REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

**UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA**

**F**aculté de **T**echnologie

**D**épartement du **G**énie des **P**rocédés et **E**nvironnement

# Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie de Procédés

Spécialité : Environnement.

---

## ETUDE DE L'ELABORATION ET LA CARACTERISATION PHYSICOCHIMIQUE DES HYDROGELS A BASE DE BIOPOLYMERES

---

Présenté par :

**BOUSSAIDANNE Chahira**

**BOUKHRIF Naima**

Proposé et Dirigé par :

**Dr ZOUAMBIA Yamina**

**Dr YOUCEF ETTOUMI Khadidja.**

Médéa, 2021/ 2022

## ملخص

في هذا العمل ، نحن مهتمون بصياغة الهلاميات المائية بناءً على بوليمر حيوي من أصل طبيعي وهو الكزانثان باستخدام $CaCl_2$ كعامل تبلور. تمت دراسة تأثير تركيز الكزانثان و $CaCl_2$ على تركيبة الهلاميات المائية. تمت دراسة الهلاميات المائية التي تم الحصول عليها عن طريق التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء ، من خلال دراسة ملامح الانتفاخ في وسائط الأس الهيدروجيني المختلفة ودراسة الخواص اللزجة. تعتمد صلابة الهلاميات المائية بشكل أساسي على تركيز البوليمر وعلى وجود $CaCl_2$ بكمية كافية. تم تسجيل معدل انتفاخ أفضل بواسطة الهلاميات المائية مع 3٪ كزانثان وحده. تم تطوير الأغشية القائمة على الهلاميات المائية المركبة بطريقة التكوّن بالهلام. تم استخدام الأغشية المطورة كدعم ماص للجزيئات العضوية (الفوسين الأساسي).



**الكلمات المفتاحية**: الهلاميات المائية ، الزانثان ، التورم ، السلوك الريولوجي ، الأغشية ، الامتزاز.

## *RESUME*

Dans de ce travail, nous sommes intéressés à la formulation des hydrogels à base d'un biopolymère d'origine naturelle qui est le xanthane en utilisant le $CaCl_2$ comme agent de gélification. L'effet de la concentration du xanthane et du $CaCl_2$ sur la formulation des hydrogels a été étudié. Les hydrogels obtenus ont été caractérisés par spectroscopie IR, par l'étude des profils de gonflement dans différents de milieux de pH et par l'étude des propriétés viscosimétriques. La rigidité des hydrogels dépend principalement de la concentration du polymère et par la présence de $CaCl_2$ en quantité suffisante. Un meilleur taux de gonflement a été enregistré par les hydrogels avec 3% en xanthane seul. Des membranes à base des hydrogels formulées ont été élaborées par la méthode de gélification. Les membranes élaborées ont été utilisées comme support adsorbant des molécules organiques (la fuscine basique).



**Mot clés** : Hydrogels, Xanthane, Gonflement, Comportement rhéologique, Membranes, Adsorption.

## *ABSTRACT*

In this work, we are interested in the formulation of hydrogels based on a biopolymer of natural origin which is xanthan using CaCl2 as a gelling agent. The effect of xanthan concentration and $CaCl_2$ on hydrogel formulation was studied. The hydrogels obtained were characterized by IR spectroscopy, by the study of swelling profiles in different pH media and by the study of viscometric properties. The rigidity of hydrogels depends mainly on the concentration of the polymer and on the presence of $CaCl_2$ in sufficient quantity. A better swelling rate was recorded by hydrogels with 3% xanthan alone. Membranes based on the formulated hydrogels were developed by the gelation method. The membranes developed were used as an adsorbent support for organic molecules (basic fuscin).



Key words: Hydrogels, Xanthan, Swelling, Rheological behavior, Membranes, Adsorption.

# REMERCIEMENT

*Tout d'abord nous tenons à remercier ALLAH pour nous avoir donné le courage, la force et la volonté pour réussir et de nous avoir éclairci le chemin tout au long de notre vie.*

*Nous remercions Mme Zouambia Yamina et Mme Youcef Ettoumi Khadidja pour nous encadrer dans ce projet de fin d'étude.Elles nous ont dirigées et accompagnées de très près, à vrai dire pas à pas, jour par jour, et avec beaucoup de patience.*

*Nous remercions tous nos enseignants, collègues et personnels du département de Génie des Procédés pour tout ce qu'ils nous ont apporté pour l'avancement et l'aboutissement de ce travail*

*Nous remercions toutes les personnes qui nous ont soutenues de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.*

# DEDICACE

*Je remercie DIEU pour m'avoir donné la force d'accomplir ce travail*

*A ma chère maman et à l'âme de mon père, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de ma vie et mes études.*

*A mes chères sœurs et frères, pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.*

*A mes amies d'études 2année master GPE, ainsi*

*qu'à toutes les personnes qui m'ont encouragé et aidé le long de mes études.*

***Naima***

# DEDICACE

*Je remercie DIEU pour m'avoir donné la force d'accomplir Ce travail*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.*

*À mon mari Mohamed qui m'a aidé tout au long de mes Etudes*

*A toute ma famille.*

*A mes chères sœur et frères pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.*

*À tous Mes amies ainsi qu'à toutes les personnes qui m'ont encouragé et aidé le long de mes études.*

***Chahira***

# SOMMEIRE

*Résumé*

*Remerciements*

*Table des matières*

*Liste des tableaux*

*Liste des figures*

*Liste des symboles et abréviations*

*INTRODUCTION GENERALE* ..... *1*

**I.1-Biopolymères** ..... **2**

I.1.1-Définition ..... 2

I.1.2-Classification des biopolymères ..... 2

**I.1.3-Avantages et inconvénients du biopolymère** ..... 3

I.1.3.1-Avantages du biopolymère ..... 3

I.1.3.2-Inconvénients ..... 4

I.1.4-Applications des biopolymères ..... 4

**I.3.-Polysaccharides** ..... **5**

I.3.1-Définition ..... 5

I.3.2-Origine des polysaccharides ..... 5

I.3.3-Classification des polysaccharides ..... 6

**I.4-Xanthane** ..... **7**

I.4.1-Présentation du Xanthane ..... 7

I.4.2-Origine du xanthane ..... 7

I.4.3-Structure du xanthane: ..... 7

I.4.4-Propriétés de la gomme xanthane ..... 9

I.4.4.1-Solubilité ..... 9

I.4.4.2-La viscosité ..... 9

I.4.4.3-Propriétés rhéologiques ..... 9

I.4.4.4-Applications ..... 10

**I.5- Hydrogels ..... 11**
I.5.1-Définition ..... 11
I.5.2- Classification des hydrogels ..... 11
I.5.3-Méthodes de fabrication des hydrogels ..... 12
I.5.4-Domaine d'application ..... 13
**II.1 Introduction ..... 14**
**II.2 Matériels et produits utilisés ..... 14**
II.2.1 Matériels ..... 14
II.2.1 Produits ..... 14
**II.3 Formulation des hydrogels ..... 15**
II.3.1 formulation des hydrogels à base de xanthane seul ..... 15
II.3.2 formulation des hydrogels en présence du calcium ..... 15
**II.4 Caractérisation physico-chimiques et rhéologiques des hydrogels formés ..... 15**
II.4.1 Aspect général ..... 15
II.4.2 Caractérisation FTIR ..... 17
II.4.2.1-Protocole expérimental ..... 17
II.4.2.2-Résultats et discussion ..... 17
II.4.3-Cinétique de gonflement ..... 20
II.4.3.1-Protocole expérimental ..... 20
II.4.3.3-Résultats et discussion ..... 20
II.4.4-Comportement Rhéologique ..... 22
II.4.4.1-Protocole expérimental ..... 22
II.4.4.2-Résultats et discussion ..... 23
**II.5 Préparation des membranes de xanthane et en $CaCl_2$ ..... 24**
II.5.1-Protocole expérimental ..... 24
II.5.2-Résultats et discussion ..... 24
**II.6 Application ..... 25**
II.6.1-Protocole expérimental ..... 25

II.6.2-Courbe d'étalonnage ..... 25

*CONCLUSION GENERALE* ..... *27*

*Référence bibliographique :* ..... *29*

# LISTE DES FIGURES

Figure I. 1 Classification des biopolymères ..... 3
Figure I. 2 Quelques applications pour les bioplastiques ..... 4
Figure I. 3 Image microscopique de la bactérie Xanthomonas. ..... 7
Figure I. 4 Structure chimique du xanthane ..... 8
Figure I. 5 Schéma de la structure des hydrogels cationiques(a) et des hydrogels anioniques(b) ..... 12

Figure II. 1 Structure de Xantane ..... 15
Figure II. 2 Aspects macroscopiques des hydrogels de Xanthane seul ..... 16
Figure II. 3 Aspects macroscopiques des hydrogels de Xanthane en présence de CaCl2 ..... 16
Figure II. 4 Spectres FTIR de xanthane en poudre ..... 17
Figure II. 5 Spectres FTIR (3% eau distillé) ..... 18
Figure II. 6 Spectres FTIR (3% cacl2 0.5) ..... 18
Figure II. 7 Spectres FTIR (3% cacl2 2M) ..... 19
Figure II. 8 Cinétique de gonflement des hydrogels de xanthane seul aux différents pH ..... 21
Figure II. 9 Courbes d'écoulement des hydrogels à base de xanthane seul ..... 23
Figure II. 10 Courbes d'écoulement des hydrogels à base de xanthane+ CaCl2 (2M) ..... 24
Figure II. 11 Aspect des membranes formulées ..... 25
Figure II. 12 Courbe d'étalonnage de la fuscine basique ..... 26

# LISE DES TABLEAUX

Tableau I. 1 Répartition de quelques polysaccharides en fonction de leur origine ..... 5
Tableau I. 2 Méthodes couramment utilisées pour la fabrication des hydrogels. ..... 12

Tableau II. 1 Différentes bandes caractéristiques du spectre FTIR du xanthane ..... 20
Tableau II. 2 Résultats d'étude de Cinétique de gonflement des hydrogels de xanthane +$CaCl_2$ (2M) aux différents pH……23

# LISTE DES ABRÉVIATIONS

FTIR :Spectrophotometre Infrarouge à Transformation de Fourier

M : molarité.

