الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique
المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيات المتقدمة
École Nationale Supérieure des Technologies Avancées

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière

Génie des procédés

Spécialité

Procédés Organiques

Thème :

Identification d'une loi de comportement de la gomme de guar

Réalisé par
DEHNOUN Nesrine

Les membres de jury :

DR. BOUDERDARA Nabila	ENSTA	**Président**
DR. GRAMEZ Abdelghani	ENSTA	**Examinateur**
DR. BERKACHE Kamel	ENSTA	**Encadrant**
DR. DEGHMOUM Mohamed	CRD-Sonatrach	**Co-Encadrant**

Alger le 26-06-2024

Année universitaire 2023-2024

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail avec amour et gratitude :

À mes parents adorés, votre soutien constant, votre amour inconditionnel et vos encouragements ont été ma source principale d'inspiration. Merci de toujours croire en moi.

À mon frère Anis et à ma sœur Yousra ainsi qu'à tous les membres de ma famille qui n'ont jamais cessé de me motiver et d'être à mes cotés.

À Ma chère amie et binôme Kamelia, ce mémoire est le fruit de notre collaboration mais aussi l'illustration de notre sincère amitié.

À Ma meilleure amie Lina, pour son soutien et sa bienveillance.

Que cette dédicace soit le témoignage de mon immense reconnaissance envers chacun d'entre vous.

DEHNOUN Nesrine

REMERCIEMENTS

Ce mémoire représente le fruit des efforts fournis et des sacrifices consentis par plusieurs personnes qu'on ne pourra oublier de remercier.

Nos remerciements s'adressent d'abord à Dieu tout puissant de nous avoir donné la force et le courage de terminer la réalisation de ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre encadrant Mr. BERKACHE Kamel pour nous avoir encadré durant ce travail de la meilleure manière. Sans votre expertise et votre accompagnement, ce mémoire n'aurait pas pu voir le jour.

Nous remercions profondément Mr. DEGHMOUM Mohamed pour nous avoir Co-encadré et pour ses précieux commentaires et ses suggestions qui ont contribué à l'amélioration de ce mémoire.

Nous remercions Mme. BOUDERDARA Nabila d'avoir acceptée de présider notre jury de soutenance. Aussi Mr. GRAMEZ Abdelghani pour le temps qu'il a consacré pour examiner notre mémoire. Leur expertise est un plus pour notre travail et qui va nous permettre de l'améliorer encore.

Un grand merci à tout le personnel du CRD SONATRACH, en particulier Mr . BELOUNIS Abderahim et Mr.LAOUZAI Abdelfetah pour leur aide pratique et leurs encouragements.

Nous tenons à remercier du fond du cœur nos parents pour leur soutien et leurs encouragements qui ont été refuge et motivation durant tout notre parcours académique.

En dernier nous remercions chaleureusement tous ceux qui ont, de près ou de loin, contribué pour la réalisation de ce travail.

TABLE DES MATIÈRES

Table des figures **III**
Liste des tableaux **IV**
Introduction Générale **1**
Chapitre I: Étude bibliographique **3**
I.1 Introduction 4
I.2 Généralités 4
I.2.1 Polymères 4
I.2.2 Biopolymères 4
I.2.3 Polysaccharides 5
I.2.4 Gommes 5
I.3 Gomme de guar 5
I.3.1 Définition 5
I.3.2 Historique et origine 6
I.3.3 Extraction de la gomme de guar 6
I.3.4 Modifications chimiques de la gomme de guar 7
I.4 Applications industrielles de la gomme de guar 7
I.5 Conclusion 9
Chapitre II: Structure microscopique et propriétés physicochimique **10**
II.1 Introduction 11
II.2 Structure microscopique et la GG 11
II.2.1 Structure moléculaire 11
II.2.2 Poids moléculaire 11
II.2.3 Composition 12
II.2.4 Caractérisation microscopique 12
II.2.5 Propriétés physicochimiques de la gomme de guar 13
Propriétés physiques 13
Propriétés chimiques 14
II.3 Conclusion 14
Chapitre III: Caractérisation rhéologique **15**
III.1 Introduction 16
III.2 Courbes d'écoulement 16
III.3 Modélisation de comportement rhéologique 18
III.4 Étude dynamique 19
III.5 Effet de la concentration 22
Conclusion Générale **25**

Références Bibliographiques **27**
Résumés **31**

TABLE DES FIGURES

I.1 Structure du Polytéréphtalate d'éthylène (PET) 4
I.2 Structure de la Cellulose : polymère issu d'organisme vivant 5
I.3 Quelques gommes utilisées dans l'industrie 6
I.4 Gomme de guar 6
I.5 *Cyamopsis tetragonoloba* 7
I.6 Processus d'extraction de la gomme de guar à partir de graines 8

II.1 Structure moléculaire de la GG [9] 11
II.2 Morphologie de la gomme de guar 13

III.1 Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité en fonction du taux de cisaillement 17
III.2 Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. Représentation en échelle linéaire 18
III.3 Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement. Pour trois concentration différentes et modélisées par le modèle de Cross 19
III.4 Test de balayage en déformation. (a) G' et G'' en fonction de la déformation, (b) Déphasage en fonction de la déformation 20
III.5 Test de balayage en fréquence. (a) G' et G'' en fonction de la fréquence, (b) Déphasage en fonction de la fréquence 21
III.6 Variation des viscosité initiale et finale en fonction de la concentration du polymère 23
III.7 Variation des viscosité initiale et finale en fonction de la concentration du polymère 24

LISTE DES TABLEAUX

II.1 Composition générale de la GG [19] 12

Introduction Générale

La gomme de guar est un polysaccharide naturel extrait des graines de la plante de guar (Cyamopsis tetragonoloba) et est largement utilisée pour ses propriétés épaississantes, gélifiantes et stabilisantes. Sa rhéologie, ou comportement de déformation et d'écoulement, est d'une importance capitale dans une multitude d'applications industrielles, allant de l'alimentation à la cosmétique en passant par les produits pharmaceutiques. La compréhension approfondie de la rhéologie de la gomme de guar permet de manipuler ses propriétés pour répondre aux besoins spécifiques de chaque application, garantissant ainsi la performance et la qualité des produits finis.

L'un des facteurs les plus influents sur la rhéologie de la gomme de guar est sa concentration. À faible concentration, la gomme de guar agit principalement comme un agent épaississant, augmentant légèrement la viscosité des solutions. Cependant, à mesure que la concentration augmente, la gomme de guar commence à former des réseaux polymériques plus robustes, ce qui conduit à une augmentation significative de la viscosité et au développement de propriétés gélifiantes. Cette transition est essentielle à comprendre car elle permet d'optimiser l'utilisation de la gomme de guar en fonction des exigences spécifiques de l'application, qu'il s'agisse de créer des textures douces et lisses dans les produits alimentaires ou des gels solides et stables dans les formulations pharmaceutiques.

L'effet de la concentration sur les propriétés rhéologiques de la gomme de guar est également crucial pour le contrôle et la prévision des performances des produits sous différentes conditions de traitement et d'utilisation. Par exemple, dans l'industrie alimentaire, une concentration optimale de gomme de guar est nécessaire pour obtenir la consistance souhaitée dans les sauces, les desserts et les produits laitiers, tout en assurant une stabilité pendant le stockage et la manipulation. De même, dans les applications industrielles telles que la fracturation hydraulique dans l'industrie pétrolière, une concentration adéquate de gomme de guar est essentielle pour moduler la viscosité des fluides de fracturation, optimisant ainsi le processus d'extraction.

La rhéologie de la gomme de guar et l'effet de sa concentration sont des aspects fondamentaux pour maximiser son utilité et son efficacité dans diverses applications. En ajustant précisément la concentration de la gomme de guar, il est possible de contrôler sa viscosité et ses propriétés mécaniques, permettant ainsi de répondre aux exigences spécifiques de chaque domaine d'application. Cette capacité à moduler les propriétés rhéologiques en fonction de la concentration fait de la gomme de guar un ingrédient polyvalent et précieux dans de nombreux secteurs industriels.

Ce mémoire est structuré comme suit : une étude bibliographique sur la gomme de guar et les études qui ont été déjà réalisées a été abordée en premier chapitre. Le deuxième chapitre était consacré à la structure microscopique et propriétés physicochimique de la gomme de guar. La caractérisation rhéologique et l'effet de la concentration a été traité en chapitre 3.

CHAPITRE I

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction

Dans le cadre de cette recherche bibliographique, nous accorderons une grande importance à la gomme de guar, un biopolymère naturel couramment utilisé dans différentes industries en raison de ses caractéristiques rhétoriques exceptionnelles.

L'objectif de ce chapitre est de présenter une analyse des travaux effectués sur la gomme de guar. Extraite des graines de la plante *Cyamopsis tetragonoloba*, la gomme de guar est réputée pour sa capacité à produire des solutions visqueuses à de faibles concentrations ce qui la rend particulièrement intéressante pour l'étude rhéologique d'un fluide viscoplastique.

