THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE GRENOBLE ALPES ET L'UNIVERSITE DE NOUAKCHOTT

Écoles doctorales : **École Doctorale I-MEP2 et École Doctorale Sciences, Technologies et Santé**

Spécialité : 2MGE - Matériaux, Mécanique, Génie civil, Electrochimie

Unité de recherche : **Laboratoire Rhéologie et Procédés et Laboratoire Chimie des Matériaux**

Physico-chimie, rhéologie et filtration des mélanges argile-biopolymère-électrolyte

Physic-chemical, rheology and filtration of clay-biopolymer-electrolyte mixtures

Présentée par

GUEY Fatou

Direction de thèse :

Aliou Barry Professeur- Université de Nouakchott	Directeur de thèse
Albert MAGNIN Directeur de recherches- CNRS	Co-Directeur de thèse
Ousseynou M'Bodj Maitre de conférences- Université de Nouakchott	Co-Encadrant

Rapporteurs :

Lazhar Benyahia
Professeur- Université du Mans
Noureddine Hamdi
Professeur- Université de Gabès

Thèse soutenue publiquement le 18 décembre 2025 devant le jury composé de :

Mohamed Sidi Ahmed Kankou Professeur - Université de Nouakchott	Président
Lazhar Benyahia Professeur- Université du Mans	Rapporteur
Noureddine Hamdi Professeur- Université de Gabès (Tunisie)	Rapporteur
Hugues Bodiguel Professeur- Institut National Polytechnique	Examinateur
Aliou Barry Professeur- Université de Nouakchott	Directeur de thèse
Albert Magnin Directeur de Recherche- CNRS	Co-Directeur de thèse

Invités

Ousseynou M'Bodj Maître de Conférences- Université de Nouakchott	Co-encadrant

Résumé

Cette thèse explore le potentiel de la gomme arabique mauritanienne en tant que biopolymère innovant pour l'industrie pétrolière. Face aux défis environnementaux et économiques actuels, elle propose une alternative naturelle et durable aux additifs conventionnels utilisés dans les fluides de forage. L'étude porte sur l'optimisation des interactions complexes entre la bentonite, le chlorure de sodium (NaCl) et la gomme arabique mauritanienne, en vue de développer des fluides de forage performants.

Grâce à une méthodologie rigoureuse alliant caractérisations physico-chimiques avancées (diffraction des rayons X, microscopie électronique à balayage, chromatographie d'exclusion stérique, analyses chimique, thermique et thermogravimétrique) et évaluation fonctionnelle des propriétés des mélanges, la recherche met en lumière les mécanismes fondamentaux qui les régissent. Les résultats montrent que la gomme arabique mauritanienne, caractérisée par une masse molaire moyenne de 539,5 kg/mol, présente des propriétés remarquables en matière de rhéologie (contrôle du seuil d'écoulement et du module élastique), de filtration (réduction de la perte de fluide, rétention d'eau, épaisseur du gâteau, perméabilité) et de stabilité physico-chimique (pH, conductivité, potentiel zêta). Les modes de préparation des mélanges ont des effets prononcés sur les caractéristiques des fluides obtenus.

Une étude comparative est également menée avec le xanthane, biopolymère de référence dans le domaine des fluides de forage. Cette thèse ouvre ainsi des perspectives prometteuses pour la valorisation des ressources naturelles locales, tout en contribuant au développement de technologies de forage plus respectueuses de l'environnement et économiquement viables.

Mots-clés : gomme arabique mauritanienne, xanthane, bentonite, fluides de forage biosourcés, rhéologie, filtration, optimisation physico-chimique, valorisation des ressources naturelles

Abstract

This thesis investigates the potential of Mauritanian gum Arabic as an innovative biopolymer for the petroleum industry. In response to current environmental and economic challenges, the research proposes a natural and sustainable alternative to conventional additives used in drilling fluids. The study focuses on optimizing the complex interactions between bentonite, sodium chloride (NaCl), and Mauritanian gum Arabic to develop high-performance drilling fluids.

Using a rigorous methodological approach that combines advanced physicochemical characterization techniques (X-ray diffraction, scanning electron microscopy, size exclusion chromatography, chemical analysis, thermal and thermogravimetric analysis) with functional performance evaluation, the research elucidates the fundamental mechanisms governing these innovative mixtures. The results show that Mauritanian gum Arabic, with an average molecular weight of 539.5 kg/mol, exhibits promising properties in terms of rheology (control of yield stress and elastic modulus), filtration (minimization of fluid loss, water retention, cake thickness, permeability), and physicochemical stability (pH, conductivity, zeta potential). The methods used to prepare the mixtures have a significant impact on the characteristics of the obtained fluids.

A comparative study with xanthan gum, the reference biopolymer in drilling applications, highlights the competitive potential of this local natural resource. This work opens promising avenues for the valorization of Mauritania's natural resources, contributing to the development of more environmentally friendly and economically viable drilling technologies.

Keywords: Mauritanian gum Arabic, xanthan gum, bentonite, bio-sourced drilling fluids, rheology, filtration, physicochemical optimization, natural resource valorization

Dédicaces

À la mémoire de

Mon père

Mamadou Gueye

Et

Mon oncle

Mansour Niang

Remerciements

Cette thèse a été réalisée en cotutelle entre l'Université de Nouakchott et l'Université de Grenoble Alpes. Les travaux de thèse ont été effectués dans deux laboratoires : le Laboratoire de Chimie des Matériaux (LCM) de l'Université de Nouakchott et le Laboratoire Rhéologie et Procédés (LRP) de l'Université Grenoble Alpes. Cette thèse a été financée par une Bourse du Gouvernement Français (BGF) attribuée par l'Ambassade de France en Mauritanie.

Je souhaite par ailleurs exprimer ma reconnaissance à l'Ambassade de France en Mauritanie pour l'octroi de la bourse BFG qui m'a permis d'effectuer ces séjours de recherche en France, et a contribué ainsi de manière significative à la réalisation de cette thèse.

L'aboutissement de cette thèse n'aurait pas été possible sans l'accompagnement exceptionnel de mes directeurs de thèse, à qui j'adresse mes plus profonds remerciements.

Je tiens à exprimer ma gratitude à M. Albert Magnin, mon directeur de thèse français, pour son accueil chaleureux au sein du Laboratoire Rhéologie et Procédés et pour son apport scientifique précieux à cette recherche. Les séjours de recherche que j'ai effectués en France au LRP, ont constitué des moments privilégiés de ma formation doctorale. Ces périodes d'immersion scientifique ont considérablement enrichi mes compétences techniques et méthodologiques. Votre rigueur scientifique, votre disponibilité et votre expertise ont été d'une aide inestimable. Vos relectures attentives, vos suggestions constructives et votre regard critique ont permis d'affiner l'analyse et de renforcer la solidité scientifique de cette recherche.

Je souhaite également remercier le Professeur Aliou Barry, mon directeur de thèse mauritanien, pour avoir accepté d'assurer la direction de cette thèse**.** Votre disponibilité, votre soutien constant et la confiance que vous m'avez accordéeont permis de créer le cadre nécessaire à la réalisation de ce projet.

Ma reconnaissance infinie va également à M. Ousseynou M'Bodj, mon co-encadrant. Votre vision scientifique, votre créativité intellectuelle et votre passion communicative ont constitué les piliers de cette thèse. Votre implication constante, votre disponibilité et votre capacité à proposer des approches innovantes ont été déterminantes à chaque étape de ce parcours. Vos conseils avisés, vos questionnements pertinents et votre exigence bienveillante ont façonné ma démarche scientifique et transformé mes intuitions initiales en une recherche

rigoureuse et cohérente. Au-delà de votre expertise remarquable, c'est votre humanité et votre générosité intellectuelle qui ont rendu cette aventure scientifique particulièrement enrichissante. Vous avez été bien plus qu'un encadrant : vous avez été un véritable mentor et une source d'inspiration.

Mes sincères remerciements vont également aux membres du jury d'avoir accepté de juger cette thèse. En premier lieu, je tiens à exprimer ma gratitude au Professeur Mohamed Kankou d'avoir accepté de présider le jury. Je remercie chaleureusement le Professeur Lazhar Benyahia et le Professeur Noureddine Hamdi pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse. Je souhaite également remercier le Professeur Hugues Bodiguel d'avoir accepté d'examiner ce travail. Je tiens également à remercier toutes les personnes qui ont fait partie de mon Comité de Suivi Individuel, pour leurs conseils et suggestions particulièrement précieux: Mme Evelyne Mauret, M. Guillaume Chambon, Mme Céline Martin, M. Philippe Séchet, Mme Christel Métivier et M. David Benventi.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à M. Frédérick Bossard, Directeur du Laboratoire Rhéologie et Procédéspour son aide et son soutien. Je remercie également l'ensemble l'équipe technique de LRP : Éric, Didier, Frédérick Hugenel, Vincent, et Mohamed pour leur disponibilité et leur assistance précieuse.. Mes remerciements s'adressent aussi au personnel administratif du laboratoire,: Louise, Sylvie et François pour leur aide et leur efficacité.. Je souhaite également exprimer ma gratitude à tout le personnel du Laboratoire de Chimie des Matériaux (LCM), et plus particulièrement à : Ely Cheikh, Wane Abdoulaye, Brahim Dick et Kalidou Ba. Je remercie aussi l'ensemble de mes collègues des deux laboratoires pour leur soutien durant toute la thèse : Khadija, Nissrine, Said, Tecko, Olivier, Maxime, Valentin, Moussa Sy, Zidbih, Fatimetou Ebnou, Khaled et Cheybany. Mes remerciements vont également à tous mes professeurs, et plus particulièrement à M. Bakary Séméga et Madame Medina Diallo, pour leurs conseils avisés et leur aide précieuse.

Je remercie Mr. Jean-Luc Putaux et Mme Christine Lancelon du CERMAV pour la réalisation des images de microscopie. Je remercie également Mme Delphine Tisserand de ISTerre pour les analyses de COT.

Un grand merci au management de Kinross-Tasiast pour avoir facilité l'accès au Laboratoire de Métallurgie du département Process, où une grande partie de ce travail a été réalisée Je tiens également à remercier toute l'équipe technique du laboratoire pour leur gentillesse, leur disponibilité et leur aide précieuse: Yerim Diop, Ndiaye Kane, Cheikh,

Wagué, Massamba, Omar, Brahim, Khalil, Sall, Fatou Aidara, Niang, Ahmedou, Salem, Lamine Sène, Moussa et Hankouch.

Je remercie l'Agence Universitaire de la Francophonie (AUF) et plus particulièrement M. Abdoul Kane, Directeur AUF-Mauritanie ainsi que Mme Jihane Fouzai, Directrice AUF-Tunisie, pour leur soutien et leur accompagnement.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers toutes les personnes du Laboratoire Physique au Technopole de Bourj Cedria, en Tunisie où certaines analyses de caractérisation ont été effectuées. Je remercie également mes collègues tunisiens : Hajer, Nadia et Emna.

Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance à ma famille, qui a été mon pilier et ma principale source de motivation, tout au long de mes études.

A mes deux mamans, Binta et Mariem, pour votre amour et vos encouragements constants tout au long de ces années. A mon papa, Mamadou et mon oncle, Mansour Niang, qui ne sont plus là physiquement mais dont la présence guide encore mes pas. Cette thèse leurs sont dédiée, car je sais qu'ils auraient été fiers de voir cette réussite et qu'ils continuent de veiller sur moi. A mes deux sœurs, Ramata et Adja, merci pour votre soutien sans faille, votre présence et vos mots d'encouragements ont rendu ce chemin plus léger et plus beau.

Mes remercîments vont également, à la famille Scherding. Que François et Michelle trouvent à travers ces phrases ma reconnaissance à leur gentillesse et leurs soutiens durant mes séjours en France

Je tiens également à remercier mes amis fidèles qui ont toujours été là pour moi : Abdou, Abass, Yoro, Barry, Oumou, Haby, Bonco et Mohamed.

Enfin, je remercie toute personne qui a contribué de loin ou de près à la réussite de cette thèse.

Publication :

- Fatou Guey, Ousseynou M'bodj, Aliou Barry, Albert Magnin. 2025. Rheology of aqueous suspensions of montmorillonite/ gum Arabic /electrolyte. Applied Clay Science 268, 107745.

Communication orale:

- Fatou Guey, Ousseynou M'bodj, Aliou Barry, Albert Magnin. Filtration statique des suspensions bentonite-NaCl-gomme arabique. JIC 2023 : Journées Internationales de Chimie, Société Chimique Mauritanienne.

- Ousseynou M'bodj, Fatou Guey, Aliou Barry, Albert Magnin. Physicochemical Characterization and Rheological Study of Bentonite-NaCl-Polyelectrolyte System. Africa-Japan Symposium on Society, Science and Technology August 24 and 25, 2022.

Concours et prix:

- Participation aux Doctoriales de l'Entrepreneuriat et de la Valorisation de la Recherche Scientifique, organisée en ligne par l'Agence Universitaire de Francophonie- Direction Régionale Afrique du Nord (AUF-Tunisie).

- Deuxième prix au concours Ma Thèse en 180 Secondes, première édition Mauritanie organisée par l'Agence Universitaire de Francophonie (AUF-Mauritanie).

TABLE DE MATIERE

INTRODUCTION GENERALE 1

Chapitre I : GENERALITES SUR LES FLUIDES DE FORAGE ET LES MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES

I.1- LES FLUIDES DE FORAGE 6
I.1.1- Définition 6
I.1.2- Circuit de la boue de forage 6
I.1.3- Rôle des fluides de forage 7
I.1.4- Composition des fluides de forage 9
I.1.4.1- Les fluides de forage à base d'huile 9
I.1.4.2- Les fluides de forage à base d'eau 9
I.1.5- Propriétés des fluides de forage 10
I.1.5.1- Densité 11
I.1.5.2- Propriétés rhéologiques 11
I.1.5.3- Propriétés de filtration 11
I.2- MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES 12
I.2.1- Argiles 12
I.2.1.1- Définition des argiles 12
I.2.1.2- Structure des argiles 12
I.2.1.3- Classification des argiles 13
I.2.1.4- Caractérisation des argiles 14
I.2.1.5- Bentonites 14
I.2.1.6- Mélanges argile-eau 16
I.2.1.6.1- La Théorie DLVO 16
I.2.1.6.2- Organisation et morphologie des suspensions d'argile 17
I.2.1.6.3- Paramètres influençant la stabilité des suspensions d'argile 19
I.2.3- Polyélectrolyte 20
I.2.3.1- Définition 20
I.2.3.2- Structure des polyélectrolytes 20
I.2.3.3- Adsorption des polyélectrolytes 21
I.2.3.3.1- Adsorption des polyélectrolytes par les argiles 21
I.2.3.3.2- Influences de divers paramètres sur l'adsorption 21
I.2.4- Biopolymères 23
I.2.4.1- Gomme arabique 24
I.2.4.1.1- Composition Structurale de la gomme arabique 25
I.2.4.1.2- Propriétés rhéologiques de la gomme arabique 27
I.2.4.2- Xanthane 28
I.2.3.5.1- Propriétés rhéologiques du xanthane 30
I-3. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 32

Chapitre II : MATERIELS ET CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES

II.1- MATERIELS 39
II.1.1- Argile 39
II.1.2- Gomme arabique 39
II.1.3- Xanthane 39
II.1.4- Electrolyte 40
II.2- PREPARATION DES ECHANTILLONS 40
II.2.1- Purification de l'argile brute 40
II.2.2- Purification de la gomme arabique 42
II.2.3- Purification de la gomme de xanthane
II.3- TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION 43
II.3.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS) 43
II.3.2- Microscopie électronique à balayage (MEB) 43
II.3.3- Analyse chimique 43
II.3.4- Diffraction des rayons X 43
II.3.5- Spectroscopie infrarouge 44
II.3.6- Analyses thermique différentielle / thermogravimétrique 44
II.3.7- Mesure de la capacité d'échange cationique 44
II.3.8- Chromatographie d'exclusion stérique
II.4- RESULTATS DE LA CARACTERISATION 45
II.4.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS) 45
II.4.2- Analyse par microscopie électronique a balayage (MEB) 45
II.4.3- Analyse chimique et capacité d'échange cationique 46
II.4.4- Diffraction des rayons X 48
II.4.4.1- Diffractogramme-X sur poudre 48
I.4.4.2- Diffractogramme-x sur lame orientée 50
II.4.5- Analyse par spectroscopie infrarouge 50
II.4.6- Analyse thermique différentielle / thermogravimétrique 51
II.4.7- Chromatographie d'exclusion stérique 52
II.5- CONCLUSION 55
II.6- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 55

Chapitre III : RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

III.1- INTRODUCTION 57
III.2- METHODES UTILISEES 58
III.2.1- Préparation des suspensions 58
III.2.1.1- Suspensions BTp-eau 58
III.2.1.2- Suspensions BTp-eau-NaCl 58
III.2.1.3- Suspensions BTp-eau-GAp
58
III.2.1.4- Suspensions BTp-NaCl-GAp (premier ordre) 58
III.2.1.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (deuxième ordre) 59
III.2.2- Mesures rhéométriques 59
III.2.2.1- Seuil d'écoulement et module élastique 59
III.2.2.2- Viscosité 61
III.2.3- Détermination du polymère adsorbé 61

III.2.4- Zetamétrie 62
III.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 62
III.3.1- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique d'argile de BTp 62
III.3.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique des systèmes BTp-eau en fonction de la concentration de NaCl 65
III.3.3- Variation de la viscosité de la G.A en fonction de sa concentration et du NaCl 68
III.3.4- Rhéométrie du système : (BTp/Eau/GAp/NaCl) 70
III.3.4.1- Adsorption de gomme arabique purifiée (GAp) 70
III.3.4.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en GAp 72
III.3.4.3- Influence de l'ordre d'incorporation des composants 73
III.3.4.3.1- Etude du système BTp-NaCl-GAp nommé premier ordre 73
III.3.4.3.2- Etude du système BTp- GAp-NaCl nommé deuxième ordre 74
III.4- CONCLUSION 77
III.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 78

Chapitre IV : FILTRATION DES MELANGES ARGILE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

IV.1- INTRODUCTION 81
IV.2- MATERIELS ET METHODES 83
IV.2.1- Produits utilisés 83
IV.2.1.1- Argile 83
IV.2.1.2- Electrolyte 84
IV.2.1.3- Polymère 84
IV.2.2- Méthodes 84
IV.2.2.1- Propriétés de filtration des fluides de forage 84
IV.2.2.2- Installation expérimentale de mesure de la filtration statique 84
IV.2.2.3- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration 85
IV.2.2.3.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE) 85
IV.2.2.3.2- Perméabilité 86
IV.2.2.4- Préparation des échantillons 87
IV.2.2.4.1- Suspensions bentonite-eau 88
IV.2.2.4.2- Suspensions bentonite-eau-NaCl 88
IV.2.2.4.3- Suspensions bentonite-eau-gomme arabique 88
IV.2.2.4.4- Suspensions bentonite-NaCl-gomme arabique (Ordre 1) 88
IV.2.2.4.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (Ordre 2) 88
IV.2.2.5- Observation au microscope électronique à balayage (MEB) 89
IV.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 89
IV.3.1- Rappels sur le comportement rhéologique des suspensions filtrées Ordre 1 (NaCl ajouté avant la gomme arabique) 89
IV.3.2- Validation de la loi de Darcy 91
IV.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur les paramètres du gâteau 92
IV.3.3.1- Effet de la fraction de bentonite sur la perte d'eau 92
IV.3.3.2- Variation de l'épaisseur et de la masse du gâteau en fonction de la fraction de bentonite 94
IV.3.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur la perméabilité du gâteau 97

IV.3.3.4- Comparaison des effets de la bentonite sur le gâteau de filtration&la littérature 98
IV.3.4- Etude de l'effet du NaCl sur les paramètres et la texture du gâteau 99
IV.3.4.1- Effet du NaCl sur la masse, la perte d'eau et l'épaisseur du gâteau 99
IV.3.3.2- Effet du NaCl sur la perméabilité du gâteau 102
IV.3.4.3- Effet du NaCl sur la structure des gâteaux : bentonite-eau 103
IV.3.4.4- Comparaison des effets du NaCl sur le gâteau de filtration avec les données de la littérature 105
IV.3.5- Effets de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau 106
IV.3.5.1- Effet sur la masse du gâteau et la perte d'eau 107
IV.3.5.2- Effet sur l'épaisseur du gâteau 108
IV.3.5.3- Effet sur la perméabilité du gâteau 110
IV.3.5.4- Comparaison des effets de la gomme arabique mauritanienne avec les données de la littérature 113
IV.3.6- Etude de l'effet simultané du NaCl et de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau 114
IV.3.6.1- Effet de l'ordre 1 sur les paramètres du gâteau 115
IV.3.6.1.1- Effet de l'ordre 1 sur la perte d'eau 115
IV.3.6.1.2- Effet de l'ordre 1 sur l'épaisseur et la masse du gâteau 116
IV.3.6.1.3- Effet de l'ordre 1 sur la perméabilité du gâteau 119
IV.3.6.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration 119
IV.3.6.2- Effet de l'ordre 2 sur les paramètres du gâteau 122
IV.3.6.2.1- Effet de l'ordre 2 sur la perte d'eau 122
IV.3.6.2.2- Effet de l'ordre 2 sur l'épaisseur et la masse du gâteau 123
IV.3.6.2.3- Effet de l'ordre 2 du mélange bentonite-gomme-NaCl sur la perméabilité du gâteau 124
IV.3.6.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration 125
IV.3.7- Microscopie électronique à balayage des gâteaux de filtration 127
IV.4- CONCLUSION 129
IV.5- REFERENCES 131

Chapitre V : RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-XANTHANE

V.1- REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE XANTHANE 134
V.2- MATERIELS ET METHODES 140
V.2.1- Produits utilisés 140
V.2.1.1- Argile 140
V.2.1.2- Electrolyte 140
V.2.1.3- Xanthane 140
V.2.2- Préparation des suspensions 140
V.2.2.1- Suspensions BTp-eau 141
V.2.2.2- Suspensions BTp-eau-NaCl 141
V.2.2.3- Suspensions BTp-eau-xanthane 141
V.2.2.4- Suspensions BTp-NaCl-xanthane (premier ordre) 141
V.2.2.5- Suspensions bentonite-xanthane-NaCl (deuxième ordre) 141
V.2.3- Paramètres étudiés 142
V.2.3.1- Seuil d'écoulement et Module élastique 142
V.2.3.2- Viscosité 142
V.2.3.3- Détermination du polymère adsorbe 142

V.2.3.4- Zétamétrie 142
V.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 143
V.3.1- Rhéologie des solutions de xanthane 143
V.3.1.1- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en xanth 143
V.3.1.2- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en NaCl 144
V.3.2- Rhéométrie du système : (BTp/Eau/XG/NaCl) 147
V.3.2.1- Adsorption du xanthane par BTp 147
V.3.2.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane 149
V.3.2.3- - Influence de l'ordre d'incorporation des composants 150
V.3.2.3.1- Etude du système BTp-NaCl-xanthane : premier ordre 150
V.3.2.3.2- Etude du système BTp- Xanthane-NaCl : deuxième ordre 152
V.4- CONCLUSION 155
V.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 157

Chapitre VI : FILTRATION DES SUSPENSIONS BENTONITE-XANTHANE-NaCl

VI.1- INTRODUCTION 162
VI.2- MATERIELS ET METHODES 164
VI.2.1- Matériels et préparations 164
VI.2.1.1- Bentonite 164
VI.2.1.2- Chlorure de sodium (NaCl) 165
VI.2.1.3- Gomme de xanthane 165
VI.2.1.4- Préparation des échantillons 165
VI.2.2- Méthodes 165
VI.2.2.1- Filtration statique 165
VI.2.2.1- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration 166
VI.2.2.1.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE) 166
VI.2.2.1.2- Perméabilité 166
VI.3- RESULTATS ET DISCUSSION 167
VI.3.1- Comportements rhéologiques des suspensions avant filtration utiles 167
VI.3.2- Etude de l'effet du xanthane sur les paramètres du gâteau 169
VI.3.2.1- Effet du xanthane sur la masse et la perte d'eau 169
VI.3.2.2- Effet du xanthane sur l'épaisseur du gâteau 171
VI.3.2.3- Effet du xanthane sur la perméabilité du gâteau 172
VI.3.3- Effets simultanés du NaCl et du xanthane sur les paramètres du gâteau 173
VI.3.3.1- Effet du premier ordre de mélange sur les paramètres du gâteau 173
VI.3.3.1.1- Effet du premier ordre de mélange sur la perte d'eau et la masse du gâteau 173
VI.3.3.1.2- Effet du premier ordre de mélange sur l'épaisseur du gâteau 175
VI.3.3.1.3- Effet du premier ordre de mélange sur la perméabilité du gâteau 176
VI.3.3.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration 178
VI.3.3.2- Effet de l'ordre des mélanges sur les paramètres du gâteau 179
VI.3.3.2.1- Effet de l'ordre des mélanges sur la perte d'eau et la masse du gâteau 179
VI.3.3.2.2- Effet de l'ordre des mélanges sur l'épaisseur du gâteau 181
VI.3.3.2.3- Effet de l'ordre des mélanges sur la perméabilité du gâteau 182
VI.3.3.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration 184
VI.4- CONCLUSION 186
VI.5- REFERENCES 187

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure I.1 : Schéma du cycle d'une boue de forage 7
Figure I.2 : Fluide de forage 8
Figure I.3 : Feuillet d'argile de type T-O-T 13
Figure I.4 : Microscopie des plaquettes d'argile (bentonite purifiée) 15
Figure I.5 : Illustration de la théorie de DLVO 17
Figure I.6.a : Modes d'organisation des feuillets de montmorillonites en suspension selon la théorie de Van Olphen : A. dispersion, B. association face / face, C. association bord / face, D. association bord / bord 19
Figure I.6.b : Modèle de réseau lenticulaire 19
Figure I.7 : Photos des exsudats de gomme arabique issus des arbres d'acacia 25
Figure I.8 : Structure hypothétique de l'arabinogalactane-protéine (AGP) issue de la gomme arabique 27
Figure. I.9 : Structure primaire des molécules de xanthane 29
Figure. I.10 : Modèle de la configuration du xanthane en fonction de la salinité 30
Figure II.1 : Etapes de la purification 41
Figure II.2 : Montage du système de filtration de la gomme 42
Figure. II.3 : Taille des particules de BTp/GAp par DLS) 45
Figure. II.4 : Image des plaquettes de BTp purifiée par MEB 45
Figure II.5a: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTb 49
Figure II.5b: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTp 49
Figure II.5c: Diffractogrammes X sur lame orientée de l'argile BTp 50
Figure II.6: Spectre infrarouge BTb + BTp 51
Figure II.7: Thermogrammes BTb + BTp 52
Figure II.8 : Chromatogramme d'exclusion stérique de la gomme arabique Mauritanienne purifiée 54
Figure III.1 : Pales d'un scissomètre 60
Figure. III.2 : Schéma du flacon contenant les suspensions montrant les symboles utilisés pour le calcul du module élastique (G) 60
Figure III.3 : Courbe Couple-Temps 61
Figure. III.4 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique de BTp 64
Planche III.1: Image MEB de la suspension de BTp (8%g/g) déshydratée sous 1x 10^5Pa 64
Figure. III.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl 67
Figure. III.6 : Variation du potentiel zêta en fonction de la concentration en NaCl 67
Figure. III.7a : Variation de la viscosité de GAp en fonction de sa concentration et la vitesse de cisaillement 68
Figure III.7b : Variation de la viscosité de GAp en fonction de la concentration en NaCl et la vitesse de cisaillement……..69
Figure III.8a : Variation de la quantité de GAp adsorbée et du potentiel zêta en fonction de la concentration en Gap……...…….71
Figure III.8b : Variation de la quantité de GAp adsorbée en fonction de la concentration en NaCl……...……..71
Figure III.9 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en Gap 72

Figure. III.10 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl 76
Figure. III.11 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl 76
Figure. III.12 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange 76
Planche IV.1 : Montage de la filtration statique 85
Figure. IV.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse, et des suspensions argile–gomme arabique (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl–gomme ; ordre 2 : argile–gomme–NaCl) 90
Figure IV.2:Validation de la loi de Darcy à 4×10^5 Pa, pour 2, 4, 6 & 8% (w/w) en argile 92
Figure. IV.3: Variation de la perte d'eau PE en fonction de la fraction massique de bentonite aux deux pressions appliquées 93
Figure IV.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 95
Figure. IV. 5 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 96
Figure. IV.6 : Variation de la différence d'épaisseur (Δe) en fonction de la fraction massique de bentonite 96
Figure IV.7. Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite a deux pressions 1×10^5 et 4×10^5 Pa 97
Figure IV.8 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 100
Figure. IV.9 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 101
Figure IV 10 : Variation l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 101
Figure IV.11: Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 103
Planche IV.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl, sous une pression de $1x10^5$ Pa 104
Figure IV.12: Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 107
Figure IV.13: Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 108
Figure IV.14 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 109
Figure IV.15a : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 111
Figure IV.15b: Variation du pourcentage d'adsorption des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique 112
Figure 16 : Variation du potentiel zêta des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique 112
Figure IV.17 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 116
Figure IV.18 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 118
Figure IV.19 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 118
Figure IV.20 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 119
Planche IV.3 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 1, pression de $1x10^5$ Pa 121

Figure IV.21 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 et l'ordre 2en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 121
Figure IV.22 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 123
Figure IV.23 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 124
Figure IV.24 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 124
Planche IV.4 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 2 sous un 1 bar 126
Planche IV.5: Images des gâteaux obtenues par observation au microscope électronique à balayage, (a) gâteau bentonite-eau, (b) gâteau bentonite-NaCl, (c) gâteau bentonite-gomme arabique et (d) gâteau bentonite-NaCl-gomme arabique 128
Figure V.1 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de sa concentration 144
Figure V.2 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de la concentration de NaCl 145
Figure V.3 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration de NaCl, vitesse de cisaillement de 0,025 s^{-1} 146
Figure V.4a : Variation de la quantité de xanthane adsorbée et du potentiel Zeta en fonction de la concentration en xanthane 148
Figure V.4b : Variation de la quantité de xanthane en fonction de la concentration en NaCl, à 1g/L de xanthane 149
Figure V.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane 150
Figure V.6 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 1) 151
Figure V.7 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 2) 152
Figure V.8 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange 154
Figure VI.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse**, et des** suspensions argile–xanthane (1000 ppm), en fonction de **l'**ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl**–** xanthane **;** ordre 2 : argile**–** xanthane **–**NaCl) 168
Figure VI.2 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 170
Figure VI.3 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 170
Figure VI.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 171
Fig. VI.5 : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 172
Figure VI.6: Variation de la perte d'eau du gâteau pour les suspensions d'argile et du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 174
Figure V.7 : Variation de la masse du gâteau pour les suspensions d'argile, du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 175
Figure VI.8: Variation de l'épaisseur des gâteaux de l'argile sans polymère et du 1er ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 176
Figure VI.9. Variation de la perméabilité du gâteau du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 177

Planche VI.1 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous 1x10^5 Pa (1 bar). Gâteaux a: ordre 1 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau b : argile sans xanthane. 178
Figure VI.10 : Variation de la perte d'eau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 180
Figure V. 11 : Variation de la masse du gâteau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 180
Figure V.12: Variation de l'épaisseur du gâteau selon l'ordre des mélanges en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 181
Figure VI.13. Comparaison de la perméabilité du gâteau du premier et deuxième ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 183
PlancheVI.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous 1x10^5 Pa (1 bar). Gâteaux a, b : ordre 2 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau c, d : argile sans xanthane. 183

Tbleau. I.1 : Classification de la famille des smectites en fonction de la charge de la maille 16
Tableau II.1 : Résultats de l'analyse chimique de l'argile BTb et BTp 47

INTRODUCTION GENERALE

Les mélanges argile-eau-électrolyte-polymère sont des systèmes complexes intéressants. Ils sont fréquemment utilisés dans de nombreux domaines de l'industrie, en particulier le forage pétrolier (Vilada et al., 2017 ; Gamal et al., 2019 ; Tiwari et al., 2020 ; Benmounah et al., 2021 ; Zhu et Zheng, 2021). Les fluides de forage ont fait l'objet de nombreuses études ces dernières années. Cette attention particulière portée aux fluides de forage est étroitement liée, sans aucun doute à leur importance économique et technique. En effet, Ces fluides représentent 15 à 18% du coût total du forage et les dépenses de forage représentent 25% du coût total d'exploitation (Khodja, et al., 2010 ; Vilada et al., 2017). Par ailleurs, le succès des opérations de forage dépend des propriétés et de la qualité du fluide de forage utilisé. Ces fluides sont conçus pour remplir plusieurs fonctions telles que ; ramener les déblais rocheux à la surface, réduire les dommages causés à la formation, refroidir et lubrifier l'équipement de forage, maintenir la stabilité du puits de forage, contrôler la pression de la formation et minimiser les pertes de fluides et la circulation perdue (Temraz et al., 2016 ; Ahmad et al., 2018 ; Hussein et al., 2020). Pour assurer ces fonctions, les fluides de forage doivent disposer de caractéristiques rhéologiques et de filtration bien déterminées. À cette fin, de nombreuses composants chimiques sont utilisées, notamment des argiles, ainsi que des additifs tels que des électrolytes et des polymères. Par ailleurs, plusieurs types de fluides de forage existent, pouvant être classées en deux catégories : les fluides à base d'eau et les fluides à base d'huile. Les fluides à base d'eau sont plus utilisés au détriment des fluides à base d'huile en raison de leur coût réduit et de leur plus faible impact environnemental (Khodja, 2008).

Les argiles bentonitiques constituent le composant de base des fluides de forage, en raison de leur forte capacité de gonflement pour créer une structure de gel, de leur rôle de viscosifiant et de leur capacité à adsorber les molécules organiques. Lorsque les particules de bentonite sont en suspension dans l'eau, l'hydratation des cations compensateurs de charge qui se trouvent sur la surface du feuillet cause un affaiblissement de l'attraction électrostatique. En effet, ces cations ont tendance à diffuser dans le milieu et à former une double couche électrique. Ils forment ainsi un nuage diffus, thermiquement agité mais globalement retenu par une surface de charge opposée. Le mélange bentonite-eau constitue un système dont le comportement rhéologique dépend étroitement de la fraction de bentonite (Kanygina et Tsvetkova, 2020 ; Lin et al., 2021…). Plusieurs modèles ont été proposés pour décrire l'organisation des suspensions bentonite-eau en fonction de la fraction d'argile utilisée

(Van Olphen, 1976 ; Tessier, 1984 ; Ben Rahiem et al., 1987 ; Van Damme, 1994 ; Lagaly et Ziesmer, 2003 ; Mbodj et al., 2004). Ces modèles varient entre celui de château de carte et celui de réseau lenticulaire :

- Le modèle de château de carte : ce modèle repose sur l'hypothèse que les bords des feuillets d'argile possèdent aux pHs suffisamment acides des charges positives qui leur permettent de se lier aux faces qui sont chargées négativement. Ils forment ainsi un réseau connecté dit château de carte (Van Olphen, 1976).
- Le modèle de réseau lenticulaire : ce système est formé de pores lenticulaires, les parois des pores sont formées de plusieurs feuillets. La flexibilité des feuillets et de leurs paquets est l'élément essentiel permettant au système de réaliser une structure à pores lenticulaires, sans association bord-face (Van Damme, 1994).

Des ajouts sous forme d'électrolytes sont largement utilisés dans les boues de forage à base d'eau. Plusieurs études sont réalisées, et le chlorure de sodium (NaCl) fait partie, si ce n'est le plus exploré. Ces études portent sourtout sur l'effet de la concentration du NaCl sur le comportement rhéologique et de filtration des suspensions de bentonite semi-diluée et concentrée (Kelessidis et al., 2007 ; Abu-Jdayil et al., 2011 ; Scheid et al., 2019 ; Kuma et al., 2020 ; Sharma et al., 2020 ; Rezine et al., 2021). Globalement, la présence d'électrolyte entraîne une compression de la double couche autour des particules de bentonite qui les maintenait en dispersion (M'bodj et al., 2004 ; Kelessidis et al., 2007 ; Abu-Jdayil et al., 2011). À faible concentration d'électrolyte, les suspensions semi-diluées et concentrées présentent une augmentation des paramètres rhéologiques (seuil d'écoulement, module élastique, viscosité etc.) et une diminution de certains paramètres de filtration (perte d'eau, perméabilité, etc.). Les fortes concentrations d'électrolyte, conduisent à la floculation des suspensions, réduisant ainsi les paramètres rhéologiques mesurés et augmentent certains paramètres de filtration.

Différents types de polymères sont également étudiés avec les suspensions de bentonite (Xie et al., 2018; Ahmad et al., 2018; Sharma et al., 2020 ; Rezine et al., 2021). Ces études ont montré que lorsqu'un polymère entre en contact avec de l'argile, il se produit des interactions qui conduisent à l'adsorption de ce polymère par l'argile. Ils ont également mis en évidence que cette adsorption dépend de plusieurs paramètres tels que : la longueur de persistance du polymère, la force ionique du milieu, les répulsions entre les groupements chargés et la densité de charge du polymère. Les interactions lors de l'adsorption résultent de

la compétition entre les forces de Van Der Waals, la liaison hydrogène et les forces électrostatiques attractives ou répulsives. Lorsqu'un sel est ajouté, par son effet écran, il facilite l'adsorption du polymère polyanionique à la surface des particules d'argile. La couche de polymère adsorbée sur la surface des particules d'argile peut conduire aux dispersions de ces particules, à la stabilisation ou à leur floculation. La stabilisation due à l'effet répulsif des macromolécules présentes à la surface des particules est appelée « stabilisation stérique ». La floculation est associée à la formation de ponts interparticulaires ou à l'interpénétration des couches de polymère adsorbé, mais elle peut être aussi par déplétion (M'bodj et al, 2004). Cependant, l'utilisation de biopolymères dans les fluides de forage représente une évolution notable vers des solutions plus écologiques et durables dans l'industrie pétrolière et gazière. Les biopolymères, à la différence des polymères synthétiques traditionnels, sont dérivés de sources naturelles et sont souvent biodégradables, réduisant ainsi l'impact environnemental associé aux opérations de forage. Par ailleurs, la recherche sur les fluides de forage à base d'argile et de biopolymère suscite un intérêt croissant pour plusieurs raisons, en particulier en raison de leur potentiel à offrir des solutions plus écologiques et efficaces pour l'industrie du forage. Voici quelques-uns des principaux intérêts et avantages de cette recherche :

- Réduction de l'impact environnemental : Les biopolymères, étant dérivés de ressources renouvelables et souvent biodégradables, peuvent significativement réduire l'empreinte environnementale des fluides de forage. En remplaçant les additifs chimiques traditionnels par des alternatives à base de biopolymères, on minimise la pollution et les risques pour les écosystèmes environnants.
- Amélioration de la performance de forage : Les fluides à base d'argile et de biopolymère peuvent offrir d'excellentes propriétés rhéologiques, telles que la viscosité et la capacité de suspension des déblais de forage, ce qui améliore l'efficacité du processus de forage. De plus, ils peuvent aider à maintenir la stabilité du puits en renforçant les parois, réduisant ainsi les risques d'effondrement.
- Compatibilité avec les Formations Géologiques : Les biopolymères peuvent être moins réactifs avec les formations argileuses sensibles que les polymères synthétiques, réduisant le risque de gonflement des argiles et de détérioration des formations. Cela peut conduire à une meilleure préservation des caractéristiques géologiques et à une réduction des coûts associés aux traitements correctifs.
- Propriétés de Filtration et de Barrière : Les composites argile-biopolymère peuvent former des gels et des films efficaces qui contrôlent la perte de fluides dans les

formations poreuses, améliorant ainsi la gestion de la pression du puits et réduisant la contamination de la formation.

- Solutions sur mesure : La recherche permet de concevoir des fluides de forage sur mesure, en optimisant la composition et les propriétés en fonction des conditions spécifiques de forage, telles que la température, la pression, et la présence de contaminants.
- Durabilité et coût : L'utilisation de matières premières renouvelables pour la production de biopolymères peut contribuer à réduire les coûts à long terme, en offrant une alternative plus durable et potentiellement moins chère que les produits à base de pétrole.
- Innovation et développement technologique : La recherche dans ce domaine stimule l'innovation et le développement de nouvelles technologies de forage, pouvant ouvrir la voie à des pratiques de forage plus sûres, plus propres et plus efficaces.

En définitive, l'intérêt pour la recherche sur les fluides de forage à base d'argile et de bio-polymère repose sur leur capacité à améliorer les performances de forage tout en adressant les préoccupations environnementales, alignant ainsi l'industrie du forage avec les principes du développement durable.

Les travaux de cette thèse portent sur l'étude des propriétés physico-chimiques, rhéologiques et de filtration des mélanges bentonite-gomme arabique-NaCl et bentonite xanthane-NaCl, en vue de leur utilisation dans le domaine des fluides de forage. Deux aspects originaux méritent d'être soulignés :

- Gomme arabique d'origine mauritanienne : Ce bio-polymère a été choisi dans le but de valoriser ce produit local. Il est intéressant de comparer ses propriétés avec celles du bio-polymère xanthane, qui est une référence dans le domaine des fluides de forage.
- Purification des matières premières : La bentonite et la gomme arabique ont été soigneusement purifiées afin de mieux identifier les composants et comprendre précisément leurs interactions.

L'objectif principal de cette thèse est de mieux comprendre les mécanismes d'interaction entre les différentes composantes du mélange. Pour ce faire, nous étudierons les paramètres physico-chimiques tels que le pH, la conductivité et le potentiel zêta, ainsi que les propriétés rhéologiques telles que le seuil d'écoulement, le module élastique et la viscosité. De plus,

nous analyserons les propriétés de filtration, notamment la perte d'eau et la perméabilité. Ces études seront menées en faisant varier la fraction de bentonite, la concentration de NaCl, la concentration du bio-polymère et l'ordre de mélange des composantes. L'objectif technique est d'optimiser la formulation de fluides de forage élaborés à partir de ces matériaux.

Cette thèse se décompose de la manière suivante :

Dans le premier chapitre de cette thèse, nous introduisons et examinons les concepts fondamentaux relatifs aux fluides de forage ainsi qu'aux mélanges complexes d'argile, de polymères et d'électrolytes.

Le deuxième chapitre porte sur les matériels et caractérisations physico-chimiques des matériaux utilisés.

Le troisième chapitre de cette thèse se concentre sur une analyse détaillée des propriétés rhéologiques des mélanges de bentonite, de gomme arabique et de chlorure de sodium (NaCl). Cette partie met en lumière la manière dont ces composants interagissent pour influencer la viscosité, l'élasticité et le comportement au seuil de ces mélanges.

Dans le quatrième chapitre, nous nous focalisons spécifiquement sur les propriétés de filtration des mélanges de bentonite, de gomme arabique et de chlorure de sodium (NaCl).

Le cinquième chapitre de cette thèse se penche sur une analyse exhaustive des propriétés rhéologiques des mélanges composés de bentonite, de xanthane et de chlorure de sodium (NaCl).

Le sixième et dernier chapitre de cette thèse est consacré à l'étude des propriétés de filtration des suspensions bentonite-xanthane-NaCl.

Enfin, une conclusion générale, suivie de perspectives de recherche, clôture ce travail.

Ce projet de thèse a vu le jour grâce à une collaboration fructueuse entre l'Université de Nouakchott et l'Université de Grenoble Alpes, avec le soutien financier de l'ambassade de France en Mauritanie dans le cadre d'une thèse en cotutelle.



Chapitre I

GENERALITES SUR LES FLUIDES DE FORAGE ET LES MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES

TABLE DE MATIERE

INTRODUCTION GENERALE 1

Chapitre I : GENERALITES SUR LES FLUIDES DE FORAGE ET LES MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES

I.1- LES FLUIDES DE FORAGE 6
I.1.1- Définition 6
I.1.2- Circuit de la boue de forage 6
I.1.3- Rôle des fluides de forage 7
I.1.4- Composition des fluides de forage 9
I.1.4.1- Les fluides de forage à base d'huile 9
I.1.4.2- Les fluides de forage à base d'eau 9
I.1.5- Propriétés des fluides de forage 10
I.1.5.1- Densité 11
I.1.5.2- Propriétés rhéologiques 11
I.1.5.3- Propriétés de filtration 11
I.2- MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES 12
I.2.1- Argiles 12
I.2.1.1- Définition des argiles 12
I.2.1.2- Structure des argiles 12
I.2.1.3- Classification des argiles 13
I.2.1.4- Caractérisation des argiles 14
I.2.1.5- Bentonites 14
I.2.1.6- Mélanges argile-eau 16
I.2.1.6.1- La théorie DLVO 16
I.2.1.6.2- Organisation et morphologie des suspensions d'argile 17
I.2.1.6.3- Paramètres influençant la stabilité des suspensions d'argile 19
I.2.3- Polyélectrolytes 20
I.2.3.1- Définition 20
I.2.3.2- Structure des polyélectrolytes 20
I.2.3.3- Adsorption des polyélectrolytes 21
I.2.3.3.1- Adsorption des polyélectrolytes par les argiles 21
I.2.3.3.2- Influence de divers paramètres sur l'adsorption 21
I.2.4- Biopolymères 23
I.2.4.1- Gomme arabique 24
I.2.4.1.1- Composition structurale de la gomme arabique 25
I.2.4.1.2- Propriétés rhéologiques de la gomme arabique 27
I.2.4.2- Xanthane 28
I.2.3.5.1- Propriétés rhéologiques du xanthane 30
I-3. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 32

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure I.1 : Schéma du cycle d'une boue de forage 7
Figure I.2 : Fluide de forage 8
Figure I.3 : Feuillet d'argile de type T-O-T 13
Figure I.4 : Microscopie des plaquettes d'argile (bentonite purifiée) 15
Figure I.5 : Illustration de la théorie de DLVO 17
Figure I.6.a : Modes d'organisation des feuillets de montmorillonites en suspension selon la théorie de Van Olphen : A. dispersion, B. association face / face, C. association bord / face, D. association bord / bord 19
Figure I.6.b : Modèle de réseau lenticulaire 19
Figure I.7 : Photos des exsudats de gomme arabique issus des arbres d'acacia 25
Figure I.8 : Structure hypothétique de l'arabinogalactane-protéine (AGP) issue de la gomme arabique 27
Figure. I.9 : Structure primaire des molécules de xanthane 29
Figure. I.10 : Modèle de la configuration du xanthane en fonction de la salinité 30

Tab. I.1 : Classification de la famille des smectites en fonction de la charge de la maille 16

Chapitre I

GENERALITES SUR LES FLUIDES DE FORAGE ET LES MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES

Ce chapitre présente une vue d'ensemble sur les fluides de forage ainsi que sur les systèmes argile-électrolytes-polymères, dans le but de définir et de mieux comprendre les divers aspects traités. Une bibliographie détaillée sera aussi fournie dans les chapitres suivants.

I.1- LES FLUIDES DE FORAGE

I.1.1- Définition

Le fluide de forage, également connu sous le nom de boue de forage, constitue un système complexe incluant divers composants liquides (eau, huile) et/ou gazeux (air ou gaz naturel), enrichi de différents additifs minéraux et organiques en suspension (argiles, polymères, tensioactifs, déblais, ciments, etc.). Ce fluide a été introduit dès 1933, lors du premier Congrès Mondial du Pétrole, où il a été le sujet de cinq exposés (Darley et Gray, 1988). Le premier ouvrage dédié aux fluides de forage fut publié en 1936 par Evans, et une autre contribution notable fut celle de Reid en 1979. L'American Petroleum Institute (API) caractérise le fluide de forage comme étant un fluide en circulation continue tout au long du forage, tant dans le puits qu'à la surface (Khodja, 2008).

I.1.2- Circuit de la boue de forage

Le circuit de la boue de forage est illustré dans la figure I.1 et se déroule selon les étapes suivantes :

- La boue est préparée et stockée dans un bassin de décantation (bac à boue).
- Elle est ensuite acheminée par une pompe à travers la tige de forage qui la conduit jusqu'au fond du puits.
- Arrivée au bout de la tige, la boue s'échappe et atteint le fond du puits où elle rencontre le trépan, en pleine action de forage de la formation rocheuse.
- La boue entame son chemin retour, entraînant avec elle les déblais détachés par le trépan.
- Elle remonte via l'espace annulaire situé entre la tige de forage et les parois du puits.
- À la surface, la boue est dirigée vers le tamis vibrant au moyen de la conduite d'aspiration.
- Les tamis vibrants, équipés de crépines métalliques, filtrent la boue, séparant les déblais. La boue filtrée retourne au bassin de décantation.

- Les déblais de roche sont évacués le long d'une glissière pour être disposés. Selon les normes environnementales, un traitement préalable peut être requis. Certains échantillons de déblais sont conservés pour analyse géologique, permettant d'étudier les caractéristiques des formations rocheuses rencontrées.

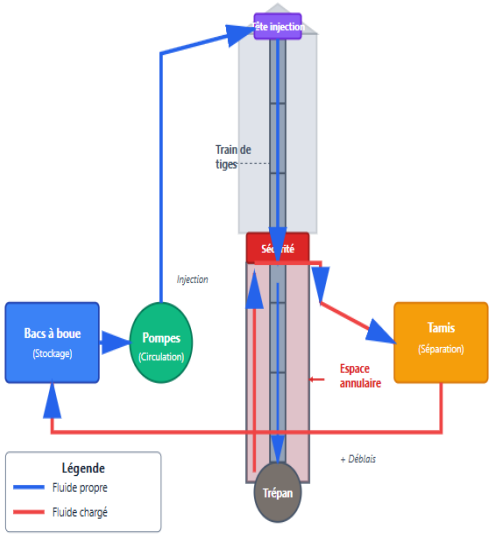


Figure I.1 : Schéma du cycle d'une boue de forage

I.1.3- Rôle des fluides de forage

Les fluides de forage pétrolier jouent un rôle crucial non seulement dans l'efficacité et la sécurité des opérations de forage mais ont également une importance économique considérable pour l'industrie pétrolière et gazière (figure I.2). Voici plusieurs aspects soulignant leur importance économique :

1. Optimisation du forage : Les fluides de forage permettent une exécution plus rapide et plus efficace du forage. En réduisant le temps nécessaire pour forer un puits, ils diminuent significativement les coûts opérationnels, ce qui est crucial étant donné que les opérations de forage représentent une part importante des dépenses dans l'exploration (25 % du cout total de l'exploitation) et la production d'hydrocarbures.

2. Protection des équipements de forage : La lubrification et le refroidissement des outils de forage prolongent leur durée de vie et réduisent les coûts de maintenance et de remplacement, ce qui peut représenter des économies substantielles étant donné le coût élevé de ces équipements.

3. Minimisation des risques et des coûts associés : En stabilisant la paroi du puits et en contrôlant la pression du puits, les fluides de forage minimisent le risque d'accidents tels que les éruptions ou les effondrements de puits. Ces incidents peuvent entraîner des coûts énormes en termes de dommages matériels, de retards opérationnels, et de responsabilité environnementale et légale.

4. Amélioration de l'efficacité de la production : En minimisant les dommages à la formation productrice, les fluides de forage appropriés peuvent augmenter la productivité d'un puits de pétrole ou de gaz, améliorant ainsi les retours économiques sur l'investissement initial.

5. Récupération d'informations géologiques précieuses : Les fluides de forage facilitent la collecte de déblais de forage qui sont analysés pour obtenir des informations géologiques. Ces informations peuvent aider à optimiser les opérations de forage futures et à évaluer le potentiel économique des réservoirs d'hydrocarbures, réduisant ainsi le risque d'investissement.

6. Innovation et développement durable : Le développement de fluides de forage plus écologiques et efficaces peut contribuer à réduire l'impact environnemental et à améliorer l'acceptation sociale des projets pétroliers et gaziers. Cela peut, à terme, sécuriser l'accès aux ressources et favoriser une exploitation plus durable, ayant des implications économiques positives à long terme pour les entreprises et les communautés.

En résumé, les fluides de forage pétrolier ont une importance économique directe par la réduction des coûts opérationnels et indirecte par la maximisation de la production et la minimisation des risques, jouant ainsi un rôle essentiel dans la rentabilité globale de l'industrie pétrolière et gazière.



Figure I.2 : Fluide de forage

I.1.4- Compositions des fluides de forage

Plusieurs types de boues de forage existent, pouvant être classés en deux grandes catégories :

I.1.4.1- Les fluides de forage à base d'huile

Ces fluides sont couramment appelés "Oil-Based Muds" (OBM) ou boues à base d'huile. Leur composition inclut principalement de l'huile de base (plus de 80% en volume), de l'eau (moins de 20%), ainsi que des agents viscosifiants pour améliorer le pouvoir suspendant et contrôler la filtration, des agents émulsionnants et stabilisants, des agents fluidifiants, et des agents alourdissant.

Les fluides à base d'huile présentent plusieurs avantages : une excellente stabilité thermique, une insensibilité aux contaminants habituellement problématiques pour les boues à base d'eau (NaCl, CaSO4, ciment, argile) et un moindre dommage à la formation rocheuse. Cependant, ils sont coûteux et présentent un risque environnemental significatif. C'est pourquoi il existe une tendance à favoriser l'utilisation des boues à base d'eau (Jo *et al*., 2023).

I.1.4.2- Les fluides de forage à base d'eau

Ces fluides sont couramment appelés "Water-Based Muds" (WBM) ou boues à base d'eau. Ils sont privilégiés par rapport aux fluides à base d'huile en raison de leur coût réduit et de leur faible impact environnemental. Les fluides à base d'eau contiennent de 30 à 60 g/l d'argile, ainsi que d'autres additifs nécessaires pour conférer les propriétés requises au bon déroulement des opérations de forage. Malgré leurs avantages en termes de coût et d'impact environnemental, les fluides à base d'eau présentent l'inconvénient de ne pas être utilisables au-delà de 160 °C, en raison de la dégradation chimique des polymères employés comme additifs (Khodja, 2008).

Parmi les composantes utilisées dans la formulation des fluides de forage on peut citer :

Les argiles : les argiles les plus utilisées sont les bentonites car elles ont des propriétés particulières (surface spécifique élevée, capacité d'adsorption importante et aptitude à gonfler en adsorbant des molécules polaires…) qui leur confèrent un bon pouvoir viscosifiant et la possibilité de former des gels au-delà d'une certaine fraction volumique d'argile. Ces gels joueront le rôle d'agent de suspension des morceaux de solides, au cours des arrêts de circulation, éventuels. Les suspensions de bentonite possèdent également un seuil d'écoulement, c'est-à-dire une fraction à partir de laquelle elle s'écoule facilement sous l'effet

d'une contrainte et se gélifie quand la contrainte cesse. Cette propriété permet un avancement rapide du fluide au cours de l'écoulement tout en gardant son pouvoir suspendant.

Les polymères : Les polymères utilisés ont pour rôle d'améliorer les propriétés des argiles qui présentent quelques insuffisances (augmentation de la densité du fluide et réduction de la vitesse d'avancement du fluide). Ils doivent jouer le rôle de colloïde protecteur en s'adsorbant sur les particules minérales, pour accroître la stabilité de la suspension en la protégeant des agents floculants tels que les sels solubles en provenance des terrains traversés. Ils doivent aussi empêcher la dispersion des argiles du terrain en s'adsorbant sur les parois du puits. Les polymères les plus utilisés sont : la carboxyméthylcellulose (avec température maximum d'utilisation de l'ordre 180°C), le xanthane (permet de travailler à de fortes salinités et à haute température) et l'amidon (utilisable à pH>12 et à une température maximale d'utilisation de l'ordre 150°C).

Produits alourdissants : Ces produits sont ajoutés pour créer une pression hydrostatique suffisante et pour contrôler les pressions du fond du puits. Le plus utilisé est le sulfate de barium (BaSO4 : la barite) de densité moyenne 4,3. Il a l'avantage de ne pas réagir avec les autres constituants de la boue. On utilise aussi : l'hématite, la sidérite, la galène et le carbonate de calcium.

Produits colmatant : Ils sont utilisés pour limiter les zones perméables. On peut en citer : les produits durs et calibrés en coquillage de noix, les noyaux d'abricot, les fibres de bois, de canne à sucre…

I.1.5- Propriétés des fluides de forage

Le contrôle et la caractérisation des boues de forage sont réalisés selon des normes précises éditées par l'API **(**American Petroleum institue**).** Les tests relatifs à l'étude des caractéristiques des fluides de forage sont généralement basés sur trois paramètres : densité, rhéologie et filtration (Khodja, 2008).

Des mesures spécifiques, telles que la viscosité, la densité et la filtration, sont systématiquement effectuées pour tous les forages, tandis que d'autres, comme le taux de gaz ou l'alcalinité, sont réalisées selon les exigences spécifiques du projet. À partir des résultats obtenus et des connaissances préalablement acquises, la composition de la boue est ajustée "en temps réel" par l'ajout de certains produits ou par une reformulation complète de la boue, si nécessaire.

I.1.5.1- Densité

La densité est un paramètre important des boues de forage. Elle doit être suffisamment élevée pour contrebalancer la pression exercée par les venues d'eau, d'huile et de gaz et par conséquent les éruptions. Cependant elle ne doit pas dépasser la limite de résistance des parois du puits (formations traversées) pour ne pas les fracturer et ne pas risquer une perte de boue au cours de la circulation. La barite ($BaSO_4$) est utilisée pour l'alourdissement de la boue (Khodja, 2008).

I.1.5.2- Propriétés rhéologiques

Les caractéristiques rhéologiques que l'on attend d'une bonne boue de forage sont (Ahmad *et al.*, 2018a **;** Delikesheva *et al.*, 2020) :

Un fort pouvoir viscosifiant, c'est dire produire une viscosité élevée avec peu d'argile en suspension. Cette propriété varie fortement avec la nature de l'argile.

Un comportement rhéofluidifiant, c'est à dire avoir une viscosité qui diminue au fur et à mesure que le taux de cisaillement augmente, afin de faciliter le pompage.

Un seuil d'écoulement, c'est à dire une contrainte seuil en deçà de laquelle la boue ne s'écoule pas mais répond élastiquement. Cette propriété est importante afin de garantir le maintien en suspension des débris de roche si la circulation de boue venait à être interrompue pour une raison quelconque.

Du point de vue de l'instrumentation de mesure, l'API (American Petroleum Institue) recommande l'utilisation du viscosimètre Fann 35 A. Dans le cas des forages profonds, l'échec de la prévision des propriétés des fluides par simulation numérique est dû à une mauvaise connaissance de la variation des propriétés des fluides en fonction de la température (Khodja, 2008)**.** Face à cette situation, la technologie des fluides de forage a été aussi suivie par un développement important d'outils d'évaluation et de contrôle. Dans le cas des forages profonds à haute température, on note la commercialisation de viscosimètres travaillant sous haute pression et à haute température (Fann 50 C).

I.1.5.3- Propriétés de filtration

La filtration du fluide de forage se manifeste sous l'effet de la pression différentielle, c'est-à-dire la différence entre la pression du fluide et celle de la formation géologique, lorsque le fluide est en contact avec une paroi poreuse et perméable. Étant donné que la pression dans le puits est supérieure à celle de la formation, une partie du liquide s'infiltre dans cette dernière, tandis que les particules solides contenues dans la boue se déposent en formant une couche (gâteau ou cake) sur les parois du puits.

On distingue deux types de filtration durant le forage : la filtration statique, qui se produit lorsque la circulation du fluide est interrompue, et la filtration dynamique, qui survient pendant la circulation du fluide et peut entraîner une érosion du cake formé.

Il est également crucial d'évaluer et de contrôler les propriétés de filtration des fluides de forage au moyen de tests conformes aux directives de l'API. Ces essais, réalisés en conditions statiques à l'aide d'un filtre-presse standardisé, permettent de mesurer les propriétés de filtration. Ces analyses peuvent s'effectuer sous des conditions de haute pression et haute température (Novrianti *et al*., 2021).

I.2- MELANGES ARGILES-ELECTROLYTES-POLYMERES

I.2.1- Argiles

I.2.1.1- Définition des argiles

L'argile est définie par les géologues comme étant des matériaux avec des particules dont la dimension est faible (de l'ordre du µm) quelques soit sa nature minéralogique, ou comme étant un minéral de la famille des phyllosilicates (silicates en feuillets). Ils sont à l'origine de l'altération par l'eau des autres silicates, mis à part le quartz. Les minéraux argileux sont alors des phyllosilicates hydratés de petite taille (Berez, 2015).

I.2.1.2- Structure des argiles

Les cristallites d'argile sont formées par l'assemblage d'une ou de deux couches de tétraèdres siliceux SiO_4 et d'une couche d'octaèdre alumineux, ferrifères ou magnésiens dans un rapport 2 :1 ou 1 :1 (Figure I.3). Ainsi, les différents groupes de minéraux argileux sont distingués par l'arrangement de leurs couches tétraédriques et octaédriques. La structure des phyllosilicates est basée sur une charpente d'ions O^{2-} et OH^-. Ces anions occupent les sommets d'assemblages octaédriques (O^{2-} et OH^-) et tétraédriques (O^{2-}). Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires viennent se loger des cations de tailles variables (Si^{4+}, Al^{3+}, Fe^{3+}, Fe^{2+}, Mg^{2+}) en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent suivant un plan pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques dont le nombre détermine l'épaisseur du feuillet. L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace interfoliaire (Ombaka, 2016).

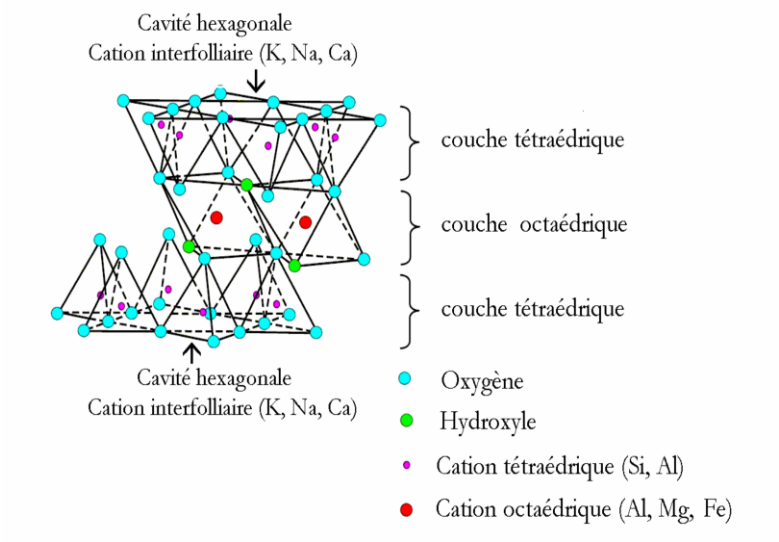


Figure I.3 : Feuillet d'argile de type T-O-T

I.2.1.3- Classification des argiles

Il existe différents critères de classification des argiles, basés sur : la charge des feuillets, le taux d'occupation des cavités octaédriques et tétraédriques, et le nombre de couches tétraédriques et octaédriques dans un feuillet. Ce dernier qui définit l'épaisseur du feuillet est plus utilisé. On distingue 4 grandes familles (Brigatti *et al.*, 2013) :

Les minéraux à 7Å de type 1 :1

Ils sont constitués de feuillets comprenant une couche tétraédrique, accolée à une couche octaédrique (T-O), son épaisseur est environ 7 Å, l'exemple le plus cité est la Kaolinite.

Les minéraux à 10Å de type 2 :1

Ils comportent trois couches : deux tétraédriques encadrant une couche octaédrique (T-O-T). Cette structure est variable en fonction du contenu de l'espace interfoliaire de 9 Å à 15 Å. Exemple : les Smectites.

Le groupe de minéraux à 14Å de type 2 :1 :1

Cette famille est constituée par un feuillet à quatre couches (T-O-T-O) constitué en plus des trois couches de la série de 2 :1, par une couche octaédrique supplémentaire ; les Chlorites par exemple appartiennent à cette famille.

Les minéraux interstratifiés

Ces argiles dites interstratifiées sont formées par l'empilement de feuillets de deux (ou plusieurs) types. L'interstratification est régulière si l'empilement des feuillets est régulier et

forme une période perpendiculairement au plan des feuillets. Elle est irrégulière, si les minéraux sont formés par l'empilement au hasard de feuillets de deux ou de plusieurs types. Dans ce dernier cas, il ne présente aucune périodicité le long de l'axe perpendiculaire au plan des feuillets

I.2.1.4- Caractérisation des argiles

Les minéraux argileux sont des matériaux complexes et variés. Il est impératif d'effectuer une identification de l'argile avant de lui attribuer une utilisation appropriée. La caractérisation des argiles nécessite l'utilisation de plusieurs techniques physico-chimiques, pour définir leur composition exacte. Les techniques les plus utilisées sont : Diffraction des rayons-X (sur poudre et sur lame orientée), l'analyse chimique, l'analyse thermique différentielle et thermogravimétrique, Spectroscopie infrarouge, mesure de CEC et de la surface spécifique (Valkov *et* Simha, 2012).

I.2.1.5- Bentonites

La bentonite est le nom industriel donné aux argiles brutes contenant en majorité des smectites. Ces bentonites sont très utilisées dans la préparation des boues de forage. En effet, cette utilisation s'explique par leur teneur importante en phase gonflante qui augmente la capacité de transport de boue de forage, en accroissant sa viscosité et par sa facilité à former un gel de réseau tridimensionnel à partir d'une certaine fraction volumique d'argile (Belmehdi *et* al., 2021). Les smectites qui composent en majorité les bentonites sont des minéraux argileux dont le feuillet est composé de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique : c'est la structure TOT. La couche octaédrique est comprise entre les deux couches tétraédriques avec des oxygènes et des hydroxyles en commun (Figure I.3). Le feuillet élémentaire possède une épaisseur d'environ 0.96 nm. Les argiles du groupe des smectites se divisent en deux sous-groupes, smectites dioctaédriques et smectites trioctaédriques suivant le taux d'occupation des cavités octaédriques. La charge des feuillets de smectite permet également de faire une classification en sous-groupes (Tableau I.1) puisqu'elle est liée aux substitutions tétraédriques et octaédriques dans les feuillets. Ce qui permet de distinguer les montmorillonites qui sont des smectites dioctaédriques à substitution entièrement octaédrique, des beidellites qui sont aussi des smectite dioctaédriques mais à substitution tétraédrique. Ces caractéristiques structurales confèrent aux particules d'argiles smectitiques des propriétés de base qui jouent des rôles importants dans leur comportement surtout lorsqu'elles sont en suspension dans l'eau (Benchabane, 2006) (figure I.4).

- Les feuillets de smectite sont des entités anisotropes avec une extension basale assez importante et sont relativement déformables. Ils peuvent présenter de fortes courbures avec des rayons de courbures de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres dans certains cas de rupture apparente de feuillets. Cette flexibilité non négligeable favorise des connections engendrant la formation d'un réseau continu poreux, à caractère élastique pour les suspensions moyennement concentrées (régime semi-dilué) (M'bodj, 2004).

- La localisation de la charge des feuillets joue un rôle important dans l'hydratation et le gonflement des argiles. Les smectites dont le déficit est dû à des substitutions d'origine octaédrique ont une charge à caractère diffus à la surface des feuillets et prennent davantage d'eau, dans des conditions hydriques similaires, par rapport aux smectites dont le déficit est dû à des substitutions tétraédriques, qui ont des charges des feuillets à caractère localisé. Cette distribution des charges peut aussi fortement influencer l'adsorption des molécules polaires à la surface des feuillets (M'bodj, 2004).

- Les smectites ont des surfaces spécifiques élevées, ce qui leur confère des propriétés d'adsorption importantes. Les smectites présentent une grande affinité pour l'eau et pour d'autres solvants polaires : ces argiles sont dites gonflantes (Benchabane, 2006), d'où leurs propriétés rhéologiques et de filtrations intéressantes.

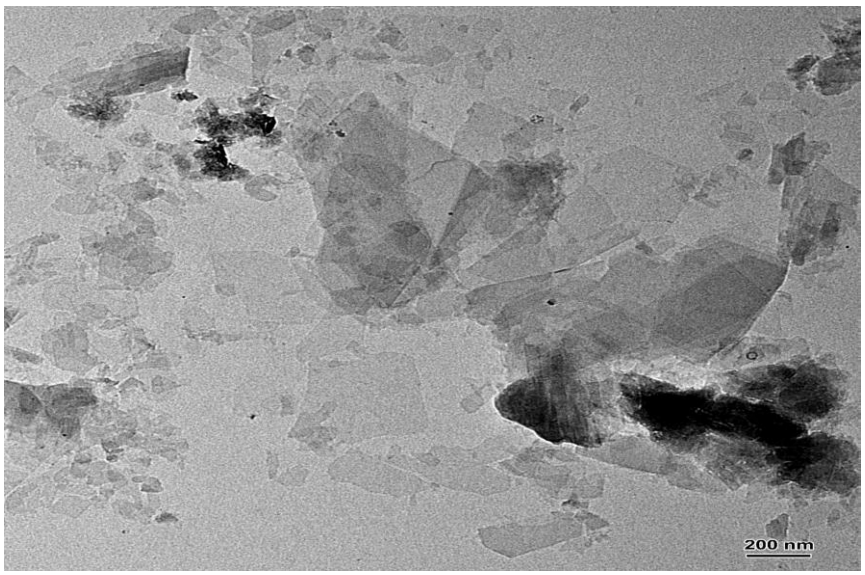


Figure I.4 : Microscopie des plaquettes d'argile (bentonite purifiée)

Tableau I.1 : Classification de la famille des smectites en fonction de la charge de la maille (M'bodj, 2004)

Charge par maille	**Dioctaédrique**	**Trioctaédrique**
0,4 à 1,2	**Smectites**	
	Montmorillonite $(Si_8)(Al_{4-y}\ Mg_y)O_{20}\ (OH)_4,\ M^+_y$ **Beidellite** $(Si_{8-x}Al_x)(Al_4)\ O_{20}(OH)_4,\ M^+_x$	**Hectorite** $(Si_8)(Al_{6-y}\ Li_y)O_{20}\ (OH)_4,\ M^+_y$ **Saponite** $(Si_{8-x}Al_x)(Mg_6)\ O_{20}(OH)_4,\ M^+_x$

I.2.1.6- Mélanges argile-eau

Nous allons nous intéresser dans cette section aux forces d'interaction entre les plaquettes d'argile, à la structure des suspensions et à leurs stabilités.