$M_g$ : masse du gel à l'état gonflé

$M_i$: masse du gel à l'état initial

s : second

# INTRODUCTION

# INTRODUCTION GENERALE

Les hydrogels et leurs technologies de mise en forme ont largement évolué et trouvent des applications dans de très nombreux domaines, tels que l'industrie agroalimentaire, l'agriculture, la pharmacie ou encore le domaine médical. **[1]** :

Les hydrogels forment des réseaux tridimensionnels composés de polymères à caractère hydrophile et potentiellement biocompatible. Ces matériaux contiennent deux phases une phase solide formée par le réseau polymérique, et une seconde phase liquide (aqueuse). De par leur affinité avec l'eau, les hydrogels sont capables d'absorber pour certains plus de 1000 fois leur masse sèche. La synergie de ces deux phases permet donc d'obtenir des matériaux à caractère mou et élastique.

Les hydrogels peuvent être classés en deux catégories différentes en fonction de leur origine naturelle ou synthétique. Il est également possible de fabriquer des hydrogels composés de polymère naturel et synthétique.

Notre travail se situe dans ce contexte et consiste à formuler un hydrogel à base d'un biopolymère naturel qui est le xanthane d'origine microbienne. Les hydrogels obtenus sont caractérisés du point de vue profil de gonflement, rhéologie et structure chimique, puis ils sont utilisés dans l'élaboration des membranes pour une éventuelle application dans le domaine environnemental.

Pour ce faire, le manuscrit est donc structuré en deux grandes parties. La première partie propose une mise au point bibliographique mettant l'accent sur les principaux volets qui sont les biopolymères, les polysaccharides notamment le xanthane, et les hydrogels. Une deuxième partie qui sera consacré à l'aspect pratique de ce travail, elle décrit en détail la mise en hydrogels de xanthane seul et en présence de $CaCl_2$ sous différentes concentrations, leurs caractérisation physicochimiques et rhéologique, et finalement, comme application, leur utilisation comme systèmes adsorbants des molécules organiques.

Ce travail est, enfin, clôturé par une conclusion générale récapitulant les principaux résultats obtenus et les perspectives envisagées.

# CHAPITRE I

## SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

## I.1-Biopolymères

### I.1.1-Définition

Les polymères sont des molécules très grandes, appelées macromolécules et construites à partir de molécules plus petites, les monomères.

Le polymère linéaire est le plus simple des arrangements de monomères. Des chaînes linéaires peuvent également présenter des ramifications **[2].**

Les différentes chaînes de polymères peuvent être liées entre elles, par des liens chimiques (covalents) ou physiques (hydrogènes, ioniques, hydrophobiques). On parle de polymère réticulé**[3].**

Les biopolymères sont des polymères présents dans des organismes vivants ou synthétisés par ceux-ci. Ils comprennent notamment les polymères provenant de ressources renouvelables qu'on peut polymériser pour fabriquer des bioplastiques. **[2]**

Les biopolymères peuvent regrouper à la fois les macromolécules biobasées, les macromolécules biodégradables et les macromolécules biocompatibles. Les polymères biobasés, comme catégorie importante des produits biobasés, sont des molécules issues partiellement ou totalement de la biomasse. Ils proviennent donc en tout ou en partie dematières premières renouvelables. **[4]**

Un polymère biodégradable est formé de molécules décomposables et assimilables pardes micro-organismes vivants dans le milieu naturel. Un polymère composable est un polymère dont la biodégradation va donner de l'eau, du $CO_2$, des composés inorganiques et de la biomasse sans laisser de résidus toxiques**. [5]**

Les polymères biobasés ne sont pas nécessairement biodégradables, de même que les polymères issus de ressources fossiles ne sont pas nécessairement non biodégradables. **[4]**

### I.1.2-Classification des biopolymères

« Biopolymères » est un terme générique qui regroupe trois grandes catégories sur la base des matières premières d'origine et des caractéristiques de dégradation biologique. On différencie ainsi :

- Les biopolymères provenant de matières premières renouvelables et biodégradables.
- Les biopolymères provenant de matières premières renouvelables non biodégradables.
- Les biopolymères provenant de matières premières fossiles et biodégradables.

Chacune de ces catégories se divise elle-même en plusieurs classes. La catégorie la plus intéressante et par conséquent la plus importante, est celle des plastiques biodégradables provenant de matières premières renouvelables. Du fait qu'ils ne présentent aucune réaction

impliquant le $CO_2$ et qu'ils peuvent être compostés, les produits de cette catégorie sont des « plastiques biologiques » authentiques. On distingue plusieurs groupes à l'intérieur de cette catégorie :

- ✓ Les biopolymères provenant de matières premières renouvelables, biodégradables, synthétisées par les micro-organismes
- ✓ Les biopolymères biodégradables provenant de matières végétales
- ✓ Les biopolymères biodégradables d'origine animale **[9]**

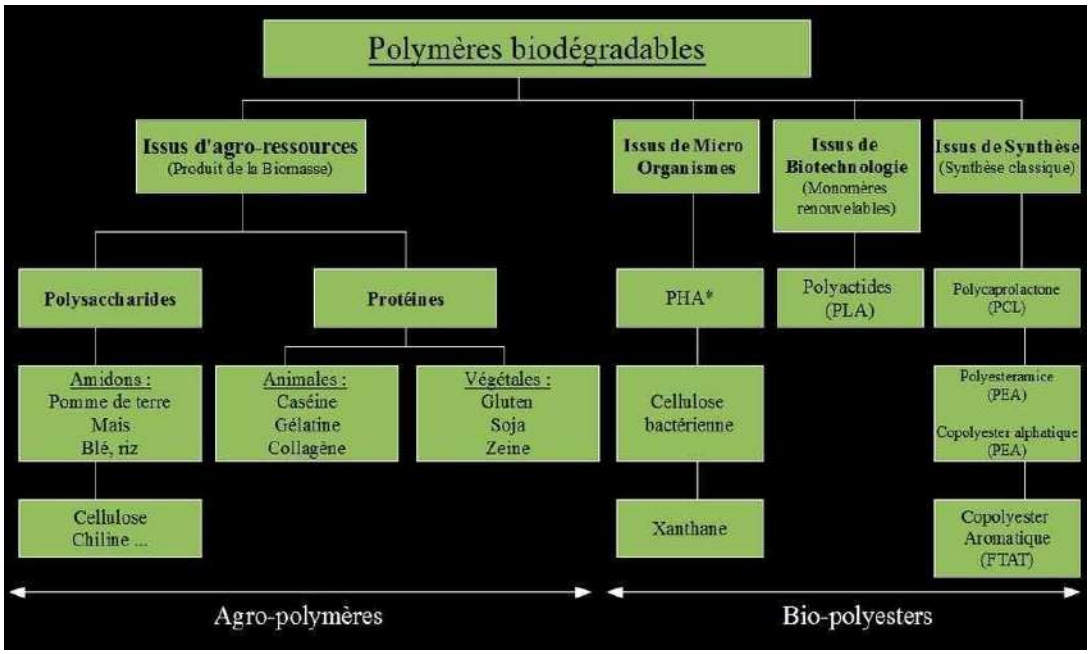



Figure I. 1 Classification des biopolymères

**[3]**

### I.1.3-Avantages et inconvénients du biopolymère

#### I.1.3.1-Avantages du biopolymère

Les nouvelles fonctionnalités apportées par ces nouveaux matériaux sont :

- Une fin de vie contrôlée (biodégradation ) .
- Une biocompatibilité ou un comportement bactéricide/fongicide (biomédical,),
- L'intégration de matériaux renouvelables en substitution de matériaux fossiles,
- Une toxicité réduite (matériaux respectueux de l'environnement de la santé),
- Eviter d'enterrer les déchets et fournir plus de zones de terres agricoles et urbaines
- Réduire la pollution de l'air lors de la combustion des déchets. **[8]**

### I.1.3.2-Inconvénients

- Structure fragile et mauvaise cohérence.
- Décomposition rapide parfois.
- Faible résistance thermique.
- Faible souplesse.
- Faible propriétés barrières.
- le moins économique. [3]

### I.1.4-Applications des biopolymères

Les applications des bio-polymères reposent sur leur principale propriété qui consiste en leur caractère biodégradable, en plus ne sont pas polluants, ils peuvent même être compostéset donc servir à favoriser la croissance d'autres végétaux [**6**]

Le plus souvent, bon nombre de cesbio-polymères sont utilisés en tant que biomatériaux dans le domaine médical, en agriculture, en sports et aussi dans l'emballage alimentaire. Ces biopolymères sont aussi utilisés comme mousses et chips d'emballage vêtements textiles jetables ou dans le traitement des eaux polluées comme par exemple la chitine et le chitosane **[7]**




Figure I. 2 Quelques applications pour les bioplastiques

## I.3.-Polysaccharides

### I.3.1-Définition

Les polysaccharides constituent la famille de biopolymères les plus répondus et les plus utilisés. Appelés également glycanes ou polyosides. Ce sont des macromolécules carbohydrates constituées par l'enchaînement linéaire ou ramifié d'un grand nombre de motifs mono-saccharidiques connectés par des liaisons de nature glycosidique. Le nombre important d'oses disponibles avec différentes structures et fonctions chimiques confère à ces biopolymères une grande diversité dans leur structure et propriété (nature d'enchaînement, longueur des chaînes, taux de ramification dans le cas d'un polysaccharide ramifié, …) **[10].**

### I.3.2-Origine des polysaccharides

Les polysaccharides sont produits à partir d'une grande variété de ressources renouvelables provenant de la biomasse, c'est-à-dire les végétaux, les animaux, les bactéries, les champignons et levures. Walter a essayé de répartir les polysaccharides selon leur origine **[11]** comme le montre le tableau suivant (Tableau I-1).

