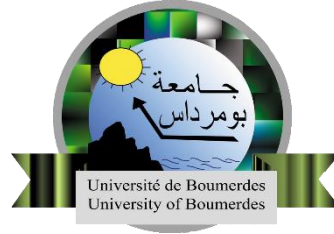


الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة أمحمد بوقرة بومرداس  
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



**Faculté des Sciences – Département de Chimie**

**Domaine :** Sciences de la Matière

**Filière :** Chimie

**Spécialité :** Chimie des Matériaux

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

**BEKHTA Samra**

Le 17 juillet 2023

**Thème**

**Etude des propriétés rhéologiques des fluides de forage à base de biopolymères**

**Devant le jury composé de :**

Mme. Boussak Hassina	Maitre de conférences A FS-UMBB	Présidente
Mme. Seddiki Nesrinne	Maitre de conférences A FS-UMBB	Examinatrice
Mr. Irekti Amar	Maitre de conférences A FS-UMBB	Promoteur
Mme. Meddahi Khalida	IAP Sonatrach	Co-promotrice

**Remerciement**

### **Remerciement**

Ce travail de mémoire a été effectué au l'institut algérienne de pétrole IAP, au Sonatrach. Encadré par monsieur IREKTI Amar, maître de conférences A l'Université de Boumerdès, et Co-encadré par madame MEDDAHI Khalida, magistère et formatrice à l'IAP.

Avant tout, je remercie Dieu pour tout le courage et la force qu'il m'a donnée pour faire ce travail. Je tiens à adresser mes sincères remerciements à mon encadreur monsieur IREKTI Amar, d'avoir accepté la prise en charge de cette mémoire et d'avoir partagé son savoir-faire qui a donné un grand saut pour la réalisation de ce travail pour le soutien et la disponibilité dont il a fait preuve tout au long de cette mémoire ainsi que ces conseils.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance et mes remerciements pour Madame Meddahi Khalida, magistère et formatrice à l'IAP, d'avoir accepté de Co-encadrer ce travail et pour son accompagnement avec beaucoup de patience et de pédagogie et pour les conseils et les informations qu'elle m'a données ainsi pour sa gentillesse qui a fait de ce stage un séjour scientifique très fructueux et agréable.

Sincères remerciements à Madame BOUSSAK H., président du jury ainsi qu'à Madame SEDIKI N., enseignants, maître de conférences A au département de chimie de l'Université de Boumerdès, pour avoir accepté d'être examinatrice de cette mémoire.

Je remercie particulièrement toute l'équipe de l'IAP (surtout Mme ZAIDI Meriem, Monsieur Mhamed), qui ils m'a orienté.

La multidisciplinarité de ce travail a nécessité le recours à des analyse physico-chimiques,

Je souhaiterais donc remercier toutes les personnes du centre de recherche et développement CRD. Sonatrach ayant ouvert les portes de leur laboratoire ou de leur établissement pour le traitement des données et l'aide à l'analyse des résultats.

Je remercie également toute l'équipe qualité et tous mes collègues qui pendant les années d'étude m'ont aidé professionnellement et moralement.

Merci aux amis master et stagiaires (FS UMBB) d'avoir communiqué votre bonne humeur, merci pour les moments de convivialité passés ensemble et l'esprit d'entraide pendant ces deux années à vos côtés.

Je remercie toutes les personnes qui m'ont aidé de près et de loin.

Finalement, je remercie mes proches de m'avoir, depuis toujours, soutenue et encouragée.

Merci à mon père, ma mère, ma grande mère, mes frère (M, F, H) et tout ma famille.

**Résumé**

**Abstract**

**ملخص**

## **Etude des propriétés rhéologiques des fluides de forage à base de biopolymères**

**Résumé** - La lignine est la deuxième ressource de biomasse la plus abondante sur la planète. Elle représente environ 30% en poids en masse sèche de la biomasse lignocellulosique.

L'objectif de cette recherche est de fabriquer un polymère respectueux de l'environnement à partir de fibres de palmier dattier.

Dans cette étude, nous synthétisons la lignine à partir du bois de palmier dattier, une lignine Kraft serait précipitée à partir de liqueur noire en utilisant l'acide sulfurique comme réactif. Cette lignine serait purifiée et comparée à la lignine commerciale. Des études de caractérisation structurale et de quantification des groupes chimiques ont été réalisées. La lignine alcaline purifiée et la lignine commerciale ont ensuite été caractérisées.

Parallèlement, leur influence sur le comportement d'écoulement du fluide de forage est testée. L'effet de liquéfaction de la lignine dans les systèmes bentonite/eau a été confirmé et le modèle de comportement rhéologique de ce type de substitution est enregistré. Ce type de comportement de remplacement montre une bonne efficacité pour la stabilisation de la boue. La lignine commerciale et la lignine purifiée ont la même structure et le même effet sur les propriétés rhéologiques des fluides de forage.

**Mots-clés** : Palmier dattier. Lignine. Boue de forage. Rhéologie

## **Study of the rheological properties of drilling fluids based on biopolymers**

**Abstract -** Lignin is the second most abundant biomass resource on the planet. It represents approximately 30% by weight in dry mass of the lignocellulosic biomass.

The objective of this research is to manufacture an environmentally friendly polymer from date palm fibers. In this study, we synthesize lignin from date palm wood, a Kraft lignin would be precipitated from black liquor using sulfuric acid as a reagent.

This lignin would be purified and compared to commercial lignin. Structural characterization and quantification studies of chemical groups have been carried out. The purified alkaline lignin and commercial lignin were then characterized from a molecular point of view and by thermal analysis.

At the same time, their influence on the flow behavior of the drilling fluid is tested. The liquefaction effect of lignin in bentonite/water systems was confirmed and the rheological behavior of this type of substitution was modeled. This type of replacement behavior shows good efficiency. For stabilizing mudstone.

It was found that commercial lignin and purified lignin have same structure and same effect on the rheological properties of drilling fluids.

**Keywords-** Date palm. Lignin. Drilling mud. Rheology

## دراسة الخصائص الريولوجية لسوائل الحفر بالاعتماد على البوليمرات الحيوية

### ملخص

اللجنين هو ثاني أكثر موارد الكتلة الحيوية وفرة على هذا الكوكب. يمثل حوالي 30٪ بالوزن في الكتلة الجافة للكتلة الحيوية لينينسيلوزيك.

الهدف من هذا البحث هو تصنيع بوليمر صديق للبيئة من ألياف نخيل التمر. في هذه الدراسة، قمنا بتصنيع اللجنين من خشب النخيل، وسيتم ترسيب مادة اللجنين كرافت من السائل الأسود باستخدام حمض الكبريتيك ككاشف. سيتم تنقية هذا اللجنين ومقارنته باللجنين التجاري. تم إجراء دراسات الخصائص الهيكلية والتقدير الكمي للمجموعات الكيميائية. تم بعد ذلك تمييز اللجنين القلوي المنقى واللجنين التجاري من وجهة نظر جزيئية ومن خلال التحليل الحراري.

في الوقت نفسه، يتم اختبار تأثيرها على سلوك تدفق مائع الحفر. تم تأكيد تأثير تمييع اللجنين في أنظمة البنتونايت / الماء وتم نمذجة السلوك الريولوجي لهذا النوع من الاستبدال. يُظهر هذا النوع من سلوك الاستبدال كفاءة جيدة. لتثبيت الحجر الطيني.

وقد وجد أن اللجنين التجاري واللجنين المنقى لهما نفس التركيب والتأثير على الخصائص الريولوجية لسوائل الحفر.

الكلمات المفتاحية: نخيل. اللجنين. طين الحفر. الريولوجيا

# Sommaire



## Sommaire

Remerciement	
Résumé	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Abréviations	
Introduction générale .....	1
<b>Chapitre I : Biomasse Lignocellulosique</b>	
I- Bioraffinage .....	3
II- Biomasse lignocellulosique .....	3
II-1-Composants structurelles de la biomasse lignocellulosique .....	4
II-1-1-Les extractibles .....	4
II-1-2-La cellulose .....	5
II-1-3-Les hémicelluloses.....	6
II-1-4-La lignine .....	6
II-1-4-1-Composition chimique de la lignine.....	8
II-1-4-2-Structure de la lignine .....	8
III-Palmier dattier .....	9
III-1-Description du palmier dattier .....	9
III-2- Constituants principaux de palmier dattier.....	10
III-2-1-Palme.....	11
III-3-Palmier dattier dans le monde .....	11
III-4-Palmier dattier en Algérie .....	12
III-5-Distribution géographique en Algérie .....	13
III-6-Diversité chez le palmier dattier.....	14
III-7-L'aire de répartition .....	15
III-8-Domains d'utilisation des déchets de palmier dattier .....	16
IV-Méthode d'extraction de la lignine (délignification) .....	16
IV-1-Extraction mécanique .....	17
IV-1-1-Teillage .....	17
IV-1-2-Déflexion.....	17
IV-1-3-Laminage.....	17
IV-2-Extraction biologique .....	17
IV-2-1-Le rouissage à l'air.....	18
IV-2-2-Le rouissage à l'eau .....	18
IV-2-3-Par action microbienne .....	18
IV-3-Extraction chimique .....	18
IV-3-1-Kraft .....	19
IV-3-2-Lignosulfonates .....	19
IV-3-3-Organosolv (solvant organique) .....	20
V-Valorisation et application de la lignine .....	22
VI- Le forage .....	23
VI-1-Les fluides de forage .....	24
VI-2-Fonction des fluides de forage .....	25
VI-3-Classification des fluides de forage .....	26
IV-4-Propriétés des fluides de forage .....	26
IV-5-Classification de fluides selon leur comportement rhéologique .....	27
IV-6-L'utilisation des polymères dans les fluides de forage .....	27
VI-6-1- Bentonite .....	27
VI-6-2- Xanthane.....	28

IIV-Rhéologie .....	28
IIV-1-Pertinence pour le forage .....	28
IIV-2-Rhéologie : importance de la rhéologie pour la résolution des problèmes de forage.....	29

## Chapitre II : Méthode expérimentale et matériaux

I-Méthodes Expérimentales .....	30
I-1-Masse Volumique .....	30
I-2-Densité .....	30
I-3-Le Potentiel d'hydrogène (Ph Mètre) .....	31
I-4-Composition Chimique par FTIR .....	32
I-5-Granulométrie Laser .....	33
I-6-Microscopie Electronique Balayage (MEB) .....	33
I-7-Analyse Calorimétrique Différentielle .....	34
I-8-Viscosimètre .....	35
I-9-Le Modèle de Newton .....	36
I-10- Fluides Non Newtoniens .....	36
I-11-la contrainte seuil .....	37
I-12- Gels et thixotropie .....	37
II- Matériaux utilisés .....	38
II-1- Les lignines .....	38
II-1-1- Préparation des échantillons .....	38
II-1-2- Extraction .....	39
II-1-3 Elimination des extractibles .....	39
II-1-3-1-Lavage à l'eau distillée .....	39
II-1-3-2-Lavages dans un Soxhlet .....	40
II-2- Extraction de la liqueur noire .....	41
II-3- Précipitation et purification de la lignine Kraft .....	42
III- Purification de la Lignine .....	43
IV- Formulation de la boue de forage .....	46

## Chapitre III : Résultats et discussions

I-Extraction de la lignine .....	47
II-Caractérisation de la lignine .....	48
II-1- Composition chimique de la lignine .....	48
II-2- Analyse de la distribution granulométrique .....	49
II-3-Analyse morphologique .....	51
III- Etude de l'effet de la lignine sur les propriétés rhéologiques de la boue de forage à base d'eau .....	52
III-1- Composition des boues de forage .....	53
III-1-1- Eau de fabrication .....	53
III-1-2- Les argiles .....	53
III-1-3- La lignine .....	55
III-2- Propriétés physiques des fluides de forage .....	55
III-2-1- Impact des formulations étudiées sur l'environnement .....	55
III-3- Formulations de la boue à base d'eau .....	56
III-4- Comportement rhéologique de la boue de forage à base d'eau .....	56
III-4-1- Rhéomètres rotatifs cylindriques .....	56
III-5- Comportement rhéologique de système bentonite/eau .....	57
III-6- Comportement rhéologique de fluide de forage à base de polymères et lignine .....	59
Conclusion générale .....	63

# Liste Des Figures

## Liste Des Figures

### Chapitre I : Biomasse Lignocellulosique

Figure I-1 : Les différentes sources de la biomasse lignocellulosique .....	4
Figure I-2 : représentation de la chaîne de cellulose.....	5
Figure I-3 : structure chimique de l'hémicellulose.....	6
Figure I-4 : : les trois principaux monolignols qui donnent naissance à la lignine et numérotation des carbones des monolignols.....	7
Figure I.5 : structure de la molécule de lignine.....	7
Figure I-6 : figure schématique des différentes d'un palmier dattier adulte.....	10
Figure I-7 : schéma d'une palme.....	11
Figure I-8 : présentation de la répartition de palmier dattier dans le monde.....	12
Figure I-9 : répartition des palmiers dattiers de l'Algérie par Wilaya en 2014.....	13
Figure I-10 : répartition de la culture du palmier dattier en Algérie.....	15
Figure I-11 : différent technique d'extraction des fibres végétales.....	16
Figure I-12 : mécanisme de rupture de la liaison A-O -4 lors du procédé Bisulfite.....	20
Figure I-13 : procédé organosolv.....	21

### Chapitre II : Méthode expérimentale et matériaux

Figure II-1: Mesure de la densité.....	30
Figure II-2 : Densimètre Fann.....	31
Figure II-3 : Papier pH .....	31
Figure II-4 : pH Mètre .....	3
Figure II-5 : (a) Pastilleuse. (b) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) (c) Réflectance Totale Atténuée ATR (IAP-Sonatrach) .....	32
Figure II-6 : Granulomètre à laser de type LA 950. (CRD-Sonatrach) .....	33
Figure II-7: Microscopie électronique à balayage MEB(CRD-Sonatrach) .....	34
Figure II-8. Appareil d'analyse enthalpique différentielle de type Mettler Toledo 823DSC (LMP-USTHB) .....	35
Figure II-9 : Viscosimètre (IAP-Sonatrach) .....	35
Figure II-10 : Modèle Newton .....	36
Figure II-11: Graphique théorique de la viscosité de plusieurs types de fluides en fonction de la contrainte de cisaillement .....	37
Figure II-12 : Marche Funnel Viscometer .....	38
Figure II-13 : Préparation des échantillons .....	39
Figure II-14 : Les étapes de lavage à l'eau distillée .....	40
Figure II-15 : Montage de Soxhlet .....	40
Figure II-16 : Lavages au Soxhlet .....	41
Figure II-17 : Extraction de la liqueur noire à l'aide d'un autoclave .....	41
Figure II-18 : Filtration Büchner .....	42
Figure II-19 : Précipitation de la lignine Kraft .....	42
Figure II-20 : Filtration de la Lignine .....	43
Figure II-21 : Purification de la lignine .....	44
Figure II-22 : Structure primaire de La gomme xanthane .....	44
Figure II-23 : Structure secondaire de la gomme xanthane à l'état solide .....	44
Figure II-24 : Formulation de la boue de forage à base de l'eau .....	46

### Chapitre III : Résultats et discussions

Figure III-1 : Extraction de la lignine est réalisée par la méthode kraft.....	47
Figure III-2 : Extraction et purification de la lignine par méthode Kraft .....	47
Figure III-3 : Poudre de la lignine pure .....	48
Figure III-4 : Spectres FTIR des échantillons de la lignine A , B et liqueur noire .....	49
Figure III-5 : Analyse de la distribution granulométrique de la lignine A .....	50
Figure III-6 : Analyse de la distribution granulométrique de la lignine B .....	51
Figure III-7 : Images au microscope électronique à balayage (MEB) de la lignine A et B.....	51
Figure III-8 : Histogramme de la distribution des différentes phases granulométriques de l'échantillon BENTONITE.....	55
Figure III-9 : La bentonite de Maghnia (a) la poudre de la bentonite (b) Analyse MEB de la bentonite.....	55
Figure III-10 : La géomètre Couette de viscosimètre .....	57
Figure III-11 : Comportement rhéologique $\tau = f(\dot{\gamma})$ et $\mu = f(\dot{\gamma})$ de la formulation F1 (eau/ bentonite) T=50C° .....	57
Figure III-12 : Courbe de tendance du comportement rhéologique $\tau = f(\dot{\gamma})$ de la formulation F1 (eau/ bentonite) T=50C° .....	58
Figure III-13 : comportement rhéologique $\sigma = f(\dot{\gamma})$ de la formulation F1 (eau/ bentonite) T=50C° .....	59
Figure III-14 : Rhéogramme de la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine A, T=50°C) .....	59
Figure III-15 : Rhéogramme de la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine A, T=50°C) .....	60
Figure III-16 : Rhéogramme de la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine B, T=50°C) .....	60
Figure III-17 : Rhéogramme de la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine B, T=50°C) .....	60
Figure III-18 : Courbe de tendance du comportement rhéologique $\tau = f(\dot{\gamma})$ de la formulation F8 à T=50C° .....	62

**Liste  
Des  
Tableaux**

## **Liste Des Tableaux**

### **Chapitre I : Biomasse Lignocellulosique**

Tableau I-1 : Composition De Biomasse Lignocellulosique .....	4
Tableau I-2 : nombre de palmiers dattiers en Algérie.....	14
Tableau I-3 : différents procédés pour obtenir les lignosulfonates.....	20
Tableau I-4 : un résumé des application présentes et potentielles de la lignine.....	23

### **Chapitre III : Résultats et discussions**

Tableau III-1 : Formulation de la boue à base d'eau dans un (500ml d'eau et T=50c°).....	56
--	----

**Abréviations  
chimiques et  
industrielle**



**Abréviations chimiques et industrielle (selon IAP)**

**API** : Institut Américain du pétrole

**T** : contrainte de cisaillement

**$\dot{\gamma}$**  : gradient de cisaillement

**n** : indice d'écoulement

**k** : indice de consistance (pa.sn)

**$\rho_{\text{eau}}$**  : densité d'eau

**m** : masse

**V** : volume

**Py** : acétate de pyridinium

**FOR** : formate de pyridinium

**EKL** : lignine Kraft d'Eucalyptus

**MWL** : lignine de bois broyé

**FTIR** : spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier

**FTIR-ATR** : spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier- Attenuated Total Réflectance

**MEB** : microscopie électronique à balayage

**DSC** : analyse calorimétrique différentielle

**WBM** : boue à base d'eau

**PAC** : cellulose Poly anionique, "Poly anionique cellulose"

**PHPA** : Polyacrylamide partiellement hydrolysé

**FS UMBB** : Faculté des sciences université M'hammed Bougera Boumerdès

**IAP-Sonatrach** : Institut de Pétrole Algérie Sonatrach

**CRD-Sonatrach** : Centre de recherche et développement Sonatrach

# **Introduction Générale**

## **Introduction Générale**

Le pétrole et le gaz jouent un rôle important dans notre civilisation depuis plus d'un siècle en raison de l'utilisation abondante de ces ressources naturelles dans divers secteurs (industrie chimique, énergie, etc.). Les fluides de forage sont largement utilisés dans l'exploitation en raison de leurs avantages dans le forage de puits de pétrole. Le rôle de la boue de forage est multiple. Elle transporte les éclats de roche à la surface, maintient la pression en fonction des formations rocheuses, lubrifie et refroidit les outils. Il existe deux principaux groupes de fluides de forage : les fluides de forage ont base d'huile et les fluides de forage a base d'eau. Cependant, ces liquides sont une menace pour l'environnement, et après chaque processus d'exploration, la grande quantité de déchets extraits du sous-sol se relève être des roches solides contenant une certaine quantité de liquides d'exploration, qui peuvent être éliminés. Les boues de forage à base d'eau ont été utilisées dans la plupart des processus de forage car elles sont bon marché et respectueuses de l'environnement.

La bentonite n'est pas le seul élément visqueux dans les fluides de forage à base d'eau. Les polymères sont souvent ajoutés aux fluides de forage afin qu'ils puissent remplir un certain nombre de fonctions qui leur confèrent les bonnes propriétés et permettent des opérations de forage en douceur. En effet, l'ajout de polymères aux fluides de forage produit des modifications importantes des propriétés rhéologiques et aident l'opération de forage.

L'utilisation des ressources fossiles dans la boue de forage a fait l'objet de nombreux débats concernant les préoccupations environnementale et les coûts élevés. Aujourd'hui, l'industrie s'oriente de plus en plus vers l'utilisation de nouvelles ressources naturelles renouvelables issues de la biomasse lignocellulosique.

Notre étude, s'intéresse à la valorisation d'un polymère biosourcé appelé « lignine » extrait à partir de déchet de palmier dattier algérien par le procédé Kraft. Son pouvoir émulsifiant et sa capacité tension active justifié sa valorisation comme fluidifiant dans les fluides de forages. A cet effet, un protocole expérimental est tracé afin d'abord, d'extraire et purifier la lignine, puis étudier ses caractéristiques physiques et chimiques avant d'expérimenter son pouvoir fluidifiant et tester son influence sur le comportement rhéologique en système de boue à base d'eau.

Afin de vérifier la qualité de la lignine extraite au laboratoire et son effet sur la boue de forage, une étude comparative avec la lignine commerciale est réalisée.

Notre mémoire est présenté en deux grandes parties, la première est une synthèse bibliographique, organisée autour d'un chapitre intitulé comme suit :

- Etude bibliographique sur les forages où nous exposons les fluides de forage, la biomasse et le palmier dattier.

La deuxième partie est consacrée à l'étude expérimentale et présentée en deux chapitres :

- Le premier chapitre expose les protocoles expérimentaux et les techniques d'analyses utilisées, puis les matières premières et les différents réactifs sont abordés.
- Le deuxième chapitre est dédié aux résultats et discussions sur l'identification des produits extraits dans chaque étape et l'étude de l'effet de la lignine sur le comportement rhéologique de la boue de forage à base d'eau.

Dans la fin de mémoire, nous mettons une conclusion qui résume les résultats obtenus, et présentations les verrous pour la valorisation efficace de la lignine.

**Chapitre I**  
**Biomasse Lignocellulosique**

**I- Bioraffinage :**

Le bioraffinage est le processus de transformation de la biomasse en produits bio basés (aliments, produits chimique et matériaux) et en bioénergie (biocarburants, électricité, et chaleur). Dans une démarche de durabilité, bioraffineries du futur devront valoriser au mieux la plante entière pour produire des molécules jusqu' à présent fabriquées à partir du pétrole, tout minimisant l'empreinte environnementale. Les bio raffinages des premières générations partent de la partie alimentaire de la biomasse (sucre, amidon ; huile végétale) tandis que celles de deuxième génération partent de la biomasse non alimentaire constituée principalement de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Comme dans la partie alimentaire de la biomasse, le glucose est aussi présent dans la biomasse lignocellulosique mais de manière moins accessible. [1]

**II- Biomasse lignocellulosique**

La biomasse est reconnue comme un sucre d'énergie propre et renouvelable possédant un potentiel important pour remplacer, sur le marché de l'énergie les combustibles fossiles conventionnel. A la différence des autres énergie renouvelables, la biomasse libère lors de son utilisation (par combustion) du dioxyde de carbone dans l'atmosphère. Cependant, cette combustion par photosynthèse, un équilibre et obtenu et le bilan théorique sur le dioxyde de carbone produit est donc neutre : l'utilisation de la biomasse comme source d'énergie rentre dans le cycle naturel du carbone (figure I.1), ce qui fait la biomasse une source d'énergie renouvelable [2].

La biomasse est en abondance et cette place comme troisième source d'Energie après le pétrole et le charbon.

**❖ Définition**

Le terme biomasse signifie au sens large la masse totale des organismes vivants présents dans un milieu naturel donné. Depuis le premier choc pétrolier en 1973, ce concept s'applique aux produits organiques végétaux et animaux utilisés des fins énergétiques agronomiques En somme , il s' agit de l'ensemble de la matière organique d'origine végétale, animale ainsi que ses produits issus de différentes transformation (les déchets organiques) différentes sources de la biomasse lignocellulosique la ressource de biomasse lignocellulosique peuvent aussi bien des résidus agricoles et forestiers ou des sous -produits de transformation du bois que de culture dédiée, qu' s'agisse de plants ligneuses ou de plantes herbacées.[3]



Figure I-1 : Les différentes sources de la biomasse lignocellulosique

## II-1-Composants structurelles de la biomasse lignocellulosique

La matière lignocellulosique est le constituant principal de la paroi cellulaire des plantes, elle est la source de carbone renouvelable la plus abondante de la planète. Elle est constituée de trois éléments qui sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [4]

A l'intérieur de la biomasse lignocellulosiques, ces trois macromolécules s'entremêlent et forment une structure tridimensionnelle complexe et très résistante, maintenue par des liaisons hydrogène et des liaisons covalentes, qui résiste aux attaques de phytopathogènes et confère de la rigidité.

Aux plantes La proportion et la nature de chacune des macromolécules sont fonction de l'origine botanique de la matière [5] (Tableau I-1).

Tableau I-1 : Composition de biomasse lignocellulosique [6]

	<b>Cellulose</b>	<b>Hémicellulose</b>	<b>Lignine</b>
Bois dur	40 – 55 %	24 – 40 %	18 – 25 %
Bois tendre	45 – 50 %	25 – 35 %	25 – 35 %
Pailles	30 – 43 %	22 – 35 %	15 – 23 %
Herbes	25 – 40 %	35 – 50 %	10 – 30 %

### II-1-1-Les Extractibles

Les extractibles sont des molécules de poids moléculaire moyen au faible qui peuvent être retirées des cellules végétales par extraction au solvant sans affecter la structure cellulaire du matériau ni ses propriétés

mécaniques. Dans l'extraction du bois, les matières extractibles représentent une faible proportion du matériau, généralement moins de 10%. Les substances extractibles peuvent inclure des centaines de molécules différentes qui peuvent être classées de différentes manières, par exemple en fonction de leur polarité ou du solvant dans lequel elles sont solubilisées, ou organisées en familles de produits chimiques, à titre d'exemple, les extraits du liège comprennent les n-alcanes, les n-alcools, les cires, les triterpènes, les acides gras, les glycérides, les stérols, les phénols et polyphénols. Ils sont généralement classés en deux groupes :

Les aliphatiques solubilisés dans des solvants de faible polarité (par exemple, l'hexane, le dichlorométhane, le chloroforme) et les composés phénoliques extraits par des solvants polaires (par exemple, l'éthanol et l'eau).[7]

### II-1-2-La Cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante sur la terre : cet homo-naturel est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux (et notamment des plantes et des arbres) avec une teneur variant de 15% à 99%.

