

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département de Génie des procédés

## Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie des procédés des matériaux

Présenté par

ADDALOU Chehla & NAIT Ahmed Amali

*Thème*

**Etude de l'impact des anti-dégradants sur les propriétés  
mécaniques d'un composé de caoutchouc utilisé dans l'industrie  
pneumatique 'IRIS TYRES – SETIF' sous l'influence de  
facteurs de détérioration**

Soutenue le 24/09/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
AZZOUG MOUFOUK	MCA	Université de Bejaia	Président
CHIBANI Nacera	MCA	Université de Bejaia	Examineur
BENSLIMANE Abdelhakim	MCA	Université de Bejaia	Encadrant
BOUHMILA Ilyes		E. IRIS TYRES - SETIF	Co- Encadrant

**Année Universitaire : 2021/2022**

# *Remerciements*

*Tout d'abord, ce mémoire représente bien plus que de simples travaux. Ce mémoire est la finalité de cinq longues années d'études. C'est pourquoi nous tenons tout d'abord à adresser mes remerciements à toutes les personnes qui ont su nous soutenir en amont de ce mémoire.*

*Ces premiers remerciements s'adressent donc à nos parents, qui nous ont apporté un soutien tant psychologique que financier, pour leur patience et leur foi en notre réussite tant scolaire que personnelle.*

*Nous remercions également nos professeurs pour la qualité de l'enseignement qu'ils nous ont prodigué au cours de ces cinq années passées à l'université ABDERRAHMANE MIRABEJAJA. Nous remercions tout particulièrement notre promoteur Mr BENSLIMANE ABDELHAKIM de nous avoir offert un sujet aussi intéressant.*

*Nous souhaiterions remercier l'équipe de l'entreprise pneumatique IRIS TYRES de Sétif pour l'accueil qu'elle nous a réservé, le temps que chacun de ses membres nous ont accordé, et plus globalement, pour toutes les informations, références bibliographiques, réflexions, corrections... que chacun nous a apporté et qui ont nourrit ce travail, et plus précisément Mr BOUHMILA ILYES et Mr MOUZAJA RIAD.*

*En fin, nous adressons nos remerciements à tous membres de jury qui nous faisons le grand honneur en acceptant de juger ce travail, espérons qu'il soit digne de leurs intérêts.*



*- A.Chehla & N.Ahmed Amali -*

# *Dédicace*

*Du profond de mon cœur, je dédie ce modeste travail :*

*A mes deux mères, pour leurs conseils et leurs soutiens  
indéfectibles en vue de faire de moi une femme préparée pour la  
vie.*

*A mon père, pour son soutien, son affection, et la confiance qu'il  
m'a accordée*

*A mes chers frères (LYES et HAKIM) et ma sœur (WISSAM).*

*A ma grand-mère, pour ces attentions particulières et ces prières  
et son amour inconditionnel.*

*A mes cousines (THINE-HINANE, TAFSUT, RAZIKA, AMEL,  
ANAIS)*

*A ma copine IBTISSEM.*

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

*A tous les membres de ma famille et toute personne qui porte le  
nom ADDALOU, je dédie ce travail à tous ceux qui ont participé  
à ma réussite.*

*A ma binôme AMALI.*



*- A.Chehla -*

# *Dédicace*

*Du profond de mon cœur, je dédie ce modeste travail :*

*A ma mère, pour ses conseils et son soutien indéfectible en vue de faire de moi une femme préparée pour la vie.*

*A mon père, pour son soutien, son affection, et la confiance qu'il m'a accordée*

*A mon cher frère et mes sœurs.*

*A la mémoire de ma grand-mère, puisse dieu vous avoir en sa sainte miséricorde et que ce travail soit une prière pour votre âme.*

*A mon cher fiancé.*

*A tous les membres de ma famille et toute personne qui porte le nom NAÏT-AHMED, je dédie ce travail à tous ceux qui ont participé à ma réussite.*

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

*A ma binôme CHEHLA*



*- N. Ahmed Amali -*

# *Table des matières*

## *Table des matières*

---

**REMERCIEMENTS**

**DEDICACE**

**TABLE DES MATIERES**

**Liste d'abréviation**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I: Généralités sur les pneumatiques .....</b>	<b>3</b>
Introduction.....	4
I.1. Les pneumatiques.....	4
I.1.1. Définition d'un pneu .....	4
I.1.2. Les couches principales d'un pneu.....	5
I.1.3. Etapes de fabrication d'un pneu .....	7
I.1.4. Les fonctions des pneus.....	10
I.1.5. Les principaux matériaux constituant un pneumatique .....	10
I.1.6. Le marquage des pneus .....	11
I.1.7. La durée de vie des pneus .....	12
Conclusion .....	12
<b>Chapitre II: Composition et Détérioration des pneumatiques.....</b>	<b>13</b>
Introduction.....	13
II.1. Définitions et caractéristiques des différents matériaux.....	13
II.1.1. Les élastomères .....	13
II.1.1.1. Les propriétés des élastomères [22 ; 23 ; 24].....	15
II.1.1.2. Les types des élastomères .....	16
II.1.1.3. Les élastomères utilisés.....	16
II.1.2. Les renforçant .....	20
II.1.2.1. Les agents de vulcanisation.....	21
II.1.2.1.1. La vulcanisation.....	21
II.1.2.1.2. Rôle de la vulcanisation dans un pneu [34].....	22
II.1.2.2. Les accélérateurs .....	23
II.1.2.3. Les activateurs.....	24
II.1.2.4. Les charges de renforcements .....	25
II.1.2.5. Les plastifiants.....	26
II.1.2.6. Les anti-dégradants .....	26