Tableau I. 1 Répartition de quelques polysaccharides en fonction de leur origine

**[11]**

| Origine | Exemples de polysaccharide |
|---|---|
| Végétale terrestre | Amidon, cellulose, pectine, gomme de guar, gomme karaya |
| Végétale marine | Alginate, carraghénanes, agar-agar, ulvane |
| Animale | Acide hyaluronique,chitine, glycogène |
| Bactérienne | Dextrane, xanthane, gellane, curdlane, acide hyaluronique |
| Fongique | Pullulane |

### I.3.3-Classification des polysaccharides

Dans la littérature, les chercheurs ont essayé aussi de classifier les polysaccharides. Une première classification est basée sur leur structure et plus précisément sur leur composition en unités monosaccharidiques. Lorsqu'ils sont constitués d'un enchaînement d'un seul type d'unités osidiques, les polysaccharides sont dits homopolysaccharides. Ils peuvent être linéaires (amylose, cellulose, chitine) ou encore ramifiés (amylopectine, glycogène). Tandis que lorsque le squelette est formé de plusieurs types d'unités osidiques, les polysaccharides sont dits hétéropolysaccharides. Les arabinoxylanes à titre d'exemple sont composés d'un mélange mixte d'arabinose et de xylose. Les ramifications sont aussi présentes chez les hétéropolysaccharides mais elles suivent des enchaînements simples **[12].**

Cette diversité de composition structurale et saccharidique confère à ces biopolymères des rôles différents et primordiaux dans la survie et la protection des organismes à partir des quels ils proviennent. En conséquence, il est aussi possible de classer les polysaccharides d'après leurs fonctions biologiques et de les diviser en trois catégories :

- Les polysaccharides de structure ayant un rôle mécanique apportant rigidité et élasticité aux cellules vivantes contribuant ainsi à leur protection (cellulose, chitine, pectine). Ils sont par définition peu ou pas solubles dans l'eau.
- Les polysaccharides de réserve constituent les sources de l'énergie pour les cellules végétales et animales par le stockage des sucres riches en énergie (amidon, glycogène, caroube).
- Les polysaccharides produits par des micro-organismes sont connus sous le nom d'exopolysaccharides. Leur rôle est d'aider le développement des microorganismes et de les protéger contre le dessèchement en assurant la présence d'eau à proximité (acide hyaluronique, dextrane, xanthane).

Enfin, il est également possible de classer les polysaccharides selon leur caractère neutre ou ionique (anioniques et plus rarement cationiques).

## I.4-Xanthane

### I.4.1-Présentation du Xanthane

Le xanthane est un polymère hydrophile épaississant largement utilisé dans l'industrie alimentaire ainsi que dans l'industrie cosmétique **[13]**. Il rentre dans la formulation des produits cosmétiques à une concentration comprise entre 0.2 à 1% **[14]** du fait de ses propriétés remarquables suivantes:

- Il est compatible avec de nombreuses espèces chimiques non-cationiques (tensioactifs, sels, conservateurs…), vue son caractère anionique très marqué.
- Sa dispersion et son hydratation dans l'eau froide sont favorisées par les charges répulsives portées par ses fonctions acides (pyruvate, carboxylate).
- Il est peu sensible à la température, à la dépolymérisation en milieu acide, aux forces ioniques élevées, aux enzymes et aux variations de pH sur une large gamme (3-9) **[15]**
- Il présente un caractère rhéofluidifiant marqué qui gouverne ses propriétésd'usage,
- Il peut présenter des propriétés filmogènes **[15].**

### I.4.2-Origine du xanthane

Le xanthane ou la gomme xanthane (GX) est obtenue par la fermentation aérobie de sucres par la bactérie **Xanthomonascampestris** (figure I.3) **[16]**. La bactérie produit la gomme grâce à un organe spécifique à la surface de la cellule, et est ensuite sécrétée dans le milieu environnant. Le xanthane peut ensuite être précipitée avec de l'alcool isopropylique afin de le récupérer. Puis, une succession d'étapes est nécessaire : séchage, broyage, purification, différents traitements…, afin d'obtenir le xanthane sous forme d'une poudre utilisable.

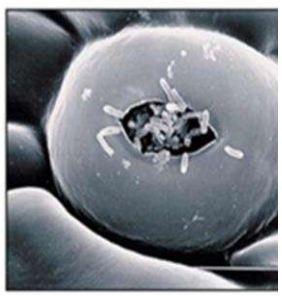


Figure I. 3 Image microscopique de la bactérie Xanthomonas.

### I.4.3-Structure du xanthane:

C'est un hétéro-polysaccharide de haute masse molaire ($1{,}5.10^6$- $5.10^6$ g/mol) selon la fermentation. La chaîne principale est formée d'unités D-glucose liées en β (1→4), tout comme la

cellulose, et sur laquelle sont branchées des chaînes latérales. Il y a un branchement latéral tri-osidique tous les 2 glucoses, composé d'un α-D-mannose, d'un acide β-D-glucuronique et d'un β-D-mannose terminal (figure I.4). L'α-D-mannose est généralement acétylé sur le carbone 6, et environ 30 %des β-D-mannoses portent un groupement pyruvate chélatée entre les carbones 4 et 6 **[17].**

La présence d'acide glucuronique et d'acide pyruvique confère à la gomme xanthane un caractère anionique marqué. Les contre-ions les plus couramment rencontrés sont $Na^+$, $K^+$ et $Ca^{2+}$ **[18].**

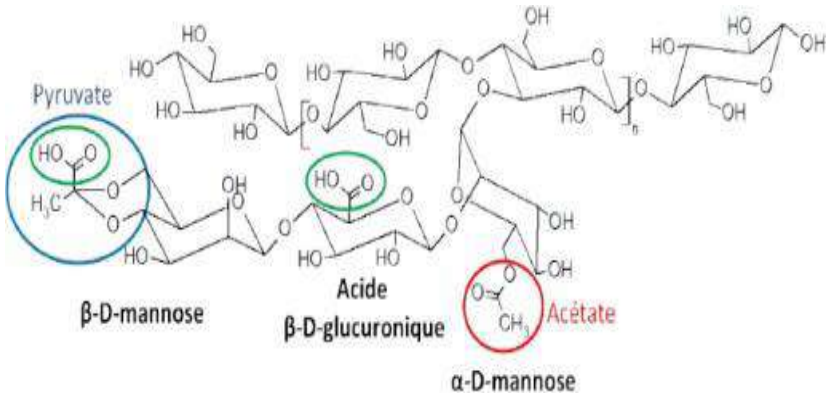



Figure I. 4 Structure chimique du xanthane

**[19]**.

Trois fonctions apparaissent sur les cycles de la chaîne latérale du motif :

- Un groupement acétate sur le cycle le plus proche du squelette principal.
- Un acide glucuronique sur le cycle intermédiaire.
- Un acide pyruvique sur le cycle terminal.

La molécule du xanthane peut changer de conformation d'un état ordonné à un état désordonné à une température appelée « température de transition conformationnelle (Tm) ». Il peut être soit en conformation de double hélice **[20]** semblable à celle trouvée dans l'état cristallin avec les chaînes latérales repliées et alignées le long de la chaîne principale, soit en conformation pelote. La conformation du xanthane peut être caractérisée par la rhéologie et bien d'autres techniques de caractérisation.

La $T_m$ du xanthane dépend de sa structure (teneur en groupements acétates et pyruvates et son poids moléculaire) ainsi que du pH et de la force ionique du milieu. Elleest généralement comprise entre 40 et 70°C. A une température >Tm, le xanthane est beaucoup plus flexible et une chute de viscosité du système est observée. Lors du refroidissement, le système se réorganise et adopte un nouvel état d'équilibre **[21]**.

### I.4.4-Propriétés de la gomme xanthane

**[22]**

La rigidité structurelle moléculaire de ce caoutchouc lui confère des propriétés inhabituelles telles que la stabilité à la chaleur, la tolérance aux solutions acides, acides et basiques. Présente une viscosité stable dans de larges plages de température et résistance à la dégradation enzymatique.

#### I.4.4.1-Solubilité

Il n'est pas soluble dans les solvants organiques. Il est facilement soluble dans les hautes et basses températures. Il doit d'abord être complètement dissout dans de l'eau puis ajouter le solvant choisi sous agitation continue.

#### I.4.4.2-La viscosité

Les solutions aqueuses de gomme xanthane sont très visqueux. Cette viscosité n'est pas affectée par la température ni dans le point de congélation ni dans le point d'ébullition. C'est pourquoi il est choisi par l'industrie alimentaire car les propriétés des produits finaux dans lesquels ils sont utilisés restent indistinctement, qu'ils soient réfrigérés, à température ambiante ou même dans des zones chaudes.

#### I.4.4.3-Propriétés rhéologiques

Les solutions de gomme xanthane ou de xanthane sont pseudo-plastiques, caractéristique importante dans la stabilisation des suspensions et des émulsions. Cette propriété pseudo-plastique améliore les caractéristiques sensorielles du produit final et garantit un degré élevé de mélange, pompé et versé.

Toutes ces propriétés font de la gomme de xanthane un ingrédient très prisé dans l'industrie alimentaire, car elle offre de nombreux avantages. Une excellente alternative pour les cœliaques dans la préparation des pâtisseries, laisser le pain éponger, potentialiser le goût et permettre le stockage au froid ou au chaud. **[22].**

### I.4.4.4-Applications

Les applications de la gomme de xanthane dans l'industrie alimentaire et dans la préparation d'aliments maison sont nombreuses et variées.

En effet, grâce à sa nature et à ses propriétés, il est possible d'ajouter de la texture, de la saveur, de la viscosité et substituts tels que certains additifs, conservateurs ou gluten qui sont nocifs pour la santé pris en excès ou à qui certaines personnes sont allergiques.

- **Boulangerie**

La gomme de xanthane est principalement utilisée dans les produits de boulangerie car elle les aide à mieux éponger en remplaçant le gluten dans les recettes, mais son utilisation est tout aussi efficace dans d'autres types d'aliments.

- **Glace**

Le xanthane est efficace dans la fabrication de la crème glacée, car il ralentit la formation de cristaux dans la congélation, il en résulte un produit beaucoup plus crémeux.

- **Boissons industrielles et emballées aromatisées**

Pour les boissons contenant de la pulpe de fruit, la gomme xanthane est utilisé pour maintenir les fruits en suspension, ce qui leur donne une meilleure apparence.

Pour cette capacité à garder en suspension des éléments solides qui ne sont pas solubles dans les liquides, la gomme de xanthane est largement utilisée dans les boissons industrialisées, car elle est également compatible avec le reste des ingrédients.

- **Produits faibles en gras**

Une utilisation incroyable du xanthane ou de la gomme de xanthane est que les aliments à faible teneur en calories sont appliqués pour remplacer la sensation agréable produite par les aliments gras.