Ce chapitre nous fournira une base solide pour les chapitres suivants, où nous aborderons la structure microscopique et les propriétés physico-chimiques de la gomme de guar, ainsi que sa caractérisation rhéologique.

I.2 Généralités

I.2.1 Polymères

Les polymères ou macromolécules, sont formés de milliers de motifs structuraux appelés "mères" qui signifie "partie" liés par des liaisons covalentes [1]. Les monomères sont les constituants de base des polymères et ils possèdent au moins deux sites réactifs qui permettent leur liaison comme le montre la figure I.1. L'arrangement des monomères peut se faire de différentes manières avec une incidence directe sur leurs propriétés [2]. Ces structures peuvent être naturelles comme la Cellulose, semi synthétiques comme la CMC (Carboxyméthyl Cellulose) ou synthétiques comme le Nylon. Leurs propriétés caractéristiques leur confèrent des fonctionnalités uniques et les rendent essentiels dans de nombreux domaines.

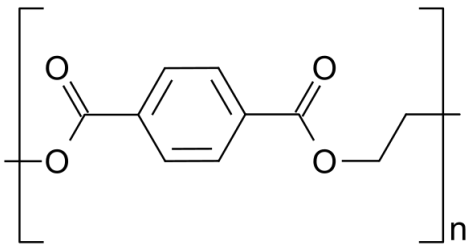


FIGURE I.1 – Structure du Polytéréphtalate d'éthylène (PET)

I.2.2 Biopolymères

Les biopolymères désignent des polymères provenant exclusivement d'organismes vivants comme la cellulose (Figure I.2) ou de polymères synthétisés à partir de ressources renouvelables comme le polyamide 11 (**PA 11**) qui est dérivé de l'huile de ricin. Les biopolymères, d'après

l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie en France, sont des produits biologiques, ou "bio" signifie l'utilisation de ressources biologiques renouvelables. Généralement, les biopolymères sont biodégradables [3].

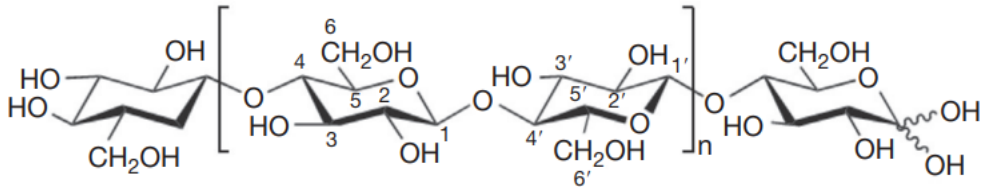


FIGURE I.2 – Structure de la Cellulose : polymère issu d'organisme vivant

I.2.3 Polysaccharides

Les polysaccharides aussi appelés glycanes, polyosides, polyholosides ou sucres complexes, sont des polymères contenant de 20 (généralement >100) jusqu'à 60 000 unités de monosaccharides [4]. Ces polymères se composent soit de molécules chimiques identiques (homopolysaccharide), soit de plusieurs types de sucres simples associés (hétéropolysaccharides) [5].

Ces macromolécules naturelles sont les substances organiques les plus abondantes en masse, en effet, ils représentent deux tiers du poids de la biomasse totale. La figure I.2 montre la structure d'un polysaccharide qui est un biopolymère issu d'un organisme vivant : la Cellulose.

I.2.4 Gommes

Les polysaccharides modifiés et les polysaccharides hydrosolubles utilisés dans les différentes industries sont appelés gommes ou hydrocolloïdes. Elles sont très utilisées comme agents épaississants, stabilisants, gélifiants et émulsifiants mais aussi pour modifier les paramètres rhéologiques des solutions aqueuses [4]. Les gommes peuvent être végétales comme la gomme de guar et la gomme arabique, produites par des microorganismes (gommes microbiennes) comme la gomme de xanthane ou obtenues de sources marines comme l'agar-agar [6] comme le montre la figure I.3.

I.3 Gomme de guar

I.3.1 Définition

La gomme de guar (Figure I.4) également appelée Guaran, Guyan, Guarina ou Glucotard est un polysaccharide naturel non ionique, hydrosoluble qui est extrait des graines de la plante *Cyamopsis tetragonoloba* [7]. La gomme de guar est largement utilisée dans l'industrie alimentaire, pharmaceutique, cosmétique, pétrolière et papetière,etc. Et ce comme un agent épaississant, gélifiant, stabilisant ou émulsifiant [4].



FIGURE I.3 – Quelques gommes utilisées dans l'industrie



FIGURE I.4 – Gomme de guar

I.3.2 Historique et origine

Cyamopsis tetragonoloba (Figure I.5) aussi appelée haricot de guar ou fève de guar est une plante cultivée en Inde, au Pakistan, au Soudan et dans certaines régions des USA. Cette plante mesure environ 0.6 *m* de hauteur et ressemble à la plante de soja, avec des gousses disposées le long de la tige verticale. Les gousses, quant à eux, mesurant jusqu'à 12.5 *cm* et contiennent en moyenne 5 à 6 graines sphériques de couleur brun clair [8]. L'Inde est considéré comme le principal producteur avec une contribution de 80% de la production totale [9]. Les graines sont transformées pour obtenir de la gomme et une partie est exportée, l'Inde est le leader dans l'exportation des graines et de la gomme de guar [10].

I.3.3 Extraction de la gomme de guar

L'extraction de la gomme de guar repose sur la différence de dureté des composants de la graine. La figure I.6 montre les étapes principales de ce processus :



FIGURE I.5 – *Cyamopsis tetragonoloba*

I.3.4 Modifications chimiques de la gomme de guar

Les caractéristiques particulières de la gomme de guar lui offrent de multiples utilisations dans différentes industries. Cependant, son état brut peut comporter de nombreux désavantages et ne peut pas répondre aux exigences particulières de chaque secteur. Grâce aux modifications chimiques, il est possible d'éliminer certains défauts tout en préservant les avantages intrinsèques de la gomme brute [11]. Ces modifications incluent principalement :

— **La dérivation :**
Une large gamme de dérivés a été préparée, caractérisée et examinée pour leurs applications diverses comme : Carboxymethyl guar gum [12], Hydroxypropyl guar gum [13].

— **Réticulation :**
Elle permet d'améliorer la solubilité de la gomme de guar en formant des réseaux solides capables d'absorber de grandes quantités d'eau. Cela augmente ainsi, la viscosité, la stabilité et la capacité de gélification [7].

— **Greffage :**
Cette technique de modification par copolymérisation par greffage est très utilisée car elle permet de fonctionnaliser ce polymère en lui conférant des propriétés désirables [14].

I.4 Applications industrielles de la gomme de guar

De nombreuses études ont été réalisées sur la gomme de guar afin de modifier ses caractéristiques physiques et chimiques, cela explique pourquoi elle est largement utilisée en tant que matière première dans diverses industries. Au cours des dernières décennies, de nombreux efforts ont été déployés afin d'étudier en détail les expériences et les avancées dans l'utilisation de cette gomme et de ses dérivés pour différentes applications.

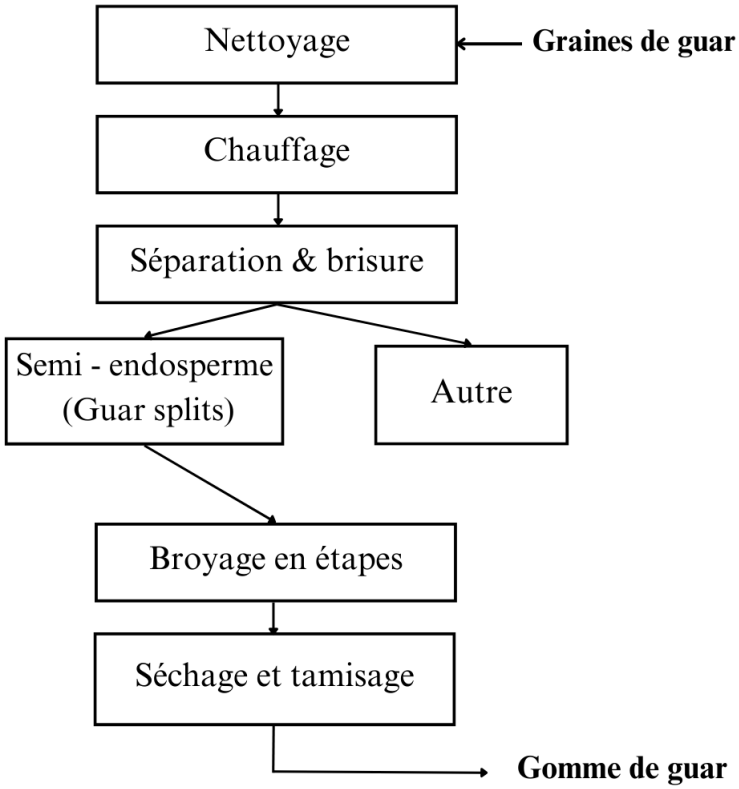


FIGURE I.6 – Processus d'extraction de la gomme de guar à partir de graines

— **Industrie pétrolière-Fluides de fracturation :**
Les dérivés de la gomme de guar (Hydroxypropyl guar et carboxymethyl hydroxypropyl guar) sont très utilisés dans les fluides de fracturation [9]. En effet, ils augmentent la viscosité du fluide qui contient du sable ce qui permet de transporter le sable qui va s'introduire dans les petites fissures de la roche, les laissant ouvertes et permettant ainsi au gaz ou au pétrole de s'écouler vers le puits.

