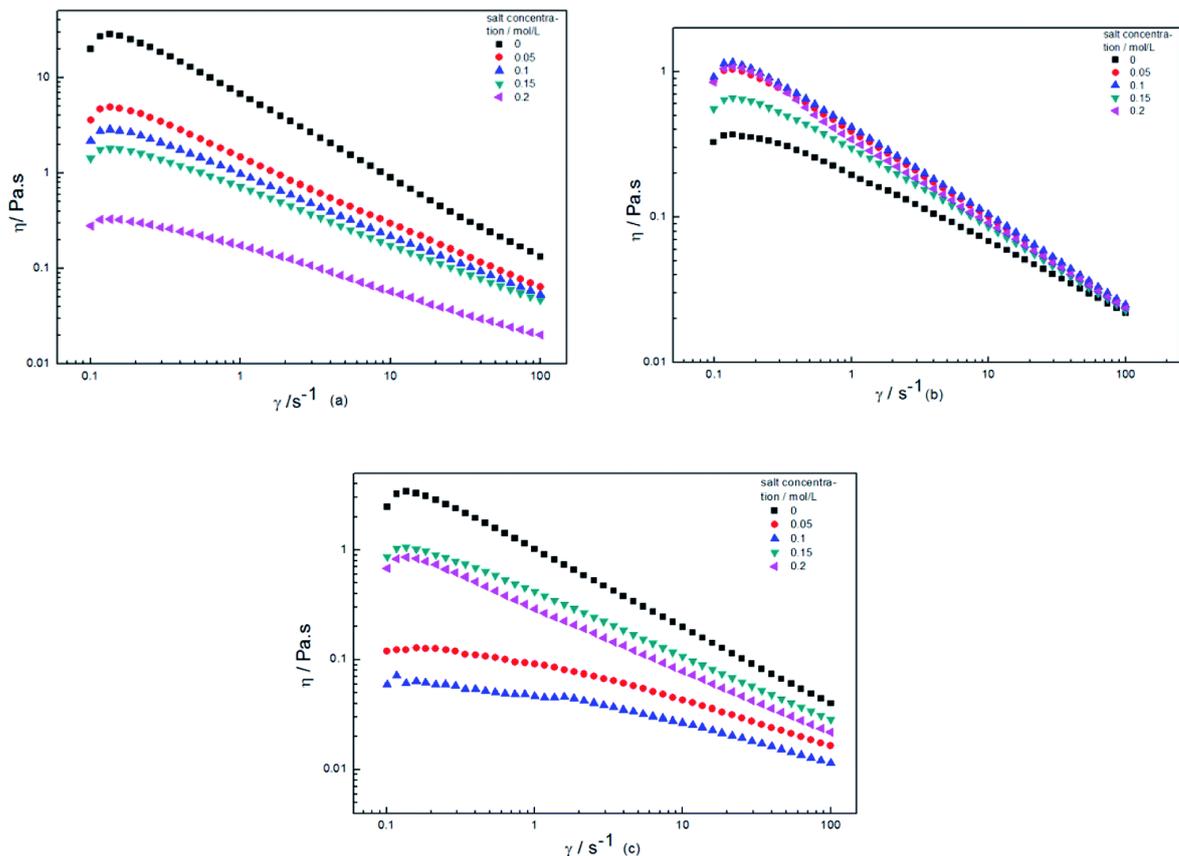


Figure II.17 : La dépendance de la viscosité apparente η , du taux de cisaillement ($T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $C = 2000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, $C_{\text{NaCl}} = 0,2\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$, $M_w = 2,3 \times 10^7\text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$).

La **figure II.18 (a)** illustre la viscosité apparente de l'HPAM en fonction du taux de cisaillement pour différentes concentrations de NaCl. Avec l'augmentation de la concentration de Na^+ dans les solutions aqueuses, l'effet de protection électrostatique pour

les chaînes latérales HPAM est renforcé, et la conformation est devenue plus contractée par conséquent la viscosité diminue montrant une moins bonne résistance au sel.