I.2.1.6.1- La Théorie DLVO

La théorie de DLVO a été élaborée indépendamment par Derjaguin et Landau en 1941, ainsi que par Verwey et Overbeek en 1947. Elle constitue le fondement de l'approche mathématique permettant d'élucider les diverses interactions parmi les particules colloïdales en suspension. Issue de la synergie entre les forces d'attraction de Van der Waals et les forces de répulsion électrostatique, cette théorie explique la coexistence de répulsions électrostatiques à longue portée et d'attractions à courte portée. Entre ces deux régimes, une barrière de potentiel fait office de démarcation. Lorsque cette barrière est suffisamment élevée, il est peu probable que deux particules se rapprochant parviennent à la surmonter, ce qui confère à la suspension une stabilité prolongée.

La substitution isomorphique dans les feuillets d'argile induit un déficit de charge compensée par les cations compensateurs de charge.

***Double couche diffuse* :** Lorsque l'argile est en suspension dans l'eau, l'hydratation des cations compensateurs de charge qui se trouvent sur la surface du feuillet cause un affaiblissement de l'interaction électrostatique qui les retient à l'argile. Ces cations ont tendance à diffuser dans le milieu et à former une double couche électrique. Ils forment ainsi

un nuage diffus, thermiquement agité mais entièrement retenu par une surface chargée négativement.

***Forces d'attraction de Van Der Waals* :** Sont des interactions attractives universelles, elles se produisent dans les systèmes dispersés. Trois types d'interactions de Vander Waals attractives entre les atomes ou les molécules existent. On distingue, les interactions dipôle – dipôle (Keeson), les interactions dipôle – dipôle induit (Debye) et les interactions de dispersion (London), les plus marquées.

Forces de répulsion (double couche) : Ces interactions se produisent lorsque deux particules entourées d'une double couche de même signe s'approchent l'une de l'autre d'une distance d pour laquelle les doubles couches commencent à interférer.

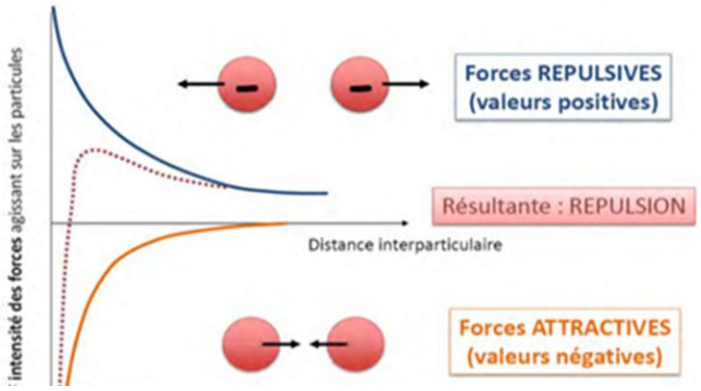


Figure I.5 : Illustration de la théorie de DLVO

I.2.1.6.2- Organisation et morphologie des suspensions d'argile

L'organisation et la morphologie des suspensions d'argile ont fait l'objet de plusieurs études (Van Olphen, 1976 ; Tessier, 1984 ; Ben Rahiem *et al.*, 1987 ; Van Damme, 1994 ; M'bodj *et al.*, 2004). Suivant la fraction volumique d'argile, différents états d'organisation sont possibles selon les travaux réalisés. Le pH, la force ionique et d'autres ajouts tels que des polymères constituent les principaux paramètres influençant la morphologie des suspensions. Plusieurs modèles sont ainsi proposés pour décrire l'organisation des suspensions argile-eau (figure I.6 a et b).

- **Suspensions diluées**

Une suspension d'argile même à très faible fraction volumique d'argile et à faible force ionique n'est que rarement formée de feuillets élémentaires indépendants. Le plus souvent, les feuillets s'agrègent en paquets formés de quelques feuillets parallèles séparés par une distance égale à quelques diamètres de molécules d'eau. Le nombre de feuillets par paquet dépend de la nature du cation compensateur (Van Damme, 1994).

- **Suspensions semi-diluées**

Le modèle du château de cartes, introduit par Van Olphen en 1976, représente la première approche théorique visant à caractériser l'organisation des suspensions semi-diluées. Dans ces suspensions, les particules d'argile commencent à interagir et à former un réseau connecté. Ce modèle repose sur l'hypothèse selon laquelle les bords des feuillets d'argile peuvent acquérir une charge positive dans des conditions de pH suffisamment acides (inférieures à leur point isoélectrique), permettant ainsi leur liaison avec les faces négativement chargées des autres particules. Cette interaction bord-face favorise la formation d'un réseau structuré, analogique à un château de cartes.

Cependant, des études ultérieures menées par Tessier en 1984, à l'aide de la microscopie électronique, et par Ben Rahiem et al. en 1987, grâce à la diffraction des rayons X aux petits angles, ont offert une perspective différente sur la structure des suspensions semi-diluées d'argile. Ces recherches ont révélé une structure alvéolaire composée de pores lenticulaires, dont les parois sont généralement constituées de plusieurs feuillets d'argile. La clé de cette architecture réside dans la flexibilité des feuillets d'argile et de leurs agglomérats, qui permet la formation de structures en pores lenticulaires sans nécessiter d'associations bord-face, comme souligné par Van Damme en 1994 (Van Damme, 1994).

- **Suspensions concentrées**

Pour les suspensions concentrées d'argile, l'extraction de quantités d'eau croissantes conduit à une destruction du système de pores. Ceux-ci deviennent de plus en plus anisotropes et l'orientation moyenne des feuillets tend à s'aligner, tandis qu'en même temps, l'épaisseur des particules diminue. Cela cause un enchevêtrement croissant et un glissement latéral de feuillets ou de paquets feuillets les uns sur les autres (Tessier, 1990). L'enchevêtrement se poursuit jusqu'au point où les mouvements se bloquent par les forces de frictions.

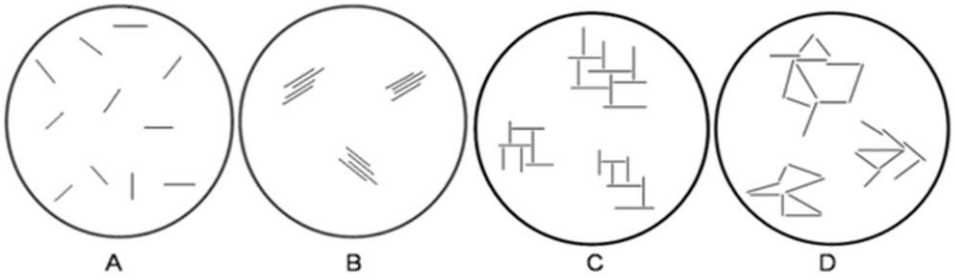


Figure I.6.a : Modes d'organisations des feuillets de montmorillonites en suspension selon la théorie de Van Olphen : A. dispersion, B. association face / face, C. association bord / face, D. association bord / bord.

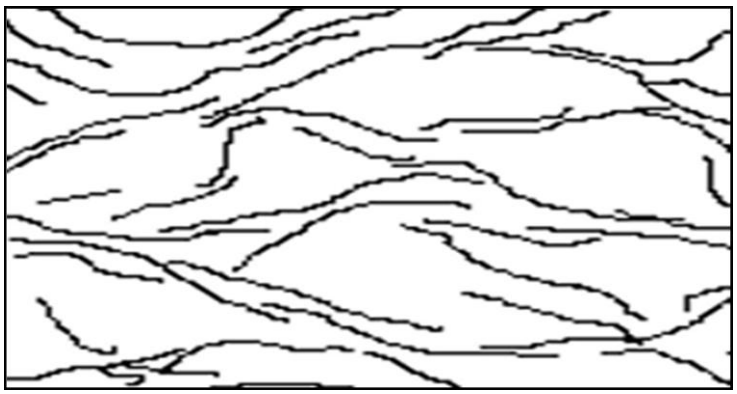


Figure I.6.b : Modèle de réseau lenticulaire (M'bodj *et al*., 2004)

I.2.1.6.3- Paramètres influençant la stabilité des suspensions d'argile

La stabilité des suspensions argile-eau dépend de plusieurs paramètres : la concentration en solide, pH, type d'argile, présence de polymères, nature et concentration en électrolyte, etc. La résultante entre les forces de répulsion électrostatiques liées au recouvrement des doubles couches et les forces de Vander Waals gouverne la stabilité des suspensions d'argile. Ces suspensions peuvent se déstabiliser par simple ajout de charges positives qui permettent la neutralisation de la charge négative à la surface des particules. En effet, l'ajout d'électrolyte conduit à une coagulation de la suspension qui résulte de la réduction des forces de la double couche électrique entre les particules. Pour des fortes concentrations en électrolytes, le rapprochement de particules entraine la formation de « flocs » d'où le phénomène de floculation Les particules d'argile qui se regroupent par paquets, s'agglomèrent au cours de la floculation. Une décantation s'opère quand la taille des flocs devienne grande du fait de leur poids. De ce fait, il est important de noter que la nature de l'électrolyte à un grand effet sur la stabilité des suspensions argile-eau (Wang *et al.*, 2017). D'après la théorie de Schulze-Hardy,

la stabilité d'une suspension colloïdale dépend essentiellement de la valence des cations en solution. Un ion trivalent à un pouvoir floculant supérieur qu'un ion divalent.

Concernant l'effet de la présence de polymère sur la stabilité des suspensions argile-eau ; Il est démontré que lorsqu'un polymère est en solution avec l'argile, des interactions sont induites donnant naissance à une adsorption de ce polymère par l'argile. Ainsi la couche de polymère adsorbée sur la surface des particules d'argile peut causer la stabilisation ou la floculation des suspensions argile-eau (Benchabane *et* Bekkour, 2006).

I.2.3- Polyélectrolytes

I.2.3.1- Définition

Un poly-électrolyte est un polymère ionique ayant un grand nombre de sites ioniques et possédant une continuité des régions d'interactions ioniques. La dissolution dans l'eau conduit à la dissociation du polymère causant ainsi l'apparition de charges sur son squelette et de contre ion en solution. La charge est dépendante des groupements chimiques présents et parfois du pH de la solution. Selon la nature de la charge portée par le polymère on trouve, des poly-cations (charges positives), des poly-anions (charges négatives) et des poly ampholytes (charges positives et négatives) (Dobrynin *et* Rubinstein, 2005).

I.2.3.2- Structure des polyélectrolytes

Dans une solution de poly électrolyte, il est important de connaitre la morphologie de ces chaines flexibles constituées par les macro-ions et comment ces chaines chargées vont se situées les unes par rapport aux autres (ordre). L'ordre et la conformation dépendent étroitement des propriétés électrostatiques et du comportement des ions dans la solution. Les phénomènes de transport comme les effets viscoélectriques dépendent beaucoup des propriétés structurelles (conformation et ordre) des solutions de poly-électrolytes (Sarraguç et al., 2003). Ce qui distingue les poly-électrolytes des polymères neutres, c'est d'abord qu'ils sont chargés et de plus ils peuvent interagir avec des composantes ioniques présentent dans la solution. Il existe deux limites où l'on s'attend à ce que les poly-électrolytes se comportent comme les polymères neutres ;

Le cas où le nombre de monomères chargés tend vers zéro c'est-à-dire où la densité de charge sur le polymère est très faible. Il est en effet possible de faire varier le nombre de groupes chargés soit en faisant varier le coefficient de dissociation des groupes ionisables, soit en jouant sur le pH de la solution, soit en supprimant les effets électriques par écrantage en ajoutant du sel qui se dissocie pour donner des ions.

Quand la charge est faible ou en présence de sel, les chaînes de polyélectrolytes se regroupent sur elles-mêmes (globules) qui en concentration suffisante peuvent se recouvrir comme dans les solutions semi diluées de polymères neutres. (Sarraguç *et al.*, 2003).

I.2.3.3- Adsorption des polyélectrolytes

L'adsorption de polymères sur des solides est un phénomène de surface où des molécules de longue chaine avec des groupements chargés, appelés polyélectrolytes, peuvent se lier à une surface chargée de polarité opposée. Ces polyélectrolytes ont une taille suffisamment importante, qui leur confère une grande surface de contact avec les solides. Cette caractéristique favorise leur rétention, et que les molécules retenues ne se désorbe pas facilement, comme les molécules de petite taille. Les couches de polyélectrolytes adsorbées forment donc un revêtement très durable. C'est l'une des raisons qui fait que les polyélectrolytes sont largement utilisés, dans l'industrie chimique comme agent floculant, pour la solubilisation, comme récupération d'huile,… (Dobrynin *et* Rubinstein, 2005).

I.2.3.3.1- Adsorption des polyélectrolytes par les argiles

Le contact de polyélectrolyte avec l'argile en solution crée des interactions qui conduisent à son adsorption. Cette d'adsorption dépend des dimensions et de la flexibilité du polymère qui est étroitement liée à sa longueur de persistance, qui dépend de la structure chimique de la molécule, des répulsions entre les groupements chargés sur la chaine, de la densité de charge du polymère et de la force ionique du milieu. L'adsorption des polyélectrolytes sur les argiles dépend de plusieurs paramètres tels que : la taille des particules, la nature des cations échangeables, la taille des agrégats formés durant le processus d'adsorption (Ahmad *et al.*, 2018a).

I.2.3.3.2- Influences de divers paramètres sur l'adsorption

L'absorption des polyélectrolytes est un phénomène complexe, qui dépend de nombreux paramètres, à savoir la charge de la surface de l'argile, la masse moléculaire du polymère, la concentration de solide, la surface accessible, la force ionique et le pH du milieu. En général, si la surface du solide et le polyélectrolyte sont de charge opposée, il y a adsorption de type électrostatique. En revanche, si les chaines et la surface sont de même charge, elles ont tendance à se repousser. Cette situation n'exclut pas la rétention des polymères par des interactions à courte distance type Van Der Waals. Dans le cas d'une surface non chargée, il y a peu d'attraction du polyélectrolyte sur la surface sauf s'il existe une affinité chimique entre les monomères et la surface d'argile (Ahmad *et al.*, 2018a).

En général, l'épaisseur de la couche de polymère adsorbé augmente avec la masse moléculaire du polymère (Hoeve, 1966). Au-delà d'une valeur d'environ $1x10^6$g/mol, l'adsorption devient indépendante de la masse moléculaire. L'effet de la masse moléculaire du polymère sur l'adsorption est très prononcé pour des solutions de force ionique élevée, mais apparaît peu influente dans le cas de faible force ionique (M'bodj, 2004 ; Ahmad *et al.*, 2018b). Globalement, la force ionique a une influence à trois niveaux :

- la conformation de la chaîne du polyélectrolyte

- la surface accessible de l'argile

- l'énergie d'interaction entre le polymère et la surface du minéral

L'ajout de sel atténue l'expansion des chaînes macromoléculaires en réduisant les répulsions électrostatiques entre les groupes chargés. À une salinité élevée, un polyanion se comporte comme un polymère neutre, présentant des propriétés d'adsorption similaires. Lors de l'extension des chaînes, les possibilités de formation de ponts interparticulaires dans une suspension spécifique s'accroissent dans des conditions où les répulsions entre les polymères et les particules restent modérées. Cela encourage, par conséquent, la floculation de la suspension.

Lorsque les polymères et les surfaces des particules ont des charges de même signe, par exemple des charges négatives, l'augmentation de la force ionique fait généralement croitre la quantité de polymère adsorbé. Dans le cas où le polymère et la surface des particules sont de charges opposées, l'effet est inverse. Ces résultats s'expliquent par l'écrantage des interactions électrostatiques (répulsives) lorsque la concentration en électrolyte augmente. Cet effet s'atténue pour des concentrations en électrolyte >0,5mol/L (Li, 1996). Toutefois, dans le même temps, lorsque la force ionique augmente, la surface du minéral accessible au polymère peut diminuer (cas des montmorillonites) et la valeur d'adsorption atteint rapidement une valeur plateau.

Le rapport solide/liquide est un paramètre important lors des mesures d'adsorption de polymères sur des argiles. En effet, si une chaîne de polymère peut se fixer sur deux ou plusieurs particules d'argiles, on observe une floculation des particules par pontage interparticulaire et une diminution de la surface accessible aux autres macromolécules au cours de l'adsorption.

Dans le cas des suspensions de montmorillonite, la surface accessible au polymère dépend de la nature des cations compensateurs de charges, qui déterminent l'état de gonflement de l'argile et donc la distance interfoliaire. Plus le cation est hydraté, plus le polymère peut avoir accès à une grande partie de la surface de l'argile. Toutefois, à force ionique élevée, quelle que soit la nature du cation, l'énergie d'interaction entre les feuillets est trop forte pour que le polymère puisse pénétrer dans les tactoïdes : il ne s'adsorbe que sur les surfaces externes. Si la concentration en sel augmente, l'adsorption des polymères diminue du fait d'une diminution de la surface d'argile accessible liée à l'agrégation des particules entre elles.

I.2.4- Biopolymères

L'utilisation de biopolymères dans les fluides de forage représente une évolution notable vers des solutions plus écologiques et durables dans l'industrie pétrolière et gazière. Les biopolymères, à la différence des polymères synthétiques traditionnels, sont dérivés de sources naturelles et sont souvent biodégradables, réduisant ainsi l'impact environnemental associé aux opérations de forage. Voici quelques points clés concernant l'interaction entre les biopolymères et les fluides de forage :

Avantages des Biopolymères dans les Fluides de Forage

Écologiques : Les biopolymères étant principalement issus de ressources renouvelables, leur utilisation diminue la dépendance aux produits chimiques à base de pétrole et réduit l'empreinte carbone des activités de forage.

Biodégradables : Leur nature biodégradable contribue à minimiser les problèmes de contamination et de gestion des déchets après le forage, facilitant la restauration des sites de forage.

Performance : Certains biopolymères offrent des propriétés rhéologiques et de filtration exceptionnelles, améliorant la stabilité du fluide de forage, la capacité de transport des déblais et la protection de la formation.

Compatibilité : Les biopolymères sont souvent moins réactifs avec les minéraux argileux des formations rocheuses, réduisant le risque de gonflement de l'argile et de dégradation de la formation.

Applications des Biopolymères

Xanthane et Guar : Utilisés comme agents viscosifiants pour augmenter la viscosité du fluide de forage et améliorer le transport des déblais à la surface.

Cellulose Polyanionique (PAC) et Carboxyméthylcellulose (CMC) : Servent à contrôler la perte de fluides en formant un film mince et résistant sur les parois du puits.

Chitosane : Utilisé pour ses propriétés floculantes et sa capacité à améliorer la clarification du fluide de forage.

Défis

Coût : Le coût des biopolymères peut être supérieur à celui des polymères synthétiques, bien que cet écart tende à diminuer avec les avancées technologiques et l'augmentation de la production.

Stabilité : La stabilité thermique et chimique des biopolymères sous des conditions de forage extrêmes (haute température, haute pression) peut nécessiter des modifications chimiques ou l'ajout de stabilisateurs.

En conclusion, l'intégration des biopolymères dans les fluides de forage offre une voie prometteuse vers des opérations de forage plus respectueuses de l'environnement. Malgré certains défis liés au coût et à la stabilité, les avantages en termes de réduction de l'impact environnemental et d'amélioration des performances opérationnelles encouragent une adoption croissante de ces matériaux dans l'industrie.

I.2.4.1- Gomme arabique

La gomme arabique également appelée gomme d'acacia est un exsudat collant des tiges et des branches des acacias (figure I.7). Elle est récoltée principalement en Afrique saharienne. Les acacias appartiennent à la famille botanique des Leguminosae, une espèce prédominante du groupe des Mimosaceae. Il existe plus de deux cents espèces d'acacia, mais seules quelques-unes d'entre elles produisent de la gomme arabique selon la définition de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO). La gomme arabique se trouve dans le commerce sous forme de poudre ou de cristaux ronds et de couleur jaune. Il contient des impuretés telles que du sable, des morceaux d'écorce, des feuilles d'arbre et des insectes. La présence de ces impuretés naturellement réduit la qualité de la gomme et affecte sa viscosité lorsqu'elle est utilisée comme additif. L'élimination de ces impuretés est donc nécessaire pour maintenir une bonne qualité de la gomme. La méthode la plus utilisée pour l'élimination des impuretés est la filtration sous vide (Sabiu *et al.*, 2015; Sharma *et al.*, 2020). La gomme

arabique est très soluble dans l'eau et insoluble dans la plupart des solvants organiques. Il peut se dissoudre dans l'eau à une concentration de 50%,(en masse formant une solution fluide aux propriétés acides (pH = 4,5). Elle est utilisée depuis très longtemps dans de nombreux domaines (Randall *et al.*, 1988; Patel *et* Goyal, 2015; Sanchez *et al.*, 2018), plus particulièrement dans le domaine alimentaire en tant qu'émulsifiant.



Figure I.7 : Photos des exsudats de gomme arabique
issus des arbres d'acacia (Atgie, 2018)

I.2.4.1.1- Composition Structurale de la gomme arabique

La gomme arabique est un polyélectrolyte acide qui se présente sous la forme de mélanges de sels de potassium, de magnésium et de calcium. Les éléments monomères de l'acide libre sont le D-galactose, le L-arabinose, le L-rhamnose et l'acide D-glucuronique. La gomme arabique est composée approximativement de 39 à 42% d'unités galactose, 24 à 27% d'unités d'arabinose, 12 à 16% d'unités de rhamnose, 15 et 16 unités d'acide glucuronique, 1.5 à 2.5% de protéines et enfin 12 à 16% d'humidité. Ces pourcentages varient suivant l'âge de l'arbre acacia et la localisation, particulièrement le climat (Atgie *et al.*, 2019).

L'organisation structurale de la gomme arabique a fait l'objet de plusieurs études (Vandevelde *et* Fenyo 1985 ; Randall *et al.*, 1988 ; Williams *et al.*, 1990). La composition hétérogène des composantes de la gomme arabique a été mise en évidence particulièrement par les techniques chromatographiques (Renard *et al.*, 2014 ; Atgie, 2018 ; Sanchez *et al.*, 2018). Grace à la technique de chromatographie d'exclusion stérique, il a été démontré que la gomme arabique a un poids moléculaire continu allant de 5 kg/mol à 1000 kg/mol avec une

masse molaire moyenne de 500 kg/mol (Atgie, 2018). La gomme arabique est décrite comme un mélange de trois fractions, grâce à la chromatographie d'interaction hydrophobe. L'analyse de ces fractions a montré que chacune contenait des proportions similaires de différents sucres. Elles se distinguent essentiellement par leurs masses moléculaires et leurs teneurs en protéines. On distingue ainsi une fraction polysaccharidique riche en arabinogalactane constituant l'essentiel de la gomme (AG) (88,3 %) avec un poids moléculaire moyen de 2,86 × 10^5 g/mol et une faible teneur en protéines (1,1 % en poids). La gomme arabique contient également une fraction arabinogalactane-protéine (AGP) (10,4 %) avec un poids moléculaire de 1,86 × 10^6 g/mol et contenait une plus grande proportion de protéines (9 % en poids). La troisième fraction est composée de glycoprotéines (GP) (1,3 %) avec un poids moléculaire de 2,95 × 10^5 g/mol et la teneur en protéines la plus élevée (24,6 % en poids) (Renard *et al.*, 2014).

L'étude de la structure des groupes conjugués de la gomme arabique propose plusieurs modèles. Le premier modèle décrit la gomme arabique sous la forme d'une fleur d'acacia avec une chaîne polypeptidique portant environ cinq branches de fragments glucidiques. La gomme arabique est décrite par certains, comme une corde poilue torsadée, tandis que d'autres proposent une représentation symétrique des conjugués de gomme basée sur une séquence polypeptidique palindromique. Enfin, un groupe de chercheurs propose une représentation légèrement différente, la principale différence provient des poids moléculaires des unités arabinogalactanes mais en accord avec le modèle proposé précédemment (Atgie *et al.*, 2019).

La présence simultanée de résidus de sucres hydrophiles et d'acides aminés hydrophobes dans l'arabinogalactane-protéine contribue à l'amphiphilie de la gomme qui favorise son adsorption aux interfaces air/eau ou huile/eau. Par ailleurs, la grande flexibilité de la structure d'AGP (figure I.8) permet aux molécules d'être facilement déformées aux interfaces (Sanchez *et al.*, 2002).



Figure I.8 : Structure hypothétique de l'arabinogalactane-protéine (AGP) issue de la gomme arabique (Bagamla et al., 2024)

I.2.4.1.2- Propriétés rhéologiques de la gomme arabique

Les propriétés rhéologiques de la gomme arabique et plus particulièrement la viscosité des suspensions aqueuses de gomme arabique sont largement étudiées (Sanchez *et al.*, 2002 ; Gomez-Diaz *et al.*, 2008 ; Li *et al.*, 2009 ; Sabiu *et al.*, 2015 ; Hosseini *et al.*, 2017 ; Sanchez *et al.*, 2018). La macromolécule de gomme arabique est un polyélectrolyte, on s'attend à ce que le pH, la force ionique et le type d'ions aient une grande influence sur sa viscosité. En effet, a pH acide, une faible viscosité est observée et cela s'expliquer par le fait de la neutralisation des groupements carboxyle aux faibles pH, diminuant les répulsions électrostatiques. Cela conduit à une diminution du volume hydrodynamique des polysaccharides porteurs de carboxyle et donc de la viscosité de la solution de polysaccharide. L'augmentation de la concentration en NaCl conduit également une diminution de la viscosité, pour les mêmes raisons, suite à l'effet écran des ions Na^+. Pour une solution sans sel, une diminution de la viscosité est également observée à des pH supérieurs à 8-10 et pourrait s'expliquer par un fort affaiblissement des liaisons hydrogène, entraînant des interactions moins efficaces avec l'eau ou, alternativement, des changements de conformations, entraînant une réduction des répulsions électrostatiques induites par les groupes chargés (Sanchez *et al.*, 2018). Les répulsions électrostatiques dues aux charges sur la macromolécule favorisent une conformation en chaîne étirée du fait des effets électrostatiques à longue portée. Ce comportement se traduit par une viscosité plus élevée. L'ajout d'un électrolyte simple diminue ces répulsions électrostatiques intermoléculaires et permet aux molécules de se regrouper diminuant ainsi leur volume effectif et la viscosité (Sanchez *et al.*, 2018). La viscosité de la solution de gomme arabique est faible par rapport à d'autres polysaccharides de masse

moléculaire similaire et le comportement d'écoulement est considéré comme newtonien jusqu'à 20-30% de concentration de gomme ou plus (Sanchez *et al.*, 2002). Récemment, il a été démontré que la solution de gomme arabique présente un comportement d'écoulement newtonien à des taux de cisaillement supérieurs à 50-100 s^{-1}, mais un comportement d'écoulement fluidifiant à des taux de cisaillement compris entre 1 et 50 s^{-1}, même à une concentration de gomme aussi faible que 1-4% (Sanchez *et al.*, 2018). La gomme arabique contient deux acides uroniques qui sont responsables du caractère polyanionique de la gomme (Sanchez et al., 2002) et une grande quantité de groupements OH^- qui peuvent interagir chimiquement avec d'autres matériaux comme les argiles (Saleh *et al.*, 2021). Cependant, les propriétés rhéologiques des mélanges de gomme arabique et argile restent peu développées (Salam *et al.*, 2010 ; Saleh *et al.*, 2021).

I.2.4.2- Xanthane

Le xanthane est un bio-polymère défini comme étant un polysaccharide synthétisé à partir d'un processus de fermentation d'une culture pure du microorganisme *Xanthomonas campestris*. Il est commercialisé essentiellement sous forme d'une poudre de couleur blanche. Malgre son coût relativement élevé, la gomme de xanthane trouve des applications industrielles nombreuses et variées, grâce à ses propriétés rhéologiques exceptionnelles. On l'utilise dans l'industrie pétrolière, en cosmétique, dans la formulation des peintures, dans l'industrie alimentaire, etc. (Akpan *et al.*, 2020).

La molécule du xanthane est constituée d'une chaîne principale de cellulose qui porte un branchement latéral tous les 2 glucoses (figure I.9). Deux groupements carboxyliques confèrent à la gomme de xanthane un caractère anionique. La présence des charges négatives sur la chaîne de xanthane facilite l'interaction soluté-eau, d'où l'hydrosolubilité de la gomme dès 10 °C. Par contre, il est insoluble dans les solvants organiques (Benyounes *et al.*, 2010).

Le xanthane nature a une structure en double hélice qui lui confère une rigidité importante dans un grand domaine de salinité et de température. Les dimensions moyennes de la molécule de xanthane sous sa forme ordonnée sont 0.8µm à 1.2µm pour la longueur et 2nm de diamètre, la longueur de persistance est de 50 à 120nm. Des études faites sur le xanthane (Muller *et al.*, 1986) montrent que selon les conditions de salinité et de température, la structure de la molécule de xanthane évolue de la manière suivante :

Le xanthane à l'état natif se présente sous forme d'une hélice, stabilisée par des liaisons hydrogènes intramoléculaires.

A forte température (95°C, pendant 9h) ou dans des conditions de très faible salinité (10^{-5} M) cette double hélice se dissocie en simples chaînes (figure I.10) sous l'effet des répulsions électrostatiques entre les groupements chargés (faibles forces ioniques) ou du fait de la rupture à haute température des liaisons hydrogène intramoléculaire.

En présence de sel, la molécule de xanthane se présente en solution sous forme ordonnée (Mohammed *et al.*, 2007). Dans cette conformation ordonnée, les chaînes latérales trisaccharides sont repliées le long de chaîne principale avec laquelle elles sont en interaction par liaisons hydrogènes. En condition de faible salinité entre 10^{-3} à 10^{-4}M de NaCl , sous l'effet des répulsions électrostatiques entre les groupements chargés, les chaînes latérales ne sont plus fixées le long de la chaîne et la molécule de xanthane adopte une conformation désordonnée (figure I.10). Une évolution de température provoque une transition ordre/désordre par rupture des liaisons hydrogènes entre la chaîne principale et les chaînes trisaccharides (Laneuville *et al.*, 2013).

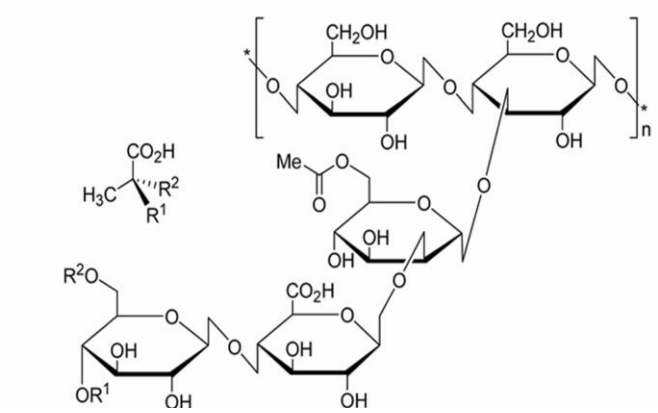


Figure I.9 : Structure primaire des molécules de xanthane (Akpan *et al.*, 2020)

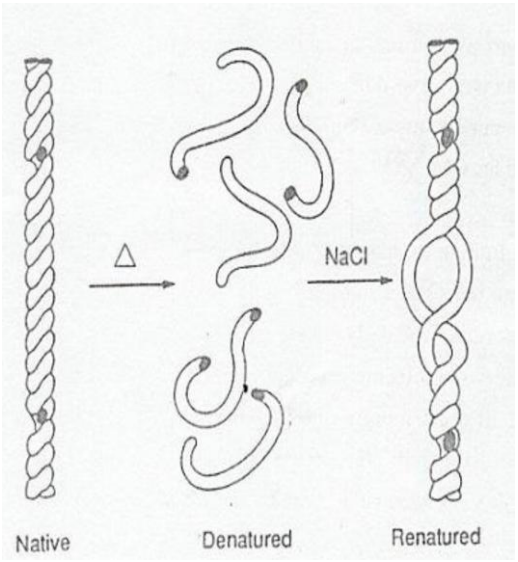


Figure I.10 : Modèle de la configuration du xanthane en fonction de la salinité (M'bodj, 2004)

I.2.3.5.1- Propriétés rhéologiques du xanthane

Les propriétés rhéologiques des suspensions de xanthane sont très étudiées (M'bodj *et al.*, 2004, Mohamed *et al.*, 2007, Benyouness *et al.*, 2010, Laneuville *et al.*, 2013, Akpan *et al.*, 2020). Le biopolymère xanthane présente une bonne solubilité dans l'eau froide et chaude. Les groupes hydroxyles présentent sur la chaine de la molécule de xanthane ont la possibilité de former des liaisons hydrogènes avec l'eau (Nsengiyumva *et* alexandridis, 2022). La viscosité de xanthane est influencée par sa concentration, la température, le pH et la concentration d'électrolyte (Chaturvedi *et al*., 2021). En raison de son poids moléculaire élevé et des interactions de liaison d'hydrogène, une solution aqueuse de xanthane présente une viscosité élevée même à faible concentration (1% g/g) (Patel *et al*., 2020). L'ajout d'une petite quantité de sel dans une solution de xanthane de faible concentration diminue la viscosité Cela est dû à la réduction des forces électrostatiques qui assurent l'augmentation de la viscosité (Chaturvedi *et al*., 2021). L'ajout de sel dans une solution de xanthane de forte concentration entraine une plus grande interaction entre les molécules de xanthane et de sel, ce qui se traduit par une viscosité plus élevée (Chaturvedi *et al*., 2021).

Plusieurs études ont été menées sur les suspensions de xanthane en présence d'argile (M'bodj *et al*., 2004 ; Benyounes *et* al., 2010 ; Benmounah *et al.*, 2017 ; Hussein *et al.*, 2020 ; Akpan *et al.*, 2020).

M'bodj *et al*., 2004, ont étudiés l'effet du xanthane sur le seuil d'écoulement et le module élastique d'une suspension d'argile interstratifiée illite-smectite seule et en présence de NaCl. Les résultats de leur étude ont montré que le seuil d'écoulement et le module élastique de la suspension d'argile illite-smectite augmente en fonction de l'augmentation de la concentration de xanthane. Ils ont également montré que le seuil d'écoulement et le module élastique de la suspension d'argile illite-smectite en présence d'une faible concentration de NaCl augmentent avec l'augmentation de la concentration de xanthane mais diminuent quand la concentration de NaCl est élevée.

Benyounes *et* al., 2010, ont investigués l'effet de xnathane sur les propriétés rhéologiques des suspensions de bentonite-eau. Leurs résultats de recherche ont révélé que la viscosité et le seuil d'écoulement de la suspension de bentonite augmentent avec l'augmentation de la concentration de xanthane. D'autre part, Benmounah *et al.,* 2017, ont confirmé que la présence de xanthane dans la suspension de bentonite induit une augmentation du seuil d'écoulement et de la viscosité.

Hussein *et al.*, 2020, ont fait une étude comparative entre l'effet du xanthane et une gomme locale Katira sur les propriétés rhéologiques d'une suspension de bentonite. Les résultats ont montré que le xanthane présente une meilleure performance en améliorant toutes les propriétés rhéologiques étudiées de la bentonite (viscosité et seuil d'écoulement).

Akpan *et al.,* 2020, ont analysés l'effet du xanthane seul et du xanthane combiné avec une gomme de diutane sur les propriétés rhéologiques (viscosité et seuil d'écoulement) d'une boue de bentonite. Les résultats trouvés ont montré que la viscosité et le seuil d'écoulement du xanthane combiné avec la gomme de diutane sont plus importants que ceux du xanthane seul.

I-3. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abu-Jdayil, B., 2011. Rheology of sodium and calcium bentonite–water dispersions: Effect of electrolytes and aging time. International Journal of Mineral Processing 98, 208–213. https://doi.org/10.1016/j.minpro.2011.01.001

Ahmad, H.M., Kamal, M.S., Al-Harthi, M.A., 2018a. Rheological and filtration properties of clay-polymer systems: Impact of polymer structure. Applied Clay Science 160, 226–237. https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.01.016

Ahmad, H.M., Kamal, M.S., Al-Harthi, M.A., 2018b. Effect of thermal aging and electrolyte on bentonite dispersions: Rheology and morphological properties. Journal of Molecular Liquids 269, 278–286. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.08.058

Atgié, M., 2018. Composition and structure of gum Arabic in solution and at oil-water interfaces. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.

Akpan, E.U., Enyi, G.C., Nasr, G.G., 2020. Enhancing the performance of xanthan gum in water-based mud systems using an environmentally friendly biopolymer. J Petrol Explor Prod Technol 10, 1933–1948. https://doi.org/10.1007/s13202-020-00837-0

Atgié, M., Garrigues, J.C., Chennevière, A., Masbernat, O., Roger, K., 2019. Gum Arabic in solution: Composition and multi-scale structures. Food Hydrocolloids 91, 319–330. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2019.01.033

Barodi, A.I., 2020. Improvement of the Rheological and Filtration Properties of Drilling Mud Using the Syrian Clay. jcoeng 26, 211–230. https://doi.org/10.31026/j.eng.2020.05.14

Belmehdi, I.B., Mellak, A., Hammadi, L., 2021. Effects of poly-sal polymer and barite addition on rheological properties of algerian bentonite. Journal of Silicate Based and Composite Materials 73, https://doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2021.1

Benchabane, A., 2006. Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles-polymères : Effets de l'ajout de polymères; Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur.

Benchabane, A., Bekkour, K., 2006. Effects of anionic additives on the rheological behavior of aqueous calcium montmorillonite suspensions. Rheol Acta 45, 425–434. https://doi.org/10.1007/s00397-005-0063-1

Ben Rhaiem H., Pons C.H., Tessier D., in: L.A. Schultz, Van Olphen H, Mumpton F.A. (Eds.), 1987. Proceeding of the International Clay Conference, Denver, The Clay

Minerals Society, 292–297.

Benmounah, A., Khaled, K., Benyounes, Chelah, K., Djemiat, E., Djamal, 2017. Effect of xanthan gum and sodium carboxymetylcellulose on the rheological properties and zeta potential of bentonite suspensions, in: Mécanique, A.F. de (Ed.), CFM 2017 - 23ème Congrès Français de Mécanique, Congrès Français de Mécanique. AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc - 92400 Courbevoie, Lille, France.

Benyounes, K., Mellak, A., Benchabane, A., 2010. The Effect of Carboxymethylcellulose and Xanthan on the Rheology of Bentonite Suspensions. Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects 32, 1634–1643. https://doi.org/10.1080/15567030902842244

Berez, A. 2015. Dépollution par l'argile naturelle d'effluentes teintureries –Etude expérimentale et modélisation du processus d'adsorption/désorption en réacteur fermé en colonne de percolation ; Thèse de Doctorat, Université de Strasbourg.

Brigatti, M.F., Galán, E., Theng, B.K.G., 2013. Structure and Mineralogy of Clay Minerals, in: Developments in Clay Science. Elsevier, pp. 21–81. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098258-8.00002-X

Chaturvedi , S., Kulshrestha, S., Bhardwaj, K., et Jangir, R., 2021. A Review on Properties and Applications of Xanthan Gum. Microbial Polymers. 87-107, https://doi.org/10.1007/978-981-16-0045-6_4

Darley, H.C.H. et Gray, G.R. 1988. Composition and properties of drilling and completion fluids. 5th Ed., Gulf Professional Publishing, Houston, TX, 630p.

Delikesheva, D.N., Syzdykov, A.Kh., Ismailova, J.A., Kabdushev, A.A., Bukayeva, G.A., 2020. Measurement of the Plastic Viscosity and Yield Point of Drilling Fluids. International Journal of Engineering Research and Technology 13, 58. https://doi.org/10.37624/IJERT/13.1.2020.58-65

Derjaguin B.V., Landau L.D., 1941. Acta Physicochim. USSR, 14: 633.

Dobrynin, A., Rubinstein, M., 2005. Theory of polyelectrolytes in solutions and at surfaces. Progress in Polymer Science 30, 1049–1118. https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2005.07.006

Gamal, H., Elkatatny, S., Basfar, S., Al-Majed, A., 2019. Effect of pH on Rheological and Filtration Properties of Water-Based Drilling Fluid Based on Bentonite.

Sustainability 11, 6714. https://doi.org/10.3390/su11236714

Gómez-Díaz, D., Navaza, J.M., Quintáns-Riveiro, L.C., 2008. Intrinsic Viscosity and Flow Behaviour of Arabic Gum Aqueous Solutions. International Journal of Food Properties 11, 773–780. https://doi.org/10.1080/10942910701596918

Hoeve, C.A.J., 1966. Adsorption Isotherms for Polymer Chains Adsorbed from Θ Solvents. The Journal of Chemical Physics 44, 1505–1509. https://doi.org/10.1063/1.1726885

Hosseini, E., Mozafari, H.R., Hojjatoleslamy, M., Rousta, E., 2017. Influence of temperature, pH and salts on rheological properties of bitter almond gum. Food Sci. Technol 37, 437–443. https://doi.org/10.1590/1678-457X.18116

Hussein, B.Q.S., Sharbazheri, K.M.I., Ubaid, N.A.T., 2020. Comparison between the Effect of Local Katira Gum and Xanthan Gum on the Rheological Properties of Water-based Drilling Fluids. UHD Journal of Science and Technology 4, 18–27. https://doi.org/10.21928/uhdjst.v4n2y2020.pp18-27

Jo, H.J., Hong, S.H., Lee, B.M., Kim, Y.J., Hwang, W.R., Kim, S.Y., 2023. High energy dissipation-based process to improve the rheological properties of bentonite drilling muds by reducing the particle size. Ultrasonics Sonochemistry 92, 106246. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2022.106246

Kanygina, O.N., Tsvetkova, E.V., 2020. Microstructural and Rheological Characteristics of a Water-Clay Suspension Containing Montmorillonite Clay Particles. Glass Ceram 76, 354–356. https://doi.org/10.1007/s10717-020-00199-3

Kelessidis, V.C., Tsamantaki, C., Pasadakis, N., Repouskou, E., Hamilaki, E., 2007. Permeability, porosity and surface characteristics of filter cakes from water–bentonite suspensions, in: Computational Methods in Multiphase Flow IV. Presented at the MULTIPHASE FLOW 2007, WIT Press, Bologna, Italy, pp. 173–182. https://doi.org/10.2495/MPF070171

Khodja, M., 2008. Etude des performances et Considérations environnementale ; Thèse de

Doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg, 288p.

Khodja, Mohamed, Canselier, J.P., Bergaya, F., Fourar, K., Khodja, Malika, Cohaut, N., Benmounah, A., 2010. Shale problems and water-based drilling fluid optimisation in the Hassi Messaoud Algerian oil field. Applied Clay Science 49, 383–393. https://doi.org/10.1016/j.clay.2010.06.008

Kuma, M., Das, B.M., Talukdar, P., 2020. The effect of salts and haematite on carboxymethyl cellulose–bentonite and partially hydrolyzed polyacrylamide–bentonite muds for an effective drilling in shale formations. J Petrol Explor Prod Technol 10, 395–405. https://doi.org/10.1007/s13202-019-0722-x

Lagaly, G., Ziesmer, S., 2003. Colloid chemistry of clay minerals: the coagulation of montmorillonite dispersions. Advances in Colloid and Interface Science 100–102, 105–128. https://doi.org/10.1016/S0001-8686(02)00064-7

Laneuville, S.I., Turgeon, S.L., Paquin, P., 2013. Changes in the physical properties of xanthan gum induced by a dynamic high-pressure treatment. Carbohydrate Polymers 92, 2327–2336. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.11.077

Li Y., 1996 ; Filtrations Statiques et dynamiques de différents systèmes Argile, Electrolytes, Polymères. Thèse de l'université d'Orléans.

Li, X., Fang, Y., Al-Assaf, S., Phillips, G.O., Nishinari, K., Zhang, H., 2009. Rheological study of gum arabic solutions: Interpretation based on molecular self-association. Food Hydrocolloids 23, 2394–2402. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.06.018

Lin, Y., Qin, H., Guo, J., Chen, J., 2021. Rheology of bentonite dispersions: Role of ionic strength and solid content. Applied Clay Science 214, 106275. https://doi.org/10.1016/j.clay.2021.106275

Mbodj, O., 2004. Caractérisation physico-chimique et étude des propriétés rhéologiques et de filtration de l'argile de Jebel Shemsi : application aux fluides de forage, Thèse de Doctorat, Université 7 novembre à Carthage, Faculté des Sciences de Bizerte, 16p.

M'bodj, O., Kbir Ariguib, A.N., Trabelsi Ayadi, A.M., and Magnin, A., 2004. Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay–water–electrolyte–xanthan. Journal of Colloid and Interface Science 273, 675–684. URL https://www-sciencedirect com.sid2nomade-1.grenet.fr/science/article/pii/S0021979704001729 (accessed 7.25.21).

Mohammed, Z.H., Haque, A., Richardson, R.K., Morris, E.R., 2007. Promotion and inhibition of xanthan 'weak-gel' rheology by calcium ions. Carbohydrate Polymers 70, 38–45. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.02.026

Muller, G., Aurhourrache, M., Lecourtier, J., Chauveteau, G., 1986. Salt dependence of the conformation of a single-stranded xanthan. International Journal of Biological

Macromolecules 8, 167–172. https://doi.org/10.1016/0141-8130(86)90021-8

Novrianti, khalid, I., Yuliastini, Novriansyah, A., 2021. Experimental analysis of cassava starch as a fluid loss control agent on drilling mud. Materials Today: Proceedings 39, 1094–1098. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.189

Nsengiyumva, E.M., Alexandridis, P., 2022. Xanthan gum in aqueous solutions: Fundamentals and applications. International Journal of Biological Macromolecules 216, 583–604. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.06.189

Ombaka, O., 2016. Characterization and classification of clay minerals for potential applications in Rugi Ward, Kenya. African Journal of Environmental Science and Technology 10, 415–431. https://doi.org/10.4314/ajest.v10i11

Patel, S., Goyal, A., 2015. Applications of Natural Polymer Gum Arabic: A Review. International Journal of Food Properties 18, 986–998. https://doi.org/10.1080/10942912.2013.809541

Randall, R.C., Phillips, G.O., Williams, P.A., 1988. The role of the proteinaceous component on the emulsifying properties of gum arabic. Food Hydrocolloids 2, 131–140. https://doi.org/10.1016/S0268-005X(88)80011-0

Renard, D., Lepvrier, E., Garnier, C., Roblin, P., Nigen, M., Sanchez, C., 2014. Structure of glycoproteins from Acacia gum: An assembly of ring-like glycoproteins modules. Carbohydrate Polymers 99, 736–747. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.090

Rezine, F., Hammadi, L., Bouchekara, M., 2021. Rheological characterization of the systems clay-polymer-electrolyte. Application to water based drilling fluids. JNTM 11, 29–34.

Sabiu, B., I.A., M.-D., B.B.M., D., O.R., M., S., A., 2015. Refining and Characterisation of Gum Arabic Using Vacuum Filtration Method for Applicationin Oil and Gas Drilling Fluid Formulation. ngJournal of Experimental Research, An Official Publication of Enugu State University of Science and TechnologyISSN: 2315 - 9650.

Salam, K.K., Adeleye, O.J., Arinkoola, A.O., 2010. Evaluation of rheological properties of beneficiated locally sourced mud using factorial design. International Journal of Oil, Gas and Coal Technology 3, 144–159 https://doi.org/10.1504/IJOGCT.2010.033561

Saleh, T.A., Sarı, A., Tuzen, M., 2021. Development and characterization of bentonite-gum

arabic composite as novel highly-efficient adsorbent to remove thorium ions from aqueous media. Cellulose 28, 10321–10333. https://doi.org/10.1007/s10570-021-04158-1

Sanchez, C., Nigen, M., Mejia Tamayo, V., Doco, T., Williams, P., Amine, C., Renard, D., 2018. Acacia gum: History of the future. Food Hydrocolloids 78, 140–160. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.008

Sanchez, C., Renard, D., Robert, P., Schmitt, C., Lefebvre, J., 2002. Structure and rheological properties of acacia gum dispersions. Food Hydrocolloids 16, 257–267. https://doi.org/10.1016/S0268-005X(01)00096-0

Scheid, C.M., de Carvalho, R.V., de Oliveira, B.R., de Oliveira Borges, R.F., Calçada, L.A., 2019. Evaluation of the dissolution kinetics of NaCl particles in aqueous drilling fluids viscosified with bentonite. Journal of Petroleum Science and Engineering 174, 563–571. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.11.017

Sarraguça, J.M.G., Skepö, M., Pais, A.A.C.C., Linse, P., 2003. Structure of polyelectrolytes in 3:1 salt solutions. The Journal of Chemical Physics 119, 12621–12628. https://doi.org/10.1063/1.1625367

Sharma, A., Bhushette, P.R., Annapure, U.S., 2020. Purification and physicochemical characterization of Prunus domestica exudate gum polysaccharide. Carbohydrate Polymer Technologies and Applications 1, 100003. https://doi.org/10.1016/j.carpta.2020.100003

Temraz, M.G., Hassanien, I., 2016. Mineralogy and rheological properties of some Egyptian bentonite for drilling fluids. Journal of Natural Gas Science and Engineering 31, 791–799. https://doi.org/10.1016/j.jngse.2016.03.072

Tessier D., 1984. Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux, thèse Université Paris VII, INRA Pub., Versailles.

Tessier, D., 1990. Behaviour and Microstructure of Clay Minerals, in: De Boodt, M.F., Hayes, M.H.B., Herbillon, A., De Strooper, E.B.A., Tuck, J.J. (Eds.), Soil Colloids and Their Associations in Aggregates, NATO ASI Series. Springer US, Boston, MA, pp. 387–415. https://doi.org/10.1007/978-1-4899-2611-1_14

Tiwari, R., Kumar, S., Husein, M.M., Rane, P.M., Kumar, N., 2020. Environmentally benign invert emulsion mud with optimized performance for shale drilling. Journal of

Petroleum Science and Engineering 186, 106791. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106791

Valkov, M., Simha, G., 2012. Vermiculite: structural properties and examples of the use. Clay Miner. Nat. - Their Charact. Modif. Appl.

Van Damme, H., 1994. Physique et mécanique des boues et des glaises. DRET report, D6A, NO IEP 90, 851.

VAN Olphen, H., 1977. Thin surfaces. Science 191, 281–282. https://doi.org/10.1126/science.191.4224.281

Vandevelde, M.-C., Fenyo, J.-C., 1985. Macromolecular distribution of Acacia senegal gum (gum arabic) by size-exclusion chromatography. Carbohydrate Polymers 5, 251–273. https://doi.org/10.1016/0144-8617(85)90034-7

Verwey, E.J.W., 1947. Theory of the Stability of Lyophobic Colloids. J. Phys. Chem. 51, 631–636. https://doi.org/10.1021/j150453a001

Villada, Y., Gallardo, F., Erdmann, E., Casis, N., Olivares, L., Estenoz, D., 2017. Functional characterization on colloidal suspensions containing xanthan gum (XGD) and polyanionic cellulose (PAC) used in drilling fluids for a shale formation. Applied Clay Science 149, 59–66. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.08.020

Wang, L.L., Zhang, G.Q., Hallais, S., Tanguy, A., Yang, D.S., 2017. Swelling of Shales: A Multiscale Experimental Investigation. Energy Fuels 31, 10442–10451. https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.7b01223

Williams, P.A., Phillips, G.O., Stephen, A.M., 1990. Spectroscopic and molecular comparisons of three fractions from Acacia senegal gum. Food Hydrocolloids 4, 305–311. https://doi.org/10.1016/S0268-005X(09)80207-5

Xie, B., Ting, L., Zhang, Y., Liu, C., 2018. Rheological properties of bentonite-free water-based drilling fluids with novel polymer viscosifier. Journal of Petroleum Science and Engineering 164, 302–310. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.01.074

Zhu, W., Zheng, X., 2021. Effective Modified Xanthan Gum Fluid Loss Agent for High-Temperature Water-Based Drilling Fluid and the Filtration Control Mechanism. ACS Omega 6, 23788–23801. https://doi.org/10.1021/acsomega.1c02617



Chapitre II

MATERIELS ET CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES

TABLE DE MATIERE

Chapitre II : MATERIELS ET CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES

II.1- MATERIELS 39
II.1.1- Argile 39
II.1.2- Gomme arabique 39
II.1.3- Xanthane 39
II.1.4- Electrolyte 40
II.2- PREPARATION DES ECHANTILLONS 40
II.2.1- Purification de l'argile brute 40
II.2.2- Purification de la gomme arabique 42
II.2.3- Purification de la gomme de xanthane 42
II.3- TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION 43
II.3.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS) 43
II.3.2- Microscopie électronique a balayage (MEB) 43
II.3.3- Analyse chimique 43
II.3.4- Diffraction des rayons X 43
II.3.5- Spectroscopie infrarouge 44
II.3.6- analyses thermique différentielle / thermogravimétrique 44
II.3.7- mesure de la capacite d'échange cationique 44
II.3.8- chromatographie d'exclusion stérique 44
II.4- RESULTATS DE LA CARACTERISATION 45
II.4.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS) 45
II.4.2- Analyse par microscopie électronique a balayage (MEB) 45
II.4.3- Analyse chimique et capacite d'échange cationique 46
II.4.4- Diffraction des rayons X 48
II.4.4.1- Diffractogramme-X sur poudre 48
I.4.4.2- Diffractogramme-x sur lame orientée 50
II.4.5- Analyse par spectroscopie infrarouge 50
II.4.6- Analyses thermique différentielle / thermogravimétrique 51
II.4.7- Chromatographie d'exclusion stérique 52
II.5- CONCLUSION 54
II.6- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 55

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure II.1 : Etapes de la purification 41
Figure II.2 : Montage du système de filtration de la gomme 42
Figure. II.3 : Taille des particules de BTp/GAp par (DLS) 45
Fig. II.4 : Image des plaquettes de BTp purifiée par (MEB) 46
Figure II.5a: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTb 49
Figure II.5b: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTp 49
Figure II.5c: Diffractogrammes X sur lame orientée de l'argile BTp 50
FigureII.6 : Spectre infrarouge BTb + BTp 51
Figure II.7 : Thermogrammes BTb + BTp 52
Figure II.8 : Chromatogramme d'exclusion stérique de la gomme arabique Mauritanienne purifiée 54
Tableau II.1 : Résultats de l'analyse chimique de l'argile BTb et BTp 47

Chapitre II

MATERIELS ET CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES

II.1- MATERIELS

II.1.1- Argile

L'argile utilisée dans cette étude est une bentonite commerciale de type montmorillonite, de référence CAS N : 1302-78-9. La masse molaire est de 180,1g/mol, le pH est compris entre 6-9 et une masse volumique de 2,4g/cm^3. Avant son utilisation, l'argile est séchée à l'air libre jusqu'à évaporation de l'humidité. Elle est ensuite finement broyée à l'aide d'un broyeur muni d'un mortier en agate. La poudre obtenue est tamisée à 100 µm. La fraction fine est isolée par purification à l'aide d'une solution de NaCl (Benna et al., 1999 ; Duman et Tunç, 2009).

II.1.2- Gomme arabique

L'un des biopolymères utilisés dans ce travail est la gomme arabique. C'est un polysaccharide exsudé par les Acacias, récoltés dans la région de Boutilimit, à 154 km au sud-est de Nouakchott, capitale de la Mauritanie. L'analyse chromatographique est la technique la plus utilisée dans la littérature pour caractériser la composition structurelle de la gomme arabique. C'est un polysaccharide dont le squelette est composé d'unités β-D-galactopyranosyl liées à 1,3. Les chaînes latérales sont composées de deux ou cinq unités β-D-galactopyranosyl liées à 1,3, reliées à la chaîne principale par des liaisons 1,6. Les chaînes principales et latérales contiennent des unités α-L-arabinofuranosyl, α-L-rhamnopyranosyl, β-D-glucuronopyranosyl et 4-O-méthyl-β-D-glucuropyranosyl, les deux dernières étant le plus souvent des unités terminales (Sanchez et al., 2018). C'est un polymère flexible avec une faible viscosité par rapport aux polymères de la même gamme de poids (Wang et al., 2016).

II.1.3- Xanthane

Le xanthane utilisé est le RHODICA, de masse moléculaire moyenne (Mw) égale à 2,0 × 10^6 Da, commercialisé par Sigma-Aldrich. C'est un bio-polymère très utilisé sur les chantiers de forage, il est obtenu par fermentation de la bactérie Xanthomonas campestris. Le xanthane nature a une structure en double hélice qui lui confère une rigidité importante dans un grand domaine de salinité et de température (Lund et al., 1990 ; Xie et Lecourtier, 1992). Sa structure chimique montre qu'il est composé d'une chaîne principale formée par des molécules de D-glucose, sur laquelle se greffe alternativement, un glucose sur deux, une

chaîne latérale trisaccharide. Chaque chaîne latérale comporte un groupement acide D-glucuronique et deux groupements D-mannose. Certains groupements mannoses sont substitués par un groupement pyruvate (Toulhoat et al., 1992). Les dimensions moyennes de la molécule de xanthane sous sa forme ordonnée sont de 0,8µm à 1,2µm pour la longueur et 2nm de diamètre, la longueur de persistance est de 50 à 120nm. Ces dimensions dépendent beaucoup des conditions expérimentales et des méthodes de mesure utilisées (Camesano and Wilkinson, 2001). Des études faites sur le xanthane (Muller et al., 1986 ; Camesano and Wilkinson, 2001) montrent que selon les conditions de salinité et de température, la structure de la molécule de xanthane évolue de la forme native vers la forme dénaturée, puis se restructure de manière incomplète.

II.1.4- Electrolyte

L'électrolyte utilisé est le chlorure de sodium (NaCl). Les solutions de NaCl utilisées pour la préparation des suspensions, sont obtenues à partir de poudre de NaCl pure à 99,9%, de masse molaire M= 58,443g/mol, fournie par Sigma-Aldrich. Sa solubilité dans l'eau est de 357 g/L à 0 °C. Sa masse volumique est de 2,163g.cm^{-3} à 20 °C.

II.2- PREPARATION DES ECHANTILLONS

II.2.1- Purification de l'argile brute

La fraction fine de l'argile est isolée par une purification avec une solution de chlorure de sodium (Benna et al., 1999 ; Duman and Tunç, 2009 ; Babahoum et Ould Hamou, 2021). Cette méthode consiste à effectuer un échange ionique des matériaux bruts après leur broyage et leur tamisage à 100 µm. L'argile brute notée BTb en poudre est dispersée dans une solution de chlorure de sodium (1N) (soit 25g d'argile dans 400ml d'une solution chlorure de sodium). La suspension obtenue est agitée mécaniquement pendant 12 heures, centrifugée (2500 tr/min pendant 20 min) et le chlorure de sodium surnageant est éliminé. Cette opération est répétée 7 fois dans le but de substituer tous les cations échangeables par les ions sodium et de rendre l'argile homo-ionique.

Le culot d'argile sodique ainsi obtenu est lavé dans de l'eau désionisée. Au cours de ce lavage, la suspension d'argile est centrifugée (4500 tr/min pendant 1 heure) et le surnageant contenant des ions chlorure est éliminé, et la partie supérieure du culot est récupérée. La partie inférieure du culot, composée d'impuretés est aussi isolée. Cette opération de lavage se termine quand l'argile sodique dans l'eau désionisée forme une suspension stable.



Figure II.1 : Etapes de la purification

Pour compléter ce processus et éliminer le reste des ions chlorures, la suspension d'argile sodique est introduite dans des membranes de dialyse. Ces dernières, dont les pores ne laissent passer les ions chlorures et ne laissent pas passer les particules d'argile, sont mises

dans de l'eau désionisée. L'eau contenant les membranes de dialyse est renouvelée toutes les trois heures et quand le test au nitrate d'argent ($AgNO_3$) indique l'absence d'ions chlorure, l'opération de dialyse est terminée. A ce stade, la suspension est placée dans des Erlenmeyers, pour une sédimentation à l'air libre afin d'éliminer d'éventuels impuretés restantes dans la suspension.

La suspension d'argile sodique pure obtenue est séchée à l'étuve à 60 °C pour éliminer complètement l'eau. La masse d'argile sèche est broyée à l'aide d'un mortier en agate et tamisée à 60 µm. Ainsi, l'argile de BTb sodique pure obtenue est notée BTp.

II.2.2- Purification de la gomme arabique

Les cristaux de la gomme arabique brute sont broyés en poudre fine à l'aide d'un broyeur (mortier en agate), puis tamisés. Une masse de la poudre fine est dissoute dans de l'eau déionisée et la suspension de gomme obtenue est agitée suffisamment, puis mise au repos pour laisser les grosses particules sédimenter. Après la séparation des grosses particules, une série de filtrations est réalisée, à l'aide d'une cellule Amicon. La pression appliquée au cours de la filtration est de $4x10^5$ Pa, à travers une membrane de 0,22 µm de diamètre de pores. La suspension de gomme filtrée est séchée à l'étuve. Après séchage, le produit solide obtenu est broyé en poudre fine à l'aide d'un mortier etest prête pour la caractérisation.



Figure II.2 : Montage du système de filtration de la gomme

II.2.3- Purification de la gomme de xanthane

Le xanthane en poudre est dissous dans de l'eau déminéralisée. Au cours de la dissolution, la poudre de xanthane est versée progressivement dans de l'eau distillée. La solution de

xanthane est agitée à l'aide d'un agitateur à pales à 350 tr/min pendant 2 heures. Quand la poudre est complètement dissoute, la vitesse d'agitation est maintenue à 150 tr/min pendant 5 heures à 30°C. La solution ainsi obtenue est laissée au repos puis filtrée à 21 °C sous une pression de 0,15 MPa à travers un filtre dont les pores ont 1,2 µm de diamètre, avant d'être séchée.

II.3- TECHNIQUES EXPERIMENTALES DE CARACTERISATION

II.3.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS)

La mesure de la taille des particules de bentonite purifiée est réalisée sur une suspension de bentonite très diluée (12 g/l). Les mesures sont effectuées sur un appareil Vasco Particle Size Analyser.

II.3.2- Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est utilisée pour observer les plaquettes de bentonite. Les analyses sont effectuées sur des suspensions de bentonite très diluée (12 g/l). Le microscope utilisé est de type MEB-FEG QUANTA 250 (Thermo Fischer).

II.3.3- Analyse chimique

Les pourcentages des différents oxydes contenus dans les argiles BTb et BTp, sont déterminés à l'aide d'un spectromètre fluorescence-X, modèle OXFORD-MDX1000. Les oxydes mesurés correspondent à ceux communément recherchés dans les argiles d'une manière générale. Ces oxydes correspondent : SiO_2 ; Al_2O_3 ; Fe_2O_3 ; CaO ; MgO ; Na_2O ; MnO ; K_2O ; TiO_2 ; P_2O_5. La perte au feu est également déterminée à partir d'un gramme d'échantillon qui est calciné dans un creuset en porcelaine à 1000 °C pendant une heure. La masse perdue après calcination (exprimée en pourcentage en masse) correspond à la perte au feu.

II.3.4- Diffraction des rayons X

Les échantillons analysés par diffraction des rayons X sont réalisés sur des échantillons non orientés en poudre et sur des échantillons orientés. Les diffractogrammes sur poudre montrent les raies 00l, les bandes de diffraction hk0 et hkl. Les diffractogrammes des échantillons orientés, obtenus par sédimentation des suspensions sur une lame de verre, indiquent seulement les raies 00l. Les lames chauffées ou traitées à l'éthylène glycol, montrent les déplacements des raies 00l. Les diffractogrammes sont obtenus par la méthode de Rietveld à l'aide d'un diffractomètre Siemens D5000.

II.3.5- Spectroscopie infrarouge

L'analyse du spectre infrarouge d'une argile dans le domaine compris entre 400 – 4000 cm^{-1}, montre deux principaux types de vibrations. Celles dues aux groupements hydroxyles de constitution, qui renseignent sur le caractère di ou trioctaèdrique de l'argile, et celles dues au réseau. Les spectres sont enregistrés entre 400 et 4000 cm^{-1} à l'aide d'un spectrophotomètre Perkin Elmer UATR.

II.3.6- Analyses thermique différentielle / thermogravimétrique

Les analyses des échantillons bruts et purifiés sont réalisées sur un appareil ATD-ATG couplé du type METTLER TOLEDO TGA/DSC 3+. La vitesse de chauffage est de 10 °C/min et le gaz vecteur est l'argon. La perte de masse est enregistrée parallèlement à l'aide d'une thermo-balance.

II.3.7- Mesure de la capacite d'échange cationique

La capacité d'échange cationique (C.E.C) est définie comme étant le nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs pour équilibrer la charge électrique de 100 g d'argile calcinée. Dans le présent travail, la C.E.C est déterminée par l'adsorption du complexe d'éthylène diamine de cuivre. Cette méthode consiste à saturer l'argile avec de l'éthylène diamine de cuivre, qui déplace les cations échangeables et réalise des liaisons fortes avec l'argile. Ces liaisons à caractère presque covalents sont irréversibles. L'excès du complexe, séparé de l'argile par centrifugation, est dosé par volumétrie à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium 0,025M.

II.3.8- Chromatographie d'exclusion stérique

La chromatographie d'exclusion stérique est employée pour identifier les différentes masses moléculaires qui constituent la gomme arabique utilisée. Les analyses sont effectuées sur un appareil de type HPLC Shimadzu.

L'échantillon a été dissout à la concentration de 3 mg/mL dans l'éluant. Il a été filtré sur 0. 2µm avant d'être injecté sur deux colonnes Shodex OHpak SB 804 HQ et SB 803 HQ placées en série à la température de 30 °C (Limite d'exclusion des colonnes en équivalent Pullulan : 1000 kDa). L'éluant utilisé est le nitrate de sodium 0,1 M + azoture de sodium 0.03% à un débit de 0,5 ml/min. Le volume injecté pour chaque mesure est de 100 µL. Le temps d'élution est de 70 minutes. La détection est réalisée via un réfractomètre Wyatt, un détecteur UV Shimadzu à la longueur d'onde de 280 nm et un détecteur à diffusion de la lumière à 3 angles Wyatt. La valeur de l'incrément d'indice de réfraction dn/dc utilisé pour cette analyse, est de

0,142 mL/g. L'indice de polydispersité a été calculé Ip = Mw/Mn. Les analyses ont été effectuées plusieurs fois, pour vérifier la précision.

II.4- RESULTATS DE LA CARACTERISATION

II.4.1- Diffusion dynamique de la lumière (DLS)

Les résultats des mesures de la taille des particules de bentonite purifiée par diffusion dynamique de la lumière (DLS) sont présentés sur la figure II.3. Ces résultats montrent que les particules de bentonite purifiée ont en majorité, des tailles de l'ordre de 2 µm. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans la littérature (Babahoum et Ould Hamou, 2021). Par ailleurs, on constate que la taille des particules de gomme arabique (GAp) est du même ordre de grandeur que celle des particules d'argile.

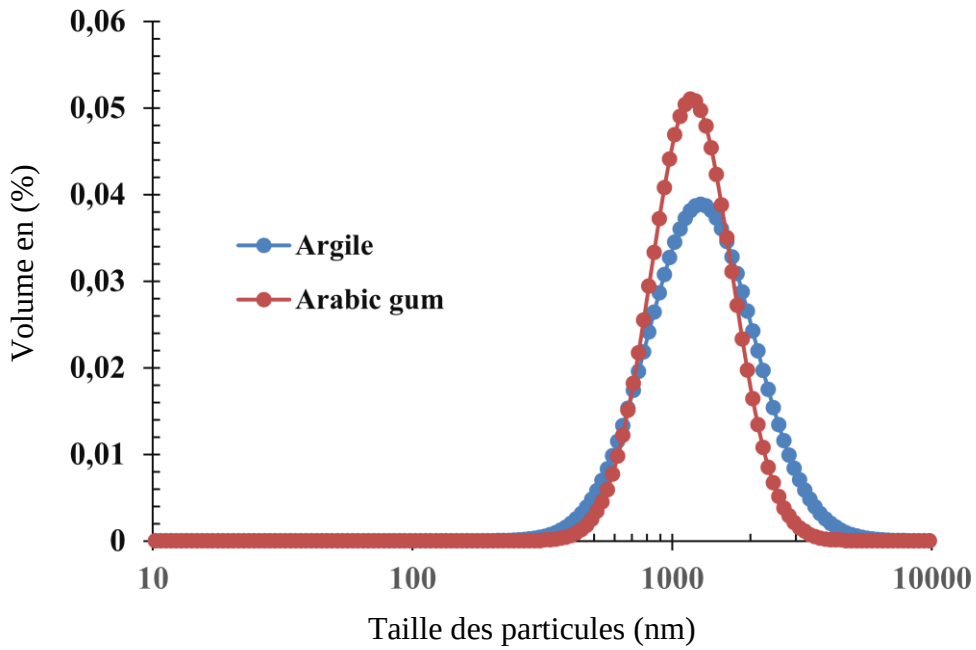


Fig. II.3 : Taille des particules de BTp/GAp par diffusion dynamique de la lumière (DLS)

II.4.2- Analyse par microscopie électronique a balayage (MEB)

Les résultats d'analyse par microscopie électronique à balayage des suspensions de BTp purifiée, sont présentés sur la figure II.4. Les suspensions testées sont très diluées. Ces résultats obtenus mettent en évidence les feuillets de bentonite sous forme de plaquettes polydispersées, confirmant le caractère phyllosilicate. La taille de ces particules varie entre 0.5-4 µm. Ces dimensions des particules sont en accord avec celles mesurées précédemment par diffusion dynamique de la lumière.