— **Industrie alimentaire :**
La gomme de guar est utilisée comme liant, émulsifiant, épaississant, stabilisant, elle empêche la formation de cristaux de glace dans les produits surgelés et des crèmes glacées [15]. Elle est également considérée comme source de fibres et elle ne présente pas de risques ni pour la santé des humains ni celle des animaux [16].

— **Industrie pharmaceutique :**
En plus d'agir comme support pour les médicaments, la gomme de guar et ses dérivés possèdent des vertus médicinales. En effet, ils agissent comme un laxatif qui favorise les mouvements intestinaux réguliers et soulage la constipation ainsi que les maladies fonctionnelles chroniques de l'intestin, telles que la maladie de Crohn et le syndrome du côlon irritable [17].

— **Industrie cosmétique :**
La gomme de guar et ses dérivés sont utilisés dans les différents produits cosmétiques en raison de leur solubilité même dans de l'eau froide, stabilité, non toxicité, pouvoir épaississant et en raison de leur prix abordable [7].

— **Industrie textile :**
Elle améliore la résistance du tissu, certains dérivés de la gomme de guar, tels que le triacétate de guar, peuvent produire des films résistants à l'eau, dans l'impression textile, la gomme de guar épaissit les solutions de teinture ce qui permet d'obtenir des motifs imprimés plus nets [9].

I.5 Conclusion

La gomme de guar est un polymère naturel extrait de l'endosperme des graines de la plante *Cyamopsis tetragonoloba*, cultivée principalement en Inde. Elle est reconnue pour sa forte solubilité dans l'eau, ce qui fait d'elle un épaississant et stabilisant efficace. Les solutions aqueuses de gomme de guar sont très visqueuses, permettant son utilisation dans divers industries (alimentaire, pharmaceutique, textile, cosmétique..). Dans le chapitre suivant, nous étudierons de plus près, la structure microscopique et les propriétés physicochimiques de cette gomme.

CHAPITRE II

STRUCTURE MICROSCOPIQUE ET PROPRIÉTÉS PHYSICOCHIMIQUE

II.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous concentrerons sur la structure microscopique et les propriétés physicochimiques de la gomme de guar. Comprendre ces aspects fondamentaux est essentiel pour déterminer comment la gomme de guar interagit dans diverses applications industrielles et scientifiques.

II.2 Structure microscopique et la GG

II.2.1 Structure moléculaire

La gomme de guar est un polysaccharide essentiellement constitué de galactomannane à haut poids moléculaire. (figure II.1)
Le galactomannane se distingue par sa structure complexe et linéaire :

- **Chaîne principale :** Chaîne linéaire de résidus de mannopyranose (mannose) liés entre eux par des liaisons glycosidiques $\beta - 1,4$.
- **Chaîne latérale :** Des résidus de galactopyranose (galactose) liés à la chaîne principale par des liaisons $\alpha - 1,6$.

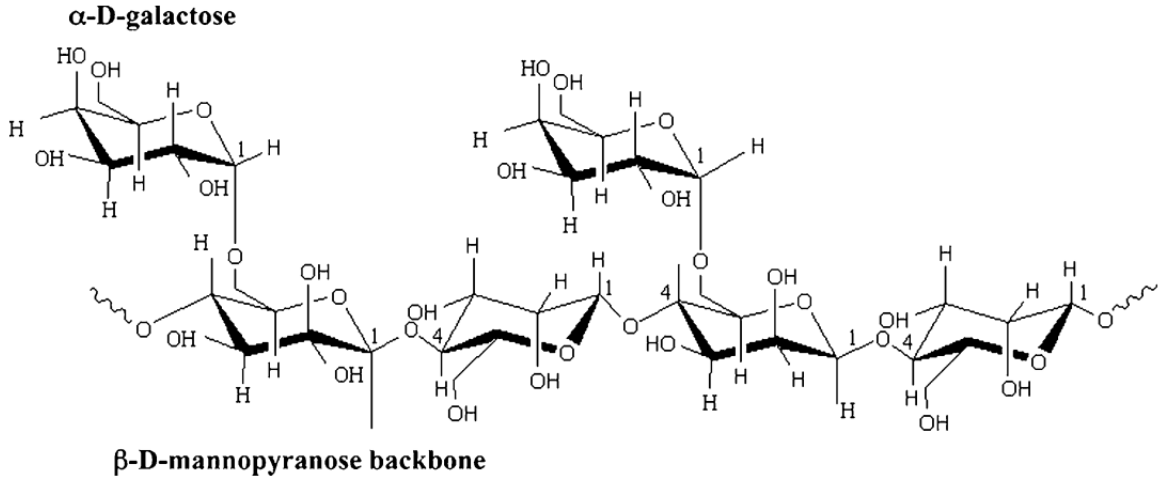


FIGURE II.1 – Structure moléculaire de la GG [9]

II.2.2 Poids moléculaire

Le guar est l'un des polysaccharides avec le poids moléculaire le plus élevé, la capacité d'épaississement des préparations de gomme de guar peut varier en fonction du poids moléculaire du galactomannane. Selon des recherches, le poids moléculaire fluctue en fonction de la méthode utilisée, il varie entre 0.25 et 5 million . Des études plus récentes ont trouvé que le poids moléculaire moyen se situe dans la plage de 1 à 2 millions [18].

II.2.3 Composition

La graine de guar est composée de plusieurs couches [9] :
— Enveloppe extérieure (16-18%).
— Le germe (43-46%) : principalement constitué de protéines
— Endosperme (34-40%) : majoritairement composé de galactomannane.

— **Composition générale :** Le tableau II.1 suivant représente la composition générale de la gomme de guar :

Constituent	Percentage
Galactomannan	75 – 85
Moisture	8.0 – 14
Protein (Nx6.25)	5.0 – 6.0
Fiber	2.0 – 3.0
Ash	0.5 – 1.0

TABLE II.1 – Composition générale de la GG [19]

II.2.4 Caractérisation microscopique

La structure microscopique de la gomme de guar peut être caractérisée par différentes techniques : Microscopie Électronique à Balayage **(MEB)**, Microscopie Électronique à Transmission **(MET)**, Microscopie à Force Atomique **(AFM)** et Résonance Magnétique Nucléaire **(RMN)**.
La technique que nous avons employé dans notre caractérisation est la **(MEB)**, qui est une technique de caractérisation qui permet d'observer la surface d'un échantillon en utilisant un faisceau d'électron très fin qui balaie cette surface point par point. Ce balayage permet de construire une image sur l'écran de visualisation. Une MEB moderne permet d'observer et de caractériser des matériaux à l'échelle micro à nanométrique [20].

La figure II.2.(a) et (b) montrent la structure microscopique de la gomme de guar à différentes échelles de grossissement (100x et 2821x, respectivement). On remarque dans la figure II.2.(a) que les particules de guar n'ont pas de forme fixe, dans la figure II.2.(b) on remarque avec le grossissement (2821x) que les particules de guar sont recouvertes de fines couches ou de feuillets empilés les uns sur les autres, cette texture est dite "lamellaire" qui est responsable du comportement de dispersion de la poudre dans les solutions aqueuses [21].

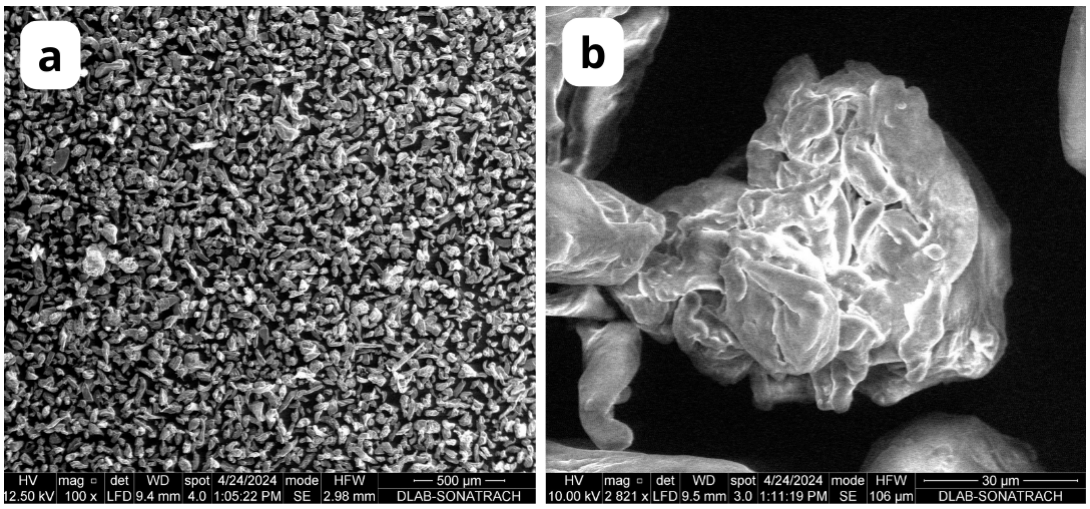


FIGURE II.2 – Morphologie de la gomme de guar

II.2.5 Propriétés physicochimiques de la gomme de guar

Propriétés physiques

— **Viscosité :** La GG a une capacité exceptionnelle à augmenter la viscosité des solutions aqueuses, même à de faibles concentrations. Les solutions diluées de moins de 1% en GG peuvent atteindre une viscosité de 10 000 cP [22] mais elles sont moins thixotropes que celles de 1% ou plus [23]. Comme pour les autres gommes, la viscosité de la GG dépend du temps, de la température, de la concentration, du pH, de la force ionique et du type d'agitation. En 1957 une étude a été effectuée où des scientifiques ont examiné 13 échantillons commerciaux différents et ont constaté une grande variation des propriétés de viscosité, de la taille des particules et du taux d'hydratation [24].