Sur la **figure II.18 (b)**, la viscosité du XG dans une solution saline est supérieure à celle dans une solution aqueuse. En effet l'effet du blindage électrostatique du Na entraîne l'enroulement des chaînes latérales autour du squelette et la formation de structures intermoléculaires bidimensionnels en bâtonnets (formation d pont d'hydrogène). Cependant, pour les solutions de mélange de la figure 2 (c), la viscosité diminue puis augmentait avec la concentration de NaCl. Dans ce cas la synergie négative apparue pour une faible concentration de NaCl. Il existe une structure supermoléculaire en solution et les pelotes contractées du HPAM provoque une diminution de la viscosité. Lorsque la concentration en NaCl augmente plus, une synergie positive apparait et la viscosité augmentes.



La Figure II.18 : La dépendance de la viscosité apparente η du taux de cisaillement, (a) HPAM, (b) XG, (c) solution de mélange (80% XG) ($C = 2000 \text{ mg L}^{-1}$, $M_w = 2,3 \times 10^7 \text{ g mol}^{-1}$, 25°C).

Les principales conclusions de ce travail sont les suivantes:

Une synergie négative s'est produite lorsque la teneur en XG est inférieure à 30%; cependant, un effet de synergie positive, évidemment maximal s'est produit lorsque la teneur en XG est de 80% et la concentration totale de polymère était de 2000 mg L⁻¹.

Les résultats ont montré une synergie négative à une minéralisation inférieure et une synergie positive à une concentration de NaCl plus élevée lorsque la teneur en XG est de 80%. Aussi une bonne résistance au sel des solutions de mélange a été confirmée.

Les deux types d'effets de synergie a tendance à diminuer avec l'augmentation du taux de cisaillement. L'auteur suggère que cela peut être dû aux dommages des liaisons hydrogène.

Conclusion générale

Le but de notre travail est l'étude de la synergie entre deux polymères l'un d'origine synthétique (HPAM) et l'autre d'origine naturel. Pour cela une extraction d'un gel à partir des cladodes du cactus de type *OPUNTIA FICUS INDICA* a été effectué. Une étude de caractériser des propriétés rhéologiques gel ainsi que l'étude rhéologique d'un mélange du HPAM/gel de cactus devait avoir lieu. Pour avoir plus de connaissance sur les mélanges HPAM/Polymère on a fait une exploitation des travaux intérieurs

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

- ✓ L'extraction des cladodes de cactus a pu donner un liquide d'apparence visqueuse sans couleur ni odeur.
- ✓ La caractérisation rhéologique nous a montré que le gel obtenu se comporte comme un fluide non newtonien, plastique rhéofluidifiant
L'exploitation des travaux intérieurs nous a permis de constater que
- ✓ Le pH révèle que les solutions de mucilage ont une nature légèrement acide. L'analyse par DRX montre la présence dans le mucilage de carbonate de calcium sous deux formes cristallines différentes.
- ✓ Le mucilage extrait de cladodes à différents stades de maturité montre des changements dans ses propriétés rhéologiques.
- ✓ Les solutions préparées en mélangeant HPAM Flopaam 5115SH avec SPW ou de l'eau distillée ont présenté un comportement rhéofluidifiant par cisaillement.
- ✓ la viscosité apparente des différentes solutions de mélange HPAM / XG par rapport au taux de cisaillement présentant un comportement de fluidification par cisaillement.

Comme perspectives, il serait utile, voir nécessaire, de prévoir un travail complémentaire qui caractérise le gel comme l'analyse (IRTF) afin d'avoir les groupements fonctionnelles du mucilage, l'analyse GCMS pour avoir la structure et la masse moléculaire du gel, la caractérisation de l'eau utilisée ainsi que l'analyse rhéologique du mélange HPAM/gel de cactus.