## *Table des matières*

---

II.1.2.7. Les fils métalliques.....	28
II.1.2.8. Les textiles.....	28
II.2. Les propriétés mécaniques du composé du caoutchouc des pneumatiques.....	29
II.3. Détérioration des pneumatiques .....	30
II.3.1. Les phénomènes influençant sur la diminution des propriétés mécaniques des pneus.....	31
II.3.1.1. Action directe de la température .....	31
II.3.1.2. Mécanisme du vieillissement chimique .....	32
II.3.1.3. La fatigue.....	35
Conclusion .....	36
<b>Chapitre III: Matériels d'étude et méthodes expérimentales .....</b>	<b>37</b>
Introduction.....	37
III.1. Historique de l'entreprise [1] .....	37
III.1.1. Iris tyres [88] .....	38
III.1.2. Localisation de l'entreprise .....	39
III.1.3. Organigramme d'accueil [88 ; 90].....	39
III.2. Formulation et protocole de mise en œuvre.....	40
III.2.1. Préparation des mélanges caoutchouteux (couches du pneu).....	41
III.2.1.1. Formulation.....	41
III.2.1.2. Mélangeage (mixage).....	42
III.2.1.2.1. Mélangeur interne .....	43
III.2.1.2.2. Mixage externe.....	45
III.2.1.3. La cuisson de la couche .....	46
III.2.2. Contrôle qualité .....	47
III.2.2.1. Les tests rhéologiques .....	47
III.2.2.1.1. Mooney viscosité.....	48
III.2.2.1.2. Les caractéristiques de la vulcanisation .....	49
III.2.2.2. Les tests d'évaluation des propriétés mécaniques .....	50
III.2.2.2.1. Mesure de la dureté shore A.....	50
III.2.2.2.2. La résistance à la traction (rupture).....	51
III.2.2.2.3. La résistance à la fatigue par des flexions répétées 'De mattia' ....	53
III.2.3. Le vieillissement thermique accéléré et résistance à la chaleur .....	54
Conclusion : .....	55

## *Table des matières*

---

<b>Chapitre IV: Discussion de résultats .....</b>	<b>37</b>
Introduction.....	56
IV.1. Résultats des différents tests rhéologiques.....	56
IV.1.1. Viscosimètre Mooney.....	56
IV.1.2. MDR 3000 .....	57
IV.2. Les résultats des tests d'évaluations des propriétés mécaniques .....	58
IV.2.1. Duromètre.....	58
IV.2.2. Essai de traction.....	59
IV.2.3. Test de fatigue 'De mattia' .....	63
Conclusion .....	64
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>65</b>
<b>LISTE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	



**Liste d'abréviation**

**ASTM** : American Society for Testing and Materials

**BIT**: Black incorporation time

**CBS**: N-cyclohexyl-2-Benzothiazole sulfénamide

**CN**: Caoutchouc Naturel

**DCBS**: N-Dicyclohexyl-2 Benzothiazole sulfénamide

**IATF** : International Automotive Task Force

**ISO** : Organisation internationale de Normalisation

**MBS**: N-Oxydienthylène-2-benzothiazole sulfénamide

**MOD**: Module (Modulus)

**NR**: Naturel Rubber

**PCR**: Passenger Car Radial

**PHR**: Parts per hundred of rubber

**SBR**: Styrène-butadiène rubber

**TBBS**: N-Tert-Butyl-2-Benzothiazole Sulfénamide

**TBR**: Truck and bus Radial TYRES

**TC** : Temps de cuisson

**TMQ** : 2,2 4-triméthyl-1,2 Dihydroquinoline polymère

**URSS** : Union des républiques socialistes soviétiques

## *Liste des tableaux*

---

### **Liste des tableaux**

<b>Tableau 1:</b> Composition de latex de caoutchouc naturel frais .....	16
<b>Tableau 2:</b> Propriétés mécanique d'un pneumatique .....	30
<b>Tableau 3:</b> La quantité des différents constituants de la formulation .....	42
<b>Tableau 4:</b> Les viscosités des composés dans les deux phases du mixage .....	57
<b>Tableau 5:</b> Les caractéristiques de la vulcanisation .....	58
<b>Tableau 6:</b> La dureté des deux mélanges : avant et après le vieillissement thermique.....	59
<b>Tableau 7:</b> Les propriétés mécaniques du mélange Référence et Version 01 avant le vieillissement thermique .....	60
<b>Tableau 8:</b> Les propriétés mécaniques du mélange Référence après le vieillissement thermique .....	62
<b>Tableau 9:</b> résultats inspectés du test "De mattia" .....	63