— **Taux d'hydratation :**
En pratique, afin d'atteindre la viscosité maximale, une hydratation d'environ 2 heures est nécessaire. Le taux d'hydratation dépend en grande partie de la taille des particules de la poudre de GG. Si on veut obtenir une viscosité initiale rapide, des gommes de guar à mailles très fines sont désormais disponibles [23]. .

— **Facteurs influençant la viscosité et le taux d'hydratation :**

  — **Température :** Une température de 25 à 40°C est souhaitable pour obtenir des viscosités maximales des solutions de GG. La viscosité d'une solution de 0,5% en poids à 25°C est significativement plus élevée qu'à 37°C [25].
  — **pH :** Les dispersions de GG sont stables sur une gamme de pH allant de 1.0 à 10.5. La viscosité finale de la GG n'est pas affectée par le pH, mais le taux d'hydratation varie avec le pH. L'hydratation la plus rapide est obtenue à un pH de 8 à 9, tandis que les plus lents se produisent à des pH supérieurs à 10 et inférieurs à 4 [26].
  — **Concentration :** Les solutions de gomme de guar présentent une viscosité très élevée même à de très faibles concentrations. En effet la viscosité des solutions de GG augmente proportionnellement avec la concentration en GG [27], [28].

Propriétés chimiques

- **Liaison hydrogène :**
  Les groupes hydroxyle des chaînes de galactomannane de la GG forment des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau ce qui contribue à sa capacité de gélification et de viscosité élevées. Mais aussi avec les matériaux cellulosiques et minéraux hydratés. La substitution de ces groupes hydroxyle par l'hydroxypropyle provoque une gêne stérique qui diminue la stabilité des liaisons hydrogène [29].
- **Interactions avec d'autres polymères :**
  La GG interagit avec des polymères tels que la cellulose nanocristalline (CNC) et le kappa-carraghénane grâce à des interactions de type borate-diol et à des liaisons hydrogène supplémentaires et former des hydrogels aux propriétés mécaniques améliorées **Thombare2016**.
- **Stabilité :**

  - **Stabilité thermique :**
    La gomme de guar montre une bonne stabilité thermique jusqu'à des températures modérées, ce qui la rend adaptée aux processus industriels impliquant une chaleur modérée [9].
  - **Oxydation :**
    La gomme de guar est relativement stable à l'oxydation, bien que des conditions oxydantes sévères peuvent provoquer une dégradation **Thombare2016**.

II.3 Conclusion

Nous avons exploré la structure microscopique et les des différentes propriétés physiques et chimiques de la GG, et c'est sa structure unique, ses interactions avec l'eau et les autres polymères, son haut taux d'hydratation qui font d'elle une matière première aussi utilisée dans les industries. La compréhension de ces caractéristiques est essentielle pour maximiser son utilisation dans divers secteurs

CHAPITRE III

CARACTÉRISATION RHÉOLOGIQUE

III.1 Introduction

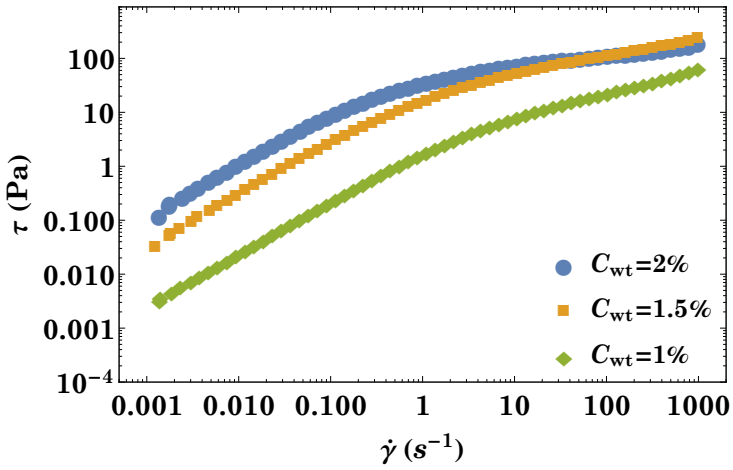
La rhéologie de la gomme de guar revêt une importance cruciale dans diverses applications industrielles en raison de ses propriétés viscoélastiques uniques. Utilisée comme agent épaississant et stabilisant, elle joue un rôle essentiel dans l'industrie alimentaire, contribuant à améliorer la texture et la consistance des produits tels que les sauces, les glaces et les produits de boulangerie. Dans l'industrie pétrolière, la gomme de guar est utilisée dans les fluides de fracturation hydraulique pour contrôler la viscosité, facilitant ainsi l'extraction de pétrole et de gaz. Sa capacité à former des gels et à modifier la viscosité des solutions est également exploitée dans les secteurs pharmaceutique et cosmétique pour la formulation de médicaments et de produits de soins personnels. La compréhension approfondie de la rhéologie de la gomme de guar permet de maîtriser et d'optimiser ses performances dans ces applications variées, assurant ainsi une efficacité et une qualité accrues des produits finis.

III.2 Courbes d'écoulement

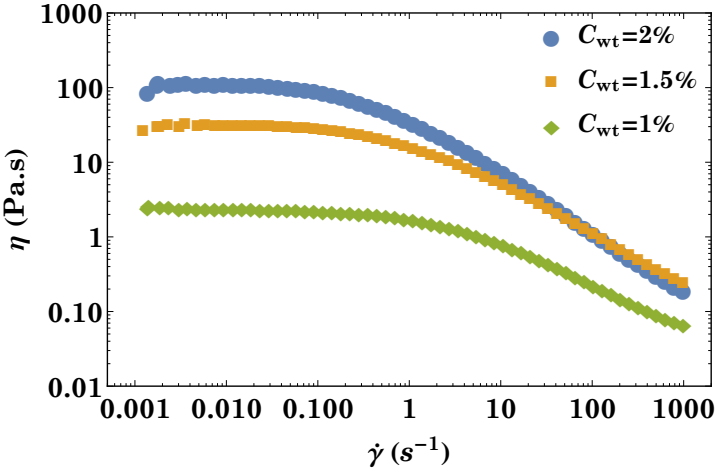
Sur la figure III.1 on représente la courbe d'écoulement de la gomme de guar, elle est sans contrainte seuil et montre la relation directe entre le taux de cisaillement et la viscosité du matériau ou la contrainte de cisaillement, soulignant son comportement pseudoplastique. Sans contrainte seuil signifie que même à des taux de cisaillement très faibles, la gomme de guar commence à s'écouler immédiatement, sans nécessiter une force initiale pour initier le mouvement. Cela traduit une viscosité qui diminue progressivement à mesure que le taux de cisaillement augmente, facilitant ainsi l'écoulement du matériau sous l'effet de forces externes. Cette caractéristique est particulièrement utile dans les applications où un écoulement facile et contrôlé est essentiel, comme dans les industries alimentaire, cosmétique et pharmaceutique. La compréhension de cette courbe d'écoulement permet de prévoir et de moduler la performance de la gomme de guar dans différentes conditions de traitement et d'utilisation, optimisant ainsi son efficacité dans les formulations et les procédés industriels.

L'utilisation d'une échelle logarithmique pour tracer la courbe d'écoulement de la gomme de guar présente plusieurs avantages significatifs par rapport à une échelle linéaire. Premièrement, l'échelle logarithmique permet de représenter une large gamme de valeurs de taux de cisaillement et de viscosité sur un même graphique, ce qui est particulièrement utile pour des matériaux comme la gomme de guar, dont les propriétés peuvent varier sur plusieurs ordres de grandeur. En utilisant des échelles logarithmiques, il devient plus facile de visualiser et d'analyser les variations subtiles ainsi que les changements drastiques de viscosité, offrant une vue plus complète et détaillée du comportement rhéologique du matériau.