La cellulose est un polysaccharide de la série des  $\beta$ -D- glucanes. Son motif répétitif est le cellulose (figure I-2) : il est constitué de deux  $\beta$ -D glucopyranoses (glucoses) dans leur conformation chaise C une liaison glycosidique  $\beta$ 1-4

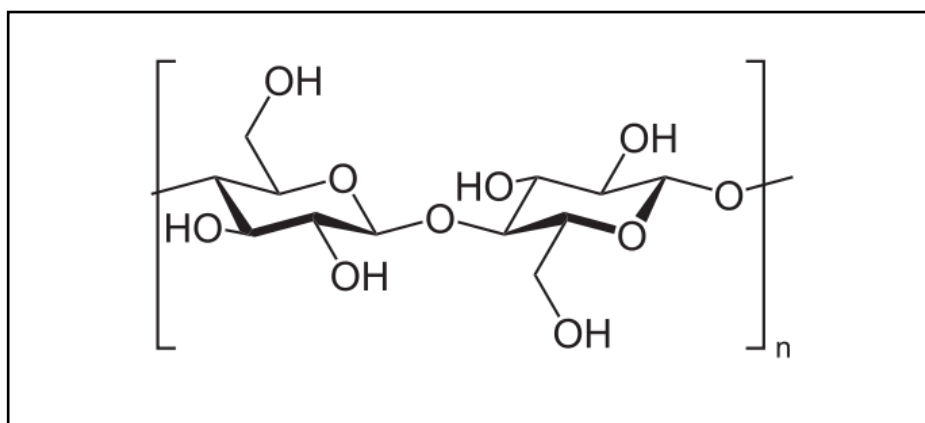


Figure I-2 : Représentation de la chaîne de cellulose

La cellulose est constituée à plus de 95% de glucose, mais certains sucres tels que le galactose, le mannose ou les xyloses peuvent être incorporés en petite quantité dans les chaînes. Le nombre de maillons de glucose (ou degré de polymérisation) varie suivant l'origine de la cellulose.

Les macromolécules de cellulose sont susceptibles de former de multiples liaisons hydrogène intramoléculaires, mais également intermoléculaires qui s'établissent d'une macromolécule à une autre, à partir des groupements hydroxyles, les chaînes de cellulose peuvent donc s'associer et ainsi constituer des microfibrilles de taille variable, dans lesquelles certaines régions sont hautement ordonnées (zones



crystallines) et d'autres moins (zones amorphes). La réunion de ces fibrilles constitue des fibres, forme sous laquelle se présente la cellulose.

### II-1-3-Les hémicelluloses

Les hémicelluloses représentent le 3<sup>ème</sup> composant principale juste après la cellulose et la lignine avec une proportion en poids d'à peu près 25% de la biomasse. Elle constitue une famille très diversifiée de molécules, qui ont en commun avec la cellulose la liaison glycosidique  $\beta$  (1.4). [8]

Les hémicelluloses sont des copolymères de différents types de C5 et C6 Qui existent également dans la paroi cellulaire de la plante. Les hémicelluloses sont des hétéropolysaccharides ramifiés peu polymérisés et constitués de différentes unités monosaccharidiques telles que le glucose, le mannose, le galactose, l'arabinose et le xylose (Figure I-3). Elles ont des ramifications courtes (~50-200) et amorphes, ce qui les rend partiellement solubles sans l'eau. Les hémicelluloses sont capables de se lier à la cellulose par de multiples liaisons par pont hydrogène et à la lignine par des liaisons covalents. Ces polymères ne sont pas cristallins et sont plus accessibles à l'hydrolyse que la cellulose. Les hémicelluloses présentent une structure en bâtonnets avec des ramifications et des chaînes latérales repliées dans la chaîne principale par liaison hydrogène. [9]

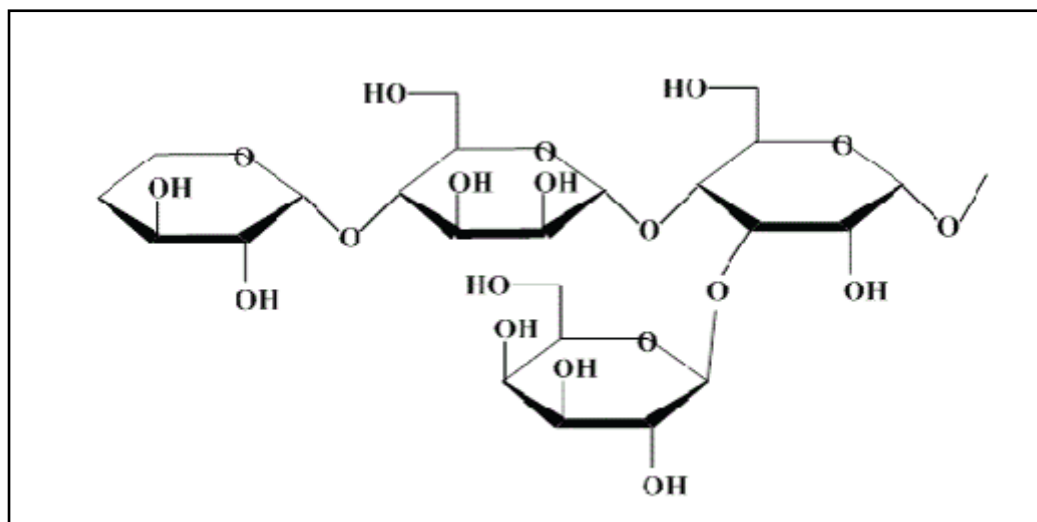


Figure I-3 : Structure chimique de l'hémicellulose.[10]

### II-1-4-La lignine

La lignine est la deuxième matière organique la plus abondante sur la terre après la cellulose. Elle rigidifie la paroi cellulaire et c'est grâce à elle que les records de taille du monde vivant sont atteints par des végétaux terrestres. La lignine est un polymère tridimensionnel amorphe de nature phénolique [11]. Elle résulte d'une polymérisation oxydative des trois alcools phénoliques de (figure I-4).

C'est une partie intégrale des matériaux lignocellulosiques avec une quantité relative variant approximativement de 10-30% bien que certains matériaux comme la fibre de coco, contiennent des quantités beaucoup plus élevées en lignine (45%).[12]

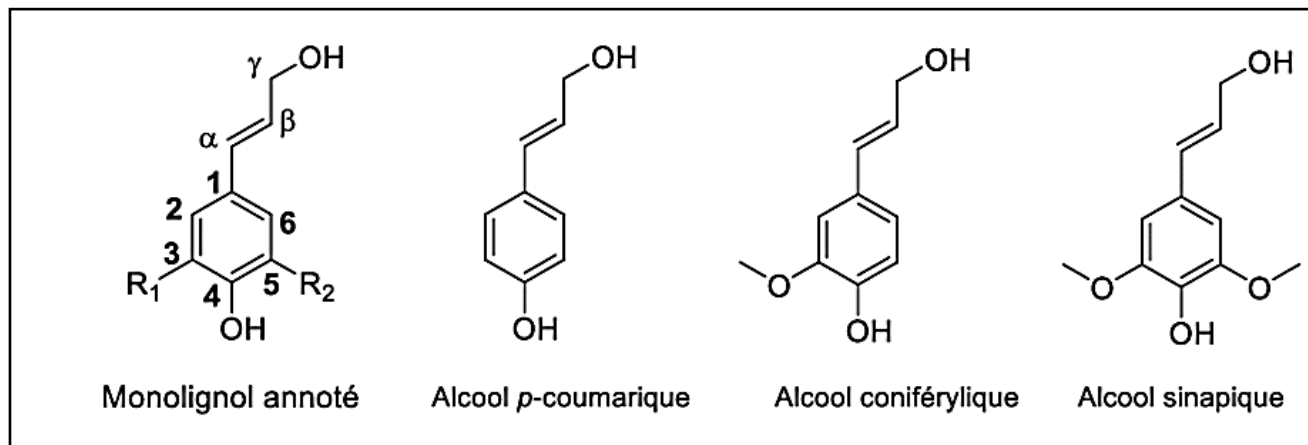


Figure I-4 : les trois principaux monolignols qui donnent naissance à la lignine et numérotation des carbones des monolignols

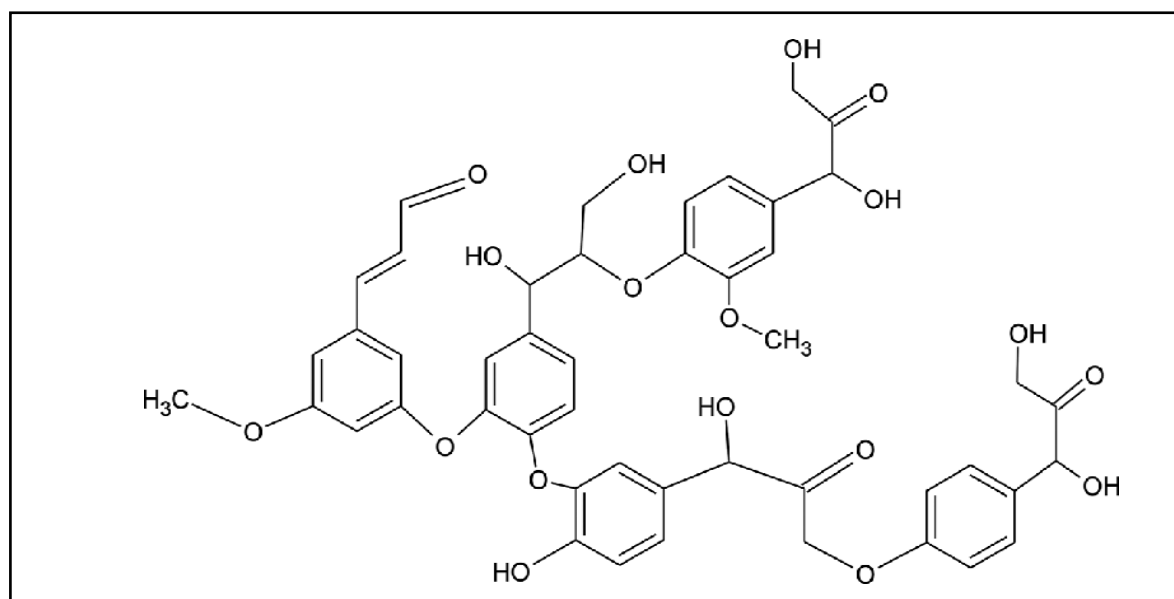


Figure I-5 : structure de la molécule de lignine

Les lignines contribuent à la rigidité des parois cellulaires, et ainsi au port érigé des végétaux supérieurs terrestres (Moro-Gaudry). Ainsi par leur propriétés les lignines ont permis, au cours d'évolution, le passage du port rampant (mousses) au port dressé (arbres) plus favorable à la capture de la lumière. De plus, leur implication dans la constitution du système vasculaire, vaisseaux et trachéides a contribué à la constitution d'un système de circulation de la sève brute (eau et sels minéraux). Leur hydrophobicité contribue

également à une meilleure conduction de la sève brut. La présence des lignines n'est pas toujours favorable. Elles sont extrêmement résistantes à la dégradation. En format des liaisons à la fois avec la cellulose (liaison hydrogène) et les hémicelluloses (liaisons directe ou indirecte via les esters féruliques portés par les hémicelluloses) elles créent une barrière hydrophobe à tous les solutions ou enzymes, et limitent ainsi la présentation des enzymes lignocellulosique au sien de la structure partielle.[13]

Les études de la structure des lignines restent difficiles car les relations entre ce polymère et les autres constituants de la paroi cellulaire sont mal connues. Elles ne peuvent être dissociées des autres constituants des paroi végétales qu'après des traitement physique ou chimiques énergiques qui altèrent en partie leur intégrité structure.

#### **II-1-4-1-Composition chimique de la lignine**

La lignine est une biomolécule, plus précisément une famille de macromolécules poly phénoliques, qui est un des principaux composants de bois avec la cellulose et les hémicelluloses. Ce biopolymère est présent principalement dans les plantes vasculaires et dans quelques algues coralligènes, ce qui suggère une convergence évolutive de la biosynthèse des lignines entre ces algues et les trachéophytes. Ses principales fonctions sont de conférer de la rigidité et de la résistance mécanique aux parois cellulaires, ainsi que d'apporter une imperméabilité à l'eau et une résistance à la décomposition. Bien qu'elle puisse être présent une quantité importante au sein de certaines plantes herbacées, la lignine est en moyenne beaucoup plus abondante chez les plantes ligneuses. Ainsi la teneur en lignine est de 14 à 34 % dans le bois dur des arbres angiospermes, et de 21 à 37 % dans le bois tendre des arbres gymnospermes. La lignine est principalement localisée dans les lamelles moyennes, c'est-à-dire entre les cellules, mais est également présente à l'intérieur même de celles-ci- réseau tridimensionnel hydrophobe complexe, les unités structurales de la lignine sont des unités phényle-propanes. Après la cellulose (constituant 35a 50% de la biomasse végétale terrestre) et l'hémicellulose (30a 45%), la lignine forme la troisième famille de composé par ordre d'abondance dans les plantes et dans les écosystèmes terrestres ou domaine la biomasse végétale mort ou vive. Son abondance explique qu'elle fasse l'objet de recherche en vue de valorisation autres que ses utilisations actuelles en bois d'œuvre et en combustible.[14]

#### **II-1-4-2-Structure de la lignine**

La différence entre ces trois unités est due au nombre de groupe méthoxyle substitués sur le cycle aromatique. En fait la position trois de cycle aromatique du groupement conifère est occupée par un groupe méthoxyle. Pour le groupement sinapyle, les position trois et cinq sont occupée par ces groupements, alors que le groupement P-coumaryle n'est pas substitué par un groupement méthoxyle. Différentes espèces végétales ont des rapports différents de ces trois unités phénylpropanoïdes. Par exemple chez gymnospermes, la plupart des unités dérivent de précurseurs de guaiacyl, alors que chez les angiospermes,

le rapport des unités des précurseurs de syringyl est équilibré. Un troisième monolignol P-coumaryl est moins présent au contraire il est observé dans deux autres unités de guaiacyl est syringyl chez les plantes herbacées. Diverses liaisons entre unités ont été identifiées dans les macromolécules de lignine.

Il contient principalement des liaisons éther (C-O-C) y compris la liaison ( $\beta$ -O-4) la plus importante dans la lignine. Ce pendant d'autres éthers et liaisons carbone-carbone peuvent être observés à des niveaux inférieures.

### III-Palmier dattier

Le palmier dattier (Phoenix dactylifère L, نخيل التمر) ou « date palm » en anglais est une espèce adaptée aux conditions environnementales très ensoleillées et sèches. Afin de distinguer la variété de palmier dattier, à haute valeur nutritive est indisponible.

L'identification précoce des cultivars reste difficile en dehors de l'utilisation d'autres marques morphologiques ou de types isoenzymes et de fragments d'ADN séparés par électrophorèse, car le premier fruit n'est attendu qu'après environ 5 à 8 ans. Les palmier dattier sont actuellement menacés par plusieurs maladies dont la fusariose appelée Bayoud, qui est endémique dans les pays du Maghreb (Afrique du nord). Étant donné la fécondité très limitée des rejets produits à la base de la plante, Phoenix dactylifera est actuellement multiplié par culture in vitro [15].

Ce monocotylédone n'est pas un arbre au sens botanique car il ne produit pas de vrai bois. Par conséquent, il est incorrect d'utiliser le terme arbre pour désigner les palmiers dattiers. Cependant, ce palmier forme souvent une des strates arborées environnantes.

#### III-1-Description du palmier dattier

Les palmier dattiers sont des plantes monocotylédones à croissance apicale dominante.

Les diamètres des troncs d'arbres sont généralement stables à partir de l'âge adulte dans les mêmes conditions. Il se compose de trois parties : un système racinaire, un organe végétatif constitué de tiges de feuilles, et un organe reproducteur constitué de fleurs mâles ou d'inflorescences femelles [16].

Le palmier dattier est un grand palmier, de 15 à 30 m de haut, avec une tige cylindrique (comme le tronc) et jusqu'à 50 cm d'épaisseur, soutenant la couronne des feuilles (palmier). Les feuilles sont à lobes pennés et mesurent de 4 à 7 mètres de long. Ces palmier dattier ont des pétioles et des tiges très épineuses. Les pennes sont très profilées, dures et pointues. Les épines sont très profilées, raides et épineuses. L'espèce est dioïque 2 : les fleurs mâles et femelles proviennent d'individus séparés, et les inflorescences mâles sont petites (12-30 cm). L'inflorescence femelles mesure 90 à 120 cm de long.

L'inflorescence mâle ou femelle, appelée spadice, est entourée d'une très grosse bractée membraneuse, la bractée. Les fleurs ont trois carpelles indépendants, dont un seul se développe en formation de dattes. En

raison du long stade végétatif des palmiers, ce n'est qu'après 6-8 ans que le sexe est connu. Les fruites sont appelés dattes et sont regroupés en grappes. Ce sont des baies avec une pulpe sucrée entourant un « noyau » osseux qui est en fait la graine. [17]

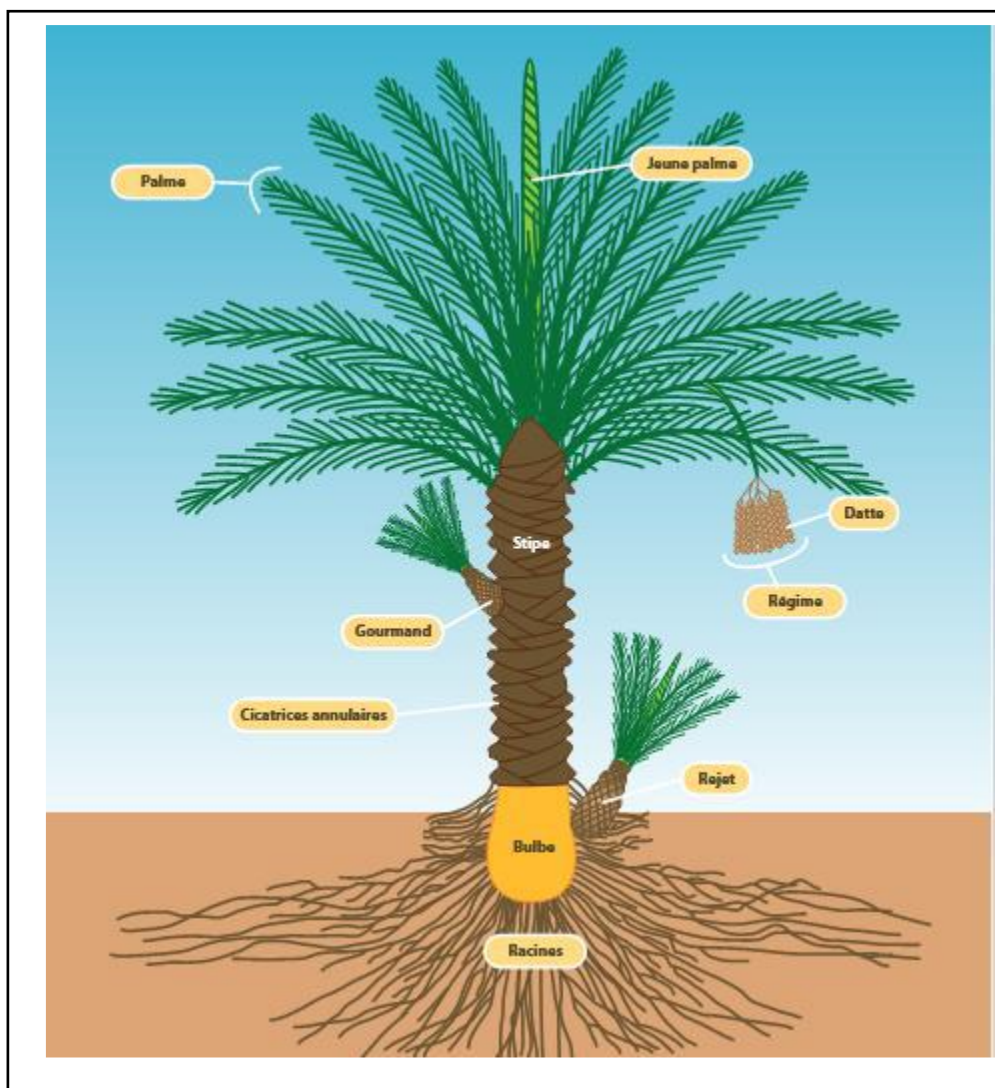


Figure I-6 : figure schématique des différentes d'un palmier dattier adulte [16]

### III-2- Constituants principaux de palmier dattier

Cette espèce n'est pas connue à l'état sauvage. Elle est généralement cultivée dans les oasis du désert du Sahara. Il existe plus de 2600 espèces de palmiers. Vous pourriez penser que c'est du bois, mais ce n'est pas le cas. C'est une plante monocotylédone qui ne contient pas d'arbres. Les palmiers ont des troncs, tout comme les arbres ont des troncs. En outre, il existe des palmier mâles et femelles, et ils sont appelés dioïques. Cette plante mesure généralement de 15 à 25 mètres et peut atteindre 30 mètres hauteur. Sa durée de vie peut dépasser 100 ans

### III-2-1-Palme

Le palmier, appelé « Djérid » en arabe, a des feuilles composées, pennées et spiralées. Les folioles sont régulièrement réparties en position obliques le long du fuseau, séparées ou groupées, et pliées folioles au-dessus des épines sont plus longues celles-ci situés sur le dessus de la palm. [18]

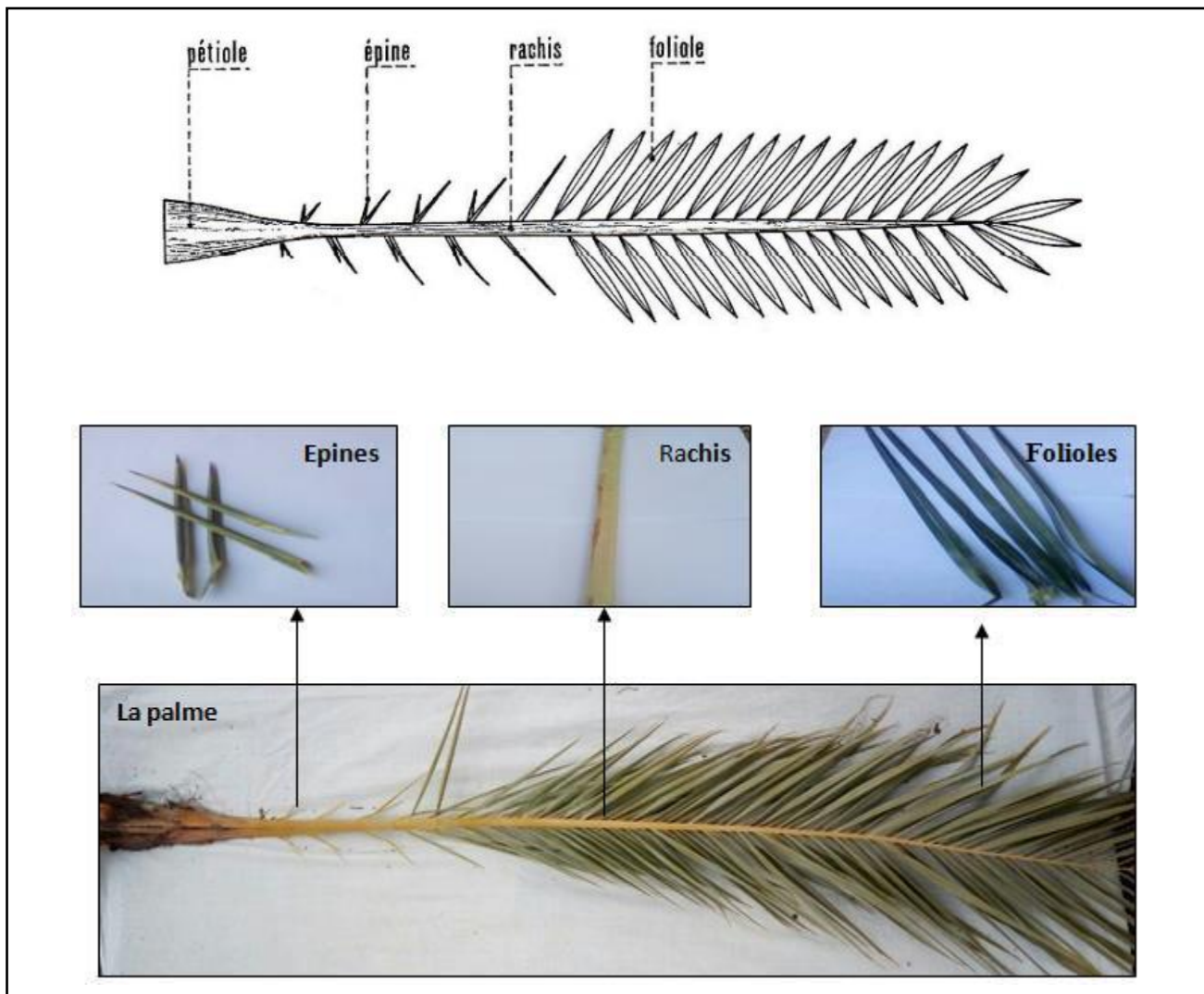


Figure I-7 : schéma d'une palme

### III-3-Palmier dattier dans le monde

La culture des palmier dattiers est plus courante dans les régions arides et semi-arides. [19]

**Amérique :** les palmiers dattiers sont cultivés aux Etats-Unis. (Californie et Texas). De plus petites nombres se trouvent également au Mexique, en Colombie au Brésil, en équateur et en argentine.

**En Europe :** les palmier dattiers sont cultivé dans le bassin méditerranéen et la partie sud de la péninsule ibérique, mais exception de là l'Espagne, où se trouvent les plus grandes populations de palmier dattiers d'Europe, l'espèce est principalement cultivée comme plante ornementale. Côte d'azur de la France, d'Italie, du Portugal et de la Grèce.



**Afrique :** les principales zones de culture sont le nord du Maroc, l'Algérie, la Tunisie, la Libye, l'Égypte, le nord et le centre de Mauritanie ; le Nord-Ouest du Rio Oro Les palmier dattier sont également cultivés dans une moindre mesure dans d'autres régions désertiques d'Afrique, notamment au Mali, au Cameroun, au Niger au Tchad, au Soudan, au Somalie, en Éthiopie, à Djibouti, en Tanzanie, à Madagascar et au Sénégal.

**Asie :** Les plus grandes populations de palmiers dattiers se trouvent en Irak, en Iran, en Arabie saoudite, au Yémen, et aux Émirats arabes unis. Les palmiers dattiers se trouvent également en petites quantités au Pakistan, au Liban, en Palestine et à Chypre.

**En Australie :** les principaux centres de production de dattes se localisent en Queensland et en Australie du nord. Il a aussi été importé en Nouvelle Calédonie

Les principaux producteurs des dattes sont : Égypte, Irak, Arabie saoudite, l'Émirats arabe unis, le Pakistan, Algérie, et le Soudan. En 2004 présent en 5,85 millions de tonnes de dattes.

**Al 'états unis :** d'Amérique le palmier dattier fut introduit au 18<sup>ème</sup> sa culture n'a débutée réellement que vers les années 1900 avec l'importation des variétés irakiennes.