**Liste des figures**

<b>Figure 1</b> : Illustration de la formation du caoutchouc styrène-butadiène (SBR).....	19
<b>Figure 2</b> : Les constituants du mélange .....	41
<b>Figure 3</b> : Schéma représentant le principe de fonctionnement d'un mélangeur interne. ....	43
<b>Figure 4</b> : Courbe de mixage .....	44
<b>Figure 5</b> : Le mélange-maitre .....	45
<b>Figure 6</b> : Mélange obtenu après mixage externe.....	46
<b>Figure 7</b> : Pièces vulcanisées.....	47
<b>Figure 8</b> : Viscosimètre Mooney et son rotor.....	48
<b>Figure 9</b> : La mise en place de l'échantillon : a) du disque inférieur b) du disque supérieur.....	49
<b>Figure 10</b> : Dimension et angle de l'aiguille .....	51
<b>Figure 11</b> : Forme des éprouvettes haltères.....	52
<b>Figure 12</b> : Montage d'une éprouvette .....	52
<b>Figure 13</b> : Allure de l'évolution de la déformation d'une éprouvette a) état initial b) état d'allongement c) rupture .....	53
<b>Figure 14</b> : Le tester « De mattia » et le montage des éprouvettes.....	54
<b>Figure 15</b> : Les éprouvettes après vieillissement à 90°C pendant 7 jours .....	54
<b>Figure 16</b> : Courbes des viscosités des mélanges caoutchouteux dans les différentes phases du mixage en fonction du temps .....	56
<b>Figure 17</b> : Les courbes de vulcanisation .....	57
<b>Figure 18</b> : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Référence avant le vieillissement thermique.....	59
<b>Figure 19</b> : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange version 01 avant le vieillissement thermique.....	60
<b>Figure 20</b> : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Référence après le vieillissement thermique.....	61
<b>Figure 21</b> : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 01 après le vieillissement thermique.....	62

# *Introduction Générale*

Depuis l'invention de la première voiture à roues en 1885, jusqu'à présent l'automobile est considérée comme le principal mode de transport pour la circulation des individus et des marchandises.

Aujourd'hui, cette industrie automobile est l'un des secteurs les plus importants en termes d'avantages procurés grâce au développement qu'elle a connu dans les différents stades de fabrication, tel que les parties et les accessoires de ces véhicules automobiles.

En parlant des accessoires automobiles (freins, boîte de vitesse, roues...), les pneus qui font parties de ces accessoires, leurs constitutions ne cessent pas de s'améliorer à leur tour. D'ailleurs en 1830 [1], le pneu n'était qu'une simple bande de caoutchouc, pour qu'en 1839 [1], l'américain Charles Goodyear, au cours d'une expérience chimique, découvre la vulcanisation du caoutchouc qui permet à cette matière de résister aux écarts de température. Et en 1887 [1], John Boyd Dunlop a eu l'idée de coller une bande de caoutchouc sur les roues en bois du tricycle et en insufflant de l'air entre le caoutchouc et la roue. Il crée ainsi la première chambre à air. Très vite son invention rencontre le succès auprès des cyclistes, pour qu'un an plus tard il créa sa société des pneus pour vélo « Dunlop », qui marqua une révolution dans l'industrie pneumatique.

Mais cette industrie seule ne suffit pas pour avoir tout ce succès que les pneus ont connus aujourd'hui, c'est pour cela, dans l'autre côté l'industrie chimique se développait au même temps, et la cohérence entre les deux influera sûrement sur la qualité des pneumatiques obtenus.

D'ailleurs, depuis toujours le souci de ces créateurs était de fabriquer un pneu résistant, avec une longue durée de vie, ce qui les a poussés à étudier les différents phénomènes physiques et chimiques qui procurent une détérioration de ces pneus.

Actuellement, des centaines de composants entre dans la formulation du caoutchouc utilisée pour fabriquer les pneumatiques : accélérateurs, agent de vulcanisation, plastifiants, anti-dégradants... et ce dans le but de rendre cet élastomère plus résistant à ces phénomènes et aux contraintes qu'il subit, ainsi que parfaire la composition du pneu d'une manière générale.

Dans ce cadre, ce travail de projet de fin d'étude ayant pour thème « L'impact des anti-dégradants sur les propriétés mécaniques d'un composé de caoutchouc utilisé dans l'industrie pneumatique sous l'influence de facteurs de détérioration », ayant pour objectif d'étudier la résistance de ce mélange en caoutchouc face aux facteurs influençant sur sa durée de vie.

Pour ce but, une étude a été faite au niveau d'une entreprise pneumatique « IRIS TYRES ».

Ce présent travail s'articulera autour de deux parties principales :

- La première partie :

Consiste en une partie théorique qui se compose de deux chapitres :

Le premier chapitre présente les généralités sur les pneumatiques.

Le deuxième chapitre présente les différents matériaux incorporés dans la composition pneumatique et les différents phénomènes qui conduisent à leur détérioration.

- La deuxième partie de ce travail :

Consiste en une partie expérimentale qui se compose de deux chapitres :

Le premier chapitre donne un aperçu sur l'entreprise pneumatique "IRIS TYRES" ainsi que les différentes méthodes expérimentales qui s'intéressent à l'étude de l'impact des anti-dégradants sur les différentes caractéristiques mécaniques du pneu avant et après l'influence des facteurs dégradants qui sont la température et la flexion.