Au lait de coco clair, on ajoute cette gomme pour compenser le manque de graisse.

- **Sirops**

La gomme améliore la fluidité et l'adhésion des sirops aux fruits de la crème glacée ou des pancakes.

- **Applications pharmaceutiques et cosmétiques**

La gomme xanthane est utilisée comme épaississant dans les sirops ou comme stabilisant dans les émulsions pour l'industrie pharmaceutique. Pour les cosmétiques, il est utile pour la stabilité qu'il procure au pH, la température, les sels et les acides, ainsi que les changements de forces tels

que l'agitation, ainsi les produits de nettoyage, les crèmes et les masques sont largement utilisés **[23].**

## I.5- Hydrogels

### I.5.1-Définition

Les hydrogels sont des réseaux tridimensionnels de polymères hydrophiles ayant la capacité d'absorber de très grande quantité d'eau ou de fluide biologique, sans se dissoudre et sans perdre leur structure. Ce réseau tridimensionnel est formé par la réticulation des chaînes de polymère, par des liens covalents (réticulation chimique) ou par des liens hydrogènes, ioniques ou hydrophobiques (réticulation physique). [**11**] La présence de groupes hydrophiles dans leur structure, tels que des groupements hydroxyde (-OH-), carboxyle (-COOH), amide (-CONH- ou–$CONH_2$-) ou sulfonique (-$SO_3H$-), permet cette grande absorption d'eau qui les caractérise.

La proportion d'eau à l'intérieur de la structure d'hydrogel est caractérisée par trois paramètres critiques, à savoir la fraction volumique de polymère à l'état gonflé, le poids moléculaire moyen entre eux réticulations ainsi que de la taille de maille du réseau**.[24]**

### I.5.2- Classification des hydrogels

Il existe différentes manières de classer les hydrogels. Selon la voie de synthèse, les hydrogels sont classés en homopolymères, copolymères et multipolymères. Les hydrogels d'homopolymère sont préparés à partir d'un seul type de monomère hydrophile. Les hydrogels de copolymères comprennent deux types de monomères et, des hydrogels multipolymères sont préparés à partir de trois ou plusieurs monomères. Basé sur des structures physiques de réseaux, les hydrogels peuvent être amorphes, semi-cristallins, des hydrogels à structure de liaison hydrogène, supermolécules et agrégats hydrocolloïdes **[24].**

En termes de charges ioniques présentes dans un réseau de polymères, les hydrogels sont classés en anioniques, cationiques, neutres et ampholitiques. Comme l'illustre la Figure I.5, les hydrogels anioniques contiennent généralement des ions négatifs liés au polymère réseau alors que les hydrogels cationiques incluent des ions positifs fixés. Logiquement, les hydrogels neutres doivent avoir un nombre égal de positifs et des ions négatifs. **[14].**

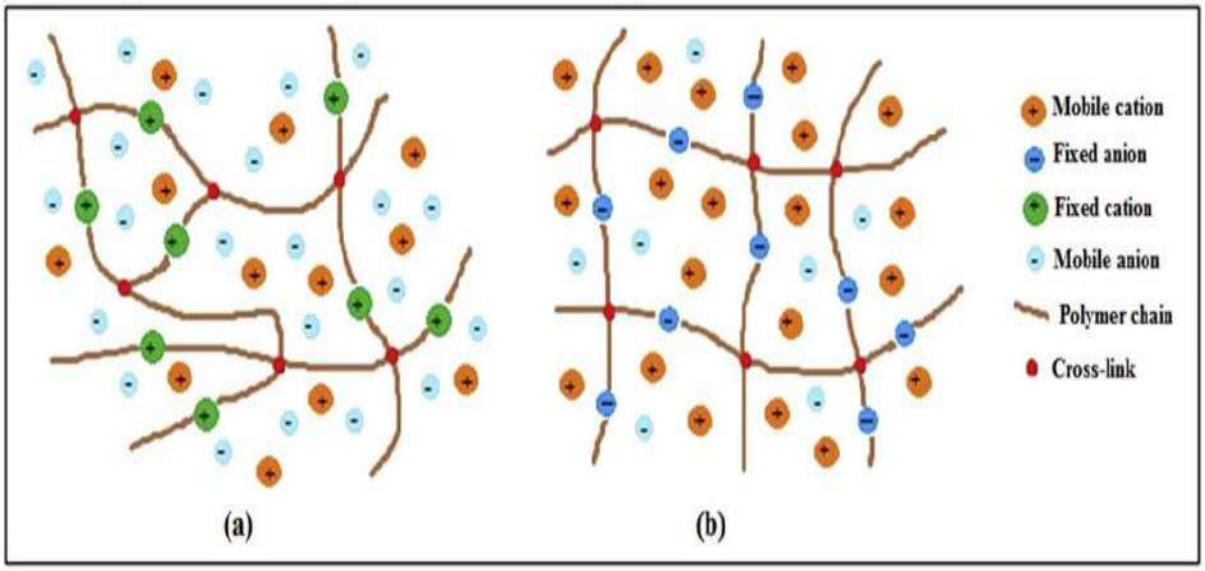



Figure I. 5 Schéma de la structure des hydrogels cationiques(a) et des hydrogels anioniques(b)

### I.5.3-Méthodes de fabrication des hydrogels

De ce fait, en fonction du type de propriété souhaitée, deux méthodes de fabrication des hydrogels permettent d'obtenir soit un hydrogel « permanent » soit un hydrogel « réversible ». Les principales méthodes de synthèse chimiques ou physiques pour la fabrication d'hydrogels, sont résumées dans le tableau I.2 ci-dessous. [1]

**Tableau I. 2 Méthodes couramment utilisées pour la fabrication des hydrogels**

| Hydrogels réversibles (Physiques) | Hydrogels permanents (Chimiques) |
|---|---|
| - Chauffage ou refroidissement d'une solution (ex. agarose ou gélatine dans l'eau)<br>- Diminution du pH pour former un gel par liaisons hydrogènes entre deux polymères en solution aqueuse (ex. PEG)<br>- Mélange de solutions d'un polyanion et d'un polycation pour former un gel sous forme de coacervat complexe (ex. alginate de sodium plus polylysine)<br>- Gélification d'une solution de polyélectrolyte avec un ion multivalent de charge opposée (ex. alginate de sodium + calcium) | - Irradiation (ex. irradiation (ex :$UV^{84}$) de PEO dans l'eau)<br>- Réticulation chimique (ex. traitement du collagène avec du glutaraldéhyde)<br>- Copolymérisation d'un monomère par un agent réticulant en solution<br>- Polymérisation d'un monomère dans un polymère solide différent pour former un réseau interpénétré (ex. acrylonitrile + amidon)<br>- Conversion chimique d'un polymère hydrophobe en hydrogel (ex. hydrolyse partielle de poly (acétate de vinyle) $PVA_c$ - PVA) |

### I.5.4-Domaine d'application

Les hydrogels et leurs technologies de mise en forme ont largement évolué et trouvent des applications dans de très nombreux domaines, tels que l'industrie agroalimentaire, l'agriculture, la pharmacie ou encore le médical. A l'heure actuelle, l'ingénierie tissulaire développe ces matériaux pour reconstituer la peau par exemple, mais également comme vecteur médicamenteux qui permet de contenir un principe actif (PA) et de contrôler sa libération. [1]

# CHAPITRE II

# ETUDE EXPERIMENTALE

## II.1 Introduction

L'étude expérimentale, réalisée au sein des laboratoires du hall technologique de l'université de Médéa, a pour objectif l'élaboration et la caractérisation physicochimique des hydrogels à base d'un biopolymère qui est le xanthane. Pour ce faire, nous avons suit les points suivants :

- Formulation des hydrogels à base de xanthane seul et en présence de $CaCl_2$ sous différentes concentrations.
- Caractérisation physico-chimiques et rhéologique des hydrogels formés.
- Application des hydrogels formés comme systèmes adsorbants des molécules organiques (colorant)

## II.2 Matériels et produits utilisés

### II.2.1 Matériels

L'ensemble du matériel utilisé pour la réalisation des expériences est le suivant :

- Balance électronique : Adventurer TM (max =100 g/500g)
- Agitateur: Adventurer TM (max =100 g/410g)
- Spectrophotomètre IR a Transformé de Fourier : BRUKER TENSORII
- Viscosimètre
- Spectrophotomètre IR (BRUKER TENSON II) ʎ =549 nm
- Etuve à température maximale 205C°

### II.2.1 Produits

Les produits chimiques utilisés, ainsi que leurs propriétés sont :

- Chlorure de calcium ($CaCl_2$) dont la masse molaire est égale à 110.98g/mol
- Acide Acétique($CH_3COOH$) dont la masse molaire est égale à 60.05g/mol.
- Hydroxyde de Sodium (NaOH).
- Eau distillé.
- Fuscine.
- Xanthane : c'est une poudre fine, dont la couleur varie du jaunâtre à l'incolore, pratiquement inodore. La forme Xanthane est habituellement employée pour son pouvoir gélifiant. Figure II.1 représente la structure chimique du Xanthane.

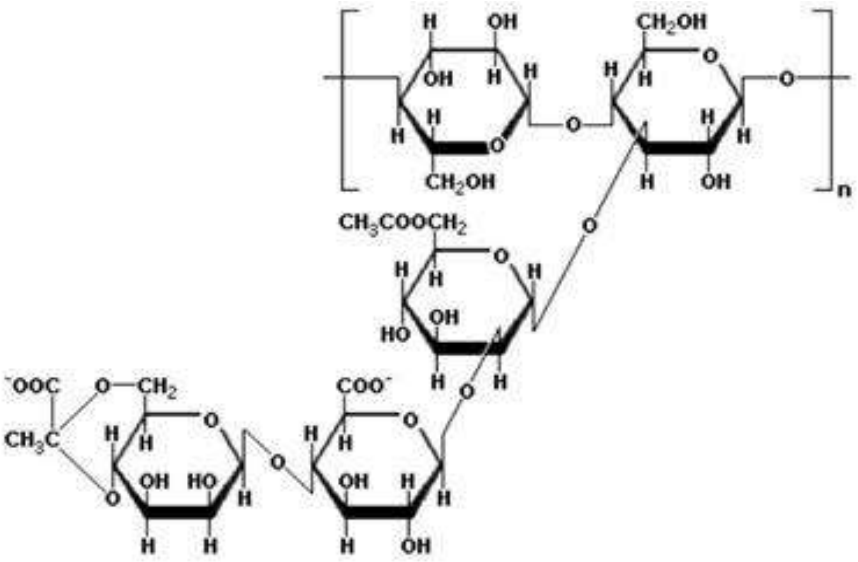


Figure II. 1 Structure de Xantane

[25]

## II.3 Formulation des hydrogels

### II.3.1 formulation des hydrogels à base de xanthane seul

On prépare les hydrogels à base de xanthane à différentes concentrations (0.5%, 1%, 1.5%, 2%, 2.5%, 3%), en faisant disperser le biopolymère dans des béchers contenant une quantité suffisante d'eau pour former 100g de mélange. La dispersion de polymère se fait sous agitation magnétique (1200 trs/min), à une température ambiante pendant 25min. Les hydrogels sont couverts et laissés au repos pendant 24h.