Au Mexique : en Argentine et en Australie

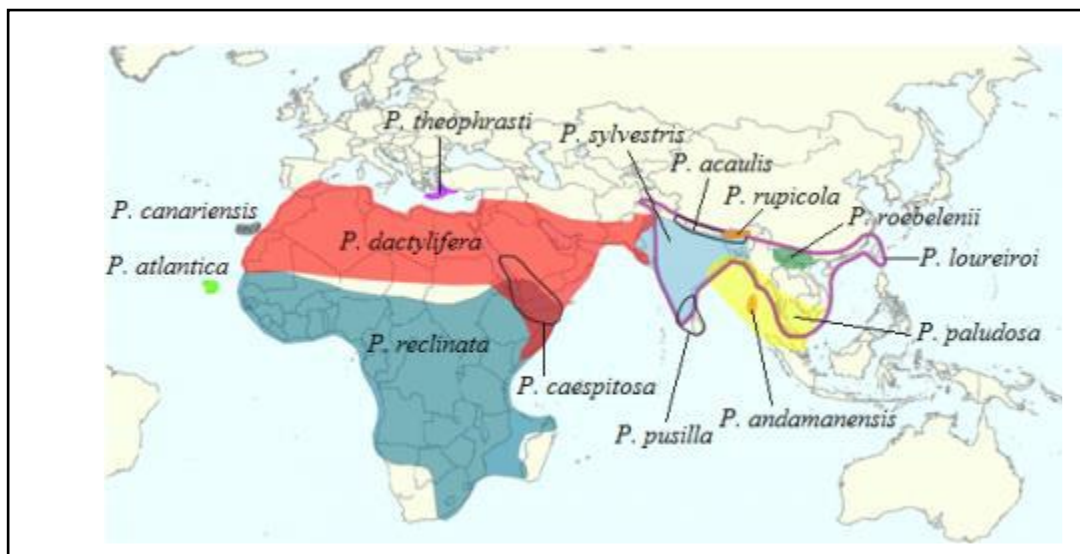


Figure I-8 : Présentation de la répartition de palmier dattier dans le monde[20]

### III-4-Palmier dattier en Algérie

La production est estimée à 492 217 tonnes dont 244 636 tonnes (50%) de demi-dattes.

Dattes molles (Deglet Nour), 164 453 tonnes (33%) de dattes sèches (types Degla Beida), et 83 128 tonnes soit (17%) de dattes molles (type goéland). Palmeraie algérienne il se compose de plus de 11 millions de palmiers réparties sur 09 Wilaya dans le désert du Sahara.

Biskra, El-Oued, Ouargla, Ghardaïa, Adrar, Béchar, Tamanrasset, Illizi, Tindouf.

Les palmiers dattiers sont également présents dans d'autres Wilaya de la zone de transition entre les prairies et le Sahara, considéré par rapport aux palmeraies du Sahara.

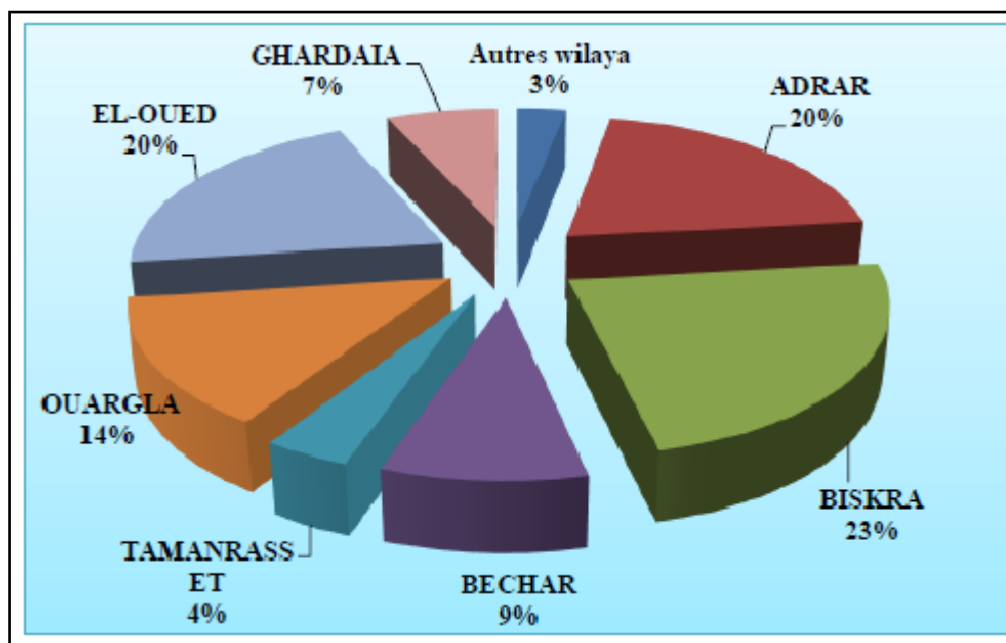


Figure I-9 : Répartition des palmiers dattiers de l'Algérie par Wilaya en 2014.[21]

Actuellement la production de la dattte a presque doublé passant de 600 096 tonnes en 2012 a environs 1 100 000 tonnes en 2017 dont 03% sont exporté. L'Algérie classé parmi les principaux pays producteurs de dattte (4eme rand mondiale avec 14% de la production mondiale) et le montant des exploitations en 2016 a été de 37 millions de dollars ce qui qualifie d'insignifiant par rapport au potentiel existant.[22]

### III-5-Distrubution géographique en Algérie

En générale, les palmeraies algériennes sont localisées au Nord-Est du Sahara au niveau des Oasis. Le palmier dattiers est cultivé au niveau de 12 Wilaya seulement pour une superficie de 120 830 Hectares, ce pendant 04 Wilaya représentés 83.60% de patrimoine-phoenicicoles notionnelle : Biskra 23%, Adrar 22%, El-Oued 21%, Ouargla 15% (Tableau I-2). Notons que sur un nombre de 13.50 millions des plants cultivés, 64.4% sont productive. C'est aussi dans ces régions que son produit les belles dattes, Deglet Nour autres variétés commerciales : Gars, ... etc. [23]



Tableau I-2 : nombre de palmiers dattiers en Algérie

<b>Wilaya</b>	<b>Total Palmier Dattier</b>
Adrar	2 904 150
Laghouat	27 700
Biskra	3 149 190
Bechar	770 030
Tamanrasset	167 760
Ouargla	2 310 069
Illizi	91 620
Tindouf	24 600
El-Oued	2 660 883
Khenchla	73 460
Naama	22 200
Ghardaïa	910 40
<b>Total</b>	<b>13 112 062</b>

### III-6-Diversité chez le palmier dattier

L'oasis de Djanet constitue la limite méridionale de la palmeraie Algérienne à l'extrême sud du Sahara. Les palmeraies peuvent se diviser selon les sources d'alimentation en eau en palmeraie d'oued, qui se trouvent en général dans la partie la plus septentrionale de Sahara comme elle de El-Kantara au Ziban, Negrine au souf et les palmiers du M Zab Boussaâda, L'Aghouat...

-Palmeraies irriguées par les systèmes de Foggaras dans les régions de Touat, Gourara et Tidikelt

- Les nouvelles plantations sont basées sur le pompage de l'eau des puits et des Forages.

Selon la situation géographique, l'ancienneté, la conduite, le relief on distingue : les palmiers traditionnels, les majorités des palmerais algériens sont de type traditionnel, caractérisés par une forte densité d'implantation. L'alignement et l'espacement entre les palmiers ne sont pas respectés.

Les palmeraies d'Erg (sont généralement représentées par les plantations en entonnoir dites localement « Ghouts » appelées « bard » au sud-ouest. Dans ce type de palmeraies d'Oued, elles représentent les limites septentrionales et méridionales. Au nord dans le contrefort de l'Atlas saharien et dans les régions montagneuses des piémonts sud des Aurès et plus dans le piémont sud des N'emmanchas, et au sud aux pieds des falaises du Tassili de hautes altitudes.

### III-7-L'aire de répartition

Les palmeraies sont distribuées sur une dizaine de grandes régions.

- L'Atlas saharien de l'Est à l'Ouest et ses contreforts qui présentent la bordure septentrionale de la culture du dattier.
- La Saoura rattachée par deux palmeraies isolées : Taghit et Tablbala
- Les palmeraies du centre comprenant celles du M'Zab, d'El-Goléa et de Laghouat.
- La cuvette d'Ouargla.
- La vallée d'Oued Righ estimée la région la plus concentrée en palmier dattiers.
- Les Zibans, reconnue mondialement par la production de Deglet Nour de qualité.
- L'Oued Souf caractérise par ses palmeraies en entonnoir (Ghout) qui forment des plages vertes en plein Erg pré-natal.
- Le Tassili, zone marginale qui représente la limite méridionale de la culture du dattier, Algérie.[24]

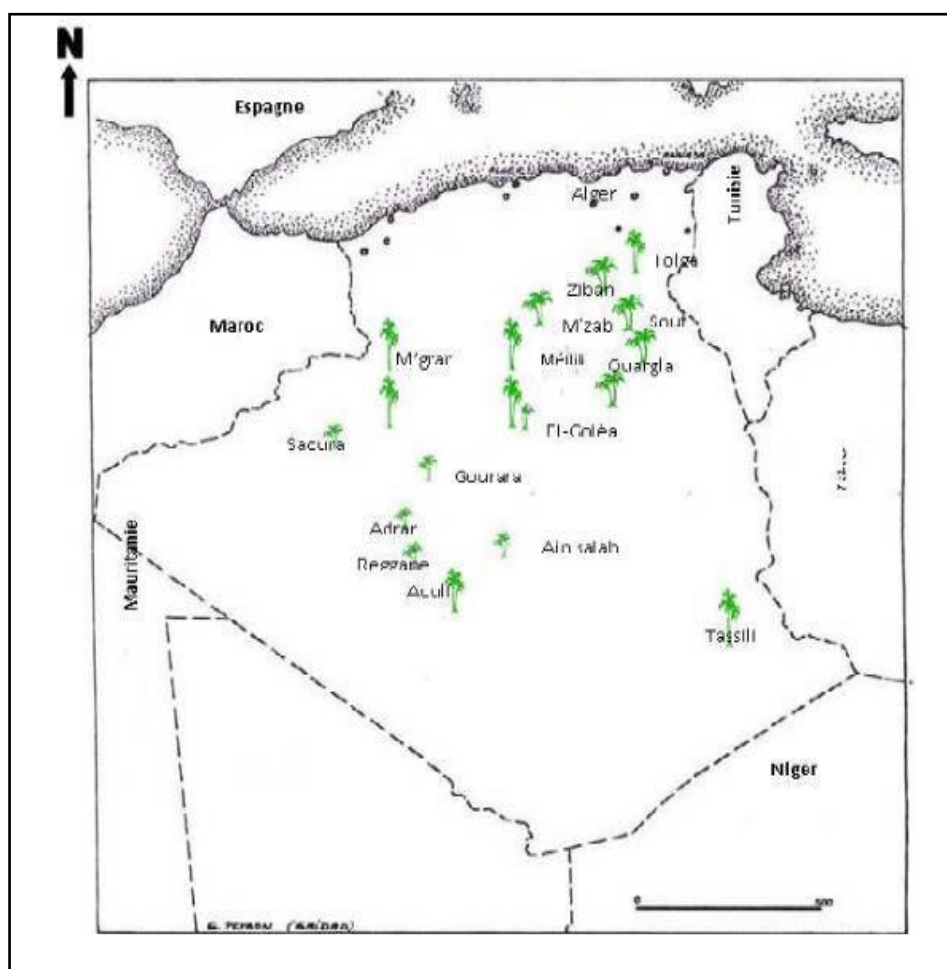


Figure I-10 : répartition de la culture du palmier dattier en Algérie.

### III-8-Domains d'utilisation des déchets de palmier dattier

La totalité des composants du palmier dattier a été employée pour la production d'une large gamme d'articles utilisés dans les différents aspects de la vie quotidienne. Les progrès technologiques modernes ont influencé cette exploitation en lui permettant d'être considéré comme une source de matières premières à finalité industrielle. [25]

### IV-Méthode d'extraction de la lignine (Délignification)

Il existe plusieurs techniques pour séparer et présenter les fibres sont : l'extraction mécanique, biologique et chimique et la Figure I.11 montre ces différentes techniques pour l'extraction des fibres.

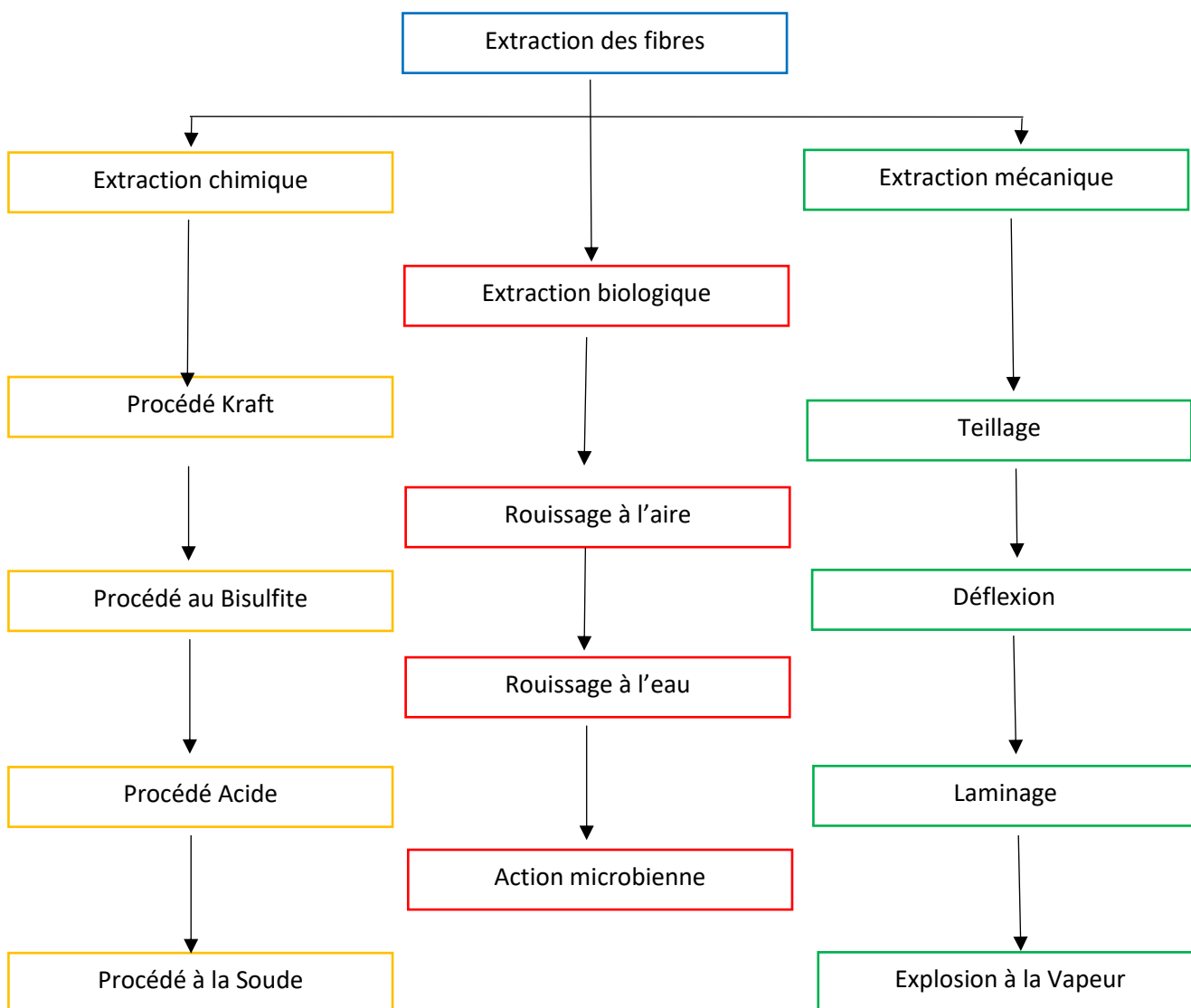


Figure I-11 : différentes techniques d'extraction des fibres végétales.[26]

### **IV-1-Extraction mécanique**

Cette technologie est basée sur la séparation des fibres par des méthodes mécaniques à l'aide des machines ou à la main. En générale, l'extraction mécanique présente deux problèmes principaux : premièrement il existe un risque élevé de dégradation des propriétés mécaniques en raison de contrainte mécanique agressive. Deuxièmes, les propriétés intrinsèques des fibres changent avec l'importe quelle méthode de séparation. [27]

#### **IV-1-1-Teillage**

Cette méthode consiste à séparer les fibres par action mécanique tel que broyage et le battage. Elle est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre. Elle est assurée par des machines automatisées qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines dentures. Par la suite les fibres passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche à 90° pour rendre le broyage plus efficace. L'opération est effectuée successivement côté pied et côté têtes. Les fibres courtes appelées aussi étoupe, moins résistantes, et les ans sont récupérées par aspiration et séparées. [28]

#### **IV-1-2-Déflexion**

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage de battage. Les machines appelées « raspadors » (grattoir en langue espagnol) rappent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entraîné par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier en été fixés. Les tiges en insérées en amont de la machine sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidée par le côté opposé la poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot. [28]

#### **IV-1-3-Laminage**

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasées sous presse ou par le minage ou encouru par combinaison des deux traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient suffisamment séparées. [29]

### **IV-2-Extraction biologique**

C'est une technique naturelle pour l'extraction des fibres, par utilisation d'agents microbiens ou en développant des micro-organismes capables de séparer les éléments non celluloseux de la partie fibreuse de la plante en éliminant les liaisons qui les unissent. Cette méthode est très efficace. Cependant, ils ne

peuvent pas éliminer la polymérisation de la pectine et sont généralement basées sur des conditions naturelles et des condition agressives. [8]

#### **IV-2-1-Le rouissage à l'air**

Le rouissage est un prosodie naturelle destiné à favoriser l'extraction des fibres. Il consiste à étaler les tiges (de lin par Exemple) dans un champ après sa récolte, afin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie favorisant développement de microorganisme capables de séparer les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante. Cette opération peut durer de 6 à 8 semaines en fonction de météo. Malgré l'efficacité de cette méthode, elle connaît plusieurs inconvénients qui résident dans sa dépendance entière des conditions météorologiques (excès d'humidité, vent très fort). Donc le rouissage à l'air est procédé efficace si la météo est bonne mais qui reste très lent, par conséquence c'est procédé aléatoire. [30]

#### **IV-2-2-Le Rouissage à l'eau**

Ce type de torréfaction repose sur le même principe de développement microbien que la torréfaction à l'air à la différence près que les tiges (comme le chanvre) sont trempées dans l'eau pendant plusieurs jours. Une botte de 5 à 7 kg est exposée aux anaérobies. Dès que les fibres sont déroulées sur tout la longueur, retirez la plante de l'eau et laissez – la sécher. Cette méthode produit des résultat moines aléatoire que la première méthode, mais elle présent un inconvénient majeur : la pollution de l'eau. En effet la torréfaction du lin et du chanvre est très répandue en Europe du Nord. Il est ensuite trempé dans une cuve d'eau chaud (37 C°) jusqu' à ce que les fibres soient délignifiées et ne soient délignifiées et ne soit plus collantes. Cette technologie est un déclin constant au profit de la torréfaction à terre [30].

#### **IV-2-3-Par Action microbienne**

C'est une technique naturelle pour l'extraction des fibres, par l'utilisation d'agents microbienne ou en développant des micro-organismes capables de séparer les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante éliminant les laissons qui les unissent. Cette méthode est très efficace. Cependant ils ne peuvent pas éliminer la polymérisation de la pectine et sont généralement basés sue des conditions naturelles et des condition agressives. [7]

#### **IV-3-Extraction chimique**

Dans littérateur scientifique plusieurs méthodes qui dépendent de la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques sont proposées. Les méthodes des extractions chimiques des fibres végétales permettent d'éviter les inconvénients d'extraction mécanique, et surtout d'économiser beaucoup de temps et d'Energie.

### **IV-3-1-Kraft**

Le procédé Kraft provient de deux brevets US érigé par Easton en 1870 et 1871 pour la délignification du bois par un mélange d'hydroxyde de sodium et de sulfure de sodium la première application industrielle pour ce procédé a été possible en 1870.

Le nome de ce procédé vient du fait que Kraft signifie allemand « fort ». Ce qui est en concordance avec les bonnes propriétés mécaniques obtenues pour la pâte Kraft [31]

Le procédé Kraft est le plus largement utilisé industriellement pour la cuisson du bois. Ce procédé utilise comme réactifs de cuisson (contenus dans la liqueur de cuisson, dit « liqueur blanche ») un mélange d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na<sub>2</sub>S). Ces réactifs en phase aqueuse ont pour but de dissoudre la lignine et une fraction des hémicelluloses du bois. Après cuisson la liqueur dit « noire » est enrichie en matière organique dissoute du bois et est fortement alcaline. Classiquement, la lignine Kraft est extraite de la liqueur noire par précipitation en milieu acide, en utilisant des acides minéraux comme l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique. Cependant, cette partie précipitée ne concerne qu'une faible fraction de la liqueur noire, la majeure partie étant évaporée puis brûlée en chaudière de régénération, afin de produire de l'Energie. [32]

Durant ce processus, trois phases sont identifiées : la phase initiale se produit jusqu' à 150C° C'est dans cette phase que 20% de lignine est solubilisée. La deuxième phase, appelée la phase en vrac, se produit de 150 C° à 170 C°. Dans cette phase la vitesse de délignification est régie par les réactions chimiques qui s'y produisent. C'est majoritairement dans cette phase que la lignine est solubilisée. Enfin, la phase résiduelle commence lorsque 90% de la lignine a été solubilisée.

C'est durant cette dernier phase que le procédé est estimé terminé généralement, des additifs sont ajoutés tels que l'antraquinone pour faciliter l'élimination de la lignine et surtout pour diminuer la dégradation de la cellulose et favorisé sa stabilisation. Pour mieux appréhender la délignification lors de ce processus, il fut compris les réactions produites sur la lignine.[32]

### **IV-3-2-Lignoulsfonates**

C'est la source commerciale principale des lignines dans l'industrie papetière. 1 060 millions de tonnes de lignoulsfonates sont produits et 975 millions sont brûlées par année. Les lignoulsfonates sont aussi appelées lignines soulfonates ou encore lignine sulfites. Divers en cours les agents réactifs utilisé (tableau I-3).

Tableau I-3 : différents procédés pour obtenir les lignosulfonates

Procédés	Agent réactifs	PH	Température (C°)
Sulfite acide	SO <sub>2</sub> /HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1-2	125-145
Bisulfite	HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	3-5	150-175
Sulfite neutre	HSO <sub>3</sub> <sup>-</sup> /SO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	6-7	150-175
Sulfite alcalin/anthraquinone	Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	9-13	50-175

Les lignosulfonates sont des lignines riches en groupements fonctionnels (hydroxyle, carbonyle, sulfonate) qui lui confèrent des propriétés colloïdales uniques.

Ces caractéristiques particulières ont permis la valorisation des lignosulfonates pour des applications industrielles en tant que détergent, agent tensioactif ou encours dans les résines échangeuses d'ions.

Par ailleurs, ces lignines sont employées comme sources de vanilline synthétique bi-sucrée avec près d'un million de tonnes produits par années ce sont les seuls dérivés de lignine commercialisés à large échelle.

Généralement les lignosulfates possèdent un taux important d'impuretés (sucres, cendre et matériaux inorganiques issus de la cuisson). Ces impuretés rendent difficile la valorisation de ces lignines en application à haute valeur ajoutée.

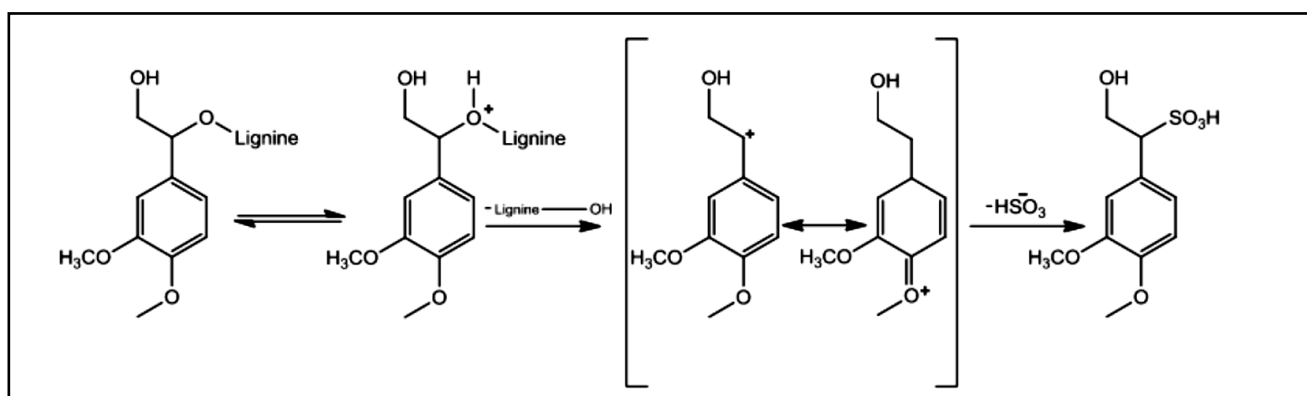


Figure I-12 : mécanisme de rupture de la liaison A-O-4 lors du procédé Bisulfite [33]

#### IV-3-3-Orgnosolv (Solvant Organique)

Les procédés de prétraitement organsolve utilisent des solvants organiques et ou des mélanges solvant organique et eau pour éliminer la lignine avant l'hydrolyse enzymatique

Fraction cellulosique En plus de l'élimination de la lignine, l'hydrolyse de l'hémicellulose se produit cela améliore la digestibilité de la cellulose. Solvant ces procédé comprennent généralement l'éthanol, le méthanol, l'acétone l'éthylène glycol, acide organique cependant la température fonctionnement peut atteindre 200C°. Des températures plus basses peuvent être suffisantes en particulier pour certaines espèces Utilisation de la biomasse et des catalyseurs [34]

Développés originellement dans les années 1980\_1990 comme un alternative respectueuse de l'environnement aux procédés kraft et sulfite, ces procédés ont connu récemment un regain d'intérêt suite aux développements des bioraffineries [35]

Les principes avantages sont l'absence de composés soufrés odoriférants l'augmentation du rendement comparé au procédé kraft, et la possibilité de s'appliquer à toutes les matières premières, les principaux désavantages sont la consommation d'Énergie et des systèmes de récupération du solvant compliqués

Ce procédé est prometteur mais limité par le cout et le besoin de recyclage du solvant. [36]

Lors du procédé, on réalise ce que l'on appelle une cuisson, qui n'est pas sans rappeler sa similarité avec la cuisine. En effet, les copeaux de bois sont mis dans un réacteur comme l'on mettrait des légumes dans l'eau pour les faire chauffer dans une cocotte-minute lors du procédé, on réalise ce que l'on appelle une cuisson, qui n'est pas sans rappeler sa similarité avec la cuisine. En effet les copeaux de bois sont mis dans un solvant, puis chauffés dans un réacteur comme l'on mettrait des légumes dans de l'eau pour les faire chauffer dans une cocotte-minute.