Deuxièmement, l'échelle logarithmique aide à linéariser les relations exponentielles ou puissances entre le taux de cisaillement et la viscosité, simplifiant ainsi l'interprétation des données. Cela permet aux chercheurs et aux ingénieurs de mieux identifier les tendances et



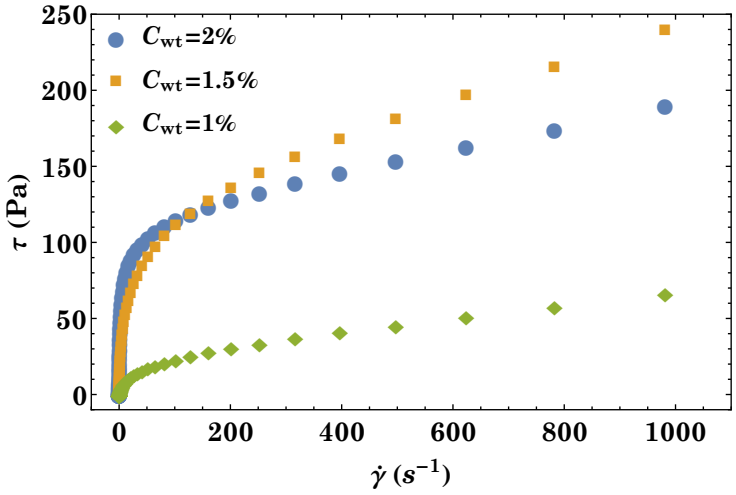
(a)



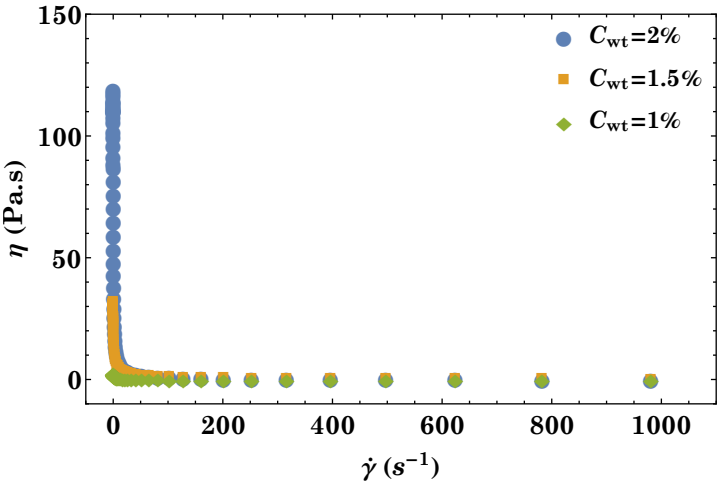
(b)

FIGURE III.1 – Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité en fonction du taux de cisaillement

les comportements caractéristiques, comme le comportement pseudoplastique de la gomme de guar. Par exemple, une diminution exponentielle de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement apparaîtra comme une ligne droite sur un graphique logarithmique, rendant les modèles mathématiques plus évidents et les analyses plus intuitives. Ainsi, l'utilisation de l'échelle logarithmique non seulement facilite la visualisation des données complexes, mais elle améliore également la précision des interprétations et des prévisions pour les applications industrielles et scientifiques. Comme on le montre sur la figure III.2, l'échelle linéaire ne permet pas de visualiser les variations de la contrainte de cisaillement ou de la viscosité pour les faibles valeurs du taux de cisaillement.



(a)



(b)

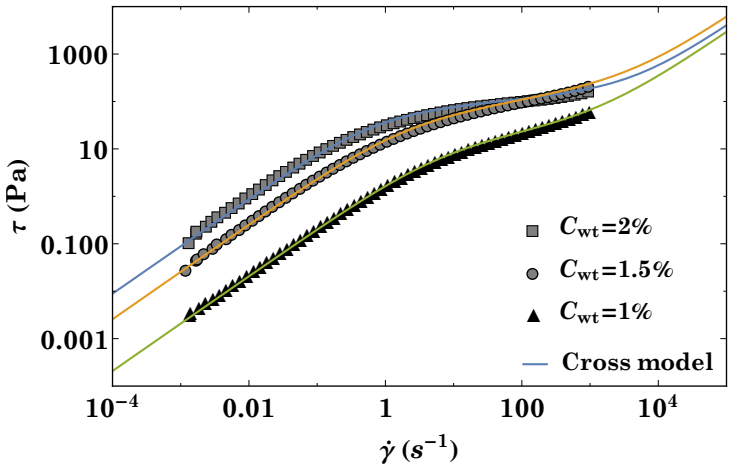
FIGURE III.2 – Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité en fonction du taux de cisaillement. Représentation en échelle linéaire

III.3 Modélisation de comportement rhéologique

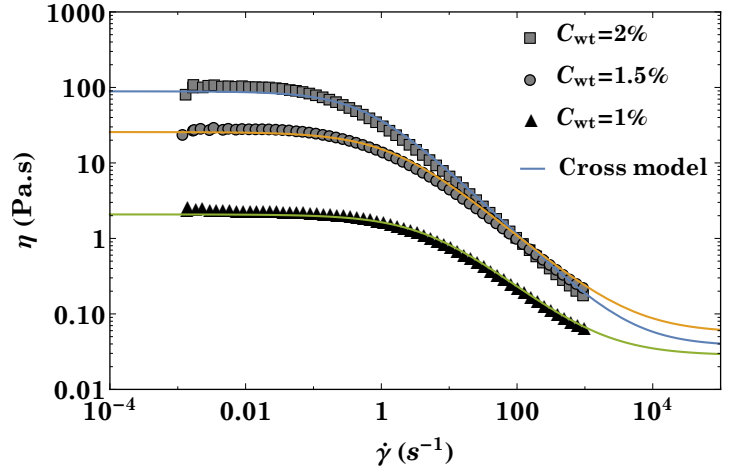
La modélisation du comportement rhéologique de la gomme de guar est essentielle pour optimiser son utilisation dans diverses applications industrielles. Trouver le modèle rhéologique le plus approprié permet de prédire avec précision comment la gomme de guar réagira sous différentes conditions de traitement et d'utilisation. Les modèles rhéologiques, tels que le modèle de Cross (Figure III.3), permet de décrire le comportement non newtonien de la gomme de guar, notamment sa viscosité qui diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement. Une modélisation précise aide à comprendre et à anticiper les performances du matériau dans des conditions réelles, améliorant ainsi la formulation et la stabilité des produits finis. Le modèle de Cross est donnée par :

$$\tau = \left(\eta_\infty + \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (\lambda\dot{\gamma})^n}\right) \cdot \dot{\gamma} \tag{III.1}$$

L'importance de la modélisation réside également dans sa capacité à optimiser les processus



(a)



(b)

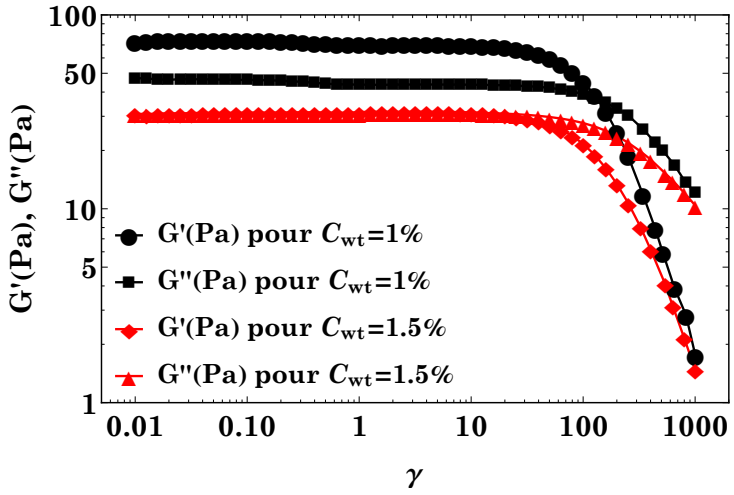
FIGURE III.3 – Courbes d'écoulement : (a) contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement, (b) Viscosité apparente en fonction du taux de cisaillement. Pour trois concentration différentes et modélisées par le modèle de Cross

industriels. En disposant d'un modèle rhéologique fiable, les ingénieurs peuvent ajuster les paramètres de production, tels que le mélange, le pompage et le stockage, pour garantir une efficacité maximale et une qualité constante des produits. Par exemple, dans l'industrie alimentaire, un modèle précis permet de contrôler la texture et la consistance des produits, assurant ainsi une expérience sensorielle optimale pour les consommateurs. De même, dans l'industrie pétrolière, une bonne modélisation permet de concevoir des fluides de fracturation hydraulique qui optimisent l'extraction de pétrole et de gaz. En somme, la modélisation du comportement rhéologique de la gomme de guar est un outil crucial pour maximiser son potentiel et garantir des performances fiables et efficaces dans de nombreuses applications.