Le deuxième chapitre représente les résultats obtenus par les différents tests effectués et détermine le but de l'ajout des anti-dégradants dans une formulation caoutchoutière.

*Chapitre I*  
*Généralités sur les*  
*pneumatiques*

**Introduction**

Après toutes les évolutions connues dans la fabrication du pneu, jusqu'à en arriver à avoir cette forme et cette composition, ainsi que ces caractéristiques, aujourd'hui cette industrie pneumatique a marqué sa place dans le monde industriel. C'est la troisième révolution industrielle.

Dans ce chapitre nous allons voir les généralités sur les pneumatiques.

**I.1. Les pneumatiques****I.1.1. Définition d'un pneu**

Le mot « pneu » vient du mot pneumatique, c'est un système complexe constitué de plusieurs composants fabriqués à partir de divers matériaux. Plus de 90% des matériaux constituant un pneu sont des polymères en particulier le caoutchouc ou des dérivés du caoutchouc. [2]

Autrement dit, le pneu désigne un solide souple torique formé de gomme et d'autres matériaux textiles et/ ou métalliques. Il est conçu pour être monté sur la jante d'une roue et gonflé avec un gaz sous pression, habituellement à l'air ou de l'azote. [3]



**Figure 1 : Les pneumatiques**



Il assure le contact de la roue avec le sol, procurant une certaine adhérence, un amortissement des chocs et des vibrations facilitant ainsi le déplacement des véhicules terrestres et d'autres véhicules en configuration terrestres. [3]

Le changement climatique impactant les performances du pneu, a poussé les spécialistes à fabriquer deux types de pneus : [4]

- Les pneus d'hiver : adaptés aux températures inférieures à 7 °C
- Les pneus d'été : performants sur sols secs et mouillés au-delà de 7 °C
- Les pneus 4 saisons : conçus pour rouler toute l'année dans des conditions météorologiques variées

Pour IRIS TYRES elle se contentait de fabriquer un seul pneu 4 saisons qui résiste à tous ces changements, c'est un pneu standard, mais il est utilisé uniquement dans les pays qui ont un climat méditerranéen.

### **I.1.2. Les couches principales d'un pneu**

Ce qui rend la fabrication de cet objet plus complexe n'est pas seulement sa composition, mais aussi le nombre de couches qu'il contient. Un pneumatique est constitué de 9 couches différentes, et chacune d'elle a ces caractéristiques [5] :

#### **1. Bande de roulement**

Constituée de caoutchouc synthétique et naturel. Sur un pneu neuf, cette surface sculptée garantit un kilométrage important, une bonne adhérence sur la route ainsi qu'une bonne évacuation de l'eau. La conduite est donc sûre, quelles que soient les conditions. La bande de roulement, reliée à la route et au flanc, se décompose en trois zones :

##### **A. La chape**

Il s'agit de la partie du pneu qui est le plus en contact avec la route. Elle offre de l'adhérence sur toutes les surfaces, une résistance à l'usure et une stabilité directionnelle.

##### **B. La nappe**

Sous la chape, la nappe réduit la résistance au roulement et l'endommagement de la structure interne du pneu – la carcasse.

**C. L'épaule**

Située aux extrémités de la bande de roulement, cette zone constitue une transition optimale entre la bande de roulement et le flanc du pneu.

**2. Nappe ceinture**

Cette couche, située juste sous la bande de roulement, permet de rouler à vitesse élevée. Elles sont faites d'une corde solide de nylon incrustée dans le caoutchouc. Cette corde s'enroule sur la circonférence du pneu, d'un côté à l'autre, sans se chevaucher.

**3. Bandage d'acier**

Le pneu est renforcé de bandages d'acier constitués de feuilles de fil d'acier tissées et recouvertes de caoutchouc pour fournir plus de rigidité [6], ce qui :

- Améliore le maintien de la forme et de la stabilité directionnelle.
- Réduit la résistance au roulement.
- Augmente la performance kilométrique du pneu.

**4. Nappe textile**

Cette couche de textile composé de rayonne caoutchoutée ou de polyester, elle contrôle la pression interne du pneu et permet de maintenir sa forme.

**5. Calandrage intérieur**

Il est constitué d'une couche de caoutchouc qui résiste à la diffusion de l'air et remplace la chambre à air dans le pneu. Composé en général d'un caoutchouc synthétique appelé butyle, ou d'un caoutchouc de la variété polyisoprène. Ce calandrage retient l'air à l'intérieur du pneu [7].

**6. Flanc**

C'est la partie latérale du pneumatique, reliée à la bande de roulement par l'épaule, il est constitué principalement du caoutchouc.

La souplesse de cette gomme sur cette partie du pneu permet de garder l'adhérence du véhicule dans les virages et d'effacer certaines imperfections de la route [8], autrement dit, il protège la carcasse des dommages extérieurs et des conditions atmosphériques.