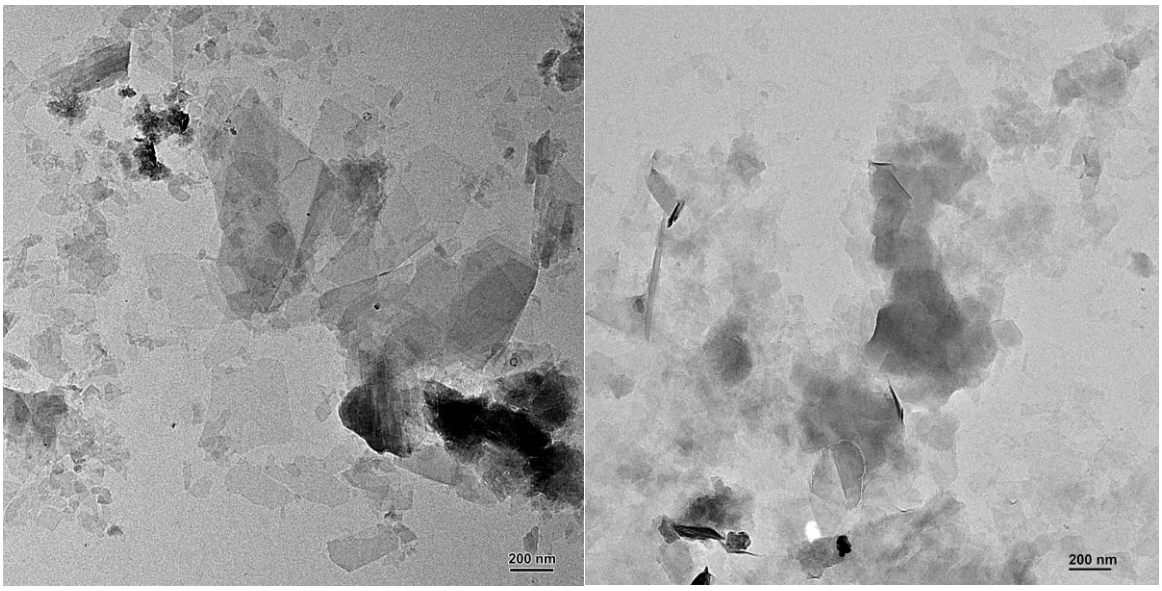


Fig. II.4 : Image des plaquettes de BTp purifiée par microscopie électronique à balayage (MEB)

II.4.3- Analyse chimique et capacite d'échange cationique

Les résultats de l'analyse chimique des argiles BTb et BTp sont groupés dans le tableau II.1. Il en ressort que :

- les oxydes présents dans l'argile brute peuvent indiquer que ce minerai est formé d'argiles calcique, magnésienne, potassique et sodique, toutefois les teneurs en CaO, Na_2O et MgO pourraient révéler la présence de carbonate ou d'autres sels.

- le rapport de SiO_2 /(Al_2O_3 + MgO + Fe_2O_3 +….) pour l'argile BTp est de 2,09, nombre proche de 2 donc de la valeur théorique pour une smectite ou une vermiculite (Van Olphen, 1979). Ce qui signifie que l'argile de BTp est formée d'un phyllosilicate de type 2 :1.

- On remarque par ailleurs qu'après purification le taux de fer dans BTb, a légèrement diminué de 4,635% à 3,731%. Cette valeur reste tout de même importante, ce qui laisse supposer que cet élément fait partie de la constitution des feuillets. Le taux de potassium reste très faible (0,27%), ce qui exclut la présence d'une fraction argileuse potassique (illite) importante.

La composition chimique de l'argile BTp montre que cette dernière contient une fraction argileuse formée en majorité de phyllosilicates de type 2 :1 (smectite, vermiculite,...). La perte au feu de 18,02, est une valeur élevée pour une argile, due certainement à la présence de phase volatile importante.

Tableau II.1 : Résultats de l'analyse chimique de l'argile BTb et BTp

	Pourcentage massique et perte au feu			
Oxydes	**BTb**	**BTp**	**BTb calcinée**	**BTp calcinée**
SiO_2	49,17	57,989	62,958	67,500
Al_2O_3	15,55	19,508	19,910	22,707
Fe_2O_3	3,62	3,21	4,635	3,736
TiO_2	0,666	0,442	0,853	0,514
CaO	4,022	0,991	5,150	1,154
MgO	1,521	1,617	1,948	1,882
Na_2O	2,29	1,71	2,932	1,990
P_2O_5	0,11	0,007	0,141	0,008
MnO	0,028	0,008	0,036	0,009
K_2O	0,801	0,233	1,026	0,271
P.F	18,02	13,23	----------	----------
Total	95,798	98,945	99,580	99,770

- La formule structurale moyenne de BTp établie à partir de la méthode de Mauguin conduit au résultat suivant :

$$(Si_{7.972}Al_{0.028})(Al_{2.338}\,Mg_{0.166}\,Fe_{0.248}Ti_{0.045}\,P_{0.001})(Na_{0.113}\,Ca_{0.073}\,K_{0.010})\;O_{20}(OH)_4$$

- La C.E.C est déterminée par la méthode de dosage par le complexe éthylènediamine de cuivre. L'excès des cations Cu^{2+} non fixés est dosé par volumétrie avec une solution de

thiosulfate de sodium 0,025M, après destruction du complexe. Connaissant la quantité du complexe ajoutée au départ, nous avons déduit la quantité de cuivre fixée, soit la capacité d'échange cationique totale. Les valeurs des capacités d'échange cationique des argiles brute et purifiée (BTb et BTp) mesurées sont respectivement 74.4 meq/100g et 91 meq/100g d'argile calcinée. Ces valeurs sont comprises dans le domaine des argiles type smectites (Grim, 1953 ; Msadok et al., 2020). La valeur de la capacité d'échange cationique de BTp est plus grande que celle de l'argile BTb. Ceci est dû évidemment au départ des impuretés. En admettant que les impuretés ne contribuent pas à la capacité d'échange cationique, d'après Goboriau (Gaboriau, 1991), le taux d'impuretés peut être estimé de la manière suivante :

$$\text{Taux d'impuretés} = \frac{\mathbf{C.E.C(argile\ purifiée) - C.E.C(argile\ brute)}}{\mathbf{C.E.C(argile\ purifiée)}} * \mathbf{100}$$

Après remplacement par les valeurs trouvées le taux d'impuretés est égal à 18%.

II.4.4- Diffraction des rayons X

II.4.4.1- Diffractogramme-X sur poudre

Le diffractogramme RX sur poudre de l'argile BTb (Figure II.5a) montre :

- un pic à 12.48Å pouvant correspondre à la raie (001) soit d'une smectite sodique, soit d'une vermiculite ayant une couche d'eau (Brown, 1982)

- un pic à 1.49Å relatif à la réflexion (060) montrant la présence d'une smectite dioctaédrique

- un pic à 3.33Å qui correspond au quartz

- un pic à 3.03Å révélant la présence de la calcite

Dans la figure II.5b qui représente le diffractogramme RX sur poudre de l'argile purifiée BTp, les pics relatifs aux impuretés telles que le quartz et la calcite, ont disparu.

Ainsi, à partir des diffractogrammes sur poudre de l'argile BT (brut et purifié) on peut en déduire que cette argile contient une smectite dioctaédrique. Les impuretés sont essentiellement le quartz et la calcite.

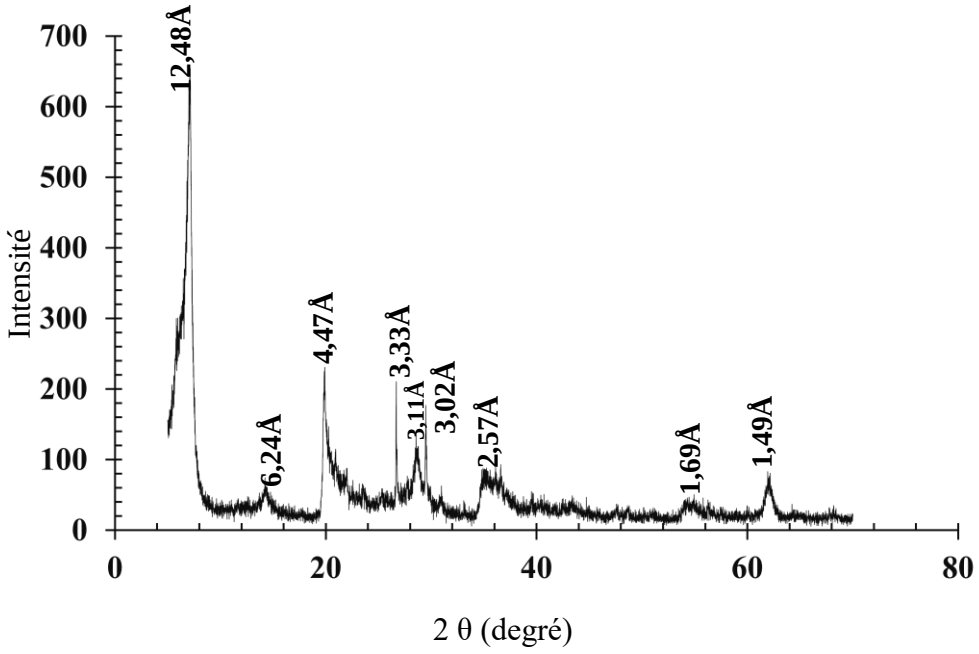


Figure II.5a: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTb

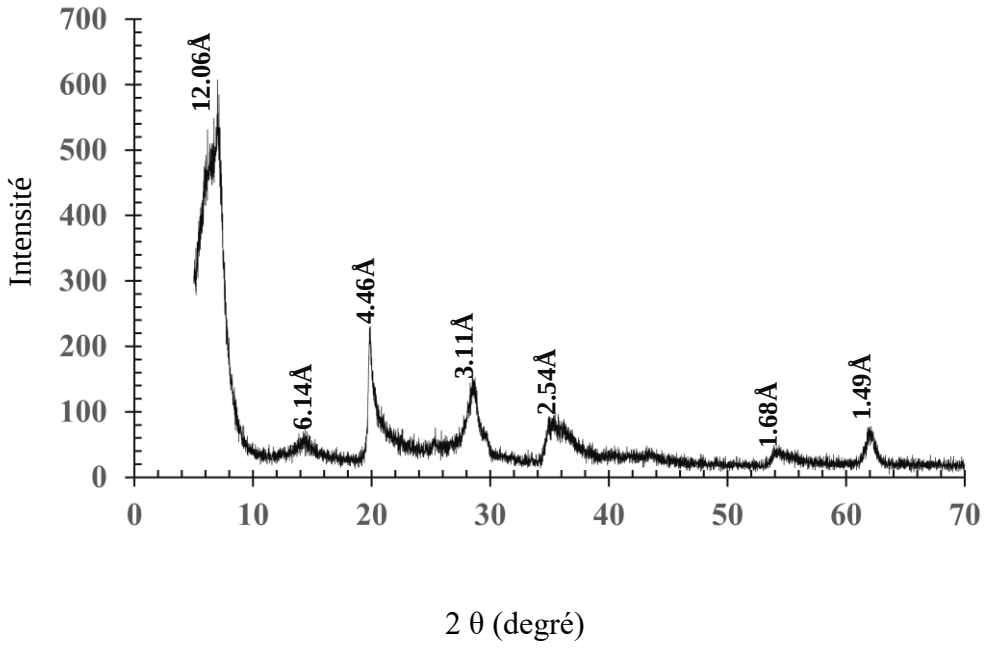


Figure II.5b: Diffractogramme-X de poudre de l'argile BTp

I.4.4.2- Diffractogramme-x sur lame orientée

Le diffractogramme RX sur lame orientée séchée à l'air libre de l'argile BTp (Figure II.5c) et traité avec l'éthylène glycol contient :

- les pics à 12,47Å (001) ; 6,25Å (002) ; 4,14 Å (003) relatifs à une smectite sodique pure

- les pics à 16,46Å (001) ; 8,34Å (002) ; 5,54 Å (003) et 3,36Å (005) relatifs à une smectite sodique pure

- les pics (001), (002), (003), et (005) apparaissent respectivement à 16,46Å ; 8,34Å ; 5,54Å ; et 3,34Å.

Les résultats de l'étude par diffraction des rayons X indiquent que la partie argileuse est essentiellement formée d'une argile smectite dioctaédrique. Les impuretés se sont le quartz et la calcite.

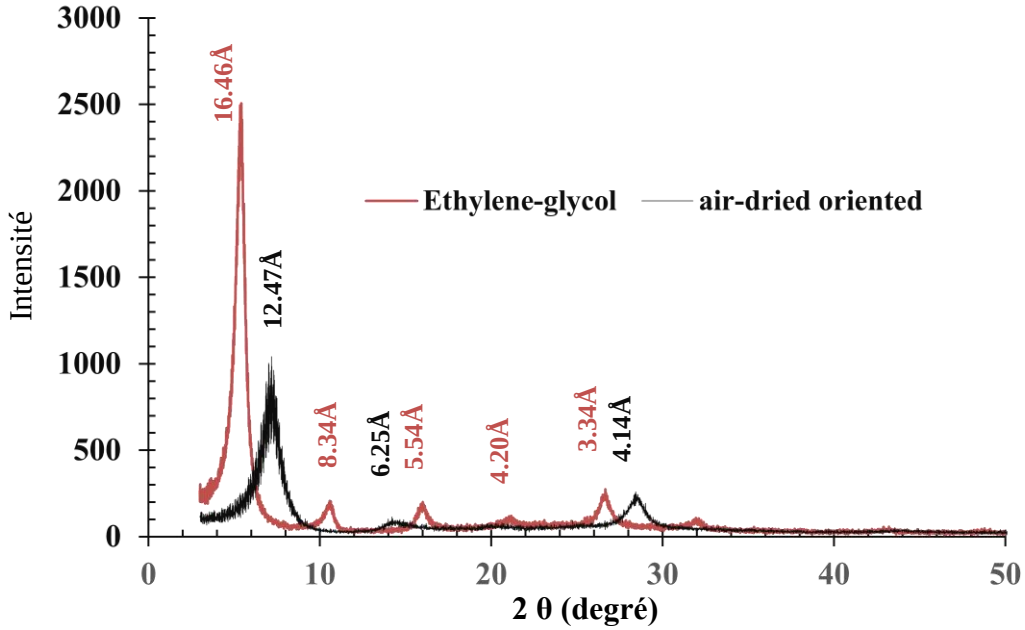


Figure II.5c: Diffractogrammes X sur lame orientée de l'argile BTp

II.4.5- Analyse par spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge de l'argile BTb (Figure II.6) confirme la présence d'une smectite dioctaédrique avec les vibrations de valence et de déformation Al—O—H qui se situent respectivement à 3622cm^{-1} et 915 cm^{-1} (Caillère, 1982). Le spectre montre deux bandes plus ou moins larges et situées à 3440 cm^{-1} et à 1631 cm^{-1}. Ces bandes sont caractéristiques des

groupements OH de l'eau d'hydratation. La bande située à 1421 cm^{-1} relève de la présence de la calcite (carbonates). Le doublet de faible intensité relatif au quartz apparaît à 798 et 782cm^{1}

Le spectre infrarouge de l'argile BTp (Figure II.6) montre pratiquement le même spectre que l'échantillon BTb, sauf que les bandes relatives aux carbonates et au quartz ont disparu.

Les fortes bandes à 1112 et 984 cm^{-1} sont caractéristiques des vibrations de valence Si-O-Si du réseau argileux, l'une des bandes de déformation apparaît vers 521 cm^{-1}.

La spectroscopie infrarouge confirme le caractère dioctaédrique de l'argile BT. Les impuretés présentes dans l'échantillon sont essentiellement le quartz et les carbonates.

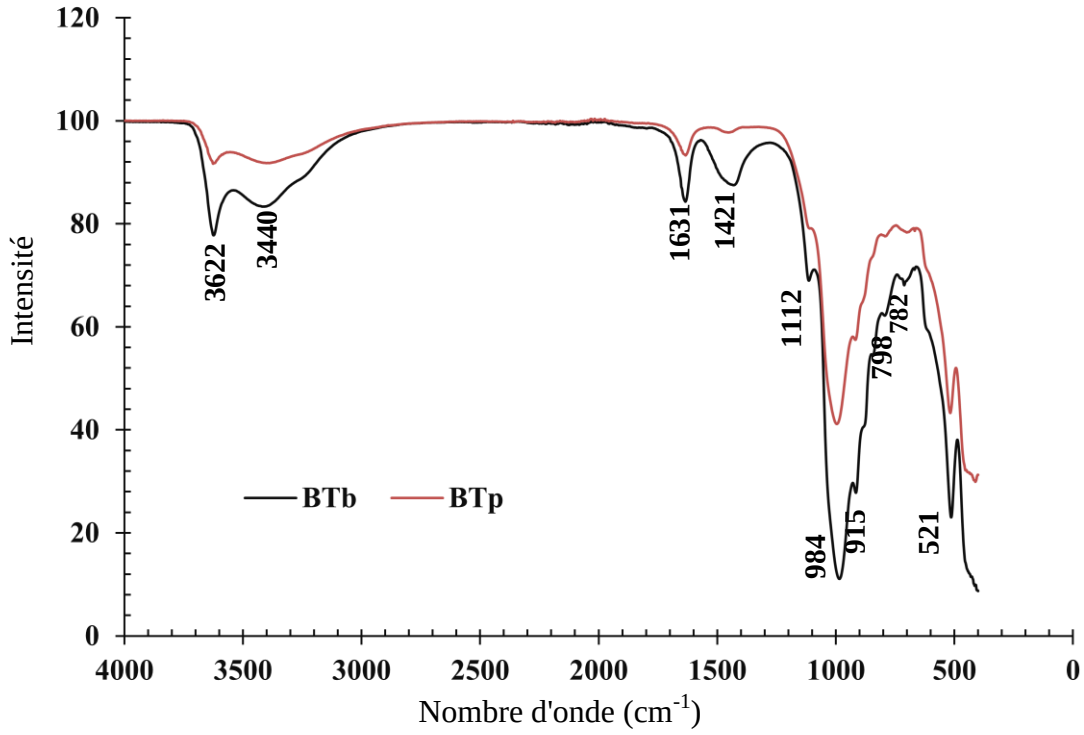


Figure II.6 : Spectre infrarouge BTb + BTp

II.4.6- Analyse Thermique Différentielle & Thermogravimetrique

Les courbes ATD-ATG des argiles BTb et BTp sont présentées dans la figure II.7.

- La courbe ATD montre un pic endothermique à 93°C pour l'argile BTp correspondant au départ de l'eau hygroscopique et un deuxième pic endothermique à 506°C correspondant à la déshydroxylation de BTp.

- La courbe ATG de l'argile BTb montre trois pertes de masse. Une première perte de masse qui commence à 93 et se termine 183°C, qui correspond au départ de l'eau hygroscopique. Une deuxième perte de masse entre 518 et 736°C, qui accompagne la déshydroxylation de l'argile BTb. Un épaulement entre 875 et 906°C, qui correspond à la dissociation de faibles quantités de carbonates.

- La courbe ATG de l'argile BTp montre seulement deux pertes de masse. Le départ de l'eau hygroscopique entre 51 et 114°C. La déshydroxylation de l'argile BTp s'accompagne d'une perte de masse entre 448 et 574°C.

En observant les courbes ATG des argiles BTb et BTp, on remarque que les intervalles de température de perte de masse sont plus courts que pour l'argile BTp que celle de l'argile BTb, en raison de la présence des impuretés. On constate également, que l'épaulement observé dans l'argile BTb associé aux carbonates, disparaît pour l'argile BTp, qui traduit l'effet de la purification.

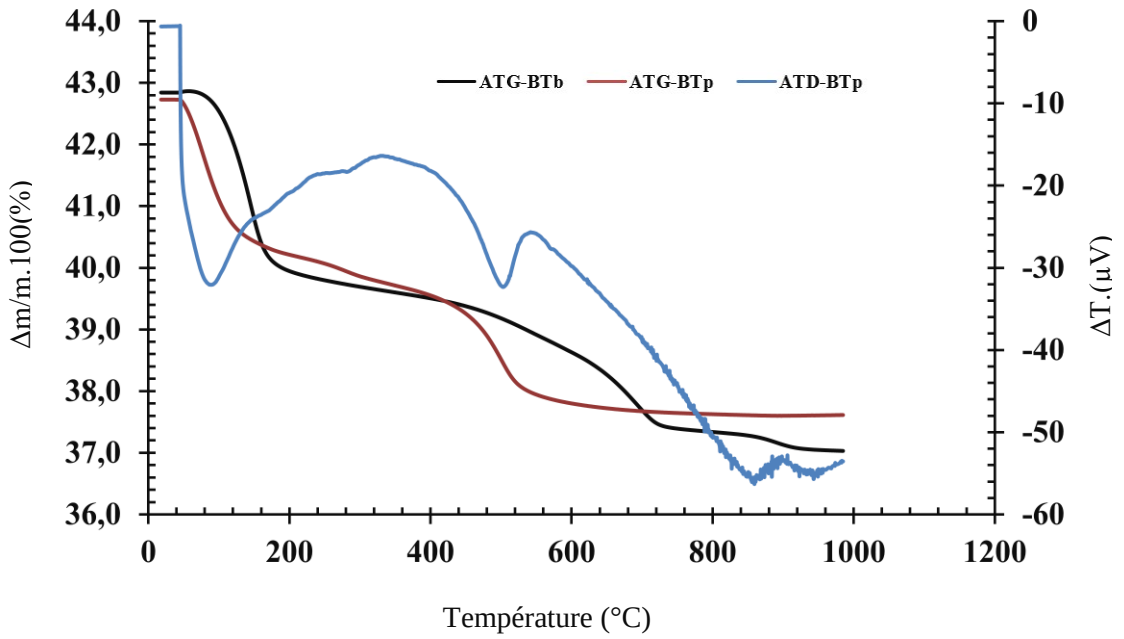


Figure II.7 : Thermogrammes BTb + BTp

II.4.7- Chromatographie d'exclusion stérique

L'analyse chromatographique est la technique la plus largement utilisée dans la littérature pour caractériser la composition structurale de la gomme arabique. Il a été démontré que la gomme arabique a un poids moléculaire continu allant de 5 kg/mol à 1000 kg/mol avec une

masse molaire moyenne de 500 kg/mol (Kang et al., 2018 ; Atgié et al., 2019). Deux types de chromatographie sont utilisés : la chromatographie d'exclusion stérique et la chromatographie d'interaction hydrophobe. La chromatographie d'exclusion de taille est utilisée pour séparer les espèces de gomme arabique en fonction de leur volume hydrodynamique relatif avec une détection UV effectuée à 210 nm principalement sensible à la liaison peptidique (transitions $\pi \rightarrow \pi^*$ de la liaison C=O des liaisons amides) et 280 nm plus sensible à la quantité d'acides aminés aromatiques (tyrosine et phénylalanine), qui sont des constituants mineurs des polypeptides de la gomme arabique. Par cette technique, la gomme arabique est décrite comme un mélange de trois fractions. L'analyse des fractions a montré que chacune contenait des proportions similaires des différents sucres. Elles diffèrent essentiellement par leurs masses moléculaires et leurs teneurs en protéines. On distingue : Une fraction polysaccharidique riche en arabinogalactane constituant l'essentiel de la gomme (AG) (88,3 %) avec un poids moléculaire moyen de $2{,}86\times10^5$ g/mol et une faible teneur en protéines (1,1 % en poids). Une arabinogalactane-protéine (AGP) (10,4 %) avec un poids moléculaire de $1{,}86\times10^6$ g/mol et contenant une plus grande proportion de protéines (9 % en poids). Une fraction de glycoprotéines (GP) (1,3 %) avec un poids moléculaire de $2{,}95\times10^5$ g/mol et la teneur en protéines la plus élevée (24,6 % en poids) (Renard et al., 2014).

Dans ce présent travail, nous avons utilisé la chromatographie d'exclusion stérique pour caractériser notre gomme arabique mauritanienne purifiée (GAp). Les résultats d'analyse obtenus sont reportés sur la figure II.8.

Le chromatogramme montre que la gomme arabique présente une gamme de masse molaire allant de 97 kg/mol à plus de 1800 kg/mol. A partir de la détection UV 280 nm, on observe trois fractions (dans la fenêtre grisée analysée) :

- La première fraction a une masse molaire supérieure à 1800 kg/mol et représente 4,1% de la masse de gomme arabique.

- La deuxième fraction a une masse molaire supérieure à 180 kg/mol et représente 58,4% de la masse de gomme arabique.

- La troisième fraction a une masse molaire supérieure à 97 kg/mol et représente 16,7% de la masse de gomme arabique.

Cette répartition massique de la gomme arabique est quantitativement cohérente avec la détection de l'indice de réfraction, qui affiche un pic centré sur la deuxième fraction et deux épaulements adjacents sur la première et la troisième fraction.

Les résultats d'analyse par chromatographie d'exclusion stérique montrent que la gomme arabique mauritanienne utilisée a une masse molaire moyenne en poids de M_w= 539.5 kg/mol et en nombre M_n= 256,6 KDa. Dans la littérature la masse molaire moyenne de la gomme arabique est supérieure ou égale à 500 kg/mol (Kang et al., 2018 ; Atgié et al., 2019). L'indice de polydispersité (Ip = Mw/Mn) calculé est de 2.10.

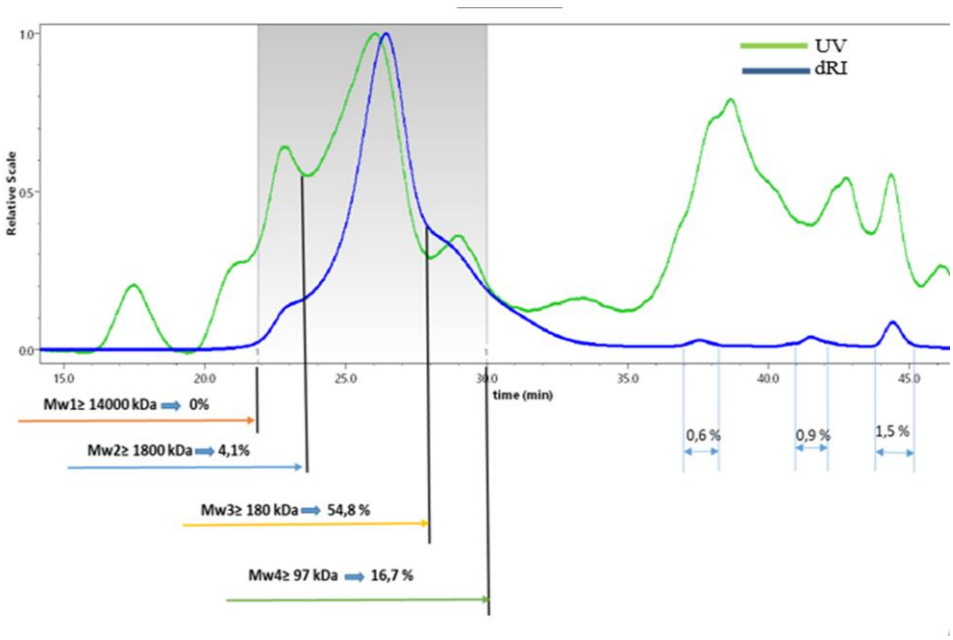


Figure II.8 : Chromatogramme d'exclusion stérique de la gomme arabique Mauritanienne purifiée

II.5- CONCLUSION

Les résultats de l'analyse chimique, de la diffraction des rayons X, de la spectroscopie infrarouge, de l'ATD/ATG, du MEB et de la DLS ainsi que de la mesure de la capacité d'échange cationique permettent de conclure que l'argile considérée contient 82% de phase argileuse et des impuretés estimées à 18 %. Ces impuretés sont essentiellement le quartz et des carbonates. La fraction argileuse (BTp) est une smectite dioctaedrique. La valeur de la capacité d'échange cationique (91 meq/100 g) et est comparable à celle d'une smectite pure, tout en étant du domaine des valeurs faibles.

Les résultats d'analyse par chromatographie d'exclusion stérique montrent que la gomme arabique mauritanienne utiliséea une masse molaire moyenne en poids de M_w= 539,5 kg/mol et l'indice de polydispersité (Ip = Mw/Mn) calculé de 2,10.

II.6- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Atgié, M., Chennevière, A., Masbernat, O., Roger, K., 2019. Emulsions Stabilized by Gum Arabic: How Diversity and Interfacial Networking Lead to Metastability. Langmuir 35, 14553–14565. https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b02541

Babahoum, N., Ould Hamou, M., 2021. Characterization and purification of Algerian natural bentonite for pharmaceutical and cosmetic applications. BMC Chemistry 15, 50. https://doi.org/10.1186/s13065-021-00776-9

Benna, M., Kbir-Ariguib, N., Magnin, A., Bergaya, F., 1999. Effect of pH on Rheological Properties of Purified Sodium Bentonite Suspensions. Journal of Colloid and Interface Science 218, 442–455. https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6420

Brown, G., 1982. Crystal Structures of Clay Minerals and their X-Ray Identification. The Mineralogical Society of Great Britain and Ireland.

Caillère, S., 1982. Hénin S., Rautureau M.," Minéralogie des argiles", Tomes 1 et 2, Inra Actualités scientifiques et agronomiques. Masson Paris.

Camesano, T.A., Wilkinson, K.J., 2001. Single Molecule Study of Xanthan Conformation Using Atomic Force Microscopy. Biomacromolecules 2, 1184–1191. https://doi.org/10.1021/bm015555g

Duman, O., Tunç, S., 2009. Electrokinetic and rheological properties of Na-bentonite in some electrolyte solutions. Microporous and Mesoporous Materials 117, 331–338. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.07.007

Gaboriau, H., 1991. Interstratifies smectite-kaolinite de l'Eure : relations entre la structure, la texture et les propriétés en fonderie (PhD Thesis).

Grim, R.E., 1953. Applied clay mineralogy McGraw Hill Book Coy.

Kang, J., Guo, Q., Shi, Y.-C., 2018. Molecular and conformational properties of hemicellulose fiber gum from dried distillers grains with solubles. Food Hydrocolloids 80, 53–59. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.01.019

Lund, T., Lecourtier, J., Müller, G., 1990. Properties of xanthan solutions after long-term heat treatment at 90°C. Polymer Degradation and Stability 27, 211–225. https://doi.org/10.1016/0141-3910(90)90110-S

Msadok, I., Hamdi, N., Rodríguez, M.A., Ferrari, B., Srasra, E., 2020. Synthesis and characterization of Tunisian organoclay: Application as viscosifier in oil drilling fluid. Chemical Engineering Research and Design 153, 427–434. https://doi.org/10.1016/j.cherd.2019.11.010

Muller, G., Aurhourrache, M., Lecourtier, J., Chauveteau, G., 1986. Salt dependence of the conformation of a single-stranded xanthan. International Journal of Biological Macromolecules 8, 167–172. https://doi.org/10.1016/0141-8130(86)90021-8

Renard, D., Lepvrier, E., Garnier, C., Roblin, P., Nigen, M., Sanchez, C., 2014. Structure of glycoproteins from Acacia gum: An assembly of ring-like glycoproteins modules. Carbohydrate Polymers 99, 736–747. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.090

Sanchez, C., Nigen, M., Mejia Tamayo, V., Doco, T., Williams, P., Amine, C., Renard, D., 2018. Acacia gum: History of the future. Food Hydrocolloids, A Festschrift in honour of Professor Glyn O. Phillips at his 90th Birthday 78, 140–160. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.008

Toulhoat, H., Lecourtier, J., pétrole, I. français du, 1992. Physical Chemistry of Colloids and Interfaces in Oil Production: Proceedings of the 6th IFP Exploration and Production Research Conference, Held in Saint-Raphaël, September 4-6, 1991. Editions TECHNIP.

Wang, L., Sánchez-Soto, M., Abt, T., 2016. Properties of bio-based gum Arabic/clay aerogels. Industrial Crops and Products 91,15–21. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.05.001

Xie, W., Lecourtier, J., 1992. Xanthan behaviour in water-based drilling fluids. Polymer Degradation and Stability 38, 155–164. https://doi.org/10.1016/0141-3910(92)90009-T

Chapitre III

RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

TABLE DE MATIERE

Chapitre III : RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

III.1- INTRODUCTION 57
III.2- METHODES UTILISEES 58
III.2.1- Préparation des suspensions 58
III.2.1.1- Suspensions BTp-eau 58
III.2.1.2- Suspensions BTp-eau-NaCl 58
III.2.1.3- Suspensions BTp-eau-Gap 58
III.2.1.4- Suspensions BTp-NaCl-GAp (premier ordre) 58
III.2.1.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (deuxième ordre) 59
III.2.2- Mesures rhéométriques 59
III.2.2.1- Seuil d'écoulement et module élastique 59
III.2.2.2- Viscosité 61
III.2.3- Détermination du polymère adsorbe 61
III.2.4- Zetamétrie 62
III.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 62
III.3.1- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique d'argile de BTp 62
III.3.2- variation du seuil d'écoulement et du module élastique des systèmes BTp-eau en fonction de la concentration de NaCl 65
III.3.3- Variation de la viscosité de la G.A en fonction de sa concentration et du NaCl 68
III.3.4- Rhéométrie du système : (BTp/Eau/GAp/NaCl) 70
III.3.4.1- Adsorption de gomme arabique purifiée (GAp) 70
III.3.4.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en Gap 72
III.3.4.3- Influence de l'ordre d'incorporation des composants 73
III.3.4.3.1- Etude du système BTp-NaCl-GAp nommé premier ordre 73
III.3.4.3.2- Etude du système BTp- GAp-NaCl nommé deuxième ordre 74
III.4- CONCLUSION 77
III.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 78

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure III.1 : Pales d'un scissomètre 60
Figure. III.2 : Schéma du flacon contenant les suspensions montrant les symboles utilisés pour le calcul du module élastique (G) 60
Figure III.3 : Courbe Couple-Temps 61
Figure. III.4 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique de BTp 64
Planche III.1 : Image MEB de la suspension de BTp (8%g/g) déshydratée sous 1x 10^5Pa 64
Figure. III.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl 67
Figure. III.6 : Variation du potentiel Zeta en fonction de la concentration en NaCl 67
Figure. III.7a : Variation de la viscosité de GAp en fonction de sa concentration et la vitesse de cisaillement 68

Figure III.7b : Variation de la viscosité de GAp en fonction de la concentration en NaCl et la vitesse de cisaillement……..69
Figure III.8a : Variation de la quantité de GAp adsorbée et du potentiel Zeta en fonction de la concentration en Gap……...…….71
Figure III.8b : Variation de la quantité de GAp adsorbée en fonction de la concentration en NaCl.……...……..71
Figure III.9 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en Gap 72
Figure. III.10 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl 74
Figure. III.11 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl 75
Figure. III.12 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange 76

Chapitre III

RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

III.1- INTRODUCTION

Les mélanges argile-eau-électrolyte-polymère sont des systèmes fréquemment utilisés dans le domaine de l'industrie, et en particulier dans les forages pétroliers (Mbodj et al., 2004 ; Souza et al., 2017 ; Yurany et al., 2017 ; Akpan et al., 2020 ; Zhilua Luo et al., 2017 ; Abu-Jdayil et al., 2021). Le succès des opérations de forage dépend étroitement des propriétés et de la qualité du fluide de forage utilisé. En effet, les fluides de forage sont conçus pour remplir plusieurs fonctions telles que ramener les déblais rocheux à la surface, réduire les dommages causés à la formation, refroidir et lubrifier l'équipement de forage, maintenir la stabilité du puits de forage, contrôler la pression de la formation et minimiser les pertes de fluides (Sadeghalvaad et Sabbaghi, 2015 ; Reilly et al., 2016 ; Song et al., 2016 ; Luo, et al., 2017 ; Ahmad et al., 2018). Il représente 15 à 18 % du coût total du forage et les dépenses liées au forage représentent 25 % du coût total de l'exploitation (Khodja et al., 2010a ; Villada et al., 2017). C'est pour cette raison que de nombreux travaux ont été réalisés ces dernières années pour étudier ces mélanges, notamment pour comprendre les mécanismes par lesquels les différents composants interagissent entre eux. De cette manière, il sera possible de comprendre et de prédire le comportement de ces mélanges, afin d'optimiser leur utilisation.

Dans ce chapitre, le comportement rhéologique d'un système composé argile/bio-polymère/électrolyte sera étudié, en mesurant les propriétés élastiques et plastiques des mélanges. Le système considéré est composé essentiellement d'une argile bentonitique commerciale, de la gomme arabique comme polymère et du chlorure de sodium comme électrolyte. La gomme arabique utilisée provient de Boutilimit, à 154 km au sud-est de Nouakchott, capitale de la Mauritanie. L'argile et le bio-polymère sont purifiés avant d'être utilisés, comme cela est décrit dans le chapitre II. Au cours de cette étude des grandeurs telles que, le seuil d'écoulement et le module élastique sont mesurées sur des suspensions de composition bien déterminée. Pour mieux comprendre l'évolution des comportements des suspensions, d'autres paramètres sont également suivis. En effet, la quantité de polymère adsorbée par les particules d'argile ainsi que la charge de ces particules, sont suivies par mesure du carbone organique total et du potentiel zêta.

III.2- METHODES UTILISEES

III.2.1- Préparation des suspensions

Toutes les suspensions ont été préparées de la même manière afin d'éliminer tout effet lié à la méthode de préparation. En effet, le mode de préparation des suspensions argile-eau-électrolyte-polymère a une grande influence sur leur stabilité dans le temps et leur comportement rhéologique (Benna et al, 1999). Il est important que le même mode de préparation soit systématiquement utilisé afin d'obtenir des fluides reproductibles. Toutes les préparations sont effectuées à température ambiante (25°C). Les pH et les conductivités des différentes suspensions préparées sont mesurés à l'aide d'un appareil ORION STAR A215 pH/Conductivity Meter.

III.2.1.1- Suspensions BTp-eau

Une masse de bentonite (variant de 4, 5, 6, 7 et 8% (g/g)) est dispersée dans de l'eau désionisée. La dispersion est agitée pendant 20 heures, puis elle est laissée au repos pendant 24heures avant les mesures.

III.2.1.2- Suspensions BTp-eau-NaCl

Différentes concentrations de NaCl (0.01 M à 0.2M) sont préparées grâce à une solution mère de NaCl à 1mol/l. Une masse de bentonite correspondant à 8% (g/g), est ajoutée à chacune de ces différentes concentrations, les mélanges obtenus sont agités pendant 20 heures, puis laissés au repos pendant 24 heures avant les mesures.

III.2.1.3- Suspensions BTp-eau-GAp

Différentes suspensions de gomme arabique variant de 5000 à 40000 ppm, sont préparées dans de l'eau désionisée, puis une masse de bentonite de 8% (g/g) est ajoutée à chacune de ces suspensions et les mélanges sont agités pendant 20 heures. Les suspensions bentonite-gomme arabique ainsi obtenues sont laissées au repos pendant 24 heures avant l'analyse.

III.2.1.4- Suspensions BTp-NaCl-GAp (premier ordre)

Pour préparer les suspensions bentonite-NaCl-gomme arabique, on ajoute une masse de bentonite 8% (g/g) dans une solution en présence de NaCl à une concentration variant (0.01 M à 0.2M). Le mélange obtenu est agité pendant 20 heures puis laissé au repos pendant 24 heures. On prépare en même temps une solution de gomme arabique hydratée dans un réfrigérateur à 5°C, qui sera ajoutée au mélange bentonite-NaCl. Le système bentonite-NaCl-gomme arabique obtenu est agité pendant 20 heures, puis laisseéau repos pendant 24 heures avant les mesures.

III.2.1.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (deuxième ordre)

Pour préparer les suspensions bentonite-gomme-NaCl, une quantité de gomme arabique est ajoutée dans une suspension de 8% (g/g) de bentonite. Le mélange obtenu est agité pendant 20h, puis laissé au repos pendant 24 heures. Différentes quantités de NaCl (0.01 M à 0.2M) sont ajoutées au mélange bentonite-gomme arabique et l'ensemble est agité pendant 20 heures. Les suspensions bentonite-gomme-NaCl ainsi obtenues sont laissées au repos pendant 24 heures avant les mesures.

III.2.2- Mesures rhéométriques

III.2.2.1- Seuil d'écoulement et module élastique

Toutes les mesures du seuil d'écoulement et du module élastique sont effectuées à l'aide d'un rhéomètre DHR3 (TA Instruments) et à température ambiante 25°C.

La méthode de Vane (scissomètrie) est utilisée pour la détermination du seuil d'écoulement et du module élastique. Cette méthode a deux avantages : elle permet de ne pas perturber l'échantillon au cours des mesures et d'éviter le glissement aux parois des outils de mesure qui peut fausser considérablement la détermination des grandeurs mesurées (Alderman et al., 1991; Benna et al., 1999; Barnes et al., 2001; M'bodj et al., 2004). L'outil utilisé est composé de 4 pales de 10 mm de diamètre (D) et de 19 mm de hauteur (H) (igure III.1). Les flacons contenant les échantillons pour les mesures sont de 3,8 cm de diamètre et 6 cm de hauteur (figure III.2). Le seuil d'écoulement (σ) et le module élastique (G) sont mesurés en plongeant lentement les pales d'un scissomètre dans la suspension puis en faisant tourner lentement les pales à vitesse de rotation constante (10^{-2} rad s^{-1}). Une courbe donnant le couple en fonction du temps est obtenue (figure III.3). Cette courbe montre dans la région A une réponse initiale transitoire. La région B (partie linéaire) correspond à la réponse élastique de l'échantillon. La valeur de la pente de cette partie linéaire permet de calculer le module élastique. La valeur maximale du couple trouvée dans la région D permet de calculer le seuil d'écoulement. Ces calculs sont effectués en se servant des deux formules suivantes (Benna et al 1999; M'bodj et al, 2004):

$$\sigma = T_m / (\pi D^3/2) (H/D + 1/3) \qquad \text{(III.1)}$$

$$G = (1/4\pi\omega H) (dT/dt) (1/R^2 - 1/R_c^2) \qquad \text{(III.2)}$$

Tm : couple maximum, T : couple, D : diamètre des pales, H : hauteur des pales, R : rayon des pales, Rc : rayon du flacon contenant l'échantillon, ω : vitesse de rotation des pales, t : temps.

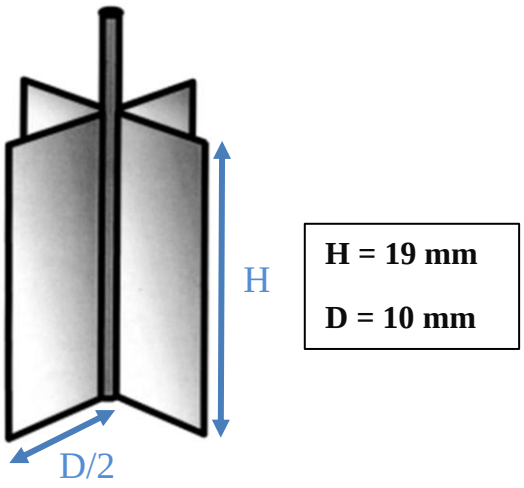


Figure III.1 : Pales d'un scissomètre

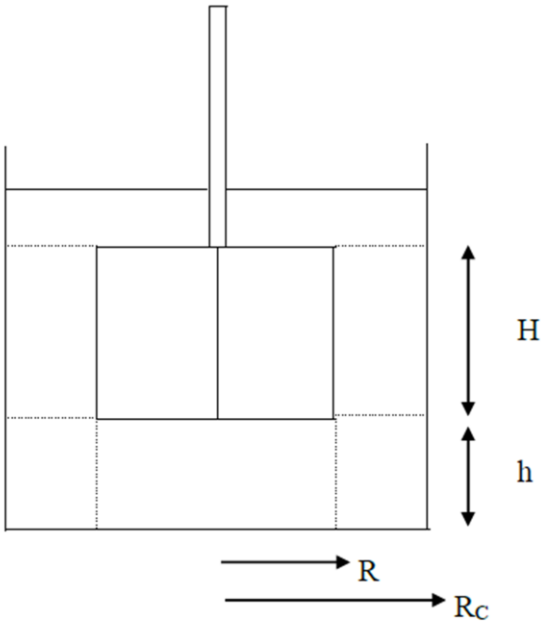


Figure. III.2 : Schéma du flacon contenant les suspensions montrant les symboles utilisés pour le calcul du module élastique (G)

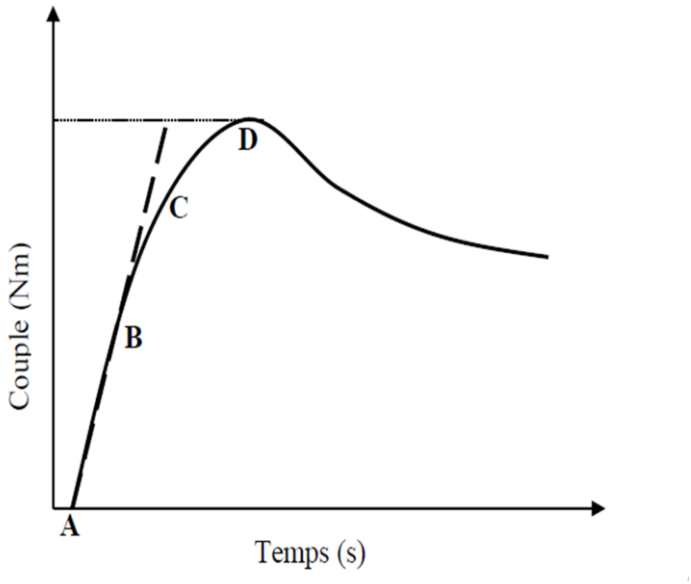


Figure III.3 : Courbe Couple-Temps

III.2.2.2- Viscosité

La viscosité des suspensions de gomme arabique purifiée est mesurée par un viscosimètre Lovis (Lovis 2000 M/ME) car ce viscosimètre est plus sensible à la mesure de la viscosité des fluides newtoniens et les faibles concentrations de gomme arabique utilisées ont des viscosités très proches de la viscosité de l'eau. Les mesures sont réalisées par un tube capillaire avec une bille roulante à 25 C°. Le tube capillaire utilisé à un diamètre de 1,59 mm.

Un rhéomètre MARS III (HAAKE-Mars Thermo Scientific) à géométrie Couette (diamètre du rotor : 38,018 mm, longueur : 55,02 mm ; diamètre du stator : 43,402 mm) est également utilisé. Les taux de cisaillement étaient compris entre 10^{-2} et 100 s^{-1}, et toutes les mesures ont été effectuées à 25° C.

III.2.3- DETERMINATION DU POLYMERE ADSORBE

Pour déterminer le polymère adsorbé sur les surfaces des particules d'argile, il faut mesurer la différence entre la quantité de polymère présente dans la solution initiale diluée et celle présente dans la solution après contact avec l'argile. Ainsi les échantillons contenant de l'argile et du polymère ayant servi pour la mesure du seuil d'écoulement et du module élastique sont centrifugés à 5000 tour/min pendant 4 heures.

La teneur en polymère est déterminée par la mesure du carbone total contenu dans la solution ou dans le surnageant. L'appareil utilisé est un analyseur de carbone TOC-SHIMADZU VCSN, (0.5–25 ppm, ±0.01%)

III.2.4- ZETAMETRIE

Pour déterminer la mobilité électrophorétique des particules dans les suspensions, les gels ayant servi à mesurer le seuil d'écoulement et le module élastique sont centrifugés à 5000 tour/min pendant 4 heures. Le surnageant récupéré, ajouté à quelques milligrammes des culots, pour maintenir le même effet de matrice, ont servi à la mesure de la mobilité électrophorétique.

La mobilité électrophorétique du BTp a été mesurée en fonction de la fraction d'argile (4-8% w/w), de la concentration de NaCl (0,01-0,2 M) et de la teneur en GAp (5-40 g/L). Toutes les mesures sont réalisées au moyen d'un zétamètre du type « Malvern Instruments Zetasizer 5000 ». L'unité optique contient un laser He-Ne (638nm) de puissance 5 mW. Une cellule d'électrophorèse standard du type cell-Zet 5104 est utilisée (Emax= 80 V/cm).

III.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.3.1- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique d'argile de BTp

La mesure du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique d'argile est effectuée à pH égal à 9,9, qui correspond au pH naturel de l'argile BTp dans l'eau. Ce pH correspond à une fraction d'argile de 8% (g/g) et il varie en fonction de la quantité d'argile (Benna et al., 1999 ; Kelessidis et al., 2007) (Tableau III.1). Les résultats obtenus (Figure III.4) montrent que le seuil d'écoulement augmente avec la fraction volumique d'argile. Pour une fraction volumique d'argile égale à 1,6 (4% g/g), la valeur du seuil est de 1.03 Pa. Cette valeur correspond à la première fraction volumique d'argile qui présente un seuil détecté non nul. Pour une fraction volumique égale 1,2% (3% g/g) aucun seuil n'a été détecté, donc la transition sol-gel de l'argile BTp correspond à une fraction volumique d'argile comprise entre 1,2% et 1,6% (Benna et al., 1999 and Mbodj et al., 2004).

En comparaison, les résultats de la littérature rapportent des valeurs de contrainte d'écoulement de 12,5 Pa pour une fraction d'argile de 5 % (g/g) et de 21,5 Pa pour une fraction d'argile de 6,42 % (g/g) dans une plage de pH similaire ($9 < pH < 10$) (Kelessidis et al., 2007). Pour l'argile actuelle (BTp), les valeurs de la limite d'élasticité pour 5 % et 6 %

(g/g) sont respectivement de 9,11 Pa et 43,7 Pa. En outre, M'bodj et al, 2004 ont rapporté une première limite d'élasticité de 18,1 Pa pour une fraction d'argile de 8 % (g/g) dans le cas d' argile interstratifiée smectite-illite. Les différences observées peuvent être attribuées à la nature de l'argile et/ou aux méthodes de préparation des suspensions différentes.

On observe que le seuil d'écoulement (σ) varie suivant une loi d'échelle en puissance $\sigma = A(\phi_v)^B$ (Rand et al., 1980 ; Alderman et al., 1991 ; Benna et al., 1999 et Mbodj et al., 2004) avec (ϕ_v) la fraction volumique de l'argile, les paramètres A et B pour l'argile BTp sont respectivement égaux à 5×10^{13} Pa and 7.56. Pour une smectite pure de Wyoming, traitée dans les mêmes conditions, la transition sol-gel s'effectue pour une fraction volumique (ϕ_v) = 2,2% (Benna et al., 1999) et les valeurs des paramètres A et B sont respectivement $3\ 10^{11}$ Pa et 6.09.

Par ailleurs on constate que la valeur de B pour l'argile BTp est comprise entre 5 et 8, ce qui montre que les dispersions étudiées sont stables (Ramos et al., 2001).

Le module élastique mesuré en fonction de la fraction volumique d'argile (Figure III.4), varie suivant une loi d'échelle de la forme $G = C(\phi_v)^D$ (Alderman et al., 1991) telle que les valeurs des paramètres C et D sont respectivement 1.2×10^{14} Pa and 7.85, avec un coefficient de corrélation R^2=0,99. L'argile BTp présente ainsi la capacité de former des gels à des fractions d'argile relativement faibles.

La variation du seuil d'écoulement et du module élastique suivant une loi en puissance s'explique par le fait que l'augmentation de la fraction volumique d'argile correspond à l'augmentation du nombre de particules par unité de volume, ainsi que le nombre d'interactions. L'augmentation du nombre de particules par unité de volume augmente le nombre de contacts entre ces particules. La flexibilité de celles-ci permet ainsi la formation d'un réseau interconnecté tridimensionnel (Planche III.1). En effet sur cette planche on observe que les particules s'interconnectent en formant des pores. Plus on ajoute d'argile, plus ces interactions sont renforcées, ce qui provoque une forte augmentation de la limite d'élasticité et du module d'élasticité. La suspension étant alcaline, les bords et les faces des particules portent des charges négatives. La structure solide est attribuée essentiellement aux interactions interparticulaires face à face, qui augmentent la surface de contact, renforçant encore le réseau de gel (Mbodj et al., 2004 ; Choo et Bai., 2015).

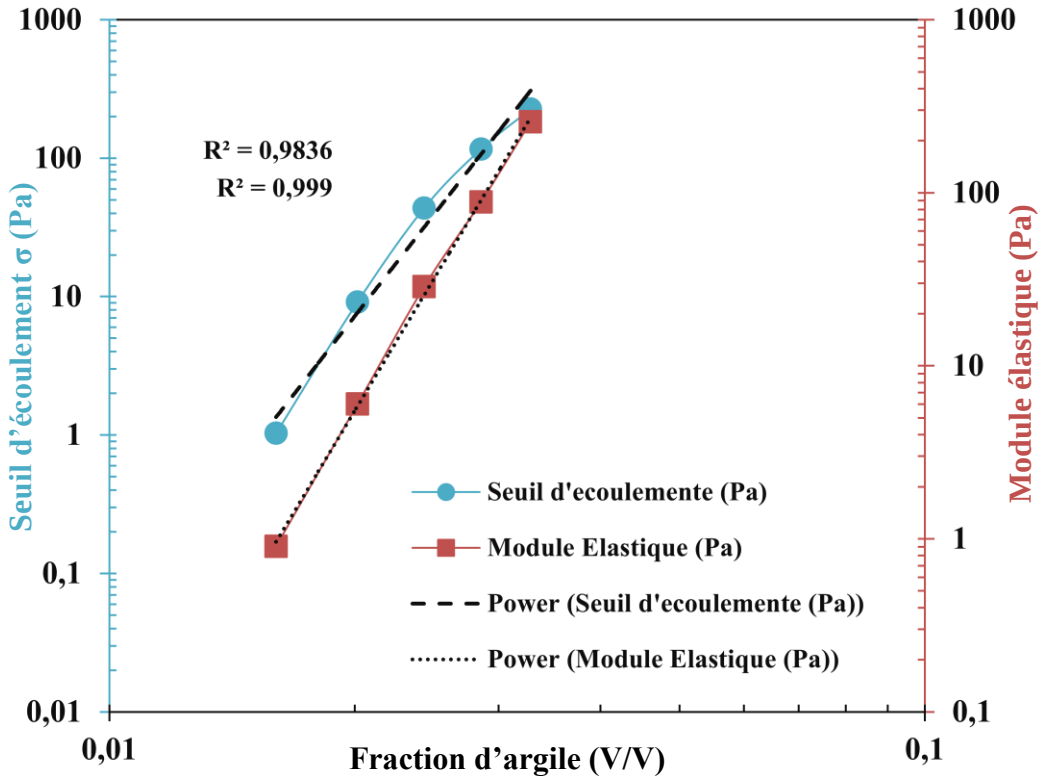


Figure. III.4 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la fraction volumique de BTp

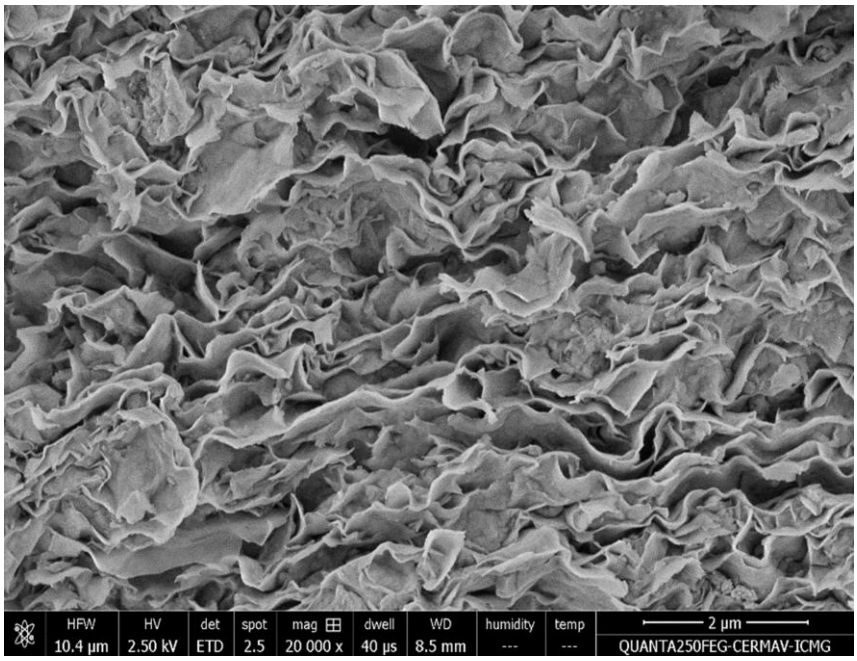


Planche III.1 : Image MEB de la suspension de BTp (8%g/g) déshydratée sous 1x 10^5 Pa

III.3.2- Variation du seuil d'écoulement et du module elastique des systèmes BTp-Eau en fonction de la concentration de NaCl

La variation du seuil d'écoulement et du module élastique d'une suspension de BTp à 8%g/g (φ_v = 3,2%) en fonction de la concentration en NaCl (10 à 200 mmol/l) est présentée sur la figure III.5. Le pH des suspensions mesuré varie de 9.9 à 8.6 et les conductivités de 3.2 à 19.8 ms/cm. La courbe obtenue (figure III.5) montre que :

Pour les concentrations faibles de NaCl, le seuil d'écoulement et le module élastique augmentent avec la concentration en NaCl. Ils atteignent un maximum à 20 mmol/l de NaCl et ensuite ils chutent brusquement pour les concentrations de NaCl plus élevées. La concentration en NaCl à ce maximum est notée concentration maximale de coagulation (CMC). Ces résultats s'expliquent comme suit :

- Pour les faibles concentrations en NaCl, l'augmentation du seuil d'écoulement, peut être expliquée par une agrégation progressive des particules d'argile, due à la diminution des forces répulsives. La diminution des forces répulsives intervient après la compression de la double couche diffuse (diminution de la longueur de Debye) due à un effet écran progressif, induit par la présence des ions Na^+. Cet effet s'accompagne de l'augmentation du potentiel Zêta (figure III.6). En effet, le potentiel zêta augmente significativement de -55,4 mV dans la suspension sans NaCl à -39,1 mV à 20 mmol/L NaCl, ce qui correspond au seuil d'écoulement maximal (398 Pa). L'agrégation entraîne l'augmentation du nombre de contact entre les particules (Kelessidis et al, 2007 ; Abu Jdayil et al, 2011). Toutefois il est important de souligner que, les suspensions qui ont servi à effectuer les mesures ne présentent aucune sédimentation visible (macroscopiquement), cela suppose que le rapprochement entre les particules puisse être accompagné par une éventuelle réorganisation du réseau tridimensionnel. Le système évolue avec un rapprochement entre les particules dans les agrégats (Mbodj et al., 2004).

- Lorsque la concentration en NaCl augmente, l'agrégation donne lieu à des paquets de particules assez rigides. Ces paquets de particules rigides forment des domaines orientés. Cependant l'ordre orientationnel de ces agrégats reste local et ne s'étend pas sur tout le volume de l'échantillon. Dans cette nouvelle structure on distingue des contacts de type face-face au sein des agrégats et des contacts essentiellement bord-face. Mais aussi les agrégats sont assez épais pour former des contacts de type bord-bord (Mbodj et al., 2004).. En effet,

des ensembles de particules orientés suivant plusieurs directions. Pour mieux expliciter la disposition des agrégats dans ces suspensions à forte concentration de NaCl, M'bodj et al., 2004 ; considèrent qu'il y a absence totale de porosité lenticulaire, par contre on observe une porosité inter-agrégat.

Au sein des agrégats les particules sont liées par des liaisons de type Van der Waals. Ainsi la rigidité et l'orientation aléatoire de ces agrégats rendent plus difficile le cisaillement de la suspension, d'où l'augmentation du seuil d'écoulement et du module élastique.

-Pour les concentrations de NaCl plus élevées (supérieures à 20 mol/l), l'effet écran est total, les forces attractives de type Van der Waals entre les particules deviennent plus importantes. Ces forces attractives augmentent le degré d'agrégation des particules d'argile dans la suspension, entraînant ainsi la formation d'agrégats compacts et rigides. L'écran total entre agrégats et leur rigidité diminue significativement le nombre de contacts inter-agrégats. Les agrégats deviennent en majorité isolés, le réseau tridimensionnel s'effondre en se floculant, ce qui entraîne la diminution brusque du seuil d'écoulement (M'bodj et al. 2004 ; Kelessidis et al, 2007; Abu Jdayil et al, 2011; Ahmad et al, 2018). Il est important de noter qu'aucune sédimentation macroscopique n'a été observée dans la suspension mesurée. Les échantillons utilisés pour mesurer du seuil d'écoulement et du module élastique ont été laissés au repos pendant 24 heures. Seul un échantillon présentait un début de sédimentation à 23 heures et 22 minutes, juste avant la fin des 24 heures, À mesure que la concentration de NaCl augmente, la taille et la densité des agrégats augmentent également, entraînant une floculation et finalement une sédimentation (Shaikh et al., 2018).

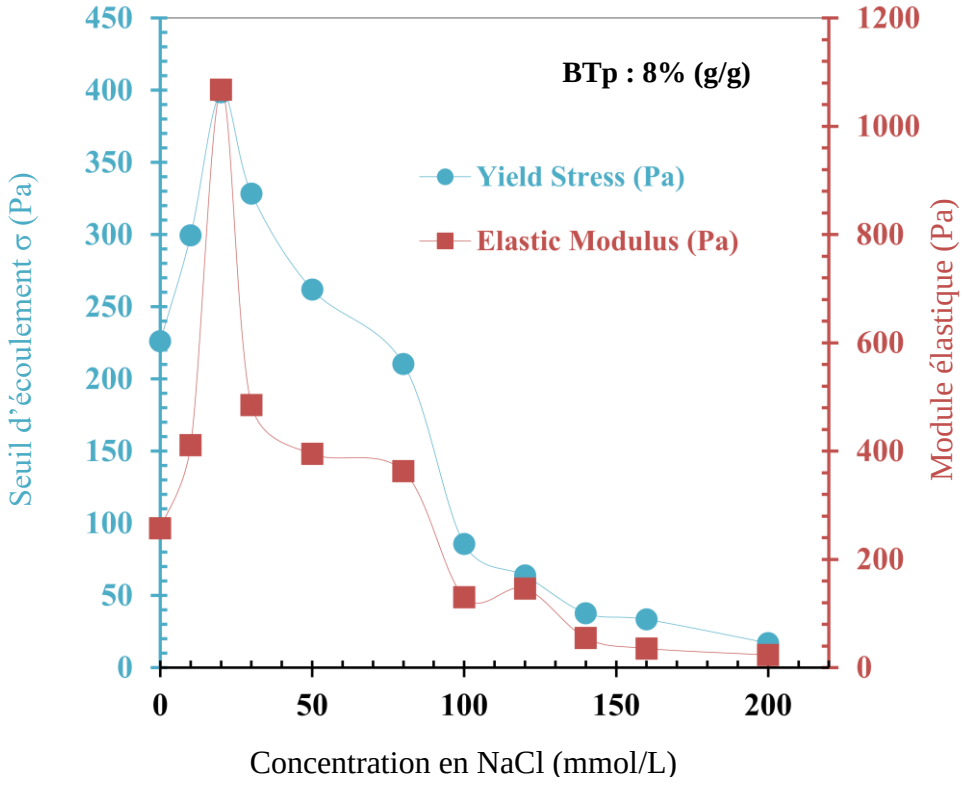


Figure. III.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl

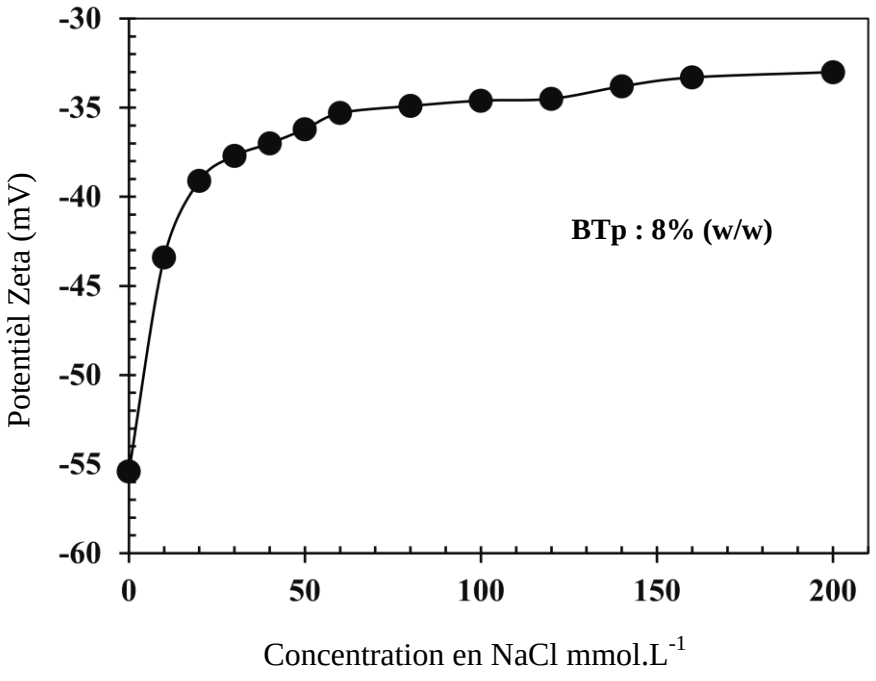


Figure. III.6 : Variation du potentiel Zeta en fonction de la concentration en NaCl

III.3.3- Variation de la viscosité de la gomme arabique en fonction de sa concentration et de la concentration en NaCl

Il a été démontré dans la littérature que la gomme arabique présente une très faible viscosité par rapport à d'autres polymères de poids moléculaire similaire. La viscosité de la gomme arabique purifiée (GAp) à des concentrations allant de 5 g/L à 40 g/L a été examinée en fonction du taux de cisaillement (Fig.III.7a). L'effet de la concentration du NaCl (0 à 0,1mol/L) sur la viscosité d'une suspension de gomme arabique à 40g/l, est également observé(Fig.III.7b). Les pH des suspensions mesurés varient de 6 à 5,4.

Les résultats montrent que pour une concentration fixe de GAp, la viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement augme. Cependant, cette viscosité augmente avec l'augmentation de la concentration de la GAp (Li et al, 2009, Diaz et al, 2008 et Sanchez al., 2018) (Fig.III.7a). La diminution de la viscosité avec la vitesse de cisaillement s'explique par l'orientation progressive des molécules de gomme dans la direction de cisaillement. L'augmentation de la viscosité avec la quantité de gomme, peut être attribuée l'augmentation du nombre de molécules par unité de volume et leur enchevêtrement. En effet, les répulsions électrostatiques dues aux charges sur la macromolécule de gomme arabique favorisent une conformation en chaîne étirée en raison d'effets électrostatiques à longue portée, et ce comportement se traduit par une augmentation de la viscosité (Sanchez et al., 2018).

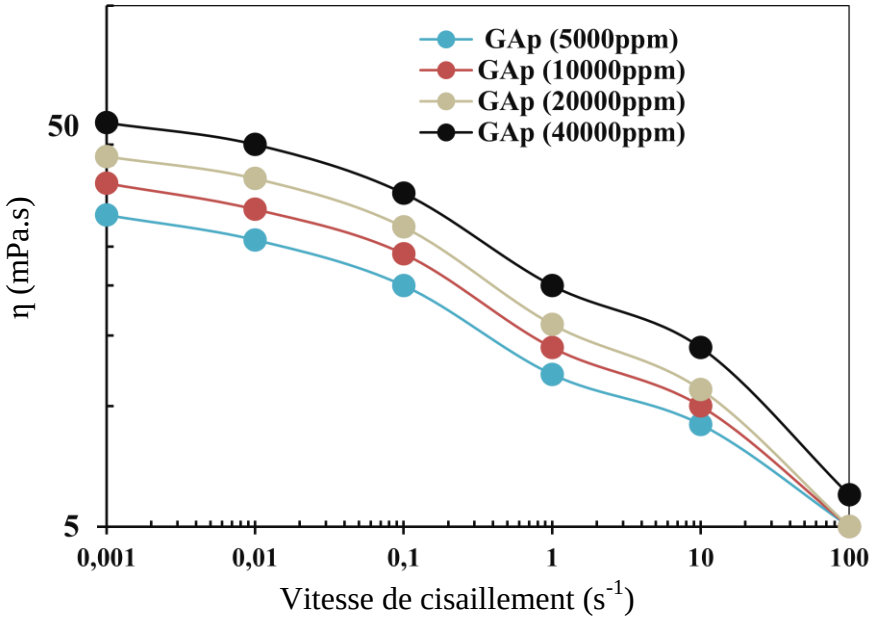


Figure. III.7a : Variation de la viscosité de GAp en fonction de sa concentration et la vitesse de cisaillement

La viscosité a également été mesurée en fonction de la concentration en NaCl (0,02 à 0,1 M) pour une concentration constante de gomme de 40 g/L (Fig. III.7b). Les résultats montrent une diminution de la viscosité avec l'augmentation du NaCl. En tant que polymère anionique, le comportement de la gomme arabique en suspension est influencé par les ions Na^+, qui modifient sa conformation moléculaire. Dans les solutions sans sel, les molécules de gomme sont fortement expansées, ce qui entraîne une viscosité plus élevée. À faible concentration en sel, l'effet écran des cations Na^+ réduit l'extension des molécules de gomme, due aux répulsions électrostatiques. Ceci entraineune diminution de la viscosité. Lorsque la concentration en sel augmente, les cations neutralisent les résidus chargés négativement, ce qui réduit la gomme en une bobine compacte, diminuant davantage le volume hydrodynamique des molécules de GAp ainsi que la viscosité (Hosseini et al, **2017**).