### II.3.2 formulation des hydrogels en présence du $CaCl_2$

Le xanthane a été dissous à différentes concentrations en poids par agitation magnétique (1200 trs/min) à température ambiante, dans des solutions à différentes concentrations de $CaCl_2$ (0.5M, 2M) pendant 25 min. Les hydrogels ainsi obtenus sont couverts et laissés au repos pendant 24h.

## II.4 Caractérisation physico-chimiques et rhéologiques des hydrogels formés

### II.4.1 Aspect général

Toutes les formulations préparées ont été soumises à des analyses visuelles et organoleptiques telles que l'aspect et l'homogénéité. Les formulations avec des concentrations de 2.5% et 3% en xanthane seul présentent un aspect ferme comme le montre la figure II.2. Alors que les autres

formulations restent pratiquement sous forme liquide. Cela s'explique certainement par la quantité élevée en xanthane.

L'observation macroscopique des formulations de xanthane en présence de $CaCl_2$ (2M) présentent une rigidité plus que celle obtenue pour les hydrogels en xanthane seul ou avec un 0.5M de $CaCl_2$. Cela est peut être justifié par l'effet de pontage du $CaCl_2$.

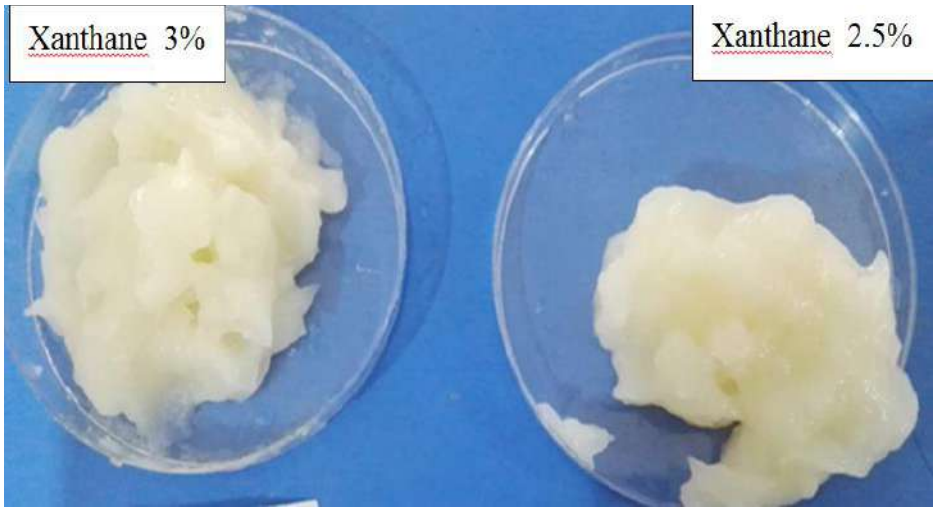



Figure II. 2 Aspects macroscopiques des hydrogels de Xanthane seul

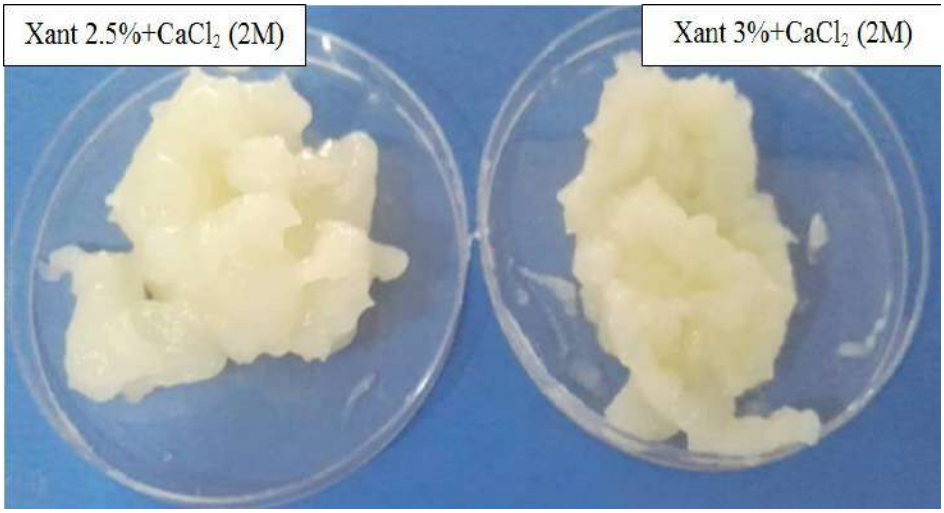



Figure II. 3 Aspects macroscopiques des hydrogels de Xanthane en présence de CaCl2

### II.4.2 Caractérisation FTIR

#### II.4.2.1-Protocole expérimental

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectrophotomètre IR (BRUKER TENSOR II). Les spectres d'absorption infrarouge sont enregistrés dans la gamme de nombres d'ondes comprise entre 400 et 4000 $cm^{-1}$. Les hydrogels formulés sont directement déposés (sans préparation préalable) sous forme des membranes sèches. Alors que le xanthane sous forme de poudre, est broyé en présence de KBr et le mélange obtenu est ensuite comprimé pour former une pastille translucide.

#### II.4.2.2-Résultats et discussion

Le spectre FTIR du xanthane est présenté dans la figure II.4. L'analyse de cette figure a permis de cerner les principaux pics caractéristiques de la gomme xanthane utilisée et qui sont récapitulés dans le tableau III.2.