**7. Bandelette**

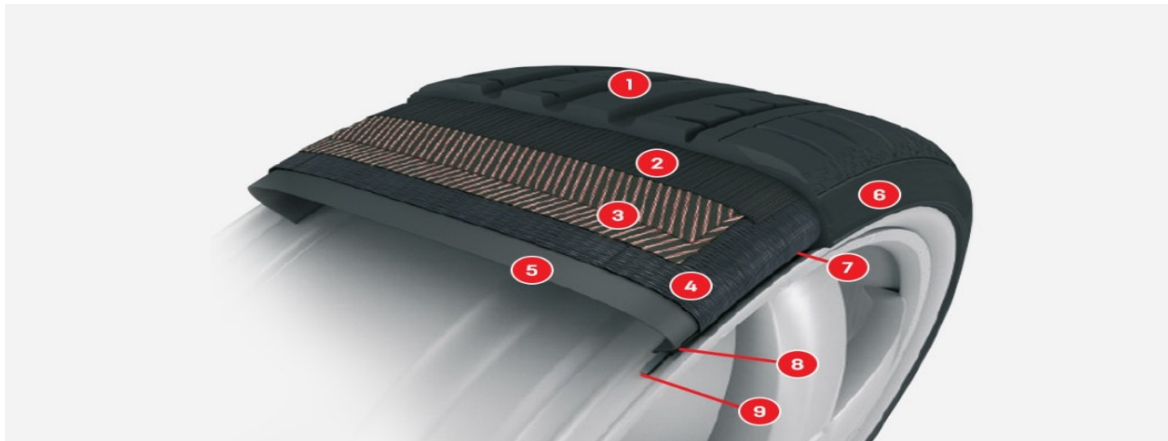
Constituée de nylon ou d'aramide – une fibre synthétique solide et résistante à la chaleur.

**8. Apex**

C'est une partie stabilisatrice faite de caoutchouc synthétique. L'apex a les mêmes fonctions que le renfort du talon tout en fournissant un confort de direction supplémentaire.

**9. Tringle**

Au cœur du talon, la tringle est constituée de fils d'acier incrustés dans du caoutchouc. Le cœur garantit une attache sécurisée au bord de la jante.



**Figure 2 :** Illustration des différentes couches d'un pneu

**I.1.3. Etapes de fabrication d'un pneu**

Rodgers et Waddell décomposent la fabrication d'un pneumatique en six étapes de base [9] :

1. Mélange des polymères, du noir de carbone et de différents produits chimiques pour former « le composé de caoutchouc ».
2. Opération de calandrage : traitement des tissus et des fils d'acier et enrobage de ceux-ci avec du caoutchouc.
3. Extrusion de la bande de roulement, des flancs et autres composants en caoutchouc.
4. Assemblage des composants sur la machine de fabrication des pneumatiques.

5. Vulcanisation du pneumatique sous chaleur et sous pression.
6. Finition, inspection finale et expédition du produit fini.

Ces étapes sont illustrées sur la Figure 4 et décrites plus en détails ci-après.