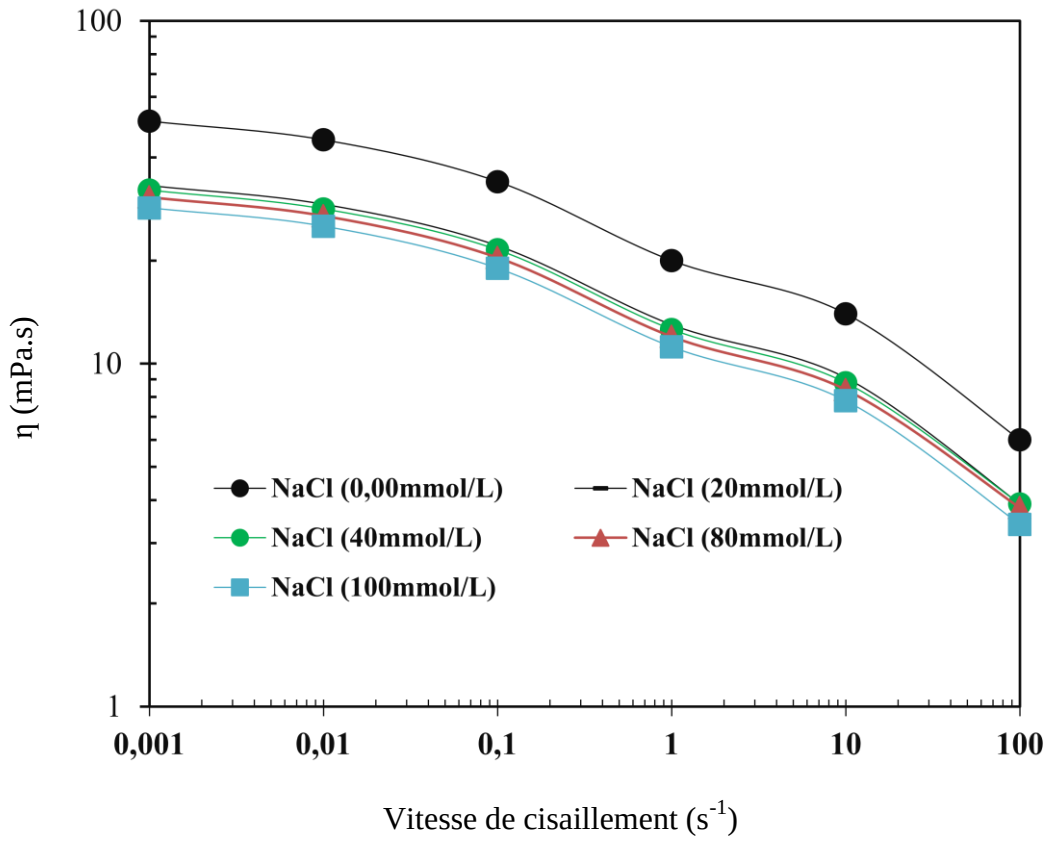


Figure III.7b : Variation de la viscosité de GAp en fonction de la concentration en NaCl et la vitesse de cisaillement

III.3.4- Rhéométrie du système : *(BTp/Eau/GAp/NaCl)*

Dans cette section, l'influence de l'ajout de gomme arabique purifiée (GAp) à une suspension de bentonite (BTp) est étudiée en détail, avec une quantité de BTp fixée à 8% (g/g). Cette étude se concentre sur la viscosité des solutions de GAp, les propriétés d'adsorption sur le BTp et le comportement rhéologique des mélanges argile-polymère. L'impact de l'ordre d'incorporation du polymère dans le mélange est également évalué. En outre, le rôle du polyélectrolyte sur les propriétés du mélange est discuté. Dans un premier cas, la gomme arabique (GAp) est ajoutée à un mélange BTp-NaCl, alors que, dans le second cas, une solution de NaCl est ajoutée à un mélange BTp-GAp.

III.3.4.1- Adsorption de gomme arabique purifiée (GAp)

Les courbes d'adsorption de la gomme arabique sur l'argile BTp, en fonction de la concentration de la gomme arabique (GAp) et de la concentration de NaCl, sont présentées dans la figure III.8a. L'adsorption de GAp augmente rapidement avec l'ajout de polymère, atteignant un maximum à 10 g/L, puis diminuant légèrement à 20 g/L avant de se stabiliser jusqu'à 40 g/L. L'adsorption de polyélectrolytes par les argiles se produit généralement par le biais d'interactions de van der Waals et de liaisons hydrogène (Saleh et al, 2021). Ici, des liaisons hydrogène se forment entre les groupes hydroxyles du BTp (Al-OH et Si-OH) et les groupes carboxyles et aminés de la gomme arabique. La légère diminution observée à des concentrations plus élevées de polymère peut résulter d'un encombrement et de la gêne stérique.

La figure III.8b, montre que l'adsorption de la GAp à la surface de BTp augmente avec la concentration en NaCl. Le BTp et le GAp étant tous deux chargés négativement, l'augmentation de l'adsorption du polymère en présence de sel est due à un effet écran, qui diminue les répulsions électrostatiques entre entités de même charge (Tadros, et al., 1996 ; M'bodj et al., 2004). En effet, la présence d'ions Na^+ crée un effet d'écran entre la surface BTp chargée négativement et GAp, les rapprochant et renforçant les interactions à courte portée. La figure III.8a, montre que le potentiel zêta diminue avec l'augmentation de la quantité de GAp adsorbée. Cela indique clairement, que plus le polymère anionique est adsorbé, plus la charge négative des particules augmente, réduisant ainsi le potentiel de surface global.

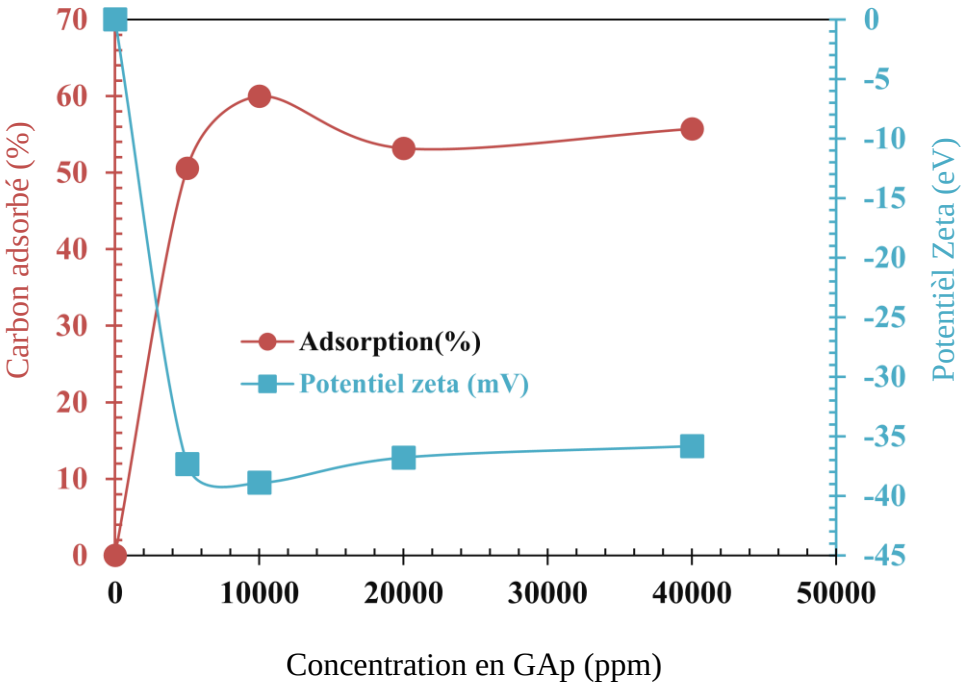


Figure III.8a : Variation de la quantité de GAp adsorbée et du potentiel Zeta en fonction de la concentration en GAp

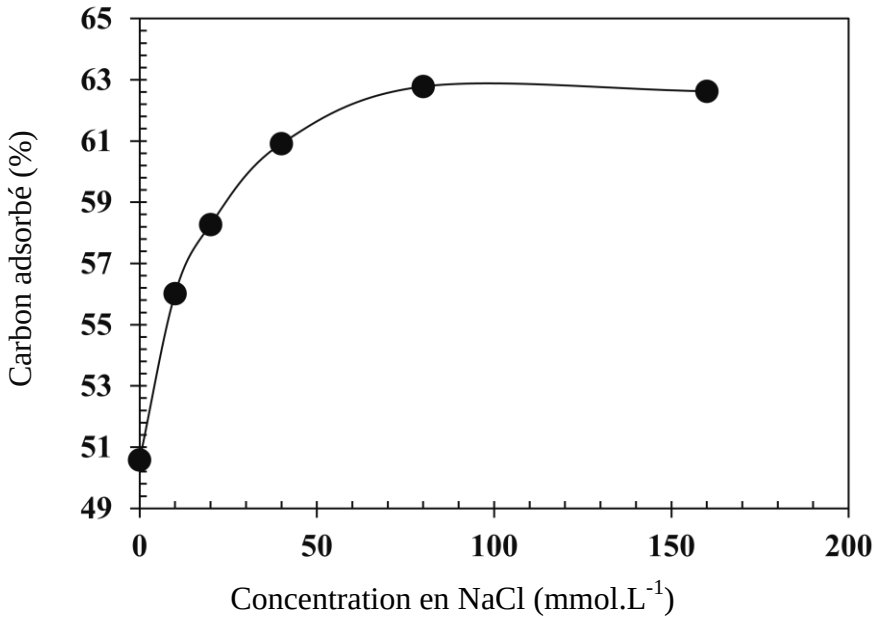


Figure III.8b : Variation de la quantité de GAp adsorbée en fonction de la concentration en NaCl

III.3.4.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en GAp

Dans la littérature, il existe très peu d'études sur les propriétés rhéologiques des suspensions argile-gomme arabique (Kazeem et al, **2010** ; Alatunde et al, **2012**). Ces études sont effectuées sur des argiles et des gommes arabiques à l'état brut et elles ne donnent pas assez de détails sur les propriétés et les interactions physico-chimiques des systèmes étudiés.

La figure III.9 montre la variation du seuil d'écoulement et du module d'élasticité en fonction de la concentration en GAp pour une fraction d'argile de 8 % (g/g), avec un pH de 9,91. La courbe indique une légère augmentation du seuil d'écoulement et du module élastique, à de faibles concentrations de gomme, suivie d'une diminution progressive à des concentrations plus élevées. Entre 5 et 10 g/L, le GAp adsorbé, agissant comme un polyanion, augmente la charge négative à la surface des particules d'argile, ce qui correspond à l'adsorption maximale du polymère.

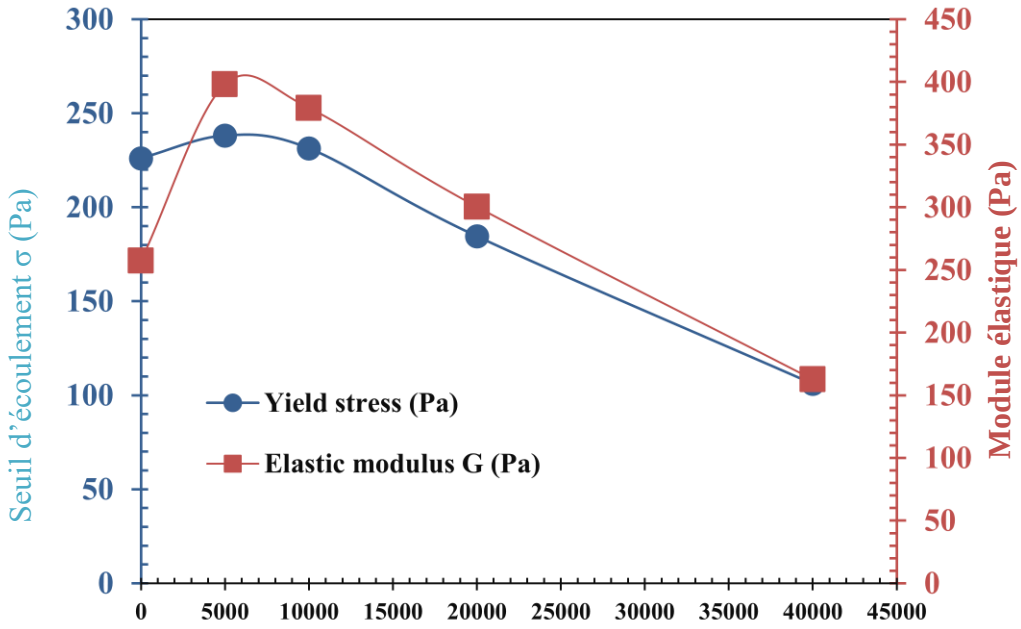


Figure III.9 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en GAp

La légère augmentation du seuil d'écoulement et du module d'élasticité à ce stade peut être attribuée à l'augmentation des répulsions interparticulaires et à l'interconnexion des particules par les molécules de polymère adsorbées, ce qui renforce les contacts entre les particules. Toutefois, cette augmentation reste relativement faible à cause de la faible masse du polymère GAp. À des concentrations de polymère plus élevées, au-delà du maximum d'adsorption, le seuil d'écoulement et le module d'élasticité diminuent. L'excès de polymère anionique entraîne la saturation des sites d'adsorption et à la floculation de la suspension (Shaikh et al., 2018), ce qui réduit à la fois la limite d'élasticité et le module d'élasticité.

III.3.4.3- Influence de l'ordre d'incorporation des composants

III.3.4.3.1- Etude du système BTp-NaCl-GAp nommé premier ordre

Les suspensions étudiées sont composées d'argile BTp à 8 % (g/g), de NaCl (10-160 mmol/L) et de polymère GAp à 5 g/L. Les résultats, présentés dans la figure III.10, indiquent que le seuil d'écoulement augmente, atteignant un maximum à 80 mmol/L de NaCl, avant de diminuer à 160 mmol/L en NaCl. Pour mieux comprendre l'effet de la concentration de NaCl sur le seuil d'écoulement en présence de GAp, une comparaison est faite avec la courbe du seuil d'écoulement du système BTp-NaCl sans ajout de polymère. Les deux courbes présentent des tendances similaires. Elles montrent une augmentation, passent par un maximum avant de diminuer vers de faibles valeurs. Cependant, le seuil d'écoulement maximal se produit à différentes concentrations de NaCl. Les valeurs du seuil d'écoulement mesurées sont comparables à celles du système BTp-eau-NaCl.

Dans le système BTp-NaCl, l'augmentation du seuil d'écoulement avec le NaCl est attribuée à un effet écran progressif, comprimant la double couche diffuse autour des particules, tandis que la diminution est liée à la floculation des particules et à l'effondrement du réseau interconnecté de particules. En présence de GAp, la même tendance est observée, sauf que le maximum de seuil est observé à 80 mmol/L au lieu de 20 mmol/L. Ce décalage est dû aux effets opposés des charges positives du Na^+ et des charges négatives du polyanion à 5 g/L. L'électrolyte, présent avant l'ajout du polyanion, recouvre les surfaces des particules de BTp de contre-ions positifs. Les charges négatives des GAp réduisent l'effet des contre-ions, retardant la fin du processus de coagulation et diminuant l'efficacité de la floculation.

À des concentrations de NaCl supérieures à 80 mmol/L, les contre-ions deviennent suffisants pour floculer les particules de BTp et neutraliser suffisamment les charges de GAp.

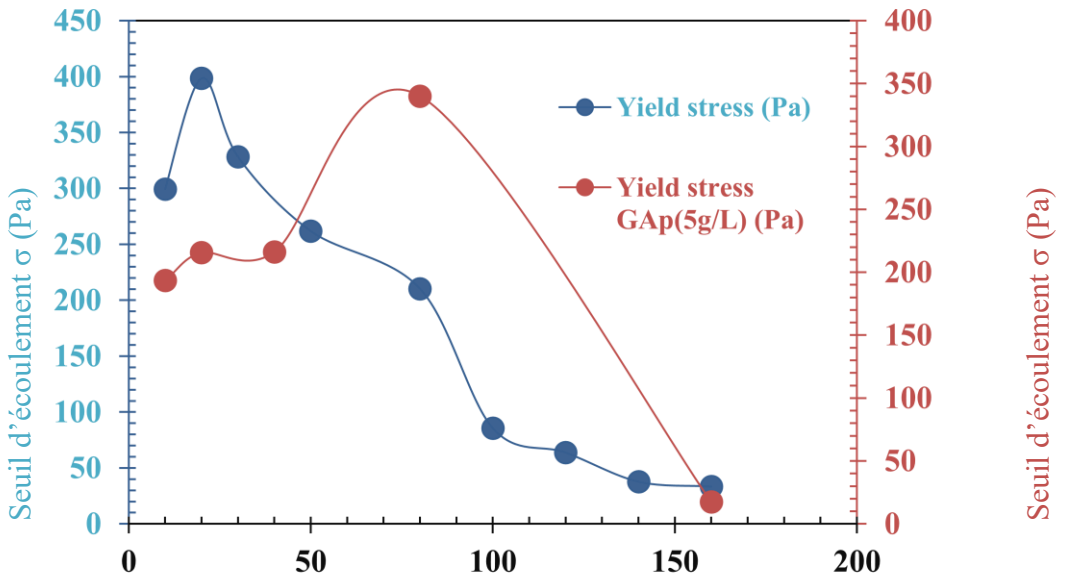


Figure. III.10 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl

III.3.4.3.2- Etude du système BTp- GAp-NaCl nommé deuxième ordre

Les courbes de variation du seuil d'écoulement pour le système BTp-eau-GAp-NaCl sont présentées sur la figure III.11. Dans ce système, une quantité dargile BTp à 8% (g/g) est mélangée avec la gomme arabique pure GAp (5 g/L) avant d'ajouter du NaCl à différentes concentrations allant 10 à 160 mmol/L. Le pH varie de 7,5 à 8,2 et la conductivité varie de 4,7 à 17,6 mS/cm.

Les résultats montrent que le seuil d'écoulement augmente avec la concentration en NaCl de 10 à 80 mmol/L et reste pratiquement constant entre 80 et 160 mmol/L. Les valeurs du seuil d'écoulement et du module d'élasticité de ce mélange de second ordre BTp-eau-GAp-NaCl, sont significativement plus élevées que celles du mélange de premier ordre BTp-eau-NaCl-GAp. Le seuil d'écoulement varie de 268 à 621 Pa dans le mélange de second ordre, et de 17,4 à 340 Pa dans le mélange de premier ordre.

L'augmentation des paramètres rhéologiques peut être attribuée à l'amélioration des interconnexions des particules par la présence de GAp à 5 g/L et à l'effet de coagulation des contre-ions Na^+ à ces concentrations. Shaikh et al, (2018) ont démontré que l'introduction

d'électrolytes (à partir de 10 mmol/L) dans les dispersions de bentonite inverse l'activité de floculation pour les polyacrylamides, bien qu'ils n'aient pas expliqué la cause de cette inversion.

Le changement de comportement entre les suspensions de premier et de second ordre peut être attribué à un effet de matrice (Fig.III.12):

- Dans le mélange de premier ordre, le GAp agit initialement sur une suspension coagulée (10 à 80mmol/L de NaCl), ce qui entraîne une augmentation du seuil d'écoulement. Pour les concentrations de NaCl plus élevées, l'action de la GAp s'effectue sur une suspension floculée, et les paramètres mesurés diminuent.

- Dans le mélange de second ordre, le NaCl agit sur les particules initialement dispersées de BTp, provoquant une coagulation et une augmentation du seuil d'écoulement. Le système reste déformable et répond élastiquement dans l'intervalle de concentration de NaCl considérés.

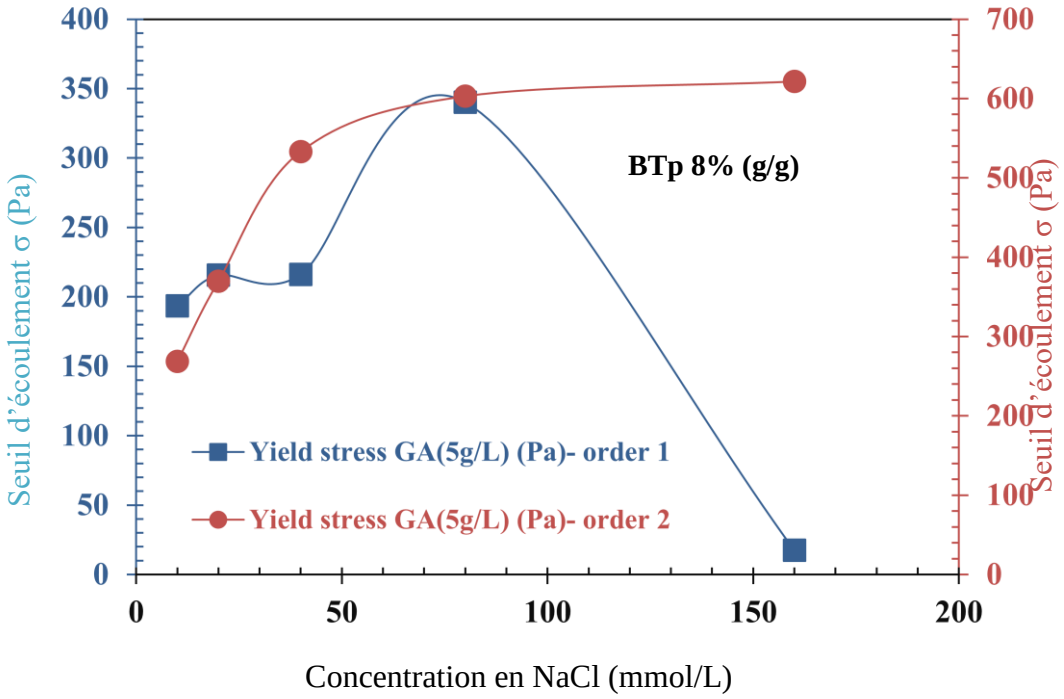


Figure. III.11 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la concentration en NaCl

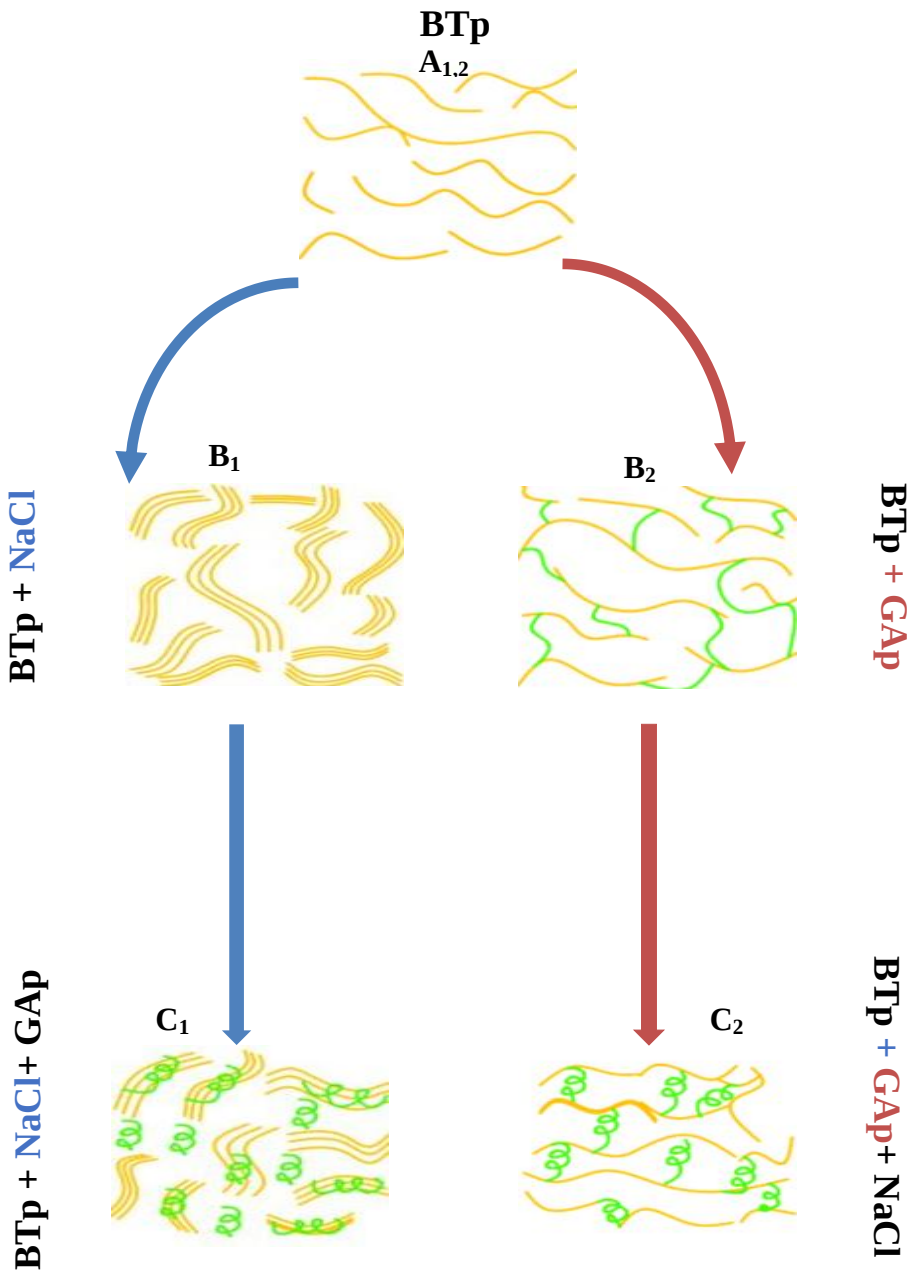


Figure. III.12 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange

$A_{1,2}$: BTp (8% w/w) +Eau;

B_1: BTp (8%w/w)+Eau+NaCl (100mmol/L);

C_1: BTp(8% w/w) +Eau+ NaCl (100mmol/L)+GAp (5g/L);

B_2: BTp (8% w/w) +Eau+GAp (5g/L)

C_2: BTp (8% w/w) +Eau+ GAp (5g/L) + NaCl (100mmol/L)

III.4- CONCLUSION

L'étude des propriétés physico-chimiques et rhéologiques des mélanges argile (bentonite purifiée, BTp) / biopolymère (gomme arabique purifiée, GAp) / électrolyte (NaClrendue possible par la purification des composants naturels, a donné lieu à plusieurs résultats clés :

- Transition sol-gel : La transition sol-gel se produit à une d'argile **comprise entre 1,2 % et 1,6 % (v/v)**, correspondant à **3–4 % (m/m)**, ce qui est relativement faible par rapport à d'autres argiles dans la littérature (Benna et al., 1999 ; M'bodj et al., 2004). Cela confirme la forte capacité de gonflement et de structuration de l'argile bentonite (BTp). Après la transition, la limite d'élasticité suit la loi d'échelle $\sigma = A(\varphi_v)^B$, A et B confirment la forte aptitude à la gélification de la bentonite purifiée utilisée.

- Effet du NaCl : À de faibles concentrations, l'ajout de NaCl induit une coagulation progressive des particules(compression de la double couche, ce qui favorise leur rapprochement et augmente le nombre de contacts interparticulaires (Face-Face, Bord-Face, Bord-Bord). Le seuil d'écoulement atteint un maximum à 20 mmol/L de NaCl (CMC), puis diminue aux concentrations plus élevées lorsque le système flocule et que le réseau tridimensionnel se désorganise. Il est important de noter que cette argile est particulièrement sensible à la salinité : le maximum est atteint à 20 mmol/L alors qu'il se situe autour de 112 mmol/L pour une argile interstratifiée contenant ~80 % de bentonite (M'bodj et al., 2004).- Adsorption de la gomme arabique **:** L'ajout de GAp aux suspensions de BTp conduit à une adsorption significative, qui augmente avec la concentration en NaCl. Le sel renforce cette adsorption par effet écran, en réduisant les répulsions électrostatiques entre deux colloïdes globalement chargés négativement. En l'absence de sel, l'adsorption de la gomme arabique s'accompagne d'une augmentation modérée du seuil d'écoulement entre 5 et 10 g/L. Au-delà, l'encombrement stérique et la saturation des sites d'adsorption conduisent à une diminution progressive du seuil d'écoulement.

- Effet de matrice et rôle de l'ordre d'incorporation : L'étude du système BTp/NaCl/GAp met en évidence un effet de matrice marqué : l'ordre d'introduction des composants conduit à des organisations microscopiques distinctes (suspension initialement coagulée ou non), se traduisant par des réponses macroscopiques différentes. Ainsi, des valeurs de seuil d'écoulement nettement différentes sont obtenues pour les deux ordres de mélange, montrant que l'ordre de préparation constitue un paramètre de formulation déterminant.

III.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abu-Jdayil, B., Ghannam, M., Ahmed, K. A., Djama, M., 2021. The effect of Biopolymers Chitosan on the Rheology and Stability of Na-Bentonite Drilling Mud. Polymers. 13, 3361. https://doi.org/10.3390/polym13193361

Ahmad, H.M., Kamal, M.S, Al-Harthi, M.A. 2018. Rheological and filtration properties of clay-polymer systems: Impact of polymer structure. Applied Clay Science. 160; 226-237. 10.1016/j.clay.2018.01.016

Akpan, E.U., Enyil, G.C., Nasr, G.G., 2020. Enhancing the performance of xanthan gum in water-based mud systems using an environmentally friendly biopolymer. Journal of Petroleum Exploration and Production Technology. 10, 1933-1948. https://doi.org/10.1007/s13202-020-00837-0

Alderman, N.J., Meeten, G.H., Sherwood, J.D., 1991. Vane rheometry of bentonite gels.

Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 39, 291–310. https://doi.org/10.1016/0377-0257(91)80019-G

Barnes, H.A., Nguyen, Q.D., 2001. Rotating vane rheometry — a review. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 98, 1–14. https://doi.org/10.1016/S0377-0257(01)00095-7

Benna M., Ariguib N., Magnin A., Bergaya F. 1999. Effet of pH on rheological properties of purified sodium bentonite suspensions. Journal of Colloid and Interface Science, 218; 442-455. https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6420

Choo, K. Y., Bai, K., 2015. Effects of bentonite concentration and solution pH on the rheological properties and long-term stabilities of bentonite suspensions. Applied Clay Science. 108; 182-190. https://doi.org/10.1016/j.clay.2015.02.023

Díaz, D.G., Navaza, J.M., Riveiro, L.C.Q., 2008. Intrinsic Viscosity and Flow Behaviour of Arabic Gum Aqueous Solutions. International Journal of Food Properties. 11, 773-780. https://doi.org/10.1080/10942910701596918

Kelessidis, V.C., Tsamantali, C., Dalamarinis, P., 2007. Effect of pH and electrolyte on the rheology of aqueous Wyoming bentonite dispersions. Applied Clay Science, 38; 86-96. https://doi.org/10.2495/MPF070171

Khodja, M., Canselier, J.P., Faiza, Bergaya F., Fourar, K., Khodja, M., Cohaut, N., Abdelbaki, B., 2010. Shale problems and water-based drilling fluid optimisation in

the Hassi Messaoud Algerian oil field. Applied Clay Science. 49, 383-393. https://doi.org/10.1016/j.clay.2010.06.008

Li, X., Fang, Y., Al-Assaf, S., Glyn, O. Phillips, G.O, Nishinari, K., Zhang, H., 2009. Rheological study of gum arabic solutions: Interpretation based on molecular self-association. Food Hydrocolloids. 23, 2394-2402

Luo, Z., Pei, J., Wang, L., Yu, P. Chen, Z., 2017. Influence of an ionic liquid on rheological and filtration properties of water-based drilling fluids at high temperatures. Applied Clay Science. 136, 96-102. https://doi.org/10.1016/j.clay.2016.11.015

M'bodj O, Kbir Ariguib N, Ayadi M, and Magnin A. 2004. « Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay-water-electrolyte-xanthan ». Journal of colloid and Interface Science 273: 675-684.

Ramos-Tejada M.M., Arroyo F.J., Duran J.D.G., Scaling behavior of the rheological properties of montmorillonite suspensions: Correlation between interparticle interaction and degree of flocculation, J. Colloid Interface Sci., 2001: 235; 251-259.

Rand, B., Pekenc, E., Goodwin, J.W., Smith, R.W. Investigation into the existence of edge-face coagulated structure into Na-rich montmorillonite suspensions. J. Chem. Society Faraday Transactions, 1980: 76; 225-235.

Reilly, S.I., Vryzaz, Z., Kelessidi, V.C., Gerogiorgis, D., 2016. First-principles rheological modelling and parameter estimation for nanoparticle-based smart drilling fluids. 26th European Symposium on Computer Aided Process Engineering. 38, 1039-1044. https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63428-3.50178-8

Sadeghalvaad, M., Sabbaghi, S., 2015. The effect of the TiO2/polyacrylamide nanocomposite on water-based drilling fluid properties, Powder Technology. 272, 113-119. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.11.032

Saleh, T.A., Sari, A., Tuzen, M., 2021. Development and characterization of bentonite-gum arabic composite as novel highly-efficient adsorbent to remove thorium ions from aqueous media. Cellulose. 28, 10321-10333. 10.1007/s10570-021-04158-1

Sanchez, C., Nigen, M., Tamayo, M.V., Doco, T., Williams, P., Amine, C., Renard, D., 2018. Acacia gum History of the future. 78; 140-160 https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.008

Shaikh, S.M.R., Nasser, M.S., Magzoub, M., Benamor, A., Hussein, I.A., El-Naas, M.H.,

Qiblawey, H., 2018. Effect of electrolytes on electrokinetics and flocculation behavior of bentonite-polyacrylamide dispersions. Applied Clay Science 158, 46–54. https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.03.017

Song K., Wu Q., Li M., Ren S., Dong, L., Zhang, X., Lei, T., Kojima Y., 2016. Water-based bentonite drilling fluids modified by novel biopolymer for minimizing fluid loss and formation damage. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 507, 58-66. 10.1016/j.colsurfa.2016.07.092.

Souza, G.S., Luporini, S., Rigoli, I.C., 2017. Rheological Characterization of Bentonite Dispersions with Xanthan for Oil Well Drilling Fluids. Mat. Res. 20, 159–166. https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0766

Tadros Th. F. Correlation of viscoelastic properties of stable and flocculated suspensions with their interparticle interactions. Advances in Colloid and Interface Science, 1996: 68; 97-200.

Villada, Y., Gallardo, F., Erdmann, E., Casis, N., Olivares, L., Estenoz, D., 2017. Functional characterization on colloidal suspensions containing xanthan gum (XGD) and polyanionic cellulose (PAC) used in drilling fluids for a shale formation. Applied Clay Science 149, 59–66. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.08.020

Yurany, V., Felipe, G., Eleonora, E., Natalia, C., Laura, O., Diana, E., 2017. Functional characterization on colloidal suspensions containing xanthan gum (XGD) and polyanionic cellulose (PAC) used in drilling fluids for a shale formation. Applied Clay Science. 149; 59-66. https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.08.020

Chapitre IV

FILTRATION DES MELANGES ARGILE-NACL-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

TABLE DE MATIERE

Chapitre IV : FILTRATION DES MELANGES ARGILE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

IV.1- INTRODUCTION 81
IV.2- MATERIELS ET METHODES 83
IV.2.1- Produits utilisés 83
IV.2.1.1- Argile 83
IV.2.1.2- Electrolyte 84
IV.2.1.3- Polymère 84
IV.2.2- Méthodes 84
IV.2.2.1- Propriétés de filtration des fluides de forage 84
IV.2.2.2- Installation expérimentale de mesure de la filtration statique 84
IV.2.2.3- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration 85
IV.2.2.3.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE) 85
IV.2.2.3.2- Perméabilité 86
IV.2.2.4- Préparation des échantillons 87
IV.2.2.4.1- Suspensions bentonite-eau 88
IV.2.2.4.2- Suspensions bentonite-eau-NaCl 88
IV.2.2.4.3- Suspensions bentonite-eau-gomme arabique 88
IV.2.2.4.4- Suspensions bentonite-NaCl-gomme arabique (Ordre 1) 88
IV.2.2.4.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (Ordre 2) 88
IV.2.2.5- Observation au microscope électronique à balayage (MEB) 89
IV.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 89
IV.3.1- Rappels sur le comportement rhéologique des suspensions filtrées Ordre 1 (NaCl ajouté avant la gomme arabique) 89
IV.3.2- Validation de la loi de Darcy 91
IV.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur les paramètres du gâteau 92
IV.3.3.1- Effet de la fraction de bentonite sur la perte d'eau 92
IV.3.3.2- Variation de l'épaisseur et de la masse du gâteau en fonction de la fraction de bentonite 94
IV.3.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur la perméabilité du gâteau 97
IV.3.3.4- Comparaison des effets de la bentonite sur le gâteau de filtration & la littérature 98
IV.3.4- Etude de l'effet du NaCl sur les paramètres et la texture du gâteau 99
IV.3.4.1- Effet du NaCl sur la masse, la perte d'eau et l'épaisseur du gâteau 99
IV.3.4.2- Effet du NaCl sur la perméabilité du gâteau 102
IV.3.4.3- Effet du NaCl sur la structure des gâteaux : bentonite-eau 103
IV.3.4.4- Comparaison des effets du NaCl sur le gâteau de filtration avec les données de la littérature 105
IV.3.5- Effets de la gomme arabique Mauritanienne sur les paramètres du gâteau 106
IV.3.5.1- Effet sur la masse du gâteau et la perte d'eau 107
IV.3.5.2- Effet sur l'épaisseur du gâteau 108
IV.3.5.3- Effet sur la perméabilité du gâteau 110
IV.3.5.4- Comparaison des effets de la gomme arabique mauritanienne avec les données de la littérature 113
IV.3.6- Etude de l'effet simultané du NaCl et de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau 114
IV.3.6.1- Effet de l'ordre 1 sur les paramètres du gâteau 115

IV.3.6.1.1- Effet de l'ordre 1 sur la perte d'eau 115
IV.3.6.1.2- Effet de l'ordre 1 sur l'épaisseur et la masse du gâteau 116
IV.3.6.1.3- Effet de l'ordre 1 sur la perméabilité du gâteau 119
IV.3.6.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration 119
IV.3.6.2- Effet de l'ordre 2 sur les paramètres du gâteau 122
IV.3.6.2.1- Effet de l'ordre 2 sur la perte d'eau 122
IV.3.6.2.2- Effet de l'ordre 2 sur l'épaisseur et la masse du gâteau 123
IV.3.6.2.3- Effet de l'ordre 2 du mélange bentonite-gomme-NaCl sur la perméabilité du gâteau 124
IV.3.6.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration 125
IV.3.7- Microscopie électronique à balayage des gâteaux de filtration 127
IV.4- CONCLUSION 129
IV.5- REFERENCES 131

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Planche IV.1 : Montage de la filtration statique 85
Figure. IV.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse, et des suspensions argile–gomme arabique (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl–gomme ; ordre 2 : argile–gomme–NaCl) 90
Figure IV.2: Validation de la loi de Darcy à 4×10^5 Pa, pour 2, 4, 6 & 8% (w/w) en argile 92
Figure. IV.3: Variation de la perte d'eau PE en fonction de la fraction massique de bentonite aux deux pressions appliquées 93
Figure IV.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 95
Figure. IV. 5 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 96
Figure. IV.6 : Variation de la différence d'épaisseur (Δe) en fonction de la fraction massique de bentonite 96
Figure IV.7. Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite a deux pressions 1×10^5 et 4×10^5 Pa 97
Figure IV.8 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 100
Figure. IV.9 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 101
Figure IV 10 : Variation l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 101
Figure IV.11: Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 103
Planche IV.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl, sous une pression de $1x10^5$ Pa 104
Figure IV.12: Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 107
Figure IV.13: Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 108
Figure IV.14 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 109
Figure IV.15a : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa 111

Figure IV.15b: Variation du pourcentage d'adsorption des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique 112
Figure IV.16 : Variation du potentiel zêta des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique 112
Figure IV.17 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 116
Figure IV.18 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 118
Figure IV.19 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 118
Figure IV.20 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 119
Planche IV.3 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 1, pression de $1x10^5$ Pa 121
Figure IV.21 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 et l'ordre 2en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 122
Figure IV.22 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 123
Figure IV.23 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 124
Figure IV.24 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa) 125
Planche IV.4 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 2 sous 1 bar 126
Planche IV.5: Images des gâteaux obtenues par observation au microscope électronique à balayage, (a) gâteau bentonite-eau, (b) gâteau bentonite-NaCl, (c) gâteau bentonite-gomme arabique et (d) gâteau bentonite-NaCl-gomme arabique 128

Chapitre IV

FILTRATION DES MELANGES ARGILE-NaCl-GOMME ARABIQUE MAURITANIENNE

IV.1- INTRODUCTION

Les bentonites constituent les types d'argiles les plus utilisées dans l'élaboration des fluides de forage (Gautam et al, 2018 ; Gamal et al, 2019 ; Gowida et al, 2020). Cette utilisation est due à leur capacité à présenter des propriétés rhéologiques particulières (gélification sous certaines conditions, thixotropie) et à et à former, au contact de la formation, un gâteau de filtration (filter cake) qui participe au maintien de la stabilité du puit. En effet, la formation de ce gâteau limite l'invasion de l'eau vers la formation géologique, à la fois pendant le forage et lors des phases d'arrêt de circulation.

Au cours des opérations de forage, on distingue deux types de filtration : dynamique au cours de la circulation du fluide ou statique au cours d'un arrêt éventuel de la circulation du fluide. Une propriété de filtration requise pour un bon fluide de forage est d'obtenir un gâteau avec une perméabilité adéquate. Si le gâteau est très perméable, une grande quantité d'eau du fluide de forage traversera le gâteau vers la formation géologique, entraînant la perte des propriétés rhéologiques requises du fluide ainsi que la pollution de la formation. Si le gâteau est imperméable, son épaisseur peut augmenter, ce qui entraîne une diminution du diamètre du puit et une augmentation de la pression dans le puit et par conséquent, le forage sera difficile à réaliser (Benna et al., 2001). La connaissance des propriétés de filtration est nécessaire pour assurer la bonne composition du fluide de forage.

Pour améliorer les propriétés rhéologiques et de filtration des fluides de forage, différents produits sont généralement ajoutés aux suspensions de bentonite. Ces produits interagissent avec la double couche électrique. En conséquence, ils influencent les interactions interparticulaires, ce qui conduit à un changement du comportement macroscopique de ces suspensions. Les additifs les plus utilisés sont les électrolytes et les polymères.

La présence d'électrolytes dans l'élaboration des boues de forage peut améliorer certaines propriétés rhéologiques mais peut aussi conduire à une dégradation des caractéristiques des gâteaux de filtration. En effet, la présence d'électrolytes entraîne l'agrégation des particules qui deviennent rigides et forment ainsi un mode d'association qui fragilise la structure du

gâteau (Yang et al., 2017 ; Ahmad et al., 2018 ; Rezine et al., 2021). Pour certaines concentrations de NaCl on obtient des gâteaux de filtration fissurés.

Plusieurs études sont également menées sur les propriétés rhéologiques et de filtration des suspensions de bentonite en présence de polymères (Ahmad et al., 2018 ; Tiwari et al., 2020 ; Koo et al., 2022). Ces études montrent que lorsqu'un polymère est en contact avec une suspension de bentonite, les interactions conduisent à l'adsorption du polymère par les particules de bentonite. Les polymères adsorbés à la surface des particules de bentonite se présentent sous la forme de « tête, train et queue ». Cette adsorption dépend des dimensions et de la flexibilité de la molécule de polymère. La couche de polymère adsorbée sur la surface des particules de bentonite peut conduire à la stabilisation des dispersions ou à leur floculation. Différents types de polymères sont utilisés dans l'élaboration des fluides de forage mais actuellement on utilise davantage les polymères biodégradables pour des restrictions d'ordre environnemental, raison pour laquelle dans cette étude on s'est intéressé à la gomme arabique mauritanienne.

La gomme arabique est un bio-polymère d'origine végétale. C'est une gomme naturelle obtenue à partir d'espèces d'acacia et elle est récoltée principalement en Afrique saharienne. Des études ont montré qu'elle est composée d'un mélange hétérogène de protéines et de polysaccharides différant par leur masse molaire et leur hydrophobicité (Sanchez et al., 2018 ; Atgie et al., 2019). Par la technique de chromatographie d'exclusion stérique, il est montré que la gomme arabique a un poids moléculaire continu allant de 5 kg/mol à 1000 kg/mol avec une masse molaire moyenne de 500 kg/mol. La chromatographie d'interaction hydrophobe a permis de décrire la gomme arabique comme un mélange de trois fractions : une fraction polysaccharidique riche en arabinogalactane constituant l'essentiel de la gomme (AG) (88%), un conjugué polysaccharide-protéine (AGP) (10%) et une fraction de glycoprotéines (GP) (2%) (Atgie et al., 2019). Les propriétés rhéologiques de la gomme arabique et plus particulièrement la viscosité des suspensions aqueuses de gomme arabique sont largement étudiées (Sanchez et al, 2002; Diego et al, 2008; Li et al, 2009; Sabiu et al, 2015; Hosseini et al, 2017). La gomme arabique contient deux acides uroniques qui sont responsables du caractère polyanionique de la gomme (Sanchez et al., 2002) et une grande quantité de groupements OH qui peuvent interagir chimiquement avec d'autres matériaux comme les argiles (Saleh et al., 2021). Cependant, l'utilisation de la gomme arabique avec les argiles reste peu étudiée (Alatunde et al., 2012 ; Kazeem et al., 2010). Les mélanges argile-

électrolyte-gomme arabique et plus particulièrement la filtration de ces mélanges sont quasi-inexistants dans la littérature.

Ce chapitre est consacré à l'étude de la filtration statique de suspensions constituées d'une bentonite purifiée, de chlorure de sodium (NaCl) et de gomme arabique mauritanienne également purifiée. L'objectif général de cette étude est d'évaluer l'influence de ces constituants — considérés individuellement ou en combinaison — sur les performances de filtration des systèmes argileux. Dans cette optique, les objectifs spécifiques suivants ont été poursuivis :

- Analyser l'évolution des caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration, en particulier la rétention, la perte d'eau, l'épaisseur du gâteau, ainsi que la perméabilité, en fonction de la composition de la suspension ;
- Étudier l'effet de la pression appliquée sur la compaction du gâteau et les paramètres associés à la filtration ;
- Identifier l'influence de l'ordre d'incorporation des constituants (bentonite, NaCl, gomme arabique) lors de la préparation des suspensions, sur les propriétés de filtration, en s'appuyant sur les résultats du chapitre précédent ayant mis en évidence l'effet structurant de cet ordre sur la rhéologie des suspensions ;
- Établir un lien entre la microstructure des gâteaux formés, observée notamment par microscopie électronique à balayage (MEB), et les propriétés rhéologiques des suspensions avant filtration, afin de mieux comprendre les mécanismes physiques et colloïdaux gouvernant le comportement de ces systèmes complexes en filtration.
- Relier la morphologie finale du gâteau de filtration et l'apparition éventuelle de fissure à la composition de la suspension filtrée.

IV.2- MATERIELS ET METHODES

La composition exacte des matériaux, les résultats des analyses physico-chimiques, ainsi que les protocoles de préparation sont exposés en détail dans le chapitre II**.**

IV.2.1- Produits utilisés

IV.2.1.1- Argile

L'argile utilisée dans cette étude est une bentonite commercialisée par Sigma-Aldrich (montmorillonite CAS N : 1302-78-9), de masse molaire 180.1g/mol, de pH entre 6-9 et de

densité relative 2.4g/cm^3. Elle est purifiée avant utilisation par la méthode d'échange cationique.

IV.2.1.2- Electrolyte

L'électrolyte utilisé dans cette étude est le chlorure de sodium (NaCl), fourni par VWR Chemicals (CAS n° 7647-14-5). Ce sel présente une pureté de 99,6 %, un pH de 5,4 à 25 °C, et une masse molaire de 58,44 g/mol.

IV.2.1.3- Polymère

Le biopolymère utilisé dans cette étude est la gomme arabique, collectée dans la région de Boutilimit, située au sud-ouest de la Mauritanie. Il s'agit d'une gomme naturelle, dont la composition brute peut contenir diverses impuretés, notamment du sable, des débris végétaux et des insectes. Afin de garantir la reproductibilité des expériences et d'éviter toute altération des propriétés physico-chimiques des suspensions, la gomme est purifiée avant utilisation selon un protocole spécifique

IV.2.2- Méthodes

IV.2.2.1- Propriétés de filtration des fluides de forage

La filtration du fluide de forage se produit sous l'effet de la pression différentielle (différence entre la pression du fluide et celle de la formation) lorsque le fluide se trouve au contact d'une paroi poreuse et perméable. La pression dans le puits étant supérieure à celle de la formation, du liquide pénètre dans la formation tandis que les particules solides présentes dans la boue sont déposées et forment ainsi un gâteau. L'épaisseur du gâteau formé augmente avec le temps. Comme dans la majeure partie des cas, la structure du gâteau et sa perméabilité peuvent aussi varier avec le temps, si la contrainte compressive appliquée sur le gâteau varie avec le temps Les propriétés de filtration des fluides de forage doivent être aussi évaluées et contrôlées par des tests régis par les recommandations de l'API. Ce sont des tests en régime statique utilisant un filtre-presse standardisé. Ces mesures peuvent être faites sous conditions de haute pression et de haute température (Khodja et al., 2009).

IV.2.2.2- Installation expérimentale de mesure de la filtration statique

Au cours des expériences, la filtration statique est réalisée en utilisant une cellule de filtration millipore (Cellule Amicon 8050) mise sous pression à l'aide d'un circuit d'air comprimé. Les pressions appliquées au cours des expériences sont 1 et 4 bars. Un capteur de pression est également employé pour plus de précision sur la pression appliquée (planche 1). Les filtres utilisés sont de 0.22 µm de diamètres de pores. Pour toutes les expériences un volume fixe 20

ml de suspension est introduit dans la cellule à l'aide d'une seringue. Le filtrat est récupéré dans un flacon qui est placé sur une balance KERN de précision 0.001g. La balance est reliée à un ordinateur qui permet l'acquisition de la masse du filtrat en fonction du temps. Les données numériques obtenues au cours de l'acquisition permettent d'obtenir une courbe de volume du filtrat en fonction du temps. Cette courbe permet le calcul des paramètres du gâteau de filtration tel que : la rétention d'eau, la perte d'eau, la porosité, la perméabilité. La masse, l'épaisseur et le volume final du filtrat sont déterminés immédiatement après chaque expérience.



Planche IV.1 : Montage de la filtration statique

IV.2.2.3- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration

IV.2.2.3.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE)

La perte d'eau est définie comme étant le rapport du volume final du filtrat par le volume initial de la suspension filtrée (exprimé en %).

$$PE = \left(\frac{V_{ff}}{V_i}\right).100 \qquad \text{(IV.1)}$$

Avec $V_{f.f}$: volume final du filtrat et $V_{i.}$: volume initial de la suspension filtrée.

La rétention d'eau (RE) est le complément de la perte d'eau et elle s'exprime de la manière suivante (exprimée en %)

$$RE = (100\text{-}PE).100 \qquad \text{(IV.2)}$$

IV.2.2.3.2- Perméabilité

Le modèle utilisé pour cette filtration statique afin d'étudier certaines caractéristiques du gâteau de filtration est basé sur la loi de Darcy. Ce modèle suppose que la microstructure du gâteau en formation ne subit aucune modification et qu'elle est uniforme.

D'après la loi de Darcy la vitesse de filtration à travers un cake est donnée par la relation suivante :

$$\frac{dV_{filtrat}}{dt} = \frac{k.S.P}{\mu.e} \qquad \text{(IV.3)}$$

avec : $V_{filtrat}$: représente le volume du filtrat (m^3) au temps t, S : est une section de filtration (m^2),

P : pression appliquée (Pa), μ : viscosité du filtrat (Pa.s), e : épaisseur du gâteau (m).

En tenant compte de la conservation du volume exprimée par l'équation suivante :

$$dV_s+dV_c+dV_{filtrat}=0 \qquad \text{(IV.4)}$$

avec : V_s volume de la suspension de départ,V_c volume du gâteau.

L'intégration de l'équation (IV.4) donne

$$V_{filtrat}=V_s-V_c \qquad \text{(IV.5)}$$

Et en définissant $\nu < 1$ comme étant le rapport du volume du gâteau sur le volume de la suspension, on obtient après dérivation :

$$dV_s = -\frac{dV_c}{\nu} \qquad \text{(IV.6)}$$

et d'après l'équation (IV.6), l'équation (IV.4) devient

$$dV_{filtrat} = \left[\frac{(1-\nu)}{\nu}\right].dV_c \qquad \text{(IV.7)}$$

Sachant que

$$V_c=S.e \qquad \text{(IV.8)}$$

Et à partir de l'équation (IV.7), l'équation (IV.3) devient

$$V_c.dV_c=\left(\frac{k.S^2.P}{\mu}\right).\left[\frac{v}{(1-v)}\right].dt \qquad \text{(IV.9)}$$

L'intégration de l'équation (IV.9) donne :

$$V_c^2=\left(\frac{2.k.S^2.P}{\mu}\right).\left[\frac{v}{(1-v)}\right].t \qquad \text{(IV.10)}$$

A partir des équations (IV.5) et (IV.6), l'équation (IV.10) devient

$$V_{filtrat}^2=\left(\frac{2.k.S^2.P}{\mu}\right).\left[\frac{(1-v)}{v}\right].t \qquad \text{(IV.11)}$$

où $\frac{(1-v)}{v}$ peut être facilement remplacé par le rapport du volume final du filtrat au volume du gâteau (équation (IV.5), et d'après l'équation (IV.6) la forme finale de la loi de Darcy peut être écrite comme suit :

$$V_{filtrat(t)}^2=\left(\frac{2.k.S.P}{\mu.e}\right).V_{filtrat(final)}.t \qquad \text{(IV.12)}$$

Ceci montre que la perméabilité, k, peut être déterminée expérimentalement à partir des courbes $V_{filtrat}^2 = f(t)$ où la pente est égale au terme : $\frac{2.k.S.P.V_{filtrat(final)}}{\mu.e}$

IV.2.2.4- Préparation des échantillons

La méthode de préparation des suspensions contenant de l'argile, de l'eau, un électrolyte et un polymère exerce une influence déterminante sur leur stabilité au cours du temps ainsi que sur leur comportement rhéologique (Benna et al., 1999). Il est donc essentiel d'appliquer une méthode de préparation rigoureusement identique pour garantir la reproductibilité des résultats expérimentaux. Toutes les suspensions sont préparées à température ambiante (25 °C). Dans le cas des mélanges simultanés des trois composants (argile, NaCl et gomme arabique), deux protocoles distincts ont été suivis :

- Ordre 1 : introduction successive de l'argile, du NaCl, puis de la gomme arabique ;
- Ordre 2 : introduction de l'argile, suivie de la gomme arabique, puis du NaCl.

IV.2.2.4.1- Suspensions bentonite-eau

Une masse précisément définie de bentonite (2, 4, 6, 8% (g/g)) est dispersée dans de l'eau déminéralisée. La suspension obtenue est soumise à une agitation continue pendant 20 heures, puis laissée au repos pendant 24 heures à température ambiante avant d'être utilisée pour les mesures.

IV.2.2.4.2- Suspensions bentonite-eau-NaCl

Des solutions de NaCl de différentes concentrations, comprises entre 0,01 M et 0,2 M, sont préparées par dilution à partir d'une solution mère à 1 mol/L. Une masse de 8%(g/g) de bentonite est ensuite ajoutée à chaque solution. Les suspensions ainsi obtenues sont agitées pendant 20 heures, puis laissées au repos pendant 24 heures à température ambiante avant d'être soumises aux mesures.

IV.2.2.4.3- Suspensions bentonite-eau-gomme arabique

Différentes suspensions de gomme filtrée, allant de 5000 à 40000 ppm, sont préparées dans de l'eau déminéralisée, puis une masse spécifique de bentonite est ajoutée à chacune de ces suspensions, et les mélanges sont agités pendant 20 heures. Les suspensions bentonite-gomme arabique ainsi obtenues sont laissées au repos pendant 24 heures avant les analyses.

IV.2.2.4.4- Suspensions bentonite-NaCl-gomme arabique (Ordre 1)

Pour la préparation des suspensions bentonite–NaCl–gomme arabique, une masse déterminée de bentonite est d'abord dispersée dans une solution de NaCl à concentration spécifiée. Le mélange est ensuite agité pendant 20 heures, puis laissé au repos pendant 24 heures à température ambiante.

Parallèlement, une solution de gomme arabique hydratée est préparée à 5 °C (réfrigération) afin d'assurer une bonne dissolution et de limiter les dégradations. Cette solution est ensuite ajoutée au mélange bentonite–NaCl. Le système complet est alors soumis à une nouvelle agitation pendant 20 heures, suivie d'un repos de 24 heures avant la réalisation des mesures.

IV.2.2.4.5- Suspensions bentonite-gomme-NaCl (Ordre 2)

Pour la préparation des suspensions bentonite–gomme arabique–NaCl, une masse déterminée de gomme arabique est ajoutée à une suspension de bentonite préalablement préparée. Le mélange est ensuite agité pendant 20 heures, puis laissé au repos pendant 24 heures à température ambiante.

Des quantités variables de NaCl sont ensuite ajoutées aux suspensions bentonite–gomme arabique, suivies d'une nouvelle agitation de 20 heures. Les suspensions finales sont laissées au repos pendant 24 heures avant d'être soumises aux analyses.

IV.2.2.5- Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée afin d'observer la microstructure des gâteaux de filtration. Pour ce faire, des échantillons de forme « allumette » d'environ 1 mm de largeur sont découpés à partir de chaque gâteau. Ces échantillons sont ensuite séchés à température ambiante avant d'être analysés à l'aide d'un microscope électronique à balayage à émission de champ (MEB-FEG), modèle QUANTA 250 (Thermo Fisher Scientific).

IV.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS

Dans un premier temps, nous nous intéresserons à la filtration des suspensions d'argile sans ajout de bio-polymère. Cette étude servira de référence pour une comparaison avec les caractéristiques de la filtration des suspensions argileuses modifiées par l'ajout de gomme arabique, préparées selon le protocole dit de "premier ordre". Enfin, nous analyserons les performances de filtration des suspensions argileuses contenant également de la gomme arabique, préparées selon le protocole de "deuxième ordre", afin d'évaluer l'impact des conditions de préparation sur les propriétés de filtration.

Dans cette étude, l'influence de la fraction massique de bentonite, de la concentration en NaCl et de la concentration en gomme arabique sur les paramètres du gâteau de filtration a été étudiée sous des pressions de 1×10^5 Pa et 4×10^5 Pa.

IV.3.1- Rappels sur le comportement rhéologique des suspensions filtrées

Dans cette section, nous rappelons les principaux résultats concernant le comportement rhéologique des suspensions initiales, lesquelles seront utilisées dans les expériences de filtration et dans les analyses ultérieures.

L'étude de l'effet de la fraction volumique de bentonite a permis de mettre en évidence une transition sol-gel caractéristique du système, observée entre 3 et 4% en masse.

La Figure IV.1 illustre l'évolution des seuils d'écoulement pour les suspensions d'argile à 8 % en masse, ainsi que pour les suspensions argile–gomme arabique (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation.

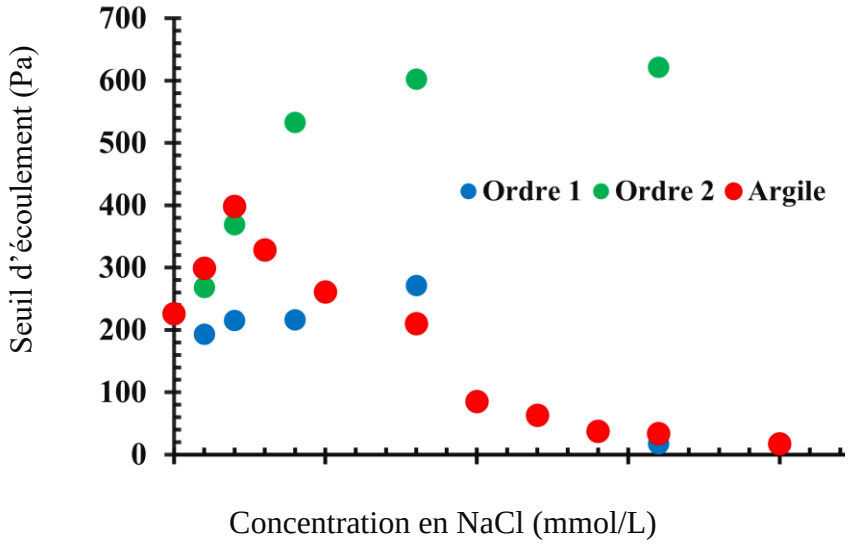


Figure. IV.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse, et des suspensions argile–gomme arabique (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl–gomme ; ordre 2 : argile–gomme–NaCl)

Pour les suspensions aqueuses d'argile, à faible concentration de NaCl, le seuil d'écoulement augmente avec la concentration en sel, atteignant un maximum à 30-40 mmol/L. Ce maximum correspond à la concentration maximale de coagulation (CMC). Cette augmentation s'explique par une agrégation progressive des particules d'argile, due à la diminution des forces répulsives entre elles, causée par la compression de la double couche diffuse (effet écran des ions Na+). Cela entraîne un rapprochement des particules sans sédimentation visible, suggérant une réorganisation du réseau tridimensionnel. Cependant, à des concentrations de NaCl supérieures à 30-40 mmol/L, les forces attractives dominent totalement à cause de l'effet écran complet. Cela provoque une agrégation excessive en particules compactes et isolées, réduisant les contacts entre agrégats. Le réseau tridimensionnel s'effondre, ce qui entraîne une diminution brutale du seuil d'écoulement.

Pour les suspensions argileuses additivées de gomme arabique, la différence observée entre les préparations selon l'ordre 1 et l'ordre 2 s'explique principalement par la séquence d'introduction des constituants, qui conditionne les mécanismes d'interaction colloïdale et la structuration du réseau particulaire dès les premières étapes de formation du système.

- Ordre 1 (NaCl ajouté avant la gomme arabique)

Lorsque le chlorure de sodium (NaCl) est introduit en premier dans la suspension, il induit une compression immédiate de la double couche électrique entourant les particules de bentonite. Comme observé dans les suspensions d'argile sans polymère, cette compression conduit initialement à une augmentation du seuil d'écoulement. Toutefois, au-delà d'une concentration de 80 $mmol \cdot L^{-1}$, la réduction des forces répulsives interparticulaires favorise une floculation précoce des plaquettes d'argile. Les agrégats formés dans ces conditions sont volumineux et relativement rigides. L'introduction ultérieure de la gomme arabique n'a alors qu'un effet limité sur la redispersion du système, les agrégats étant déjà formés et peu réversibles. À une concentration de 160 $mmol \cdot L^{-1}$, le seuil d'écoulement de la suspension argile–gomme arabique devient comparable, voire légèrement inférieur, à celui de la suspension d'argile seule.

- Ordre 2 (gomme arabique ajoutée avant le NaCl)

Lorsque la gomme arabique est ajoutée en premier, ses propriétés dispersantes dominent initialement le comportement du système. Le seuil d'écoulement augmente avec l'augmentation de la concentration en NaCl pour devenir à peu près constant à partir de 80 mmol/L. Les groupements fonctionnels du polymère s'adsorbent sur les surfaces de bentonite, augmentant les charges négatives et renforçant les forces répulsives interparticulaires. Cela favorise une bonne dispersion des particules et la formation d'un réseau homogène et étendu. L'ajout ultérieur de NaCl réduit partiellement ces répulsions, mais la dispersion initiale prévient une floculation massive.

IV.3.2- Validation de la loi de Darcy

La représentation du carré du volume du filtrat en fonction du temps, pour les suspensions purifiées de bentonite aux fractions massiques de 2 %, 4 %, 6 % et 8 % (g/g), est présentée à la figure IV.2. L'ensemble des courbes présente une évolution linéaire, conformément aux prévisions de l'équation IV.3, sur la majeure partie du temps de filtration, traduisant un régime de filtration stable. Par ailleurs, le temps requis pour atteindre un volume de filtrat donné augmente avec la fraction massique de bentonite. Cette évolution linéaire est également observée sur les courbes de l'effet du NaCl et de la gomme arabique.

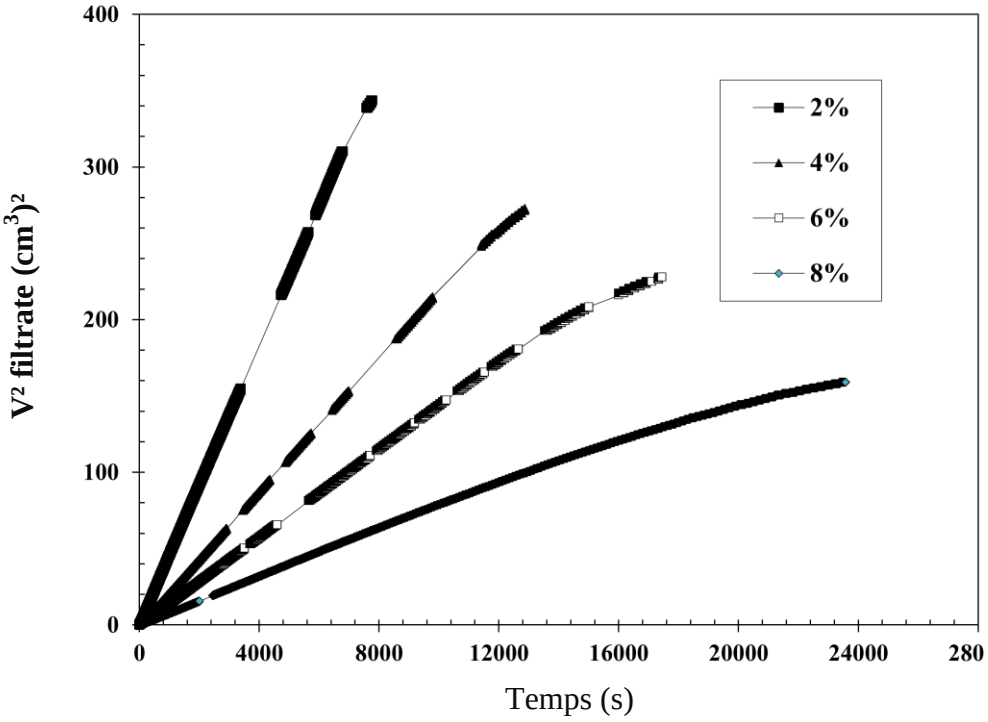


Figure IV.2: Validation de la loi de Darcy à 4×10^5 Pa, pour 2, 4, 6 and 8% (w/w) en argile.

IV.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur les paramètres du gâteau

IV.3.3.1- Effet de la fraction de bentonite sur la perte d'eau

La figure IV.3 présente l'évolution de la perte d'eau PE (Eq. IV.1) en fonction de la fraction massique de bentonite, pour deux niveaux de pression appliquée (1×10^5 Pa et 4×10^5 Pa). Quelle que soit la pression appliquée, on observe une diminution progressive de la perte d'eau lorsque la fraction massique de bentonite augmente.

La perte d'eau diminue avec l'augmentation de la fraction massique de bentonite, pour toutes les fractions et aux deux pressions appliquées. Pour une fraction d'argile donnée, la perte d'eau augmente avec la pression. Cela peut être expliqué de la manière suivante :

Lors de la filtration d'une suspension d'argile, la rétention en eau augmente lorsque la quantité d'argile dans la suspension d'argile augmente. Cela s'explique par plusieurs phénomènes physiques. Tout d'abord, l'augmentation de la fraction massique de bentonite entraîne une accumulation plus importante de particules d'argile par unité de volume qui, au cours de la filtration, augment les possibilités de rétention d'eau. Ce qui entraine en conséquence la diminution de la quantité d'eau libérée par le gâteau de filtration.

Par ailleurs, les particules d'argile, notamment la bentonite qui est une argile de type smectite, possèdent une très forte capacité de rétention d'eau en raison de leur structure en feuillets, la charge sur les feuillets et de leur grande surface spécifique. À mesure que la quantité d'argile augmente, le nombre de sites disponibles pour l'adsorption de molécules d'eau s'accroît, renforçant ainsi la rétention globale d'eau dans le système.

Enfin, l'effet de la pression appliquée pendant la filtration contribue à libérer l'eau du gâteau. Une pression plus élevée compacte davantage le gâteau de filtration, Ce qui entraine une augmentation de la perte d'eau. Cette interaction entre la fraction massique d'argile, la structure du gâteau de filtration et la pression appliquée explique la diminution de la perte d'eau observée lorsque la concentration d'argile augmente et la diminution de la perte d'eau lorsque la pression diminue.

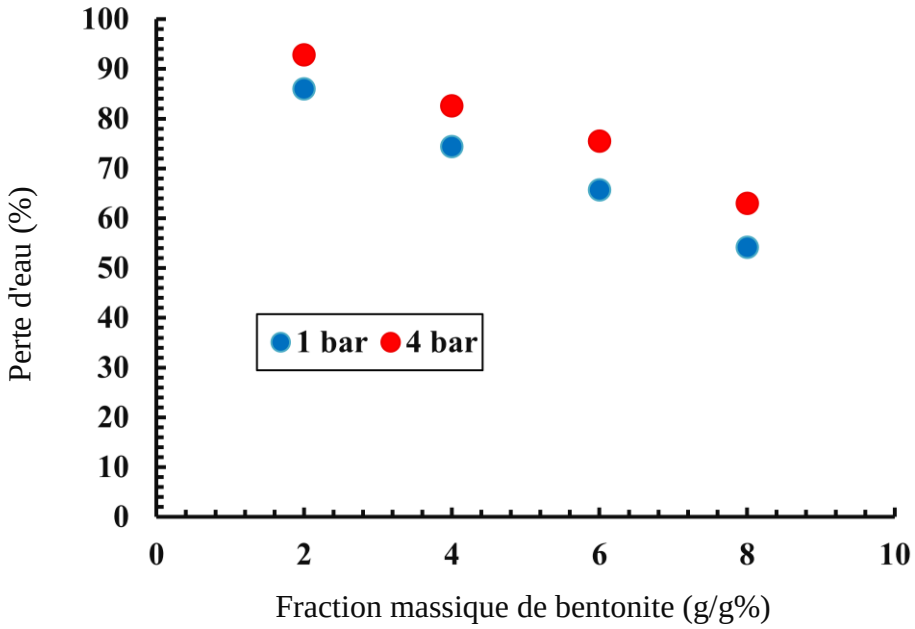


Figure. IV.3: Variation de la perte d'eau PE en fonction de la fraction massique de bentonite aux deux pressions appliquées.