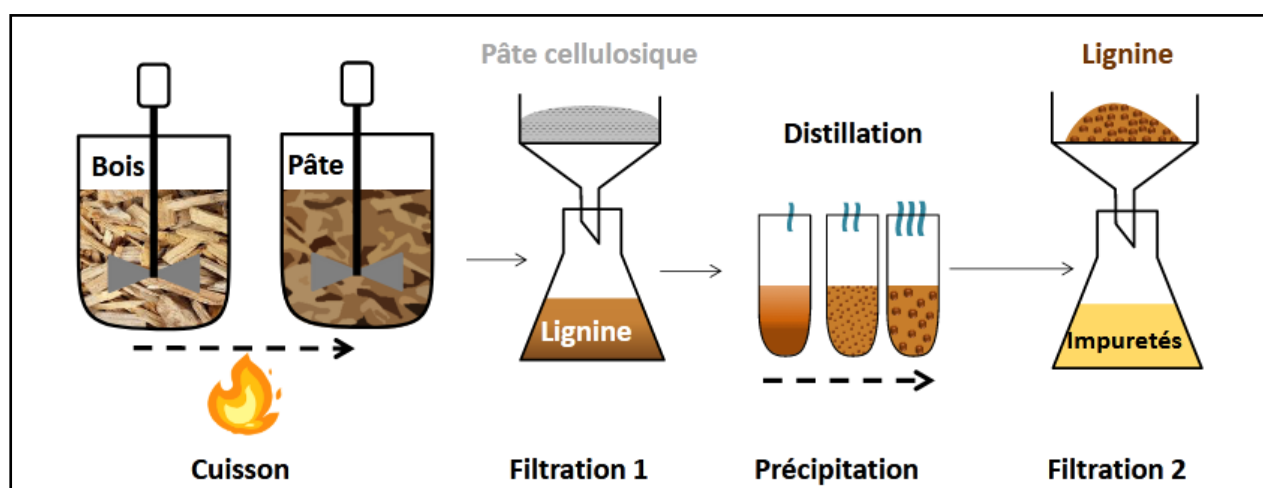


Figure I-13 : procédé organosolv

Le solvant utilisé est un mélange d'eau et d'éthanol. Ces solvants ont été choisis avec soin : l'eau pénètre dans le bois à son tour. L'éthanol a un rôle bien particulier qui est de solubiliser la lignine qui fait office de « colle » entre la cellulose et hémicellulose de ce fait en enlevant « la colle » relie l'hémicellulose et les fibres de cellulose ensemble on obtient une pâte ou plus précisément un mélange liquide-solide (Figure l'étape cuisson). La partie solide contenant la cellulose et hémicellulose s'appelle la pâte cellulosique tandis que la partie liquide est composée d'eau, éthanol, de lignine et de quelques impuretés (figure l'étape filtration 1). Si l'on réalise une distillation sur la fraction liquide l'éthanol s'évapore et il ne reste plus que la lignine l'eau et les impuretés. La lignine n'étant pas soluble dans l'eau, elle va précipiter (se solidifier)



durant l'évaporation de l'éthanol et une filtration permettra de la récupérer (figure I-13, étape précipitation et filtration2)

### **V-Valorisation et application de la lignine**

Après la cellulose et l'hémicellulose, la lignine est l'un des polymères les plus abondants qui compose la biomasse végétale. Cette abondance couplée aux préoccupations environnementales, a fait l'objet de nombreuses recherches pour développer de nouvelles méthodes de valorisations chimiques. Les principales lignines sont apparues, chacune avec degrés de maturité très différents. Bien que le développement de la caractérisation chimiques de ces lignines reste difficile à prédire d'un point de vue quantitatif, leur avenir s'annonce assurément prometteur [37]

L'utilisation chimique de la lignine reste très faible (<3%) par rapport à son utilisation comme combustible. La synthèse des résine phénoliques est la principale application actuelle. Pour des applications de substitution complète d'une ou plusieurs substances le prix approchant celui du phénol rend la lignine sur étagère attractive, et son utilisation ne nécessite pas d'investissements plus coûteux.

Le sulfonate de lignine est le type de lignine le plus populaire sur le marché mondial avec une capacité de production de 1,3 millions de tonnes. Loin derrière, la lignine Kraft, avec désormais une capacité de production d'environ 123 000 tonnes par année, et la deuxième source, dominée par les grandes papeteries scandinaves (Stora Enso, Upm) et nord-américains. La demande est croissante et de nouveaux entrants arrivants sur le marché, ce qui rend difficile la prévision de son évolution.

Le procédé organosolv (utilisant différents mélanges de solvants pour l'extraction de la lignine) est encore timide et peine à s'industrialiser. Bien qu'elles fassent l'objet de recherches depuis de nombreuses années, ce type de lignine n'est actuellement qu'à l'échelle pilote et est freiné par les investissements importants nécessaires l'industrialisation. Il y a des capacités grâce à sa lignine de haute qualité, les projets sont plein essor, mais il faudra plusieurs années pour atteindre une production industrielle établie. [38]

Un résumé des applications potentielles de la lignine est présenté dans le tableau suivant :

Tableau I-4 : un résumé des application présentes et potentielles de la lignine

Catégories		Exemples
Court terme/faible valeur ajoutée	Bio énergie, gaz de synthés	Chaleur, électricité
Moyen terme/moyenne à haute valeur ajoutée	Macromolécules	Fibre de carbone Modificateurs de polymère Résines/colles/Liants
Long terme ou haute valeur ajoutée	Monomères et oligomères aromatiques	Benzène, toluène, xylène, Vanilline Molécules de lignine monomères Molécules plateformes (phénoliques, styrène)

Plusieurs applications à la fois établies et à relativement basse valeur ajoutée existent pour la lignine :

- Combustible, fouissant plus d'énergie par unité de masse que la cellulose, électricité, gaz de synthèse.
- Additif pour le ciment, en particulier comme retardateur de pris.
- Additif d'asphalte, en particulier en raison de ces caractéristiques antioxydantes
- Liant dans l'alimentation animale pour plastifier et assurer la cohésion des applets et additif
- Pour les pellets de biomasse servant de combustible.
- La production de vanilline est une application établie à haute valeur ajoutée.
- L'application comme liant macromoléculaire pour bois et panneaux à base de bois et déjà actuelle et à moyenne valeur ajoutée (panneaux de fibres à moyenne densité (MDF) et contreplaqué)
- Les applications à moyen terme et moyenne à haute valeur ajoutée incluent la Synthèse de macromolécule
- Composites à base de lignine et composant de matériaux polymère tel que film d'amidon, polymères conducteurs, polyesters et polyuréthannes.
- Molécule plateforme pour la production de fibres de carbone et conditionneur de sol.[1]

## VI- Le Forage

On appelle forage l'ensemble des opérations permettant le creusement de trous généralement verticaux. L'utilisation principale des forages et la reconnaissance et l'exploitation des gisements de pétrole ou de gaz naturel. Les autres utilisation , qui sont nombreuses, comprennent notamment : les forages gélosiques ou géophysiques pour la reconnaissance des gisements de minerais, les forages destinés à la recherche des nappes d'eau profondes, au drainage du gaz ou de l'eau dans l'exploitation minières, les forages permettent

l'injection de gaz dans formations pores usées et perméables, pour réaliser des stockages souterrains, et ceux réalisés dans dômes de sel, agrandis ensuite par injection d'eau douce et permettant le stockage de gaz liquéfiés comme le propane.

Le forage pétrolier permet d'atteindre les roches poreuses et perméables du sous-sol, susceptibles de contenir des hydrocarbures liquides ou gazeux. Son implantation est décidée à la suite des études géologiques et géophysiques effectuées sur un bassin sédimentaire. Ces études permettent de se faire une idée de la constitution du sous-sol et des possibilités de gisements, mais elles ne peuvent déceler avec certitude la présence d'hydrocarbures. Seuls les forages pourront confirmer les hypothèses faites et mettre en évidence la nature des fluides contenus dans les roches.[39]

Le premier forage pétrolier a été effectué le 27 août 1859 par l'Américain E.L Drake à Titusville. La technique du forage, inventée par Lucas au début du 20ème siècle pour les opérations de forage au Texas, a connu une grande évolution afin de résoudre les nombreux problèmes rencontrés lors du forage. Des apports considérables ont été apportés lors des forages spéciaux (forages hautes pression et hautes températures, forage horizontal et multigrains, forage à la mousse et à l'air, etc. ...). Le développement de forage optimisé a évolué depuis la fin des années 1930. Ainsi de 1930 à 1947 les recherches ont été concentrées sur la composition et les propriétés des fluides de forage. Une moindre attention a été apportée à la vitesse d'avancement. L'objectif était de forer le puits, de procéder à sa complétion (processus qui consiste à amener un puits en phase productive après qu'il a été foré) et de le mettre en production.

La complétion implique un certain nombre d'opérations, y compris l'insertion du tubage et l'enlèvement de l'eau et des sédiments de la conduite afin que le fluide de forage ne rencontre pas d'obstacle. De 1947 à 1957 la recherche s'est plus focalisée sur les tests des produits de base utilisés dans les fluides de forage, en essayant de lier les propriétés des fluides aux problèmes stabilité des puits et à l'efficacité du nettoyage du trou. Le succès d'une opération de forage est assuré par plusieurs facteurs, les quels celui du choix des fluides de forage. Ces fluides dits complexes du fait de leur nature même et appelés plus classiquement boues de forage, sont le plus souvent des émulsion/ suspension de divers constituants dont les fonctions multiples.

### **VI-1-Les Fluides De Forage**

Fluide de forage est un système composé de différents constituants liquide (huile, eau) et/ou gazeux (air ou gaz naturel) contenant en suspension d'autres additifs minéraux et organiques (argiles, polymères, tensioactifs, déblais, ciments...)

Le fluide de forage était déjà présenté en 1933 lors du premier congrès Mondial du Pétrole, ou il a fait l'objet de cinq communications. Le premier traité sur les fluides de forage a été publié en 1936 par Evan et Red.

En 1979, l'institut American du pétrole (IAP) définit le fluide de forage comme un fluide circulation continue durant toute la durée du forage, aussi bien dans le sondage qu'en surface.

Le fluide est préparé dans des bacs à boues, il est injecté à l'intérieur des tiges jusqu' à l'outil d'où il remonte dans l'annulaire, chargé des déblais formés au front de taille.[40]

Les fluides de forage sont des liquides qui sont pompés à trou de forage lors de forage. Il existe deux types de base de fluide de forage : Les fluide de forage à base d'eau et de pétrole.

Un fluide de forage est généralement un mélange eau-bentonite, qui est transformé en suspension à l'aide de mélange spéciaux à grande vitesse. Pour contrôler les propriétés rhéologiques de manière ciblée, des auxiliaires, généralement des polymères sont également ajoutés à suspension. Pour augmenter la densité, la bentonite peut être remplacée par un espar lourd (sulfate de baryum).[41]

## **VI-2-Fonction des fluides de forage**

Généralement les principaux rôles de fluide de forage sont :

Les boues de forage servent essentiellement à stabiliser un trou de forage, à nettoyer le fond du trou de forage et à évacuer le matériau de sol foré (déblais).

De plus elles dissipent la chaleur de friction considérable générée sur le foret et refroidissent lubrifient ainsi l'outil de forage rotatives et amortissent leurs vibrations.

En raison de leur composition chimique, les fluides de forage réduiraient la corrosion de la tige de forage et de l'outil de forage, causée par l'eau de formation saline.

Le rinçage joue un rôle important dans la détermination des apports (pétrole, gaz et eau de la formation rocheuse forée et dans la maîtrise des pressions de formation.

La densité de fluide de forage est conçue pour la profondeur de forage et les pressions de formation attendues. Si la pression hydrostatique de la colonne de forage (pression de boue). Qui dépend de la densité du fluide de forage. Est inférieure à la pression de formation de la roche forée en profondeur, de gaz ou de liquide peut pénétrer dans le trou de forage et des éruptions de fluide de forage et de gaz, de pétrole ou d'eau (éruption) Vient. Si la pression de la boue est trop élevée.

Pendant la roche environnante peut être déchirée et la boue enfoncée dans la roche.

Ces pertes de boue doivent également être évitées car elles peuvent conduire à des instabilités de fond de puits.

Les dommages à la formation peuvent être évités en ajoutant des fluides de forage en construisant un gâteau de filtration ou empêcher l'absorption du filtrat par la formation

Le fluide de forage est aspiré hors des révision de rinçage par les pompes de rinçage. Puis transporté travers la tige de forage à haute pression. Si un moteur de forage souterrain est installé dans la flèche. Il est en partie entraine par le rinçage. Au niveau du forez, le rinçage fluide de forage rincé à travers et divers systèmes (tamis à secousses et décanteur) traité et réintroduits dans les cuves de rinçage.

### VI-3-Classification des fluides de forage

Il n'existe pas de norme spécifique pour classer les fluides de forage, la classification la plus couramment utilisée, qui baser sur la phase dispersée base comme suit :

- **Fluide de forage à base d'eau :** Les fluides de forage à base d'eau sont des fluides dont la phase continue est l'eau notamment chargé en électrolytes et autres additifs dont des polymères. Ces fluides constituant le type de baou le plus utilisé dans le domaine du Forage.[42]
- **Fluides du Forage au Gaz :** Ce sont des fluides dont la Phase de continue et du gaz mélangé avec d'eau en proportions variables prouvant de la formation travées (inévitablement) ou ajoutés intentionnellement. Le gaz peut être de l'air, du gaz naturel de la mousse ou du brouillard [43].
- **Fluides du forage a base huile (OBM) :** la boue à l'huile (neuve) n'acquière sa caractéristique obtenue qu'après un certaine nombre de surculation dans l'appuis. Il est important de noter que l'apparition d'eau ou d'émulsion dans le filtra de la boue neuve est généralement due au fait la formation de savon classique avec la chaux est fonction de la température de cisaillement, et donc qu'elle est parfois incomplète. Le phénomène disparaît donc rapidement dans le puits. [44]

### VI-4-Propriétés des fluides de forage

Ainsi que la formulation, la gestion et la caractérisation des fluides de forage

Exécuté selon les nomes exacts par l'IAP

L'étude des propriétés des fluides de forage repose généralement sur quatre paramètres :

- Densité, Viscosité, Filtrat, Réactivité.
- Mesures spécifiques à chaque puits (Viscosité, Densité, Filtration) et autres selon les besoins (teneur en gaz, alcalinité.) à partir des résultats de mesure est effectuée et les connaissances acquises sont utilisées pour ajouter la composition des boues d'épuration en fonctions.

En temps réel en ajoutant des produits spécifiques en reformulant de la boue.

Face aux problèmes majeurs historiquement rencontrés lors des premiers forages

La densité est le premier paramètre de base qui caractérise les fluides de forage.[40]

### **VI-5-Classification de fluides selon leur comportement rhéologique**

Il existe deux grandes catégories de liquides : les liquides newtoniens et les liquides non newtoniens. Pour les fluides newtoniens. La courbe de viscosité est un droit. Cela signifie que la viscosité est insensible aux variations du gradient de vitesse.

De nombreux autres liquides ne présentent pas ce comportement simple lorsqu'ils s'écoulent et leurs viscosités dites « apparentes » dépendent du gradient de vitesse. Ils sont dits « non newtoniens » et ce comportement est les liés aux propriétés physico-chimiques du liquide étudié, à la taille des particules et la concentration des particules dans la phase continue.[45]

#### **Préparation des fluides**

Plusieurs formulations de fluide de forage à base d'eau ont été préparées par l'utilisation des additifs suivants : le xanthane, la cellulose poly anionique (PAC), le polyacrylamide partiellement hydrolysé (PHPA), les polyalkylèneglycols (PAG) et le silicate de sodium.[46]

### **VI-6-L'utilisation des polymères dans les fluides de forage**

L'utilisation de polymères dans les fluides de forage a commencé. En 1937, de la fécule de maïs a été ajoutée aux boues de bentonite (base de bentonite).

Contrôle les propriétés du filtre. Depuis. Les polymères ont évolué et leurs compositions ont souvent été adaptées à des situations spécifiques.

Perçage spécial, les polymères utilisés pour formuler les fluides de forage sont l'eau et soluble dans l'eau et provient de diverses, y compris des polymères et des semi polymères naturels.

Synthétique et synthétique. En outre l'accent a également été mis sur les avantages d'environnement. Dans le domaine des fluides de forage les polymères peuvent être classé selon leur fonction.

(Épaississants, réducteurs de filtrat, inhibiteurs d'argile ...).[40]

#### **VI-6-1- Bentonite**

La bentonite est une argile plastique très molle à base de montmorillonite, un silicate d'aluminium hydraté appartenant à la famille des smectites et composé de fines particules. La plupart des bentonites sont produites par l'érosion hydrique des cendres volcaniques et des roches. Lorsque la bentonite entre en contact avec l'eau, son volume augmente et elle se transforme en une substance visqueuse semblable a un gel. Ce minérale argileux forme facilement des suspensions colloïdales stables lorsqu'il est dispersé dans un milieu aqueux.la bentonite possède des propriétés uniques telles que le gonflement, l'absorption d'eau, la viscosité et la thixotropie (diminution de la viscosité sous l'influence des contraintes mécanique). La bentonite est souvent utilisée pour forer la boue et les fluides n'nécessaires pour creuser des puits et des

tunnels. Lubrifie et refroidit les outils de coupe, facilite l'évacuation des copeaux et prévient les risques d'explosion. De plus la bentonite favorise la formation d'un film imperméable (gâteaux de filtration) sur les parois de la cavité, limitant la pénétration des fluides de forage dans le sol.[50]

### **VI-6-2- Xanthane**

Les biopolymères xanthane et cellulose poly anionique de poids moléculaire très élevé (PAC R) ont été choisis comme agents viscosifiants en raison de leur efficacité dans les fluides de forage à base d'eau et de leur stabilité à des températures élevées (jusqu'à 149°C).[51]

La gomme xanthane est une classe de polymères polysaccharidiques de haut poids moléculaire produits par fermentation d'hydrate de carbone par des cultures de *Xanthomonas*. Soluble dans l'eau chaude ou froide, mais soluble dans les solvants organiques non toxiques et comestibles. Il est très visqueux et très stable contre les acides, les alcalis, les sels et la chaleur et est largement utilisé comme épaississant et stabilisant dans la production d'huile dans la production d'aliments, de produits pharmaceutiques et par VWR pro labo (Rhodigel) et a un poids moléculaire de 2.106 g/mol.

## **IIV-Rhéologie**

### **❖ Définition**

La rhéologie est la science de la déformation et de l'écoulement de la matière, lorsqu'elle est appliquée aux fluides de forage, la rhéologie traite de la relation entre le débit et la pression d'écoulement et leurs effets combinés sur les caractéristiques d'écoulement de fluide (47).

### **IIV-1-Pertinence pour le forage**

Définition la propriété de rhéologie présente plusieurs avantages de forage, qui sont les suivants :

- Élimination des boudes de l'anneau.
- Pertes de charge dans le système de circulation.
- Érosion du trou due au frottement du fluide.
- Densité de circulation.
- Surtensions/Pressions d'écoulement pendant les opérations de déclenchement
- Suspension des déblais et des matériaux de pondération.
- Pressions requises pour amorcer la circulation [48]

**IIV-2-Rhéologie : Importance de la rhéologie pour la résolution des problèmes de forage**

Une littérature assez développée existe au sujet du comportement rhéologique des fluides de forage.

Les fluides de forage sont souvent des suspensions colloïdales qui ont un comportement, complexe et variable suivant leur composition et les conditions d'utilisation Ce sont le plus souvent des fluides non-newtoniens, visqueux ou viscoélastiques, éventuellement thixotropes De nombreux modèles rhéologiques ont été proposés et traités dans l'industrie pétrolière, par plusieurs auteurs. [40]

**VII- Gels**

Une boue de forage laissé au repos édifie progressivement une structure qui augmente sa rigidité et qui peut être réduite par agitation. On appelle thixotropie le fait que ce phénomène soit réversible et non instantané.

Le caractère thixotropique d'une boue est évalué en mesurant d'une part le gel 0 et d'autre part le couple après un repos de la boue de 10 min, ce qui est appelé le gel 10.

Le gel 0 varie pratiquement comme la viscosité plastique et le gel 10 comme la contrainte seuil avec cependant, pour ce dernier, une sensibilité particulière au traitement chimique.

- Le gel 0. Il représente la résistance du gel aussitôt après agitation de la boue. Il est mesuré à l'aide du viscosimètre du type FANN35 à une vitesse de 3 tr/min. il est exprimé en lb/100ft<sup>2</sup>.
- Le gel 10. Il représente la résistance du gel après un repos de la boue de 10 minutes, la mesure est faite de la même manière que pour le gel 0. Il est exprimé en lb/100ft<sup>2</sup>



**Chapitre II**  
**Méthodes Expérimentales**  
**Et Matériaux**

*Ce chapitre est consacré aux différentes méthodes expérimentales et matériaux utilisés au cours de cette étude. Dans la première partie, nous présentons les techniques et les protocoles d'analyses avec quelques rappels théoriques sur les informations qu'elles peuvent fournir pour la caractérisation des échantillons. La deuxième partie est consacrée aux matériaux et les produits chimiques utilisés dans les protocoles d'extraction et de valorisation de la lignine du bois de palmier dattier.*

## I-Méthodes expérimentales

### I-1-Masse volumique

La masse volumique est une grandeur physique qui caractérise la masse d'une substance par unité de volume. Cette grandeur est notée par les lettres grecques  $\rho$  (rho) ou  $\mu$  (mu) en fonction des situations rencontrées. La masse volumique des poudres de bois de la lignine est calculée par la formule (Eq 1) :

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (\text{Eq 1})$$

m : Masse de la lignine

v : Volume de la lignine



Figure II-1 : Mesure de la densité

### I-2-Densité

La densité est une grandeur physique qui caractérise la masse volumique d'une substance sur la masse volumique d'eau. La densité des solides sont déterminées à l'aide d'une éprouvette et un solvant (benzène). Elle est calculée par la formule (Eq 2) :

$$\rho = \frac{\frac{m}{v}}{\rho_{\text{eau}}} \quad (\text{Eq 2})$$

Pour les solutions, nous avons utilisé un densimètre du laboratoire (Figure II.2)

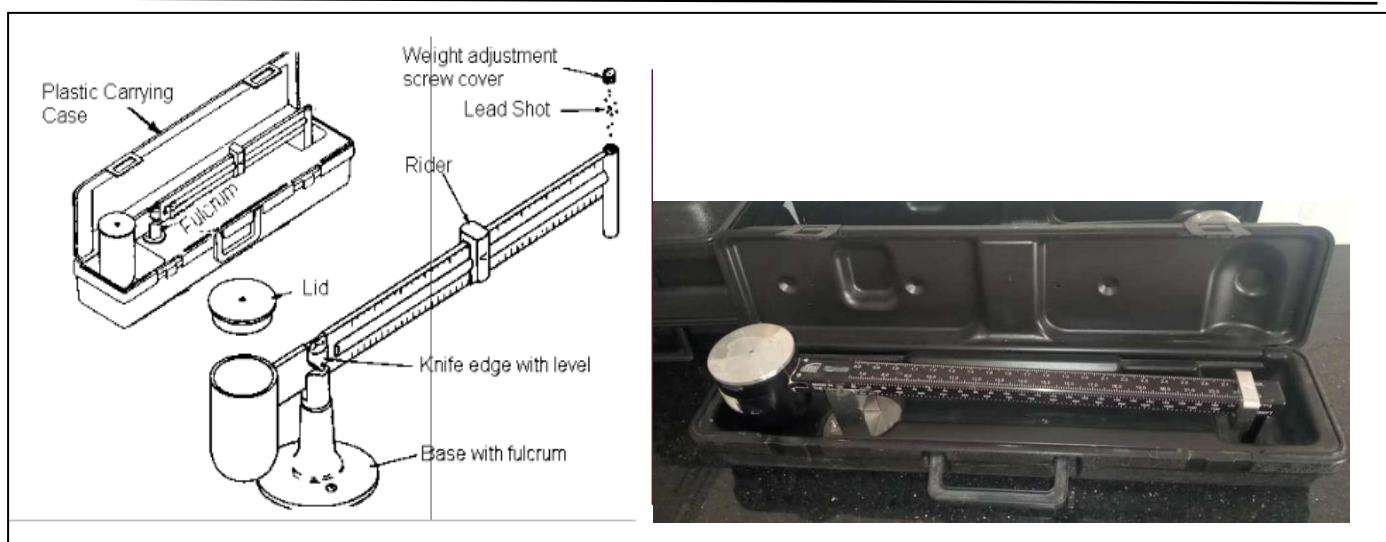


Figure II-2 : Densimètre Fann

**I-3-Le Potentiel d’hydrogène (PH Mètre)**

Le pH est une des variables utilisées pour caractériser les propriétés des milieux. Le pH est utilisé dans de nombreux domaines comme variable opératoire, caractérisation du produit fini ou encore à des fins de contrôle de qualité. De nombreuses études se sont attachées à corréliser sa valeur à des lois cinétiques de réactions, des qualités organoleptiques de produits ou encore des activités enzymatiques.

Les valeurs de pH sont déterminées à l’aide d’un pH mètre de type OHAUS (figure II.4).



Figure II-3 : Papier pH



Figure II-4 : pH Mètre

#### I-4-Composition chimique par FTIR

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Lorsque la longueur d'onde apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Le domaine infrarouge entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  et  $400\text{ cm}^{-1}$  ( $2.5 - 25\text{ }\mu\text{m}$ ) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Afin de confirmer les compositions chimiques des produits extraits dans chaque étape d'extraction, nous avons utilisé un appareil de type IRTracer-100 (Figure II-5 (b))

Pour les échantillons liquides, nous avons utilisé l'appareil de Réflectance Totale Atténuée ATR (Figure II-5 (c))

Lors de l'analyse ATR, l'échantillon est maintenu en contact avec un cristal prévu pour permettre une réflexion interne totale. Un rayon infrarouge arrive sur le cristal où est déposé le matériau à étudier (figure II-5 (c)). La réflexion interne du rayon dans le cristal crée une onde évanescente qui, à chaque réflexion, continue au-delà de la surface du cristal et pénètre l'échantillon sur environ  $1\text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur. La profondeur de pénétration est fonction de la longueur d'onde, de l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la normale à l'intérieur du cristal et du matériau du cristal.