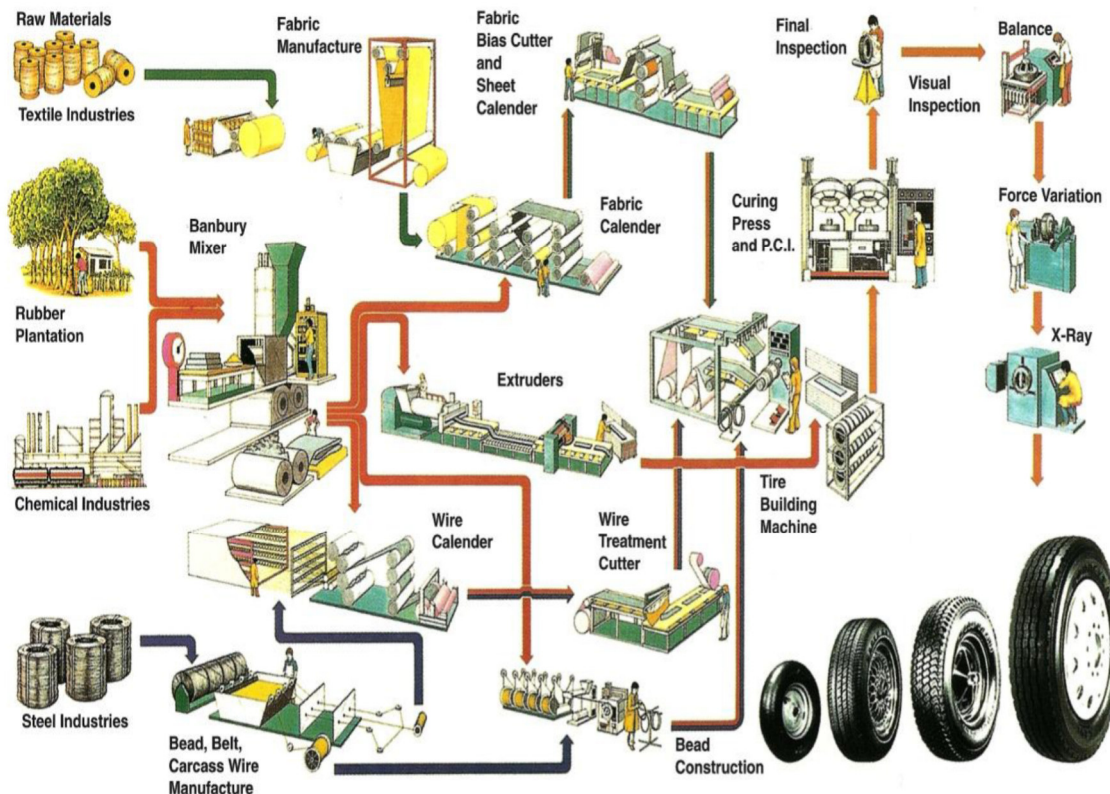


Figure 3 : Les différentes étapes du processus de fabrication d'un pneumatique [9]

### Etape 1 : Formation du « composé du caoutchouc ».

Les différents polymères (naturels et synthétiques) sont placés dans un mixeur, un agent peptisant est éventuellement ajouté. Cette phase a pour but de réduire le poids moléculaire des polymères. Le noir de carbone, les ingrédients de formulation et des huiles sont ensuite ajoutés au mélange pour compléter la formulation. Le tout est fortement malaxé afin de disperser le noir de carbone dans un milieu particulièrement visqueux. Cette opération augmente considérablement la température et ramollit le mélange, « lequel acquiert par là même la viscosité souhaitée » [10]. La séquence d'addition des composés est généralement :

- Les polymères et peptisants
- Les plastifiants et les huiles
- Les matières de charge (le noir de carbone et la silice) et les antioxydants

– Les composés pour la vulcanisation

Les produits de vulcanisation ne sont ajoutés qu'à l'étape finale du cycle car la température atteinte lors du mélange est proche de la température de vulcanisation. Le mélange est ensuite refroidi à l'air ou à l'eau.

**Etape 2 : Opération de calandrage**

Le calandrage définit l'opération lors de laquelle le mélange caoutchouteux est réparti uniformément sur des structures textiles ou d'aciers (préalablement manufacturées) pour former par exemple les nappes et les ceintures du pneumatique. La machine de calandrage est équipée de plusieurs rouleaux en acier chromé qui tournent dans des sens opposés. Les structures textiles ou d'acier passent à l'intérieur de ces rouleaux et le mélange caoutchouteux est appliqué, par-dessus et par-dessous, afin de les recouvrir entièrement. La quantité de caoutchouc déposée est déterminée par la distance entre les rouleaux, qui peut varier. Les bandes de textile ou d'acier enrobées de caoutchouc sont ensuite coupées à la longueur et aux angles souhaités pour la construction du pneumatique.

**Etape 3 : Extrusion des composants en caoutchouc**

Le système d'extrusion consiste principalement en un cylindre dans lequel tourne une vis, spécialement conçue pour le procédé, et dont une des extrémités du cylindre est terminée par une matrice. Le matériel, qui doit être extrudé, est inséré dans le cylindre par un système d'alimentation à chaud ou à froid, puis poussé en avant par la vis jusqu'à un système de filtres, où chaque matériel étranger est retiré, puis jusque sur la matrice, où le profil requis est produit. Les produits de caoutchouc ainsi formés sont ensuite coupés à la longueur souhaitée. Les composants en caoutchouc du pneumatique comme la bande de roulement et les flancs sont formés par extrusion.

**Etapes 4 et 5 : Assemblage des composants et vulcanisation**

La première étape de l'assemblage consiste à appliquer le revêtement intérieur du pneumatique sur un tambour cylindrique en rotation, suivi par le câble textile et les autres composants prévus pour rendre le pneumatique hermétique. Les tringles sont ensuite placées et le câble textile est rabattu autour de celles-ci. Différents caoutchoucs de bourrage et de protection des flancs sont ajoutés. L'opération suivante consiste à rapprocher les deux tringles afin de passer de la configuration cylindrique à la forme torique finale [10]. Les nappes de

ceinture et la bande de roulement sont ensuite positionnées puis le pneumatique est introduit dans un moule pour être vulcanisé. Le moule dans lequel est introduit l'assemblage est un produit de haute qualité d'ingénierie. Il permet à la fois de chauffer et d'imposer une forte pression interne afin que la bande de roulement reçoive sa sculpture et que les différents marquages sur les flancs s'inscrivent en relief ou en creux [11]. C'est durant cette dernière opération que les composés caoutchouteux sont vulcanisés, conférant au pneumatique l'élasticité souhaitée.

### **Etape 6 : Finition et inspection**

Comme étape de finition, le pneumatique subit un polissage afin de rogner les excédents de matière dus au moulage. Le pneumatique est ensuite inspecté pour assurer la qualité du produit. Les tests de qualité incluent notamment une inspection visuelle de tous les pneumatiques pour la détection d'éventuels défauts et un passage aux rayons-X pour vérifier que le câble textile est bien en place. Des tests de performances sont ensuite effectués sur un échantillonnage.