Références Bibliographiques

- [1] Rémi Deterre, Bernard Lestriez, « *Introduction aux matériaux polymères* ». 2016, Lavoisier, Paris 978-2-7430-2028-6.
- [2] L. Medina-Torresa, E. Brito-De La Fuentea,* , B. Torrestiana-Sanchezb, R. Katthainc. *Rheological properties of the mucilage gum (Opuntia ficus indica)*. *Food Hydrocolloids* 14 (14 January 2000)417–424.
- [3] Alain Boudet, « *Voyage au cœur de la matière plastique - Les microstructures des polymères* ». CNRS Editions, 2003
- [4] Cyril PUJOS, « *Estimation de la rhéologie d'un polymère dans une filière d'extrusion Simulation d'écoulement avec transferts thermiques et Inversion de mesures* ». UNIVERSITE BORDEAUX I, Ecole Doctorale DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGENIEUR, 2006
- [5] Christophe Chassanieux, Hervé Lefebvre, Sagrario Pascual, « *l'indispensable en polymères* ». Editions Bréal, 2008
- [6] Yue Zhao, CHM 504 « *Chimie des polymères* ». UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE, 2015
- [7] P. WEISS, « *La chimie des polymères* ». Université Médicale Virtuelle Francophone ,2010
- [8] Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John PLUMMER, Pierre Decroly, « *Matériaux Polymères: Propriétés Mécaniques et Physiques* ». PPUR presses polytechniques et universitaires romandes, 2001
- [9] Cyprien Gay, « *Nanorhéologie et autres problèmes de polymères aux interfaces* », Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2013
- [10] Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon, Jean-Marc Haudin , « *Matériaux pour l'ingénieur* ». École des Mines, 2010. Pages 47,48
- [11] Rioux L ; 2010. « *Caractérisation structurale et évaluation de l'activité biologique depolysaccharides extraits de saccharina longicruris* ». Thèse de doctorat présentée à la Faculté des études supérieures de l'Université Laval : 4-41.

- [12] Goparty, W. E., Mobility Control with Polymer Solutions, Journal of Petroleum Technology, 7, 161-173, 1967.
- [13] LF Lopes, BMO Silveira, RBZL Moreno. « *Rheological Evaluation of HPAM fluids for EOR Applications* ». State University of Campinas. International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS Vol:14 No:03. June 2014
- [14] Adeline Dupas. « *Dégradation mécanique de solutions de polymères et ses impacts en récupération assistée d'hydrocarbures* ». Autre. Université de Bretagne occidentale - Brest, 2012.
- [15] Norris M . V ., Snell F.D ., and Hilton C .L.(Eds .), Encyclopedia of Industrial Chemical Analysis, Wiley- Interscience, New York, 4, 160-180 (1967).
- [16] Benjamin Petera. « *Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladodes de Cereus triangularis.* » Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2016. Français.
- [17] Finti, A.E.L., Boullani, R.E.L., Fallah, M., Msanda, F. Mousadik, A.E.L. *Assessment of some agro-technological parameters of Cactus pear fruit (Opuntia ficus indica.) in Morocco cultivars.* J. Med. Plants Res. 7, 2574-2583. (2013)
- [18] Schweizer, M. "Docteur Nopal, le médecin du Bon Dieu," Aloe Plantes et Beauté. (1997)
- [19] Saenz, C. « *Processing technologies: an alternative for cactus pear (Opuntia spp.) fruits and cladodes* ». Journal of arid environments 46, 209-225. (2000)
- [20] Pimienta-Barrios, E. « *Prickly pear (Opuntia spp.): a valuable fruit crop for the semi-arid lands of Mexico* ». Journal of arid environments 28, 1-11.(1994)
- [21] Saleem, M., Kim, H.J., Han, C.K., Jin, C., Lee, Y.S. « *Secondary metabolites from Opuntia ficus-indica var. saboten* ». Phytochemistry 67, 1390-1394.(2006)
- [22] Moreno Alvarez, M.J., Medina, C., Antón, L., García, D., Belén Camacho, D.R., « *Uso de pulpa de tuna (Opuntia boldinghii) en la elaboración de bebidas cítricas pigmentadas.* Interciencia » 28, 539-543. (2003)