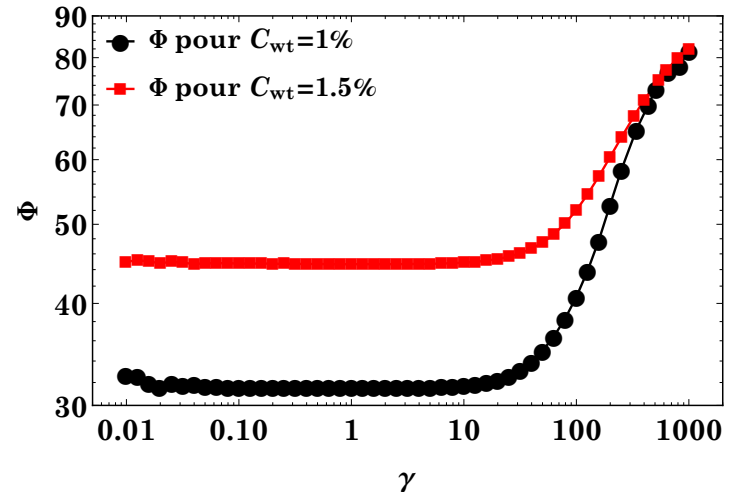
III.4 Étude dynamique

Le test de balayage en déformation est crucial pour évaluer les propriétés mécaniques et la stabilité structurelle de la gomme de guar. Ce test permet de mesurer la réponse du matériau

à différentes amplitudes de déformation, fournissant des informations détaillées sur sa limite élastique et son comportement viscoélastique. En effectuant un balayage en déformation, nous pouvons déterminer le point de transition entre le comportement linéaire et non linéaire de la gomme de guar, ce qui est essentiel pour comprendre sa résistance à la déformation et sa capacité à retrouver sa forme initiale après l'application d'une contrainte. Ces informations sont vitales pour optimiser les formulations et les procédés industriels, garantissant que la gomme de guar maintienne ses propriétés fonctionnelles sous différentes conditions de traitement et d'utilisation. En outre, ce test aide à prévoir la performance du matériau dans des applications spécifiques, assurant une qualité et une efficacité optimales des produits finaux.



(a)

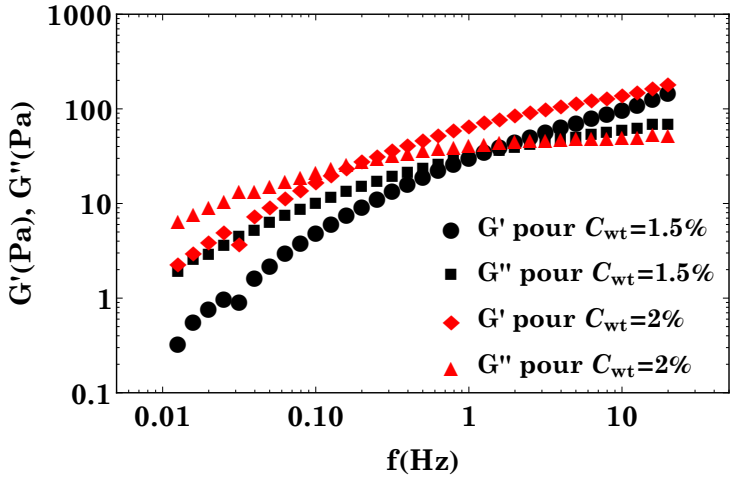


(b)

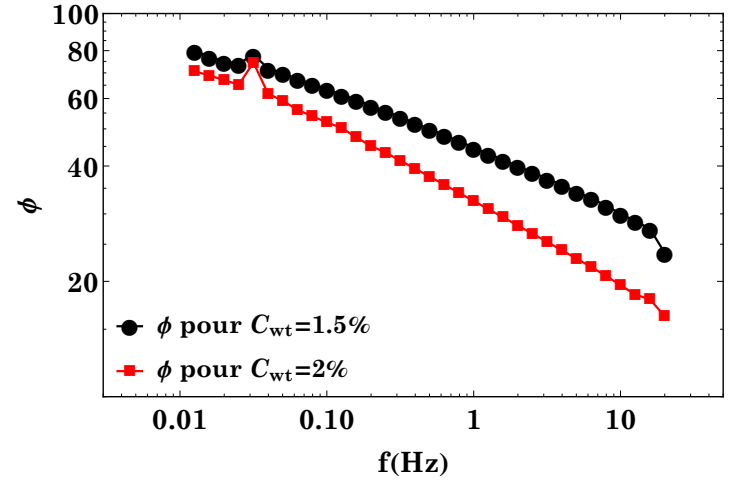
FIGURE III.4 – Test de balayage en déformation. (a) G' et G'' en fonction de la déformation, (b) Déphasage en fonction de la déformation

La figure III.4 montre ce test de balayage en déformation. Pour la concentration 1% le caractère élastique est dominant dans la plage linéaire de viscoélastiqcité. en revanche, la concentration 1.5% est marquée par l'augmentation du caractère visqueux qui devient du même ordre de grandeur que le caractère élastique sur toute la plage de viscoélasticité linéaire. On note ici l'influence de la concentration sur le comportement viscoélastique de la gomme de guar.

Le test de balayage en fréquence est essentiel pour caractériser les propriétés viscoélastiques de la gomme de guar en fonction de la fréquence des contraintes appliquées. Ce test permet de mesurer la réponse du matériau à des oscillations de différentes fréquences, fournissant des informations cruciales sur ses modules de stockage (G') et de perte (G''). Le module de stockage (G') représente l'énergie élastiquement stockée dans le matériau, tandis que le module de perte (G") reflète l'énergie dissipée sous forme de chaleur. En analysant ces modules à différentes fréquences, nous pouvons déterminer la dynamique de relaxation du matériau, c'est-à-dire comment la gomme de guar répond à des sollicitations rapides ou lentes. Cette compréhension approfondie est vitale pour optimiser les performances du matériau dans diverses applications, telles que les aliments, les cosmétiques et les produits pharmaceutiques, où la texture et la stabilité sont critiques.



(a)



(b)

FIGURE III.5 – Test de balayage en fréquence. (a) G' et G'' en fonction de la fréquence, (b) Déphasage en fonction de la fréquence

L'importance du test de balayage en fréquence réside également dans sa capacité à révéler

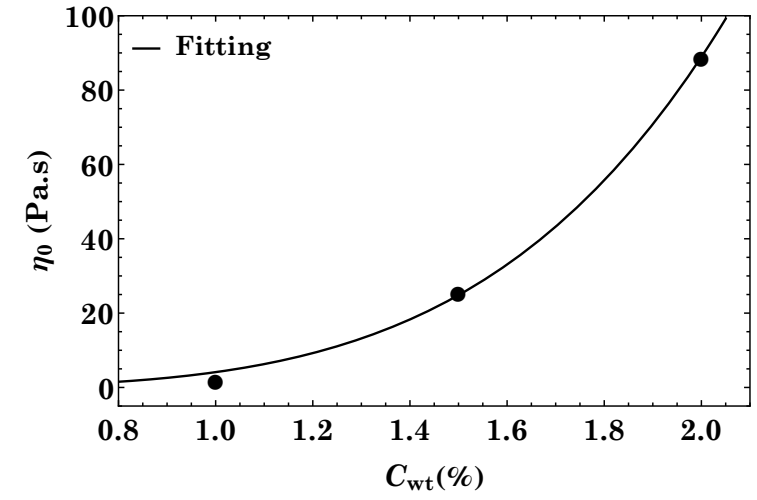
des informations sur la structure microscopique et les interactions moléculaires de la gomme de guar. Les variations des modules G' et G'' en fonction de la fréquence peuvent indiquer la présence de réseaux de polymères, d'entrelacements et d'interactions spécifiques entre les molécules de guar et d'autres composants dans une formulation. Ces informations sont essentielles pour le développement de nouvelles formulations et pour l'amélioration des produits existants. Par exemple, dans l'industrie alimentaire, une compréhension précise de la viscoélasticité en fonction de la fréquence permet de concevoir des produits avec une texture optimale qui répond aux attentes des consommateurs. De même, dans les applications pharmaceutiques, cela peut aider à formuler des gels et des suspensions avec des propriétés de libération contrôlée et de stabilité améliorée.

La figure III.5(a) montre une dominance visqueuse pour les deux concentrations à faibles fréquences. En suite, le caractère élastique devient dominant pour les fortes valeurs de la fréquence. La fréquence de transition est influencée par la concentration et on remarque qu'elle diminue en augmentant la concentration du polymère. Ces résultats sont confirmés par le tracé du déphasage sur la figure III.5(b).