IV.3.3.2- Variation de l'épaisseur et de la masse du gâteau en fonction de la fraction de bentonite

Les évolutions de l'épaisseur et de la masse du gâteau de filtration en fonction de la fraction massique de bentonite ont été étudiées sous deux niveaux de pression appliquée : 1×10^5 Pa (1 bar) et 4×10^5 Pa (4 bars). Les résultats expérimentaux sont présentés aux figures IV.4 et IV.5 En complément, la figure IV.6 montre l'évolution de la différence d'épaisseur (Δe), correspondant à l'écart entre les épaisseurs des gâteaux mesurées sous les deux pressions, en fonction de la teneur en bentonite.

L'épaisseur et la masse du gâteau augmentent logiquement avec la fraction massique d'argile dans la suspension :

- Sous 1×10^5 Pa, l'augmentation est modérée entre 2 % et 4 % (g/g), puis devient plus marquée entre 4 % et 8 %.
- Sous 4×10^5 Pa, l'épaisseur mesurée à 2 % (g/g) reste très proche de celle obtenue sous 1 bar. À partir d'une fraction située entre 3 % et 4 % (g/g), l'épaisseur commence à croître significativement, et l'écart entre les deux courbes (1 bar et 4 bars) s'amplifie avec l'augmentation de la concentration en bentonite.

Le changement de comportement observé entre 3 % et 4 % (g/g) est corrélé à l'apparition d'une transition sol–gel dans les suspensions à filtrer. En effet, comme le montre le chapitre III, une valeur seuil d'écoulement émerge dans cette plage de concentration, indiquant la formation d'un réseau colloïdal interconnecté. Ce phénomène se traduit, lors de la filtration, par la formation de gâteaux plus compacts et cohésifs, avec une capacité réduite à relarguer l'eau, comme le confirme également la figure IV. 3.

La différence d'épaisseur (Δe) entre les deux pressions reste très faible à 2 % (g/g), mais augmente rapidement entre 4 % et 8 %, traduisant une évolution significative de la structure du gâteau.

Ces résultats peuvent être interprétés à la lumière des mécanismes de déshydratation et de contraction mécanique des gâteaux :

- À faible concentration en bentonite (2 %), les feuillets d'argile, fins et flexibles, permettent une contraction facile du gâteau, même sous une faible contrainte mécanique. Les épaisseurs mesurées à 1 et 4 bars restent alors similaires, et l'écart Δe est limité.
- En revanche, lorsque la concentration en bentonite augmente (à partir de 3–4 % jusqu'à 8 %), les particules d'argile tendent à s'agréger en structures empilées, ou en paquets plus rigides, conférant au gâteau une structure plus résistante. Dans ces conditions, une pression plus élevée est nécessaire pour induire une contraction significative sans provoquer de blocage mécanique du réseau particulaire.

Ainsi, à mesure que la teneur en bentonite augmente, l'efficacité de la contraction du gâteau sous pression modérée (1 bar) diminue, tandis qu'une pression plus élevée (4 bars) permet une contraction plus importante, ce qui se traduit par une augmentation progressive de l'écart d'épaisseur (Δe), directement corrélée à la fraction massique en bentonite.

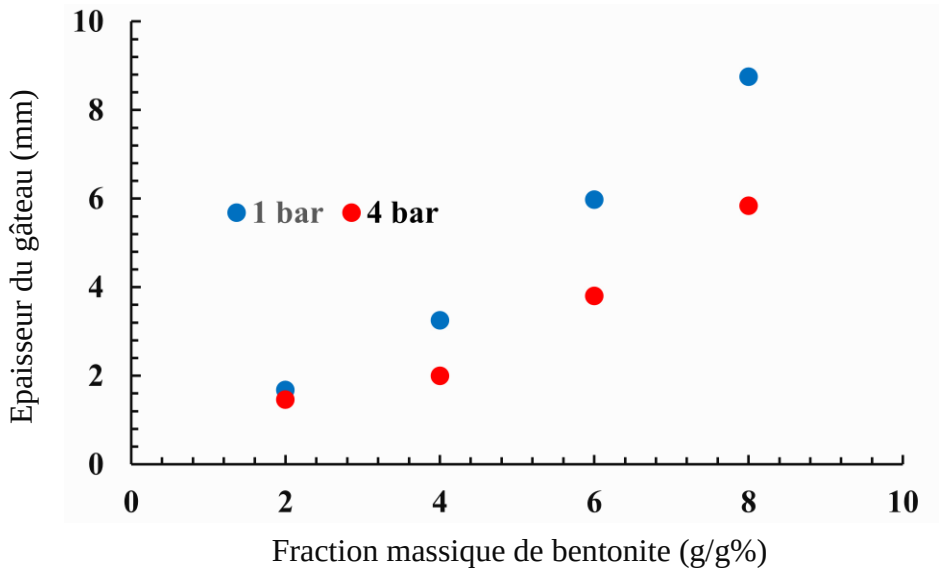


Figure IV.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

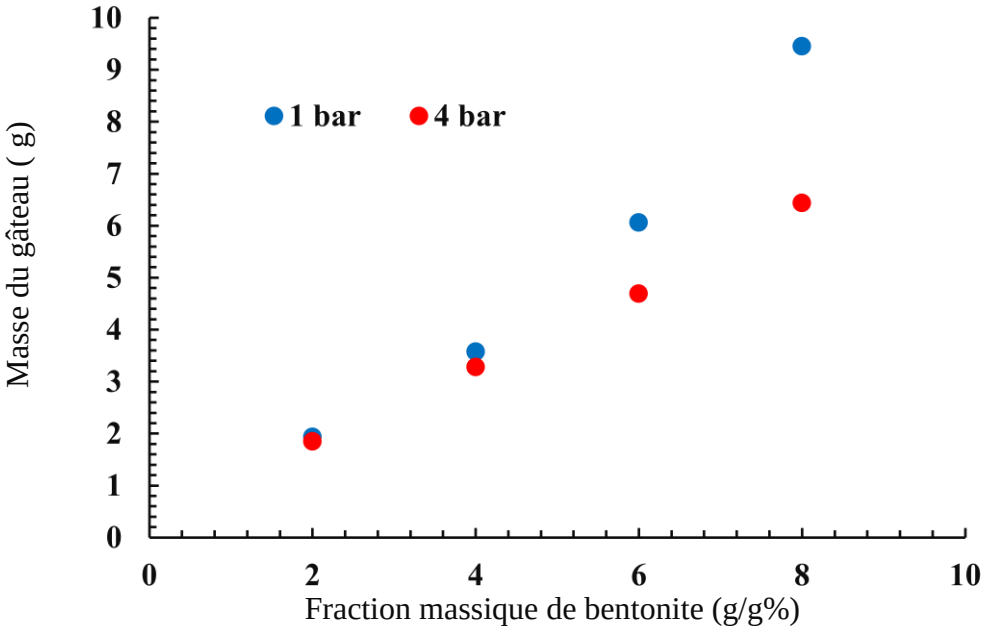


Figure. IV. 5 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite à 1×105 et 4×105 Pa.

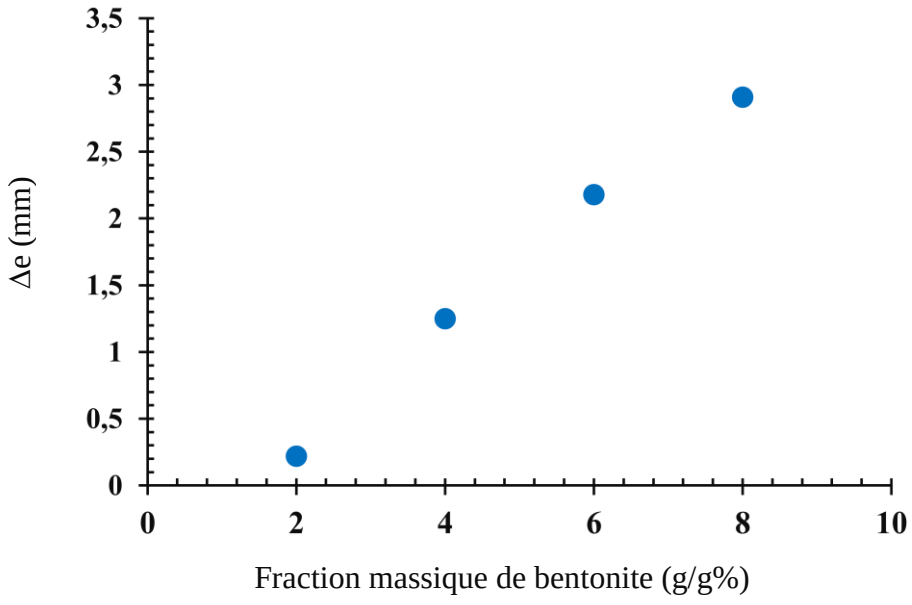


Figure. IV.6 : Variation de la différence d'épaisseur (Δe) en fonction de la fraction massique de bentonite

IV.3.3.3- Effet de la fraction de bentonite sur la perméabilité du gâteau

La perméabilité des gâteaux a été déterminée à l'aide de la loi de Darcy (Eq. IV.3). Les résultats expérimentaux sont présentés dans la figure IV.7.

Sous une pression de 1×10^5 Pa (1 bar), les valeurs de perméabilité augmentent modérément à partir de 4%. Sous une pression de 4×10^5 Pa (4 bars), les valeurs sont significativement plus faibles, mais relativement constante en fonction de la concentration en argile.

Pour une fraction massique de bentonite donnée, la perméabilité diminue systématiquement avec l'augmentation de la pression appliquée. Cette réduction s'explique par le resserrement progressif des pores au sein du gâteau, dû à l'entassement accru des feuillets d'argile sous l'effet de la contrainte mécanique. Ce phénomène limite la circulation du fluide à travers le matériau filtrant, en augmentant la compacité et en réduisant la porosité interparticulaire.

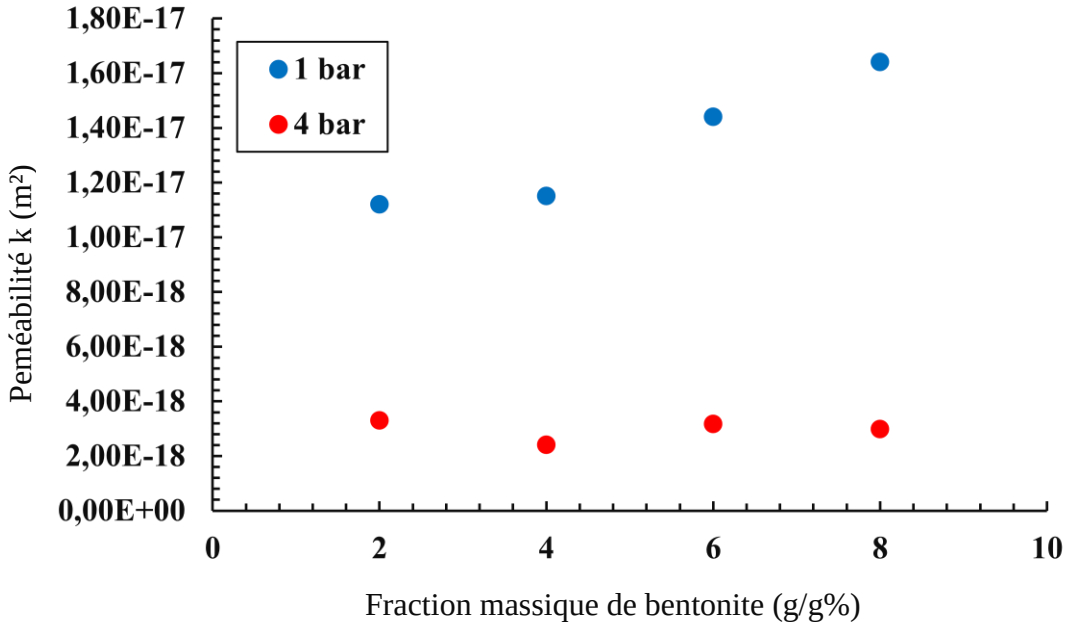


Figure IV.7. Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la fraction massique de bentonite a deux pressions 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

IV.3.3.4- Comparaison des effets de la bentonite sur le gâteau de filtration avec la littérature

Les résultats de l'étude de l'effet de la fraction massique de bentonite mettent en évidence, d'une part, une dépendance marquée des paramètres du gâteau de filtration vis-à-vis de la teneur en argile, et d'autre part, la possibilité d'identifier la transition sol–gel à partir de mesures réalisées en filtration statique. Ces observations soulignent l'intérêt de la méthode de filtration comme outil expérimental pertinent, permettant non seulement de caractériser les propriétés mécaniques du gâteau, mais également d'appréhender les phénomènes de structuration associés à l'évolution de la concentration en bentonite.

Ces résultats obtenus peuvent être comparés avec l'étude suivante :

- Benna et al. (2001), dans leur étude portant sur la filtration statique d'une bentonite purifiée, ont examiné l'effet de différentes fractions massiques de bentonite, variant de 1 à 7 % (g/g), sur les paramètres du gâteau de filtration sous deux niveaux de pression : 1,5 et 5,7 bars. Les résultats obtenus montrent qu'une augmentation de la fraction de bentonite entraîne une augmentation de l'épaisseur du gâteau formé, ce qui conduit à une réduction de la quantité d'eau extraite et, par conséquent, à une diminution progressive de la perméabilité du gâteau. À une pression de 1,5 bar, les perméabilités mesurées varient de $4{,}87\text{x}10^{-18}$ m² pour une fraction massique de 1 % à $1{,}43\text{x}10^{-18}$ m² pour une fraction de 7 %. Sous une pression de 5,7 bars, les valeurs de perméabilité diminuent davantage, allant de $0{,}57\text{x}10^{-18}$ m² (1 % g/g) à $0{,}19\text{x}10^{-18}$ m² (7 % g/g). Par ailleurs, la transition sol-gel a été identifiée à une fraction massique de 5,5 % (g/g), sur la base des variations observées des pertes d'eau et de l'épaisseur du gâteau. Leurs observations peuvent sembler, en apparence, contradictoires avec les nôtres. Toutefois, il convient de souligner que leurs résultats ont été obtenus dans un domaine de concentration situé en dessous ou à proximité de la transition sol–gel des suspensions filtrées. En revanche, les observations présentées dans cette étude portent sur des concentrations majoritairement supérieures à cette transition. Dans ces conditions, les comportements observés ne sont pas nécessairement comparables. Il est d'ailleurs important de noter que Benna *et al.,* rapportent également une perméabilité relativement constante au-delà de la transition sol–gel, ce qui est cohérent avec nos propres résultats.

IV.3.4- Etude de l'effet du NaCl sur les paramètres et la texture du gâteau

L'effet du chlorure de sodium (NaCl) sur les paramètres du gâteau de filtration a été étudié pour une fraction massique de bentonite de 8 % (g/g), en faisant varier la concentration en NaCl de 10 mmol/L à 160 mmol/L, et ce, sous deux niveaux de pression appliquée : 1×10^5 Pa et 4×10^5 Pa.

En présence de NaCl, il a été possible de déterminer de manière fiable plusieurs paramètres caractéristiques du gâteau. Toutefois, à certaines concentrations en sel, des déformations locales du gâteau ont été observées (Planche 1), ce qui a pu altérer ponctuellement la qualité de certaines mesures

IV.3.4.1- Effet du NaCl sur la masse, la perte d'eau et l'épaisseur du gâteau

Les masses mesurées des gâteaux de filtration, leurs pertes d'eau ainsi que leurs épaisseurs sont présentées respectivement dans les ffigures IV.8, IV.9 et IV.10. Les résultats montrent que, pour les faibles concentrations en NaCl, la masse du gâteau et son épaisseur tendent à augmenter, quelle que soit la pression appliquée. En revanche, à des concentrations plus élevées, une diminution de la masse du gâteau et de son épaisseur est observée pour les deux niveaux de pression. Une tendance inverse est constatée pour la perte d'eau : celle-ci diminue aux faibles concentrations de NaCl, traduisant une meilleure rétention d'eau dans le gâteau, puis augmente à mesure que la concentration en sel devient plus élevée.

Il convient de souligner que la fissuration des gâteaux en fin de filtration (voir Planche 2) introduit une certaine imprécision dans la mesure de leur épaisseur aux concentrations salines les plus élevées (80 et 160 mmol·L^{-1}). En particulier, pour la concentration de 160 mmol·L^{-1}, le gâteau étant fortement fragmenté, la mesure a été réalisée sur différents fragments, puis une moyenne a été calculée afin d'obtenir une estimation représentative.

Ces observations peuvent être interprétées de la manière suivante :

- À faibles concentrations en NaCl jusqu'à 40 mmol/l environ, une agrégation progressive des particules de bentonite est favorisée, ce qui augmente le nombre de contacts interparticulaires (*Ahmad et al.*, 2018). Cette réorganisation favorise la formation d'un réseau particulaire plus dense et cohésif, avec des contacts interparticulaires de type bord-face, bord-bord et face-face (Abend et Lagaly, 2000),

limitant ainsi la perte d'eau au cours de la filtration et entraînant ainsi une augmentation de la masse du gâteau formé et de son épaisseur

- À des concentrations plus élevées en NaCl, la force ionique accrue induit une floculation marquée, provoquant l'effondrement du réseau interconnecté de particules (*Ahmad et al.*, 2018). La floculation s'effectue à la suite de la compression importante de la double couche diffuse autour des particules d'argiles, qui s'accompagne d'une diminution du volume effectif des particules. Cette déstructuration facilite la libération des molécules d'eau et leur évacuation à travers le gâteau, ce qui se traduit par une diminution de sa masse et de son épaisseur.

On observe une similitude entre l'évolution des paramètres du gâteau de filtration en fonction de la concentration en NaCl et le comportement rhéologique du seuil d'écoulement de la suspension filtrée, tel qu'illustré à la figure IV.1. L'ajout de NaCl exerce un effet bénéfique initial sur le seuil d'écoulement, qui augmente sous l'effet d'une agrégation progressive jusqu'à des concentrations de l'ordre de 30–40 mmol·L^{-1}. Au-delà de ce domaine, une chute marquée du seuil est observée, attribuée à une floculation plus intense de la suspension.

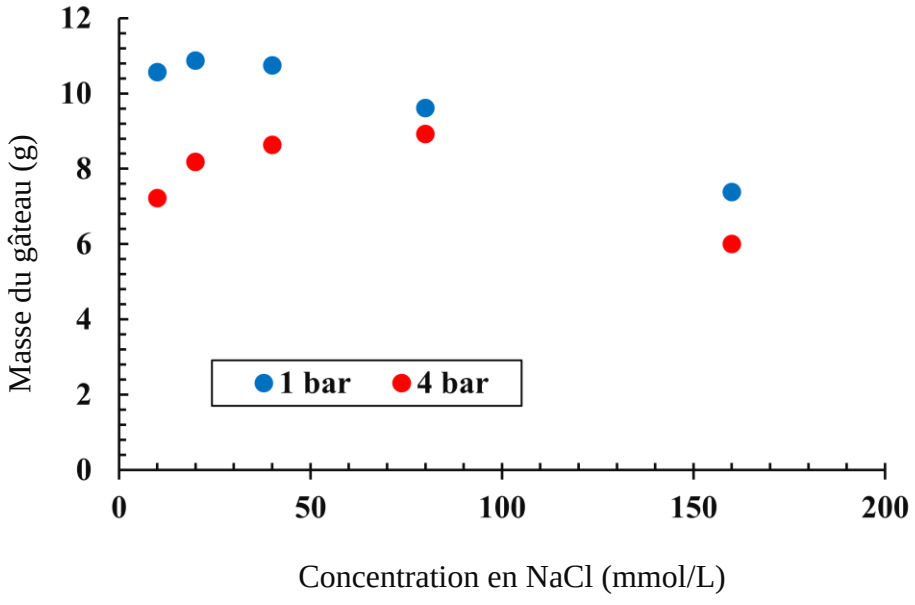


Figure IV.8 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

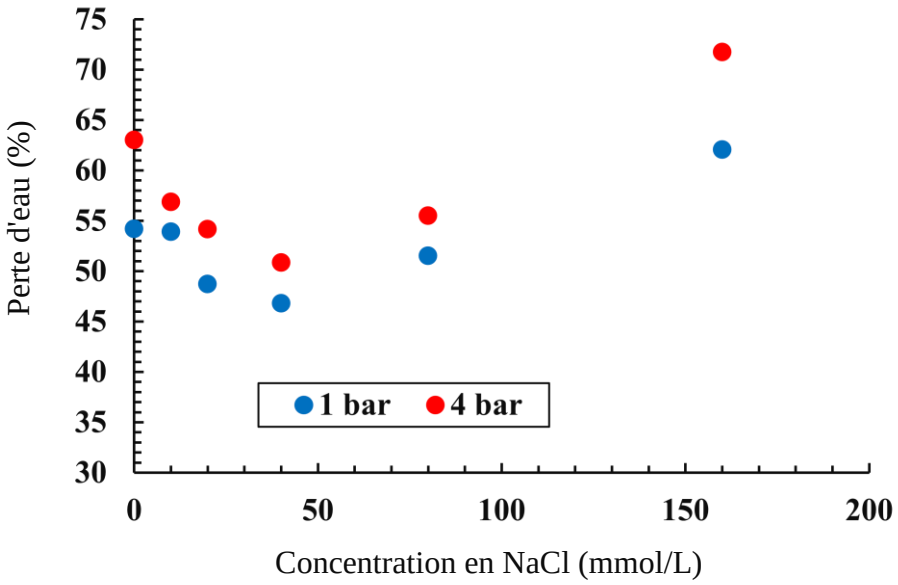


Figure. IV.9 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

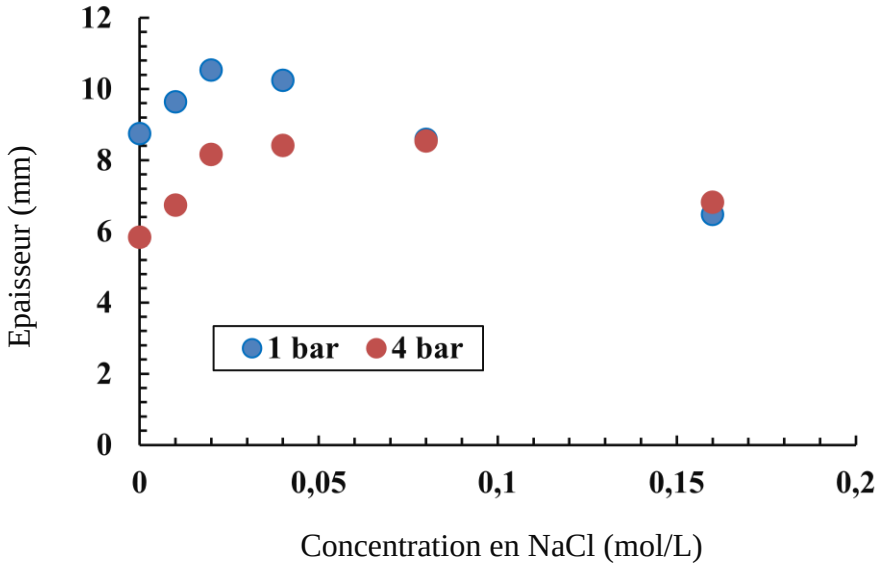


Figure IV 10 : Variation l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

IV.3.3.2- Effet du NaCl sur la perméabilité du gâteau

La variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en NaCl, pour les deux niveaux de pression appliquée, est présentée dans la Figure IV.11. Les résultats montrent un comportement différencié selon la pression.

- À 1 bar (1×10^5 Pa), une légère augmentation de la perméabilité est observée entre 10 et 80 mmol/L, suivie d'une augmentation plus marquée entre 80 et 160 mmol/L. Cette évolution présente une forte similarité avec celle du seuil d'écoulement décrite dans la Figure IV.1, où une chute brutale du seuil est observée dans cette même plage de concentration.
- La légère augmentation initiale de la perméabilité (10–80 mmol/L) peut être associée à un maintien partiel de la structure du réseau colloïdal, malgré la présence d'ions. En revanche, la hausse significative de perméabilité au-delà de 80 mmol/L coïncide avec l'effondrement du réseau dû à la floculation massive, comme le confirme la baisse du seuil d'écoulement.

Ce comportement est associé à la compression de la double couche autour des particules et à la formation d'agrégats induite par la présence des ions Na^+, lesquels génèrent des structures plus poreuses, favorisant ainsi la circulation du fluide à travers le gâteau (Kelessidis et al., 2007). En effet, la présence de contre ion Na^+, entraine par effet écran la compression de la couche diffuse autour des particules en suspension, qui s'accompagne d'une perte de volume des particules, et une augmentation de la porosité, ainsi que de la perméabilité. Cet effet, se poursuit et devient plus prononcé avec l'augmentation de la concentration en NaCl.

- À 4 bars (4×10^5 Pa), une légère augmentation de la perméabilité est également observée entre 10 et 80 mmol/L, similaire à celle constatée à 1 bar. Toutefois, aucune hausse significative de la perméabilité n'est observée à 160 mmol/L. Cette différence de comportement peut être attribuée à la contrainte mécanique plus élevée, qui compresse davantage les agrégats formés, réduisant ainsi la porosité effective du gâteau malgré la floculation. Ainsi, la pression plus importante contrebalance l'effet de structuration poreuse initialement induit par le sel.

Rappelons que le calcul de la perméabilité aux fortes concentrations en sel présente une incertitude liée aux imprécisions dans la mesure de l'épaisseur du gâteau, fortement fragmenté, comme évoqué précédemment.

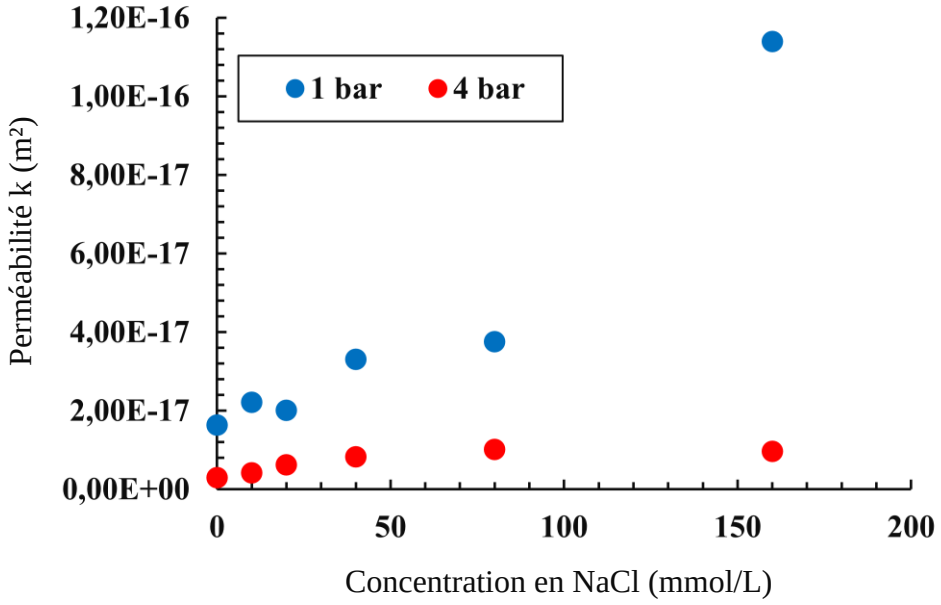


Figure IV.11: Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

IV.3.4.3- Effet du NaCl sur la structure des gâteaux : bentonite-eau

L'effet du chlorure de sodium (NaCl) sur la structure des gâteaux de filtration a été analysé à partir d'observations macroscopiques, réalisées sur des gâteaux obtenus pour des concentrations en NaCl comprises entre 0 et 0,08 mol/L. Les photographies illustrant l'aspect des gâteaux dans ces différentes conditions expérimentales sont présentées dans la Planche IV.2.

- À 0 mol/L de NaCl (Planche IV.2.a) :

  Les suspensions de bentonite sont composées majoritairement de particules minces, étendues latéralement, favorisant la formation d'un réseau tridimensionnel continu. Les répulsions électrostatiques issues de la double couche confèrent au système une porosité lenticulaire importante, et l'ordre local peut se propager sur de longues distances sans rupture significative. Lors de la déshydratation, ces suspensions se

contractent de manière homogène, sans blocage mécanique, jusqu'à former un gâteau compact et homogène, comme décrit par M'bodj (2004).



Gâteau (a):

8% (g/g) bentonite

0 M NaCl



Gâteau (b):

8% (g/g) bentonite

0.01 M NaCl



Gâteau (c):

8% (g/g) bentonite

0.08 M NaCl

Planche IV.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl, sous une pression de $1x10^5$ Pa

- À 0,01 mol/L de NaCl (Planche IV.2.b) :

  En présence d'une faible concentration en NaCl, le comportement reste globalement similaire à celui observé en l'absence de sel. Cependant, la compression partielle de la double couche électrique amorce un début d'agrégation des particules. Ce phénomène se manifeste par une légère déformation du gâteau de filtration, visible sur la photographie, suggérant le début d'une restructuration du réseau particulaire.

- À 0,08 mol/L de NaCl (Planche IV.2.c) :

  À cette concentration plus élevée, l'agrégation des particules devient significative, conduisant à la formation d'agrégats rigides. Lors de la filtration et de la compaction, ces structures favorisent l'apparition de ruptures, de fissures et de discontinuités dans le gâteau. La perte de cohésion du réseau se traduit par un aspect hétérogène et fissuré, bien visible sur la photographie correspondante.

IV.3.4.4- Comparaison des effets du NaCl sur le gâteau de filtration avec les données de la littérature

Les résultats obtenus dans le cadre de cette étude mettent en évidence l'impact défavorable de la présence de NaCl sur les propriétés du gâteau de filtration. L'introduction de cet électrolyte dans les suspensions de bentonite favorise l'agrégation des particules, conduisant à la formation d'agrégats rigides. Ce mode d'organisation particulaire altère la cohésion du réseau colloïdal et fragilise la structure du gâteau. Cette réorganisation structurale s'accompagne d'une augmentation de la perméabilité, indiquant une porosité plus élevée du gâteau formé et une efficacité de rétention d'eau réduite.

Dans la littérature, les études consacrées à l'effet des électrolytes sur les paramètres du gâteau de filtration dans les suspensions bentonite–eau restent encore limitées. Certaines se contentent d'analyser le volume final de filtrat, tandis que d'autres n'apportent que des informations parcellaires sur la porosité ou la perméabilité du gâteau. Cette lacune peut être attribuée aux difficultés expérimentales rencontrées pour caractériser précisément les gâteaux, en particulier à fortes concentrations en électrolytes, où la structure du gâteau devient souvent fragile et instable.

Plusieurs études confirment toutefois des tendances similaires à celles observées dans nos travaux :

- Yang *et al.* (2017), ont examiné l'effet de l'ajout de 11 % (w/w) de $CaCl_2$ sur une suspension de bentonite à 4 % (w/w), sous différentes conditions de température et de pression.

  Ils ont observé une augmentation significative du volume de filtrat, passant de 20,4 mL à 62 mL, puis à 73,6 mL selon les conditions expérimentales. Les auteurs concluent que l'ajout de concentrations élevées de sels divalents favorise l'agrégation des particules, induisant une augmentation de la porosité du gâteau et une diminution de l'efficacité du contrôle de la filtration.

- Ahmad *et al.* (2018a), dans leur étude sur les systèmes argile–polymère, ont analysé l'effet du NaCl sur certains paramètres du gâteau de filtration. Pour une suspension contenant 5 % de bentonite (w/w) et 0,1 M de NaCl, ils ont observé une augmentation du volume de filtrat, passant de 12 mL (sans sel) à 32 mL (avec NaCl).

Par ailleurs, la perméabilité du gâteau a également augmenté, passant de $3{,}85\times10^{-18}$ m² à $7{,}25\times10^{-18}$ m², ce que les auteurs attribuent à la floculation induite par les ions Na^+ et Cl^-, modifiant la structuration du réseau de particules.

Les résultats de cette dernière étude sont globalement cohérents avec les observations faites dans le cadre de notre travail, en particulier en ce qui concerne l'augmentation du volume de filtrat et de la perméabilité du gâteau en présence de NaCl. Toutefois, il convient de noter que les conditions expérimentales diffèrent sensiblement, notamment en ce qui concerne : la pression appliquée, les concentrations en bentonite et les concentrations en électrolyte. Ces différences peuvent influencer la comparabilité quantitative des résultats, mais n'altèrent pas les tendances qualitatives communes relatives à l'effet structurant des électrolytes sur le comportement des gâteaux de filtration.

IV.3.5- Effets de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau

L'étude de l'évolution des paramètres du gâteau de filtration en fonction de la concentration en gomme arabique a été réalisée en maintenant une fraction massique de bentonite constante à 8 % (g/g), et en appliquant deux niveaux de pression : 1×10^5 Pa et 4×10^5 Pa. Les concentrations de gomme arabique explorées s'échelonnent de 5000 à 40 000 ppm.

IV.3.5.1- Effet sur la masse du gâteau et la perte d'eau

Les variations de la masse du gâteau de filtration et de la perte d'eau en fonction de la concentration en gomme arabique, pour les deux niveaux de pression appliquée, sont présentées respectivement dans les Figures IV.12 et IV.13.

Les résultats montrent que, quelle que soit la pression appliquée, la masse du gâteau augmente avec l'accroissement de la concentration en gomme arabique. Parallèlement, une diminution progressive de la perte d'eau est observée à mesure que la concentration en polymère augmente.

La diminution de la perte d'eau peut être expliquée par l'effet dispersant de la gomme arabique sur la suspension de bentonite. En favorisant une meilleure dispersion des particules, la gomme arabique contribue à la formation d'un réseau plus homogène et interconnecté, ce qui réduit les canaux de circulation du fluide à travers le gâteau. Ce réseau resserré et cohésif limite ainsi l'expulsion de l'eau lors du processus de filtration.

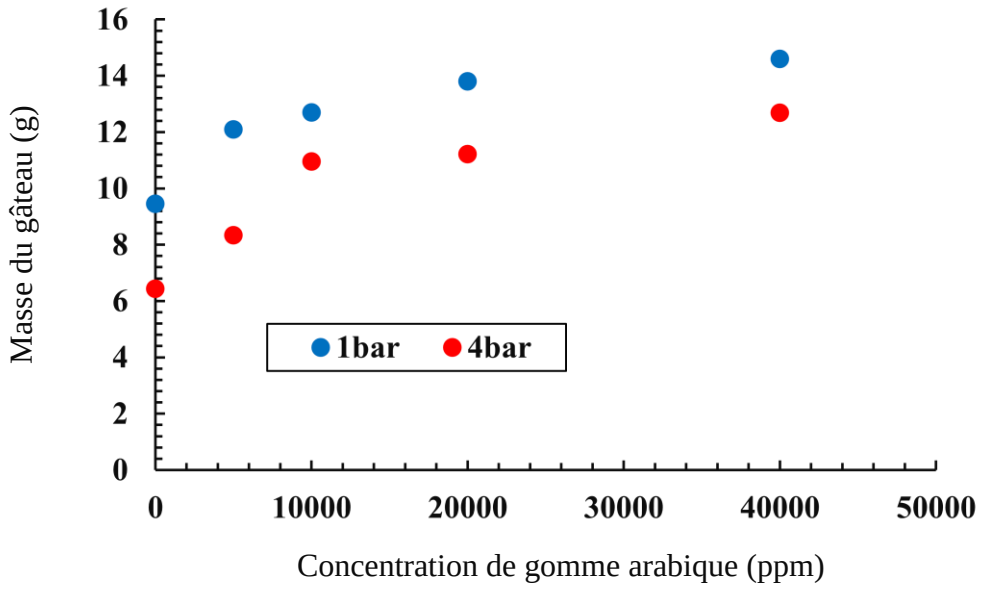


Figure IV.12: Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa.

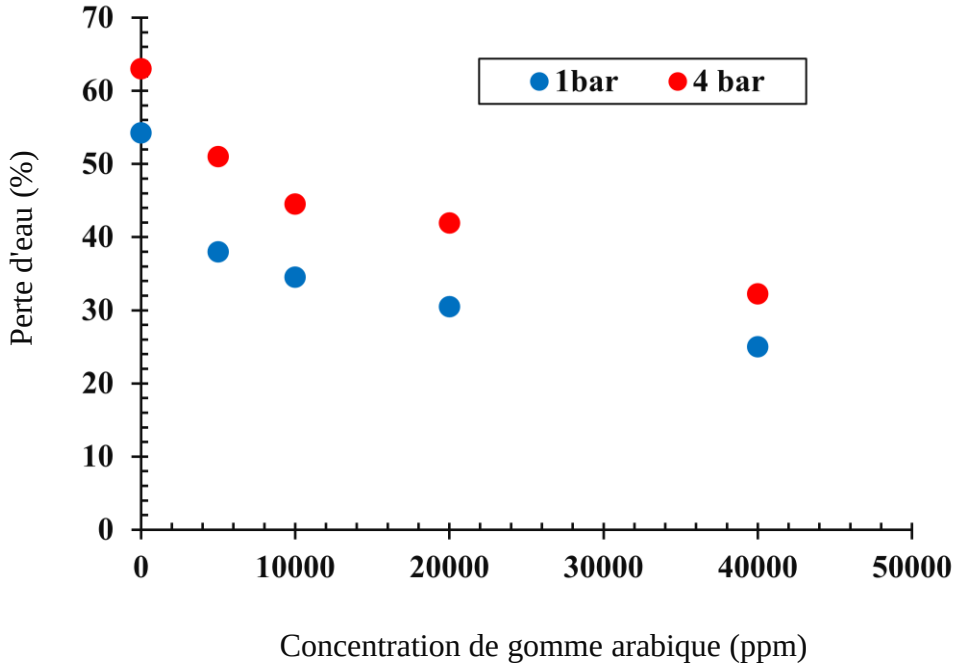


Figure IV.13: Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa.

L'augmentation de la masse du gâteau est attribuée à la rétention croissante de la gomme arabique au sein de la structure filtrante. En effet, les masses mesurées en présence de l'additif sont systématiquement plus élevées que celles obtenues avec la bentonite seule (9,45 g (1bar) et 6,43 (4bar)), indiquant une incorporation significative du bio-polymère dans le réseau particulaire.

IV.3.5.2- Effet sur l'épaisseur du gâteau

La variation de l'épaisseur des gâteaux de filtration en fonction de la concentration en gomme arabique, pour les deux niveaux de pression appliquée, est présentée dans la Figure IV.14.

Les résultats montrent une augmentation rapide de l'épaisseur du gâteau dès l'introduction du polymère dans la suspension argileuse. Cette hausse est particulièrement marquée jusqu'à une concentration de 5000 ppm en gomme arabique. Au-delà de cette valeur, l'augmentation de l'épaisseur se poursuit mais de manière plus modérée, indiquant un effet saturant du polymère sur la structuration du réseau particulaire.

Cette évolution suggère que de faibles concentrations de gomme arabique suffisent à modifier significativement les interactions interparticulaires et à perturber la compaction du gâteau. Cependant, à des concentrations plus élevées, l'effet du polymère sur la structuration devient moins prononcé, probablement en raison d'un équilibre atteint dans le réseau colloïdal, limitant les gains supplémentaires en épaisseur.

Cette évolution peut être attribuée à l'effet du polymère sur les interactions interparticulaires au sein de la suspension. En effet, l'augmentation de la concentration en gomme arabique entraîne une élévation de la densité de charges négatives portées par les groupements fonctionnels du biopolymère. Cela conduit à un renforcement des forces de répulsion électrostatique entre les particules de bentonite (Ahmad et al., 2018). Ce phénomène limite la compaction du réseau particulaire durant la filtration et favorise une meilleure rétention d'eau dans le gâteau. Il en résulte une épaisseur plus importante du gâteau, directement liée à la structuration plus ouverte et moins compressible du matériau filtré, observée avec l'augmentation de la teneur en gomme arabique.

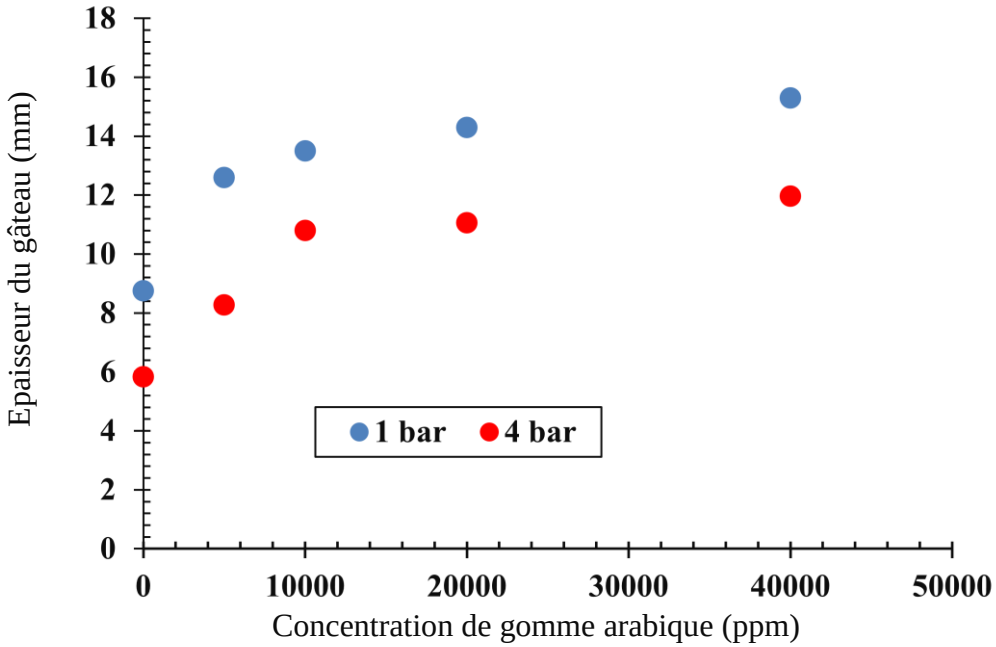


Figure IV.14 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa.

IV.3.5.3- Effet sur la perméabilité du gâteau

La variation de la perméabilité du gâteau de filtration en fonction de la concentration en gomme arabique, sous les deux niveaux de pression appliquée, est présentée dans la figure IV.15a.

Les résultats montrent que, quelle que soit la pression, les valeurs de perméabilité mesurées en présence de gomme arabique sont systématiquement inférieures à celles obtenues en l'absence d'additif. Cette diminution générale de la perméabilité traduit la formation d'un réseau plus dense et moins poreux, en lien avec la structuration induite par l'adsorption du polymère.

Cependant, un maximum de perméabilité est observé à une concentration de 10 000 ppm de gomme arabique. Ce comportement non monotone peut être attribué à une augmentation des forces de répulsion électrostatique entre les particules de bentonite, due à l'accroissement des charges négatives en surface par adsorption du polymère.

Cette hypothèse est étayée par les mesures de carbone organique total (COT) et de potentiel zêta, réalisées sur les suspensions bentonite–gomme arabique. En effet, à 10 000 ppm, on observe:

- Un maximum du pourcentage d'adsorption de la gomme arabique (Figure IV.15b),
- Et un minimum du potentiel zêta (Figure IV.16), indiquant un maximum de charge négative à la surface des particules.

Ce double phénomène favorise une stabilisation électrostatique du système, limitant temporairement la floculation et entraînant une structure du gâteau plus lâche, donc plus perméable, avant que la compaction accrue à plus forte teneur en polymère ne reprenne le dessus.

Au-delà de cette concentration optimale (aux environs de 5 000-10 000 ppm), la perméabilité du gâteau décroît progressivement. Cette diminution peut être attribuée à une saturation progressive des sites d'adsorption disponibles à la surface des particules de bentonite, associée à un recouvrement croissant des couches adsorbées de polymère. Ce phénomène conduit à la formation d'un réseau colloïdal plus dense et mieux structuré, qui réduit les voies de circulation du fluide à travers le gâteau.

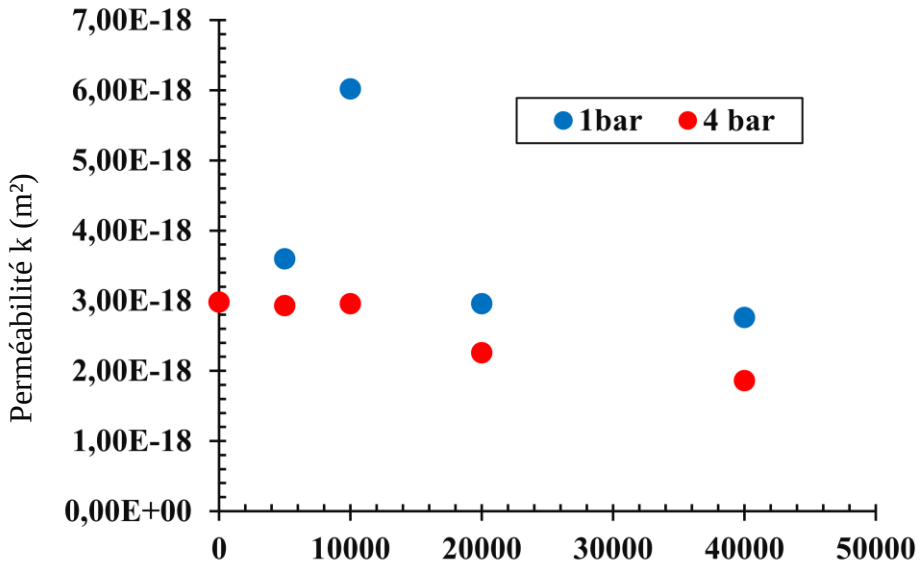


Figure IV.15a : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration de gomme arabique à 1×10^5 and 4×10^5 Pa.

Cette évolution est particulièrement marquée à la pression la plus faible (1×10^5 Pa), où la force de compaction appliquée ne suffit pas à contrebalancer l'effet structurant du polymère. Dans ce cas, la structuration accrue du réseau particulaire entraîne une diminution significative de la perméabilité.

En revanche, sous une pression plus élevée (4×10^5 Pa), la compaction mécanique plus importante permet une réorganisation partielle du réseau, malgré la forte concentration en polymère adsorbé. Ainsi, la réduction de perméabilité reste présente mais se révèle moins marquée, traduisant une interaction entre effets mécaniques et effets structurants du polymère.

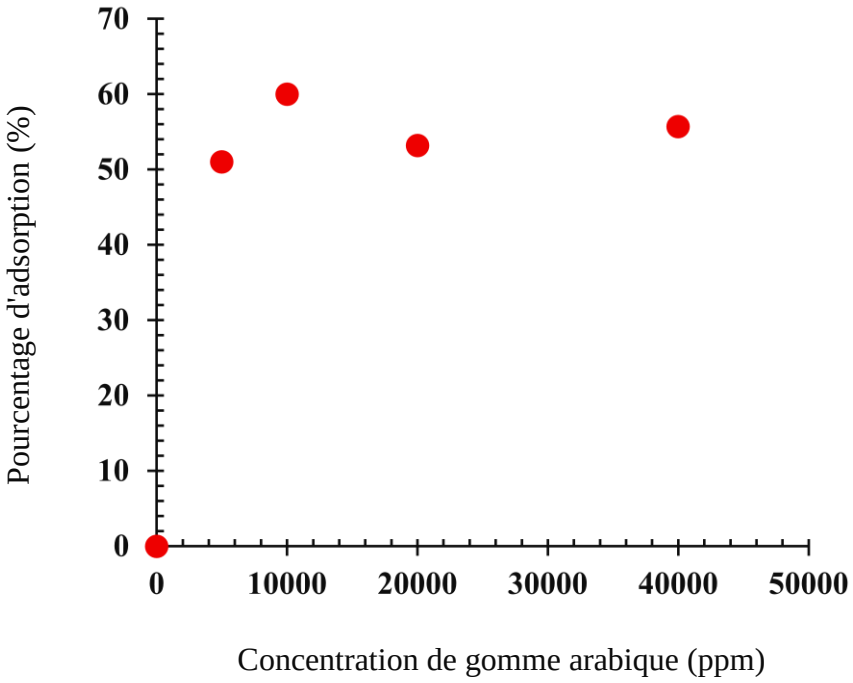


Figure IV.15b: Variation du pourcentage d'adsorption des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique.

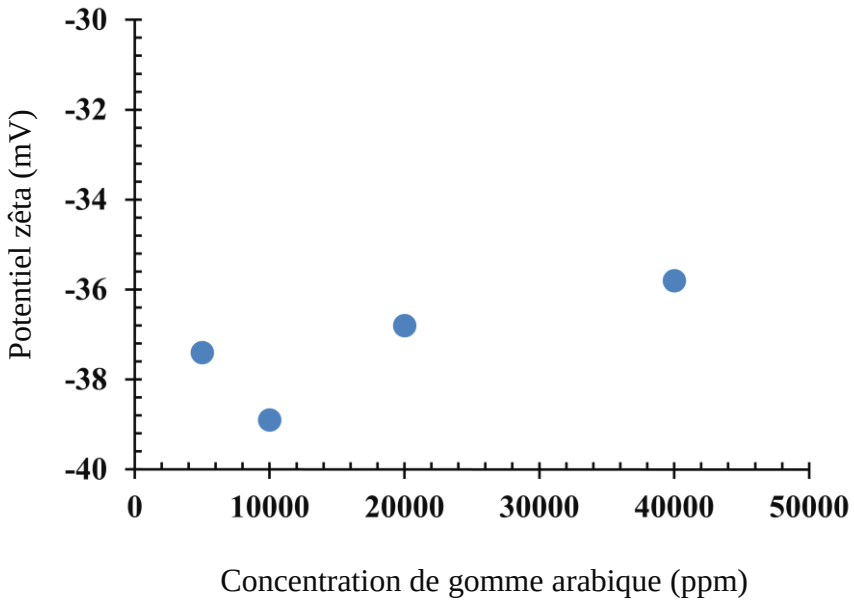


Figure 16: Variation du potentiel zêta des suspensions bentonite-gomme arabique en fonction de la concentration de gomme arabique.

IV.3.5.4- Comparaison des effets de la gomme arabique mauritanienne avec les données de la littérature

Les résultats obtenus dans le cadre de l'étude de l'effet de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau de filtration montrent que l'ajout de cet additif améliore les performances de filtration. En effet, l'introduction de la gomme arabique dans les suspensions bentonite-eau permet de réduire le volume de filtrat ainsi que la perméabilité du gâteau, caractéristiques recherchées dans les opérations de forage (Kelessidis et al., 2007 ; Ahmad et al., 2018). Ces observations suggèrent ainsi le potentiel d'application de la gomme arabique mauritanienne dans la formulation de fluides de forage.

La littérature consacrée à la filtration des systèmes argile–gomme arabique demeure encore très limitée. En conséquence, les résultats obtenus dans le cadre du présent travail seront discutés et comparés aux quelques études disponibles, notamment les travaux suivants :

- Ahmad *et al.* (2018b) ont étudié l'influence de trois polymères (acide 2-acrylamido-2-methylpropane sulfonique (AM-AMPS) et acide 2-acrylamido-2-methylpropane sulfonique, N-vinylpyrrrolidone (AM-AMPS-NVP)) sur la filtration d'une suspension de bentonite à 5 % (w/w), avec une concentration en polymère fixée à 0,25 % (g/g). Les expériences ont été réalisées à une pression de 6,9 bars et à une température de 25 °C.

  Les résultats montrent que la suspension de bentonite sans polymère génère un volume de filtrat plus élevé que celles contenant un polymère. Les auteurs expliquent ce phénomène par le fait que, en l'absence de polymère, le gâteau de filtration formé présente des pores et des canaux relativement ouverts, facilitant le passage de l'eau à travers la structure.

  À l'inverse, dans les suspensions contenant un polymère, le volume de filtrat diminue significativement. Cette réduction est attribuée à l'adsorption des polymères sur les plaquettes de bentonite, ce qui conduit à la formation d'une fine couche adsorbée en surface, susceptible de bloquer les pores du gâteau. Cette structuration empêche la circulation du fluide et améliore ainsi l'efficacité de la rétention d'eau.

- Tiwari *et al.* (2020) ont étudié l'effet de l'ajout de gomme d'acacia sur les propriétés de filtration de suspensions à base de nanoargile. Les expérimentations ont été

réalisées en utilisant 0,3 g de nanoargile, avec des concentrations de gomme d'acacia variant de 0,1 à 0,6 g.

Les résultats mettent en évidence une réduction significative de la perte de fluide en présence de gomme. Cette diminution est attribuée à l'adsorption des molécules de gomme sur la surface des particules de nanoargile, favorisant la formation d'un gâteau de filtration mince, homogène et bien structuré. Ce gâteau agit comme une barrière physique efficace, limitant la migration du fluide ainsi que le passage des particules de faible densité, tout en améliorant la cohésion du réseau filtrant.

Les observations réalisées dans ces études sont globalement en accord avec les résultats obtenus dans le cadre de la présente étude concernant l'effet de la gomme arabique mauritanienne sur les systèmes bentonite-eau.

IV.3.6- Etude de l'effet simultané du NaCl et de la gomme arabique mauritanienne sur les paramètres du gâteau

L'effet combiné du chlorure de sodium (NaCl) et de la gomme arabique mauritanienne sur les caractéristiques du gâteau de filtration a été étudié en considérant trois concentrations de NaCl : 0,01 mol/L, 0,08 mol/L et 0,16 mol/L. Ces essais ont été réalisés en présence d'une concentration fixe de gomme arabique de 5000 ppm et d'une fraction massique de bentonite maintenue à 8 % (g/g). La concentration de 5000 ppm a été choisie car elle correspond à la valeur considérée dans la partie rhéologie.

Afin d'évaluer l'influence de la séquence d'incorporation des constituants, les suspensions ont été préparées selon deux protocoles distincts :

- Ordre 1 : ajout successif de la bentonite, du NaCl, puis de la gomme arabique ;
- Ordre 2 : ajout successif de la bentonite, de la gomme arabique, puis du NaCl.

Cette approche permet de mettre en évidence les interactions spécifiques induites par la formulation séquentielle, en lien avec les phénomènes de floculation, d'adsorption et de structuration colloïdale intervenant au cours de la préparation des suspensions.

IV.3.6.1- Effet de l'ordre 1 sur les paramètres du gâteau

IV.3.6.1.1- Effet de l'ordre 1 sur la perte d'eau

La variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en NaCl, en présence de 5000 ppm de gomme arabique, est présentée dans la Figure IV.17. Les résultats montrent une augmentation marquée de la perte d'eau avec l'augmentation de la concentration en sel. Comme attendu, les pertes sont plus importantes à la pression la plus élevée (4×10^5 Pa) en raison d'une force de compaction plus importante.

À 1 bar, pour des concentrations en NaCl comprises entre 0 et 80 mmol/L, la perte d'eau reste nettement plus faible pour les suspensions additivées de gomme arabique par rapport à celles sans polymère. Cela reflète l'effet dispersant de la gomme arabique, qui favorise la formation d'un réseau colloïdal plus homogène et moins perméable.

Cependant, au-delà de 80 mmol/L, on observe un changement de comportement : les deux systèmes (avec et sans gomme arabique) deviennent très flocculés, comme en témoigne l'effondrement du seuil d'écoulement rapporté dans la Figure IV.1. En conséquence, les pertes d'eau deviennent similaires, voire légèrement supérieures pour le système contenant de la gomme arabique à 160 mmol/L. Ce résultat s'explique par un effet de surfloculation, renforcé dans le système argile–gomme arabique, comme le suggère le seuil d'écoulement plus faible enregistré, indiquant une structure particulaire plus lâche et moins cohésive.

Le même comportement est observé à 4 bars, mais avec une amplitude plus prononcée. Cela reflète une interaction complexe entre la structuration induite par le polymère et la compaction mécanique, modulée par la force ionique du milieu.

L'augmentation de la perte d'eau avec la concentration en NaCl peut être attribuée à la floculation accrue des particules de bentonite, résultant de la compression de la double couche électrique. Ce phénomène favorise la formation d'agrégats volumineux, ouverts et moins denses, qui créent un réseau poreux au sein du gâteau de filtration. Cette architecture relâchée facilite l'écoulement du fluide, réduisant ainsi la capacité de rétention d'eau du système. L'ajout de polymère, dans des conditions de forte force ionique, ne suffit plus à stabiliser la suspension, et peut même, par bridging (pontage) accentuer la floculation.

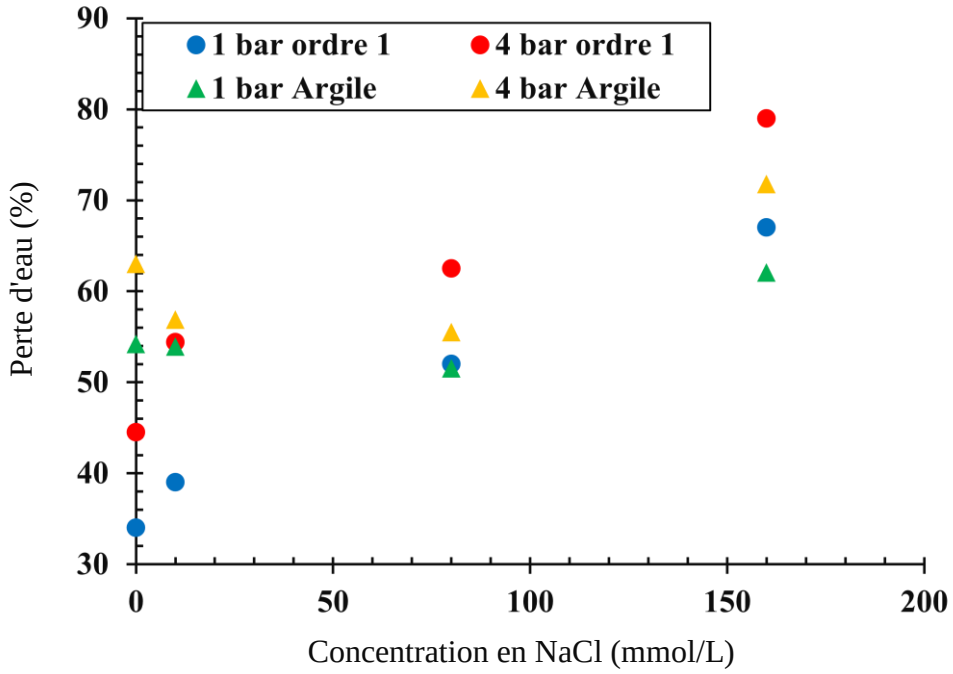


Figure IV.17 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

IV.3.6.1.2- Effet de l'ordre 1 sur l'épaisseur et la masse du gâteau

Les variations de l'épaisseur et de la masse du gâteau de filtration en fonction de la concentration en NaCl, en présence de 5000 ppm de gomme arabique, sont présentées dans les Figures IV.18 et IV.19. Les résultats montrent une diminution progressive de l'épaisseur et de la masse du gâteau, observée aux deux niveaux de pression appliqués, à mesure que la concentration en NaCl augmente.

Cette diminution peut être attribuée à l'effet floculant du NaCl, qui modifie la structure du réseau particulaire en favorisant l'agrégation des plaquettes d'argile. La floculation induite par la compression de la double couche électrique conduit à la formation de structures plus ouvertes et moins cohésives, facilitant ainsi l'évacuation de l'eau pendant la filtration.

L'augmentation du volume de filtrat qui en résulte limite la rétention d'eau au sein du gâteau, ce qui se traduit par une épaisseur finale plus faible. Ce comportement met en évidence la compétition entre les effets stabilisants de la gomme arabique et les effets déstabilisants du NaCl sur la structure colloïdale, avec une domination progressive de la floculation ionique à mesure que la concentration en sel augmente.

Pour les gâteaux compressibles, l'initiation de la fissuration se produit dès les premiers stades de la désaturation, et la cinétique ainsi que l'aire fissurée sont ensuite contrôlées par les conditions aux limites et les caractéristiques du milieu (Strübel et al., 2014). L'invasion de l'air entraîne un retrait latéral du réseau solide (désaturation locale). Ce retrait étant contraint par le milieu filtrant et les parois du dispositif, des contraintes de traction apparaissent dans le plan du gâteau. Lorsque la résistance en traction particulièrement faible pour les gâteaux argileux et compressibles est dépassée, des fissures s'initient (Péron et al., 2009 ; Nahlawi et Kodikara, 2006 ; Wiedemann et Stahl, 1996).

Ce retrait n'est pas uniforme : la surface se contracte plus rapidement que le cœur, générant des contraintes différentielles responsables de la propagation des fissures. Lorsque le gâteau est confiné par les parois du filtre, il ne peut pas se contracter librement ; les contraintes accumulées doivent alors se relâcher, ce qui accentue l'initiation et le développement des fissures.

Par ailleurs, le processus de filtration confère au gâteau une microstructure « texturée ». En effet, sous l'action du flux perpendiculaire, les feuillets de bentonite s'orientent parallèlement à la surface et s'empilent en couches successives perpendiculaires à la direction de filtration. Cette organisation induit une anisotropie transversale, caractérisée par des directions mécaniquement plus faibles, le long desquelles la fissuration se déclenche de manière préférentielle et plus précoce.

La salinité modifie fortement le comportement au retrait et la fissuration des gâteaux argileux, en particulier ceux à base de bentonite. La présence de fortes concentrations de sels favorise la floculation des particules et conduit à une structure plus hétérogène, ce qui facilite la fissuration (Wei et al., 2024). En milieu fortement salin, les fissures tendent ainsi à se concentrer en macrofissures, plutôt que de se développer sous forme d'un maillage dense de microfissures.

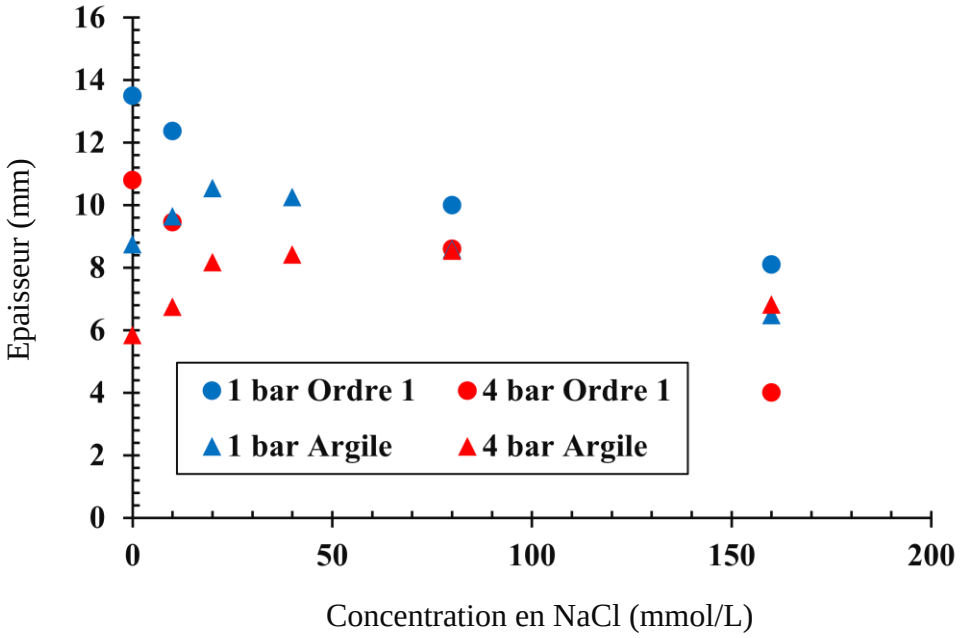


Figure IV.18 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

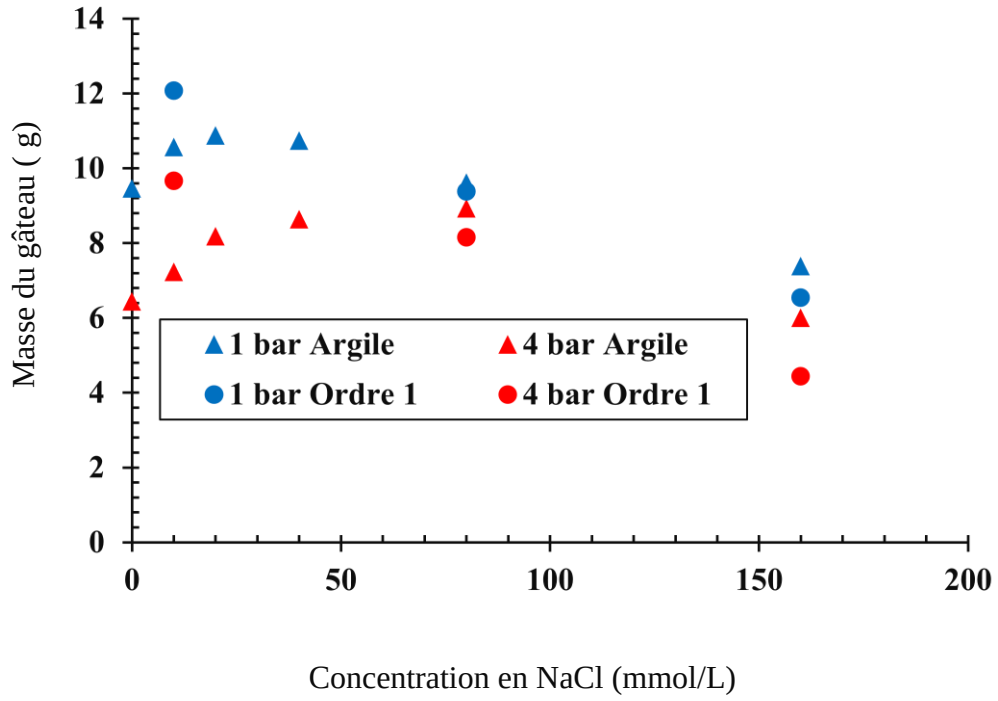


Figure IV.19 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

IV.3.6.1.3- Effet de l'ordre 1 sur la perméabilité du gâteau

Les résultats des perméabilités déterminées en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique et aux deux pressions appliquées sont renseignés dans la figure IV.20.

Ces résultats montrent que les valeurs des perméabilités obtenues augmentent par rapport à celles des suspensions bentonite-gomme arabique à 5000 ppm. L'augmentation observée peut être attribuée à la diminution des interactions des particules de bentonite avec la gomme arabique due à la présence de NaCl.

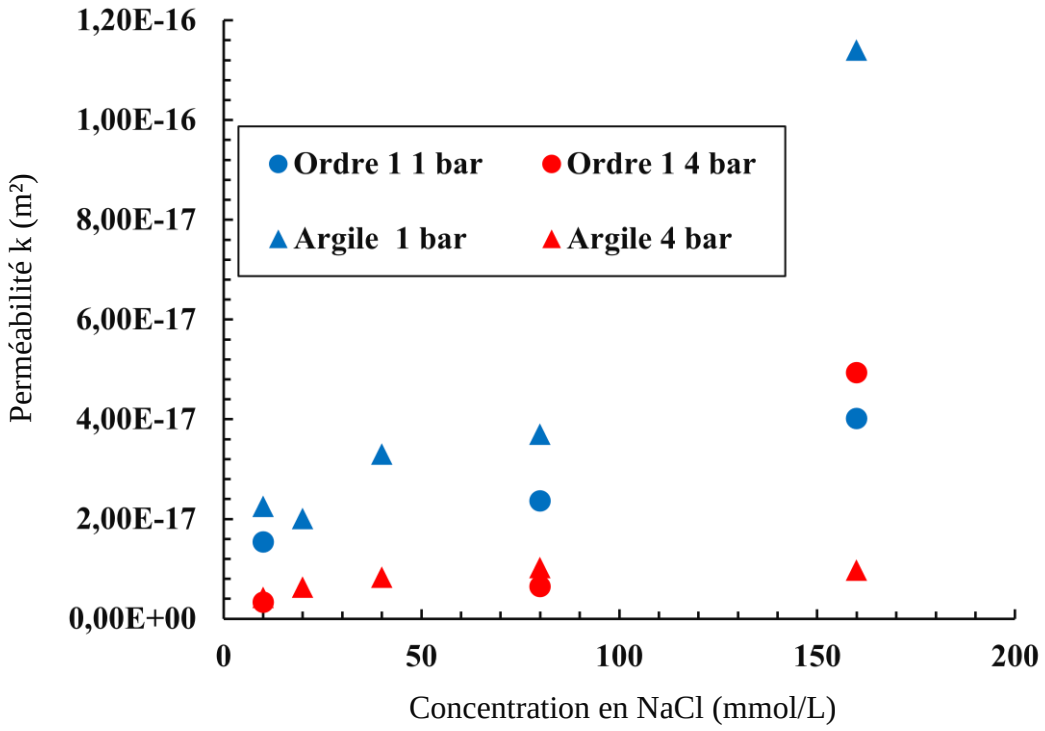


Figure IV.20 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre 1 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

IV.3.6.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration

L'effet de l'ordre 1 de préparation du système bentonite–NaCl–gomme arabique sur la structure des gâteaux de filtration a été analysé pour des suspensions contenant respectivement 0 mmol/L, 0,01 mol/L et 0,08 mol/L de NaCl, en présence de 5000 ppm de gomme arabique. Les observations correspondantes sont présentées dans la Planche IV.3.

En l'absence de NaCl (0 mol/L) et en présence de 5000 ppm de gomme arabique, le gâteau de filtration présente une structure homogène, continue et sans déformation apparente (Planche IV.3.a). Cette morphologie régulière reflète la forte stabilité colloïdale du système, assurée par les interactions stériques et électrostatiques induites par l'adsorption des chaînes de gomme arabique sur les surfaces des particules d'argile.

Les groupements polyanioniques présents dans la gomme arabique renforcent les forces de répulsion interparticulaires, limitent les phénomènes de floculation et favorisent ainsi l'établissement d'un réseau compact, cohésif et uniforme. Ce comportement est caractéristique d'une suspension bien stabilisée, dans laquelle l'organisation des particules est optimisée pour limiter la perméabilité du gâteau tout en maintenant une structure mécanique stable.