#### **I.1.4. Les fonctions des pneus**

Tous les pneumatiques, quel que soit le type de véhicule auquel ils sont destinés, doivent remplir un grand nombre de fonctions qui peuvent être résumées comme suit : [9 ; 12]

- Transmettre le travail de conduite (dont l'exécution de virage et le freinage)
- Assurer l'amortissement et les vibrations
- Générer le minimum de bruit et de vibrations
- Fournir une capacité de chargement
- Résister à l'abrasion
- Être durables et sans danger durant leur espérance de vie
- Avoir une faible résistance au roulement
- Avoir un contact adéquat avec le sol mouillé.

#### **I.1.5. Les principaux matériaux constituant un pneumatique**

Pour produire un pneu, il est nécessaire de combiner plusieurs matériaux différents montants, en fonction non seulement de l'objectif visé, mais également de facteurs tels que taille et climat. En règle générale, les matériaux utilisés sont énumérés ci-dessous [13] :

- Caoutchouc (naturel et synthétique). 41%

- Charges (noir de carbone, silice, carbone, craie). 30%
- Matériau de renfort (acier, polyester, rayonne, nylon). 15%
- Plastifiants (huiles et résines). 6%
- Produits chimiques pour la vulcanisation (soufre, oxyde de zinc, divers autres produits chimiques). 6%
- Agents anti-âges et autres produits chimiques. 2%



Figure 4 : Les matériaux qui rentrent dans la composition d'un pneu

### I.1.6. Le marquage des pneus

Le marquage du pneumatique présente un certain nombre de marquage relief et/ou creux. Ceux-ci sont illustrés en Figure 6 [14] :

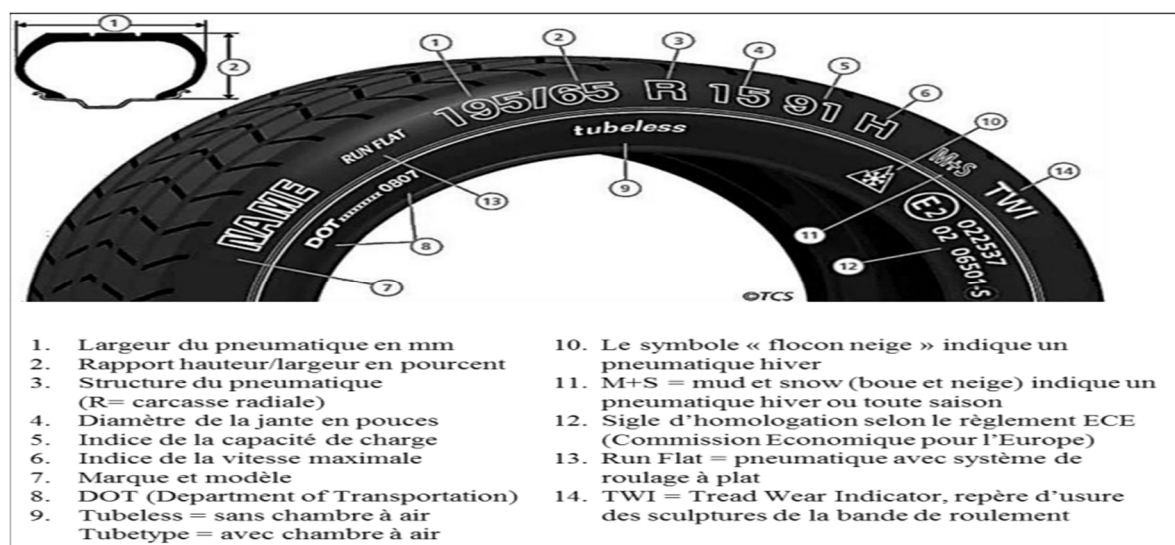


Figure 5 : Marquage d'un pneumatique

**I.1.7. La durée de vie des pneus**

La durée de vie est le temps d'exposition ou d'utilisation au-delà duquel une propriété du matériau atteint un seuil conventionnellement défini [15].

Vu que les pneumatiques sont composés de différents types de matériaux et entre autres de composants à base de caoutchouc dont les propriétés évoluent avec le temps, et ce à cause de nombreux facteurs tels que le climat, les conditions de stockage (température, humidité, position, etc.), les conditions d'utilisations (charge, vitesse, pression de gonflage, dommages dus à l'état des routes, etc.) auxquels le pneumatique est soumis pendant toute sa durée d'utilisation.

La variation de ces facteurs ne permet pas de prévoir d'une manière précise la durée de vie d'un pneumatique [16].

Mais selon Michelin, la durée de vie maximale d'un pneu est de dix ans, même s'ils semblent en bon état et ne sont pas usés jusqu'à l'indicateur d'usure, ces pneus doivent être remplacés [17].

**Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons pu avoir une idée l'industrie pneumatiques d'une manière générale, et ce en commençant par la définition d'un pneu et ces différentes couches, ainsi que sa composition, pour en finir avec les étapes de fabrication et leurs caractéristiques.



*Chapitre II*  
*Composition et*  
*Détérioration des*  
*pneumatiques*

**Introduction**

La matrice polymère d'un pneu est composée de caoutchouc (naturel et copolymère de styrène et/ou de butadiène) pour environ 60-65 % en poids [18].