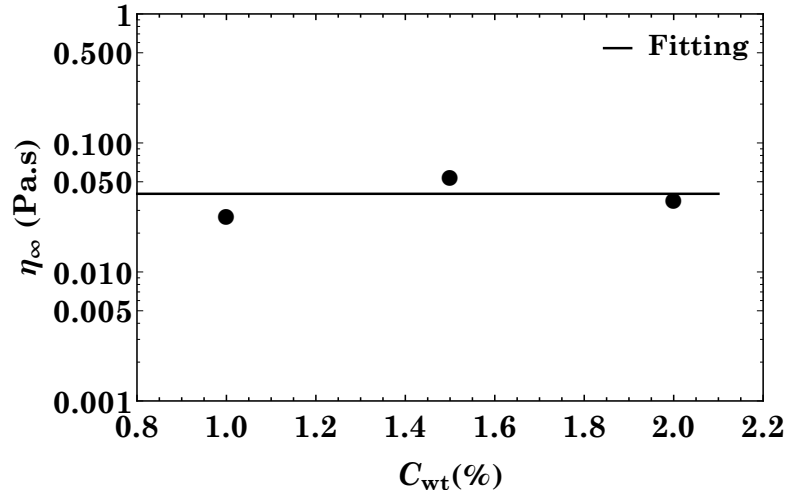
III.5 Effet de la concentration

L'étude de l'effet de la concentration du polymère sur les propriétés rhéologiques est essentielle pour comprendre et optimiser le comportement du matériau dans diverses applications. La concentration de la gomme de guar influence directement sa viscosité, son élasticité et sa capacité à former des gels. À faible concentration, la gomme de guar peut agir principalement comme un épaississant, augmentant légèrement la viscosité des solutions. En revanche, à des concentrations plus élevées, elle peut former des réseaux tridimensionnels plus robustes, augmentant considérablement la viscosité et conférant des propriétés de gélification. Cette compréhension est cruciale pour les industries qui utilisent la gomme de guar, car elle permet de déterminer la concentration optimale nécessaire pour obtenir les propriétés désirées dans des produits spécifiques, tels que des aliments, des cosmétiques, ou des produits pharmaceutiques. La figure III.6 montre l'évolution des viscosités initiale et finale en fonction du taux de cisaillement. Le modèle prédit une viscosité initiale qui augmente avec la concentration du polymère. En revanche, il prédit une viscosité finale pratiquement constante.

En étudiant l'effet de la concentration sur les propriétés rhéologiques, nous pouvons également anticiper et contrôler la stabilité et la performance des produits finis. Par exemple, dans l'industrie alimentaire, une concentration adéquate de gomme de guar peut améliorer la texture et la consistance des produits, assurant une meilleure expérience sensorielle pour les consommateurs. Dans l'industrie pharmaceutique, la concentration de la gomme de guar peut influencer la libération de médicaments, la stabilité des suspensions, et la performance des gels thérapeutiques. En maîtrisant ces aspects, les fabricants peuvent développer des formulations plus efficaces et plus stables, répondant mieux aux besoins des consommateurs et aux exigences du



(a)

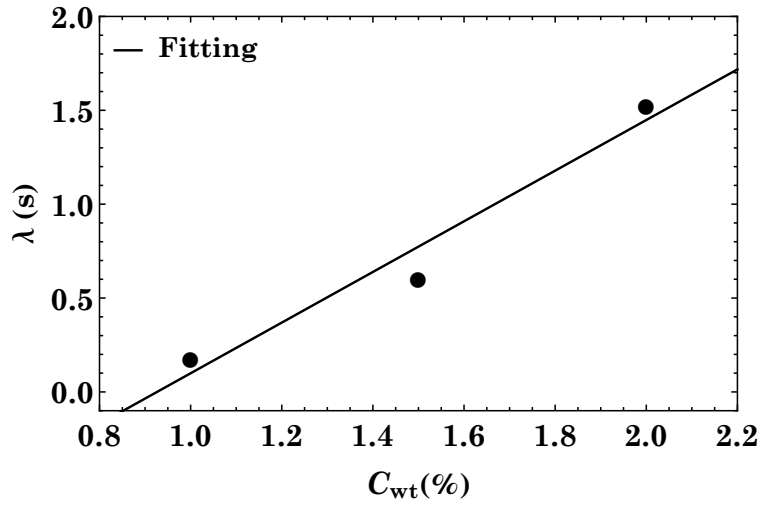


(b)

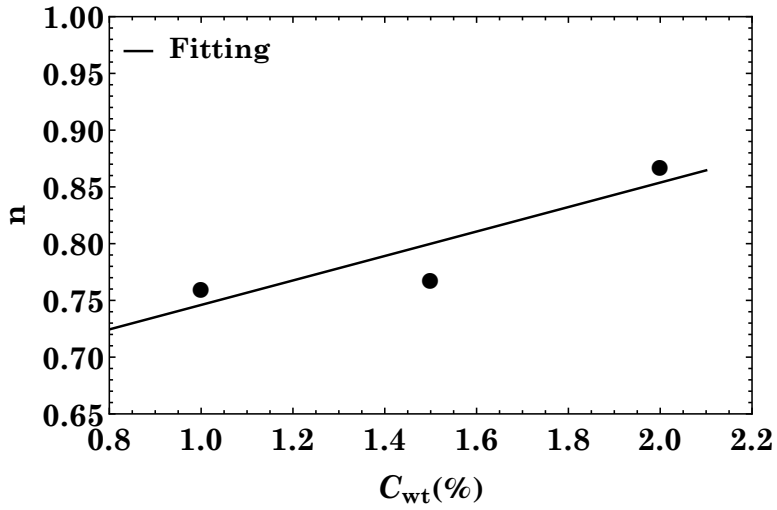
FIGURE III.6 – Variation des viscosité initiale et finale en fonction de la concentration du polymère

marché. L'étude de la concentration du polymère et son impact sur les propriétés rhéologiques est un élément clé pour l'optimisation des procédés industriels et la qualité des produits à base de gomme de guar. La figure III.7 représente la variation de temps caractéristique λ et l'indice de structure n en fonction de la concentration. Nous observons que le temps caractéristique augmente avec la concentration, un résultat logique car le temps caractéristique λ donne une indication de la transition entre le régime newtonien à faible taux de cisaillement et le régime non newtonien à fort taux de cisaillement. Un λ petit signifie que le fluide commence à montrer un comportement non newtonien (diminution de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement) à des taux de cisaillement plus faibles. À l'inverse, un λ grand indique que cette transition se produit à des taux de cisaillement plus élevés.

L'indice de structure aussi augmente avec la concentration du polymère. Ce paramètre décrit la pente de la courbe de viscosité en fonction du taux de cisaillement dans la région où la viscosité diminue. En d'autres termes, n contrôle la rapidité avec laquelle la viscosité du fluide



(a)



(b)

FIGURE III.7 – Variation des viscosité initiale et finale en fonction de la concentration du polymère

diminue à mesure que le taux de cisaillement augmente. Le résultat trouvé est cohérent avec les courbes de viscosité montrées déjà sur la figure III.3.

Conclusion Générale

La gomme de guar, un polysaccharide naturel aux propriétés épaississantes et gélifiantes, présente un comportement rhéologique complexe mais prévisible. Ce comportement est bien décrit par le modèle de Cross, qui permet de modéliser la variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement. Le modèle de Cross fournit une compréhension détaillée des paramètres critiques tels que la viscosité initiale et finale, le temps caractéristique, et l'indice de structure, offrant ainsi un cadre robuste pour l'analyse et l'optimisation des applications industrielles de la gomme de guar.

L'analyse en fréquences révèle que la gomme de guar présente une dominance visqueuse à faibles fréquences et une dominance élastique à hautes fréquences. Cette transition est cruciale pour de nombreuses applications, car elle indique comment le matériau réagira sous différentes conditions de traitement et d'utilisation. À faibles fréquences, la gomme de guar se comporte comme un fluide visqueux, ce qui est bénéfique pour des applications nécessitant une dispersion facile. À des fréquences plus élevées, le comportement élastique prédominant de la gomme de guar permet de former des gels stables et robustes, essentiels pour des applications comme les gels alimentaires et les formulations pharmaceutiques.

La concentration de la gomme de guar joue un rôle déterminant dans ses propriétés rhéologiques. La viscosité initiale, ou la viscosité à faibles taux de cisaillement, augmente de manière significative avec la concentration, ce qui permet d'ajuster précisément la consistance et la texture des produits finis. Cependant, il est intéressant de noter que la viscosité finale, ou la viscosité à des taux de cisaillement très élevés, n'est pratiquement pas affectée par la concentration. Cela signifie que, même à des concentrations élevées, la gomme de guar conserve une certaine fluidité sous des forces de cisaillement extrêmes, ce qui est crucial pour des processus tels que le pompage et le mélange dans les applications industrielles.

En outre, le temps caractéristique et l'indice de structure de la gomme de guar augmentent avec la concentration. Le temps caractéristique, qui décrit la transition entre les régimes de viscosité, devient plus long, indiquant que le matériau résiste plus longtemps avant de montrer des comportements non newtoniens. L'indice de structure, quant à lui, reflète l'augmentation de la complexité et de la robustesse du réseau polymérique formé par la gomme de guar à des concentrations plus élevées. Cette augmentation de l'indice de structure avec la concentration permet de renforcer la stabilité et la durabilité des gels formés, offrant ainsi des avantages significatifs pour les applications nécessitant des structures robustes et durables. Ces conclusions rhéologiques fournissent des outils précieux pour maximiser l'efficacité et la qualité des produits à base de gomme de guar dans diverses industries.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

BIBLIOGRAPHIE

[1] H.-H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer et P. Decroly, *Matériaux polymères-propriétés mécaniques et physiques*. PPUR presses polytechniques, 2001, t. 14.