À une concentration de 0,01 mol/L de NaCl (*Planche IV.3.b*), de légères déformations du gâteau commencent à apparaître. La présence de NaCl induit une compression modérée de la double couche électrique entourant les particules de bentonite, ce qui affaiblit légèrement les forces de répulsion électrostatique. Cependant, à cette faible concentration en électrolyte, les interactions stabilisantes de la gomme arabique avec les surfaces argileuses demeurent suffisamment fortes pour maintenir une structure globalement homogène et cohésive. Le réseau particulaire reste donc relativement bien structuré, bien que légèrement affecté par le début de floculation induit par l'ionisation du milieu. Les additifs polymériques peuvent modifier la structure interne du gâteau, en augmentant sa cohésion et sa plasticité, et réduire ou retarder la fissuration, en agissant comme liant flexible entre particules d'argile (Cai et al., 2020 ; Mahmoud, 2021).

En revanche, à une concentration plus élevée de 0,08 mol/L de NaCl (*Planche IV.3.c*), la structure du gâteau devient nettement plus déformée, avec l'apparition de ruptures et de discontinuités caractéristiques. À ce niveau de salinité, la forte compression de la double couche électrique réduit significativement les forces de répulsion entre les particules, ce qui favorise la floculation de la bentonite en agrégats rigides, discontinus et peu réversibles.

Par ailleurs, la réduction du potentiel zêta, associée à une modification de la conformation des chaînes de gomme arabique adsorbées, limite leur capacité à stabiliser les agrégats. Le polymère ne parvient plus à compenser l'effet de la force ionique élevée. Il en résulte un

gâteau hétérogène, composé de zones fragilisées et de voies préférentielles d'écoulement, compromettant l'efficacité du contrôle de la filtration.

Ainsi, ces résultats illustrent clairement l'effet antagoniste entre l'action stabilisante du polymère et l'effet déstabilisant de l'électrolyte sur la microstructure du gâteau de filtration. L'équilibre entre ces interactions dépend fortement de la concentration en NaCl, soulignant la nécessité d'une formulation fine et optimisée pour garantir la stabilité du système.



Gâteau (a):

8% (g/g) bentonite

0 M NaCl

5000 ppm G.A



Gâteau (b):

8% (g/g) bentonite

0.01 M NaCl

5000 ppm G.A Ordre 1



Gâteau (c):

8% (g/g) bentonite

0.08 M NaCl

5000 ppm G.A Ordre 1

Planche IV.3 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 1 sous une pression de $1x10^5$ Pa

IV.3.6.2- Effet de l'ordre 2 sur les paramètres du gâteau

IV.3.6.2.1- Effet de l'ordre 2 sur la perte d'eau

La variation de la perte d'eau pour les préparations réalisées selon l'ordre 2, en fonction de la concentration en NaCl, en présence de 5000 ppm de gomme arabique, est présentée dans la Figure IV.21.

Les résultats montrent que, pour les deux niveaux de pression appliqués, la perte d'eau augmente avec la concentration en NaCl. Cette tendance reflète l'effet floculant croissant du sel, qui perturbe la structure du réseau colloïdal et favorise l'écoulement du fluide à travers le gâteau de filtration.

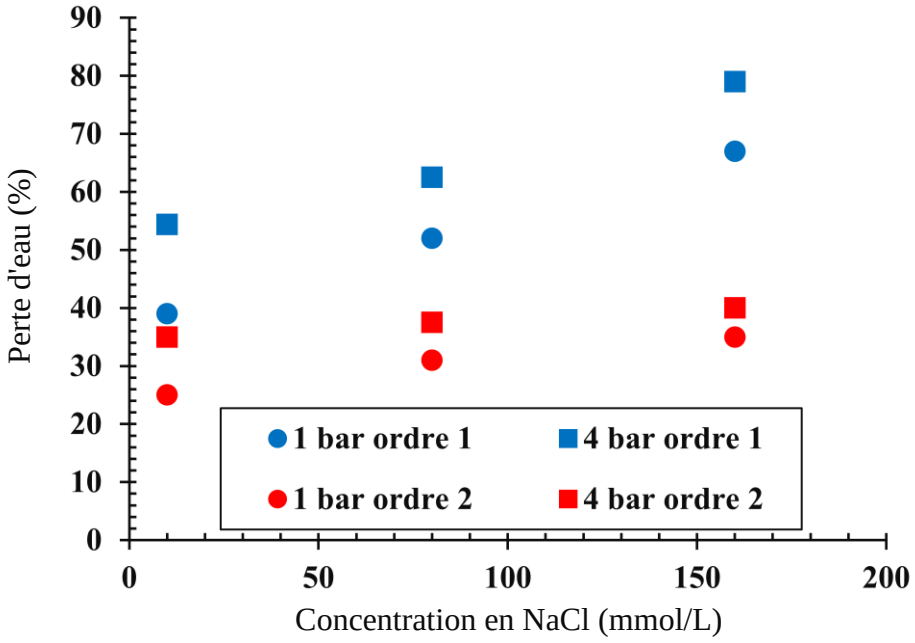


Figure IV.21 : Variation de la perte d'eau de l'ordre 1 et l'ordre 2en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

Cependant, il est important de noter que les pertes d'eau observées pour l'ordre 2 sont systématiquement inférieures à celles mesurées pour l'ordre 1, à concentration équivalente. Cette différence peut être attribuée au mode de préparation des suspensions. En effet, lorsque le NaCl est ajouté en dernier (ordre 2), les particules d'argile ont déjà interagi avec la gomme arabique, ce qui favorise leur dispersion initiale. L'ajout tardif de l'électrolyte permet alors une floculation plus contrôlée, conduisant à la formation de réseaux plus cohérents et plus

denses, capables de retenir davantage d'eau lors de la filtration. À l'inverse, dans l'ordre 1, l'ajout précoce du NaCl induit une floculation rapide des particules avant l'action dispersante du polymère, ce qui limite l'efficacité de ce dernier et aboutit à la formation de gâteaux plus poreux et donc plus perméables à l'eau.

IV.3.6.2.2- Effet de l'ordre 2 sur l'épaisseur et la masse du gâteau

Les variations de l'épaisseur et de la masse du gâteau de filtration pour les préparations de l'ordre 2, en fonction de la concentration en NaCl et en présence de 5000 ppm de gomme arabique, sont présentées dans les Figures IV.22 et IV.23.

Les résultats indiquent que l'épaisseur et la masse du gâteau diminuent avec l'augmentation de la concentration en NaCl, et ce, pour les deux niveaux de pression appliqués. L'épaisseur des gâteaux de l'ordre 2 est nettement plus élevée que celle de l'ordre 1. On notera également une décroissance moins marquée que pour l'ordre 1 dans le cas de l'ordre 2, un quasi-maintien de la perte eau jusqu'à environ 80mmol/L, puis une chute modérée au-delà. . Ceci est à mettre en parallèle avec l'évolution du seuil d'écoulement de l'ordre 2 qui augmente avec l'augmentation du NaCl (figure IV.1).

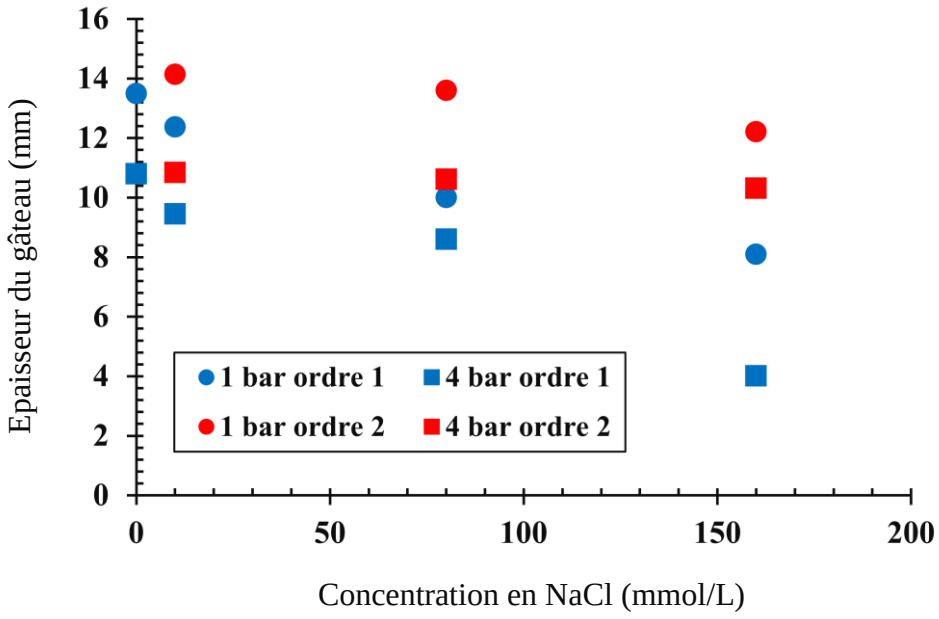


Figure IV.22 : Variation de l'épaisseur du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

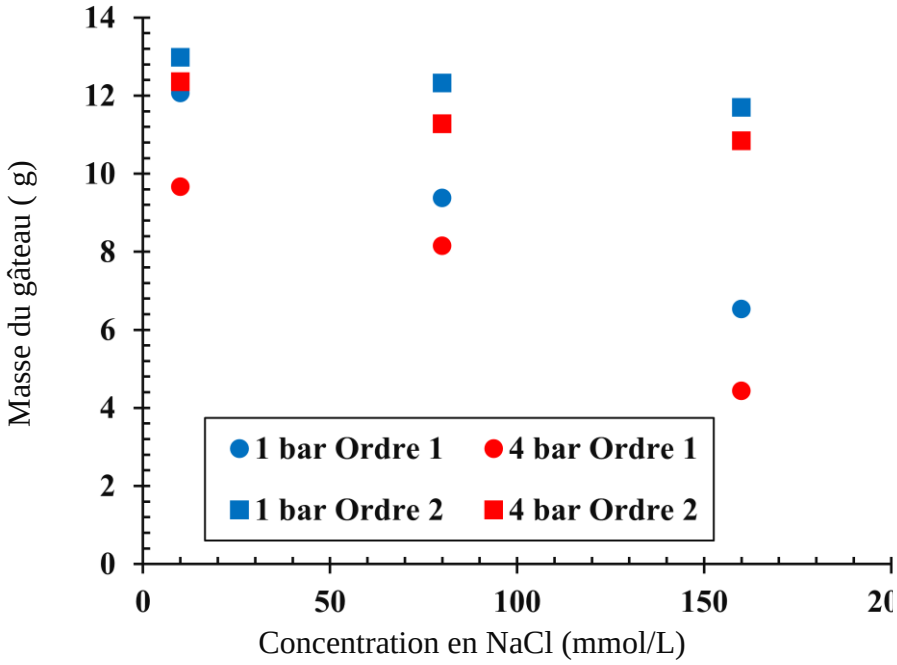


Figure IV.23 : Variation de la masse du gâteau de l'ordre 1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

IV.3.6.2.3- Effet de l'ordre 2 du mélange bentonite-gomme-NaCl sur la perméabilité du gâteau

Les résultats de la perméabilité mesurée pour les suspensions préparées selon l'ordre 2 (bentonite–gomme arabique–NaCl), en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique et sous deux niveaux de pression appliquée, sont présentés dans la figure IV.24.

Les données montrent que, quelle que soit la pression appliquée, la perméabilité du gâteau augmente progressivement avec l'augmentation de la concentration en NaCl. Cette tendance confirme l'effet floculant du sel, qui favorise la formation d'agrégats plus ouverts et moins compacts, facilitant la circulation du fluide à travers le gâteau.

À pression constante, la perméabilité est plus faible à 4×10^5 Pa qu'à 1×10^5 Pa, ce qui s'explique par l'effet de la contrainte mécanique appliquée lors de la filtration. En effet, une pression plus élevée réduit la taille et le nombre de pores par une compaction plus importante de la structure, diminuant ainsi la perméabilité.

Lorsqu'on compare les deux ordres de formulation, on observe que les valeurs de perméabilité pour les ordres 1 et 2 restent proches jusqu'à 80 mmol/L de NaCl. Cependant, à 160 mmol/L, une forte augmentation de la perméabilité est observée pour l'ordre 1, contrairement à l'ordre 2, où l'augmentation reste modérée.

Ce comportement est cohérent avec l'effondrement du seuil d'écoulement observé précédemment, signe d'une floculation intense dans le cas de l'ordre 1. Dans ce protocole, l'ajout précoce du NaCl favorise une agrégation rapide et irréversible des particules avant l'action dispersante de la gomme arabique, conduisant à la formation d'un réseau poreux, peu cohésif et très perméable.

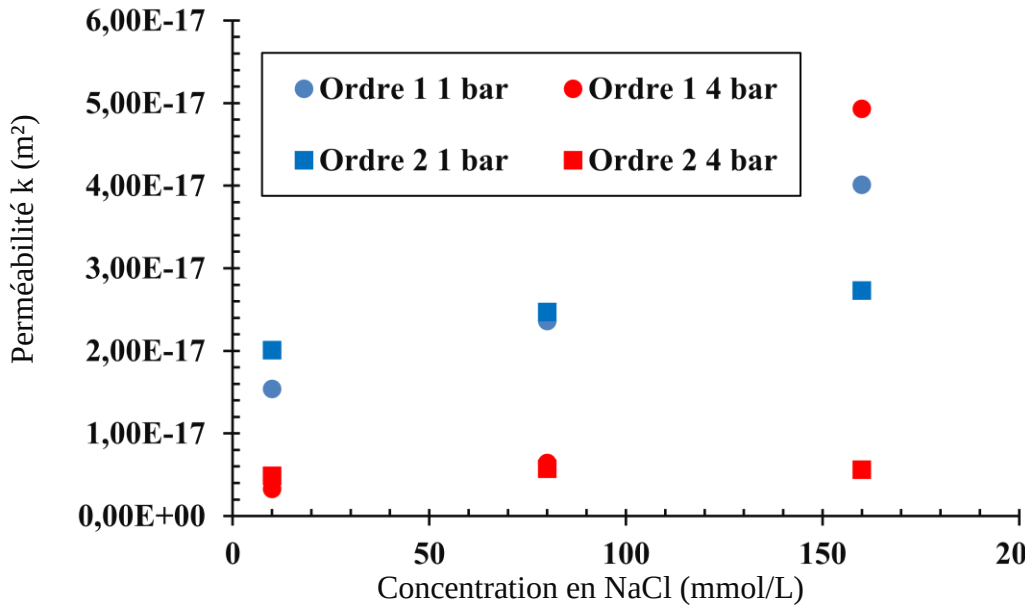


Figure IV.24 : Variation de la perméabilité du gâteau de l'ordre1 et 2 en fonction de la concentration en NaCl à 5000 ppm de gomme arabique (sous 1×10^5 et 4×10^5 Pa).

IV.3.6.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration

L'effet de l'ordre 2 de préparation du système bentonite–NaCl–gomme arabique sur la structure des gâteaux de filtration a été analysé pour des suspensions contenant respectivement 0 mmol/L, 0,01 mol/L et 0,08 mol/L de NaCl, en présence de 5000 ppm de gomme arabique. Les observations correspondantes sont présentées dans la Planche IV.4.



Gâteau (a):

8% (g/g) bentonite

0 M NaCl

5000 ppm GA



Gâteau (b):

8% (g/g) bentonite

0.01 M NaCl

5000 ppm GA

Ordre 2



Gâteau (c):

8% (g/g) bentonite

0.08 M NaCl

5000 ppm GA

Ordre 2

Planche IV.4 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl et gomme arabique, pour l'ordre 2 sous un 1 bar

L'examen visuel des gâteaux de filtration (Planches IV.3 et IV.4) met clairement en évidence l'influence de l'ordre de préparation sur la morphologie du dépôt. Lorsque la séquence « argile → polymère → NaCl » est adoptée, les gâteaux présentent une surface relativement homogène (gâteaux IV.b et IV.c, planche IV.4), avec peu de fissurations apparentes et ceci même pour une concentration de sel relativement forte (gâteau c, planche IV.4). À l'inverse, la séquence d'ordre 1 « argile → NaCl → polymère » conduit à des gâteaux nettement plus fragilisés, caractérisés par un réseau de fissures plus dense et plus marqué (gâteaux b et c pour 0,01M et 0,08M de NaCl, planche IV.3. Les observations mettent en évidence que l'ordre d'introduction des additifs conditionne fortement l'intégrité mécanique du gâteau de filtration. Lorsque le NaCl est ajouté en amont du polymère, la compression précoce de la double

couche diffuse entraîne une floculation rapide et désordonnée des particules argileuses. Le polymère ajouté ultérieurement ne peut s'adsorber que de manière superficielle sur des agrégats déjà formés, ce qui conduit à une structuration hétérogène du réseau solide. Cette micro-hétérogénéité se traduit par l'apparition de gradients locaux de compacité lors de la consolidation du gâteau, favorisant la concentration des contraintes et l'initiation de fissures.

À l'inverse, dans la séquence « argile → polymère → NaCl », l'adsorption du polymère sur des particules encore dispersées permet l'établissement d'un maillage organo-minéral plus homogène. Le polymère assure à la fois une stabilisation stérique et un pontage souple entre les feuillets d'argile, conférant au réseau une meilleure capacité à redistribuer les contraintes. L'introduction ultérieure du sel, bien qu'elle réduise la répulsion électrostatique, agit sur une structure déjà consolidée, ce qui limite les réarrangements brutaux et les zones de faiblesse. Le retrait du cake au cours du séchage ou du drainage reste alors plus uniforme, ce qui se traduit par une densité de fissuration nettement moindre.

Ces résultats confirment que la microstructure du réseau colloïdal, déterminée par la séquence de préparation, constitue un paramètre clé dans le contrôle de la stabilité mécanique des gâteaux de bentonite.

IV.3.7- Microscopie électronique à balayage des gâteaux de filtration

Les images des gâteaux de filtration obtenus à partir de différentes suspensions — bentonite–eau, bentonite–NaCl, bentonite–gomme arabique, et bentonite–NaCl–gomme arabique sont présentées dans la Planche IV.5 :

- Le gâteau issu de la suspension bentonite–eau (Planche IV.5.a) présente une structure homogène, caractérisée par la présence de petits pores répartis de manière régulière, permettant un écoulement modéré du fluide à travers le réseau. Cette configuration aboutit à une perte de fluide mesurée à 12,6 mL.
- En revanche, le gâteau obtenu à partir de la suspension bentonite–NaCl (Planche IV.5.b) révèle la formation de grands agglomérats (flocs), conséquence directe de la floculation induite par la présence de NaCl. Cette structure hétérogène est marquée par la présence de fissures, qui servent de voies préférentielles d'écoulement, entraînant une augmentation de la perte de fluide, qui atteint 14,3 mL.

- La filtration de la suspension bentonite–gomme arabique mauritanienne (Planche IV.5.c) met en évidence l'effet stabilisant du biopolymère sur la microstructure du gâteau. Ce dernier apparaît lisse, continu et dépourvu de défauts visibles, ce qui est attribué à l'adsorption des chaînes de gomme arabique sur les surfaces des particules de bentonite. Ces chaînes forment un film mince et continu entre les particules, obstruant partiellement les pores du gâteau et limitant l'écoulement du fluide, ce qui se traduit par une perte réduite à 10,2 mL.
- Enfin, le gâteau issu de la suspension bentonite–NaCl–gomme arabique (Planche IV.5.d) présente une dégradation notable de la qualité du réseau. La présence de Na^+ perturbe l'effet dispersant de la gomme arabique : d'une part, en induisant la floculation des particules, et d'autre part, en limitant l'adsorption efficace des chaînes de polymère sur les surfaces argileuses. Ce déséquilibre entre forces de dispersion et de floculation favorise la formation de défauts structuraux, notamment de fissures de plus grande taille, ce qui se traduit par une perte de fluide plus importante par rapport à la suspension bentonite–gomme arabique seule.

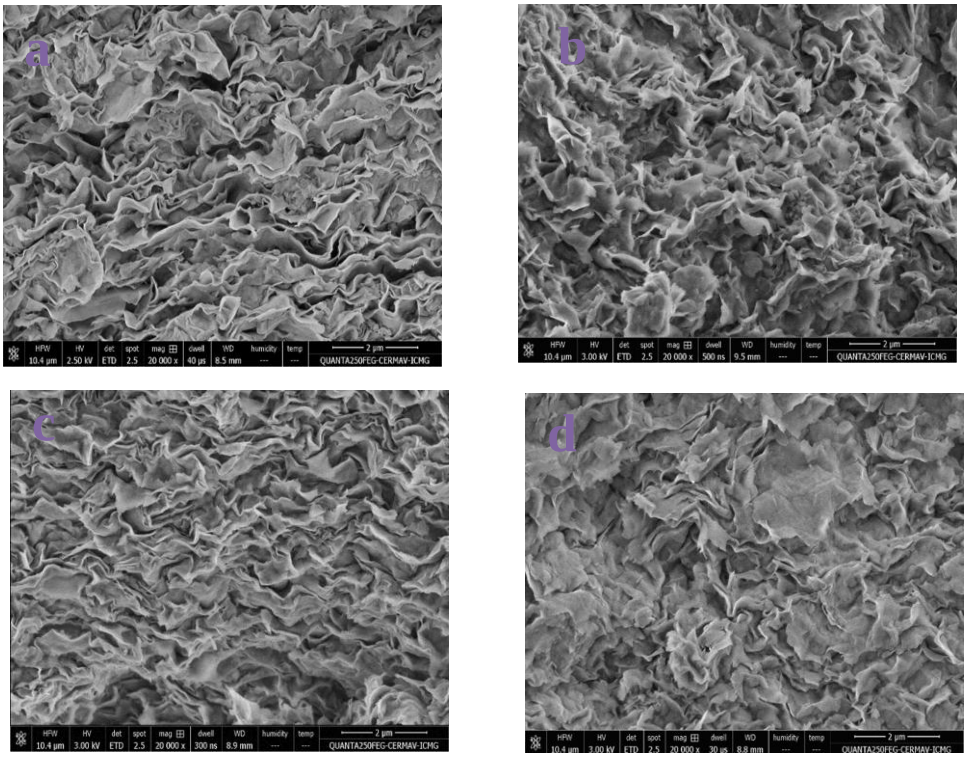


Planche IV.5: Images des gâteaux obtenues par observation au microscope électronique à balayage, (a) gâteau bentonite-eau, (b) gâteau bentonite-NaCl, (c) gâteau bentonite-gomme arabique et (d) gâteau bentonite-NaCl-gomme arabique.

IV.4- CONCLUSION

Les résultats obtenus dans ce travail permettent de comparer l'effet des différents additifs (NaCl, gomme arabique mauritanienne, combinaison NaCl + gomme arabique) sur les performances de filtration des suspensions bentonite-eau. Sur la base des différents paramètres évalués (perte de fluide, épaisseur et perméabilité du gâteau, qualité morphologique des gâteaux), plusieurs conclusions peuvent être formulées :

1□. Suspension bentonite-eau seule : Elle forme des gâteaux relativement homogènes, mais présente une perte de fluide significative et une perméabilité non négligeable. Ce système constitue un état de référence, mais reste insuffisant pour des applications exigeantes de forage.

2□. Suspension bentonite-NaCl : L'ajout de NaCl provoque une floculation importante, la formation d'agglomérats rigides et de défauts structuraux (fissures), augmentant ainsi la perte de fluide. Le NaCl, seul, dégrade donc clairement les performances de filtration. Son effet peut toutefois être recherché pour des applications spécifiques (ex. contrôle de la dispersion, stabilité mécanique sous fortes contraintes, etc.), mais il n'est pas optimal pour limiter la perte de fluide.

3□. Suspension bentonite-gomme arabique mauritanienne : L'ajout de gomme arabique améliore nettement les performances de filtration. Le polymère favorise la dispersion des particules, forme un réseau homogène et réduit la perméabilité du gâteau grâce à l'obstruction partielle des pores. La perte de fluide est réduite, les gâteaux sont plus homogènes et lisses, sans fissures. Cette formulation apparaît comme la plus efficace pour le contrôle de la filtration, avec une action dispersante favorable.

4□. Suspension bentonite-NaCl-gomme arabique : Lorsque le NaCl est combiné à la gomme arabique, les performances se dégradent par rapport à la suspension bentonite-gomme arabique seule. La floculation induite par le NaCl réduit l'efficacité du polymère et entraîne des défauts structuraux au sein du gâteau. Cette combinaison est donc globalement moins favorable.

Les résultats de cette étude révèlent une forte corrélation entre le comportement rhéologique des suspensions et leurs performances en filtration. Un seuil d'écoulement élevé, indicateur d'un réseau colloïdal bien structuré et cohésif, est généralement associé à une meilleure

rétention d'eau, une perméabilité réduite et une épaisseur accrue du gâteau de filtration. À l'inverse, une diminution du seuil d'écoulement — due à une floculation excessive induite par le NaCl ou à un ordre d'introduction défavorable — traduit une déstructuration du réseau, menant à des gâteaux plus poreux et moins efficaces. Ainsi, la stabilité rhéologique des suspensions constitue un paramètre prédictif clé pour évaluer et optimiser leur comportement en filtration.

La présente étude montre que la gomme arabique mauritanienne agit comme un excellent agent stabilisant pour les suspensions de bentonite, en renforçant la cohésion du réseau colloïdal, ce qui se traduit par une diminution de la perte d'eau, une augmentation de l'épaisseur du gâteau et une réduction de sa perméabilité. À l'inverse, le NaCl, en particulier à forte concentration, favorise la floculation des particules, affaiblit la structure du gâteau et dégrade les performances de filtration. Enfin, l'ordre d'introduction des constituants joue un rôle déterminant : l'ajout de la gomme arabique avant le sel permet de préserver une bonne dispersion et une structure plus efficace, tandis que l'ordre inverse conduit à une surfloculation et à une perte de performance. Ces résultats soulignent l'importance d'une formulation contrôlée pour optimiser les propriétés des fluides de forage.

La gomme arabique mauritanienne présente ainsi un réel potentiel comme additif écologique et performant pour la formulation de fluides de forage à base de bentonite.

IV.5- REFERENCES

Abend S., Lagaly G. Sol-gel transition of sodium montmorillonite dispersions. Applied Clay Science, 2000: 16; 201-227.

Ahmad, H.M., Kamal, M.S., Al-Harthi, M.A., 2018a. Effect of thermal aging and electrolyte on bentonite dispersions: Rheology and morphological properties. J. Mol. Liq. 269, 278–286. https://doi.org/10.1016/j.molliq.2018.08.058

Ahmad, H.M., Kamal, M.S., Al-Harthi, M.A., 2018b. Rheological and filtration properties of clay-polymer systems: Impact of polymer structure. Appl. Clay Sci. 160, 226–237. https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.01.016

Benna, M., Kbir-Ariguib, N., Clinard, C., Bergaya, F., 2001. Static filtration of purified sodium bentonite clay suspensions. Effect of clay content. Appl. Clay Sci., Surface Modification of Clay Minerals 19, 103–120. https://doi.org/10.1016/S0169-1317(01)00050-3

Cai, Y., Xue, Y., Pan, B., & Zhang, L. 2020. Polymers in clay-based materials: Modification mechanisms and applications. Applied Clay Science, 189, 105548.

Gamal, H., Elkatatny, S., Basfar, S., Al-Majed, A., 2019. Effect of pH on Rheological and Filtration Properties of Water-Based Drilling Fluid Based on Bentonite. Sustainability 11, 6714. https://doi.org/10.3390/su11236714

Gautam, S., Guria, C., Rajak, D.K., Pathak, A.K., 2018. Functionalization of fly ash for the substitution of bentonite in drilling fluid. J. Pet. Sci. Eng. 166, 63–72. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2018.02.065

Gómez-Díaz, D., Navaza, J.M., Quintáns-Riveiro, L.C., 2008. Intrinsic Viscosity and Flow Behaviour of Arabic Gum Aqueous Solutions. Int. J. Food Prop. 11, 773–780. https://doi.org/10.1080/10942910701596918

Gowida, A., Elkatatny, S., Abdelgawad, K., Gajbhiye, R., 2020. Newly Developed Correlations to Predict the Rheological Parameters of High-Bentonite Drilling Fluid Using Neural Networks. Sensors 20, 2787. https://doi.org/10.3390/s20102787

Hosseini, E., Mozafari, H.R., Hojjatoleslamy, M., Rousta, E., 2017. Influence of temperature, pH and salts on rheological properties of bitter almond gum. Food Sci. Technol. 37, 437–443. https://doi.org/10.1590/1678-457X.18116

Khodja, M., Canselier, J., F.Bergaya, M.Khodja-Saber, 2009. Une nouvelle méthode pour

l'évaluation de l'inhibition de la dispersion des argiles par les fluides de forage.

Koo, M.S., Lee, S.-Y., Wu, Q., 2022. Rheology and Filtration Properties of Bentonite–Water Suspensions as Influenced by Lignocellulosic Nanomaterials and Water-Soluble Biopolymer Additives. Energy Fuels 36, 4479–4490. https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.2c00184

Kuma, M., Das, B.M., Talukdar, P., 2020. The effect of salts and haematite on carboxymethyl cellulose–bentonite and partially hydrolyzed polyacrylamide–bentonite muds for an effective drilling in shale formations. J. Pet. Explor. Prod. Technol. 10, 395–405. https://doi.org/10.1007/s13202-019-0722-x

Li, X., Fang, Y., Al-Assaf, S., Phillips, G.O., Nishinari, K., Zhang, H., 2009. Rheological study of gum arabic solutions: Interpretation based on molecular self-association. Food Hydrocoll. 23, 2394–2402. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.06.018

Mahmoud, O. 2021. Formation-damage assessment and filter-cake characterization with nanoparticles. Drilling and Completion, 36(1), 75–86.

M'bodj, O., Ariguib, N.K., Ayadi, M.T., Magnin, A., 2004. Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay–water–electrolyte–xanthan. J. Colloid Interface Sci. 273, 675–684. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.02.028

Nahlawi, H., & Kodikara, J. 2006. Laboratory experiments on desiccation cracking of thin soil layers. Geotechnical and Geological Engineering, 24, 1641–1664.

Peron, H., Hueckel, T., & Laloui, L. 2009. Mechanics of drying in clayey soils and desiccation cracks. Unsaturated Soils Conference, Sydney.

Plee D., Lebedenko F., Obrecht F., Letellier M., and Van Damme H., 1990. Microstructure, permeability and rheology of bentonite - cement slurries. cement and concrete researc, 20, 45-61. https://doi.org/10.1016/0008-8846(90)90115-e.

Rezine, F., Hammadi, L., Bouchekara, M., 2021. Rheological characterization of the systems clay-polymer-electrolyte. Application to water based drilling fluids. J. New Technol. Mater. 11, 29–34.

Sabiu, B., Mohammed-Dabo, I., B.B.M., D., O.R., M., S., A., 2015. Refining and Characterisation of Gum Arabic Using Vacuum Filtration Method for Applicationin Oil and Gas Drilling Fluid Formulation. NgJournal Exp. Res. Off. Publ. Enugu State Univ. Sci. Technol. 2315 - 9650.

Salam, K.K., Adeleye, O.J., Arinkoola, A.O., 2010. Evaluation of rheological properties of beneficiated locally sourced mud using factorial design. Int. J. Oil Gas Coal Technol. 3, 144–159. https://doi.org/10.1504/IJOGCT.2010.033561

Saleh, T.A., Sarı, A., Tuzen, M., 2021. Development and characterization of bentonite-gum arabic composite as novel highly-efficient adsorbent to remove thorium ions from aqueous media. Cellulose 28, 10321–10333. https://doi.org/10.1007/s10570-021-04158-1

Sanchez, C., Nigen, M., Mejia Tamayo, V., Doco, T., Williams, P., Amine, C., Renard, D., 2018. Acacia gum: History of the future. Food Hydrocoll., A Festschrift in honour of Professor Glyn O. Phillips at his 90th Birthday 78, 140–160. https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.008

Strubel, S., Anlauf, H., & Nirschl, H. 2014. Cracking behavior of compressible filter cakes. In Vortrag gehalten auf European Conference on Fluid-Particle Separation, FPS

Tiwari, R., Kumar, S., Husein, M.M., Rane, P.M., Kumar, N., 2020. Environmentally benign invert emulsion mud with optimized performance for shale drilling. J. Pet. Sci. Eng. 186, 106791. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106791

Van Damme, H., 1994. Physique et mécanique des boues et des glaises. DRET Rep. D6A NO IEP 90, 851.

Yang, L., Jiang, G., Shi, Y., Lin, X., Yang, X., 2017. Application of ionic liquid to a high-performance calcium-resistant additive for filtration control of bentonite/water-based drilling fluids. J. Mater. Sci. 52, 6362–6375. https://doi.org/10.1007/s10853-017-0870-7

Wei, X., Ren, S., Yang, D., Sun, Z., & Xu, L. 2024. Physicochemical controls on desiccation crack patterns in bentonite: A comprehensive examination of salinity effects. Applied Clay Science, 249, 107254

Wiedemann, T., & Stahl, W. 1996. Experimental investigation of the shrinkage and cracking behaviour of fine participate filter cakes. Chemical Engineering and Processing: Process Intensification, 35(1), 35-42.

Chapitre V

RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-XANTHANE

TABLE DE MATIERE

Chapitre V : RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-XANTHANE

V.1- REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE XANTHANE 134
V.2- MATERIELS ET METHODES 140
V.2.1- Produits utilisés 140
V.2.1.1- Argile 140
V.2.1.2- Electrolyte 140
V.2.1.3- Xanthane 140
V.2.2- Préparation des suspensions 140
V.2.2.1- Suspensions BTp-eau 141
V.2.2.2- Suspensions BTp-eau-NaCl 141
V.2.2.3- Suspensions BTp-eau-xanthane 141
V.2.2.4- Suspensions BTp-NaCl-xanthane (premier ordre) 141
V.2.2.5- Suspensions bentonite-xanthane-NaCl (deuxième ordre) 141
V.2.3- Paramètres étudiés 142
V.2.3.1- Seuil d'écoulement et module élastique 142
V.2.3.2- Viscosité 142
V.2.3.3- Détermination du polymère adsorbeé 142
V.2.3.4- Zêtamétrie 142
V.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS 143
V.3.1- Rhéologie des solutions de xanthane 143
V.3.1.1- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en xanthane 143
V.3.1.2- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en NaCl 144
V.3.2- Rhéométrie du système : (BTp/Eau/XG/NaCl) 147
V.3.2.1- Adsorption du xanthane par BTp 147
V.3.2.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane 149
V.3.2.3- - Influence de l'ordre d'incorporation des composants 150
V.3.2.3.1- Etude du système BTp-NaCl-xanthane : premier ordre 150
V.3.2.3.2- Etude du système BTp- Xanthane-NaCl : deuxième ordre 152
V.4- CONCLUSION **155**
V.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 157

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure V.1 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de sa concentration 144
Figure V.2 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de la concentration de NaCl 145
Figure V.3 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration de NaCl, vitesse de cisaillement de 0,025 s^{-1} 146
Figure V.4a : Variation de la quantité de xanthane adsorbée et du potentiel zêta en fonction de la concentration en xanthane 148
Figure V.4b : Variation de la quantité de xanthane en fonction de la concentration en NaCl, à 1g/L de xanthane 149

Figure V.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane 150
Figure V.6 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 1) 151
Figure V.7 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 2) 152
Figure V.8 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange 154

Chapitre V

RHEOLOGIE DES SUSPENSIONS BENTONITE-NaCl-XANTHANE

V.1- REVUE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE XANTHANE

Au cours des opérations de forage, les mélanges argile-polymère-électrolyte utilisés jouent plusieurs rôles, garantissant le succès de ces opérations. Pour qu'un fluide de forage puisse satisfaire convenablement aux conditions de forage, il doit répondre aux exigences rhéologiques, notamment : -présenter un seuil d'écoulement, posséder un fort pouvoir viscosifiant avec le moins d'argile possible en suspension, un comportement rhéofluidifiant, afin de faciliter le pompage de ce fluide, etc. Il est toutefois tout aussi important que la boue puisse déposer sur les parois du puits, un dépôt appelé « gâteau de filtration », lequel joue un rôle fondamental en constituant une barrière protectrice destinée à limiter les pertes de fluide vers la formation traversée.

En général, les fluides à base d'huile (> 80% huile) offrent d'excellentes performances opérationnelles (Portilla, Suarez & Corzo 2012, Bruna et al. 2018). Cependant, leur coût élevé et leur potentiel de pollution limitent leur utilisation, car celle-ci est encadrée par une législation environnementale stricte (Adesina et al. 2012). C'est ainsi que, pour des raisons environnementales et financières les fluides à base d'eau sont de plus en plus privilégiés, non seulement dans les puits à basse pression, mais aussi parfois en conditions de haute pression (Fermandes & Young, 2010). Ces fluides nécessitent toutefois des additifs pour obtenir les propriétés rhéologiques et de filtration requises (Huarcaya, et al., 2019 ; Loazia et al. 2018), car leur invasion dans les formations poreuses peut endommager et réduire la productivité du réservoir, obstruer les conduites d'écoulement et même provoquer l'effondrement de la formation (Silva and Luca 2018. Silva et al., 2019). En effet, différents types de polymères sont utilisés dans le domaine des fluides de forage. Le xanthane est l'un de ces polymèreslargement considérés dans l'industrie pétrolière. Reconnu pour son pouvoir viscosifiant élevé, il contribue non seulement au contrôle des pertes de fluide, mais également à l'ajustement des propriétés rhéologiques afin de les rendre conformes aux spécifications de l'API (American Petroleum Institute).

Le xanthane a été identifié pour la première fois dans les années 1950, et sa production à l'échelle industrielle a commencé environ dix ans plus tard (Hublic 2012. Galvan et al., 2018 ; Nordin et al., 2020). Également connu sous le nom de gomme de maïs, il se présente sous la

forme d'une poudre blanche à jaune clair et est largement utilisé dans divers domaines en tant qu'épaississant, notamment dans l'alimentation, la formulation pharmaceutique, les cosmétiques, ainsi que dans les herbicides, engrais et autres produits agricoles.

Toutefois, l'industrie pétrolière reste son domaine d'application privilégié. Selon les prévisions, le marché mondial de la gomme xanthane devrait atteindre 523,7 millions de dollars d'ici 2026, avec un taux de croissance annuel composé (TCAC) de 3,18 % sur la période de prévision (Nordin et al., 2020). Ces nombreuses utilisations, du xanthane sont dues à ses excellentes propriétés et ses caractéristiques physico-chimiques particulières.

Le xanthane est un polysaccharide naturel de haute masse moléculaire, de l'ordre de 2×10^6 à 20×10^6 Da (Patel et al., 2020), de 10^6 à 10^7 Da (Galvan et al., 2018), de $3 \times 10^5 – 7{,}5 \times 10^6$ $g.mol^{-1}$ (Akpan, et al., 2020) de $1{,}165 \times 10^6$ $g.mol^{-1}$(Brunchi et al., 2016). Le xanthane est un biopolymère anionique dont la formule chimique de base est $(C_{35}H_{49}O_{29})_n$ (Nordin et al., 2020. Pavel et al., 2020). Ce biopolymère est naturel, non toxique, biocompatible et biodégradable (Abu Elela et al., 2021). La gomme xanthane est entièrement soluble dans l'eau chaude ou froide, s'hydrate facilement lorsqu'elle est dispersée dans de l'eau et aide à maintenir la viscosité élevée des solutions même à faible concentration. Néanmoins, sa préparation requiert certaines précautions : si elle est ajoutée directement à une faible quantité d'eau sans agitation homogène, la couche externe des particules peut absorber l'eau, former une micelle, empêcher l'hydratation interne et réduire l'efficacité du polymère. Les solutions à base de gomme xanthane présentent une forte stabilité, et peuvent accroître considérablement la viscosité d'un liquide même à très faible concentration (Patel et al., 2020). À forte concentration, il forme une pâte muqueuse qui ressemble à un gel, mais qui n'en est pas un en réalité (Patel et al., 2020 ; Bresolin et al., 1998). Il possède un nombre plus élevé de groupes fonctionnels que de nombreux polymères classiques, ce qui lui confère certaines propriétés particulières dans certaines conditions particulières.

Le xanthane est obtenu à partir de la fermentation de glucides par la bactérie *Xanthomonas Campestris* (Garcia-Hernandez *et* al, 2017 ; Cabaral *et* al, 2018 ; Hussein *et al*, 2020 ; Abu Elella *et al*, 2021 ; Zhu *et* Zheng, 2021). La chaîne principale est constituée d'unités de glucose, dont la structure est identique à celle de la cellulose, mais elle porte des chaînes latérales trisaccharidiques. La molécule de xanthane adopte une conformation hélicoïdale à l'état stable. Les chaînes latérales sont formées α-D-mannose, Les chaînes latérales sont formées, acide β-glucuronique et une unité terminale de β-D-mannose reliée à un groupe de pyruvates. Les monosaccharides (β-D-glucose, α-D-mannose et acide α-D-glucuronique)

présents dans la gomme xanthane sont présents dans un rapport molaire 2:2:1. Le β-D glucose est lié au squelette de type cellulose. Une courte ramification trisaccharidique est constituée d'acide glucuronique, pris en sandwich entre deux unités de mannose, et peut contenir de manière alternative une unité de glucose. Un groupe pyruvate peut être rattaché au mannose terminal et un groupe acétyle en C_6 peut être rattaché au mannose près de la chaîne principale (Sworn, 2009 ; Casas et al. 2000 ; Lopes et al. 2015 ; Garcıa-Ochoa et al. 2000 ; Katzbauer, 1998 ; Garcia-Hernandez *et* al, 2017 ; Galvan et al., 2018). Le xanthane adopte une conformation désordonnée dans des conditions de faible force ionique ou de température élevée. En revanche, dans des conditions opposées, il se présente sous forme de simple ou de double hélice (Li et al., 2012). Les dimensions moyennes de la molécule de xanthane sous sa forme ordonnée varient entre 0,8 et 1,2 μm de longueur et environ 2 nm de diamètre, avec une longueur de persistance comprise entre 50 et 120 nm. Ces dimensions dépendent beaucoup des conditions expérimentales et des méthodes de mesure utilisées (M'bodj *et al*, 2004 ; Reinoso *et al*, 2019).

La solution de gomme xanthane présente une viscosité élevée à faible vitesse de cisaillement, même à faible concentration. En revanche, sa viscosité diminue fortement lorsque la vitesse de cisaillement augmente, et elle retrouve rapidement sa valeur initiale dès l'arrêt de l'action de cisaillement. La relation entre la viscosité et la vitesse de cisaillement correspond à un comportement de type pseudoplastique (rhéfluidifiant). Ainsi, la gomme xanthane possède d'excellentes propriétés rhéologiques, jouant un rôle déterminant dans la stabilisation des suspensions (Casas et al. 2000 ; García-Ochoa et al. 2000 ; Faria et al. 2011 ;Katzbauer, 1998 ; Sharma et al. 2006).

Les changements de température exercent peu ou pas d'influence sur la viscosité de la gomme xanthane. Alors que la plupart des polysaccharides présentent une variation de viscosité en fonction de la température, les solutions de gomme xanthane conservent pratiquement une viscosité constante. Dans une large plage de températures, la solution aqueuse, même faiblement concentrée maintient une stabilité remarquable et une viscosité élevée (García-Ochoa et al. 2000 ; Faria et al. 2011 ; Sharma et al. 2006 ; Katzbauer, 1998). Cependant, Brunchi et al., 2016, ont montré que pour les solutions de gomme xanthane dans l'eau, on observe tout d'abord une légère diminution de la viscosité avec la température, puis, au-dessus de 33-38 °C, une forte augmentation de la viscosité. Ce comportement suggère que l'augmentation de la température induit une transition conformationnelle des chaînes de xanthane d'un état rigide (associé à une viscosité plus faible en solution aqueuse) à une

conformation plus flexible dans un état désordonné (associé à une viscosité plus élevée). Il faut noter que cette température de transition dépend de la concentration en xanthane ainsi que de la présence de sels. Dans la littérature (Rochefort et al. 1987; Jones et al., 1987 ; Brunchi et al., 2016), il a été démontré que la conformation de la chaîne de xanthane en solution évolue d'une chaîne rigide et ordonnée à température ambiante vers une structure moins ordonnée à des températures élevées en raison d'une dissociation partielle ou complète des brins. Ce processus conduit à la formation d'agrégats constitués d'un nombre variable de chaînes polymères.

Le comportement de la solution de gomme xanthane varie également, en fonction du pH du milieu. Casas et al. 2000 ; García-Ochoa et al. 2000 ; Faria et al. 2011 ont montré que la viscosité reste inchangée dans la plage de pH comprise entre 5 et 10, mais qu'elle varie considérablement lorsque le pH est inférieur à 4 ou supérieur à 11. En revanch, Sharma et al. 2006 ; Katzbauer, 1998, rapportent que la viscosité des solutions de xanthane demeure presque constante pour les pH compris entre 1 et 13. À un pH de 9 ou plus, la gomme xanthane libère lentement du diacétyle, sans que cela n'affecte ses propriétés d'écoulement. Sworn, (2009) et Galvan et al., (2018) confirment que, pour une concentration donnée, la viscosité apparente du xanthane reste stable dans un large intervalle de pH, compris entre 3 et 10. Il a été démontré que, dans un milieu acide, la conformation des chaînes de gomme xanthane demeure sous forme de double hélice dans une solution concentrée (Brunchi et al., 2016). En revanche, lorsque le pH augmente, les chaînes de gomme xanthane subissent une transition conformationnelle, passant de la double hélice à des boucles désordonnées (Bueno et Petri, 2014 ; Cristina-Eliza et al., 2016).

Les résultats d'études, portant sur l'effet de sels sur le comportement rhéologique des solutions de xanthane sont plus diversifiés. Nuzul et al., 2020, rapportent que la gomme xanthane peut être mélangée à de nombreux sels, tels que ceux de potassium, de sodium, de calcium et de magnésium, sans que sa viscosité n'en soit affectée. Cette propriété permet de maintenir sa solubilité même en milieu hypersalin, et d'éviter tout phénomène de précipitation ou de floculation dans une solution fortement concentrée en sel, tout en préservant sa viscosité (García-Ochoa et al. 2000 ; Faria et al. 2011 ; Sharma et al. 2006). En revanche, Sworn, (2009); Galvan et al., (2018), ont montré une diminution de la viscosité apparente lorsque la concentration de sel augmente de 0 à 9,4 gL^{-1}, pour une quantité de xanthane de 1,75 $g.L^{-1}$. Ces mêmes auteurs considèrent, que les effets des sels ne se limitent pasà l'effet de la charge effective du cation (mono, di ou trivalent), mais dépendent aussi à la taille et à la nature du

cation. Ils concluent, qu'à ce stade de d'étude, les effets des sels inorganiques sur le comportement rhéologique du xanthane, présente un caractère spécifique et ne peuvent être généralisés.

D'une manière générale, lorsqu'un polyélectrolyte est mis en suspension avec une argile, des interactions se produisent et conduisent à une rétention partielle du polyélectrolyte par la surface argileuse. Ces associations sont réalisées dans le but d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques des suspensions, en fonction d'applications spécifiques. Les mécanismes d'interactions entre les argiles et les polyélectrolyte sont largement décrits dans la littérature (Akpan et al., 2020 ; Abu-Jdayil et al., 2021). Les résultats de ces travaux montrent que la rétention des polyélectrolyte peut s'effectuer selon différents processus. Elle peut résulter d'une adsorption de surface, impliquant des interactions de type van der Waals ou électrostatiques, mais également d'une insertion partielle du polymère dans l'espace interfoliaire des feuillets argileux. Ces interactions dépendent de plusieurs paramètres tels que la nature et la quantité d'argile, la nature et les caractéristiques intrinsèques du polyélectrolyte, ainsi que les conditions physico-chimiques du mélange (pH, force ionique, température, temps d'agitation, mode de préparation, etc…). L'adsorption des polyélectrolytes par les argiles peut conduire à la stabilisation ou à la floculation de la suspension considérée. Dans le cas du xanthane, la majorité des auteurs s'accordent à conclure qu'il s'agit principalement d'une adsorption de surface, impliquant des liaisons de type van der Waals ou électrostatiques (M'bodj et al., 2004 ; Luckham etRossi, 1999). Benchabane et al. (2006), confirment par diffraction des rayons-X aux petits angles, qu'il ne s'agit pas d'une insertion dans l'espace interfoliaire.

Les mélanges ternaires bentonite–xanthane–NaCl constituent des systèmes complexes où les interactions entre polymère, argile et sel conditionnent la structuration microscopique et les propriétés rhéologiques macroscopiques. La rhéologie de ces systèmes a fait l'objet de relativement peu d'études. Les travaux spécifiquement consacrés aux systèmes ternaires bentonite–xanthane–NaCl restent relativement rares dans la littérature. Souza et al. (2017) ont réalisé une caractérisation rhéologique de suspensions bentonitiques additivées en gomme xanthane en présence de NaCl et $CaCl_2$. Leurs résultats montrent que l'ajout de xanthane améliore nettement la viscosité à bas cisaillement et le seuil d'écoulement, mais que l'augmentation de la salinité, même avec un sel monovalent comme NaCl, conduit à une diminution progressive de ces paramètres et à une réduction de l'hystérésis thixotropique. De manière complémentaire, Okaome et Akintola (2022), ont étudié l'influence de divers sels

(NaCl, KCl, $CaCl_2$) sur les boues de forage à base de bentonite et de xanthane. Ils confirment que la présence de NaCl réduit la viscosité plastique et le seuil d'écoulement, tout en soulignant que les sels divalents exercent un effet déstabilisant plus marqué que NaCl. Ces deux contributions convergent vers l'idée que le NaCl, bien que moins agressif que $CaCl_2$, exerce une action ambivalente : à faible concentration, il favorise une structuration modérée par réduction des répulsions électrostatiques, mais à concentration élevée, il entraîne un affaiblissement du seuil d'écoulement et une diminution de la stabilité rhéologique des suspensions ternaires.

Ce comportement non linéaire, fortement dépendant des concentrations relatives et du mode de préparation, illustre toute la complexité des systèmes bentonite–xanthane–NaCl et justifie la nécessité de travaux expérimentaux systématiques pour en préciser les mécanismes d'interaction. En effet, bien que la littérature décrive de manière relativement détaillée le comportement du xanthane en solution aqueuse et l'influence des sels sur sa conformation, peu de travaux se sont attachés à étudier de façon systématique les interactions ternaires entre bentonite, xanthane et électrolytes. La plupart des études disponibles se concentrent soit sur les systèmes binaires (argile–électrolyte ou polymère–électrolyte), soit sur les propriétés isolées du xanthane, sans explorer les effets croisés qui se produisent lorsque ces trois constituants sont combinés. De plus, la question de l'influence de l'ordre d'incorporation des composants, pourtant déterminante pour la structuration et la stabilité des suspensions, reste largement absente de la littérature.

Dans cette perspective, ce chapitre a pour objectif d'examiner de manière approfondie les propriétés physico-chimiques et rhéologiques des suspensions ternaires bentonite–NaCl–xanthane. L'étude vise plus particulièrement à mettre en évidence les mécanismes d'interaction entre l'argile, le polymère et l'électrolyte, et à déterminer dans quelle mesure ces interactions conditionnent la stabilité colloïdale et les réponses rhéologiques du système. Pour ce faire, une attention particulière sera portée à l'influence de la concentration en polymère et en sel, ainsi qu'à l'effet de l'ordre d'incorporation des différents constituants.

Afin d'apporter des éléments de compréhension à l'échelle microscopique et macroscopique, plusieurs approches expérimentales sont mobilisées : la caractérisation rhéologique (seuil d'écoulement, module élastique, viscosité), la quantification du polymère adsorbé sur la surface des particules d'argile et la mesure du potentiel zêta. L'ensemble de ces investigations permettra de discuter le rôle respectif de la bentonite, du xanthane et du NaCl dans la

structuration des suspensions, et de proposer un schéma d'interprétation des mécanismes mis en jeu.

L'organisation du chapitre s'articule ainsi autour de la présentation des matériaux et méthodes, suivie de l'exposé et de la discussion des résultats relatifs aux systèmes binaires et ternaires, afin de dégager les effets combinés des paramètres étudiés et de souligner l'importance du mode de préparation dans la détermination des propriétés finales des suspensions.

Dans ce cadre, la section suivante est consacrée à la description des matériaux utilisés et des protocoles expérimentaux mis en œuvre pour la préparation et la caractérisation des différentes suspensions étudiées

V.2- MATERIELS ET METHODES

V.2.1- Produits utilisés

V.2.1.1- Argile

L'argile utilisée dans cette étude est une bentonite commercialisée par Sigma-Aldrich (montmorillonite, CAS n° 1302-78-9), de masse molaire apparente de 180,1 $g \cdot mol^{-1}$, de pH compris entre 6 et 9, et de densité relative 2,4 $g \cdot cm^{-3}$. Avant utilisation, elle a été purifiée par échange cationique. L'argile a été finement caractérisée (chapitre II ou III) (Benna *et al,* 1999).

V.2.1.2- Electrolyte

Le chlorure de sodium (NaCl) provient de VWR Chemicals (CAS n°7647-14-5). Il présente une pureté de 99,6 %, un pH mesuré à 25 °C de 5,4 et une masse molaire de 58,44 $g \cdot mol^{-1}$.

V.2.1.3- Xanthane

Le xanthane utilisé est le Rhodica, de masse moléculaire moyenne (Mw) égale à $2,0 \times 10^6$ Da, commercialisé par Sigma-Aldrich. Il se présente sous forme de poudre jaune blanchâtre. Sa viscosité, mesurée dans l'eau à 1 % en masse, varie de 877 à 1153 mPa·s. Sa pureté est de 98,9 %.

V.2.2- Préparation des suspensions

Toutes les suspensions ont été préparées de la même manière (voir chapitre III) afin d'éliminer tout effet lié à la méthode de préparation. En effet, le mode de préparation des suspensions argile-eau-électrolyte-polymère, a une grande influence sur leur stabilité dans le temps et leur comportement rhéologique (Benna et al, 1999 ; Guey et al., 2025). Il est donc essentiel que le

même protocole soit systématiquement appliqué afin d'obtenir des fluides reproductibles. L'ensemble des préparations a été réalisé à température ambiante (25 ± 1 °C). Les pH et conductivités des différentes suspensions préparées sont mesurés à l'aide d'un appareil Orion Star A215 pH/Conductivity Meter.

V.2.2.1- Suspensions BTp-eau

Une masse de bentonite déterminée est dispersée dans de l'eau désonisée. La suspension a été agitée pendant 20 heures, puis laissée au repos durant 24 heures avant d'être soumise aux mesures.

V.2.2.2- Suspensions BTp-eau-NaCl

Différentes concentrations de NaCl (0,01 M à 0,2M) ont été préparées à partir d'une solution mère de NaCl à 1 mol/l. Une masse de bentonite, est été ensuite ajoutée à chacune de ces différentes concentrations. Les mélanges obtenus ont été agités pendant 20 heures, puis laissés au repos durant 24 heures avant d'être soumis aux mesures.

V.2.2.3- Suspensions BTp-eau-xanthane

Différentes suspensions de xanthane dans une gamme de concentration variant de 500 à 2000 ppm, ont été préparées dans de l'eau désionisée. Une masse de bentonite a, ensuite, été ajoutée à chacune de ces suspensions et les mélanges obtenus ont été agités pendant 20 heures. Les suspensions bentonite-xanthane ainsi préparées ont ensuite été laissées au repos durant 24 heures avant analyse.

V.2.2.4- Suspensions BTp-NaCl-xanthane (premier ordre)

Pour préparer les suspensions bentonite-NaCl-xanthane, désignées comme « premier ordre », une masse déterminée de bentonite a été dispersée dans une solution contenant du NaCl à une concentration fixée. Le mélange obtenu a été agité pendant 20 heures puis laissé au repos durant 24h. Parallèlement, une solution de xanthane a été préparée et hydratée au réfrigérateur à 5 °C, avant d'être ajoutée au mélange bentonite–NaCl. Le système bentonite–NaCl–xanthane ainsi constitué a ensuite été agité pendant 20 heures, puis laissé au repos pendant 24 heures avant les mesures.

V.2.2.5- Suspensions bentonite-xanthane-NaCl (deuxième ordre)

Pour préparer les suspensions bentonite–xanthane–NaCl, désignées comme « deuxième ordre », une quantité déterminée de xanthane a été ajoutée à une suspension de bentonite. Le mélange obtenu a été agité pendant 20 heures, puis laissé au repos durant 24 heures.

Différentes quantités de NaCl ont ensuite été ajoutées au mélange bentonite–xanthane, et l'ensemble a été agité pendant 20 heures. Les suspensions bentonite–xanthane–NaCl ainsi préparées ont enfin été laissées au repos pendant 24 heures avant d'être soumises aux mesures.

V.2.3- Paramètres étudiés

V.2.3.1- Seuil d'écoulement et module élastique

Toutes les mesures du seuil d'écoulement et du module élastique ont été effectuées à l'aide d'un rhéomètre DHR3 (TA Instruments) à température ambiante 25°C.

La méthode de vane-test (scissomètrie) a été utilisée pour la détermination du seuil d'écoulement et du module élastique (Alderman et al., 1991; Benna et al., 1999; Barnes et al., 2001; M'bodj et al., 2004 ; Fatou et al., 2025). Cette méthode est décrite en détail au chapitre III.

V.2.3.2- Viscosité

Les viscosités des suspensions de xanthane sont mesurées de la même manière, que pour la gomme arabique. Les mesures sont réalisées sur un rhéomètre MARS III (HAAKE-Mars Scientific) équipé d'une géométrie Couette (diamètre du rotor : 38,018 mm, longueur : 55,02 mm ; diamètre du stator : 43,402 mm) est également utilisé. Les taux de cisaillement appliqués sontt compris entre 10^{-2} et 100 s^{-1}, et toutes les mesures ont été effectuées à 25°C.

V.2.3.3- Détermination du polymère adsorbé

Pour déterminer le polymère adsorbé sur les surfaces des particules d'argile, il est nécessaire de mesurer la différence entre la quantité de polymère présente dans la solution initiale diluée et celle restant dans la solution après contact avec l'argile. Ainsi, les échantillons contenant de l'argile et du polymère ayant servi pour la mesure du seuil d'écoulement et du module élastique sont centrifugés à 5000 tour/min pendant 4heures.

La teneur en polymère a ensuite été déterminée par la mesure du carbone total contenu dans la solution ou dans le surnageant. L'appareil utilisé est un analyseur de carbone total TOC–Shimadzu VCSN (plage 0,5–25 ppm, précision ±0,01 %

V.2.3.4- Zêtamétrie

Pour déterminer la mobilité électrophorétique des particules dans les suspensions, les gels ayant servi à mesurer le seuil d'écoulement et le module élastique ont été centrifugés à 5000 tour/min pendant 4 heures. Les surnageants récupérés, auxquels ont été ajoutés quelques

milligrammes des culots, pour maintenir le même effet de matrice, ont ensuite servi aux mesures de la mobilité électrophorétique.

La mobilité électrophorétique du BTp a été mesurée en fonction de la fraction d'argile (4-8 % w/w), de la concentration de NaCl (0,01-0,2 M) et de la teneur en xanthane (0,5-2g/L). Toutes les mesures sont réalisées à l'aide d'un zétamètre du type « Malvern Instruments Zetasizer 5000 ». L'unité optique contient un laser He-Ne (638nm) de puissance 5mW. Une cellule d'électrophorèse standard du type cell-Zet 5104 est utilisée (Emax= 80V/cm).

V.3- RESULTATS ET DISCUSSIONS

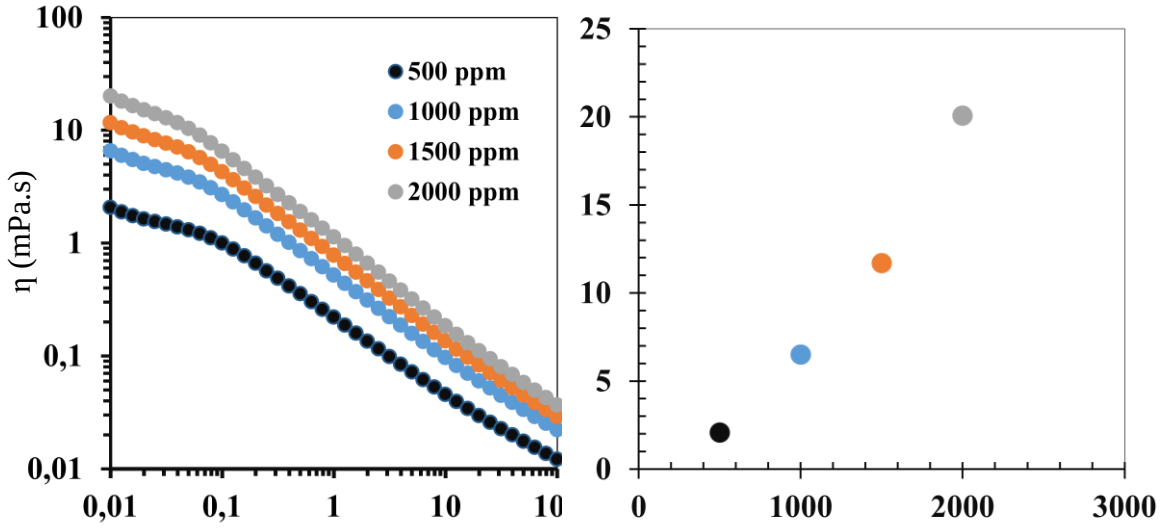
V.3.1- Rhéologie des solutions de xanthane

V.3.1.1- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en xanthane

La variation de la viscosité des dispersions aqueuses de xanthane (en absence de sels), à différentes concentrations de xanthane (0,5 – 2g/L), en fonction du gradient de cisaillement est présentée sur la figure V.1a. La variation de la viscosité en fonction de la concentration pour une vitesse de cisaillement de 0,01 s^{-1} est représentée sur la figure V.1b.

Les figures montrent que la viscosité du xanthane diminue lorsque le gradient de cisaillement augmente, confirmant son comportement pseudoplastique (rhéofluidifiant). En revanche, la viscosité augmente avec la concentration de xanthane dans le milieu. Ce phénomène résulte de la capacité des longues macromolécules de xanthane à former des liaisons hydrogène à la fois intra et intermoléculaires (Brunchi et al., 2016) lesquelles sont progressivement rompues sous l'effet du cisaillement, entraînant l'orientation des chaînes polymériques dans le sens de l'écoulement.

A la température de mesure (25 °C) et pour des valeurs de pH comprises entre 5,4 et 6,5, en l'absence de sel, le xanthane adopte une conformation en double hélice, ce qui contribue à sa viscosité élevée. En effet, Bejenariu et al., 2010, considèrent qu'à la température ambiante, une solution de xanthane à faible concentration présente une viscosité élevée et un écoulement pseudoplastique prononcé du fait de sa conformation hélicoïdale stabilisée par des liaisons hydrogène entre le squelette principal et les chaînes latérales. À des concentrations plus élevées (C>C*), les solutions de xanthane se comportent comme un gel. A des concentrations encore plus importantes, à faible vitesse de cisaillement, et à des concentrations très élevées (C>C**), ces solutions peuvent présenter une phase cristalline liquide.



(a) Vitesse de cisaillement (s^{-1}) (b) Concentration xanthane (ppm)

Figure V.1 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de sa concentration

Brunchi et al., 2016, ont montré qu'à un pH = 5, les forces de répulsion électrostatique entre les groupes –COO− situés sur la chaîne latérale de xanthane provoquent l'expansion des chaînes et entraînent ainsi une augmentation progressive de la viscosité lors de la dilution de la solution. Au pH = 6, la solution de xanthane est totalement déprotonée (Brunchi et al., 2016).

V.3.1.2- Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration en NaCl

La variation de la viscosité de la solution aqueuse de xanthane en fonction de la concentration de NaCl (0 à 0,1 $mol.L^{-1}$) pour une concentration constante de xanthane (2000 ppm) également été étudiée. La figure V.2 illustre que la viscosité du xanthane tend à décroître avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. De plus, cette viscosité diminue globalement avec l'augmentation de la concentration en NaCl. En particulier, pour une vitesse de cisaillement faible de 0,025 s^{-1}, la viscosité du xanthane à 2000 ppm, passe de 14 à 9 mPa.s. lorsque la concentration de NaCl varie de 0 à 0,1$mol.L^{-1}$. On notera que pour des taux de cisaillement plus élevés, dans la zone de rhéofluidification, l'effet de la salinité sur la viscosité est relativement peu significatif. Les solutions de xanthane ont une bonne stabilité vis-à-vis de la salinité.

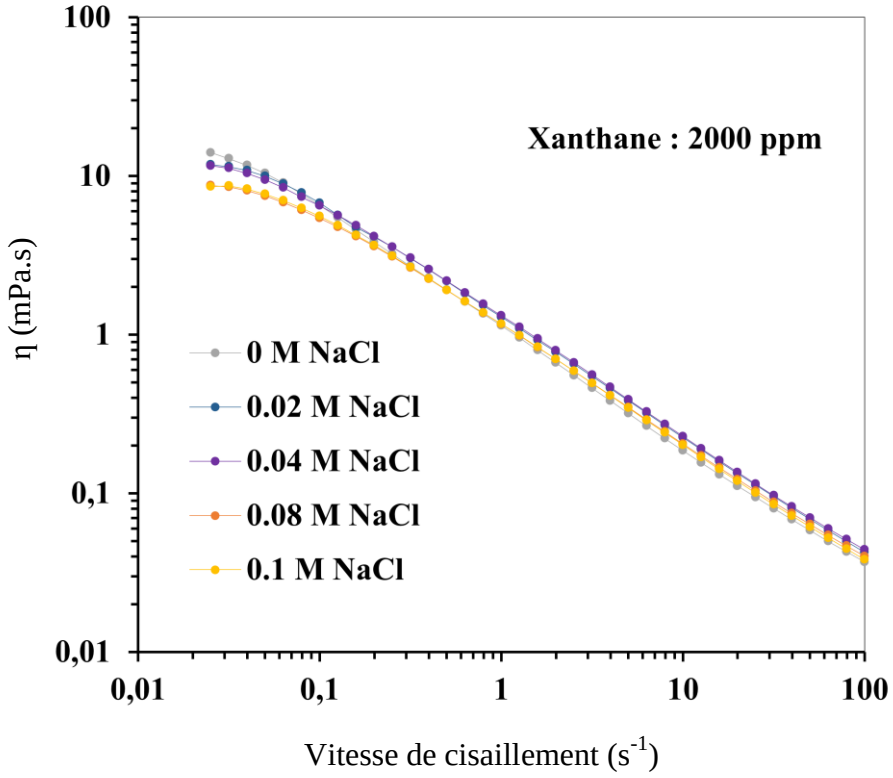


Figure V.2 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la vitesse de cisaillement et de la concentration de NaCl

Cette diminution est attribuée à une évolution de la structure de la molécule de xanthane en présence de NaCl. La structure oscille entre un état rigide en double hélice et une configuration plus dégradée, désordonnée. En absence de sel ou à très faible force ionique, le xanthane adopte une structure rigide en double hélice. L'ionisation des groupements fonctionnelles, entrîine des répulsions électrostatiques entre les molécules et conduit à une augmentation de leur volume hydrodynamique. Ces dernières forment alors un réseau tridimensionnel, sur la base de liaisons hydrogènes (Brunchi et al., 2016), qui accroît la viscosité des solutions de xanthane dans ces conditions. En présence sel, par effet écran les ions Na^+ reduit les répulsions entres les molécules de xanthane entrainant une diminution de volume hydrodynamique des molécules ainsi que les interactions électrostatiques et par conséquent, une baisse de la viscosité de la solution. En effet, selon Galvan et al., 2018 ; les sels de sodium, de potassium ou de calcium peuvent entrainer une diminution jusqu'à 40% de la viscosité d'une solution xanthane, comparée à celle d'une solution de xanthane sans ajout de sel.

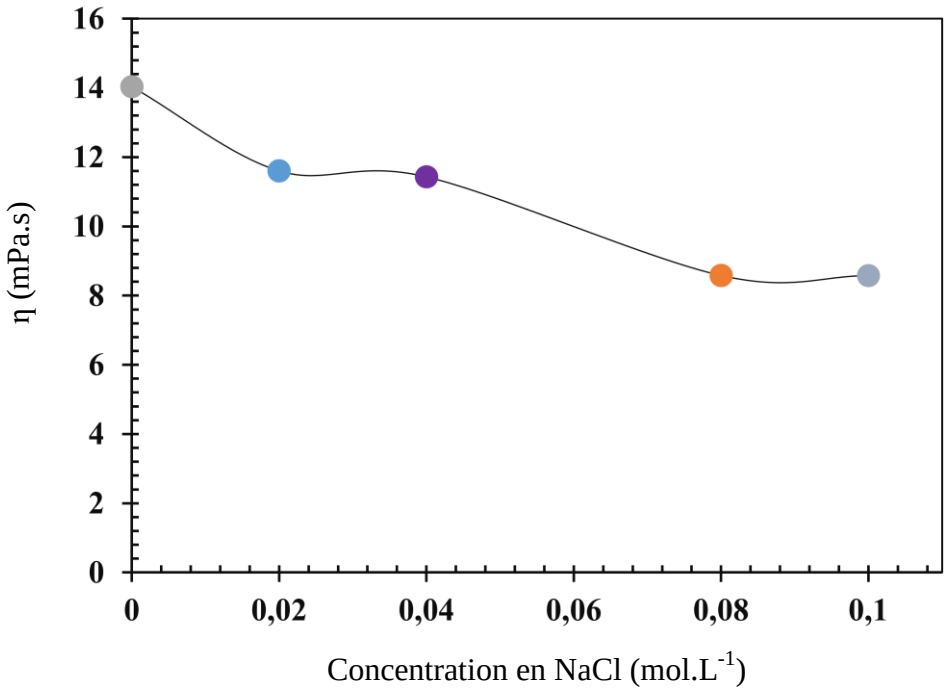


Figure V.3 : Variation de la viscosité du xanthane en fonction de la concentration de NaCl, vitesse de cisaillement de 0,025 s^{-1}

Par ailleurs, la littérature rapporte certains travaux sur l'effet de l'ajout de sels dans des solutions de xanthane, mettant en évidence des résultats contrastés : selon les conditions expérimentales, la viscosité de ces solutions peut soit augmenter, soit diminuer en présence de sels. Selon Alves et al., (2019), ces différences sont liées à l'évolution de la structure moléculaire du xanthane, passant d'une conformation ordonnée en double hélice semi-rigide, due aux interactions intermoléculaires associatives entre les chaînes latérales et la chaîne principale, à une forme secondaire désordonnée, constituée de chaînes simples flexibles (dénaturation en chaines simples). Entre ces deux états, la transition peut être soit partielle, soit complète (Brunchi et al., 2016). Dans certaines conditions, la structure peut évoluer vers une renaturation, souvent incomplète (M'bodj et al., 2004). Brunchi et al., (2016), ont montré, par microscopie à force atomique, qu'à l'équilibre, la conformation en double hélice demeure prédominante par rapport à la conformation en chaînes simples et flexibles, dont la proportion augmente avec la concentration en sel. Les effets des sels ne se limitent pas à l'influence de la charge effective des cations, il est également essentiel de prendre en compte la nature de ces derniers, notamment leur taille. Ces considérations permettent d'expliquer les différentes évolutions des viscosités des solutions de xanthane en présence de divers sels. Galvan et al.,

2018, ont montré que les effets des sels sur la viscosité du xanthane, comme sur d'autres biopolymères, sont spécifiques et ne peuvent pas être généralisés.