- [23] Welegerima, G., Zemene, A., Tilahun, Y. « *Phytochemical composition and antibacterial activity of Opuntia Ficus Indica cladodes extracts* ». *Journal of Medicinal Plants* 6, 243-246. (2018)
- [24] Singthong, J., Ningsanond, S., Cui, S.W., Goff, H.D. « *Extraction and physicochemical characterization of Krueo Ma Noy pectin* ». *Food hydrocolloids* 19, 793-801. (2005)
- [25] Pimienta Barrios, E., Urias, M., A Barbera, G., Inglese, P., Pimienta Barrios, E., Jiménez, A. « *Domestication of opuntias and cultivated varieties. Agro-ecology cultivation and uses of cactus pear* ». FAO, Roma (Italia). (1995)
- [26] Chougui, N., Tamendjari, A., Hamidj, W., Hallal, S., Barras, A., Richard, T., Larbat, R. « *Oil composition and characterisation of phenolic compounds of Opuntia ficus-indica Seeds* ». *Food chemistry* 139, 796-803. (2013)
- [27] Angulo-Bejarano, P., Martínez-Cruz, O., Paredes-López, O. « *Phytochemical content, nutraceutical potential and biotechnological applications of an ancient Mexican plant: nopal (Opuntia ficus-indica)* ». *Current Nutrition & Food Science* 10, 196-217. (2014)
- [28] Cherif Benismail, M., Mokhtari, M., Arba, M. « *The Cactus Pear (Opuntia spp.) in Morocco: Main Species and Cultivar Characterization, IV International Congress on Cactus Pear and Cochineal* » 581, pp. 103-109. (2000)
- [29] Cárdenas, A., Arguelles, W., Goycoolea, F. « *On the possible role of Opuntia ficus indica mucilage in lime mortar performance in the protection of historical buildings* ». *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 3, 64-71. (1998)
- [30] Di Lorenzo, F., Silipo, A., Molinaro, A., Parrilli, M., Schiraldi, C., D'Agostino, A., Izzo, E., Rizza, L., Bonina, A., Bonina, F. *The polysaccharide and low molecular weight components of Opuntia ficus indica cladodes: structure and skin repairing properties*. *Carbohydrate polymers* 157, 128-136. (2017)
- [31] Gade, A., Gaikwad, S., Tiwari, V., Yadav, A., Ingle, A., Rai, M. *Biofabrication of silver nanoparticles by Opuntia ficus-indica: in vitro antibacterial activity and study of the mechanism involved in the synthesis*. *Current Nanoscience* 6, 370-375. (2010)

- [32] Olivares-Pérez, A., Toxqui-López, S., Padilla-Velasco, A.L. Nopal cactus (*Opuntia Ficus-Indica*) as a holographic material. *Materials* 5, 2383-2402 (2012)
- [33] Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C. « *Extraction and characterization of mucilage in Opuntia spp.* » *Journal of arid environments* 68, 534-545.(2007)
- [34] Sáenz, C., Sepúlveda, E., Matsuhiro, B. « *Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives* ». *Journal of arid environments* 57, 275-290.(2004)
- [35] Lefsih, K., Delattre, C., Pierre, G., Michaud, P., Aminabhavi, T.M., Dahmoune, F., Madani, K. « *Extraction, characterization and gelling behavior enhancement of pectins from the cladodes of Opuntia ficus indica* ». *International journal of biological macromolecules* 82, 645-652. (2016)
- [36] Caruso, M., Currò, S., Las Casas, G., La Malfa, S., Gentile, A., 2010. Microsatellite markers help to assess genetic diversity among *Opuntia ficus indica* cultivated genotypes and their relation with related species. *Plant systematics and evolution* 290, 85-97.
- [37] Felkai-Haddache, L., Dahmoune, F., Remini, H., Lefsih, K., Mouni, L., Madani, K., 2016. Microwave optimization of mucilage extraction from *Opuntia ficus indica* Cladodes. *International journal of biological macromolecules* 84, 24-30.
- [38] Gheribi, R., Puchot, L., Verge, P., Jaoued-Grayaa, N., Mezni, M., Habibi, Y., Khwaldia, K., 2018. Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. *Carbohydrate polymers* 190, 204-211.
- [39] Adjeroud, N., Dahmoune, F., Merzouk, B., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2015. Improvement of electrocoagulation–electroflotation treatment of effluent by addition of *Opuntia ficus indica* pad juice. *Separation and Purification Technology* 144, 168-176.
- [40] Adjeroud, N., Elabbas, S., Merzouk, B., Hammoui, Y., Felkai-Haddache, L., Remini, H., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2018. Effect of *Opuntia ficus indica* mucilage on copper removal from water by electrocoagulation-electroflotation technique. *Journal of Electroanalytical Chemistry*.