[2] J. Lapointe, "Fabrication et caractérisation d'hydrogels thermosensibles pour des applications de livraison ciblée de médicament et d'embolisation," thèse de doct., Ecole Polytechnique de Montréal, 2012.

[3] R. MEGHERBI, "LES BIOPOLYMERES," 2021.

[4] J. N. BeMiller, "Polysaccharides," *Encyclopedia of Life Sciences*, avr. 2001. doi : 10.1038/npg.els.0000693. adresse : https://doi.org/10.1038/npg.els.0000693.

[5] M.-C. Kouassi, "Polysaccharides fonctionnalisés par des composés d'origine naturelle aux propriétés antioxydantes et antibactériennes.," thèse de doct., Normandie Université, 2017.

[6] A. M. Stephen et G. O. Phillips, *Food Polysaccharides and Their Applications*. CRC Press.

[7] N. Thombare, U. Jha, S. Mishra et M. Siddiqui, "Guar gum as a promising starting material for diverse applications : A review," *International journal of biological macromolecules*, t. 88, p. 361-372, juill. 2016. doi : 10.1016/j.ijbiomac.2016.04.001. adresse : https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.04.001.

[8] R. Chudzikowski, "Guar gum and its applications," *J Soc Cosmet Chem*, t. 22, n° 1, p. 43, 1971.

[9] D. Mudgil, S. Barak et B. S. Khatkar, "Guar gum : processing, properties and food applications—a review," *Journal of food science and technology*, t. 51, p. 409-418, 2014.

[10] R. Yogi, A Bhattacharya et A. Jaiswal, "Lac, plant resins and gums statistics at a glance 2013," 2014.

[11] L.-M. Zhang, J.-F. Zhou et P. S. Hui, "A comparative study on viscosity behavior of water-soluble chemically modified guar gum derivatives with different functional lateral groups," *Journal of the Science of Food and Agriculture*, t. 85, n° 15, p. 2638-2644, 2005.

[12] G Dodi, D Hritcu, M. Popa et al., "Carboxymethylation of guar gum : synthesis and characterization," *Cellulose chemistry and Technology*, t. 45, n° 3, p. 171, 2011.

[13] R. Lapasin, L. De Lorenzi, S. Pricl et G. Torriano, "Flow properties of hydroxypropyl guar gum and its long-chain hydrophobic derivatives," *Carbohydrate polymers*, t. 28, n° 3, p. 195-202, 1995.

[14] R. Kumar, A. Srivastava et K. Behari, "Synthesis and characterization of polysaccharide based graft copolymer by using potassium peroxymonosulphate/ascorbic acid as an efficient redox initiator in inert atmosphere," *Journal of applied polymer science*, t. 112, n° 3, p. 1407-1415, 2009.

[15] R. L. SUTTON et J. Wilcox, "Recrystallization in ice cream as affected by stabilizers," *Journal of Food Science*, t. 63, n° 1, p. 104-107, 1998.

[16] H. Takahashi, S. I. Yang, M. Fujiki, M. Kim, T. Yamamoto et N. A. Greenberg, "Toxicity studies of partially hydrolyzed guar gum," *Journal of the American College of Toxicology*, t. 13, n° 4, p. 273-278, 1994.

[17] T. Takahashi, T. Yokawa, N. Ishihara et al., "Hydrolyzed guar gum decreases postprandial blood glucose and glucose absorption in the rat small intestine," *Nutrition research*, t. 29, n° 6, p. 419-425, 2009.

[18] B. Vijayendran et T Bone, "Absolute molecular weight and molecular weight distribution of guar by size exclusion chromatography and low-angle laser light scattering," *Carbohydrate Polymers*, t. 4, n° 4, p. 299-313, 1984.

[19] R. Chudzikowski, "Guar gum and its applications," *J Soc Cosmet Chem*, t. 22, n° 1, p. 43, 1971.

[20] C. Ni, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. jan. 2013, p. 2977-2982. doi : 10.1007/978-0-387-92897-5\{_}1217. adresse : https://doi.org/10.1007/978-0-387-92897-5_1217.

[21] Q. Wang, P. R. Ellis et S. Ross-Murphy, "Dissolution kinetics of guar gum powders—II. Effects of concentration and molecular weight," *Carbohydrate Polymers*, t. 53, n° 1, p. 75-83, 2003.

[22] S Parija, M Misra et A. Mohanty, "Studies of natural gum adhesive extracts : an overview," *Journal of Macromolecular Science, Part C : Polymer Reviews*, t. 41, n° 3, p. 175-197, 2001.

[23] M. Glicksman, "Gum technology in the food industry.," 1969.

[24] I. Schlakman et A. Bartilucci, "A comparative study of commercially available guar gums," *Drug Stand*, t. 25, p. 149-154, 1957.

[25] A. Srichamroen, "Influence of temperature and salt on viscosity property of guar gum," *Naresuan University Journal : Science and Technology (NUJST)*, t. 15, n° 2, p. 55-62, 2007.

[26] W. Carlson et Z. EM, "EFFECT OF SUGAR ON GUAR GUM AS A THICKENING AGENT," in *Food Technology*, INST FOOD TECHNOLOGISTS SUITE 300 221 N LASALLE ST, CHICAGO, IL 60601-1291, t. 19, 1965, p. 954.

[27] E. R. Morris, A. Cutler, S. Ross-Murphy, D. Rees et J Price, "Concentration and shear rate dependence of viscosity in random coil polysaccharide solutions," *Carbohydrate polymers*, t. 1, n° 1, p. 5-21, 1981.

[28] G. Robinson, S. B. Ross-Murphy et E. R. Morris, "Viscosity-molecular weight relationships, intrinsic chain flexibility, and dynamic solution properties of guar galactomannan," *Carbohydrate Research*, t. 107, n° 1, p. 17-32, 1982.

[29] Y. Cheng, R. K. Prud'Homme, J. Chik et D. C. Rau, "Measurement of forces between galactomannan polymer chains : effect of hydrogen bonding," *Macromolecules*, t. 35, n° 27, p. 10 155-10 161, 2002.

Résumés

ملخص

خصص هذا العمل لدراسة ريولوجيا صمغ الغوار من خلال التعرف على نموذج ريولوجي قادر على وصف سلوكه الريولوجي. يستخدم صمغ الغوار على نطاق واسع في العديد من المجالات وخاصة في قطاع البترول. يتم استخدامه كمادة مضافة لطين الحفر لتحسين خصائصه الريولوجية. لقد بدأنا عملنا بدراسة ببليوغرافية من أجل تقديم أحدث ما توصلت إليه التكنولوجيا فيما يتعلق بصمغ الغوار. ثم عرضنا خصائصه الفيزيائية والكيميائية وبنيته المجهرية. وأخيرا، أنهينا دراستنا بتوصيف ريولوجي حددنا فيه قانون السلوك وكذلك تأثير تركيز هذا البوليمر الحيوي على المعلمات الريولوجية المشاركة في النموذج الريولوجي.

الكلمات المفتاحية ـ صمغ الغوار، توصيف الريولوجي، البوليمر الحيوي، المرونة اللزجة.

Abstract

This work is devoted to the study of the rheology of guar gum through the identification of a rheological model capable of describing its rheological behavior. Guar gum is widely used in several fields and particularly in the petroleum sector. It is used as an additive to drilling mud to improve its rheological properties. We began our work with a bibliographic study in order to present a state of the art concerning Guar gum. Then, we presented its physicochemical properties and its microscopic structure. Finally, we finished our study with a rheological characterization of which we identified the law of behavior as well as the effect of the concentration of this biopolymer on the rheological parameters involved in the rheological model.

Keywords : guar gum, rheological characterization, biopolymer, viscoelasticity

Résumé

Ce travail est consacré à l'étude de la rhéologie de la gomme de guar à travers l'identification au d'un modèle rhéologique capable de décrire son comportement rhéologique. La gomme de guar est largement utilisée dans plusieurs domaines et particulièrement dans le domaine pétrolier. Elle est utilisée comme additif à la boue de forage pour améliorer ses propriétés rhéologiques. Nous avons commencé notre travail par une étude bibliographique afin de présenter un état de l'art concernant la gomme de Guar. Ensuite, nous avons présenté ses propriétés physicochimiques et sa structure microscopique. Enfin, nous avons terminé notre étude par une caractérisation rhéologique dont on a identifié la loi de comportement ainsi que l'effet de la concentration de ce biopolymere sur les paramètres rhéologiques intervenant dans le modèle rhéologique.

Mots Clés : gomme de guar, Caractérisation rhéologique, biopolymère, viscoélésticité