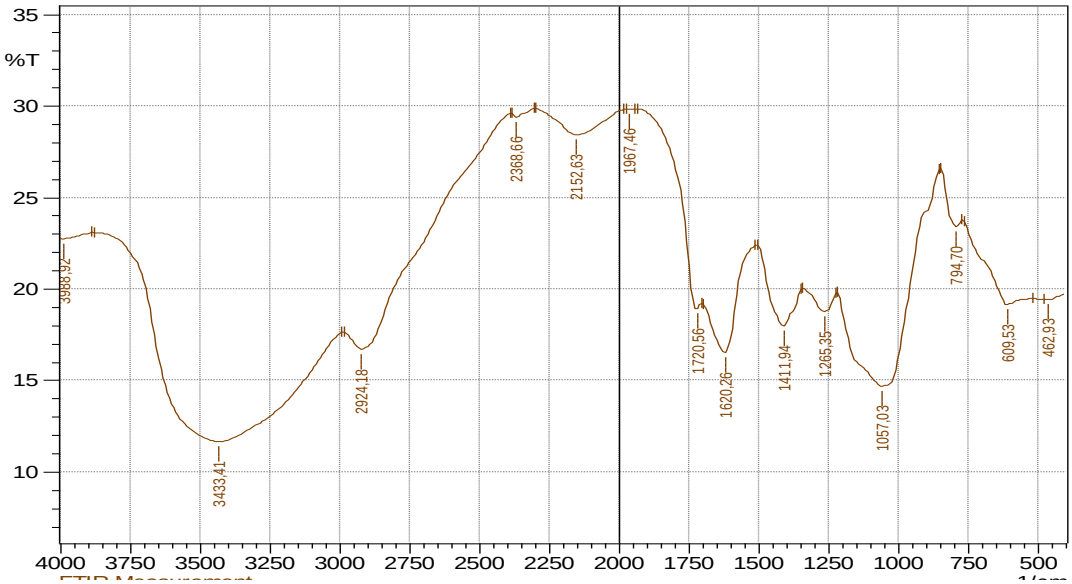



Figure II. 4 Spectre FTIR de xanthane en poudre

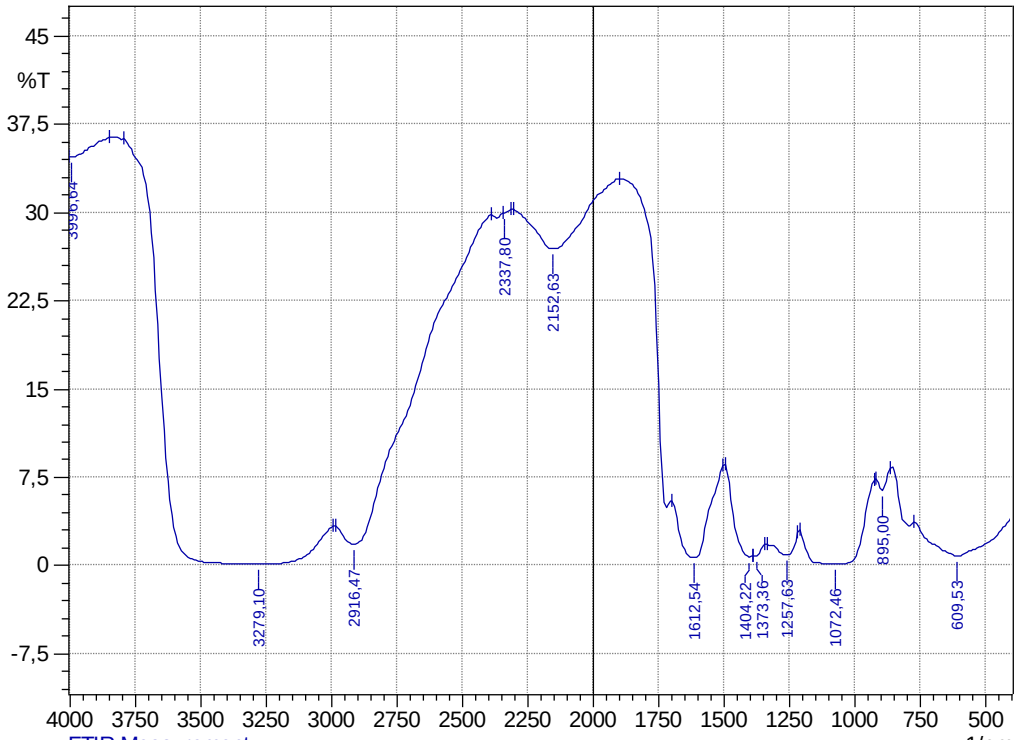



Figure II. 5 Spectre FTIR de 3% xanthane

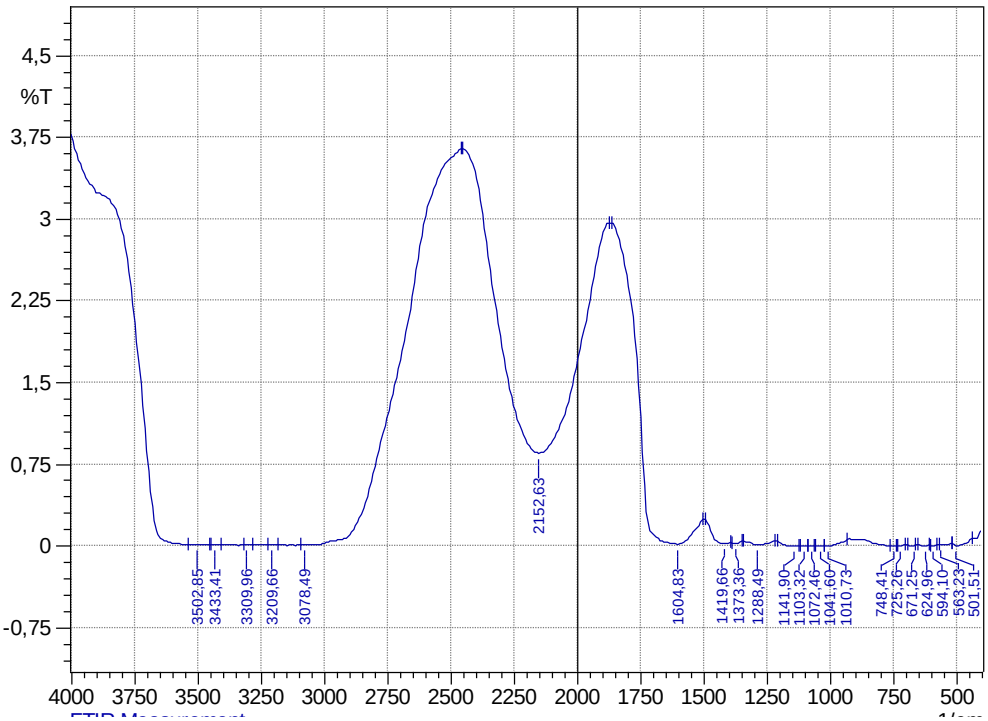



Figure II. 6 Spectre FTIR de 3% de xanthane+ 0.5M $CaCl_2$

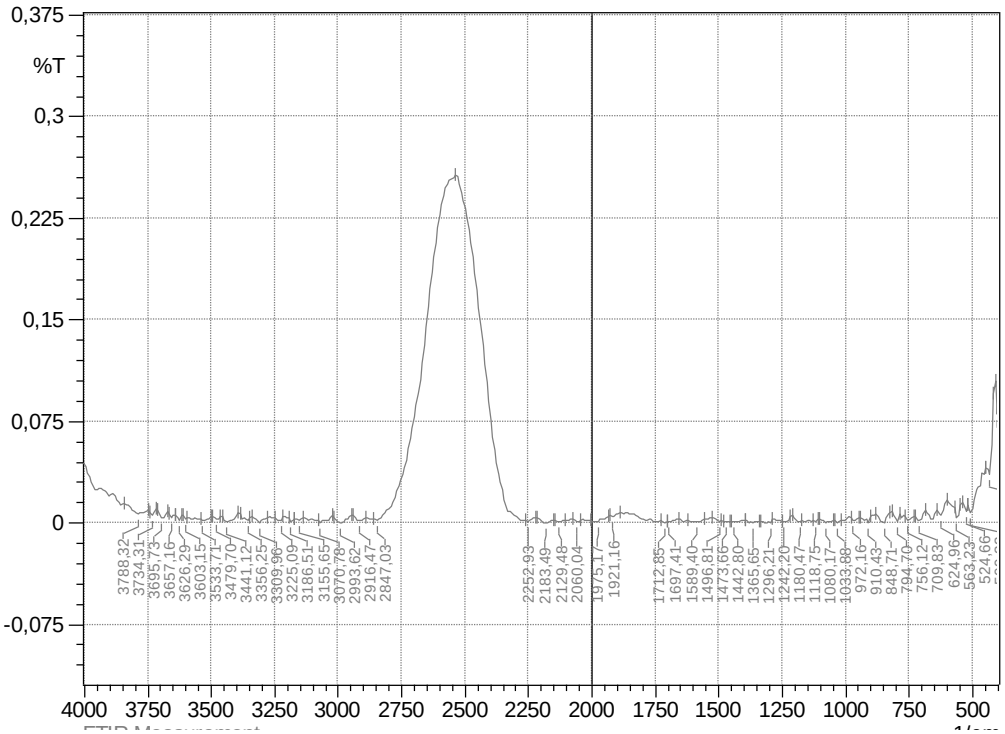



Figure II. 7 Spectre FTIR de 3% de xanthane+ 2M $CaCl_2$

Tableau II. 1 Différentes bandes caractéristiques du spectre FTIR du xanthane

| **Bandes d'absorption** | **Attribution** |
|---|---|
| 3433.41 | Liaisons O-H des groupements alcool |
| 2924.18 | Liaisons C-H aliphatique (-$CH_2$ ou -$CH_3$) |
| 1720.56 | Liaisons C=O du groupement acétate |
| 1620.26 | Liaison C=O des ions carboxyles $COO^-$ (carboxylate) |
| 1411.94<br>1265.35 | Liaison C=O des groupements $COO^-$<br>Liaisons C-OH alcooliques |
| 1057.03 | Liaison C-OH des alcools primaire et secondaire<br>Liaison C-O-C du cycle |

### II.4.3-Cinétique de gonflement

#### II.4.3.1-Protocole expérimental

Les hydrogels préparés sont mis à l'intérieur des béchers et ensuite plongés dans différentes milieux **(**Milieu neutre pH= 7, Milieu acide pH =4 Milieu basique pH=10). On pèse les gels (**$m_i$**) étudiés avant leur immersion dans les différents milieux de dissolution. A des intervalles de temps régulier, les échantillons de hydrogels sont retirés du milieu, séchés sur papier filtre pour enlever l'excès du liquide puis pesés (**$m_g$**).

Le taux de gonflement est calculé selon l'Eq. II.1.

$$\text{Taux de gonflement} = \frac{m_g - m_i}{m_i} * 100 \qquad \text{(II.1)}$$

Où $m_i$ est la masse de l'hydrogel à l'état initial et, $m_g$ est sa masse à l'état gonflé.

#### II.4.3.3-Résultats et discussion

Les résultats de cinétique de gonflement effectué sur les hydrogels à base de xanthane seul aux différents milieux de pH sont illustrés dans les figures II.8

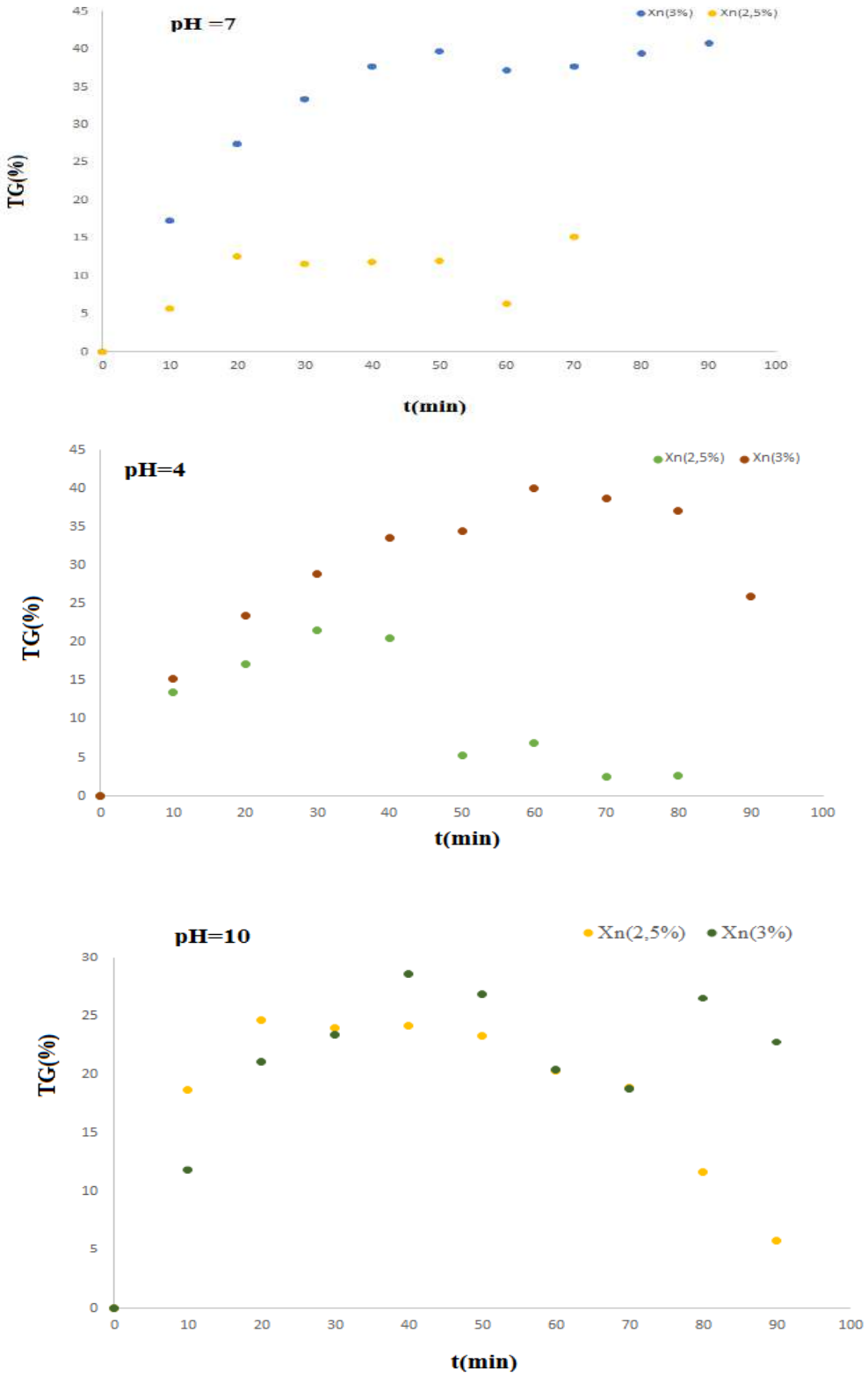



Figure II. 8 Cinétique de gonflement des hydrogels de xanthane seul aux différents pH