- [41] P. MILLET, P. WEISS. « *Propriétés physiques des matériaux dentaires* ». Université Médicale Virtuelle Francophone, 2010.
- [42] Jorge Avendano. Viscoélasticité et récupération améliorée du pétrole. Autre. Université Paris-Est, 2012. Français. NNT : 2012PEST1020. pastel-00695896.
- [43] Koffi Léon KONAN ; « *Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium* ». Thèse de Doctorat, Université de Limoges Discipline : Matériaux Céramiques et Traitements de Surface (2006).
- [44] Julien SORA ; « *Elaboration par coulage en bande et caractérisation de composites fibreux à matrice à base de ciment alumineux* ». Thèse de Doctorat, Université de Limoges, Faculté Doctorale Sciences et Technologie, Ecole Doctorale Science-Technologie-Santé, Groupe d'Etude des Matériaux Hétérogènes (N° 6/ 2005).
- [45] Ponche A., (2003). "Suspensions de particules dans des solutions de polymère: Rhéométrie et observations microscopique", Thèse de doctorat de l'Université de Haute Alsace, 136p.
- [46] DJOUDI, Tarek (2005) Etude De L'écoulement Du Polymère Fondu Dans Les Moules Résolution Par : La Méthode Des Volumes Finis (MVF). Masters thesis, Université Mohamed Khider Biskra.
- [47] X. Xin, G. Xu, H. Gong, Y. Bai, Y. Tan, Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects 326, 1–9 (2008).
- [48] L. Piculell, K. Thuresson et B. Lindman, Mixed solutions of surfactant and hydrophobically modified polymer. *Polymers for advanced Tech.* 12, 44 (2001)
- [49] Nicolas TIXIER, « Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées » Thèse Doctorat, Université de Limoges Discipline : Chimie et Microbiologie de l'Eau, 2003
- [50] Bessi, Assia , « *ETUDE DES PROPRIETES THERMIQUES ET CARACTERISATION DES MELANGES A BASE DE POLYSTYRENE (PS) – POLYETHYLENE (PE)* ». Masters thesis, Université Mohamed Khider Biskra, 2004

- [51] L. LEIBLER, « Thermodynamique des mélanges de polymères – Aspect théorique Diagramme de phase », Ecole supérieure de physique et de chimie industrielle, Paris, (2003), pp : 38.
- [52] M. Coleman, J.F.Graf, P.Painter.” Specific Interactions and the Miscibility of Polymer Blends”. Paris: Technomic, 1991, p20-46.
- [53] V. N. Ignatov, C. Carraro, V. Tartari, R. Pippa, M. Scapin, F. Pilati, C. Berti, M.Toselli and M. Fiorini, *Polymer*, Vol. 38, 201, (1997).
- [54] W. J. WORK, K. HORIE, et al. « Definition of terms related to polymer blends composites and multiphase polymeric materials », *Pure Appl. chem.*, Vol. 76, N° 11, (2004), pp: 1985-2007
- [55] S. Datta and D. J. Lohse, “ polymeric compatibilizers “. Uses and Benefits in polymer Blends. New York, 1996, P. 531 – 586.
- [56] C. Z. CHAUI, K. ALMADAL et I. JOHANNSEN, « Miscibility evolution of polycarbonate/ polystyrene blends during compounding», *Poly. Eng. Sci.* Vol. 42, N° 5, (2002), pp: 961-968.
- [59] O. OLABISI, L. M. ROBESON et M. T. SHAW, « Polymer-Polymer miscibility », Academic Press, New York, (1979).
- [58] Gérard, T. « *Elaboration et caractérisation de matériaux multiphasiques à base de polylactide (PLA) et de polyhydroxyalcanoates (PHA)* ». Doctoral dissertation, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2013
- [59] R. Fayt, R. Jerome et P. Teyssié, « *Interface Modification in Polymer Blends In Multiphase Polymer: Blends and Alloys* ». Edited by L.A. Utracki et R.A. Weiss, Washington: ACS Symposium Series, 1989 pp. 38–66
- [60] M. Xanthos et S. Dagli, « *compatibilization of polymer blends by reactive processing*». *Polymer engineering and science.* Vol. 31, n°13, 1991, P. 929-935.
- [61] L. A. Utracki, « *Compatibilization of Polymer Blends* », *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, Vol. 80, (2002), pp 1008-1016.