V.3.2- Rhéométrie du système : *(BTp/Eau/XG/NaCl)*

La rhéologie du système BTp/Eau/XG/NaCl, est étudié dans cette section afin de comprendre les mécanismes d'interaction entre les différentes composantes de ce système. La quantité de bentonite BTp considérée est de 8% (g/g). La quantité de xanthane varie entre 0,5g à 2g/L et celle de NaCl varie de 0,01 à 0,16 mol/L. Les interactions entre l'argile BTp, le NaCl et le xanthane seront évaluées, à travers l'analyse de la variation du seuil d'écoulement et le module élastique, de la quantité de xanthane adsorbée par l'argile BTp ainsi que l'évolution du potentiel zêta des particules de BTp au cours de cette adsorption. Par ailleurs, les effets du mode de préparation des suspensions seront particulièrement examinés, en modifiant l'ordre de mélange des composantes du système. Un premier système, dit «ordre1» sera préparé en ajoutant le xanthane dans le mélange BTp-NaCl, et un second système, dit «ordre 2», sera établi en ajoutant du NaCl au mélange BTp-xanthane.

V.3.2.1- Adsorption du xanthane par BTp

Les figures V.4a et V.4b illustrent les courbes d'adsorption du xanthane sur l'argile BTp, en fonction de la concentration en polymère ainsi que la variation du potentiel zêta en fonction de la quantité de xanthane adsorbée. L'adsorption du xanthane augmente rapidement avec l'ajout de polymère, et tend vers un plateau à partir de 1g/L. La variation du potentiel zêta en fonction de la quantité de xanthane adsorbée évolue dans le sens inverse. Plus la quantité de polymère adsorbée augmente, plus le potentiel zêta diminue. De manière générale, la rétention des polyélectrolytes par les argiles s'effectue essentiellement par une adsorption en surface, via des liaisons de type van der Waals (Saleh et al, 2021), par interactions électrostatiques entre pôles positifs et pôles négatifs, ou encore par insertion dans l'espace interfoliaire. Les particules d'argile présentent une charge négative permanente sur les faces, ainsi que sur les bords au pH = 9,91(milieu légèrement basique). Dans ces conditions, la rétention du xanthane ne peut pas s'effectuer par attraction électrostatique, puisque que le polymère est également chargé négativement. Par ailleurs, Benchabane et Bekkour 2006, ont montré, grâce à la diffraction des rayons X aux petits angles, que le xanthane ne s'insère pas dans l'espace interfoliaire des argiles. Ces mêmes auteurs considèrent que le xanthane s'adsorbe uniquement sur la surface externe. Ces résultats sont en accord avec ceux reportés par M'bodj et al., (2004), qui indiquent que le xanthane s'adsorbe à la surface des particules d'argile par l'intermédiaire de liaisons types de Van der Waals et de liaisons hydrogènes.

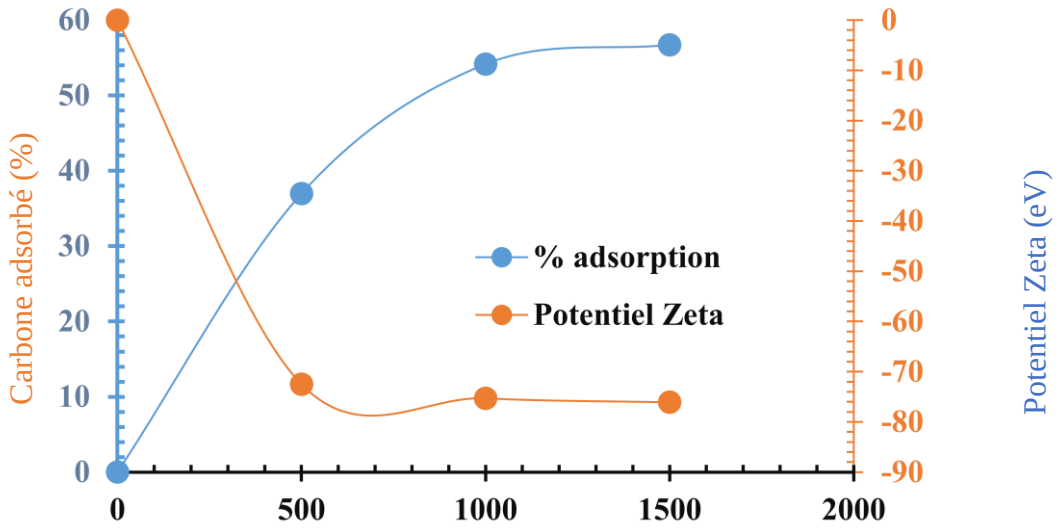


Figure V.4a : Variation de la quantité de xanthane adsorbée et du potentiel Zeta en fonction de la concentration en xanthane

On observe également sur la figure V.4b, que le potentiel zêta diminue avec la quantité de xanthane adsorbée. Ce résultat est attendu, le xanthane, étant un polyélectrolyte anionique, accroît la charge négative des particules d'argile, une fois adsorbé sur leur surface. Ceci se traduit par une augmentation globale de la charge négative des particules d'argile et par conséquent, une diminution du potentiel zêta.

En l'absence de NaCl, l'adsorption du xanthane par l'argile BTp est de l'ordre de 54%, pour une concentration de 1g/L de xanthane dans la suspension. Lorsque l'on ajoute du NaCl, la quantité de xanthane adsorbée augmente significativement. Ainsi, pour une concentration de NaCl de 0,04 mol/L, l'adsorption atteint 92%, avant de diminuer légèrement à 87%, lorsque la concentration de NaCl est portée à 0,08mol/L.

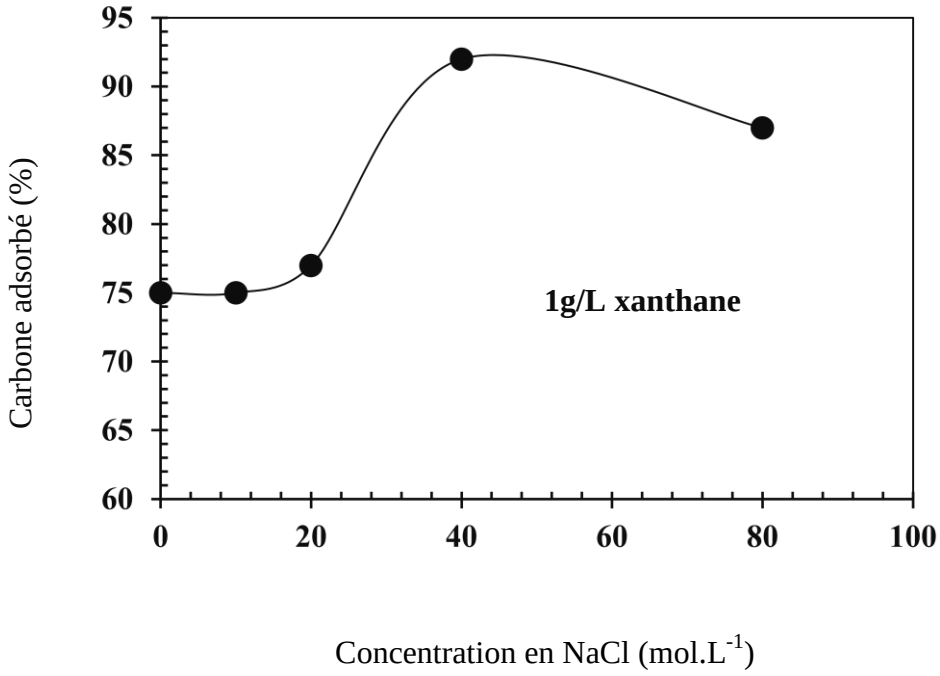


Figure V.4b : Variation de la quantité de xanthane en fonction de la concentration en NaCl, à 1g/L de xanthane

De manière générale, à des concentrations élevées en électrolytes, l'adsorption de polyélectrolytes de même signe de charge à la surface des particules est renforcée. En effet, la présence de cations diminue, par effet d'écran, les répulsions entre les polyanions et les surfaces chargées négativement et les rapprochent ainsi suffisamment pour permettre l'établissement d'interactions attractives à courte distance. La légère diminution de la quantité de xanthane adsorbée à 0,08mol/L de NaCl, peut être attribuée à un effet simultané d'agrégation des particules d'argile et de diminution de la surface accessible.

V.3.2.2- Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane

Les variations du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane, pour une teneur de 8% (g/g) de BTp, sont présentées sur la figure V.5. La courbe montre que le seuil d'écoulement et le module élastique varient respectivement de 226 (Pa) et 257 (Pa) à 365 (Pa) et 661 (Pa). Les résultats montrent que le seuil d'écoulement et le module élastique augmentent, traduisant le rôle structurant du xanthane dans le système.

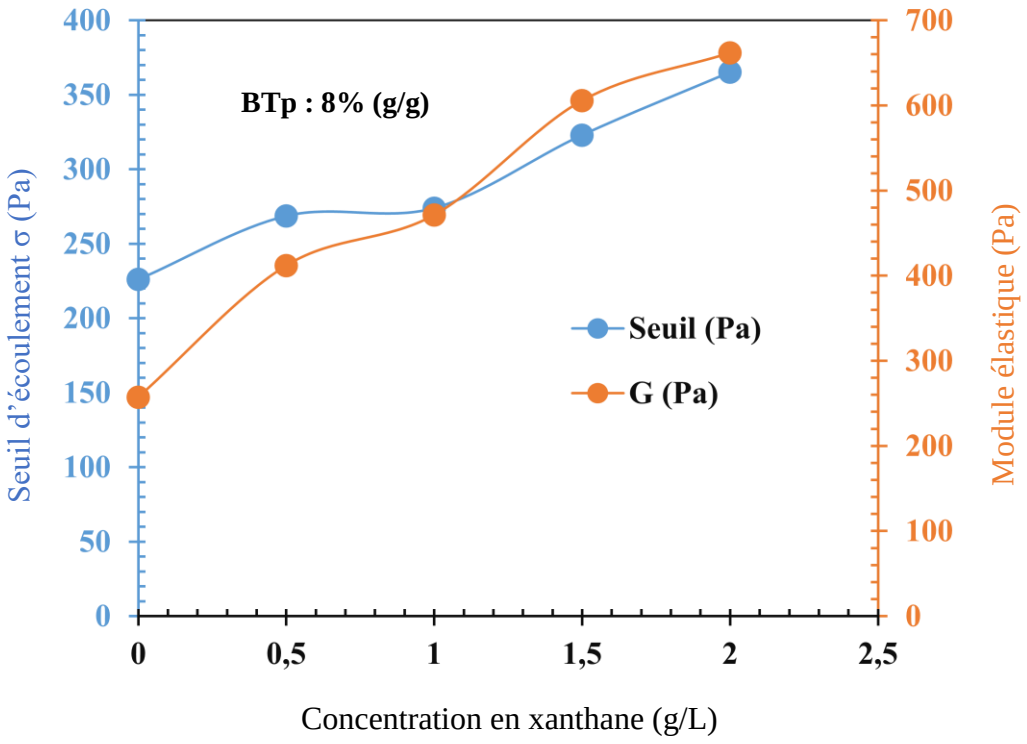


Figure V.5 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en xanthane

En effet, le xanthane adsorbé augmente la charge négative à la surface des particules, ce qui se traduit par une diminution conséquente du potentiel zêta. L'augmentation de la quantité de xanthane adsorbée accroît également le volume effectif des particules. Pour des fractions d'argile correspondant à la formation du gel, cela renforce les interactions à courte distance et augmente le nombre de contacts, interparticulaires. Le xanthane adsorbé intensifie donc les interactions entre les particules d'argile qui forment déjà un réseau interconnecté. Ainsi la résistance au cisaillement s'accroît et le seuil d'écoulement ainsi que le module élastique augmentent proportionnellement à la quantité de xanthane présente dans le système.

V.3.2.3- - Influence de l'ordre d'incorporation des composants

V.3.2.3.1- Etude du système BTp-NaCl-xanthane : premier ordre

Les courbes représentant les variations du seuil d'écoulement et le module élastique en fonction de la quantité d'argile, de la concentration en NaCl et en xanthane, sont représentées sur la figure V.6. Les suspensions observées contiennent 8% (g/g) de BTp, (0,01-0,16 mol/L) de NaCl et 1g/L de xanthane. Les valeurs de seuil d'écoulement et du module élastique chutent significativement avec l'augmentation de la teneur en sel.

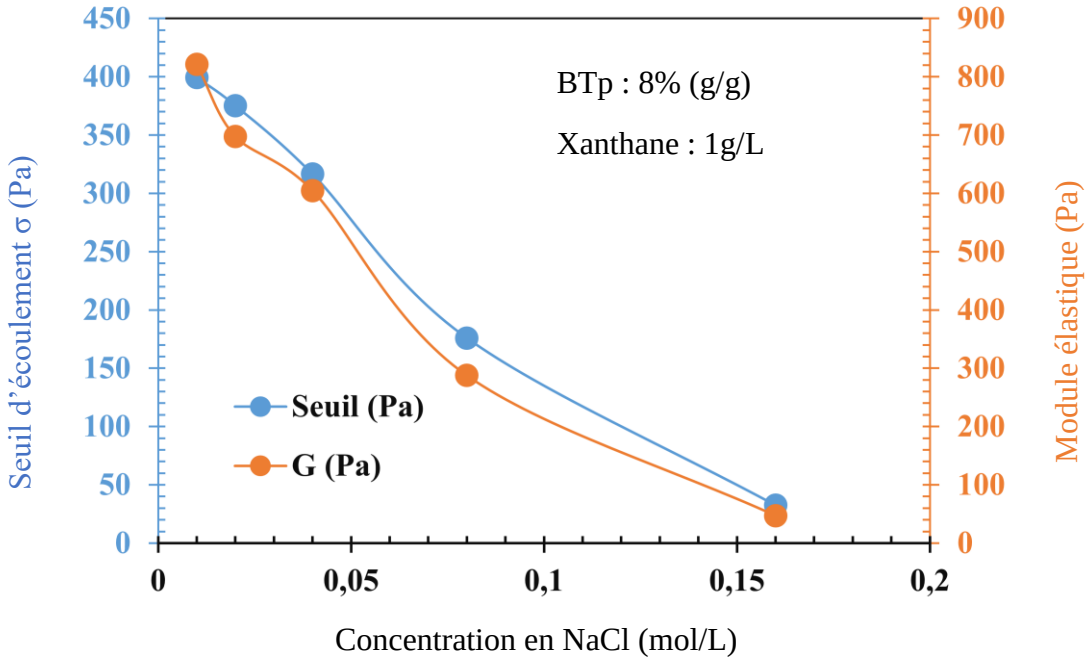


Figure V.6 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 1)

Pour expliquer ce comportement, il faut nécessairement considérer deux effets simultanés : a) l'effet du NaCl sur l'argile: et b) l'effet du NaCl sur le xanthane

En l'absence de sel, les suspensions de BTp à 8% (g/g) forment un réseau tridimensionnel interconnecté conférant un seuil relativement élevé de 226 Pa. L'ajout de xanthane augmente considérablement la charge négative sur la surface des particules d'argile ainsi que les répulsions interparticulaires. Le xanthane étant un polymère semi-rigide s'adsorbe à plat et peut interconnecter au maximum deux particules (M'bodj et al., 2004). Cela conduit à une augmentation du seuil avec la concentration du xanthane.

En présence de NaCl les particules d'argile en suspension forment des agrégats rigides. Cette structure contraste avec celle des suspensions préparées sans sel où les particules restent plus dispersées et flexibles. L'effet du xanthane sur ces deux types de structures est, par conséquent, différent.

Lorsque la concentration en NaCl augmente, l'adsorption du xanthane s'accroît mais son pouvoir dispersif diminue simultanément. En effet, à force ionique élevée, l'effet d'écran des cations Na^+ conduit à une configuration plus compacte des polyélectrolytes. On s'attend donc à un effet dispersif moins marqué que celui du xanthane adsorbé en l'absence de sel. Par

ailleurs, l'augmentation de la concentration en électrolyte accentue, la compression de la double couche autour des particules entraînant ainsi une diminution de leur volume effectif. La répulsion des agrégats entre eux favorise alors leur isolement. Ainsi le réseau tridimensionnel devient discontinu, le xanthane adsorbé sur les gros agrégats empêche l'établissement de contacts entre eux. Le système est alors stabilisé par un mécanisme électrostérique, dont l'importance croît avec la concentration en xanthane. L'effondrement du réseau et l'isolement des particules facilitent l'écoulement sous cisaillement, ce qui se traduit par une diminution concomitante du seuil d'écoulement et du module élastique.

V.3.2.3.2- Etude du système BTp- Xanthane-NaCl : deuxième ordre

La variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration du xanthane et à différentes concentrations de NaCl sont présentées sur la figure V.7. Les suspensions étudiées contiennent 8% (g/g) de BTp, 1g/L de xanthane et entre 0,01-0,16 mol/L de NaCl. Le pH des suspensions varie entre 8,10 et 9,21, tandis que leur conductivité se situe entre 4,77 et 185ms/cm.

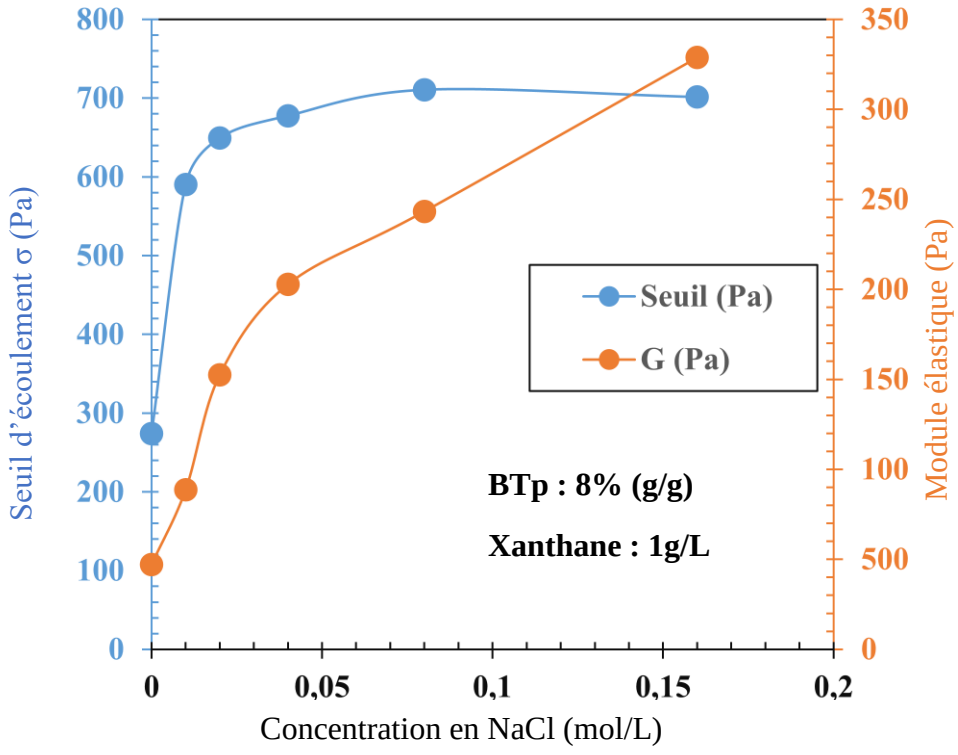


Figure V.7 : Variation du seuil d'écoulement et du module élastique en fonction de la concentration en NaCl (Ordre 2)

Les résultats d'analyse montrent que le seuil d'écoulement augmente avec la concentration de NaCl. Il varie de 590 à 701 Pa, lorsque la concentration de NaCl varie de 0,01 à 0,16 mol/L, pour une concentration de xanthane de 1g/L. Il est à noter que le seuil reste quasi constant entre 0,08 et 0,16mol/L de NaCl. La valeur du module élastique augmente également, pour les mêmes concentrations de NaCl et de xanthane.

Il apparaît clairement que les mélanges préparés selon l'ordre1 et l'ordre 2 présentent des tendances différentes, voire presque opposées. Dans le système ordre 2, les paramètres rhéologiques (seuil d'écoulement, et module élastique) sont étudiés, en variant la quantité de NaCl ajoutée aux les mélanges BTp-eau-xanthane.

Les résultats précédents relatifs à l'étude des systèmes BTp-eau-xanthane (à 8% (g/g) et pour une quantité de xanthane variant de 0,5 à 2g/L) montrent que le seuil d'écoulement et le module élastique augmentent avec la concentration de xanthane. Ces augmentations sont attribuées au renforcement des interactions interparticulaires à courte distance, au sein d'un réseau connecté, résultant d'une augmentation des charges à la surface des particules. L'ajout de NaCl, entraîne la coagulation d'une suspension de particules suffisamment dispersées et interconnectées, ce qui provoque une augmentation des paramètres rhéologiques. La charge supplémentaire générée par la présence du xanthane en amont, conduit à un système qui, malgré la coagulation induite par le sel, demeure déformable et répond de manière élastique dans l'intervalle de concentrations en NaCl considéré.

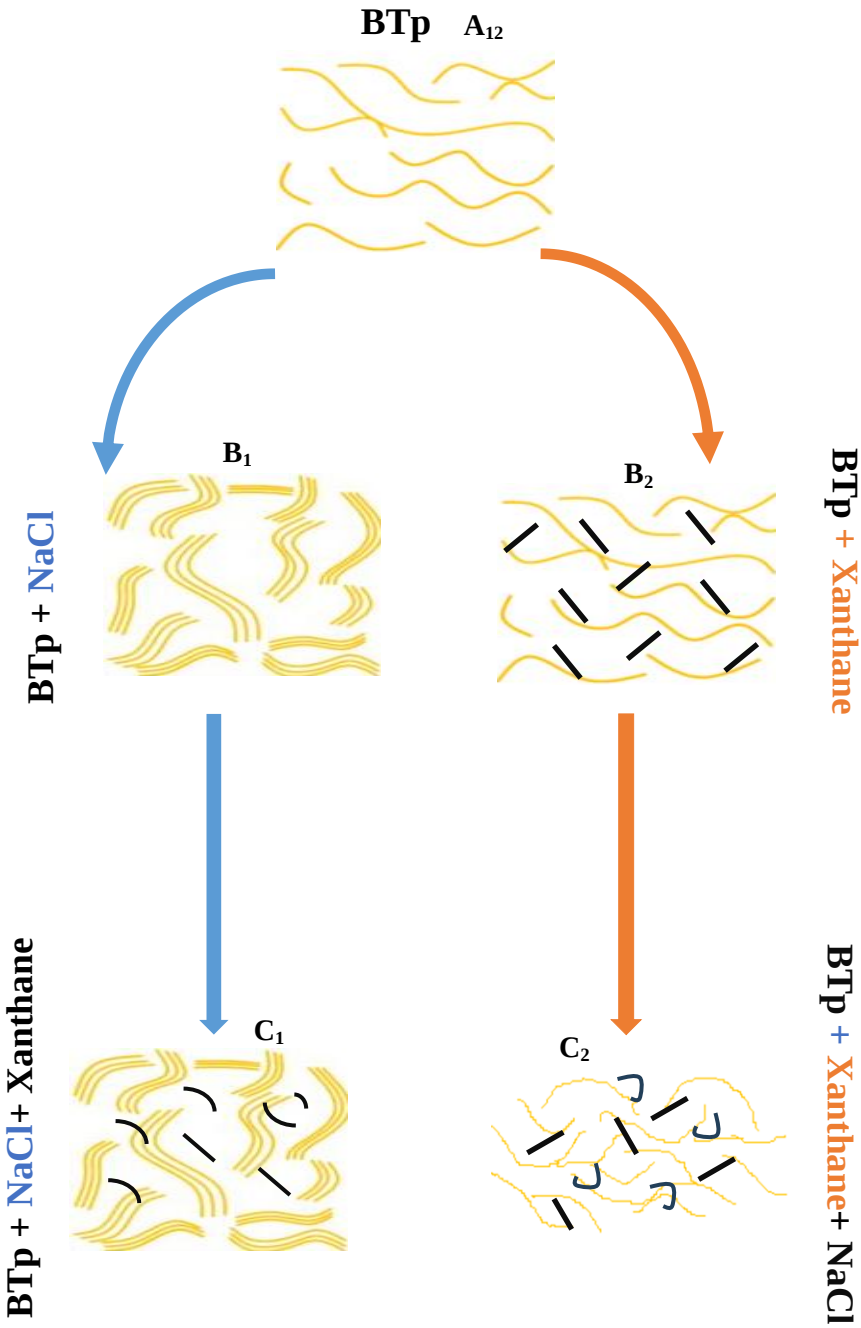


Figure V.8 : Schéma des systèmes : Effet des séquences de mélange

$A_{1,2}$: BTp (8% w/w) +Eau;

B_1: BTp (8%w/w)+Eau+NaCl

C_1: BTp(8% w/w) +Eau+ NaCl +Xanthane (1g/L);

B_2: BTp (8% w/w) +Eau+Xanthane (1g/L)

C_2: BTp (8% w/w) +Eau+ Xanthane (1g/L) + NaCl

La figure V.8 illustre de manière schématique l'effet des séquences de mélange sur la structuration des suspensions bentonite–NaCl–xanthane. Deux voies de préparation sont représentées : dans le premier cas (ordre 1), le xanthane est introduit après la dispersion de la bentonite dans une solution saline, tandis que dans le second cas (ordre 2), le polymère est ajouté en amont, avant l'introduction du NaCl.

Ce schéma met en évidence que, bien que les suspensions finales soient constituées des mêmes constituants (BTp, NaCl et xanthane), leur structuration interne diffère sensiblement selon l'ordre d'incorporation. Lorsque le sel est introduit avant le polymère (ordre 1), l'argile tend à former des agrégats rigides sous l'effet de la compression de la double couche électrique, ce qui limite par la suite l'action dispersante du xanthane. À l'inverse, lorsque le polymère est incorporé en premier (ordre 2), il interagit directement avec les particules d'argile et favorise l'établissement d'un réseau interconnecté plus flexible, dont la cohésion est ensuite renforcée par l'ajout du sel. Ainsi, cette figure illustre clairement que la séquence de mélange constitue un paramètre déterminant dans la structuration microscopique et les propriétés rhéologiques des suspensions ternaires étudiées.

V.4- CONCLUSION

L'étude menée sur les suspensions bentonite–xanthane–NaCl a permis de mettre en évidence le rôle déterminant des interactions polymère–argile–électrolyte sur les propriétés physico-chimiques et rhéologiques du système.

Il a été montré que l'adsorption du xanthane sur les particules de bentonite augmente avec la concentration en polymère et est fortement renforcée par la présence de NaCl, en raison de l'effet d'écran exercé par les cations. Cette adsorption se traduit par une modification notable des propriétés mécaniques des suspensions, avec une élévation du seuil d'écoulement et du module élastique en l'absence de sel, puis par des évolutions contrastées lorsque le NaCl est introduit.

Par ailleurs, l'analyse comparative des différents modes de préparation a révélé l'influence majeure de l'ordre d'incorporation des constituants sur la structuration des suspensions. Bien que constitués des mêmes éléments, les systèmes préparés selon des séquences différentes présentent des organisations microscopiques distinctes, se traduisant par des réponses macroscopiques divergentes.

Ces résultats soulignent non seulement l'importance des conditions de formulation dans la maîtrise des propriétés rhéologiques des boues de forage à base d'eau, mais ouvrent également des perspectives pour l'optimisation des fluides en fonction des contraintes opérationnelles. Des investigations complémentaires, notamment en conditions dynamiques de filtration et de température élevée, permettraient d'affiner la compréhension des mécanismes d'interaction mis en jeu et de renforcer la pertinence de ces formulations pour des applications industrielles.

V.5- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abu Elella, M.H., Goda, E.S., Gab-Allah, M.A., Hong, S.E., Pandit, B., Lee, S., Gamal, H., Rehman, A.U., Yoon, K.R., 2021. Xanthan gum-derived materials for applications in environment and eco-friendly materials: A review. Journal of Environmental Chemical Engineering 9, 104702. https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104702

Abu-Jdayil, B., Ghannam, M., Alsayyed Ahmed, K., Djama, M., 2021. The Effect of Biopolymer Chitosan on the Rheology and Stability of Na-Bentonite Drilling Mud. Polymers 13, 3361. https://doi.org/10.3390/polym13193361

Adesina, F., Anthony, A., Gbadegesin, A., Eseoghene, O., Oyakhire, A., 2012. Environmental Impact Evaluation of a Safe Drilling Mud, in: SPE Middle East Health, Safety, Security, and Environment Conference and Exhibition. Presented at the SPE Middle East Health, Safety, Security, and Environment Conference and Exhibition, SPE, Abu Dhabi, UAE, p. SPE-152865-MS. https://doi.org/10.2118/152865-MS

Akpan, E.U., Enyi, G.C., Nasr, G.G., 2020. Enhancing the performance of xanthan gum in water-based mud systems using an environmentally friendly biopolymer. J Petrol Explor Prod Technol 10, 1933–1948. https://doi.org/10.1007/s13202-020-00837-0

Alderman, N.J., Meeten, G.H., Sherwood, J.D., 1991. Vane rheometry of bentonite gels. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 39, 291–310. https://doi.org/10.1016/0377-0257(91)80019-G

Alves, B.F., da Lapa, V.L.C., Silva, C.M.F., Lucas, E.F., 2019. Influence of the concentrations of xanthan gum, hydroxypropyl starch and potassium chloride on the flow properties of drilling fluid formulations. Fuentes: El reventón energético 17, 77–86.

Barnes, H.A., Nguyen, Q.D., 2001. Rotating vane rheometry — a review. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 98, 1–14. https://doi.org/10.1016/S0377-0257(01)00095-7

Bejenariu, A., Popa, M., Picton, L., Cerf., D.L., 2010. Effect of concentration, pH and temperature on xanthan conformation: a preliminary study before crosslinking. Revue Roumaine de Chimie. 55, 147-152.

Benchabane, A., Bekkour, K., 2006. Effects of anionic additives on the rheological behavior of aqueous calcium montmorillonite suspensions. Rheol Acta 45, 425–434.

https://doi.org/10.1007/s00397-005-0063-1

Benna, M., Kbir-Ariguib, N., Magnin, A., Bergaya, F., 1999. Effect of pH on Rheological Properties of Purified Sodium Bentonite Suspensions. Journal of Colloid and Interface Science 218, 442–455. https://doi.org/10.1006/jcis.1999.6420

Benyounes, K., Mellak, A., Benchabane, A., 2010. The Effect of Carboxymethylcellulose and Xanthan on the Rheology of Bentonite Suspensions. Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects 32, 1634–1643. https://doi.org/10.1080/15567030902842244

Bresolin, T.M.B., Milas, M., Rinaudo, M., Ganter, J.L.M.S., 1998. Xanthan–galactomannan interactions as related to xanthan conformations. International Journal of Biological Macromolecules 23, 263–275. https://doi.org/10.1016/S0141-8130(98)00061-0

Brunchi, C.-E., Bercea, M., Morariu, S., Dascalu, M., 2016. Some properties of xanthan gum in aqueous solutions: effect of temperature and pH. J Polym Res 23, 123. https://doi.org/10.1007/s10965-016-1015-4

Bueno, V.B., Petri, D.F.S., 2014. Xanthan hydrogel films: Molecular conformation, charge density and protein carriers. Carbohydrate Polymers 101, 897–904. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.10.039

Cabalar, A., Mohammed, H., Khalaf, M., 2018. Geotechnical Properties of a Low-Plasticity Clay with Biopolymer. Journal of Materials in Civil Engineering 30. https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0002380

Casas, J., Mohedano, A., Garcia-Ochoa, F., 2000. Viscosity of guar gum and xanthan/guar gum mixture solutions. J. Sci. Food Agric. 80, 1722–1727. https://doi.org/10.1002/1097-0010(20000915)80:12%253C1722::AID-JSFA708%253E3.0.CO;2-X

Faria, S., de Oliveira Petkowicz, C.L., de Morais, S.A.L., Terrones, M.G.H., de Resende, M.M., de França, F.P., Cardoso, V.L., 2011. Characterization of xanthan gum produced from sugar cane broth. Carbohydrate Polymers 86, 469–476. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.04.063

Fernandez, J.M., Young, S., 2010. Environmentally responsible water-based drilling fluid for HTHP applications, in: AADE Fluids Conference and Exhibition. Texas. pp. 6–7.

Galván, Z.R.N., Soares, L. de S., Medeiros, E.A.A., Soares, N. de F.F., Ramos, A.M.,

Coimbra, J.S. dos R., de Oliveira, E.B., 2018. Rheological Properties of Aqueous Dispersions of Xanthan Gum Containing Different Chloride Salts Are Impacted by both Sizes and Net Electric Charges of the Cations. Food Biophysics 13, 186–197. https://doi.org/10.1007/s11483-018-9524-9

Garcia-Hernandez, A., Lobato-Calleros, C., Vernon-Carter, E.J., Sosa-Hernandez, E., Alvarez-Ramirez, J., 2017. Effects of clay concentration on the morphology and rheological properties of xanthan gum-based hydrogels reinforced with montmorillonite particles. Journal of Applied Polymer Science 134. https://doi.org/10.1002/app.44517

García-Ochoa, F., Santos, V.E., Casas, J.A., Gómez, E., 2000. Xanthan gum: production, recovery, and properties. Biotechnology Advances 18, 549–579. https://doi.org/10.1016/S0734-9750(00)00050-1

Guey, F., M'bodj, O., Barry, A., Magnin, A., 2025. Rheology of aqueous suspensions of montmorillonite/ gum arabic /electrolyte. Applied Clay Science 268, 107745. https://doi.org/10.1016/j.clay.2025.107745

Hublik, G., 2012. Polymer science: a comprehensive reference. Volume 10, 221–9.

Hussein, B.Q.S., Sharbazheri, K.M.I., Ubaid, N.A.T., 2020. Comparison between the Effect of Local Katira Gum and Xanthan Gum on the Rheological Properties of Water-based Drilling Fluids. UHD Journal of Science and Technology 4, 18–27. https://doi.org/10.21928/uhdjst.v4n2y2020.pp18-27

Jones, S.A., Goodall, D.M., Cutler, A.N., Norton, I.T., 1987. Application of conductivity studies and polyelectrolyte theory to the conformation and order-disorder transition of xanthan polysaccharide. Eur Biophys J 15, 185–191. https://doi.org/10.1007/BF00263683

Katzbauer, B., 1998. Properties and applications of xanthan gum. Polymer Degradation and Stability, Biodegradable Polymers and Macromolecules 59, 81–84. https://doi.org/10.1016/S0141-3910(97)00180-8

Li, H., Hou, W., Li, X., 2012. Interaction between xanthan gum and cationic cellulose JR400 in aqueous solution. Carbohydrate Polymers 89, 24–30. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.02.022

Loaiza, M., Ayala, D., Torres, H., Ayala, S., 2018. Tiempo no productivo en pozos de dos

secciones, caso de estudio Ecuador. Fuentes: El reventón energético 16, 7–17.

Lopes, B.D.M., Lessa, V.L., Silva, B.M., 2015. Xanthan gum: properties, production conditions, quality and economic perspective.

Luckham, P.F., Rossi, S., 1999. The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. Advances in Colloid and Interface Science 82, 43–92. https://doi.org/10.1016/S0001-8686(99)00005-6

M'bodj, O., Ariguib, N.K., Ayadi, M.T., Magnin, A., 2004. Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay–water–electrolyte–xanthan. Journal of Colloid and Interface Science 273, 675–684. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.02.028

Nordin, N.Z., Rashidi, A.R., Dailin, D.J., Abd Malek, R., Azelee, N.I.W., Abd Manas, N.H., Selvamanil, S., Zaidel, D.N.A., Abd Alsaheb, R.A., Sukmawati, D., 2020. Xanthan biopolymer in pharmaceutical and cosmeceutical applications: critical review. Bioscience Research 17, 205–220.

Okaome, P., Akintola, S., 2022. Investigation of the Effect of Some Salts on the Rheological Properties of Xanthan Gum and Gum Arabic Present in a Drilling Fluid.

Patel, J., Maji, B., Narayana Moorthy, N.S.H., Maiti, S., 2020. Xanthan gum derivatives: review of synthesis, properties and diverse applications. RSC Advances 10, 27103–27136. https://doi.org/10.1039/D0RA04366D

Portilla, H.E., Suárez, D.F., Corzo, R., 2012. Metodología para la optimización de parámetros de perforación a partir de propiedades geomecánicas. Revista Fuentes, el Reventón Energético 10.

Reinoso, D., Martín-Alfonso, M.J., Luckham, P.F., Martínez-Boza, F.J., 2020. Flow behavior and thermal resistance of xanthan gum in formate brine. Journal of Petroleum Science and Engineering 188, 106881. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2019.106881

Rochefort, W.E., Middleman, S., 1987. Rheology of Xanthan Gum: Salt, Temperature, and Strain Effects in Oscillatory and Steady Shear Experiments. J. Rheol. 31, 337–369. https://doi.org/10.1122/1.549953

Saleh, T.A., Sarı, A., Tuzen, M., 2021. Development and characterization of bentonite-gum arabic composite as novel highly-efficient adsorbent to remove thorium ions from aqueous media. Cellulose 28, 10321–10333. https://doi.org/10.1007/s10570-021-04158-1

Santivañez Huarcaya, J.C., Cano Tocas, W.E., Ordoñez Ruiz, D., Bohórquez Araque, A.D.P., 2019. Evaluación del uso de almidón de papa como aditivo para lodos de perforación. revfue 17, 19–28. https://doi.org/10.18273/revfue.v17n1-2019002

Sharma, B.R., Naresh, L., Dhuldhoya, N.C., Merchant, S.U., Merchant, U.C., 2006. Xanthan gum-A boon to food industry. Food promotion chronicle 1, 27–30.

Silva, Í.G.M., Lucas, E.F., 2018. Rheological Properties of Xanthan Gum, Hydroxypropyl Starch, Cashew Gum and Their Binary Mixtures in Aqueous Solutions. Macromolecular Symposia 380, 1800070. https://doi.org/10.1002/masy.201800070

Silva, Í.G.M., Bertolino, L.C., Lucas, E.F., 2019. Correlation between clay type and performance of swelling inhibitors based on polyetherdiamine in aqueous fluids. Journal of Applied Polymer Science 136, 47661. https://doi.org/10.1002/app.47661

Souza, G.S. de, Luporini, S., Rigoli, I.C., 2017. Rheological Characterization of Bentonite Dispersions with Xanthan for Oil Well Drilling Fluids. Mat. Res. 20, 159–166. https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0766

Sworn, G., 2009. 8 - Xanthan gum, in: Phillips, G.O., Williams, P.A. (Eds.), Handbook of Hydrocolloids (Second Edition), Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, pp. 186–203. https://doi.org/10.1533/9781845695873.186

Sworn, G., 2009. 8 - Xanthan gum, in: Phillips, G.O., Williams, P.A. (Eds.), Handbook of Hydrocolloids (Second Edition), Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition. Woodhead Publishing, pp. 1003. https://doi.org/10.1533/9781845695873.186

Zhu, W., Zheng, X., 2021. Effective Modified Xanthan Gum Fluid Loss Agent for High-Temperature Water-Based Drilling Fluid and the Filtration Control Mechanism. ACS Omega 6, 23788–23801. https://doi.org/10.1021/acsomega.1c02617

Chapitre VI

FILTRATION DES SUSPENSIONS BENTONITE-XANTHANE-NaCl

TABLE DE MATIERE

Chapitre VI : FILTRATION DES SUSPENSIONS BENTONITE-XANTHANE-NaCl

VI.1- INTRODUCTION 162
VI.2- MATERIELS ET METHODES 164
VI.2.1- Matériels et préparations 164
VI.2.1.1- Bentonite 164
VI.2.1.2- Chlorure de sodium (NaCl) 165
VI.2.1.3- Gomme de xanthane 165
VI.2.1.4- Préparation des échantillons 165
VI.2.2- Méthodes 165
VI.2.2.1- Filtration statique 165
VI.2.2.1- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration 166
VI.2.2.1.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE) 166
VI.2.2.1.2- Perméabilité 166
VI.3- RESULTATS ET DISCUSSION 167
VI.3.1- Comportement rhéologique des suspensions avant filtration utiles 167
VI.3.2- Etude de l'effet du xanthane sur les paramètres du gâteau 169
VI.3.2.1- Effet du xanthane sur la masse et la perte d'eau 169
VI.3.2.2- Effet du xanthane sur l'épaisseur du gâteau 171
VI.3.2.3- Effet du xanthane sur la perméabilité du gâteau 172
VI.3.3- Effets simultanés du NaCl et xanthane sur les paramètres du gâteau 173
VI.3.3.1- Effet du premier ordre de mélange sur les paramètres du gâteau 173
VI.3.3.1.1- Effet du premier ordre de mélange sur la perte d'eau et la masse du gâteau 173
VI.3.3.1.2- Effet du premier ordre de mélange sur l'épaisseur du gâteau 175
VI.3.3.1.3- Effet du premier ordre de mélange sur la perméabilité du gâteau 176
VI.3.3.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration 178
VI.3.3.2- Effet de l'ordre des mélanges sur les paramètres du gâteau 179
VI.3.3.2.1- Effet de l'ordre des mélanges sur la perte d'eau et la masse du gâteau 179
VI.3.3.2.2- Effet de l'ordre des mélanges sur l'épaisseur du gâteau 181
VI.3.3.2.3- Effet de l'ordre des mélanges sur la perméabilité du gâteau 182
VI.3.3.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration 184
VI.4- CONCLUSION 186
VI.5- REFERENCES 187

LISTE DES FIGURES & TABLEAUX

Figure VI.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse, et des suspensions argile–xanthane (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl– xanthane ; ordre 2 : argile– xanthane –NaCl) 168
Figure VI.2 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 170
Figure VI.3 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 170
Figure VI.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 171

Figure VI.5 : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.
172
Figure VI.6: Variation de la perte d'eau du gâteau pour les suspensions d'argile et du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 174
Figure VI.7 : Variation de la masse du gâteau pour les suspensions d'argile, du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.
175
Figure VI.8: Variation de l'épaisseur des gâteaux de l'argile sans polymère et du 1er ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa 176
Figure VI.9. Variation de la perméabilité du gâteau du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 177
Planche VI.1 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous $1x10^5$ Pa (1 bar). Gâteaux a: ordre 1 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau b : argile sans xanthane. 178
Figure VI.10 : Variation de la perte d'eau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 180
Figure VI. 11 : Variation de la masse du gâteau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 180
Figure VI.12: Variation de l'épaisseur du gâteau selon l'ordre des mélanges en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 181
Figure VI.13. Comparaison de la perméabilité du gâteau du premier et deuxième ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa. 183
PlancheVI.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous $1x10^5$ Pa (1 bar). Gâteaux a, b : ordre 2 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau c, d : argile sans xanthane. 185

Chapitre VI

FILTRATION DES SUSPENSIONS BENTONITE-XANTHANE-NaCl

VI.1- INTRODUCTION

Les propriétés requises pour une boue de forage performante ne se limitent pas à ses seules caractéristiques rhéologiques. D'un point de vue industriel, il est primordial de limiter autant que possible les pertes de fluide vers la formation géologique, afin de préserver le cycle de circulation de la boue et de réduire la dispersion de ses composants.dans l'environnement

La filtration du fluide de forage vers la formation résulte de l'action de la pression différentielle, c'est-à-dire de l'écart de pression entre le fluide et la formation, lorsque celui-ci entre en contact avec une paroi perméable et poreuse. Deux régimes de filtration sont classiquement distingués lors des opérations de forage : la filtration statique, qui survient lors de l'arrêt de la circulation, et la filtration dynamique, qui se produit en régime de circulation normale. En pénétrant dans la formation rocheuse, la boue dépose sur la paroi du puits un revêtement constitué de particules solides en suspension. Cette couche, caractérisée par une faible perméabilité, est appelée « gâteau de filtration » (*filter cake*). Elle joue un rôle essentiel en limitant la migration de la phase liquide de la boue vers la formation.

Les propriétés du gâteau de filtration, telles que son épaisseur, sa masse, sa perméabilité, sa porosité, sa compressibilité et sa capacité de rétention d'eau sont des paramètres déterminants pour la conception de boues adaptées aux conditions de forage (Ahmad *et al.*, 2018 ; Gamal *et al.*, 2019 ; Rezaei *et al.*, 2020 ; Andreia *et al.*, 2021 ; Koo *et al.*, 2022). Ces travaux sont généralement réalisés sur des suspensions argileuses, en présence de divers additifs tels que des électrolytes ou des polymères.

La présence d'argiles dans les boues de forage joue un rôle majeur, notamment dans le maintien de la stabilité du fluide et dans la maîtrise de ses propriétés rhéologiques. Toutefois, leur incorporation augmente la densité du fluide, ce qui peut réduire la vitesse de pénétration lors du forage. Dans une optique d'optimisation des performances opérationnelles, la tendance actuelle consiste à formuler des boues à faible teneur en solides, en substituant une part significative de la phase solide par des biopolymères.

Parmi les substituts utilisés pour réduire la teneur en solides des boues de forage, la gomme de xanthane s'impose comme un agent viscosifiant particulièrement performant. Sa capacité à

former des gels lui permet de suppléer, au moins partiellement, à la fonction structurante assurée par les argiles dans les fluides de forage (Akpan *et al.*, 2020 ; Revin *et al.*, 2021 ; Barodi *et al.*, 2020). Elle se distingue également par son efficacité dans la réduction du filtrat et par sa bonne résistance aux températures élevées, deux atouts essentiels dans les environnements de forage les plus exigeants.

La littérature scientifique aborde encore de manière limitée la problématique de la filtration des suspensions argileuses en présence de gomme de xanthane. Les travaux existants concernent majoritairement des systèmes complexes, où le xanthane est associé à d'autres polymères tels que les polyacrylamides, la cellulose ou la gomme de diutane (Jain *et al.*, 2014 ; Mohamadian *et al.*, 2018 ; Alves *et al.*, 2019 ; Akpan *et al.*, 2020).

Jain *et al.* (2014) ont étudié l'effet d'un mélange de gomme de xanthane et de polyacrylamide sur les propriétés rhéologiques et de filtration de boues à base de bentonite. Leurs résultats ont montré que le copolymère synthétisé contribue de manière significative à l'amélioration des performances rhéologiques et à l'optimisation du contrôle du filtrat du fluide de forage.

Mohamadian *et al.* (2018) ont évalué l'influence du xanthane, en combinaison avec d'autres polymères, sur les propriétés rhéologiques et de filtration de boues formulées à partir de bentonite et de nano-argile (montmorillonite). Les auteurs ont observé que l'ajout de xanthane permet de réduire le volume du filtrat d'environ 60 % par rapport à celui mesuré pour une boue ne contenant que de la bentonite.

Alves *et al.* (2019) ont analysé l'impact de différentes concentrations de gomme de xanthane et d'autres additifs sur les propriétés rhéologiques et de filtration de boues de forage. Leurs résultats indiquent que l'incorporation de xanthane réduit le volume du filtrat, avec une efficacité optimale obtenue pour une concentration de 0,4 % m/v. Ils ont également constaté qu'un ajout de faibles concentrations de KCl favorise la diminution du filtrat, tandis que des concentrations plus élevées tendent à perturber l'action des autres polymères présents dans la formulation.

Akpan *et al.* (2020) ont examiné la filtration de suspensions à base de bentonite-xanthane et bentonite-xanthane-diutane, en conditions normales ainsi qu'en présence de NaCl, et à différentes températures. Les données expérimentales montrent que la formulation bentonite-xanthane-diutane permet de réduire les pertes de fluide de l'ordre de 16 %, 19 % et 34 % à 25

°C, 100 °C et 120 °C respectivement, après 16 heures de test, pour des boues à base d'eau. Les auteurs soulignent également que cette formulation induit moins de dommages à la formation et présente une bonne tolérance à la contamination par un cation monovalent tel que Na^+.

Ce chapitre est dédié à l'étude de la filtration statique de suspensions composées de bentonite purifiée, de chlorure de sodium (NaCl) et de gomme de xanthane également. L'objectif général est d'évaluer l'influence de ces constituants — pris isolément ou combinés — sur les performances de filtration de systèmes argileux.

Plus précisément, cette étude poursuit les objectifs spécifiques suivants :

- Analyser l'évolution des caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration, notamment la capacité de rétention et la perte d'eau, ainsi que la perméabilité, en fonction de la composition de la suspension ;
- Étudier l'effet de la pression appliquée sur la compaction du gâteau et sur les paramètres associés à la filtration ;
- Examiner l'influence de l'ordre d'incorporation des constituants (bentonite, NaCl, xanthane) lors de la préparation des suspensions, en s'appuyant sur les résultats du chapitre précédent ayant mis en évidence le rôle structurant de cet ordre sur la rhéologie ;
- Mettre en relation la microstructure et la texture des gâteaux formés avec les propriétés rhéologiques des suspensions avant filtration, afin de mieux comprendre les mécanismes physiques et colloïdaux gouvernant le comportement de ces systèmes.

VI.2- MATERIELS ET METHODES

Plus de détails sur les matériels et méthodes peuvent être trouvés dans les chapitres II et III.

VI.2.1- Matériels et préparations

VI.2.1.1- Bentonite

La bentonite utilisée dans cette étude est une montmorillonite (CAS n° 1302-78-9) fournie par Sigma-Aldrich. Elle présente une masse molaire de 180,1 $g \cdot mol^{-1}$, un pH compris entre 6 et 9, ainsi qu'une densité relative de 2,4 $g \cdot cm^{-3}$. Avant utilisation, elle est purifiée par la méthode d'échange cationique au chlorure de sodium.

VI.2.1.2- Chlorure de sodium (NaCl)

Le chlorure de sodium (CAS n° 7647-14-5) provient de VWR Chemicals. Il possède une pureté de 99,6 %, un pH de 5,4 à 25 °C et une masse molaire de 58,44 $g \cdot mol^{-1}$.

VI.2.1.3- Gomme de xanthane

La gomme de xanthane est un polysaccharide anionique produit par fermentation de la bactérie *Xanthomonas campestris*. Elle est reconnue pour sa bonne stabilité vis-à-vis de la température, de la salinité et du pH (Benyouness *et al.*, 2010). La gomme utilisée dans cette étude est le RHODICA, commercialisé par Sigma-Aldrich, et présentant une masse molaire de $2{,}1 \times 10^6$ $g \cdot mol^{-1}$.

VI.2.1.4- Préparation des échantillons

La préparation des suspensions suit le même protocole que celui utilisé pour l'étude du comportement rhéologique (Partie 1, Chapitre V). Les concentrations en chlorure de sodium (NaCl) varient de 0,01 M à 0,16 M, tandis que celles en xanthane s'étendent de 0 à 2000 ppm. Une fraction massique d'argile fixée à 8 % a été retenue afin d'étudier l'effet combiné du NaCl et du xanthane sur les propriétés des suspensions filtrées.

Les effets de deux modes de préparation distincts sur les performances de filtration ont été étudiés.

Dans l'**Ordre 1**, la bentonite est d'abord dispersée dans une solution de NaCl, puis la gomme xanthane, préalablement hydratée séparément, est ajoutée au mélange.

Dans l'**Ordre 2**, la bentonite est initialement mélangée à la gomme xanthane, avant l'ajout de NaCl après une première étape de repos.

VI.2.2- Méthodes

VI.2.2.1- Filtration statique

Lors des expériences, la filtration statique est effectuée à l'aide d'une cellule Millipore (modèle Amicon 8050) alimentée en air comprimé. Deux pressions sont testées : 1×10^5 Pa et 4×10^5 Pa. La pression réelle appliquée est suivie en continu grâce à un capteur, garantissant une mesure précise.

Les filtres utilisés possèdent des pores de 0,22 µm. Pour chaque essai, 20 mL de suspension sont introduits dans la cellule à l'aide d'une seringue. Le filtrat est recueilli dans un flacon

placé sur une balance de précision KERN (résolution : 0,001 g), connectée à un ordinateur pour l'enregistrement en temps réel de la masse.

Les données recueillies permettent de tracer la courbe du volume de filtrat en fonction du temps, servant de base au calcul des paramètres caractéristiques du gâteau de filtration : rétention et perte d'eau, porosité et perméabilité. Après chaque essai, la masse, l'épaisseur et le volume final du gâteau sont mesurés immédiatement.

VI.2.2.1- Caractéristiques macroscopiques du gâteau de filtration

VI.2.2.1.1- Rétention et perte d'eau (RE et PE)

La perte d'eau est définie comme étant le rapport du volume final du filtrat par le volume initial de la suspension filtrée.

$$PE = \left(\frac{V_{ff}}{V_i}\right).100 \qquad \text{(VI.1)}$$

Avec $V_{f.f}$: volume final du filtrat et $V_{i.}$: volume initial de la suspension filtrée.

La rétention d'eau (RE) est le complément de la perte d'eau et elle s'exprime de la manière suivante :

$$RE = (100\text{-}PE).100 \qquad \text{(VI.2)}$$

VI.2.2.1.2- Perméabilité

Selon la loi de Darcy, le calcul du coefficient de perméabilité k repose sur l'hypothèse que la microstructure du gâteau en formation demeure homogène et ne subit aucune modification au cours du temps. Cette hypothèse implique que la perméabilité reste constante durant l'écoulement. Sur la base des travaux de Benna *et al.* (2001), la formulation finale de la loi de Darcy peut s'exprimer comme suit

$$V^2 = \left(\frac{2.k.S.P}{\mu.e}\right).V_{\text{filtrat}}.t \qquad \text{(VI.3)}$$

Cette relation permet de déterminer expérimentalement la perméabilité k à partir des courbes $V^2 = f(t)$ où la pente est égale au terme : $\frac{2.k.S.P.V\ \text{filtrat}}{\mu.e}$

Avec

k : coefficient de perméabilité (m^2), S : section de filtration (m^2), P : pression appliquée (Pa), μ : viscosité du filtrat (Pa.s), e : épaisseur du gâteau (m).

VI.3- RESULTATS ET DISCUSSION

Au cours de cette étude, l'influence des concentrations en chlorure de sodium (NaCl) et en gomme xanthane sur les paramètres caractéristiques du gâteau de filtration a été examinée sous deux pressions appliquées : 1×10^5 Pa (1 bar) et 4×10^5 Pa (4 bar).

Pour l'analyse des effets de la concentration en argile et en NaCl sur les suspensions d'argile dépourvues de polymère, il convient de se référer au chapitre IV consacré à l'étude de la filtration en présence de gomme arabique.

Plusieurs aspects seront abordés.

- Dans un premier temps, l'effet de la concentration en gomme xanthane a été étudié.

- Par la suite, pour des mélanges contenant une concentration de 1000 ppm de gomme xanthane et 8 % (m/m) de particules solides, l'influence de l'ajout de NaCl a été évaluée. La concentration en gomme xanthane de 1000 ppm a été choisie car elle correspond à la concentration maximale d'adsorption du xanthane sur l'argile (Partie 1, Chapitre V).

- Enfin, l'impact de l'ordre d'incorporation des différents constituants lors de la préparation des suspensions à filtrer a été analysé, afin de déterminer ses effets sur les propriétés finales du gâteau de filtration.

- Dans un premier temps, les propriétés mesurées pour les préparations obtenues avec l'ordre 1 ont été comparées à celles de préparations argileuses dépourvues de gomme xanthane.
- Dans un second temps, les propriétés résultant des préparations avec l'ordre 1 et l'ordre 2 ont été comparées entre elles.

Une analyse de corrélation a également été menée entre l'ensemble de ces résultats et le comportement rhéologique des suspensions initiales avant filtration, celui-ci constituant un indicateur représentatif de leur microstructure.

VI.3.1- Comportements rhéologiques des suspensions avant filtration utiles

Nous rappelons ici la structure des suspensions avant filtration ainsi que ses conséquences sur leurs propriétés rhéologiques. La figure VI.1 présente l'évolution des seuils d'écoulement pour des suspensions d'argile à 8 % (g/g) ainsi que pour des suspensions argile–xanthane, en fonction de la concentration en chlorure de sodium (NaCl).

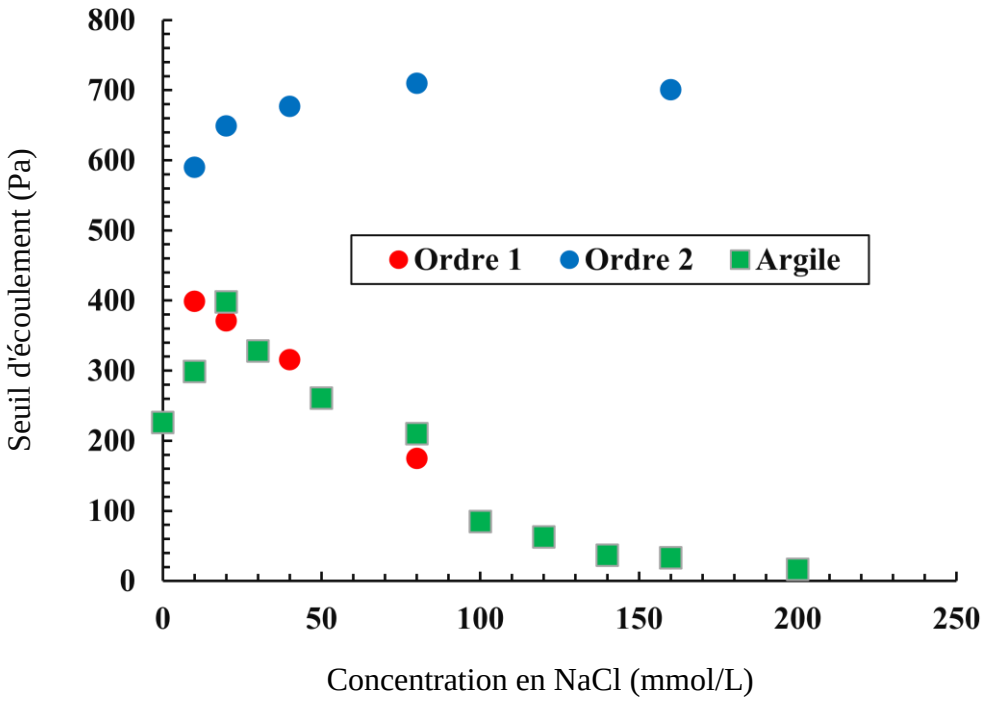


Figure VI.1 : Évolution des seuils d'écoulement des suspensions d'argile à 8 % en masse, et des suspensions argile–xanthane (1000 ppm), en fonction de l'ordre de préparation (ordre 1 : argile–NaCl– xanthane ; ordre 2 : argile– xanthane –NaCl)

Le comportement observé présente de fortes similitudes avec celui décrit pour les suspensions de gomme arabique (chapitre IV).

Pour les suspensions d'argile non additivées, à faible concentration en NaCl, le seuil d'écoulement des suspensions d'argile augmente jusqu'à un maximum à 20 mmol/L (concentration maximale de coagulation), en raison de l'agrégation des particules liée à la réduction des forces répulsives par l'effet d'écran des ions Na^+. Au-delà de cette concentration, une agrégation excessive conduit à la formation de particules compactes isolées, entraînant l'effondrement du réseau tridimensionnel et une forte diminution du seuil d'écoulement.

Pour les suspensions préparées selon l'ordre 1 (NaCl ajouté avant la gomme xanthane), le seuil d'écoulement diminue fortement avec l'augmentation de la concentration en NaCl, jusqu'à devenir comparable à celui de la suspension d'argile non additivée. La compression immédiate de la double couche électrique favorise une floculation précoce, conduisant à la

formation d'agrégats volumineux et rigides. Au-delà de 20 mmol/L, le comportement de l'argile additivée devient similaire à celui de l'argile non additivée.

Pour les suspensions préparées selon l'ordre 2, le seuil d'écoulement augmente avec la concentration en NaCl jusqu'à 80 mmol·L^{-1}, puis se stabilise. L'introduction préalable de la gomme xanthane confère au système un caractère fortement dispersé, par adsorption des groupements fonctionnels du polymère sur les surfaces de bentonite, ce qui accroît les charges négatives et renforce les forces répulsives interparticulaires. Cette dispersion initiale favorise la formation d'un réseau homogène et étendu. L'ajout ultérieur de NaCl atténue partiellement ces répulsions, sans toutefois induire de floculation massive en raison de la structuration préalable du système

VI.3.2- Etude de l'effet du xanthane sur les paramètres du gâteau

L'étude de la variation des paramètres caractéristiques du gâteau de filtration en fonction de la concentration en gomme xanthane (0 à 2000 ppm) a été réalisée pour une fraction massique de bentonite égale à 8 % (g/g), et sous des pressions appliquées de 1×10^5 Pa (1 bar) et 4×10^5 Pa 54 bar).

VI.3.2.1- Effet du xanthane sur la masse et la perte d'eau

Les variations de la masse du gâteau et de la perte d'eau en fonction de la concentration en xanthane, pour les deux pressions appliquées, sont présentées respectivement aux figures VI.2. et VI.3. Les résultats montrent qu'à partir de l'ajout de xanthane, la perte en eau diminue sensiblement. Elle poursuit ensuite sa décroissance de manière continue avec l'augmentation de la concentration en xanthane, quelle que soit la pression appliquée.

La réduction progressive de la perte d'eau résulte de l'effet structurant du xanthane dans la suspension. Le polymère, par ses chaînes longues et semi-rigides, accroît la viscosité du fluide interstitiel et favorise la dispersion homogène des particules solides. Cette répartition régulière conduit à la formation d'un gâteau de filtration plus compact et interconnecté, caractérisé par des pores plus fins et moins nombreux. Ce maillage serré freine le passage de l'eau à travers le gâteau, augmentant ainsi sa masse humide. Ce mécanisme est cohérent avec les observations rapportées par M'bodj et al. (2004), qui soulignent le rôle des polymères hydrosolubles dans la diminution de la perméabilité du dépôt filtrant.

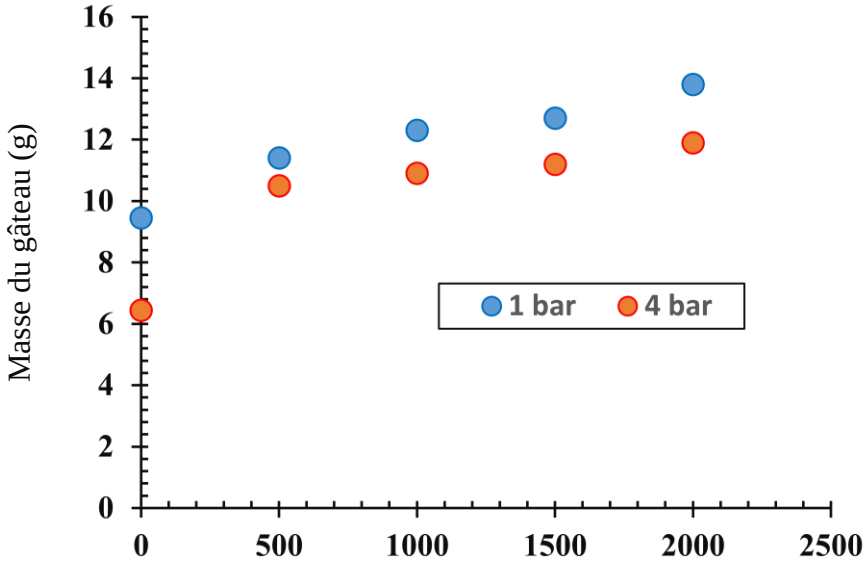


Figure VI.2 : Variation de la masse du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

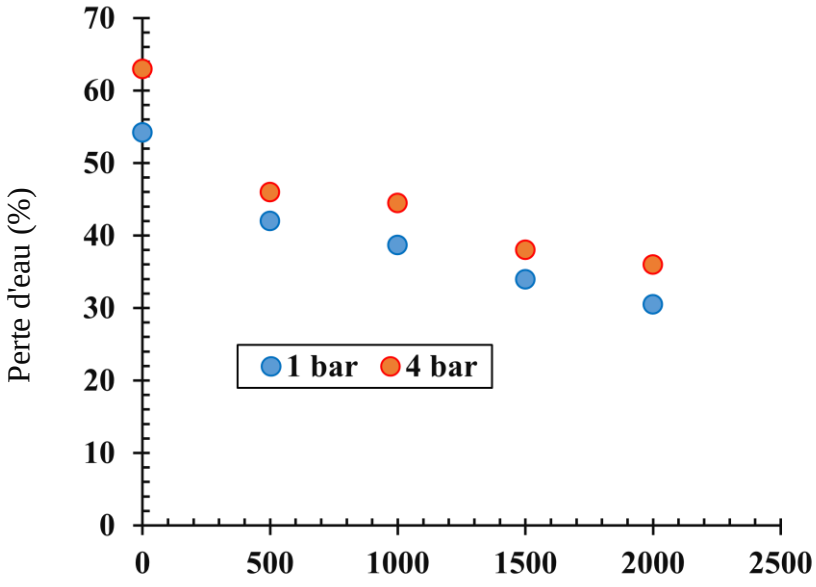


Figure VI.3 : Variation de la perte d'eau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.2.2- Effet du xanthane sur l'épaisseur du gâteau

La variation de l'épaisseur des gâteaux en fonction de la concentration en gomme xanthane, pour les deux pressions appliquées, est présentée à la figure VI.4. Les résultats indiquent que l'épaisseur du gâteau croît avec l'augmentation de la concentration en xanthane. L'augmentation de l'épaisseur du gâteau avec la concentration en gomme xanthane peut être interprétée à partir des effets physico-chimiques induits par ce polysaccharide dans la suspension. La gomme xanthane, macromolécule anionique fortement hydrophile, s'adsorbe partiellement à la surface des particules minérales tout en restant partiellement solubilisée dans la phase aqueuse. L'adsorption de ses chaînes chargées négativement accroît la densité de charge de surface des particules, ce qui renforce les répulsions électrostatiques interparticulaires (effet de double couche électrique). Cette intensification des forces répulsives limite le rapprochement et la réorganisation compacte des particules sous l'effet de la pression de filtration. En conséquence, le gâteau formé présente une structure plus lâche, composée de pores interconnectés de plus grand volume.

Par ailleurs, la nature hautement hydrophile du xanthane favorise la rétention d'une fraction importante d'eau à l'intérieur du réseau poreux du gâteau, l'eau étant piégée par les interactions osmotiques et la viscosité accrue du fluide interstitiel. Ce double effet - diminution de la compaction mécanique et augmentation de la rétention d'eau- se traduit par une épaisseur finale du gâteau plus importante, quel que soit le niveau de pression appliqué.

.

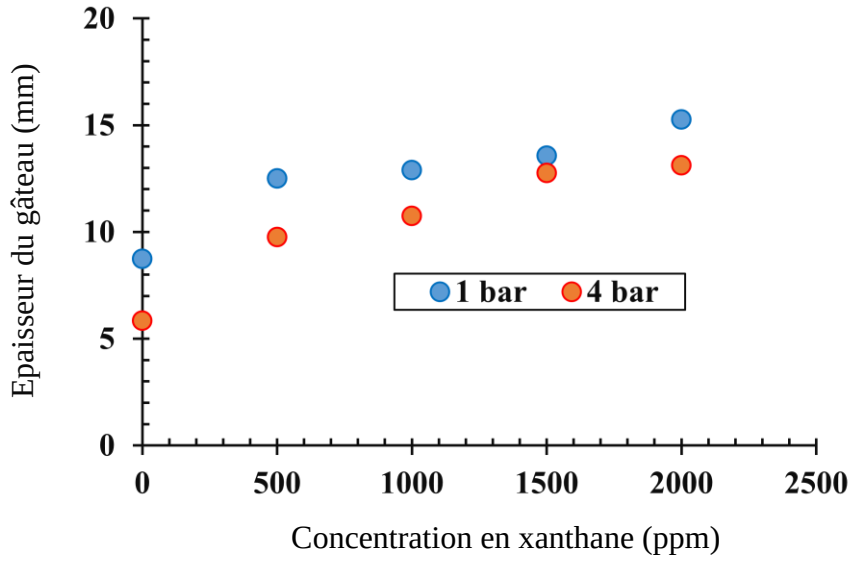


Figure VI.4 : Variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.2.3- Effet du xanthane sur la perméabilité du gâteau

Les valeurs de perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en gomme xanthane, pour les deux pressions appliquées, sont présentées à la figure VI.5. L'application d'une pression élevée entraîne une diminution notable de la perméabilité, traduisant un tassement accru du gâteau sous l'effet de la contrainte mécanique. L'évolution de la perméabilité en fonction de la concentration en xanthane ne présente pas de variations significatives, que ce soit à faible ou à forte pression. Les légères fluctuations observées peuvent être attribuées à l'augmentation des répulsions électrostatiques entre particules, induite par l'adsorption du xanthane sur la surface des particules solides (Akpan et al., 2020).