L'analyse de la figure II.5 montre que les hydrogels formulés présentent un profil similaire de gonflement pour les différents pH, une augmentation de gonflement avec le temps jusqu'à l'équilibre, où les polymères sont complètement hydratés, puis les hydrogels s'érodent en surface après le gonflement et perdent leur volume et leur masse en fonction du temps. Cela est peut être expliqué par la diminution des liaisons hydrogènes qui stabilisent le réseau tridimensionnel. Dans tous les milieux le taux de gonflement était élevé pour l'hydrogel avec 3% en xanthane seul.

Concernant les membranes de xanthane en présence de $CaCl_2$, les résultats du test de gonflement montrent que toutes les membranes ont été dégradées dès les 20 premières minutes et ceci dans les trois milieux testés (pH=4, 7 et 10) où la masse des membranes a diminuée comme le montre le tableau II. 2

Tableau II. 2 Résultats d'étude de Cinétique de gonflement des hydrogels de xanthane +$CaCl_2$ (2M) aux différents pH

| **Masse (mg)** | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Temps** | **0** | **10** | **20** | **30** | **40** | **50** | **60** | **70** | **80** |
| **pH=4** | | | | | | | | | |
| **Xn(2,5%)** | **6** | **6,108** | **5,86** | **5,654** | **5,259** | **5,095** | **4,448** | **4,1** | **3.57** |
| **Xn (3%)** | **6** | **6,21** | **6,17** | **5,78** | **5,63** | **5,17** | **5,01** | **4,43** | **4** |
| **pH=7** | | | | | | | | | |
| **Xn(2,5%)** | **6** | **6,088** | **5,56** | **5,552** | **5,282** | **4,856** | **4,52** | **3,997** | **3,5** |
| **Xn (3%)** | **6** | **6,11** | **5,89** | **5,63** | **5,26** | **4,79** | **4,3** | **3,6** | **3,36** |
| **pH=10** | | | | | | | | | |
| **Xn(2,5%)** | **6** | **6,166** | **5,5** | **5,165** | **4,462** | **4,198** | **3,681** | **3,356** | **3.08** |
| **Xn (3%)** | **6** | **6,15** | **6,13** | **5,73** | **4** | **5,04** | **4,79** | **4,38** | **3.72** |

### II.4.4-Comportement Rhéologique

#### II.4.4.1-Protocole expérimental

Les mesures rhéologiques des hydrogels formulés ont été réalisées par l'étude de comportement visqueux à température ambiante, sous cisaillement variable de 0.001 à $100s^{-1}$, en régime continu. Les courbes d'écoulement obtenues sont exprimées par la variation de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement.

### II.4.4.2-Résultats et discussion

Les résultats de mesures de la viscosité des formulations élaborées en xanthane seul et en présence de $CaCl_2$ (2M) sont présentés dans les figures II.9 et II.10. Nous remarquons que la viscosité diminue en fonction de la vitesse de cisaillement. La diminution de la viscosité se traduit par l'alignement des chaines macromoléculaires dans le sens du cisaillement due à l'augmentation de la vitesse de cisaillement qui conduit à la destruction du réseau suite à une rupture des liaisons d'hydrogène.**[26]**

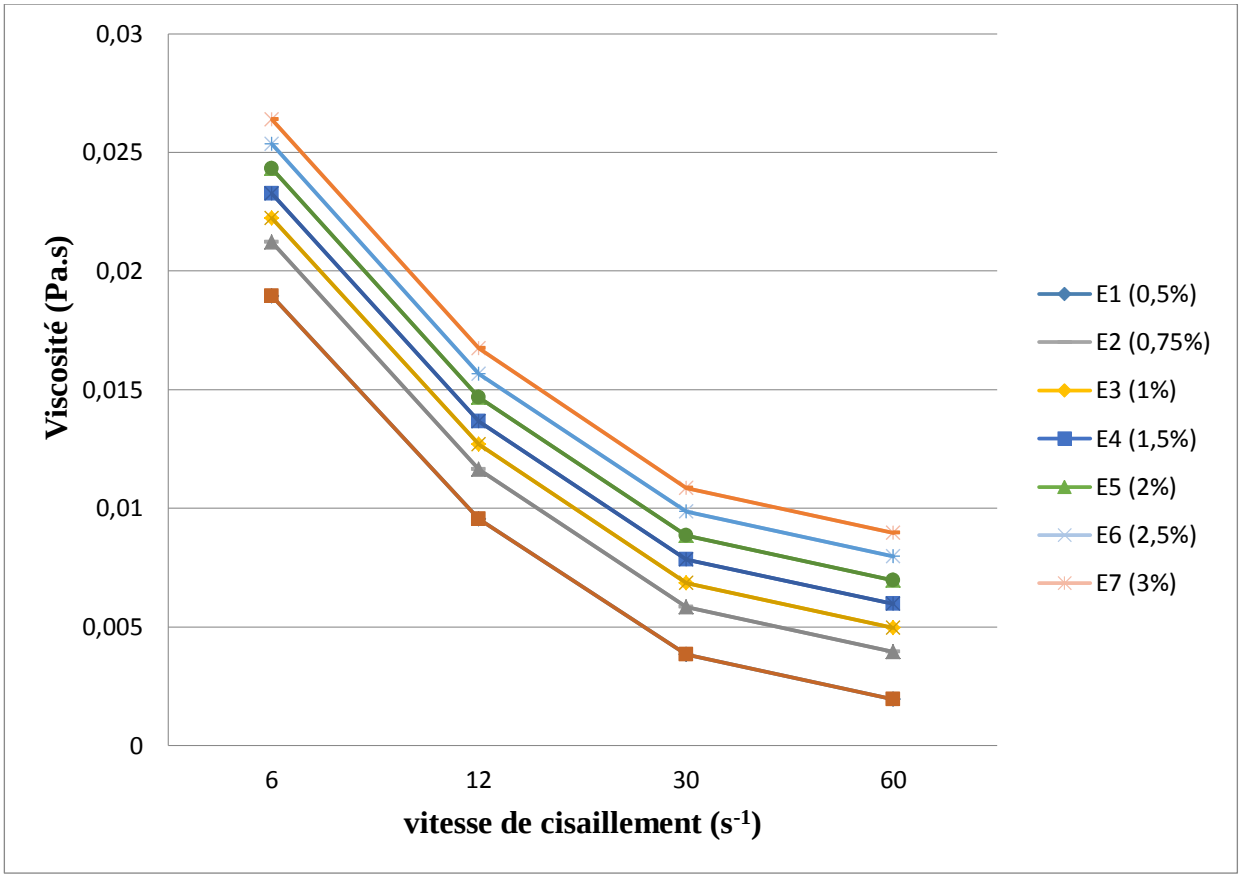



Figure II. 9 Courbes d'écoulement des hydrogels à base de xanthane seul

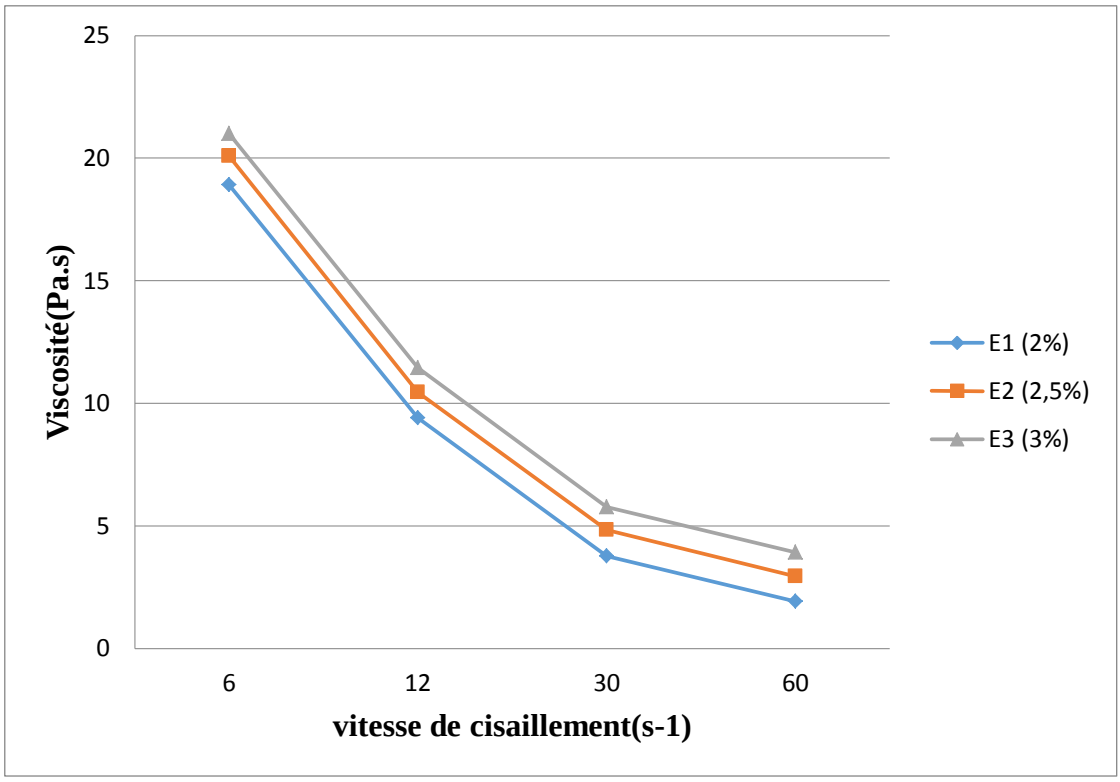



Figure II. 9 Courbes d'écoulement des hydrogels à base de xanthane+ $CaCl_2$ (2M)

## II.5 Préparation des membranes de xanthane et en $CaCl_2$

### II.5.1-Protocole expérimental

La préparation des membranes a été effectuée par simple étalement des hydrogels formulés sous forme d'une couche mince dans des boites de Pétri et séchées dans l'étuve à une température de 50°C pendant 24h. Enfin après séchage, les membranes obtenues ont été démoulées.