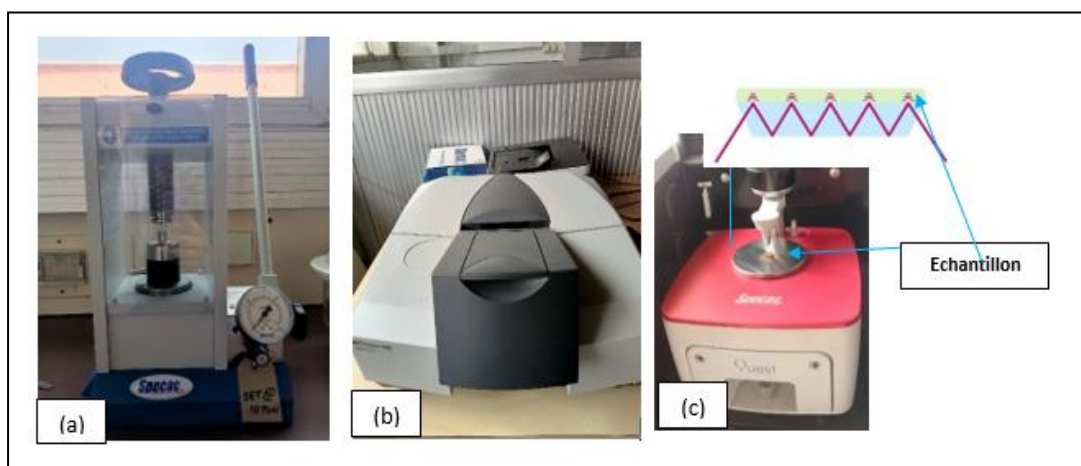


Figure II-5 : (a) Pastilleuse. (b) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)  
(c) Réflectance Totale Atténuée ATR (IAP-Sonatrach)

Des spectres sont ainsi obtenus (courbes absorbance en fonction de la longueur d'onde) qui contiennent des pics d'adsorption, caractéristiques des fonctions présentes à la surface de la membrane.

La FTIR-ATR est une méthode sensible, non destructive et qui peut être utilisée qualitativement et quantitativement. Cependant, elle nécessite le séchage au préalable de l'échantillon de membrane.

### I-5-Granulométrie laser

L'analyse granulométrique des échantillons en poudre a été réalisée à l'aide d'un granulomètre à Laser de type LA 950 (Figure II-6) qui est un kit composé des éléments suivants :

- 1 – Un analyseur, comprenant principalement un générateur de source laser, deux possibilités d'analyses (voie humide et voie sèche), une façade de convergence de lumière, 87 détecteurs (capteurs) et une carte électronique d'interface.
- 2 – Deux échantillonneurs (voie humide et voie sèche)
  - La voie liquide avec une gamme granulométrique de 0.01 microns jusqu'à 3000 microns
  - La voie sèche avec une gamme granulométrique de 0.1 microns jusqu'à 3000 microns
- 3 – Un logiciel de calcul de conception OPEXCEL



Figure II-6 : Granulomètre à laser de type LA 950. (CRD-Sonatrach)

### I-6-Microscopie Electronique Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet d'observer la morphologie d'un échantillon. Cette technique est basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Le principe de cette technique consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules qui sont analysées par différents détecteurs permettant ainsi de reconstruire une image virtuelle de l'objet observé par MEB en trois dimensions de la surface. Les images ont été prises par un microscope QUANTA 650 (Figure II-7)



Figure II-7 : Microscopie électronique à balayage MEB(CRD-Sonatrach)

### I-7-Analyse Calorimétrique Différentielle

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) est une technique qui permet de détecter les effets thermiques qui se produisent lors d'un changement d'état physique ou d'une transition d'une phase cristalline en une autre phase cristalline du matériau. En effet, lors de ces changements, le matériau absorbe ou dégage de la chaleur. L'appareil enregistre ces changements.

L'étude thermique et la température de transition vitreuse TG a été menée à l'aide d'appareil d'analyse enthalpique différentielle de type Mettler Toledo 823 DSC, avec une vitesse de chauffe de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  de  $30^{\circ}\text{C}$  à  $600^{\circ}\text{C}$ , sous courant d'azote.



Figure II-8 : Appareil d'analyse enthalpique différentielle de type Mettler Toledo 823 DSC (LMP-USTHB)

### I-8-Viscosimètre

Afin d'étudier le comportement rhéologique des boues de forages et l'influence de la lignine alcaline sur la viscosité de système argile /eau, un viscosimètre de type Couette (cylindres concentriques rotatifs) est utilisé. C'est la classe de rhéomètres la plus fréquemment utilisée dans le domaine de fluide de forage.

Le principe consiste à appliquer sur le fluide des contraintes de cisaillement qui provoquent son écoulement et à mesurer la variation de viscosité en fonction de temps. Les fluides peuvent réagir de manière différente au cisaillement. En effet, certaines matières voient leurs viscosités dépendre des contraintes qu'on leur applique, on les appelle les fluides non newtoniens. Un fluide dont la viscosité est indépendante des contraintes de cisaillement (ou du gradient de vitesse) est newtonien.

On distingue deux types de fluide non newtonien, les rhéofluidifiants et les rhéoépaississants. Pour un fluide rhéofluidifiant, la viscosité diminue lorsque le gradient de vitesse augmente, alors que pour un fluide rhéoépaississant, la viscosité augmente lorsque le gradient de cisaillement augmente. Un fluide non newtonien peut être caractérisé selon la loi de puissance d'Ostwald :

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n \text{ avec } n \leq 1 \quad (\text{Eq 3})$$

Avec :

$\sigma$  : contrainte de cisaillement

$K$  : consistance

$\dot{\gamma}$  : vitesse du cisaillement

$n$  : indice de fluidité :

Pour un fluide rhéofluidifiant  $n < 1$

Pour un fluide newtonien  $n = 1$

Pour un fluide rhéoépaississant  $n > 1$

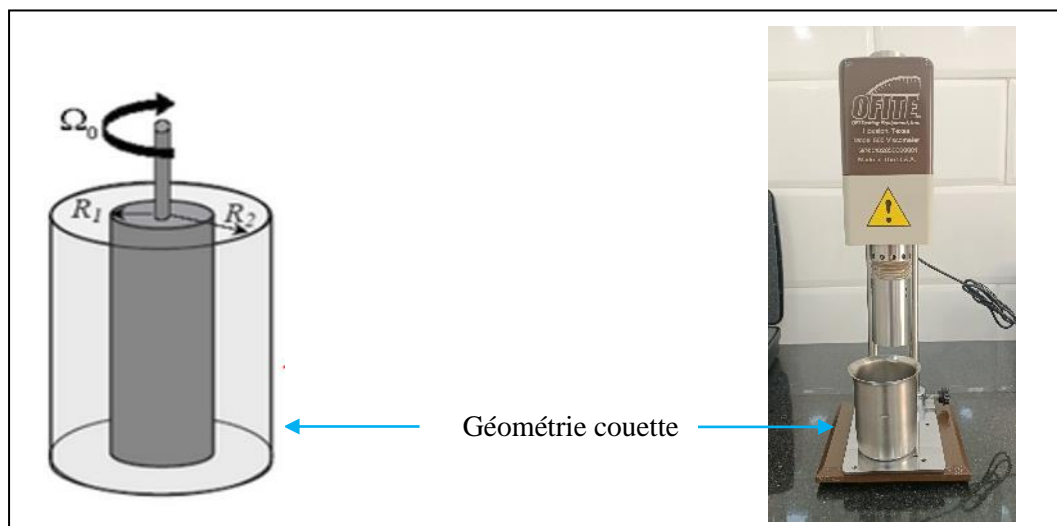


Figure II-9 : Viscosimètre (IAP-Sonatrach)

### I-9-Le Modèle de Newton

Pour ces fluides, la tension de cisaillement est directement proportionnelle au taux de cisaillement.

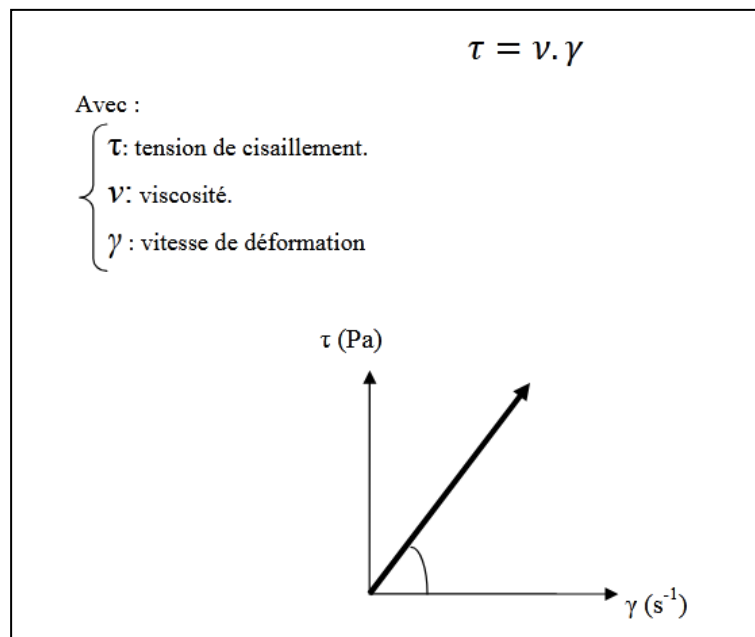


Figure II-10 : Modèle Newton

Pour un fluide Newtonien le rapport  $\nu = \frac{\tau}{\gamma}$  est constant à température et pression constante.

### I-10- Fluides Non Newtoniens

Un liquide est substance entièrement transformable. Ceux -ci comprennent les gaz, les liquides, même certains solides. Il existe de nombreux liquides qui nous entourent chaque jour. Les liquides comme l'eau sont des liquides newtoniens. D'une part, cela signifie que vous pouvez : Leur mouvement est facile à prévoir, et d'autre part leur viscosité n'en dépend pas.

Les forces (contraintes) exercées sur ces fluides. La viscosité d'un liquide est sa résistance au liquide couler. Un autre type de liquide est appelé liquide non newtonien. Ils sont liquides ils sont plus compliqués car ils ont des propriétés particulières. C'est parce que la viscosité en dépend. C'est la charge (force) qui leur est appliquée. En pratique, la viscosité de certains liquide non newtoniens

Elle augment lorsque la force est appliquée. Parce que les épaississants de cisaillement « épaississent » lorsqu'ils sont tressés (par exemple, le miel)

D'autres fluides non newtoniens perdent de la viscosité lorsqu'ils sont impactés. Obligation. Ces liquides sont appelés liquides pseudo-plastique (ketchup, moutarde.). Nous ne sommes pas.



Il existe d'autres types de fluides non newtoniens, mais nous nous intéresserons uniquement à ces seuil, dépendant du temps)

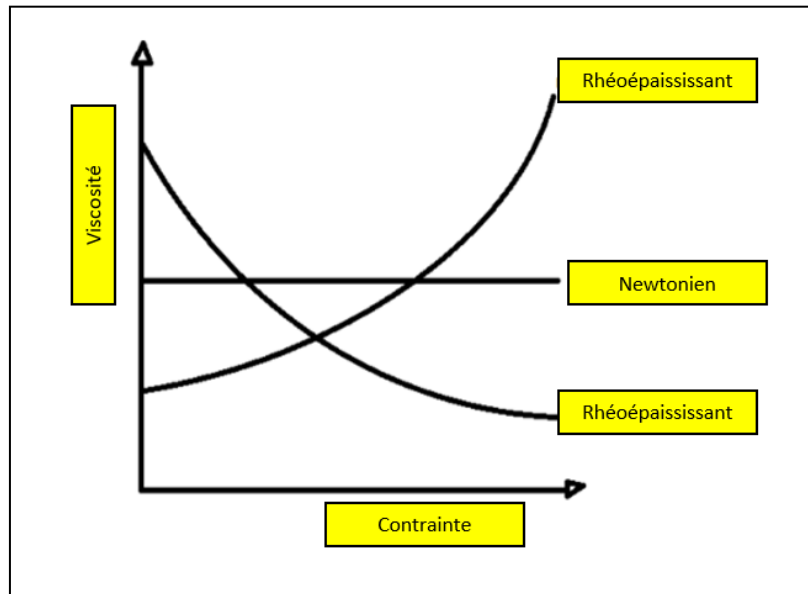


Figure II-11: Graphique théorique de la viscosité de plusieurs types de fluides en fonction de la contrainte de cisaillement

### I-11-la contrainte seuil

La teneur en solides dans les fluides de forage affecte des paramètres autres que la viscosité pour les plastiques, il s'agit de la contrainte seuil (exprimée en Pa ou  $\text{ib}/100 \text{ pi}^2$ ).

La tension de seuil représente la résistance initiale qu'un liquide doit surmonter pour s'écouler. Cette résistance est due à l'attraction électrostatique localisée sur la surface.

Particule. C'est une solution dynamique. La tension de seuil dépend du type de solide présent charge de surface de chacun, concentration de ces solides et propriétés concentrations d'autres ions ou sels pouvant être présents.

### I-12- Gels et thixotropie

Une boue de forage laissée au repos édifie progressivement une structure qui augmente sa rigidité et qui peut être réduite par agitation. Elle est nommée thixotropie le fait que ce phénomène soit non instantané et réversible. Le caractère thixotrope d'une boue est évalué en mesurant le « gel0 » et le « gel10 ». Le gel 0 représente la résistance du gel aussitôt après agitation de la boue. Ils sont mesurés à l'aide du viscosimètre Fann 35 à une vitesse de 3  $\text{tr}/\text{min}$  et exprimé en  $\text{ib}/100\text{ft}^2$ .

Le gel 10 représente la résistance du gel après un repos de la boue de 10 minutes.

Le gel 0 vraie pratiquement comme la viscosité plastique et le gel 10 comme la contrainte seuil avec cependant, pour ce dernière, une sensibilité particulière au traitement chimique.



Figure II-12 : Marche Funnel Viscometer

## II- Matériaux utilisés

Cette étude est consacrée à l'extraction et l'utilisation de la lignine à partir du palmier dattier comme un fluidifiant dans la formulation des fluides de forage.

### II-1- Les lignines

Dans cette étude, nous avons testé deux lignines, la première est extraite au laboratoire à partir de déchet du bois de palmier dattier, et la seconde est importée et commercialisée par l'entreprise Mei JING. Une étude comparative sur l'effet des deux lignines est exposée au chapitre 3.

#### II-1-1- Préparation des échantillons

Les échantillons de bois de palmier dattier examinés sont collectés dans la région de Tolga à la wilaya de Biskradans une ferme de palmier (Deglette Nour). Il s'agit d'un déchet d'un palmier de 8 mètres d hauteur et de diamètre moyen de 50cm.

L'échantillonnage est effectué sous forme d'un tronc du palmier de forme cylindrique.

Avant de procéder à l'opération d'extraction, les échantillons passent par deux étapes pour récupérer à la fin une poudre fine d'une granulométrie homogène.

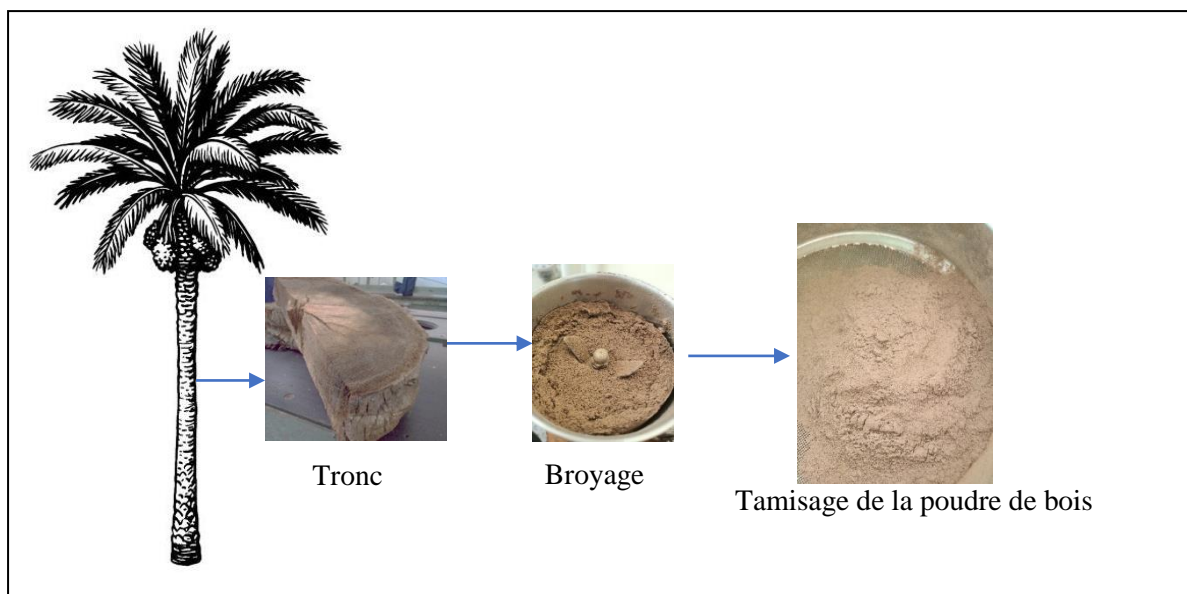


Figure II-13 : Préparation des échantillons

### II-1-2- Extraction

Dans cette étude, nous utilisons le procédé Kraft pour extraire la lignine du bois de palmier dattier de la région Tolga-Biskra, Algérie. Le procédé Kraft, ou sulfate, est le plus important des procédés pour la fabrication de pâte dans le monde, représentant 84% de la production mondiale de pâte chimique (cellulose)

Ce procédé alcalin vise à éliminer les extractibles, les pectines, les hémicelluloses et la cellulose à travers les étapes suivantes :

### II-1-3 Elimination des extractibles

Pour assurer l'élimination des extractibles, la pulpe du palmier dattier passe par deux lavages : (lavage à l'eau distillée et lavage dans un soxhlet).

#### II-1-3-1-Lavage à l'eau distillée

La poudre obtenue après broyage est lavée et bouillie avec de l'eau distillée à une température de 80°C pendant une heure de temps et avec une agitation magnétique, afin d'éliminer la poussière présente dans la poudre.

L'agitation de la pulpe de palmier dattier provoque une importante quantité de mousse ce qui signifie que la propriété tensioactive recherchée présente dans le bois.

Après la fin de cette étape, la poudre est séchée dans l'étuve à 60°C pendant 3 jours (Voir la figure II-14).

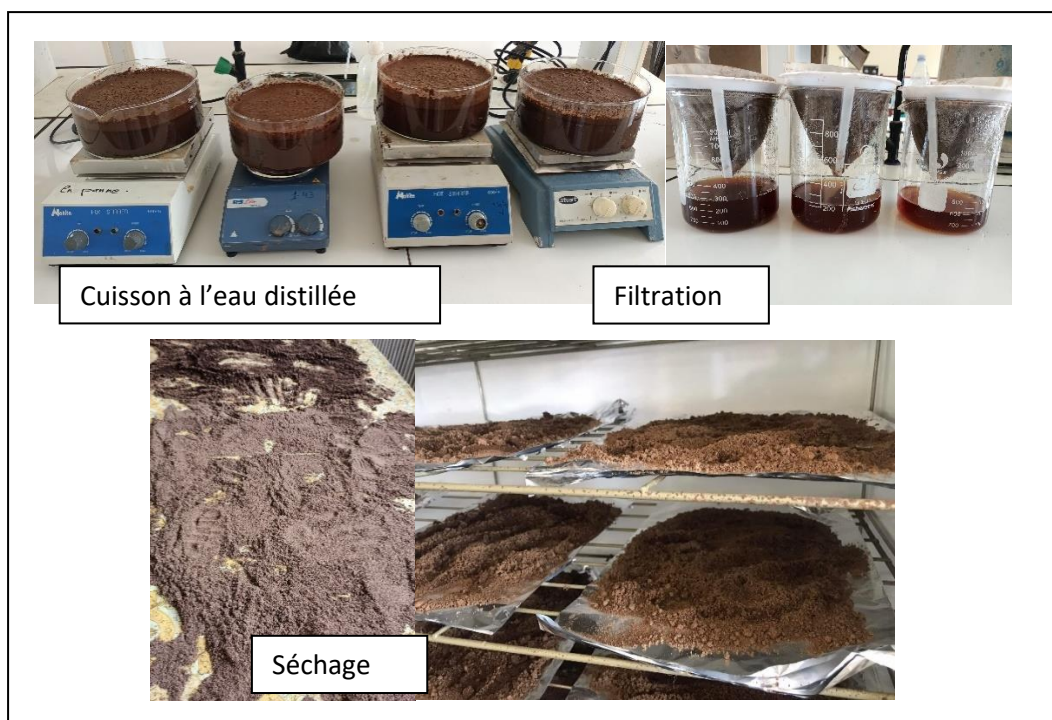


Figure II-14 : Les étapes de lavage à l'eau distillée

### II-1-3-2-Lavages dans un Soxhlet

La pré-extraction ou lavage des poudres est réalisée avec le montage de Soxhlet (Voir la figure II-15), afin d'éliminer les extractibles pour avoir une lignine pure.

Dans cette étape de pré-extraction, la poudre lavée à l'eau distillée est traitée avec une solution composée d'un mélange de solvants organiques éthanol / acétone (2v/1v), pendant 1 heure et 30 minutes. Cette combinaison de solvants organiques forme un mélange azéotrope dont le point d'ébullition est de 76°C.

Après cette extraction les échantillons sont séchés dans une étuve à une température de 60°C pendant 3 jours. Après séchage, les échantillons sont pesés afin de déterminer le taux des extractibles.



Figure II-15 : Montage de Soxhlet

L'extraction par le montage Soxhlet (Figure.II-15) se fait comme suite : on pèse une masse  $m=16.66g$  de la poudre qu'on met dans la cartouche, et on place le solvant utilisé pour l'extraction dans un ballon à fond rond placé dans un chauffe-ballon, dès que la température atteint la température d'ébullition du solvant, des bulles commencent à se former, la vapeur surmonte et se condense au niveau du réfrigérant et elle forme des gouttelettes. Ces dernières tombent en goutte à goutte dans la chambre d'extraction contenant la cartouche et passe par la poudre, le solvant reste dans la chambre puis une fois qu'il atteint le niveau maximum il tombe dans le ballon. On fait plusieurs cycles afin d'avoir le maximum d'extractible. Quand le solvant dans la chambre gagne une couleur claire, on arrête l'opération.



Figure II-16 : Lavages au Soxhlet

## II-2- Extraction de la liqueur noire

Afin de séparer la lignine de la cellulose il faut attaquer la poudre de la pulpe du palmier dattier avec une solution alcaline, à l'aide d'un autoclave qui nous permet de régler plusieurs facteurs comme la température et la pression.

L'extraction de la lignine par l'autoclave, consiste une cuisson de la poudre de la pulpe du palmier dattier préparée par les étapes précédente, dans une solution fortement alcaline de NaOH préparé 24h avant. La cuisson se fait pendant 02 heures à une pression de 3 bars et une température de  $120^{\circ}\text{C}$  (Figure II-17).



Figure II-17 : Extraction de la liqueur noire à l'aide d'un autoclave



A la fin on récupère le mélange qui contient la liqueur noire et la cellulose. Le mélange récupéré est filtré à l'aide d'un entonnoir Büchner et un papier filtre pour séparer la cellulose de liqueur noire (figure II-18). La cellulose récupérée est séchée et stockée à part.

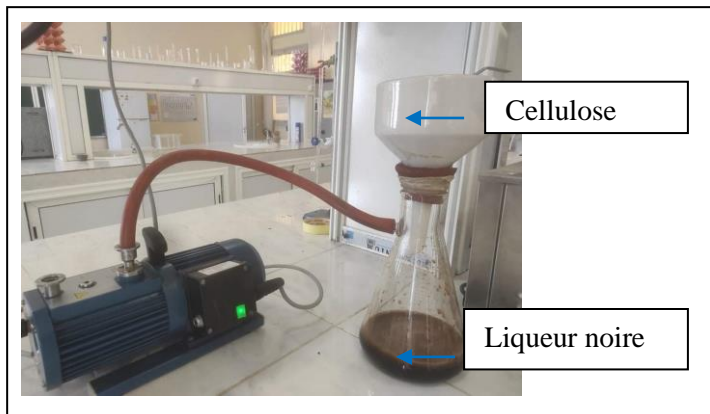


Figure II-18 : Filtration Büchner

### II-3- Précipitation et purification de la lignine Kraft

Un processus suivant le protocole Kraft est utilisé pour précipiter la lignine de la liqueur noire. Dans cette méthode, un acide fort tel que l'acide sulfurique est utilisé pour abaisser progressivement le pH jusqu'à une acidité d'environ 2 à 3 pour précipiter la lignine. C'est la méthode la plus couramment utilisée pour la précipitation de la lignine en raison de sa facilité d'utilisation, de son faible coût et de sa faible consommation d'énergie par rapport à l'ultrafiltration.

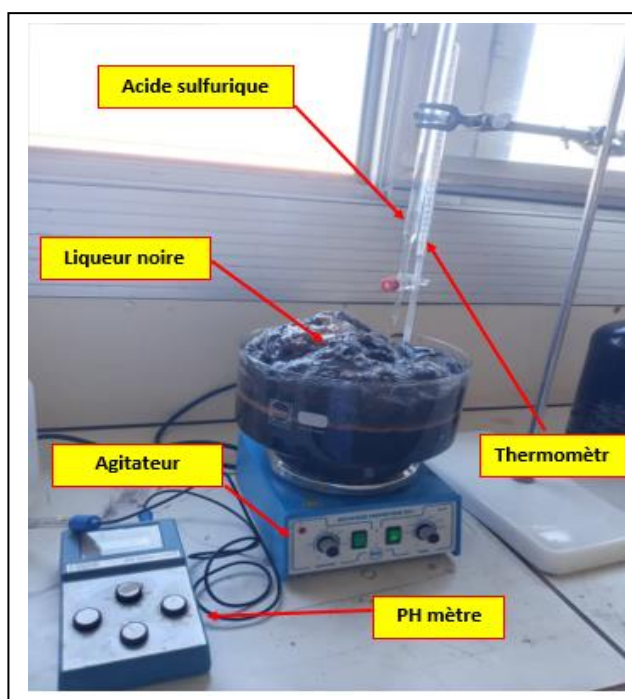


Figure II-19 : Précipitation de la lignine Kraft

Deux phases sont observées dans ce processus. La phase solide est de la lignine précipitée, fragmentée en plusieurs molécules de poids moléculaires différents. L'autre est une phase aqueuse contenant des sels et des sucres. Un problème avec cette technique est la formation de colloïdes pendant la précipitation. De plus, la lignine obtenue est plus polluée que la lignine obtenue par ultrafiltration. Un nettoyage s'impose donc. Un autre problème avec cette méthode est qu'il est difficile de contrôler le poids moléculaire des fragments de lignine.

Après refroidissement de la solution à la fin de chaque ébullition, la lignine est récupérée par filtration (figure II-20) et enfin le précipité est séché à l'étuve à 60°C pendant 3 jours après purification.



Figure II-20 : Filtration de la lignine

### III- Purification de la lignine

Le protocole utilisé consiste à chauffer la lignine brute dans de l'acide sulfurique 1 M à 70 C°, pendant 1h (rapport : 200g de la lignine brute sèche pour 1L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 1M). Ce chauffage provoque l'agglomération des particules de la lignine, ce qui facilite leur filtration. L'acide sulfurique a pour effet de laver la lignine des sels (essentiellement du sodium) et des sucres présents. La solution est ensuite refroidie pour faciliter la filtration à travers le Büchner. Enfin, la lignine est lavée intensivement avec de l'eau distillée pendant la filtration pour éliminer les acides et les ions carbonate (rapport : initialement 200 g de lignine sèche pour 2,5L d'eau distillée). Placer la lignine lavée sur un plateau en aluminium et sécher dans une étuve à 60°C pendant 3 jours.