L'introduction de xanthane modifie la charge de surface des particules, renforçant les forces répulsives et limitant leur réarrangement compact lors de la filtration. Toutefois, l'effet sur la structure poreuse globale du gâteau reste modéré, probablement en raison de la faible proportion de xanthane par rapport à la masse totale des solides. Ainsi, la taille et la distribution des pores ne subissent pas de modifications majeures, ce qui explique l'absence de variation marquée de la perméabilité avec la concentration en polymère.

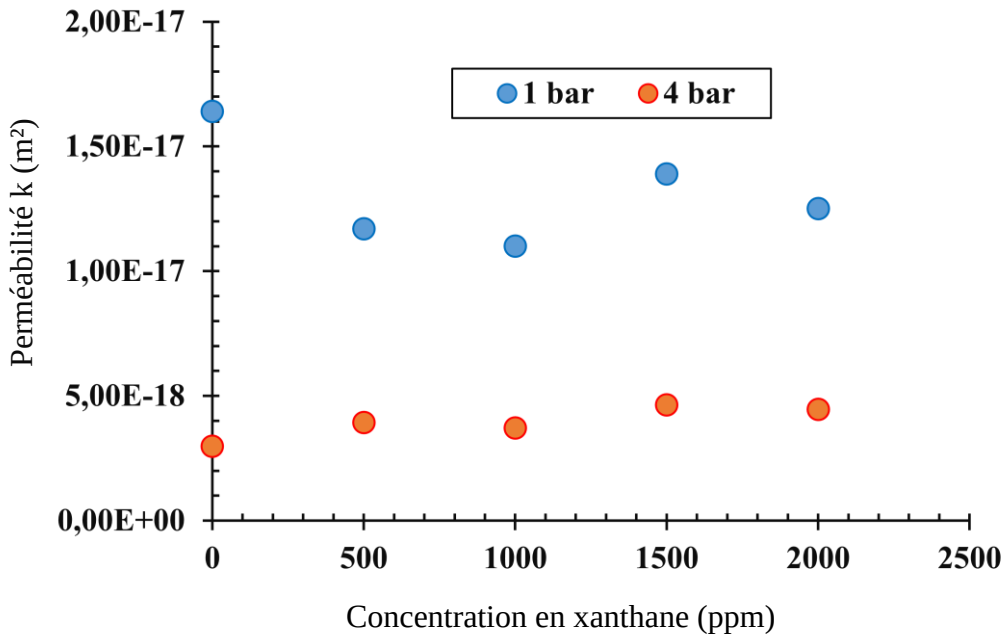


Fig. VI.5 : Variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.3- Effets simultanés du NaCl et xanthane sur les paramètres du gâteau

L'effet combiné du chlorure de sodium (NaCl) et de la gomme xanthane sur les paramètres caractéristiques du gâteau de filtration a été étudié pour trois concentrations de NaCl (10, 80 et 160 $mmol \cdot L^{-1}$), en présence d'une concentration fixe de gomme xanthane de 1000 ppm et d'une fraction massique de bentonite de 8 % (g/g). La préparation des échantillons a été réalisée selon deux protocoles distincts :

Ordre 1 : bentonite - NaCl - gomme xanthane/Ordre 2 : bentonite - gomme xanthane - NaCl..

VI.3.3.1- Effet du premier ordre de mélange sur les paramètres du gâteau

Dans cette partie, les caractéristiques de filtration des suspensions additivées selon l'ordre 1 sont comparées à celles de l'argile non additivée de polymère.

VI.3.3.1.1- Effet du premier ordre de mélange sur la perte d'eau et la masse du gâteau

Les variations de la perte d'eau et de la masse du gâteau en fonction de la concentration en NaCl, pour une concentration fixe de gomme xanthane de 1000 ppm, sont présentées aux figures VI.6 et VI.7.

Les résultats montrent que, pour une concentration constante en xanthane, la perte d'eau augmente avec la pression appliquée tandis que la masse du gâteau diminue. Par ailleurs, quelle que soit la pression considérée, la perte d'eau croît avec l'augmentation de la concentration en NaCl et la masse décroit.

À faible pression, les suspensions d'argile additivées présentent une perte d'eau inférieure à celle de l'argile non additivée. À forte pression, cet écart se réduit sensiblement, ce qui s'explique par l'effet dominant des contraintes mécaniques, qui favorisent l'expulsion de l'eau indépendamment de la structure initiale du gâteau.

La présence de NaCl dans la suspension modifie profondément les interactions colloïdales entre les particules de bentonite. Les ions Na^+ et Cl^- induisent un effet d'écrantage électrostatique qui compresse la double couche électrique entourant chaque particule. Cette compression réduit l'amplitude des forces répulsives à longue portée, ce qui facilite le rapprochement et l'agrégation des particules (floculation). Sur le plan microstructural, cette floculation conduit à la formation d'agrégats plus volumineux, dont l'empilement est moins compact à l'échelle microscopique, générant un réseau poreux plus ouvert. Ce réseau favorise

la circulation du fluide interstitiel pendant la filtration et augmente ainsi la perte d'eau mesurée.

L'effet dispersant du xanthane, qui en l'absence de sel maintient une bonne séparation des particules et un gâteau dense, est progressivement affaibli lorsque la concentration en NaCl augmente. En effet, l'écrantage ionique neutralise en partie les charges négatives portées par les chaînes de xanthane adsorbées, réduisant leur capacité à stabiliser la suspension.

À forte pression de filtration, le tassement mécanique du gâteau accentue ce phénomène : la contrainte exercée compresse les pores et expulse l'eau résiduelle, rendant les différences initiales de structure entre suspensions additivées et non additivées beaucoup moins marquées. Ainsi, la combinaison d'un écrantage électrostatique important et d'une pression élevée explique la convergence des valeurs de perte d'eau observées à forte pression.

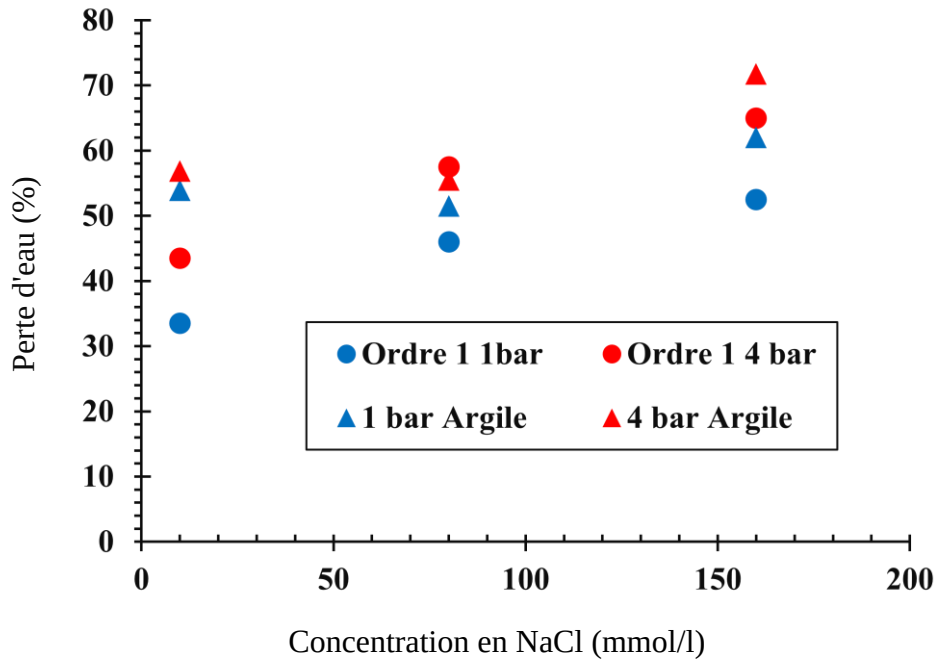


Figure VI.6: Variation de la perte d'eau du gâteau pour les suspensions d'argile et du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

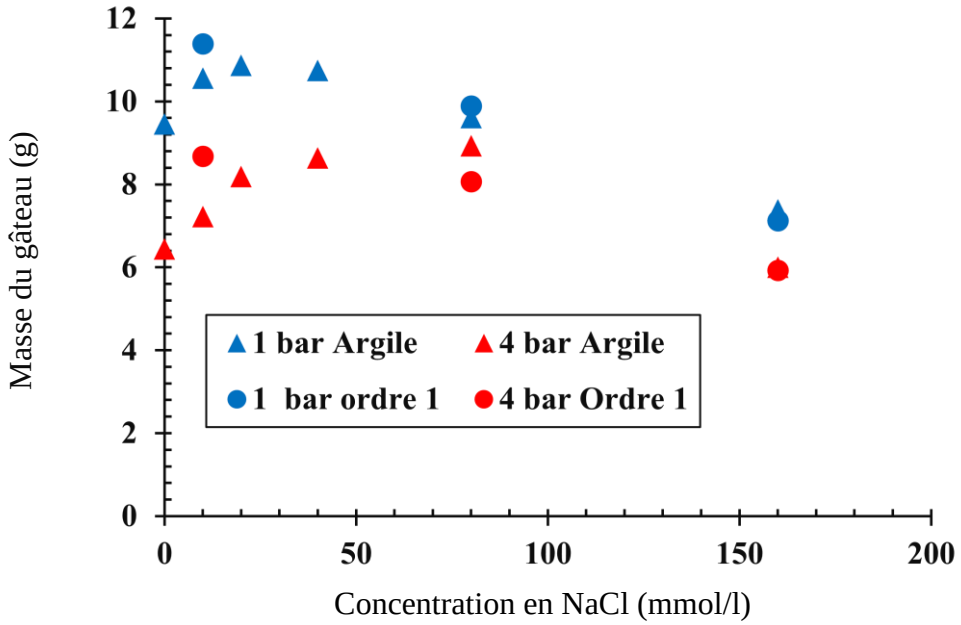


Figure V.7 : Variation de la masse du gâteau pour les suspensions d'argile et du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.3.1.2- Effet du premier ordre de mélange sur l'épaisseur du gâteau

La variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en NaCl, pour une concentration fixe de gomme xanthane de 1000 ppm, est présentée à la figure VI.8. Les résultats montrent que l'épaisseur du gâteau diminue avec l'augmentation de la concentration en NaCl. Comme attendu, l'épaisseur du gâteau est également réduite lorsque la pression appliquée augmente.

Ce comportement peut s'expliquer par le fait que la présence de NaCl provoque une compression de la double couche électrique entourant les particules de bentonite, réduisant ainsi les forces répulsives et favorisant leur floculation. Cette réorganisation microstructurale conduit à la formation d'agrégats plus denses, moins capables de retenir l'eau. L'augmentation du volume de filtrat observée se traduit alors par une diminution de la teneur en eau du gâteau et, par conséquent, par une réduction de son épaisseur. À pression élevée, l'effet est accentué par le tassement mécanique, qui réduit encore davantage le volume interstitiel disponible pour l'eau.

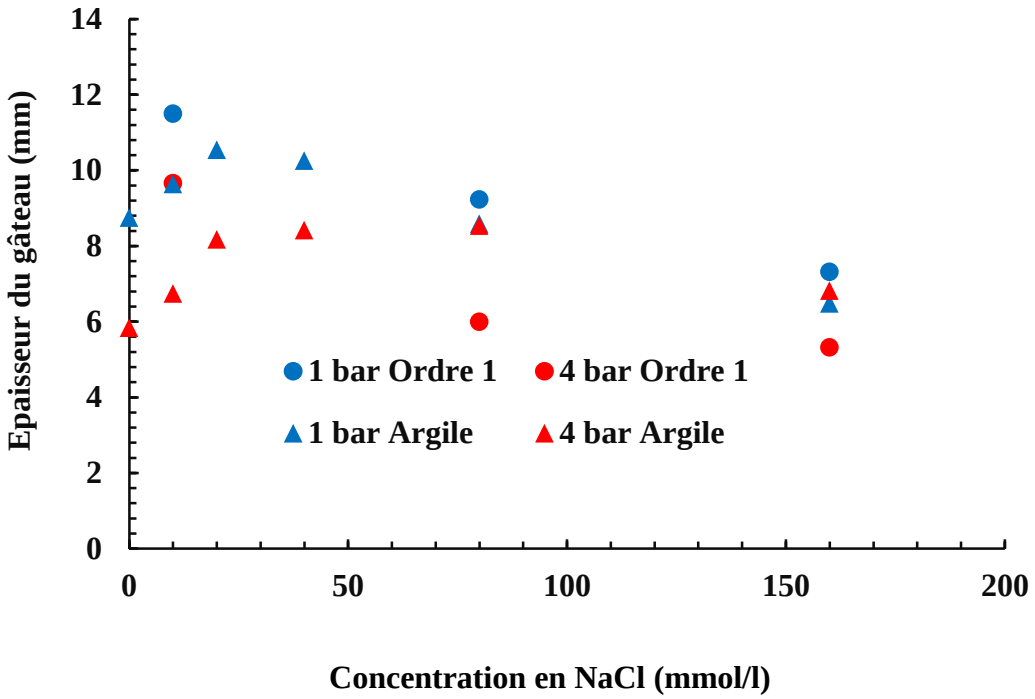


Figure VI.8: Variation de l'épaisseur des gâteaux de l'argile sans polymère et du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.3.1.3- Effet du premier ordre de mélange sur la perméabilité du gâteau

Les variations de la perméabilité du gâteau, pour des préparations selon le premier ordre et pour des suspensions argileuses non additivées, en fonction de la concentration en NaCl et pour les deux pressions appliquées, sont présentées à la figure VI.9.

Pour les suspensions argileuses additivées en xanthane, il est observé qu'à une pression de 1 bar, la perméabilité augmente légèrement avec la teneur en sel. En revanche, à 4 bars, les valeurs de perméabilité sont nettement plus faibles et restent relativement constantes, quelle que soit la concentration en NaCl.

Pour chaque pression, les suspensions contenant du xanthane présentent des perméabilités sensiblement plus élevées que celles des suspensions d'argile non additivées.

L'augmentation légère de la perméabilité à 1 bar en présence de NaCl peut s'expliquer par la compression de la double couche électrique entourant les particules d'argile. Cette

compression réduit les forces répulsives et favorise la floculation, conduisant à la formation d'agrégats plus grossiers. Ces agrégats, en s'empilant, laissent entre eux des pores plus larges, ce qui accroît la perméabilité du gâteau à basse pression.

L'effet structurant du xanthane intervient simultanément : ce polymère, par ses longues chaînes semi-rigides et sa nature hydrophile, enrobe les particules et stabilise un réseau relativement ouvert. Ainsi, même en présence de NaCl, les gâteaux issus des suspensions additivées conservent une porosité plus importante que ceux formés à partir d'argile seule.

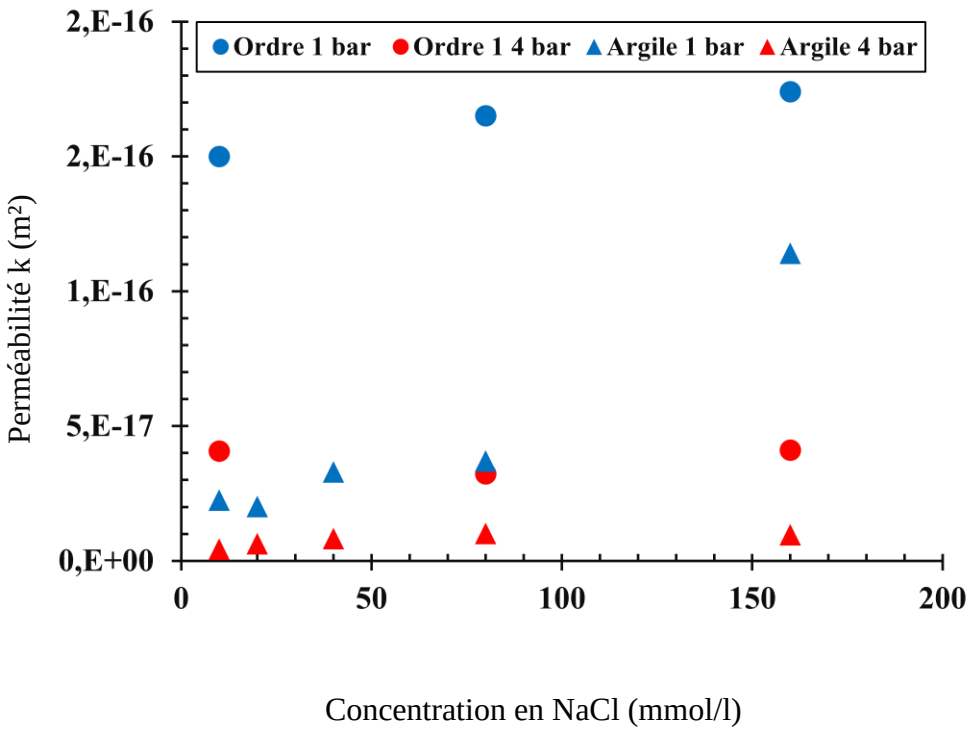


Figure VI.9. Variation de la perméabilité du gâteau du premier ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

À 4 bars, la pression mécanique élevée entraîne un tassement important du gâteau, réduisant la taille et l'interconnexion des pores. Dans ce régime, la perméabilité est principalement contrôlée par la compaction mécanique, et non par les interactions colloïdales initiales. Cette contrainte écrase la structure ouverte conférée par le xanthane, ce qui explique la faible variation de perméabilité avec la concentration en NaCl dans ce cas.

Ce comportement illustre la compétition entre deux mécanismes :

1. Structuration colloïdale initiale (due au xanthane et influencée par la salinité), dominante à faible pression.
2. Compaction mécanique (due à la pression appliquée), dominante à forte pression et atténuant l'influence des paramètres chimiques.

VI.3.3.1.4- Effet de l'ordre 1 sur la structure du gâteau de filtration

L'effet de l'ordre 1 de préparation du système bentonite–xanthane–NaCl sur la structure des gâteaux de filtration a été examiné pour des suspensions contenant 0,08 mol·L^{-1} de NaCl, en présence de 1000 ppm de xanthane. Les observations correspondantes sont présentées dans la Planche 1 (gâteau a). À titre de comparaison, la Planche VI.1 (gâteau b) illustre la texture du gâteau obtenu avec l'argile seule, sans ajout de xanthane, à la même concentration en sel (0,08 mol·L^{-1}). Il apparaît que l'incorporation de xanthane limite fortement l'apparition de fissures généralement induites par l'augmentation de la salinité. Les mécanismes physiques à l'origine de la fissuration, ainsi que le rôle des polymères dans sa prévention, ont été analysés en détail dans le chapitre IV consacré à la filtration des suspensions argileuses additivées par de la gomme arabique, auquel le lecteur est renvoyé.



Gâteau (a):
8% (g/g) bentonite
0.08 M NaCl
1000 ppm xanthan
Ordre 1

Gâteau (b):
8% (g/g) bentonite
0.08 M NaCl

Planche VI.1 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous 1x10^5 Pa (1 bar). Gâteaux a: ordre 1 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau b : argile sans xanthane.

VI.3.3.2- Effet de l'ordre des mélanges sur les paramètres du gâteau

Cette section présente une comparaison des caractéristiques de filtration des suspensions préparées selon les ordres 1 et 2, afin de mettre en évidence l'influence du mode de préparation sur les performances de filtration.

VI.3.3.2.1- Effet de l'ordre des mélanges sur la perte d'eau et la masse du gâteau

Les variations de la perte d'eau etde la masse du gâteau en fonction de la concentration en NaCl, pour une concentration fixe de gomme xanthane de 1000 ppm, sont présentées aux figures VI.10 et VI.11. Les résultats montrent que, pour les deux pressions appliquées, la perte d'eau augmente avec la concentration en NaCl et la masse diminue. Toutefois, l'augmentation de la perte d'eau observée pour l'ordre 2 est moins rapide que celle relevée pour l'ordre 1. À pression constante, le niveau de perte d'eau pour l'ordre 1 reste systématiquement supérieur à celui enregistré pour l'ordre 2. Par ailleurs, l'augmentation de la pression appliquée conduit, pour les deux ordres et à concentration en NaCl donnée, à une perte d'eau plus importante.

Ces différences s'expliquent par l'effet de la séquence d'incorporation des constituants sur la microstructure du gâteau. Dans l'ordre 1, l'ajout initial de NaCl provoque une compression immédiate de la double couche électrique entourant les particules d'argile, réduisant les forces répulsives et induisant une floculation précoce. Les agrégats formés présentent une structure poreuse plus ouverte, facilitant l'écoulement de l'eau et augmentant ainsi la perte d'eau.

Dans l'ordre 2, l'ajout préalable de gomme xanthane entraîne son adsorption sur les particules, renforçant leur charge négative et favorisant une dispersion stable par stabilisation électrostérique. Cette structuration initiale conduit à un réseau plus homogène et cohésif, capable de retenir davantage d'eau. L'ajout ultérieur de NaCl réduit partiellement les forces répulsives, mais ne déclenche pas une floculation massive comparable à celle observée dans l'ordre 1, ce qui explique la perte d'eau plus faible.

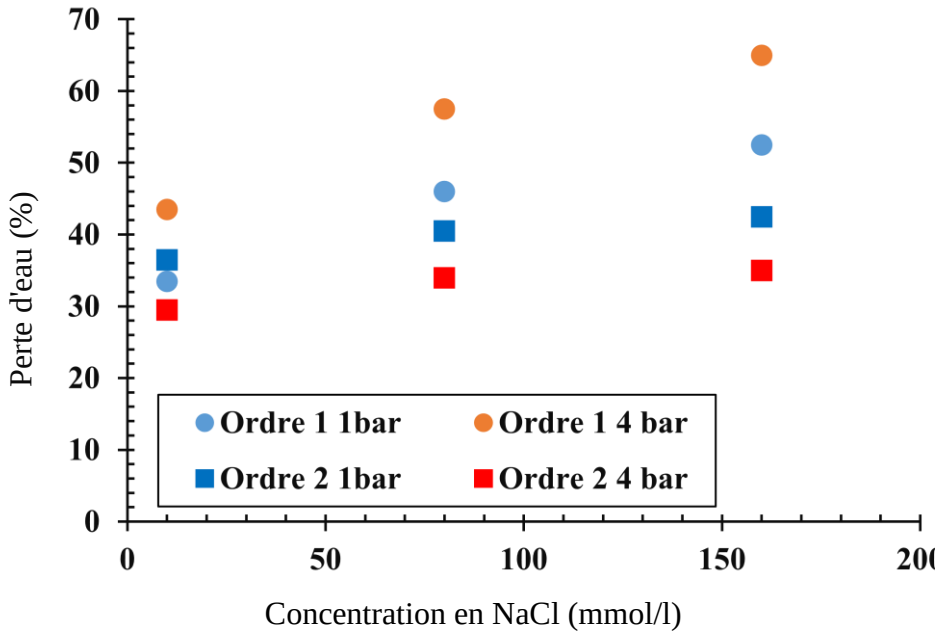


Figure VI.10 : Variation de la perte d'eau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5

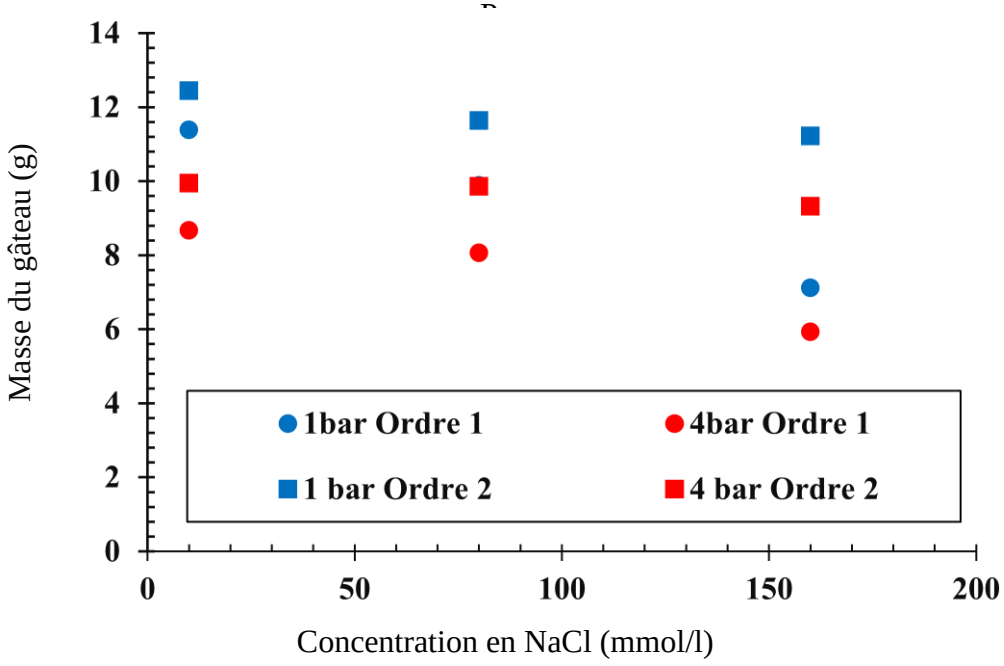


Figure V. 11 : Variation de la masse du gâteau selon l'ordre de préparation en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

VI.3.3.2.2- Effet de l'ordre des mélanges sur l'épaisseur du gâteau

La variation de l'épaisseur du gâteau en fonction de la concentration en NaCl est présentée à la figure VI.12. Les résultats montrent qu'aux deux pressions appliquées, l'épaisseur du gâteau diminue avec l'augmentation de la concentration en NaCl.

Les valeurs d'épaisseur obtenues avec le deuxième ordre de préparation sont nettement plus élevées que celles mesurées pour le premier ordre. De plus, l'évolution de l'épaisseur dans le cas de l'ordre 2 apparaît relativement peu sensible à la concentration en NaCl, tandis que, pour l'ordre 1, la diminution avec l'augmentation du NaCl est nettement plus marquée.

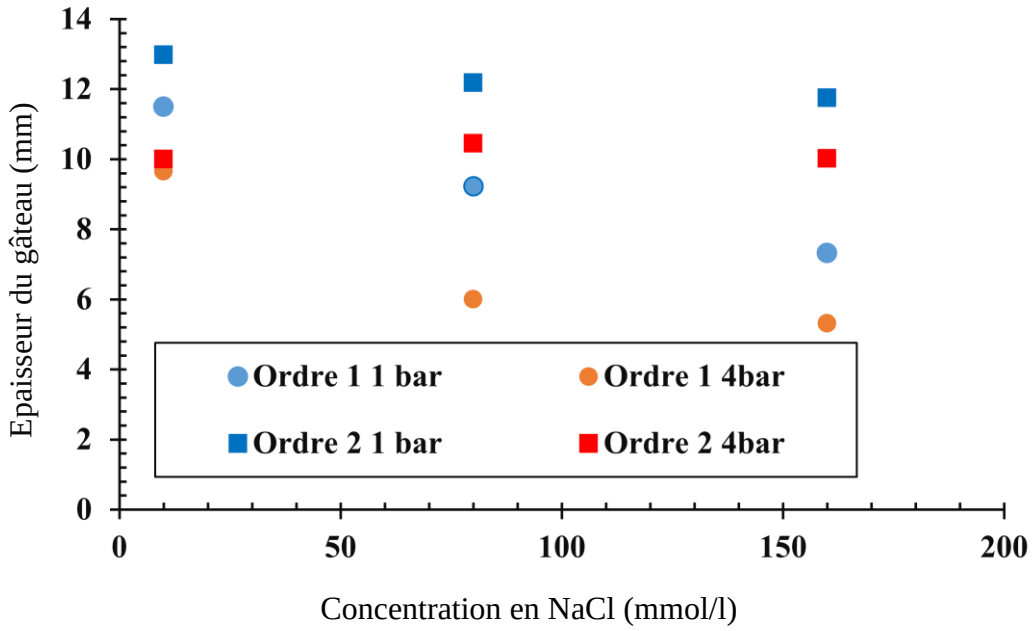


Figure V.12: Variation de l'épaisseur du gâteau selon l'ordre des mélanges en fonction de la concentration en NaCl à 1000 ppm de xanthane à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

Dans l'ordre 1 (NaCl ajouté avant le xanthane), la présence initiale de sel entraîne une compression immédiate de la double couche électrique entourant les particules de bentonite, réduisant les forces répulsives et induisant une floculation précoce. Les agrégats formés présentent une structure plus compacte et moins apte à retenir l'eau, ce qui conduit à une diminution importante de l'épaisseur du gâteau lorsque la concentration en NaCl augmente.

Dans l'ordre 2 (xanthane ajouté avant le NaCl), l'adsorption initiale du polymère sur les particules renforce leur charge négative et induit une stabilisation électrostérique. Cette dispersion initiale favorise la formation d'un réseau homogène et cohésif, capable de retenir

davantage d'eau. L'ajout ultérieur de NaCl réduit partiellement les forces répulsives, mais ne provoque pas une floculation massive. La structure globale du gâteau reste donc relativement stable, ce qui explique la faible sensibilité de l'épaisseur à la concentration en NaCl dans ce cas.

VI.3.3.2.3- Effet de l'ordre des mélanges sur la perméabilité du gâteau

La variation de la perméabilité du gâteau en fonction de la concentration en NaCl, pour les deux pressions appliquées, est présentée à la figure VI.13. Les résultats montrent que, pour une pression donnée, les perméabilités obtenues avec l'ordre 1 et l'ordre 2 sont globalement similaires et restent relativement constantes quelle que soit la concentration en NaCl.

En revanche, la pression appliquée exerce une influence notable sur les valeurs mesurées : à 1 bar, la perméabilité est environ quatre fois plus élevée que celle observée à 4 bars, ce qui traduit l'effet du tassement mécanique du gâteau sous forte contrainte.

L'absence de variation significative de la perméabilité avec la concentration en NaCl, pour une pression donnée, peut s'expliquer par le fait que les modifications microstructurales induites par le sel (compression de la double couche, floculation partielle) n'affectent pas de manière substantielle la taille et la connectivité globale des pores du gâteau dans les conditions étudiées. En d'autres termes, bien que le NaCl influence l'état de dispersion des particules, il ne modifie pas suffisamment la structure interne pour entraîner des variations marquées de la perméabilité.

À l'inverse, l'effet de la pression appliquée est beaucoup plus prononcé. Sous forte pression (4 bar), la compaction mécanique réduit la porosité interparticulaire et diminue la taille effective des canaux d'écoulement, entraînant une baisse notable de la perméabilité. À faible pression (1 bar), le gâteau conserve une structure plus ouverte, ce qui permet un passage plus aisé du fluide, expliquant les valeurs de perméabilité environ quatre fois supérieures à celles mesurées sous forte pression.

Il est à noter que le comportement rhéologique initial (figure VI.1), bien que très différent entre l'ordre 1 et l'ordre 2 en fonction de la concentration en NaCl, n'exerce pas d'influence significative sur l'évolution de la perméabilité en fonction de ce dernier. Cette absence de corrélation directe peut s'expliquer par le fait que les propriétés rhéologiques mesurées avant filtration reflètent l'état de dispersion ou de floculation dans la suspension, alors que la

perméabilité finale est principalement déterminée par la microstructure résultante après le processus de filtration et de tassement sous pression. Ainsi, même si l'ordre 1 présente initialement une structure plus floculée et l'ordre 2 une structure plus dispersée, la compaction mécanique induite lors de la filtration tend à homogénéiser la taille et la connectivité des pores dans le gâteau, atténuant l'effet des différences initiales sur la perméabilité mesurée.

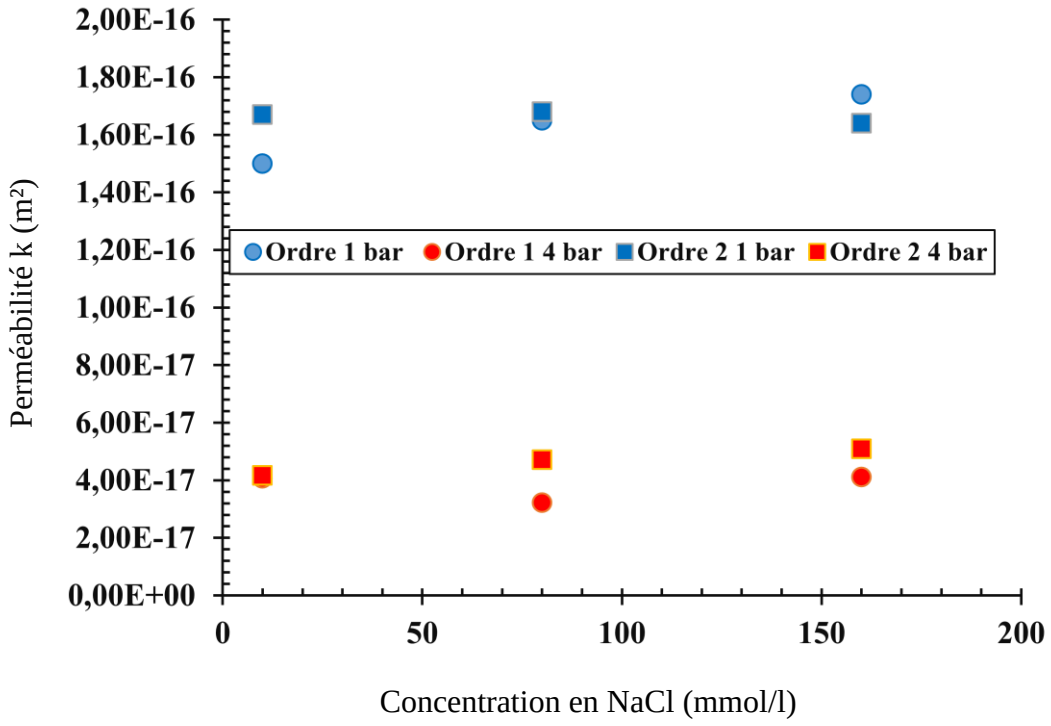


Figure VI.13. Comparaison de la perméabilité du gâteau du premier et deuxième ordre en fonction de la concentration en NaCl à 1×10^5 et 4×10^5 Pa.

Il convient également de souligner que le comportement de la perméabilité pour les suspensions additivées en xanthane est relativement proche de celui observé avec la gomme arabique. Cette similarité s'explique par la nature polyanionique de ces deux biopolymères, qui interagissent avec les particules d'argile via des mécanismes comparables : adsorption sur la surface des plaquettes, augmentation de la charge négative et stabilisation électrostérique, entraînant des effets analogues sur la structure poreuse finale du gâteau.

VI.3.3.2.4- Effet de l'ordre 2 sur la structure du gâteau de filtration

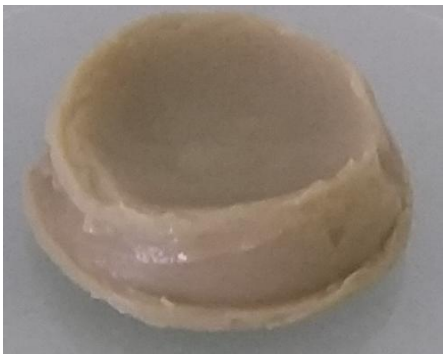
L'effet de l'**ordre 2** de préparation du système bentonite–xanthane–NaCl sur la structure des gâteaux de filtration a été examiné pour des suspensions contenant respectivement 0,01 mol·L⁻¹, 0,08 mol·L⁻¹ et 0,16 mol·L⁻¹ de NaCl, en présence de 1000 ppm de xanthane. Les observations correspondantes sont présentées dans la Planche VI.2 (gâteaux a et b). À titre comparatif, la Planche VI.2 (gâteaux c et d) montre la texture des gâteaux obtenus pour des suspensions d'argile dépourvues de xanthane, aux mêmes concentrations salines (0,01 et 0,08 mol·L⁻¹).

Les résultats mettent en évidence que, comme observé antérieurement avec d'autres polymères tels que la gomme arabique, l'incorporation de xanthane selon l'ordre 2 empêche l'apparition de fissures. Ce comportement peut être attribué au rôle structurant du xanthane, qui favorise la formation d'un réseau colloïdal plus cohésif entre les particules argileuses. Ainsi, malgré l'augmentation de la salinité qui tend normalement à induire une floculation accrue et une fissuration des gâteaux la présence de xanthane permet de stabiliser la microstructure et de limiter la propagation de contraintes capillaires responsables des ruptures.

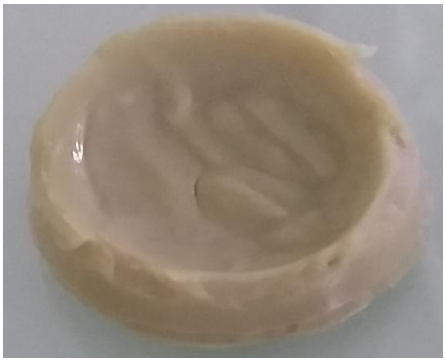
Une analyse plus approfondie des mécanismes physiques et colloïdaux sous-jacents est présentée au chapitre IV, auquel le lecteur est renvoyé.

L'étude a permis de caractériser de manière approfondie l'influence du chlorure de sodium (NaCl), de la gomme xanthane, ainsi que de l'ordre d'incorporation de ces additifs sur les propriétés physiques et hydrodynamiques du gâteau de filtration, en lien avec la microstructure des suspensions initiales.

L'analyse de l'effet du xanthane seul a montré que l'augmentation de sa concentration induit une légère augmentation de la masse du gâteau et de son épaisseur, ainsi qu'une diminution de la perte d'eau, traduisant la formation d'un réseau homogène et bien connecté limitant le passage du fluide. La perméabilité, quant à elle, n'a pas présenté de variations significatives, suggérant que la structure poreuse globale du gâteau reste relativement inchangée malgré les effets dispersants du polymère.



Gâteau (a):
8% (g/g) bentonite
0.01 M NaCl
1000 ppm xanthane
Ordre 2



Gâteau (b):
8% (g/g) bentonite
0.08 M NaCl
1000 ppm xanthan
Ordre 2



Gâteau (c):
8% (g/g) bentonite
0.01 M NaCl



Gâteau (d):

8% (g/g) bentonite

0.08 M NaCl

PlancheVI.2 : Evolution de la texture du gâteau contenant 8%(g/g) de bentonite en fonction de la concentration en NaCl sous $1x10^5$ Pa (1 bar). Gâteaux a, b : ordre 2 avec 1000 ppm de xanthane. Gâteau c, d : argile sans xanthane.

VI.4- CONCLUSION

L'étude a permis de caractériser de manière approfondie l'influence du chlorure de sodium (NaCl), de la gomme xanthane, ainsi que de l'ordre d'incorporation de ces additifs sur les propriétés physiques et hydrodynamiques du gâteau de filtration, en lien avec la microstructure des suspensions initiales.

L'analyse de l'effet du xanthane seul a montré que l'augmentation de sa concentration induit une légère augmentation de la masse du gâteau et de son épaisseur, ainsi qu'une diminution de la perte d'eau, traduisant la formation d'un réseau homogène et bien connecté limitant le passage du fluide. La perméabilité, quant à elle, n'a pas présenté de variations significatives, suggérant que la structure poreuse globale du gâteau reste relativement inchangée malgré les effets dispersants du polymère.

L'étude de l'effet combiné du NaCl et du xanthane, à concentration fixe de polymère (1000 ppm), a révélé un rôle déterminant de l'ordre de préparation. Lorsque le NaCl est ajouté avant le xanthane (ordre 1), la compression immédiate de la double couche électrique favorise une floculation précoce, conduisant à des agrégats volumineux et rigides. Cette microstructure plus ouverte facilite l'écoulement de l'eau, entraînant une perte d'eau plus importante, une épaisseur réduite et une sensibilité marquée aux variations de concentration en NaCl.

À l'inverse, lorsque le xanthane est ajouté avant le NaCl (ordre 2), l'adsorption initiale du polymère sur les particules d'argile renforce les charges négatives de surface et induit une stabilisation électrostérique. La dispersion ainsi obtenue favorise la formation d'un réseau plus homogène et cohésif, moins sensible à la floculation induite par le sel. Il en résulte une perte d'eau plus faible, une épaisseur plus importante et une variation limitée de ces paramètres avec la concentration en NaCl.

Enfin, la perméabilité du gâteau est apparue beaucoup plus sensible à la pression appliquée qu'à la concentration en NaCl ou à l'ordre de mélange. Une forte pression (4 bar) entraîne un tassement marqué du gâteau et une réduction de porosité, diminuant la perméabilité d'un facteur quatre par rapport à celle mesurée à 1 bar.

Ces résultats mettent en évidence que la performance de la filtration ne dépend pas uniquement des concentrations en additifs, mais aussi de la manière dont ces derniers sont

incorporés dans la suspension. La maîtrise de la séquence de mélange constitue donc un levier d'optimisation important pour contrôler la microstructure du gâteau et ses propriétés hydrodynamiques.

Ces observations ont un intérêt direct pour le dimensionnement et l'optimisation des boues de forage. Un gâteau plus homogène et moins perméable, obtenu notamment par l'ajout préalable de xanthane avant le sel, contribue à la formation d'une couche filtrante protectrice sur la paroi du puits, limitant les pertes de fluide vers la formation et améliorant la stabilité du forage. À l'inverse, une préparation dans laquelle le sel est ajouté en premier peut générer un gâteau plus ouvert, moins apte à jouer un rôle de barrière efficace, ce qui peut se traduire par des pertes de circulation accrues et une protection mécanique réduite.

VI.5- REFERENCES

Ahmad, H.M., Kamal, M.S., Al-Harthi, M.A., 2018. Rheological and filtration properties of clay-polymer systems: Impact of polymer structure. Applied Clay Science 160, 226–237. https://doi.org/10.1016/j.clay.2018.01.016

Akpan, E.U., Enyi, G.C., Nasr, G.G., 2020. Enhancing the performance of xanthan gum in water-based mud systems using an environmentally friendly biopolymer. J Petrol Explor Prod Technol 10, 1933–1948. https://doi.org/10.1007/s13202-020-00837-0

Alves, B.F., da Lapa, V.L.C., Silva, C.M.F., Lucas, E.F., 2019. Influence of the concentrations of xanthan gum, hydroxypropyl starch and potassium chloride on the flow properties of drilling fluid formulations. Fuentes: El reventón energético 17, 77–86.

Barodi, A.I., 2020. Improvement of the Rheological and Filtration Properties of Drilling Mud Using the Syrian Clay. jcoeng 26, 211–230. https://doi.org/10.31026/j.eng.2020.05.14

Benna, M., Kbir-Ariguib, N., Clinard, C., Bergaya, F., 2001. Static filtration of purified sodium bentonite clay suspensions. Effect of clay content. Applied Clay Science 19, 103–120. https://doi.org/10.1016/S0169-1317(01)00050-3

Benyounes, K., Mellak, A., Benchabane, A., 2010. The Effect of Carboxymethylcellulose and Xanthan on the Rheology of Bentonite Suspensions. Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects 32, 1634–1643.

https://doi.org/10.1080/15567030902842244

Freire Soares, A.S., Furtado de Sousa, A.M., Calçada, L.A., Scheid, C.M., Costa Marques, M.R., 2021. Study of materials to combat loss of circulation in fractures and static filtration. Journal of Petroleum Science and Engineering 200, 108401. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2021.108401

Gamal, H., Elkatatny, S., Basfar, S., Al-Majed, A., 2019. Effect of pH on Rheological and Filtration Properties of Water-Based Drilling Fluid Based on Bentonite. Sustainability 11, 6714. https://doi.org/10.3390/su11236714

Jain, R., Mahto, V., Mahto, T.K., 2014. Study of the Effect of Xanthan Gum Based Graft Copolymer on Water Based Drilling Fluid. Journal of Macromolecular Science, Part A 51, 976–982. https://doi.org/10.1080/10601325.2014.967089

Khodja, M., Canselier, J., F.Bergaya, M.Khodja-Saber, 2009. Une nouvelle méthode pour l'évaluation de l'inhibition de la dispersion des argiles par les fluides de forage.

Koo, M.S., Lee, S.-Y., Wu, Q., 2022. Rheology and Filtration Properties of Bentonite–Water Suspensions as Influenced by Lignocellulosic Nanomaterials and Water-Soluble Biopolymer Additives. Energy Fuels 36, 4479–4490. https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.2c00184

M'bodj, 2004. Plastic and elastic properties of the systems interstratified clay–water–electrolyte–xanthan - ScienceDirect [WWW Document]. URL https://www-sciencedirect-com.sid2nomade-1.grenet.fr/science/article/pii/S0021979704001729 (accessed 7.25.21).

Mohamadian, N., Ghorbani, H., Wood, D.A., Hormozi, H.K., 2018. Rheological and filtration characteristics of drilling fluids enhanced by nanoparticles with selected additives: an experimental study. Advances in Geo-Energy Research 2, 228–236.

Revin, V.V., Liyas'kina, E.V., Pokidko, B.V., Pimenov, N.V., Mardanov, A.V., Ravin, N.V., 2021. Characteristics of the New Xanthan-Producing Strain Xanthomonas campestris M 28: Study of the Genome, Cultivation Conditions, and Physicochemical and Rheological Properties of the Polysaccharide. Appl Biochem Microbiol 57, 356–365. https://doi.org/10.1134/S0003683821030108

Rezaei, A., Nooripoor, V., Shahbazi, K., 2020. Applicability of Fe3O4 nanoparticles for improving rheological and filtration properties of bentonite-water drilling fluids in

the presence of sodium, calcium, and magnesium chlorides. J Petrol Explor Prod Technol 10, 2453–2464. https://doi.org/10.1007/s13202-020-00920-6

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Cette recherche, soutenue par l'Ambassade de France en Mauritanie, a été consacrée à l'étude des propriétés physico-chimiques, rhéologiques et de filtration de deux biopolymères naturels : la gomme arabique, une résine végétale extraite de l'acacia cultivé en Mauritanie et la gomme de xanthane, un bio-olymère d'origine bactérienne. Ces biopolymères ont été étudiés en interaction avec une argile gonflante, la bentonite, en présence ou en l'absence d'un électrolyte, le chlorure de sodium (NaCl). Le choix de la gomme arabique a été guidé par un double objectif : la valorisation d'une ressource naturelle mauritanienne et la recherche de solutions plus respectueuses de l'environnement, en alternative aux polymères de synthèse.

L'objectif principal de ce travail était de mieux comprendre les mécanismes d'interaction entre ces différents constituants afin de proposer des formulations optimisées de fluides de forage.

Avec l'ambition de travailler sur des systèmes bien caractérisés afin d'identifier avec précision les mécanismes physico-chimiques en jeu, une purification préalable de la bentonite et de la gomme arabique mauritanienne a été réalisée. Dans la première partie de cette thèse, la bentonite a été purifiée par échange cationique à l'aide d'une solution de chlorure de sodium (NaCl), ce qui a permis d'éliminer les impuretés présentes dans l'argile brute. Quant à la gomme arabique mauritanienne, elle a été purifiée par une série de filtrations successives à travers une membrane de 0,22 µm de diamètre de pores. Une caractérisation physico-chimique a également été réalisée sur la bentonite brute et purifiée ainsi que sur la gomme arabique mauritanienne purifiée, à l'aide de différentes techniques analytiques. Les résultats ont confirmé que l'argile utilisée contient environ 82 % de phase argileuse et 18 % d'impuretés, essentiellement constituées de quartz et de carbonates. La fraction argileuse (BTp) a été identifiée comme une smectite dioctaédrique. Sa capacité d'échange cationique (CEC) a été mesurée à 91 meq/100 g, une valeur comparable à celle d'une smectite pure, bien qu'elle appartienne au domaine des valeurs faibles. L'analyse de la gomme arabique mauritanienne par chromatographie d'exclusion stérique a montré qu'il s'agit d'un mélange complexe de polysaccharides et de glycoprotéines faiblement anioniques. Sa molécule présente de nombreuses ramifications et adopte une conformation plutôt globulaire compacte, proche d'une pelote aléatoire. Sa masse molaire moyenne en poids est de Mw = 539.5 kg/mol, et son indice de polydispersité (Ip=Mw/Mn) a été estimé à 2,10.

Le xanthane utilisé, quant à lui, présente une très grande masse molaire moyenne, de l'ordre de ≥ 1000 kg/mol, avec un indice de polydispersité généralement supérieur à 2. Il est fortement anionique et se présente sous la forme de longues chaînes linéaires pouvant adopter une conformation en hélice rigide.

Dans la deuxième partie de ce travail, les propriétés physico-chimiques, rhéologiques et de filtration du système bentonite/NaCl/gomme arabique ont été étudiées. Les différents mélanges par ordre de complexité croissante ont été considérés : bentonite-eau, bentonite-NaCl, bentonite-gomme arabique, bentonite-NaCl-gomme arabique (nommé ordre 1) et bentonite-gomme-NaCl (nommé ordre 2).

Rhéologie

- *Suspension argile*

Sur le plan de la rhéologie, de nouveaux résultats ont étés obtenus : tout d'abord, l'étude de l'effet de bentonite dans le domaine de concentration φ allant de 2% g/g à 8% g/g, a permis de détecter la transition sol-gel à une fraction de bentonite de 4%, démontrant la forte capacité de gonflement de la bentonite purifiée. Au-delà de cette transition, le seuil d'écoulement et le module élastique suivent des lois d'échelle du type $\sigma = A(\varphi)^B$, les paramètres A et B sont constants. A partir de cette étude et dans toute la thèse, la concentration en argile a été fixée à 8% g/g.

L'étude a révélé qu'à des faibles concentrations de NaCl, la coagulation des particules se produit, ce qui rapproche les particules et augmente les points de contact (Face-Face, Bord-Face, Bord-Bord). Le seuil d'écoulement a atteint son maximum à 20 mmol/l de NaCl. Au-delà, aux concentrations en NaCl plus élevées, les forces attractives dominent totalement. Cela provoque une agrégation excessive en particules compactes et isolées, réduisant les contacts entre agrégats. Le réseau tridimensionnel s'effondre, ce qui entraîne une diminution brutale du seuil d'écoulement.

- *Argile + gomme arabique*

Sans NaCl, l'effet de l'ajout de la gomme arabique purifiée aux suspensions de bentonite a montré une adsorption qui augmente avec la concentration avec la concentration, atteint un maximum entre 5 et10 g/L. Le mécanisme principal repose sur les liaisons hydrogène (entre

les groupes –OH de l'argile et les groupes carboxyle/amine de la gomme arabique et sur les interactions de Van der Waals. À faible concentration de gomme arabique, on observe une légère augmentation du seuil d'écoulement liée à un renforcement des répulsions interparticulaires et des contacts via le polymère adsorbé. Au-delà du maximum d'adsorption, l'excès de polymère entraîne une floculation de dispersion, ce qui provoque une diminution du seuil d'écoulement.

Avec l'ajout du NaCl, l'influence de l'ordre d'incorporation des constituants sur les paramètres du gâteau de filtration s'avère déterminante. Elle s'explique principalement par la séquence d'introduction des constituants, qui conditionne les mécanismes d'interaction colloïdale et la structuration du réseau particulaire dès les premières étapes de formation du système.

- Pour l'Ordre 1 (NaCl ajouté avant la gomme arabique) lorsque le chlorure de sodium (NaCl) est introduit en premier dans la suspension, il induit une compression immédiate de la double couche électrique entourant les particules de bentonite. Comme observé dans les suspensions d'argile sans polymère, cette compression conduit initialement à une. Toutefois, au-delà d'une concentration de 80 $mmol \cdot L^{-1}$**,** le seuil d'écoulement chute, la réduction des forces répulsives interparticulaires favorise une floculation précoce des plaquettes d'argile. Les agrégats formés dans ces conditions sont volumineux et relativement rigides. L'introduction ultérieure de la gomme arabique n'a alors qu'un effet limité sur la re-dispersion du système, les agrégats étant déjà formés et peu réversibles. À une concentration de 160 $mmol \cdot L^{-1}$**,** le seuil d'écoulement de la suspension argile–gomme arabique devient comparable, voire légèrement inférieur, à celui de la suspension d'argile seule.
- Au contraire pour l'Ordre 2 (gomme arabique ajoutée avant le NaCl) lorsque la gomme arabique est ajoutée en premier, ses propriétés dispersantes dominent initialement le comportement du système. Le seuil d'écoulement augmente avec l'augmentation de la concentration en NaCl pour devenir à peu près constant à partir de 80 mmol/L. Les groupements fonctionnels du polymère s'adsorbent sur les surfaces de bentonite, augmentant les charges négatives et renforçant les forces répulsives interparticulaires. Cela favorise une bonne dispersion des particules et la formation d'un réseau homogène et étendu. L'ajout ultérieur de NaCl réduit

partiellement ces répulsions, mais la dispersion initiale prévient une floculation massive.

Filtration

Du point de vue de la filtration, l'effet des différents constituants a été étudié à travers l'analyse de plusieurs paramètres caractéristiques du gâteau : la perte d'eau, la masse, l'épaisseur et la perméabilité. La concentration en argile est gardée constante à 8 % (g/g) et la concentration à 5000 ppm, correspondant au maximum d'adsorption du polymère sur la bentonite.

Enfin, les résultats de la filtration ont montré, sur les différents systèmes :

- *Suspension argile*.

  Sans NaCl, on remarque un changement de comportement des caractéristiques du gâteau à partir de 4% (g/g) qui correspond à l'apparition de la transition sol-gel détecté par les mesures rhéologiques. Le système bentonite-eau seule forme des gâteaux homogènes, mais présente une perte de fluide significative et une perméabilité non négligeable. Ce système constitue un état de référence, mais reste insuffisant pour des applications exigeantes de forage.

  L'ajout de NaCl au système bentonite-eau provoque une floculation importante, la formation d'agglomérats rigides et de défauts structuraux (fissures), augmentant ainsi la perte de fluide. Le NaCl, seul, dégrade donc clairement les performances de filtration. Son effet peut toutefois être recherché pour des applications spécifiques (ex. contrôle de la dispersion, stabilité mécanique sous fortes contraintes, etc.), mais il n'est pas optimal pour limiter la perte de fluide.

- *Argile + gomme arabique*

Sans NaCl, l'ajout de gomme arabique mauritanienne au système bentonite-eau améliore nettement les performances de filtration. Le polymère favorise la dispersion des particules, forme un réseau homogène et réduit la perméabilité du gâteau grâce à l'obstruction partielle des pores. La perte de fluide est réduite, les gâteaux sont plus homogènes et lisses, sans

fissures. Cette formulation apparaît comme la plus efficace pour le contrôle de la filtration, avec une action dispersante favorable.

L'influence de l'ordre d'incorporation des constituants sur les paramètres du gâteau de filtration s'avère déterminante.

- Lorsque le NaCl est introduit avant la gomme arabique (ordre 1), la compression immédiate de la double couche électrique favorise la floculation précoce des particules de bentonite. Dans ces conditions, l'ajout ultérieur du polymère ne permet pas de re-disperser efficacement le système, ce qui conduit à la formation de gâteaux hétérogènes, poreux et souvent fissurés. Ce mode de préparation se traduit par une augmentation notable de la perte d'eau, une diminution de la masse et de l'épaisseur du gâteau, ainsi qu'une perméabilité plus élevée.
- En revanche, lorsque la gomme arabique est ajoutée avant le NaCl (ordre 2), ses propriétés dispersantes et stabilisantes prédominent dès les premières étapes de structuration de la suspension. L'adsorption du polymère sur les surfaces argileuses renforce les répulsions électrostatiques et limite la floculation ultérieure induite par le sel. Les gâteaux obtenus dans ces conditions sont plus homogènes, compacts et cohésifs, avec une perte d'eau réduite, une épaisseur et une masse plus importantes, et une perméabilité plus faible que ceux issus de l'ordre 1. Ainsi, l'ordre 2 apparaît plus favorable au contrôle de la filtration, car il permet de mieux préserver les interactions stabilisantes entre la gomme arabique et les particules de bentonite face aux effets déstabilisants du NaCl.

L'augmentation de la pression accentue la compaction du gâteau, ce qui entraîne une diminution de la perte d'eau et de la perméabilité, mais une augmentation de l'épaisseur et de la masse du gâteau**.** Plus la pression est forte, plus le gâteau devient dense, cohésif et moins perméable. Cela s'explique par le resserrement des pores et l'entassement des feuillets d'argile sous l'effet mécanique.

Globalement, les résultats de la filtration ont révélé une corrélation entre le comportement rhéologique des suspensions et leurs performances en filtration. Un seuil d'écoulement élevé, indicateur d'un réseau colloïdal bien structuré et cohésif, est généralement associé à une meilleure rétention d'eau, une perméabilité réduite et une épaisseur accrue du gâteau de filtration. À l'inverse, une diminution du seuil d'écoulement, due à une floculation excessive

induite par le NaCl ou à un ordre d'introduction défavorable, traduit une déstructuration du réseau, menant à des gâteaux plus poreux et moins efficaces. Ainsi, la stabilité rhéologique des suspensions constitue un paramètre prédictif pour évaluer et optimiser leur comportement en filtration.

Dans la troisième partie de cette étude, les propriétés physico-chimiques, rhéologiques et de filtration du mélange bentonite-NaCl-xanthane ont été investiguées. Le xanthane constitue un bio-polymère de référence dans le domaine des fluides de forage. Il a été étudié dans les mêmes conditions que la gomme arabique mauritanienne. Des résultats importants ont été obtenus :

Rhéologie

L'étude de l'effet du xanthane (différentes concentrations de xanthane variant de 500 à 2000 ppm) sur le seuil d'écoulement et le module élastique du système bentonite-eau a montré une augmentation du seuil et du module élastique avec l'augmentation de la concentration en xanthane due à l'augmentation du nombre de répulsions entre les particules.

L'analyse de l'effet du NaCl sur le système bentonite-xanthane (à concentration fixe de xanthane de 1000 ppm a montré que l'ordre 1 du mélange bentonite-NaCl-xanthane induit une floculation qui engendre la diminution du seuil d'écoulement et du module élastique xanthane. Tandis que l'ordre 2 du mélange bentonite-xanthane-NaCl permet l'obtention de suspensions moins sensibles à la floculation favorisant l'augmentation du seuil d'écoulement et du module élastique.

Filtration

En l'absence de NaCl, l'ajout de gomme xanthane améliore nettement les propriétés du gâteau de filtration. L'augmentation de la concentration en polymère se traduit par une diminution de la perte d'eau et par une augmentation de la masse et de l'épaisseur du dépôt, signe d'une meilleure rétention. Ce comportement s'explique par l'adsorption du xanthane sur les particules d'argile, qui renforce les répulsions électrostatiques et favorise une dispersion stable. La perméabilité reste globalement inchangée, mais la pression appliquée exerce une influence déterminante, la compaction mécanique à 4 bar réduisant fortement ce paramètre. Dans l'ensemble, l'absence de sel permet la formation de gâteaux plus homogènes, cohésifs et riches en eau.

Lorsque le chlorure de sodium est ajouté avant le xanthane (ordre 1), la compression immédiate de la double couche électrique induit une floculation précoce des particules de bentonite. Cette organisation conduit à la formation d'agrégats volumineux et rigides, générant une structure poreuse plus ouverte et hétérogène. En conséquence, les gâteaux obtenus présentent une perte d'eau plus élevée, une masse et une épaisseur réduites, ainsi qu'une perméabilité accrue par rapport aux systèmes mieux dispersés. La présence du polymère après l'ajout de sel ne permet pas de compenser efficacement cette déstabilisation initiale, ce qui limite son rôle structurant. À forte pression, le tassement mécanique accentue encore l'expulsion d'eau et réduit les différences observées, soulignant la prédominance des contraintes mécaniques sur l'influence colloïdale du xanthane. Globalement, l'ordre 1 engendre des gâteaux moins compacts, plus fragiles et moins performants en termes de contrôle de la filtration.

Lorsque la gomme xanthane est introduite avant le chlorure de sodium (ordre 2), ses chaînes anioniques s'adsorbent sur les particules de bentonite, renforçant leur charge négative et favorisant une stabilisation électrostérique. Cette dispersion initiale limite la floculation ultérieure induite par le sel et permet la formation d'un réseau homogène et cohésif. Les gâteaux obtenus dans ces conditions présentent une perte d'eau plus faible, ainsi qu'une masse et une épaisseur plus élevées que ceux issus de l'ordre 1, traduisant une meilleure capacité de rétention. La perméabilité reste relativement faible et moins sensible aux variations de salinité, tandis que la microstructure demeure compacte et continue, sans fissuration marquée. Ainsi, l'ordre 2 apparaît plus favorable au contrôle de la filtration, car il préserve l'efficacité du polymère malgré la présence d'électrolytes.

La pression appliquée joue un rôle central dans la formation et l'évolution du gâteau de filtration. L'augmentation de la contrainte mécanique induit un tassement progressif de la structure poreuse, réduisant ainsi la perméabilité et favorisant l'expulsion de l'eau. À faible pression (1 bar), la microstructure du gâteau reste relativement ouverte, ce qui se traduit par une perte d'eau plus importante et des valeurs de perméabilité élevées. En revanche, sous forte pression (4 bar), la compaction resserre les canaux d'écoulement et accroît la densité du dépôt, limitant la circulation du fluide et réduisant fortement la perméabilité, indépendamment de la nature chimique des additifs présents. Ce tassement mécanique tend également à homogénéiser les différences initiales liées à la formulation ou à l'ordre de préparation, soulignant que, dans les conditions de fortes contraintes, l'effet mécanique de la pression

domine sur les interactions colloïdales. Ainsi, la pression constitue un facteur déterminant de la performance de filtration, en contrôlant directement la cohésion, la compacité et l'efficacité de rétention du gâteau formé.

Conclusion comparative : gomme arabique vs xanthane

L'étude des deux bio-polymères naturels, la gomme arabique mauritanienne et la gomme de xanthane, en interaction avec la bentonite et le chlorure de sodium a permis de mettre en évidence à la fois des similitudes et des différences notables dans leur influence sur les propriétés rhéologiques et de filtration des suspensions argileuses.

Sur le plan rhéologique, les deux polymères exercent un effet structurant en modifiant l'organisation du réseau particulaire. La gomme arabique agit principalement comme un agent dispersant : son adsorption sur les surfaces argileuses augmente la charge négative, stabilise la suspension et limite la floculation à faible concentration, avant que des effets d'encombrement stérique n'apparaissent à forte teneur. Le xanthane, en revanche, agit comme un agent viscosifiant : ses longues chaînes flexibles accroissent la viscosité du fluide interstitiel et renforcent la cohésion du réseau, conduisant à une augmentation progressive du seuil d'écoulement. Dans les deux cas, l'ordre d'incorporation des constituants (argile, NaCl, polymère) conditionne la structuration colloïdale et se traduit par des comportements macroscopiques distincts.

Du point de vue de la filtration, les deux polymères améliorent la rétention d'eau et réduisent la perte de fluide par rapport aux suspensions d'argile seules. Toutefois, leurs mécanismes diffèrent :

- La gomme arabique favorise la formation de gâteaux homogènes, fins et peu fissurés, grâce à son effet dispersant et à l'obstruction stérique partielle des pores. Ses performances sont toutefois sensibles à la présence de NaCl, qui atténue son efficacité par compression de la double couche électrique.
- Le xanthane conduit à la formation de gâteaux plus épais et plus massifs, caractérisés par une forte rétention d'eau. L'augmentation de la concentration en polymère entraîne une réduction continue de la perte de fluide, sans dégradation marquée de la perméabilité. De plus, il présente une meilleure tolérance à la salinité, limitant la fissuration des gâteaux même à forte teneur en NaCl.

En résumé, les deux bio-polymères partagent une capacité à améliorer significativement les performances de filtration et à stabiliser le comportement rhéologique des suspensions argileuses. Néanmoins, la gomme arabique agit préférentiellement comme un dispersant naturel, efficace à faible salinité et valorisable dans une perspective de durabilité locale, tandis que le xanthane se distingue par son fort pouvoir viscosifiant et sa robustesse vis-à-vis des conditions salines, le rendant particulièrement adapté aux environnements de forage exigeants.

Ces résultats mettent en évidence que la performance de la filtration ne dépend pas uniquement des concentrations en additifs, mais aussi de la manière dont ces derniers sont incorporés dans la suspension. La maîtrise de la séquence de mélange constitue donc un levier d'optimisation important pour contrôler la microstructure du gâteau et ses propriétés hydrodynamiques.

Ces observations ont un intérêt direct pour le dimensionnement et l'optimisation des boues de forage. Un gâteau plus homogène et moins perméable, obtenu notamment par l'ajout préalable du polymère avant le sel, contribue à la formation d'une couche filtrante protectrice sur la paroi du puits, limitant les pertes de fluide vers la formation et améliorant la stabilité du forage. À l'inverse, une préparation dans laquelle le sel est ajouté en premier peut générer un gâteau plus ouvert, moins apte à jouer un rôle de barrière efficace, ce qui peut se traduire par des pertes de circulation accrues et une protection mécanique réduite.

En conclusion, cette thèse montre des résultats très intéressants pour l'optimisation des fluides de forage en utilisant un bio-polymère local, la gomme arabique mauritanienne. Qui présente ainsi un réel potentiel comme additif écologique et performant pour la formulation de fluides de forage à base de bentonite.

Perspectives

Au regard des résultats obtenus dans le cadre de cette thèse, plusieurs pistes de recherche et de valorisation peuvent être envisagées, à la fois pour approfondir la compréhension fondamentale des systèmes étudiés et pour promouvoir l'utilisation de la gomme arabique mauritanienne dans des applications à fort potentiel industriel et sociétal.

A court terme

- *Consolidation des approches expérimentales*

La mise en œuvre de la microscopie électronique à balayage (MEB) sur les suspensions et les gâteaux de filtration offrirait un accès direct à la morphologie et à l'organisation des réseaux colloïdaux, permettant d'identifier les mécanismes de structuration à l'échelle microscopique. Associée à la mesure de la porosité, cette approche fournirait des informations précieuses sur la distribution et l'interconnexion des pores, paramètres directement liés à la perméabilité et à la capacité de rétention du gâteau. Ces observations contribueraient ainsi à établir des corrélations fines entre l'organisation interne du réseau et les propriétés macroscopiques telles que la perméabilité, la résistance mécanique et la stabilité. Parallèlement, l'approfondissement de la caractérisation rhéologique, à travers l'étude de la thixotropie, du comportement viscoélastique en régime oscillatoire et des cycles de cisaillement-repos, permettrait de mieux appréhender la dynamique de reconstruction structurale des suspensions. Ces données seraient essentielles pour comprendre la capacité de la gomme à stabiliser les formulations sous contraintes mécaniques réelles et à améliorer la performance des gâteaux de filtration.

- *Extension des formulations étudiées*

Dans ce prolongement, il apparaît nécessaire de conduire pour la gomme arabique une étude complète intégrant l'ensemble des paramètres de filtration et de structuration afin de caractériser pleinement son rôle dans les formulations de boues.

L'évaluation de mélanges de gomme arabique avec d'autres bio-polymères naturels (gomme de guar, xanthane, alginates, etc.) permettrait d'identifier d'éventuelles synergies fonctionnelles et de concevoir des formulations hybrides optimisées. Enfin, l'établissement d'une carte de formulation tenant compte des conditions opérationnelles de forage (température, salinité, pression) constituerait un outil pratique pour orienter le choix des additifs et garantir des performances adaptées aux environnements les plus contraignants.

<u>A plus long terme</u>

- *Études en conditions extrêmes*

La validation des résultats obtenus en laboratoire nécessite la réalisation d'essais pilotes de forage intégrant la gomme arabique mauritanienne dans des environnements représentatifs des conditions réelles d'exploitation, tels que les milieux salins, les régimes de hautes pressions et

températures. Une telle démarche constituerait une étape essentielle pour évaluer la robustesse et la compétitivité de cette ressource par rapport aux additifs commerciaux actuellement disponibles. Ces investigations devront être complétées par des analyses technico-économiques et environnementales afin de déterminer la viabilité industrielle de la gomme arabique. L'objectif est de positionner cet additif naturel comme une alternative écologique, durable et économiquement compétitive, en cohérence avec les stratégies de réduction de l'empreinte carbone poursuivies par l'industrie pétrolière et gazière.

- *Validation en conditions industrielles*

La validation en conditions industrielles constitue une étape incontournable pour confirmer le potentiel de la gomme arabique mauritanienne comme additif de forage. La réalisation d'essais pilotes dans des environnements spécifiques, caractérisés par des milieux salins ainsi que des régimes de hautes pressions et températures, permettrait d'évaluer de manière rigoureuse sa robustesse et sa compétitivité face aux additifs commerciaux actuellement utilisés. Au-delà de l'analyse des performances techniques, ces expérimentations devront être complétées par des études technico-économiques et environnementales. Celles-ci offriront une vision intégrée de la viabilité de cette ressource, en mettant en évidence ses avantages en termes de durabilité, de coût et de compatibilité avec les objectifs de réduction de l'empreinte carbone de l'industrie pétrolière et gazière. Une telle approche renforcerait la position de la gomme arabique comme additif écologique et économiquement pertinent, tout en valorisant une ressource locale dans une perspective de développement durable

- *Diversification des domaines d'application*

La valorisation de la gomme arabique ne devrait pas se limiter aux seules applications dans le domaine du forage. Ses propriétés multifonctionnelles, notamment son caractère stabilisant, texturant et filmogène, ouvrent des perspectives intéressantes dans plusieurs secteurs stratégiques. Dans l'industrie agroalimentaire, elle peut être exploitée pour la stabilisation d'émulsions et de suspensions complexes, contribuant ainsi à l'amélioration de la texture et de la conservation des produits. En cosmétique, son utilisation en tant qu'ingrédient naturel de formulation, jouant le rôle d'émulsifiant ou d'agent hydratant, répond aux attentes croissantes en matière de solutions durables et respectueuses de la santé. Dans le domaine du traitement des eaux, la gomme arabique présente un potentiel notable comme agent de coagulation ou de floculation, permettant d'optimiser les procédés de dépollution. Enfin, dans le secteur des

matériaux composites bio-sourcés, ses propriétés adhésives et filmogènes pourraient être mises à profit pour le développement de matrices polymériques renforcées, participant ainsi à la conception de matériaux innovants et respectueux de l'environnement.