### II.5.2-Résultats et discussion

La figure II.11 présente l'aspect des membranes préparés à base xanthane et de $CaCl_2$. Les membranes obtenues sont des films continus avec une surface lisse. Les membranes en présence de $CaCl_2$ marquent une rigidité plus que celle obtenue pour les membranes de xanthane seul justifiant ainsi l'effet de pontage du $CaCl_2$.



Figure II. 11 Aspect des membranes formulées

## II.6 Application

### II.6.1-Protocole expérimental

Après l'élaboration des différentes membranes, on a les utilisé comme supports adsorbants des molécules organiques d'un colorant qui est la fuscine (application environnementale). Le dosage des molécules retenues a été déterminé par la spectroscopie UV-visible.

Le principe de la méthode consiste à faire immerger 0.1g de chaque membrane dans 50 ml de solution de fuscine basique de différentes concentrations. La densité optique du milieu a été mesurée à des intervalles de temps réguliers de 5 min.

### II.6.2-Courbe d'étalonnage

Pour établir la courbe d'étalonnage, différentes concentrations de solution de fuscine (1, 2, 3, 4,5, 6,7 ,10 ,15 ,20mg/L) ont été préparées par dilution à partir d'une solution mère (20 mg/L). La densité optique de chaque solution a été mesurée à une longueur d'onde $\lambda_{max}$= 549 nm. La courbe d'étalonnage représente la variation de l'absorbance en fonction de la concentration. Les résultats sont figurés dans la figure II.12.

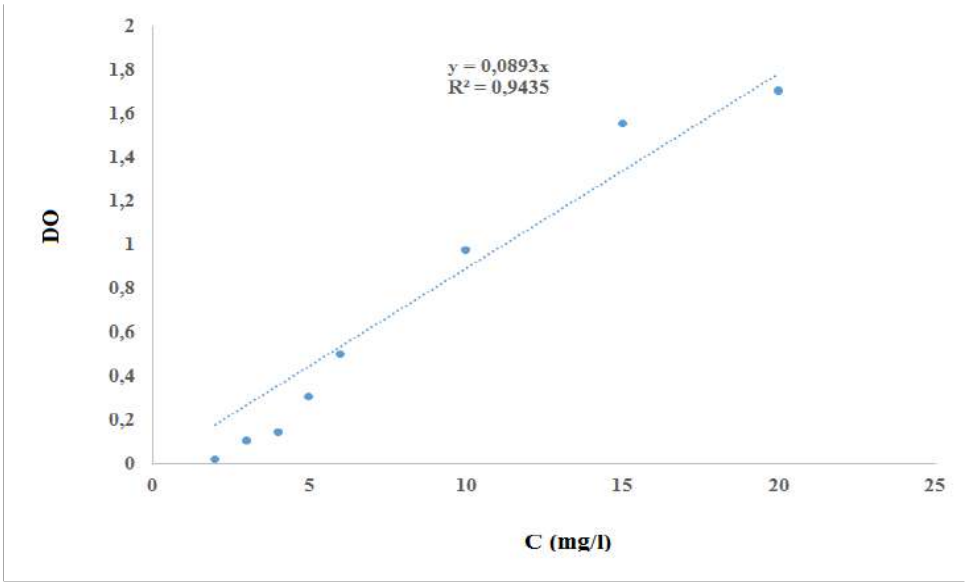



Figure II. 10 Courbe d'étalonnage de la fuscine basique

La courbe d'étalonnage de la fuscine basique est une droite qui passe par l'origine avec un coefficient de corrélation $R^2 = 0.94$.

**A. Résultats et discussion**

L'étude de la cinétique de la biosorption de la fuscine basique sur les membranes de xanthane seuls et en présence de $CaCl_2$ n'a pas été réussie faute de disfonctionnement de l'appareil utilisé où les valeurs trouvées étaient contradictoires.

# CONCLUSION GENERALE

## CONCLUSION GENERALE

Nous rappelons que les principaux objectifs de cette étude sont la formulation des hydrogels à base d'un biopolymère d'origine naturelle à savoir le xanthane et leurs caractérisations physico-chimiques dans le but de leurs utilisations dans une éventuelle application environnementale comme système adsorbant des molécules organiques.

Dans ce contexte, notre travail a été axé sur les points suivants:

- Formulation des hydrogels à base de xanthane seul et en présence de $CaCl_2$ sous différentes concentrations.
- Caractérisation physico-chimiques et rhéologique des hydrogels formés.
- Application des hydrogels formés comme systèmes adsorbants des molécules organiques (colorant)

D'après les résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

- Seules les formulations avec des concentrations de 2.5% et 3% en xanthane présentent un aspect ferme, alors que les autres formulations restent pratiquement sous forme liquide
- Dans tous les milieux le taux de gonflement était élevé pour l'hydrogel avec 3% en xanthane seul. Alors les membranes de xanthane en présence de $CaCl_2$, ont été dégradées dès les 20 premières minutes
- La viscosité de tous les échantillons étudiés diminue avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement.
- Les membranes obtenues sont des films continus avec une surface lisse. Les membranes en présence de $CaCl_2$ marquent une rigidité plus que celle obtenue pour les membranes de xanthane seul justifiant ainsi l'effet de pontage du $CaCl_2$.

Les résultats obtenus semblent très intéressants et doivent être, poursuivis par d'autres études

# Références Bibliographiques

## Référence bibliographique :

[1] : Guillet Jean-François, « Nanotubes de carbone pour le délivrance transdermique électro-stimulée de substances biologiquement actives » Thèse Doctorat, Université de Toulouse (2017)

[2] Badaoui fouzia, « Comportement rhéologique de solutions de biopolymères. Application au Chitosane, au Poly (vinyle alcool) et à leurs mélanges » Mémoire de Magister ,Universite m'hamed bougara-boumerdes. 2018

[3] http://hmf.enseeiht.fr/travaux/bei/beiere/book/export/html/2116

[4] : l'amidon et le pla : deux biopolymères sur le marché note de synthèse 28 janvier 2011/jean-luc wertz ; document valbiom/25-12-2018/14 :38

[5] : Les bioplastiques : une solution pour les entreprises ?

[6] http://cerig.pagora.grenoble;inp.fr/note/2010/biomateriau.htm

[7] : Richard Lapointe « Bioplastiques biodégradables, compostables et biosourcés pour les emballages alimentaires, distinctions subtiles mais significatives » Centre universitaire de formation en environnement, Université de sherbrooke , québec, canada, 6 septembre 2012

[8] : Les bio-polymères fondation tuck

[9] https://icpees.unistra.fr/ingenierie-des-polymeres/polymeres-biosources-etou-biodegradables-pour-lenvironnement-et- la-sante/

[10] BOUVIER M., « Allergie à la Gomme de Guar : à propos d'une observation ». Revue Française d'Allergologie. Vol.57(3):227-228.2017

[11] BRADFORD M.M.,"A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of proteins utilizing the principle of protein-dye binding" .Analytical biochemistry, vol.72: 248-254.

1976

[12] BRAND-WILLIAMS W., CUVELIER M. E., BERSET C. - Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. LWT -Food Science and Technology, vol.28(1):25-30. 1995

[13] Martini, M.-C., Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie2011: Lavoisier.

[14] Gilbert, L., Caractérisation physico-chimique et sensorielle d'ingrédients cosmétiques: une approche méthodologique, 2012, Université du Havre.

[15] Papalamprou, E.M., et al., Effect of medium molecular weight xanthan gum in rheology and stability of oil- in- water emulsion stabilized with legume proteins. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2005. **85**(12): p. 1967-1973.

[16] Simon, J., Gomme Xanthane: Agent Viscosifiant et Stabilisant. Techniques de l'Ingénieur F4300 v1, 2001.

[17] Doublier, J.-L., Rhéologie des polyosides en milieu aqueux: solutions, gels et mélanges. Industries alimentaires et agricoles,. **111**(1-2): p. 22-28. 1994

[18] Nussinovitch, A., Xanthan gum, in Hydrocolloid applications, Springer. p.154-168. 1997

[19] Sutherland, I.W., Biotechnology of microbial exopolysaccharides. Vol. 9. 1990: Cambridge University Press.

[20] Dubuisson, P., Influence de la phase grasse et des polymères naturels sur les paramètres physicochimiques en lien avec la perception tactile de l'émulsion, , Normandie Université. 2017

[21] Sato, T., T. Norisuye, and H. Fujita, Double-stranded helix of xanthan: dimensional and hydrodynamic properties in 0.1 M aqueous sodium chloride. Macromolecules,. **17**(12): p. 2696-2700. 1984

[22] Bouyer, E., et al., β-Lactoglobulin, gum arabic, and xanthan gum for emulsifying sweet almond oil: formulation and stabilization mechanisms of pharmaceutical

[23] Barrére, G. C., Barber, C. E. et Daniels, M.J. (1986) Intl J. Biological Macromolecules, 8 (6): pp. 372-374

[24] N. BENMEDJEBEUR et F. LAIDANI. « Formulation et caractérisation d'un hydrogel à base deCarraghénane ». Mémoire de Master en Génie des Procédés, Université de Médéa, 2019.

[25] : https://www.scienceofcooking.com

[26] Chalah Kaci, influence de l'ajout des polymères(PAC,HEC) et de la température sur le comportement rhéologique et les propriétés électrocinétiques des fluides de forage à base d'eau, mémoire de Magister, Université de Boumerdès, Algérie,2012