Figure II-21 : Purification de la lignine

Les principaux polymères utilisés dans les formulations étudiées

**a) La gomme de xanthane (Xanthane)**

En raison de ses propriétés, la gomme xanthane est souvent utilisée comme agent épaississant dans les fluides de forage. Qualité rhéologique, résistance au sel, excellente stabilité thermique, biodégradable. Le xanthane est un polysaccharide produit par des bactéries « Xanthomonas campestris » est impliqué dans le métabolisme de certaines plantes. Sa formule moléculaire moyenne est  $(C_{67}H_{102}O_{56})_n$  ( $n = 830 \text{ à } 2800$ ). La gomme xanthane est composée d'un squelette cellulosique. Deux groupes carboxyle. Il confère un caractère anionique (Figure II-23). Des contre-ions les plus puissants  $Na^+$ ,  $K^+$  et  $Ca^{2+}$  sont souvent trouvés. Trois fonctions apparaissent dans les anneaux de chaîne latérale (groupe acétate) du motif.

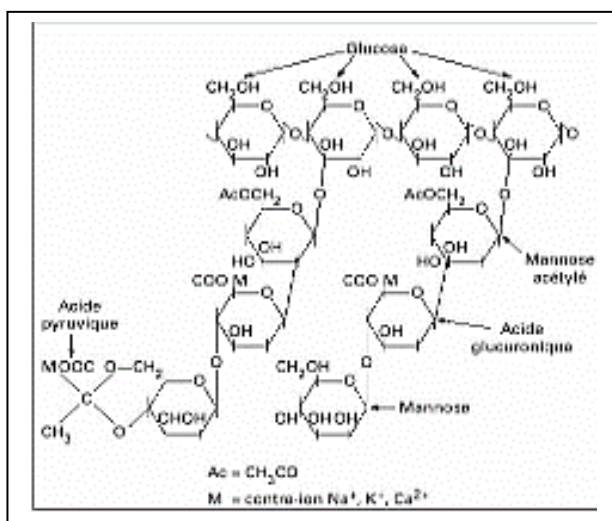


Figure II-22 : Structure primaire de La gomme xanthane

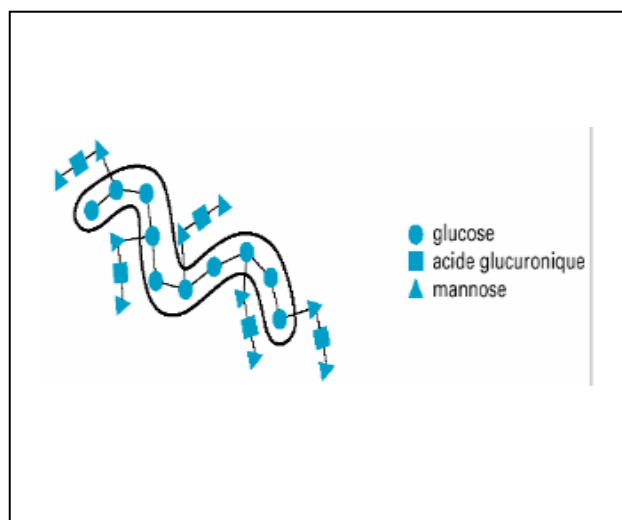


Figure II-23 : Structure secondaire de la gomme xanthane à l'état solide



Acide glucuronique sur le cycle le plus proche du squelette principal et sur le cycle intermédiaire. Pyruvate pour les anneaux terminaux) En milieu aqueux, les atomes ( $\text{Na}^+$  ou  $\text{K}^+$ ). Il se dissocie de la molécule de xanthane et acquiert une charge négative de l'ion. Acide carboxylique ( $\text{COO}^-$ ). L'Etat solide, le squelette est hélicoïdal. Lignes avec un pas de de 4,7 nm et un total de 5 unités répétitives (Figure II-22)

### **b) Les cellulose poly anioniques (PAC)**

Pour assurer un certain niveau d'inhibition des argiles, le caractère an ionique des molécules a été changé et a eu comme conséquence l'apparition des celluloses poly anionique (PAC), maintenant couramment utilisé dans les fluides à base d'eau. Le PAC est un polymère cellulosique à base de carboxyméthylcellulose

Contrairement au xanthane, qui est un polysaccharide hélicoïdal semi rigide, il a une conformation globulaire flexible. La cellulose poly anionique est principalement utilisée comme réducteur de filtrat pour les boues d'eau douce et d'eau de mer, mais agit également comme améliorant de viscosité dans ces systèmes. Les deux types de PAC disponibles ont des viscosités différentes mais la même réduction de filtrat. Le PAC résiste à des températures d'environ  $150^\circ\text{C}$  et n'est pas sujet à la dégradation bactérienne.

### **c) Les bentonites**

Les bentonites sont des argiles sodiques du type montmorillonite qui présentant la propriété de gonfler dans l'eau douce en absorbant de grandes quantités d'eau. Les bentonites sont employées pour augmenter la viscosité et les gèles des boues douces et diminuer leur filtrat. En milieu salé ( $>35\text{g/l}$  de  $\text{NaCl}$ ), les bentonites sont inefficaces et ne servent alors que de support colloïdal

### **d) Les attapulgites**

Les attapulgites sont des argiles du type sépiolite qui présentant la propriété de se disperser et de rester en suspension en milieu salé. Cette propriété est employée pour augmenter la viscosité et les gèles des boues salées ( $>35\text{g/l}$  de  $\text{NaCl}$ ). Cependant, ces argiles ne présentent aucune capacité à réduire le filtrat.

### **e) Eau de fabrication**

L'eau est l'élément le plus essentiel dans les boues de forage. L'eau de fabrication peut être douce, dure ou salée.

-Une eau est dite dure si elle contient beaucoup de calcium et de magnésium et autres.

-Une eau est dite dure si elle contient beaucoup de calcium et magnésium.

Une eau dure diminue le rendement des argiles et des produits chimiques, pour l'adoucir, il faut ajouter un à deux kilogrammes de soude caustique ou de carbonate de soude par mètre cube.

Si l'eau est salée, sa salinité est diminuée en ajoutant de l'eau douce, mais le prix de revient sera plus élevé. Néanmoins, l'eau de fabrication peut être plus ou moins salée : 7 à 35 g/l.

#### IV- Formulation de la boue de forage

L'effet de la lignine comme plastifiant dans les systèmes argileux a été testé. Plusieurs formulations de boue de forage à base d'eau, ont été testé.

Dans ce travail nous avons expérimenté (08) huit formulations à base d'eau et de bentonite.



Figure II-24 : Formulation de la boue de forage à base de l'eau

# **Chapitre III**

## **Résultats et discussions**

*Ce chapitre présente les résultats obtenus de cette étude et les interprétations tout en faisant une comparaison avec les résultats de la bibliographie. Il est divisé en deux parties, la première est consacrée aux résultats de l'extraction et de la purification de la lignine, cependant la deuxième partie présente les résultats de la valorisation de la lignine comme fluidifiant dans la boue de forage.*

### I. Extraction de la lignine :

L'extraction de la lignine est réalisée par la méthode kraft à partir du bois de palmier dattier. Le procédé Kraft, ou sulfate, est le plus important des procédés pour la fabrication de pâte à papier dans le monde, représentant 84% de la production mondiale de pâte chimique (cellulose)

Ce procédé alcalin vise à éliminer les extractibles, les pectines, les hémicelluloses et la cellulose à travers les étapes suivantes :

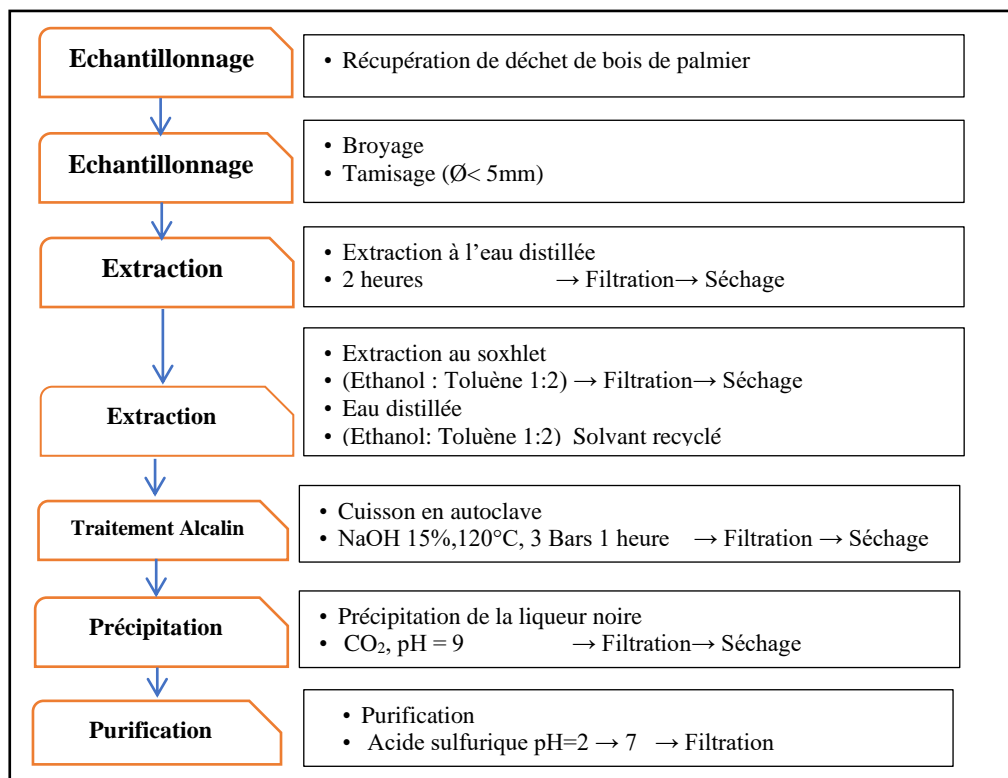


Figure III-1 : Extraction de la lignine est réalisée par la méthode kraft.

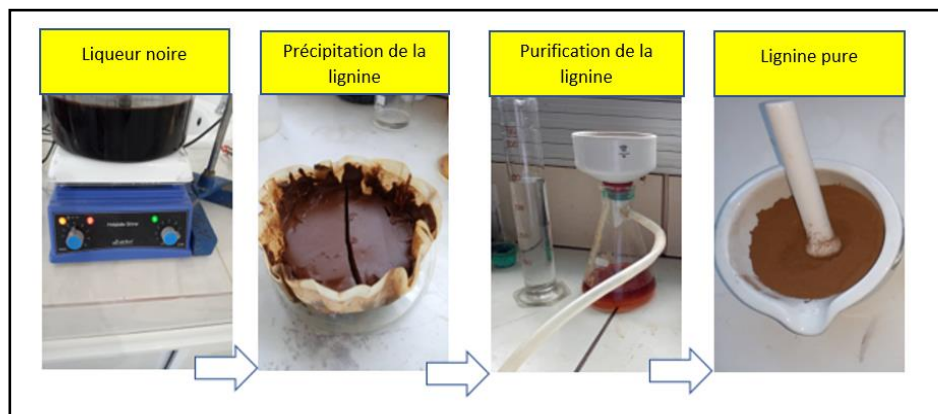


Figure III-2 : Extraction et purification de la lignine par méthode Kraft

## II. Caractérisation de la lignine

Après extraction et purification de la lignine au laboratoire, une caractérisation physico-chimique est réalisée sur des échantillons de lignine extraite au laboratoire nommée (**Lignine A**) et celle commercialisée par la société Sarl Mei JING nommée (**Lignine B**) afin d'identifier et comparer leurs propriétés.

La lignine purifiée est caractérisée par un pH=2,93, un taux d'humidité de 0,1% et d'une densité de 0,82. La figure suivante montre la texture et formes de la poudre de la lignine.



Figure III-3 : Poudre de la lignine pure

### II-1- Composition chimique de la lignine

D'après les études de **Isa Hasanov et son équipe** [49], la composition de la lignine et des ces groupements fonctionnels dépend de l'espèce végétale ou ligneuse ainsi que la méthode d'extraction. En générale, la lignine est composée de plusieurs noyaux aromatique, mais également de groupes fonctionnels tels que les groupes hydroxyle, méthoxyle, carboxyle et carbonyle phénoliques et aliphatiques.

Les spectres FTIR des échantillons de la lignine avant et après purification et de lignine commerciale sont illustrés à la figure III-4.

Pour la lignine non purifiée (liqueur noire) on note la présence des groupements hydroxyles (OH), représentés par une large bande dans la région de  $3\ 400\text{ cm}^{-1}$ . Les vibrations de valence reliées aux C-H aromatiques sont aussi communes dans tous les échantillons. Elles sont caractérisées par des absorptions dans la région de  $2935\text{ cm}^{-1}$ . Les fonctions caractéristiques des unités de base de la lignine sont les fonctions aromatiques, carbonyles (C=O), les alcools et les éthers. Les fonctions aromatiques sont caractérisées en infrarouge, par des bandes d'absorption dans la région de  $1\ 500$  à  $1\ 600\text{ cm}^{-1}$ , ce qui est caractéristique des vibrations C=C du squelette.

Cependant les spectres des deux lignines A et B présentent des groupements fonctionnels similaires. Deux bandes à  $1509$  et  $1842\text{cm}^{-1}$  sont des pics caractéristiques des cycles benzéniques dus à la présence d'un groupe méthylène les deux pics caractéristiques des cycles benzéniques dus aux vibrations. Le pic fort et large à  $3454\text{cm}^{-1}$  est un pic caractéristique des groupe OH ou des composés phénoliques. La bande à  $1417\text{cm}^{-1}$  est considérée comme l'étirement de l'éther. Le pic aigu à  $484\text{cm}^{-1}$  est caractérisé par le groupe CS, qui se forme pendant les processus de fabrication de la pâte kraft.

On remarque que les résultats obtenus sont proches de ceux trouvés dans la littérature [52]

Par simple comparaison, la lignine

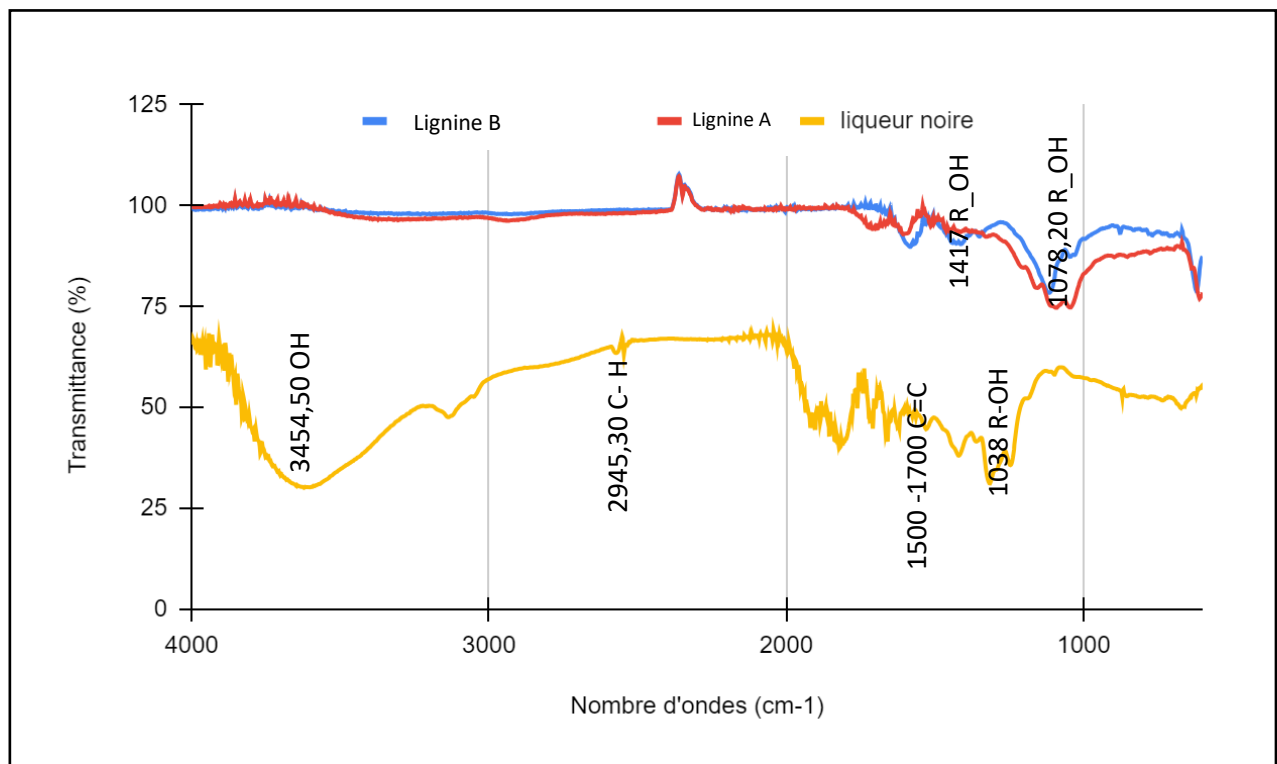


Figure III-4 : Spectres FTIR des échantillons de la lignine A , B et liqueur noire

## II-2- Analyse de la distribution granulométrique

La taille des particules de la lignine est importante pour cette étude, elle influence la solubilité dans les systèmes argile/eau et affecte la consistance du mélange.

Les statistiques de la distribution sont calculées d'après les résultats, en utilisant les dérivés  $D[m,n]$  : Le graphe se présente en échelle logarithmique. L'abscisse(X) indique le diamètre des grains en  $\mu\text{m}$  et l'ordonnée (Y) avec deux échelles, dont l'échelle de gauche est relative aux pourcentages (%) des fractions lues sur la courbe de fréquence ; l'échelle de droite, indique le pourcentage (%) cumulé de la courbe cumulative (forme de « S »).

➤ **Échantillon de la lignine A**

L'analyse granulométrique a mis en évidence la présence d'une population de grains variant entre 5.12 $\mu$ m et 1337.48 $\mu$ m, avec une taille médiane de 251.19 $\mu$ m

➤ **Échantillon de la lignine B**

L'analyse granulométrique a mis en évidence la présence d'une population de grains variant entre 1.31 $\mu$ m et 26.11 $\mu$ m, avec une taille médiane de 6.75 $\mu$ m (Figure III-6).

On constate que la granulométrie de la lignine A est beaucoup plus importante par rapport à la lignine B, cette dernière est broyée afin de faciliter sa solubilité.

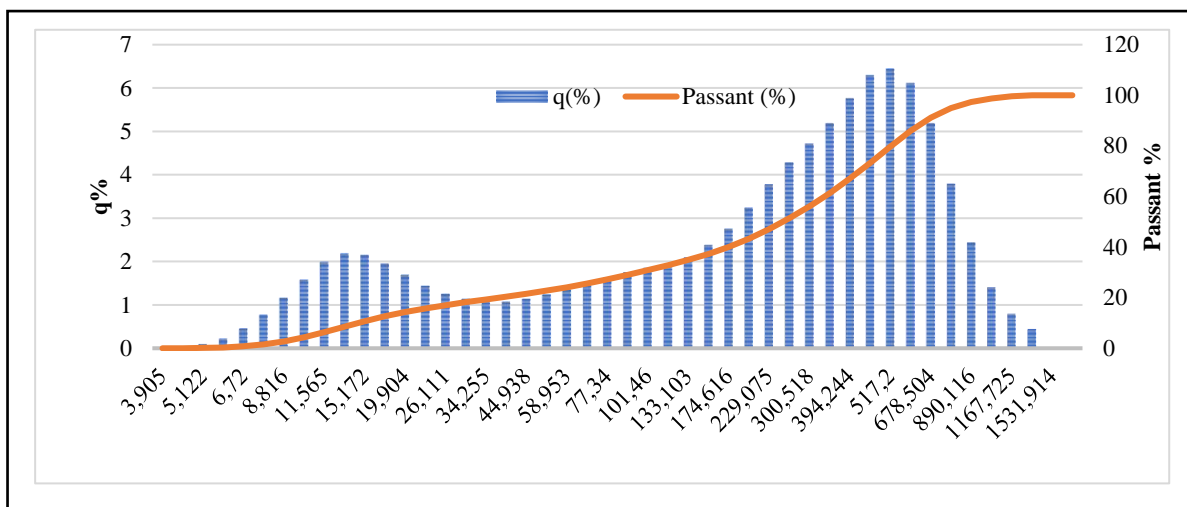


Figure III-5 : Analyse de la distribution granulométrique de la lignine A

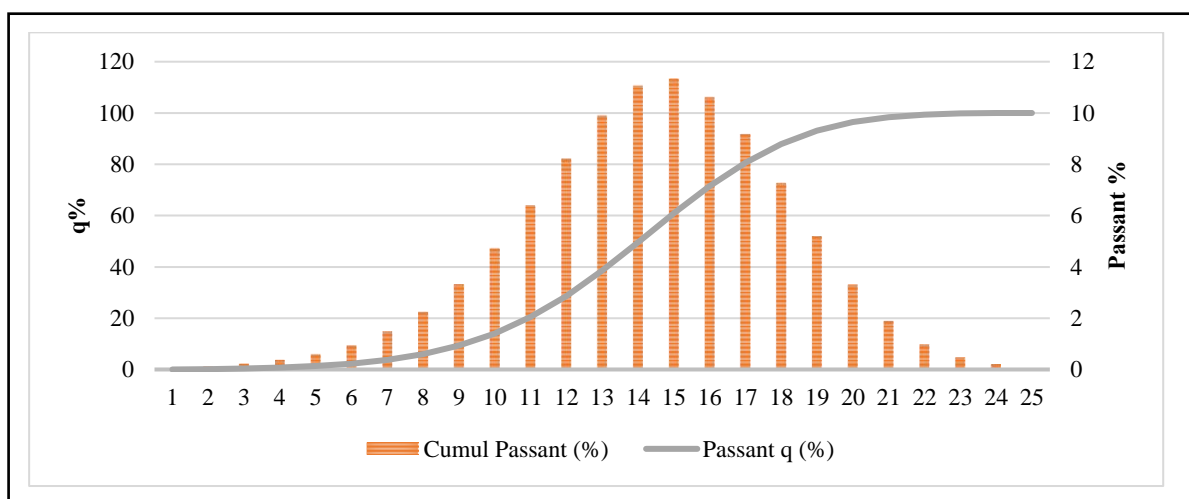


Figure III-6 : Analyse de la distribution granulométrique de la lignine B

### II-3-Analyse morphologique

Pour étudier la morphologie de la poudre de lignine extraite et les effets des différents processus d'extraction, la microscopie électronique à balayage (SEM) a été utilisée à des grossissements de 10 $\mu$ m, 20 $\mu$ m et 50 $\mu$ m, comme le montre la figure III-7.

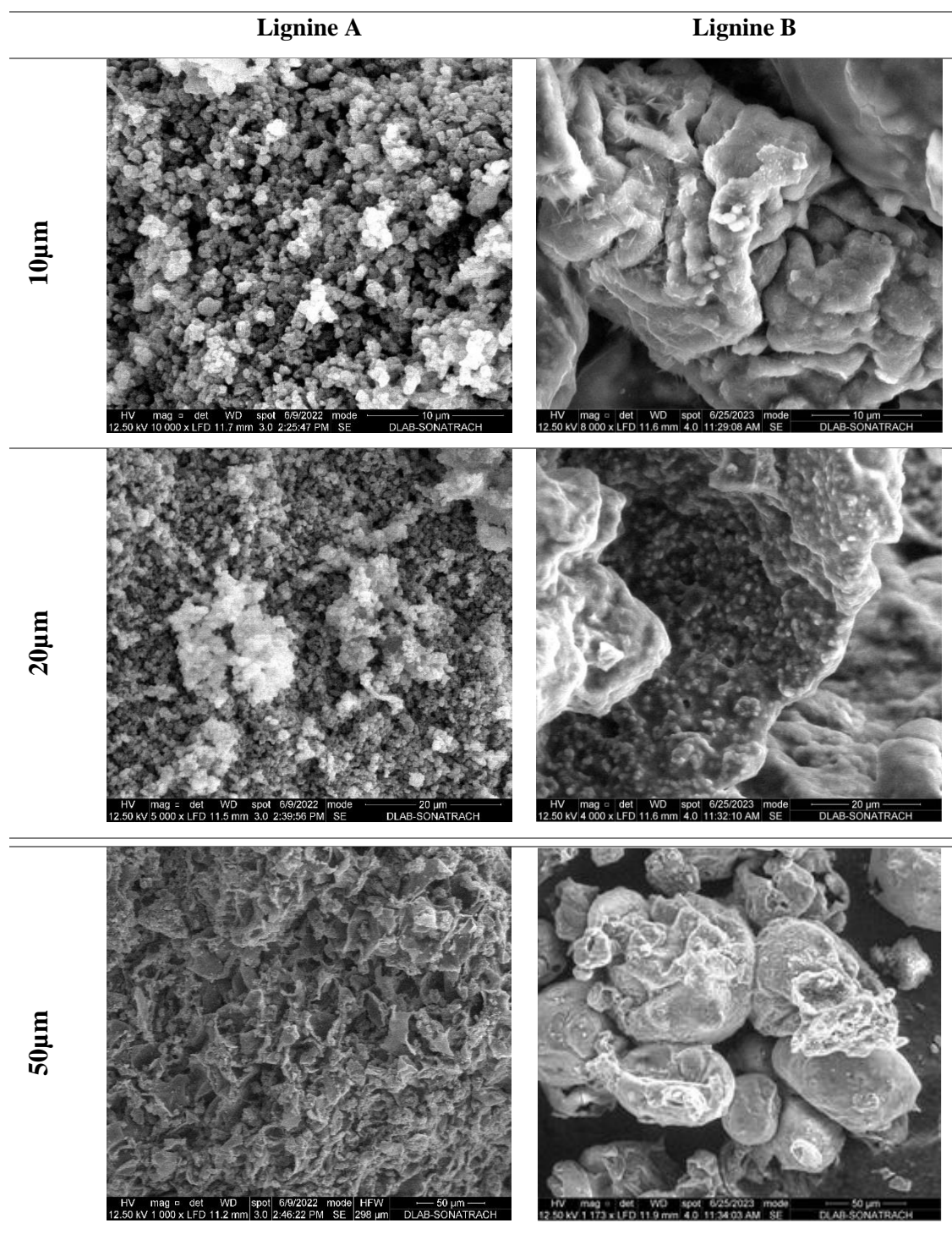


Figure III-7 : Images au microscope électronique à balayage (MEB) de la lignine A et B.



La morphologie au microscope électronique à balayage de la lignine a montré une structure spongieuse. En revanche, la lignine B apparaît clairement comme des structures rocheuses avec des tailles de grains variables et des surfaces relativement poreuses.

La structure poreuse facilite la dissolution de la lignine dans l'eau, facilitant son utilisation dans les boues de forage.