- [62] J. Li, H. Li, C. Wuc, Y. Ke, D. Wang, Q. Li, L. Zhang and Y. Hua, « *Morphologies, Crystallinity and Dynamic Mechanical Characterizations of Polypropylene/Polystyrene Blends Compatibilized with PP-g-PS Copolymer: Effect of the Side Chain Length* », European Polymer Journal, Vol. 45, (2009), pp 2619-2628.
- [63] H. Cartier and G. H. Hu, « *Compatibilisation of Polypropylene and Polybutylene Terephthalate Blends by Reactive Extrusion: Effects of the Molecular Structure of a Reactive Compatibiliser* », Journal of Materials Science, Vol. 35, (2000), pp 1985-1996.
- [64] S. A. Madbouly and J. U. Otaigbe, « *Broadband Dielectric Spectroscopy of Nanostructured Maleated Polypropylene/Polycarbonate Blends Prepared by In Situ Polymerization and Compatibilization* », Polymer Journal, Vol. 48, (2007), pp 4097-4107.
- [65] K. Cho, K. H. Seo and T. O. Ahn, « *Morphology and Rheological Behavior of Amorphous Polyamide/(Styrene-Acrylonitrile/Styrene Maleic Anhydride)* », Polymer Journal, Vol. 29, (1997), pp 987-991.
- [66] BOUSMINA, M. et MULLER, R., (1993). "Linear Viscoelasticity in the Melt of Impact PMMA. Influence of Concentration and Aggregation of Dispersed Rubber particles". J. Rheol, 37, 663.
- [67] BOUSMINA, M., BATAILLE, P., SAPIEHA, S. et SCHREIBER, H.P., (1995). "Comparing the Effect of Corona Treatment and Block Copolymer Addition on Rheological properties of PS/PE Blends". J. Rheol, 39, 499.
- [68] UTRACKI, LA., (1989). "Polymer Alloys and Blends - Thermodynamics and Rheology", Hanser Publishers.
- [69] P. Coussot. Rheometry of pastes, suspension and granular materials : Application in industry and environment. John Wiley and Sons 2005.
- [70] Coussot P. et Grossiard J, "Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton", EDP Science, 221p ; 2002
- [71] Cross M.M., "Rheology of Non-Newtonian Fluids. A new flow equation for pseudo-plastic systems", Journal of Colloid Sciences, 20: 417-437, (1965)

[72] Margarita Contreras-Padilla , Mario E. Rodríguez-García , Elsa Gutiérrez-Cortez , M. del Carmen Valderrama-Bravo, J. Isela Rojas-Molina ré, Eric M. Rivera-Muñoz. *Physicochemical and rheological characterization of Opuntia ficus mucilage at three different maturity stages of cladode*. European Polymer Journal 78 (2016) 226–234.

[73] Bruno M. O. Silveira, Leandro F. Lopes, Rosângela B. Z. L. Moreno. *Rheological Approach of HPAM Solutions under Harsh Conditions for EOR Applications*. University of Campinas. International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS Vol:16 No:03, June 2016.

[74] Shuwei Cai , Xianru He , Kun Liu, Alisson M. Rodrigues et Rui Zhang, *Macromolecular interacciones and synergy in xanthan/HPAM aqueous solutions* . RSC Advances ,7 ,41630-41639 (2017)