### **III- Etude de l'effet de la lignine sur les propriétés rhéologiques de la boue de forage à base d'eau**

La boue de forage est un mélange plus ou moins complexe basé le plus souvent sur une suspension colloïdale à base d'eau ou d'huile, utilisée pour le forage des puits. Cette boue, injectée dans le train de tiges de forage, circule par un mouvement ascendant dans l'espace annulaire compris entre les parois des formations géologiques forées et le train de tiges. Ses fonctions sont multiples : outre refroidir et lubrifier sans corroder l'outil de forage, la boue doit pouvoir remonter à la surface les débris arrachés aux formations. Il faut pour cela que la boue soit suffisamment visqueuse et que sa portance soit telle que les débris puissent tenir en suspension dans la boue quand le débit de celle-ci est nul. La densité de la boue doit être suffisamment élevée de façon à équilibrer la pression des pores des formations et ainsi éviter l'invasion du puits par les fluides des formations. Cette densité toutefois ne doit pas être trop élevée pour ne pas pénaliser l'avancement du forage, ou fracturer les formations.

Les fluides de forage sont le plus souvent des fluides non-newtoniens, visqueux ou viscoélastiques. La viscosité de ces fluides dépend avant tout de la teneur en solides contenue dans la boue et de la présence des polymères et son basé sur la densité, viscosité, filtrat et la réactivité.

#### **III-1 : Composition des boues de forage**

Le fluide de forage peut être simple ou Il est multiphasique et contient divers solides dispersés en suspension, avec divers additifs, en ajustant les propriétés physico-chimique et rhéologiques de la boue, pour les besoins de perçage tel que :

- Agent réducteur de filtrat participant à la formation d'un « cake » de solidification mur de trou de roche.
- Contrôleur de pH, de potasse ou soude caustique.
- Les Argile modifiées organophiles ou des polymères pour ajuster la viscosité,

Les alourdisant (baryte ou carbonate de calcium) choisis en fonction de la densité voulue de la boue.

Les boues de fourrages peuvent être divisés en deux groupes :

- Les boues dont la phase continue est l'eau
- Les boues dont la phase continue est l'huile

### **A- La phase aqueuse**

Les boues à base d'eau sont de plus utilisées, vu leurs faibles taux de toxicité, les éléments ajoutés comme l'admine et le biopolymère sont biodégradables quant au biocide et au correcteur du pH, leur dosage est trop faible pour constituer un quelconque danger pour les couches traversées. La boue à base d'eau douce constituée est développée pour les zones de forte perméabilité et a températures élevées de 50 à 180°C, prévu pour la traversée de la roche réservoir.

### **B- La phase solide**

La phase solide est constituée d'agents de charge chlorure de potassium, amidon, argiles, biocides, hydroxyde de potassium, biopolymères. La plupart de ces produits sont poudre, comprimés biocides, hydroxyde. Potassium sous forme cristalline. Ces composants sont essentiels pour forer la boue chaque élément est soigneusement sélectionné pour répondre adéquatement à ses exigences il fait son travail en synergie avec le système dans lequel il est utilisé.

### **III-1-1- Eau de fabrication**

L'eau est la facture le plus important dans le forage de boue. Faire une cruche d'eau sucré, dur ou salé. Une eau est considérée comme douce si elle contient peu ou pas de sodium, calcium, magnésium, etc...

L'eau est considérée comme de l'eau dure si elle contient beaucoup de calcium et de magnésium.

L'eau dure réduit les rendements en argile et en produits chimiques. Pour l'alléger

1-2 kilogrammes de caustique ou de soude doivent être ajoutés par mètre. Si l'eau est salée l'ajoute d'eau douce réduira la salinité mais a un cout plus haut. Ce pendant l'eau produite peut contenir plus ou moins de salinité : 7 a 35g/l.

### **III-1-2- Les argiles**

En pratique, la bentonite de sodium, un colloïde argileux de ce type est principalement utilisé. Montmorillonite. Cependant du fait des ions sodium incorporés, cette dispersion présente les propriétés suivantes :

Il a une thixotropie très élevée et une énorme capacité de rétention d'eau de 10-30.

Deux fois le volume de la bentonite elle-même la bentonite est utilisée dans les boues d'eau douce.

La boue marine que nous utilisation a attapulгите.

La bentonite est une argile sodique de type montmorillonite aux propriétés suivantes : En eau douce, il absorbe de grandes quantités d'eau et gonfle.

La ratpalgite est une argile de type sépiolite aux propriétés dispersives.

Il est utilisé dans la boue salée car il reste en suspension dans les environnements salés.

#### ➤ Analyse granulométrique de la bentonite.

L'analyse granulométrique a mis en évidence la présence d'une population de grains variant entre  $1.31\mu\text{m}$  et  $152.45\mu\text{m}$ , avec une taille médiane de  $9.09\mu\text{m}$  (Figure III-8).

La lignine kraft a une distribution granulométrique plus large que la bentonite, suggérant la formation d'agrégats de particules. La bentonite est uniformément répartie et exempte d'agglomérats.

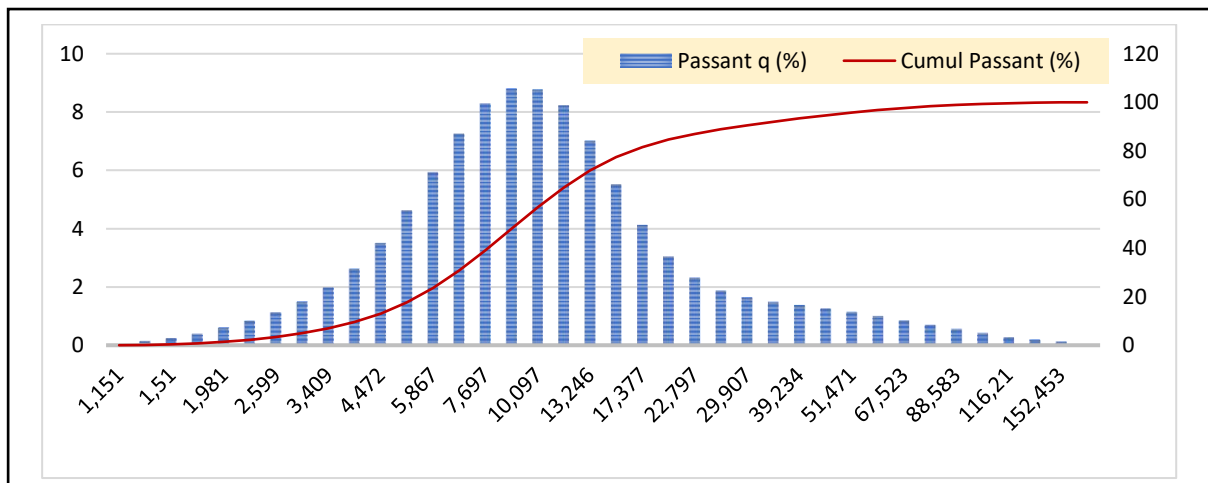


Figure III-8 : Histogramme de la distribution des différentes phases granulométriques de l'échantillon BENTONITE.

#### ➤ Bentonite.

L'argile utilisée dans notre étude est une bentonite de Maghnia (ouest d'Algérie) commercialisée par la Société Bental. L'analyse MEB -EDX réalisée sur cette argile a montré une composition cristalline à forte présence de smectite (Na). Nous avons pu identifier également d'illite, des traces de kaolinite, feldspath (K et Na) et du quartz.

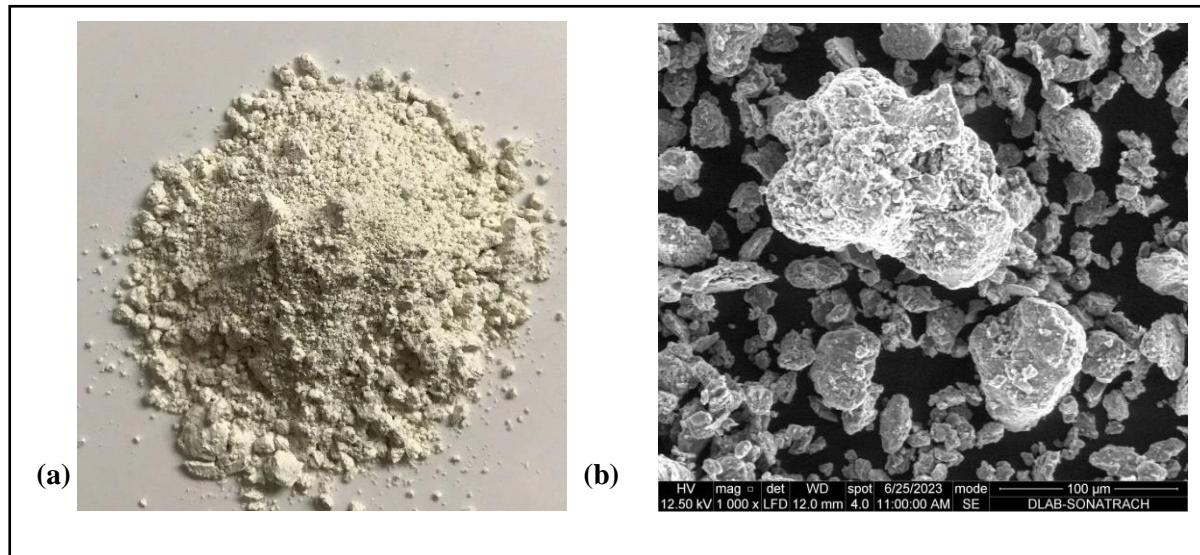


Figure III-9 : La bentonite de Maghnia

(a) la poudre de la bentonite (b) Analyse MEB de la bentonite.

### III-1-3- La lignine

D'après les résultats de l'analyse de la composition chimique par spectroscopie infrarouge FTIR, la lignine est caractéristique des groupements OH ou des composés phénoliques. Vu sa structure spongieuse, la lignine peut donc être considérée comme une tension active, une substance dont les molécules ont une structure dite amphiphile. Ces molécules ont donc les propriétés suivantes : Les têtes polaires, ionisées ou non, peuvent générer des interactions acide base de Van Der Waals, de Lewis et éventuellement de coulomb lorsque des éléments ionisables sont présents. Cette fraction hydrophile a une affinité pour les surfaces chargées et les liquides à fortes propriétés polaires, tel que les liquides. Comme de l'eau.

Des fractions non polaires, généralement des chaînes hydrocarbonées (ou grasses), capables uniquement d'intrications de Van Der Waals, présentant ainsi une faible affinité pour l'eau.

### III-2- Propriétés physiques des fluides de forage

Formulation de la boue, gestion de la boue caractérisation ainsi que le forage est effectué selon les normes publiées par l'API (API 13A, 2004). Les tests liés à l'étude des propriétés des fluides de forage reposent généralement sur quatre facteurs : densité, viscosité, filtrat et réactivité.

La densité est le premier paramètre de base caractérisant.

#### III-2-1- Impact des formulations étudiées sur l'environnement

Notre préoccupation constante lors de l'assemblage de ces formulations de boue de forage était protégée l'environnement quelle que soit l'utilisation ultérieure de ces boues. Mais les produits chimiques ne sont pas toujours respectueux de l'environnement, sauf si le dosage est correct. Faible comme dans les fongicides

### III-3- Formulations de la boue à base d'eau

Cette partie est consacrée à l'étude de l'influence de la lignine A et B sur le comportement rhéologique de la boue de forage à température  $T=50\text{ C}^\circ$  selon la norme (API 13A, 2004). Onze (11) formulations ont été préparées avec une substitution de des lignines. Voir le tableau III-1

On prépare les compositions avec lignine extrait (lignine A), et après on refait les mêmes formulations mais avec lignine commerciale (lignine B).

Tableau III-1 : Formulation de la boue à base d'eau dans un (500ml d'eau et  $T=50\text{C}^\circ$ ).

	Eau	Bentonite	KCl	NaCl	PAC	Xanthane	Lignine A	Lignine B
<b>F01</b>	500ml	30g	0g	0g	0g	0g	0g	0g
<b>F02</b>	500ml	30g	0g	0g	0g	0g	12g	12g
<b>F03</b>	500ml	30g	4g	0g	0g	0g	0g	0g
<b>F04</b>	500ml	30g	4g	0g	0g	0g	12g	12g
<b>F05</b>	500ml	30g	0g	4g	0g	0g	0g	0g
<b>F06</b>	500ml	30g	0g	4g	0g	0g	12g	12g
<b>F07</b>	500ml	30g	0g	0g	2.5g	0.5g	0g	0g
<b>F08</b>	500ml	30g	0g	0g	2.5g	0.5g	12g	12g
<b>F09</b>	500ml	30g	0g	4g	2.5g	0.5g	12g	12g
<b>F10</b>	500ml	30g	4g	0g	2.5g	0.5g	12g	12g
<b>F11</b>	500ml	30g	4g	4g	2.5g	0.5g	12g	12g

### III-4- Comportement rhéologique de la boue de forage à base d'eau

L'évolution des caractéristiques rhéologiques et physico-chimiques est étudiée pour des systèmes de fluides avec bentonite à pH entre 7 et 9.

Pour mesurer la viscosité on utilise deux viscosimètres : Fann et viscosimètre de Marsh).

Le Viscosimètre de Marsh entonnoir avec filtre, est un outil facile d'utilisation. Cet instrument est utilisé pour le contrôle rapide de la boue. La mesure obtenue est influencée sensiblement par le taux de gélification et par la densité de la boue.

Le Viscosimètre Fann est un viscosimètre rotatif à 8 vitesses de type couette. C'est une classe de viscosimètre qui permet de mesurer la viscosité d'un fluide introduit entre deux cylindres concentriques.

#### III-4-1- Rhéomètres rotatifs cylindriques

C'est la classe de rhéomètre la plus fréquemment utilisée. Dans ce type la substance étudiée est emprisonnée entre deux cylindres de révolution, coaxiaux, de rayons  $R_1$  et  $R_2$ , et de hauteur  $h$ . Le mouvement laminaire de cisaillement est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement de rotation uniforme de vitesse angulaire  $\omega_0$ , l'autre cylindre demeurant immobile. La substance se décompose en couches cylindriques coaxiales, animées de vitesses angulaires différentes, variant continûment de 0 (pour la couche en contact avec le cylindre fixe) à  $\omega_0$  (pour la

couche en contact avec le cylindre mobile). Par suite du mouvement relatif des couches les unes par rapport aux autres, il apparaît cisaillement.

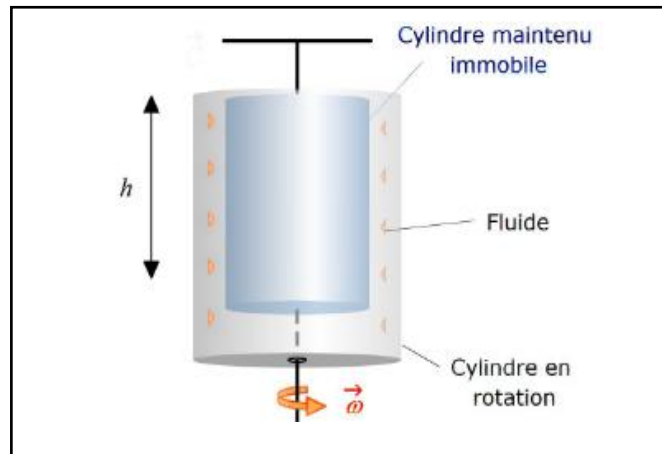


Figure III-10 : La géométrie Couette de viscosimètre

Le cylindre intérieur est suspendu à un fil torsion alors que le cylindre extérieur tourne à vitesse angulaire constante. L'angle d'équilibre donne accès à la viscosité du fluide contenu entre les deux cylindres.

### III-5- Comportement rhéologique de système bentonite/eau

Pour étudier l'effet de l'ajout de la lignine sur la rhéologie du système argile-eau, une suspension de bentonite (sans additif) et des mélanges bentonite-polymère de base par dispersion de la poudre de bentonite dans l'eau distillée est préparée.

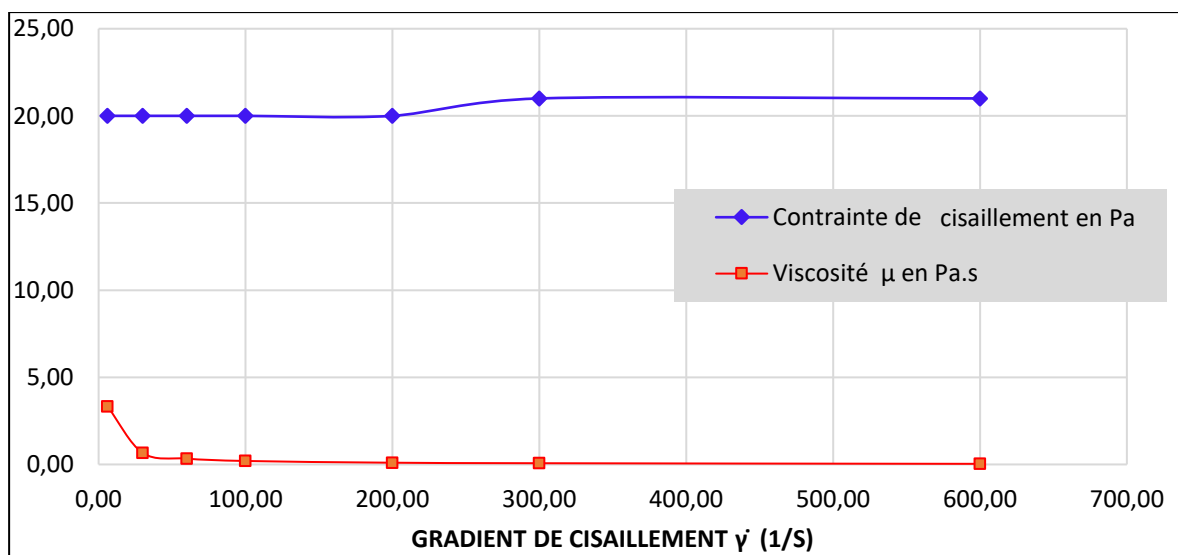


Figure III-11 : Comportement rhéologique  $\tau = f(\dot{\gamma})$  et  $\mu = f(\dot{\gamma})$  de la formulation F1 (eau/bentonite)  $T=50^{\circ}\text{C}$

La figure III-11 montre le comportement rhéologique de la formulation F1 (bentonite/eau).

D'après ces résultats, les boues diluées présentent un comportement newtonien en raison de l'absence d'interaction entre les solides en suspension. La contrainte sur le matériau est proportionnelle au taux de cisaillement. Cette relation n'est pas vraie si la substance est « concentrée ».

Dans ce cas, une caractérisation complète des propriétés rhéologiques revient à déterminer tous les paramètres de l'équation constitutive de F1 (équation 1).

$$\tau = 0.002\dot{\gamma} + 19,91 \quad (\text{Eq1})$$

Où :

$\tau$  : contrainte de cisaillement

$\dot{\gamma}$  : gradient de cisaillement

La courbe de tendance est représentée sur la figure suivante

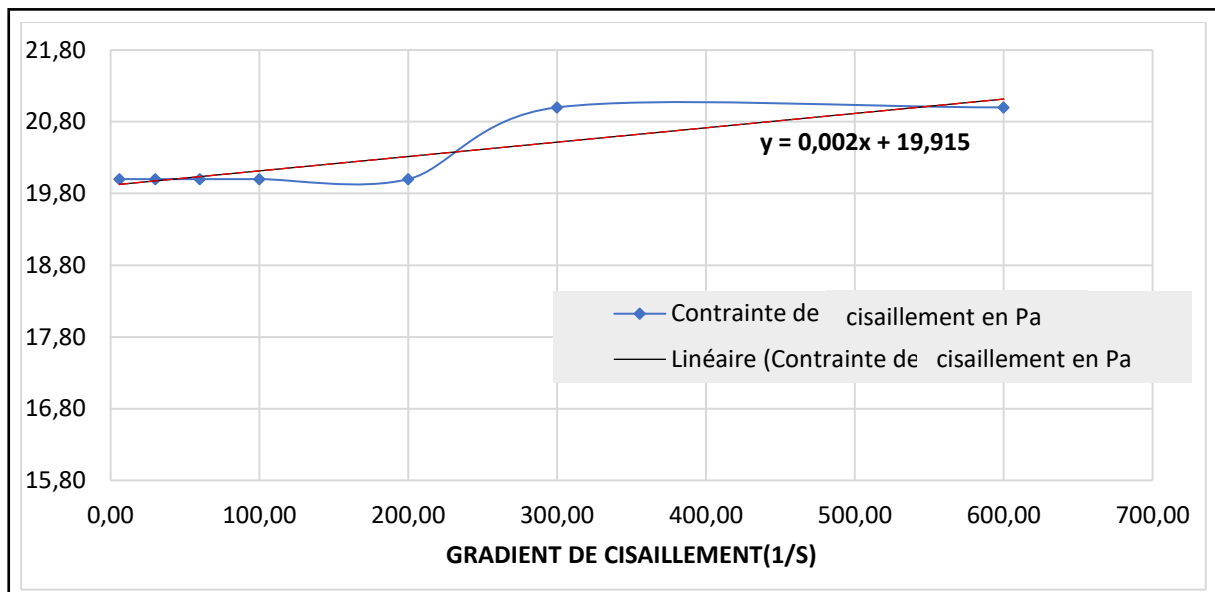


Figure III-12 : Courbe de tendance du comportement rhéologique  $\tau = f(\dot{\gamma})$  de la formulation F1 (eau/ bentonite)  $T=50C^{\circ}$

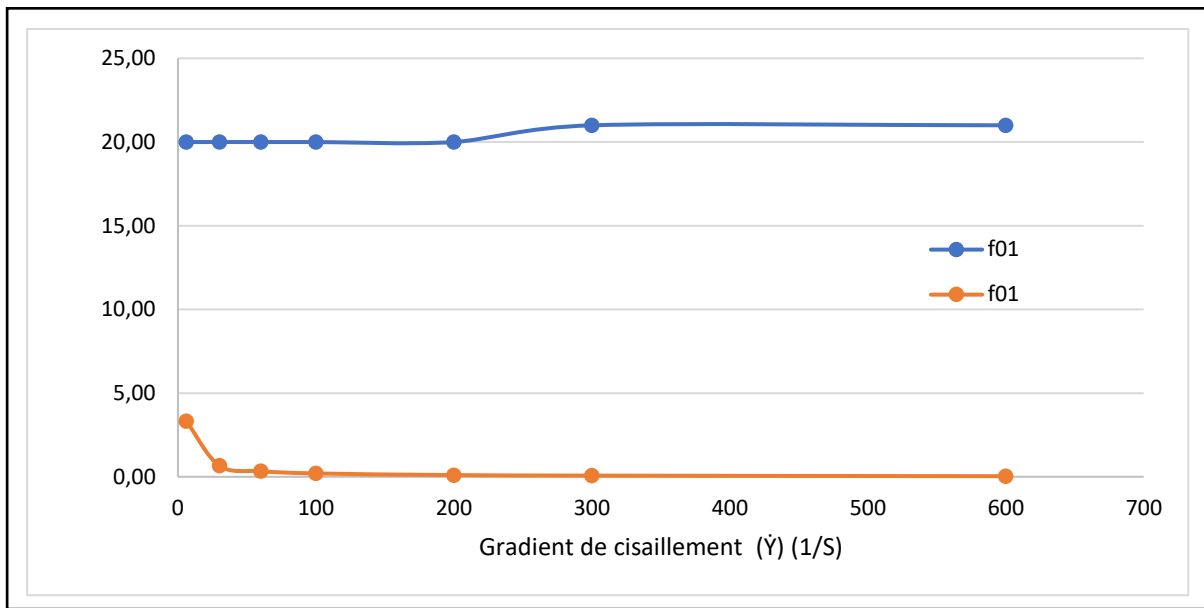


Figure III-13 : comportement rhéologique  $\sigma = f(\dot{\gamma})$  de la formulation F1 (eau/ bentonite)  $T=50C^\circ$

**III-6- Comportement rhéologique de fluide de forage à base de polymères et lignine**

Le comportement rhéologique des formulations du F1 à F11 de fluide de forage contenant des polymères et de la lignine a été testé à température de 50 C°.

Selon ces résultats, le système lignine / bentonite présente un comportement fluidifiant, avec une vitesse croissante conduisant à une perturbation structurelle due aux effets de cisaillement. « Comportement newtonien des liquides à un seul seuil ».

L’effet de deux lignines A et B, est mis en évidence sur les rhéogrammes suivantes

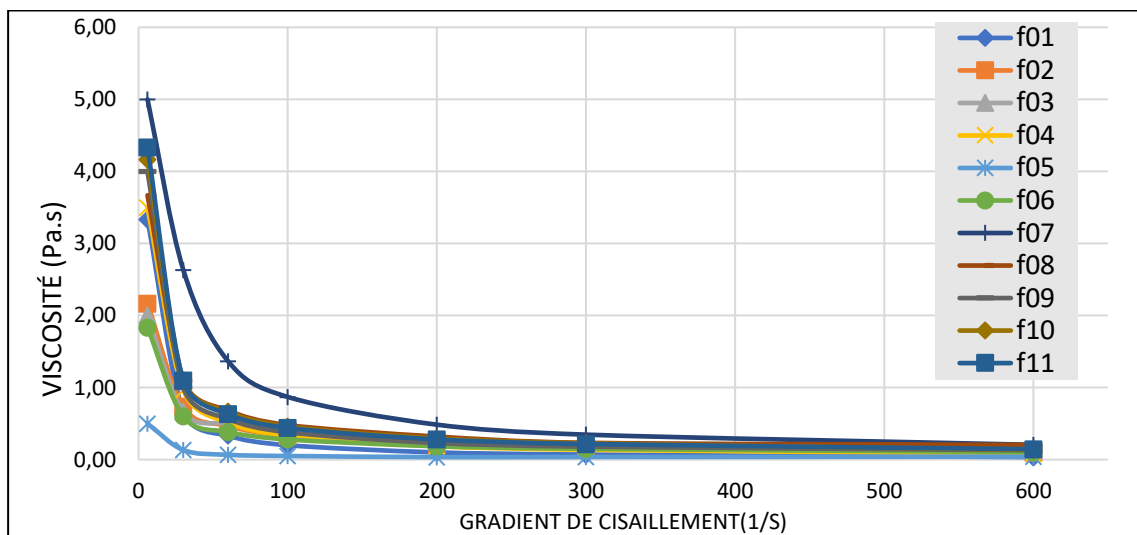


Figure III-14 : Rhéogramme de la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine A,  $T=50C^\circ$



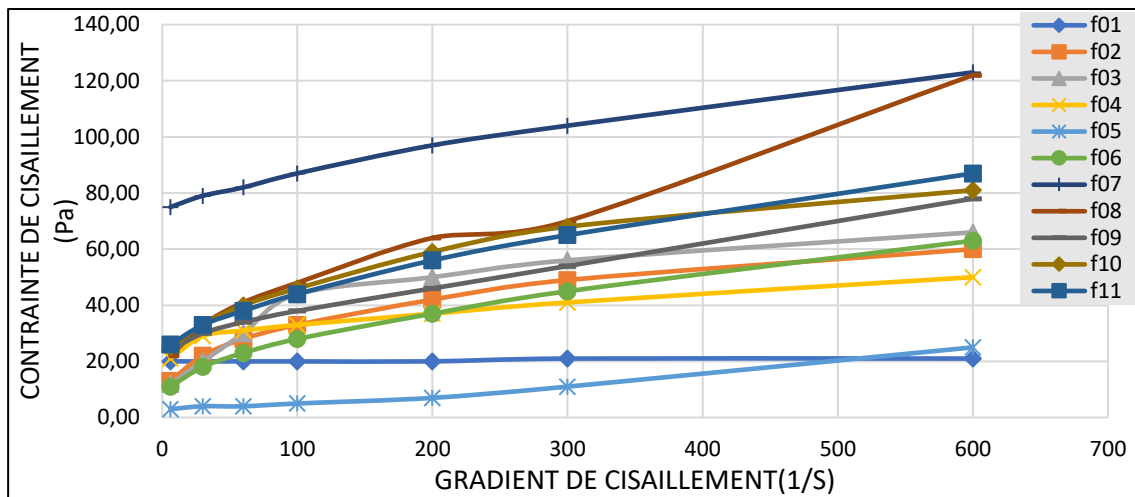


Figure III-15 : Rhéogramme de la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine A, T=50°C)

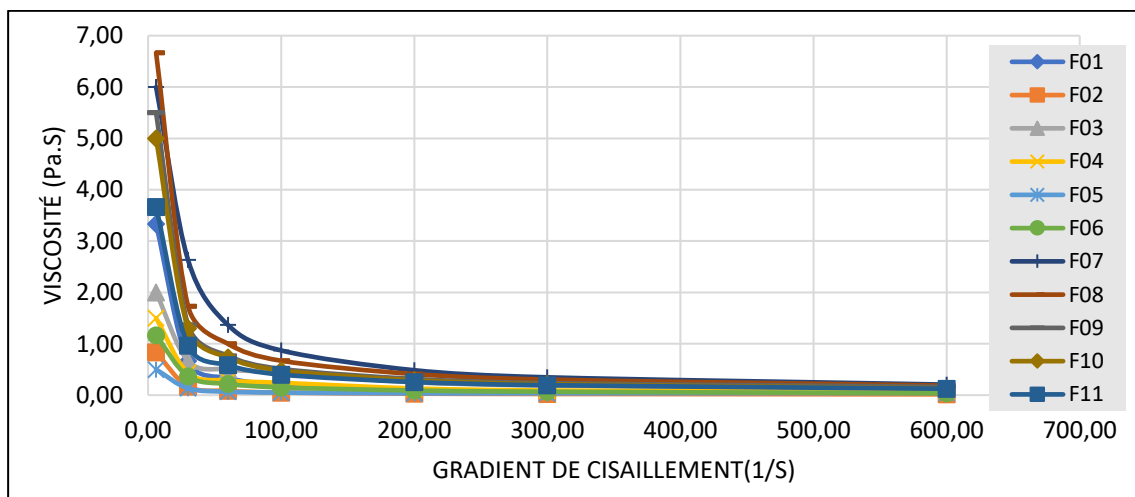


Figure III-16 : Rhéogramme de la variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine B, T=50°C)

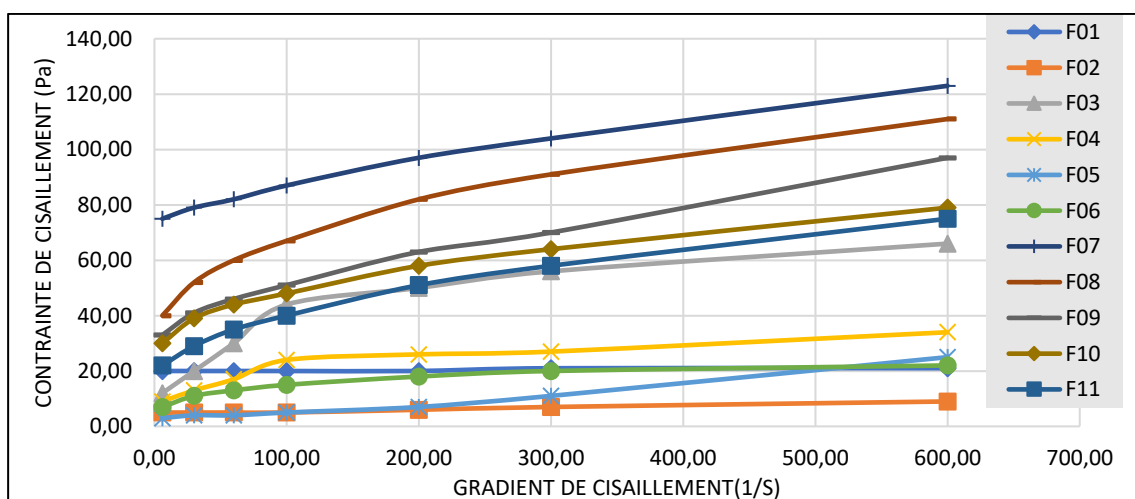


Figure III-17 : Rhéogramme de la variation de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement des formulations à base de la lignine B, T=50°C)

L'effet des deux lignines sur les différentes formulations de la boue de forage est très visible et similaire. Le comportement newtonien du système bentonite/eau est complètement affecté.

Le comportement rhéologique des boues de xanthane (F7, F8, F9, F10 et F11) dépend en premier lieu du degré d'association des molécules et donc du régime de concentration en polymère dans lequel on se place. La masse moléculaire est un paramètre qui influe amplement les résultats rhéologiques. Une fois dispersés dans l'eau, les molécules de haut poids moléculaire du xanthane forment des agrégats complexes par les liaisons hydrogènes et l'enchevêtrement des chaînes du polymère. En raison de ces réseaux fortement ordonnés, les solutions de xanthane montrent une viscosité élevée à faibles taux de cisaillement mais à plus grands taux on remarquera une diminution de la viscosité, dû à la désagrégation du réseau et à l'alignement des différentes macromolécules dans la direction du cisaillement.

Les formulations avec la lignine (F2, F4, F6, F8, F9, F10, et F11) montrent un écoulement à caractère pseudo plastique (rhéofluidifiant) obéissant au model rhéologique de loi de puissance, où la viscosité augmente avec l'ajout du PAC et diminuée avec l'augmentation du taux de cisaillement (F8, F9 et F11).

Pour la formulation (F5 et F6), on constate que lorsqu'on ajoute du sel (NaCl), les chaînes se replient et la solution devrait perdre de la viscosité. Les charges électrostatiques du motif de la lignine sont écartées. Les chaînons latéraux se replient et s'alignent le long du squelette principal en provoquant l'abaissement de la viscosité.

D'après les rhéogrammes dans la figure (III-15) et de la figure (III-17). Toutes les solutions montrent un écoulement non Newtonien, la même observation a été donnée par d'autres auteurs.

Les différents types de boue aux polymères et lignine avec lesquels on a travaillé indiquent un caractère rhéologique semblable du type loi de puissance (Figure III-18), le modèle rhéologique d'Ostwald de Waele a été retenu pour les dix systèmes :

Modèle d'Ostwald de Waele

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (\text{Eq 2})$$

Le comportement rhéologique de la formulation F6 est exprimée par le modèle d'Ostwald de Waele avec l'équation suivante

$$\tau = 25,191 \dot{\gamma}^{0,1656} \quad (\text{Eq 3})$$

Ou

k : Indice de consistance (Pa.sn)

n : Indice d'écoulement

$\dot{\gamma}$ : Gradient de Cisaillement

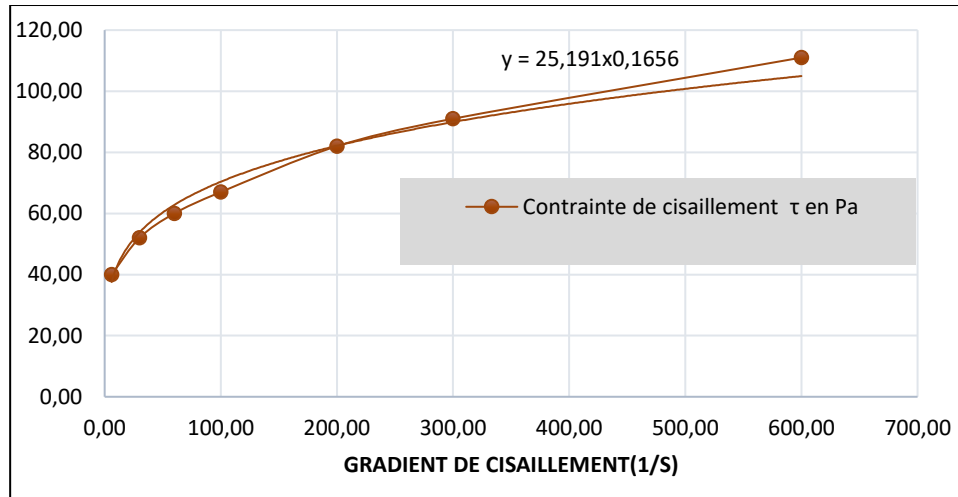


Figure III-18 : Courbe de tendance du comportement rhéologique  $\tau = f(\dot{\gamma})$  de la formulation F8 à  $T=50C^{\circ}$

D'après ces résultats, on constate l'effet visible de la lignine sur le l'écoulement de la boue de forage avec un comportement rhéofluidifiant différent d'une formulation à l'autre selon les ajouts. La loi rhéologique d'Ostwald de Waele s'est montrée comme étant la plus adéquate pour décrire le comportement rhéologique de ce type de substitution.

L'ajout de la lignine montre une bonne efficacité pour la stabilisation des cutines d'argiles. Cet additif ne colmate pas les pores, ne modifie pas la perméabilité des argiles et ne retarde pas la pénétration de la boue. Par conséquent, la lignine peut remplacer le polyacrylamide partiellement hydrolysé (PHPA) dans le système de fluides de forage en sa qualité de de fluidifiant ou dispersant.

La similarité du comportement avec les deux lignines, montre que la lignine A, extraite du palmier dattier au laboratoire a le même effet tensioactif et fluidifiant que la lignine commerciale. Cela mis en évidence ce polymère biosourcé et ouvre une nouvelle application d'une grande importance industrielle et écologique.

# **Conclusion Générale**

## Conclusion Générale

La valorisation de la lignine suscite un intérêt croissant depuis quelques années. Elle est le second bio-polymère le plus abondant de la biomasse après la cellulose, et représente environ 30% de la matière organique dans la biosphère.

Cette étude est menée dans le but d'avoir l'effet de la lignine commerciales (Lignine B) et la lignine extraite à partir des déchets de palmier dattier (Lignine A), sur le comportement rhéologique de la boue de forage à base d'eau. L'extraction de la lignine est réalisée selon le procédé kraft.

Une étude comparative des deux lignines sur leurs effets sur le comportement rhéologique de la boue de forage à base d'eau est réalisée. Pour cela, des formulations à base de biopolymère sont testées selon les normes API.

Les fluides utilisés sont à base d'argile et de biopolymères, de la gamme de xanthane et lignine, ces biopolymères sont de plus en plus utilisés en considération de leurs biodégradabilités et leurs structures moléculaires élevés permettant d'obtenir l'élévation de la viscosité.

La physico chimie des produits de base a été étudiée en utilisant la spectroscopie infrarouge a transformée de fourrier (FTIR), granulomètre à laser. L'analyse spectroscopique (FTIR) a démontré la composition chimique de la lignine. C'est une lignine représentée sous forme d'un copolymère d'unités phényl-popane (avec 09 carbones). Elle représente environ 18% en masse sèche de bois broyé. Les liaisons peuvent être des liaison éther ou des liaisons carbone/carbone.

A partir des analyses de granulomètre à laser, les lignine Kraft purifiées et la lignine commerciales ont des distributions granulométriques plus large que celle des argiles laissant à penser à la formation d'agglomérats des particules. La bentonite a une distribution uniforme et sans agglomérats. La médiane des tailles de la bentonite et lignine commerciale est respectivement de 9.09 $\mu\text{m}$  et 6.75 $\mu\text{m}$ . Plus leur granulométrie est importante et plus les particules risquent des s'agglomérer dans la boue.

Les morphologies au microscope électronique à balayage de la lignine révèle des structures spongieuses avec un degrés élevés d'agglomération dans le cas de la lignine extraite au laboratoire ( Lignine A) qui apparait manifestement comme une structure rocheuse avec une taille de particule différentes et une surface relativement poreuse. Cette structure poreuse facilite la solubilité de la lignine dans l'eau ce qui facilite son utilisation dans les boues de forage.

La rhéologie a été réalisée à l'aide de viscosimètre à contrainte imposée le RS600 et le modèle rhéologique a été dégagé. La détermination de la contrainte seuil, de l'indice de rhéofluidification et de la consistance donnent une idée sur les propriétés rhéologiques de la boue. Néanmoins, la présence des biopolymères exercent un effet direct sur la rhéologie des formulations étudiées.

D'après les résultats des tests rhéologiques, on constate un effet visible de la lignine sur l'écoulement de la boue de forage avec un comportement rhéofluidifiant différent d'une formulation à l'autre selon les ajouts. Le modèle rhéologique d'Ostwald de Waele s'est montrée comme étant la plus adéquat pour décrire le comportement rhéologique de ce type d'argile. Cet additif ne colmate pas les pores, ne modifie pas la perméabilité des argiles et ne retard pas la pénétration de la boue. Par conséquent, la lignine peut remplacer le polyacrylamide partiellement hydrolysé (PHPA) dans le système de fluides de forage en sa qualité de fluidifiant ou dispersant.

La lignine compose (20-30) % de la masse sèche du bois et initialement liée aux polysaccharides des cellules végétales. Elle constitue une ressource renouvelable abondante mais du fait de sa structure chimique complexe et hétérogène, le prétraitement du bois et l'utilisation d'un tel polymère naturel nécessite de surmonter plusieurs obstacles techniques et de réaliser des compromis entre pureté et rendement.

Les résultats trouvés, montre que la valorisation de la lignine est un des enjeux majeurs de la bioéconomie. Des technologies de prétraitement existent pour extraire la lignine de la biomasse lignocellulosique. Elles doivent cependant être optimisées et développées au niveau industriel. Les technologies de conversion de la lignine existent, certaines au stade du laboratoire, d'autres au stade industriel. Les grandes quantités de déchets de palmier dattier qui se trouvent dans les palmeraies algériennes, rend cette valorisation comme une solution unique aux industrie pétrolier afin d'élaborer des boues de forage biodégradables et non néfaste sur les écosystèmes écologiques.

**Annexe**

**Annexe A**

Tableau 1 : comportement rhéologique des formulations (T=ambiant) avec lignine commerciale.

La vitesse de cisaillement	6	30	60	100	200	300	600	Gel 10s	Gel 10min	Densité	Taux d'écoulements
F01	10	10	10	10	12	14	19	12	12	1,15	22,1
F02	9	19	26	32	41	46	46	7	7	2,6	12,45
F03	8	13	24	35	45	47	50	5	5	1,07	27,3
F04	14	15	16	17	20	23	29	16	16	2,6	37,76
F05	5	7	12	14	15	18	23	5	6	1,04	16,15
F06	7	10	12	14	18	22	21	9	9	2,6	12,81
F07	52	62	69	76	91	101	125	66	67	0,95	/
F08	20	28	33	39	50	58	81	39	33	0,86	/

**Annexe B**

Tableau 2 : comportement rhéologique des formulations (T=50c°) avec lignine extrait

	6	30	60	100	200	300	600	Gel 10s	Gel 10min	Densité	Taux d'écoulements
F01	20	20	20	20	20	21	21	21	16	1,15	24,02
F02	13	22	28	33	42	49	60	12	11	2,6	19,17
F03	12	20	30	44	50	56	66	8	6	1,07	37,74
F04	21	29	31	33	37	41	50	16	17	2,56	20,26
F05	3	4	4	5	7	11	25	3	3	0,87	15,6
F06	11	18	23	28	37	45	63	11	12	2,55	14,17
F07	75	79	82	87	97	104	123	96	96	0,95	/
F08	22	33	41	48	64	70	122	25	30	2,6	/
F09	24	30	34	38	46	54	78	52	44	0,81	/
F10	25	33	40	46	59	68	81	57	46	2,45	/
F11	26	33	38	44	56	65	87	37	32	0,91	/



## Annexe A

Tableau 3 : comportement rhéologique des formulations (T=50C°) avec lignine commerciale.

	6	30	60	100	200	300	600	Gel 10 s	Gel 10min	PH	Densité	Taux d'écoulement (s)
F01	20	20	20	20	20	21	21	21	16	8	1.15	13.92
F02	5	5	5	5	6	7	9	5	3	8	2.6	13.74
F03	12	20	30	44	50	56	66	8	6	8	1.07	27.30
F04	9	13	17	24	26	27	34	9	11	8	2.55	19.17
F05	3	4	4	5	7	11	25	3	3	8	1.04	15.60
F06	7	11	13	15	18	20	22	7	9	8	2.6	14.02
F07	75	79	82	87	97	104	123	96	96	8	1.02	/
F08	40	52	60	67	82	91	111	56	57	7	2.05	/
F09	33	41	46	51	63	70	97	41	42	7	0.85	/
F10	30	39	44	48	58	64	79	45	45	7	0.97	/
F11	22	29	35	40	51	58	75	46	35	7	0.84	/

# **Références Bibliographiques**

**Références bibliographiques**

- [1] Valbiom, « Molécules issues de la valorisation de la lignine », Jean-Luc Wertz, Mars 2015
- [2] F. Mermoud, Gazéification de charbon de bois à la vapeur d'eau : de la particule isolée au lit fixe continu, Thèse de doctorat à l'Institut National Polytechnique de Toulouse, juin 2006]
- [3] SAIDI Amina, Chargée d'Études, La biomasse lignocellulosique et la bioénergie. Division Bio-énergie & Environnement, N° 21 2011, page 4)
- [4] M.J. O'donohue et P. Debeire, Fractionnement de la biomasse lignocellulosique en synthon, la chimie vert, Lavoisier, 2006].
- [5] M.J. O'donohue, « La production de carburants à partir de bio-masse lignocelulosique par voie biologique : état de l'art et perspectives » Oléagineux, Corps gras, Lipides. Vol. 15 N° 3 pp. 172 - 177,2008
- [6] Y. Sun and J. Cheng ; « Hydrolysis of lignocellulosic materials for Ethanol Production : à Review » ; Bioresource Vol. 83, N°1 , pp. 1- 11,2002]
- [7] Université Clermont Auvergne École Doctorale THÈSE présentée par Maarouf ABDOU ALIO Production de bioéthanol à partir d'une biomasse lignocellulosique multi-ressources locale par prétraitement Organosolv et hydrolyse enzymatiq
- [8] M. Dallel, 2012 Evaluation du potentiel textile des fibres d'alfa (Stipa Tenacissima L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Thèse de Doctorat, Université de Haute Alsace.
- [9] Xue li, Lope G, Tabil, Satyannarayan Panigrahi, 2007, chemical Treatments of Natural Fibre for Use in Natural Fibre-Reinforced Composites : A Review, journal of polymers and the Environment.
- [10] John A. Dutton Institute for teaching and learning excellence, Alternative fuels from biomass sources. Egee 439. « <https://www.e-education.psu.edu/egee439/node/664> »
- [11] Aline Barbat, Extraction, Caractérisation chimique et valorisation biologique de hluécuroxylyanes bois de châtaigniers, Développement de nouveaux procédés dr délignification, Université de Limoges.
- [12] [D. N.S. Hon, Chemical modification of lignocellulosic materials, Marcel Dekker, Inc., New York, (1996)].
- [13] Lise Jouanin, Modification des lignines en vue d'améliorer les produits Végétaux : Exemples chez le le maïs et le peuplier Document Biologie cellulaire, Bulletin annuel ASF Association des Sélectionneurs Français, Vol, 57, 25-28, 2006.

- [14] [J. Biagiotti, D. Puglia, and J. M. Kenny, "A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres," *Journal of Natural Fibers*, vol. 1, pp. 37-68, 2004.].
- [15] S. Amroune, 2016, Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier. Thèse de Doctorat, Université du 08 mai 1945 Guelma.
- [16] Mulugeta Betmariyam, Tamiru Kefalew, (2022), Carbon stock estimation of mixed-age date palm (*Phoenix dactylifera* L.) farms in northeastern Ethiopia, *Heliyon*, Volume 8, 103177.
- [17] T.Date et al. « Tunisian date palm rachis used as an alternative source of fibres for papermaking applications », vol.6,p.265-281,2011
- [18] YEDJOUR Chaima., ZAIZ Ichrak, Etude de comportement de ponte de la pyrale des dattes *Ecomyelois ceratoniae* Zeller 1839, sur trois variétés des dattes (Ghars, Deglet Nour et Degla Beida) dans la région d'EL-OUED, 2018.
- [19] M.Gros-Balthazard., C.Newton., S.Ivorra, Margareta Tengberg., J.C.Pintaud., J.F.Terral., 2013, Origines et domestication du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.). état de l'art et perspectives d'études, *Rev. D'ethonécologie*.
- [20] M. Gros-Balthazarad, C.Newton, S.Ivorra, Margareta Tenbegberg, J-C Pintaud, J-F Terral, 2013, Origines et domestication du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L). État de l'art et perspectives d'étude, *Rev, D'ethnoécologie*.
- [21] S. Fadlaoui, "Application de la technique de modélisation de l'architecture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour la caractérisation des cultivars," Mémoire de Magister, Université de Biskra, Algérie, 2017
- [22] BELAROUSSI Mohamed EL Hafed, Etude de la production du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) variété Deglet Nour : cas des régions de Oued Mya et Oued Righ, 2019.
- [23] <https://dspace.univguelma.dz/jspui/bitstream/123456789/1332/1/M570.535%20BIOLOGIE.pdf>
- [24] DIHAMANI Mohammed., BAHAMID Abderrahmane. Caractérisation et évaluation de la diversité du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) dans la région d'Adrar Cas : Oasis de Tamentit, 2018.
- [25] Bouhoreira Abdelmomene, Skander Mohamed Fouad. Influence de la fraction massique d'un matériau bio-composite sur les comportements mécaniques. Spécialité : Fabrication Mécanique et productique.
- [26] HAMZA Nacer, Effet des différentes méthodes d'extractions de traitements des fibres végétales (palmier dattier) sur les propriétés mécaniques, 2020.

- [27] K.Murali Mohan Rao,K.Mohana Rao,2007, Extraction and tensile properties of natural fibres : Vakka, adte and bamboo Composite Structrues
- [28] K.Murali Mohan Rao,K.Mohana Rao,2007, Extraction and tensile properties of natural fibres : Vakka, adte and bamboo Composite Structrues
- [29] R.Tokoro..Minh Vu D.,K Okubo., T.Tanaka., T.fujii. 2008, How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers, J.Mater Sci
- [30] T.Djoudi ,M.Hecini, Y.Djebbloun., H.Djemai., 2018,Caractérisation Physicomécanique des Materieux Bio-Composites Epoxy/Fibres de Palmier Dattier (Material and amp ;Processes)
- [31] L.BENABOU,2013. Le Matériau Bois ; Structure Anatomique. Mécanique des solides déformables. ValBiom-Gembloux Agro Bio Tech.
- [32] file:///C:/Users/Mouhou/Downloads/BERRIMA\_2015\_archivage-4.pdf.
- [33] K.Murali Mohan Rao., K.Mohana Rao,2007, Extraction and tensile properties of naturel fibers : Vakka, date and bamboo Composite Structures
- [34] Zhang Qi,Chen Qian, Chen Jing Huan, Wang Kun, Yuan Sheng Guang, Sun Run Cang, (2015) Morphological variation of lignin biomacromolecules durin acid-pretreatment and biorefinery-based fractionation, Industrial Crops and Products, Vol. 77 10 1016/j.indcrop.2015.09.021.
- [35] Hirokazu Kobayashi, Hidetoshi Ohta, Atsushi Fukuoka. Conversion of lignocellulose into renewable chemicals by heterogeneous catalysis. Catalysis Science & Technology. 2012,2, 869-883. DOI : 10.1039/C2CY00500J
- [36] Alex RAKOTOVELO, Fragmentation enzymatique de la lignine pour l'obtention de synthons phénoliques,2016.
- [37] ADEME, « Etat de l'art sur la production de molécules chimiques issues du bois en France », Rapport final, Septembre 2015.
- [38] Lauri Lehtonen. Bio-based carbon materials for batteries. Division Biomaterials.2019
- [39] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/forages/>
- [40] Mohamed Khodja, les fluides de forage « ETUDE DES PERFORMANCES ET CONSIDERATIONS ENVIRONNEMENTALES ». Thèse de doctorat, 2008
- [41] Zhang Qi, Chen Qian, Chen Jing Huan, Wang Kun, Yuan Sheng Guang, un Run Cang (2015), Morphological variation of lignin biomacromolecules during acid-pretreatment and biorefinery-based fraction, Industrial Crops and Products, Vol.77 10 10.1016/j.indcrop.2015.09.021.

- [42] G.Delamballerie « boue à base d'huile », collection colloques et séminaires, vol 9, IFP Edition 1968
- [43] fourar karim. Amélioration des propriétés rhéologiques des fluides de forage à base de biopolymères : « application aux puits horizontaux ». Mémoire de magister, spécialité : sciences et génie des matériaux option : physique et mécanique
- [44] Lauri Lethtonen. Bio-based carbon materials for batteries.Division Biomaterials.2019.
- [45] Zoughlami wafa, Aoudia Abdzrak. Étude des propriétés interfaciales et inhibitrices des fluides de forage à base d'eau. Mémoire de master. Ecole National Polytechnique. 2010.
- [46] Khodja.M ,CANSELIER.J ,BERGAYA.F,KHODJA-SABER.M,(une nouvelle approche pour l'évaluation de l'inhibition des argiles par les fluides de forage,vol.14,page 131,2008
- [47] Khalida BENSETTI, Etude des performances d'un système de fluide de forage à base d'eau et optimisation de la concentration d'un inhibiteur de gonflement des argiles,2018.
- [48] Ben Friha Sadek, Makhlofi Khirddin. Etude comparative sur les fluides de forage à base d'eau et bas d'huile et leurs traitements. Spécialité : Génie du Pétrochimique, Master Académique. 2020.
- [49] IsaHasanov Sabarathinam Shanmugam TimoKikas, Extraction and isolation of lignin from ash tree (*Fraxinus excelsior*) with protic ionic liquids (PILs), 2022, <http://doi.org/10.2516/ogst/2013132>
- [50] BELHOUARI Ibrahim., LADJ Hamza, étude de conformité de la bentonite par dopage avec différents polymères dans la préparation des boues de forage,2016.
- [51] Xie W and Lecourtier J (1992). Xanthan behaviour in water-based drilling,38,155-164
- [52] Animeshchandra Haldar, Archana Chaudhari, Jayant Ekhe, R A Nandanwarb Adsorptive Removal of Malachite Green using the Coke Obtained from Pyrolysis of Industrial Waste Lignin, 2016 Journal of chemical, Biological and Physical Sciences.