Ce caoutchouc naturel après vulcanisation présente des propriétés d'élasticité et d'étanchéité excellente. Ces propriétés s'avèrent insuffisantes quand il s'agit d'applications industrielles spécifiques (le cas des pneumatiques). Les pièces élastomères requièrent selon leur utilisation une bonne stabilité chimique et une bonne tenue mécanique notamment une bonne résistance au déchirement et à la fatigue. Pour conférer au caoutchouc naturel la stabilité d'un produit fini, il est mélangé à un certain nombre d'ingrédients ayant tous un rôle bien défini, qui confèrent à leurs tours aux pneus certaines propriétés mécaniques qui leur permettent de supporter les charges verticales provenant du poids de la superstructure et en même temps permettre les mouvements horizontaux par leur flexibilité latérale.

D'autre part, de différents phénomènes physiques ou chimiques entraînent une diminution de ces propriétés du pneu, qui conduisent à leurs tours à une détérioration et une diminution de la durée de vie des pneumatiques.

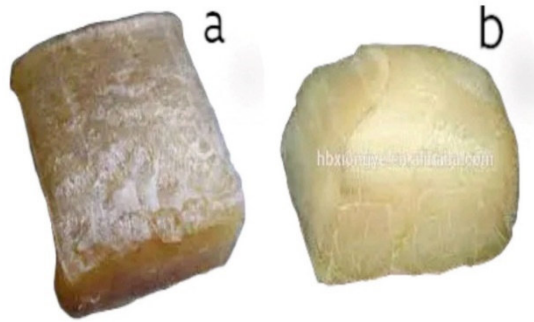
Ce chapitre décrit les polymères d'une manière générale qui sont désormais présents dans tous les secteurs industriels et de la conception de systèmes et dispositifs, comme les pneumatiques, et les différents agents qui doivent être introduit dans la formulation du caoutchouc naturel utilisé dans ce dernier, en montrant leurs propriétés mécaniques, et à la fin, nous dressons les différents phénomènes influençant sur ces propriétés et durées de vie des pneus.

**II.1. Définitions et caractéristiques des différents matériaux**

Un pneu n'est pas qu'une simple bande de caoutchouc moulé, mais un assemblage solidaire de plus de 200 matériaux et composants aux propriétés très diverses dont la confection requiert une grande précision [19].

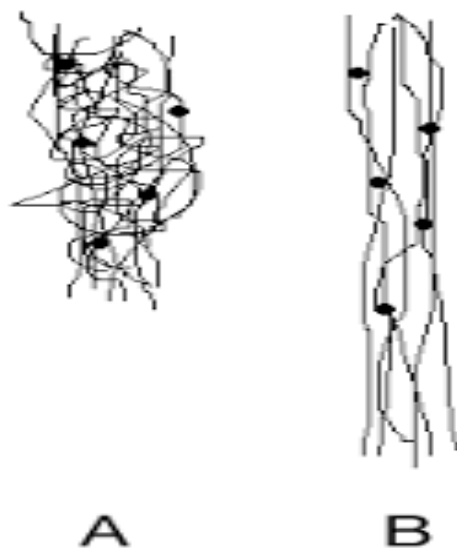
**II.1.1. Les élastomères**

Le terme « élastomère » est utilisé aujourd'hui pour désigner d'une façon générale tous les caoutchoucs, c'est-à-dire les substances macromoléculaires, naturelles ou synthétiques [20].



**Figure 6 :** Caoutchouc naturel (a) et synthétique (b)

Les élastomères sont des polymères amorphes à l'état non étiré au-dessus de leurs températures de transition vitreuse à des températures ambiantes normales. Après vulcanisation, ils possèdent une capacité unique de s'étirer, généralement jusqu'à plusieurs fois leurs dimensions initiales sans se rompre, mais se rétractent rapidement à pleine récupération à la libération de la contrainte imposée. A l'état étiré, les élastomères présentent une résistance élevée et module. [21]



**Figure 7 :** Représentation schématique d'un élastomère au repos (A) et sous contrainte en traction (B)

**II.1.1.1. Les propriétés des élastomères [22 ; 23 ; 24]****A. Température**

Chaque type d'élastomère a une plage de température de travail spécifique, mais celle-ci varie en fonction de nombreux facteurs tels que : la compatibilité des fluides, le fonctionnement dynamique ou statique et la conception du joint étant plusieurs d'entre eux.

**B. Flexibilité à basse température**

Le taux de récupération du matériau élastomère peut être étudié en soumettant le matériau à une rétraction à basse température.

**C. Dureté**

La mesure de la résistance du matériau à la force de déformation pendant une durée définie se fait en mesurant la dureté. Elle diffère d'un matériau à l'autre, les composés mous se déforment facilement et ont un frottement élevé tandis que les composés plus durs ont une résistance élevée et un faible frottement.

**D. La viscoélasticité**

La réversibilité du matériau n'est pas immédiate. Les élastomères présentent un comportement viscoélastique dépendant de la vitesse de sollicitation.

**E. L'hyper-élasticité et la réversibilité**

Les élastomères sont caractérisés par une grande déformabilité et un retour rapide avec un comportement non linéaire. Un élastomère est capable de supporter des déformations très importantes qui peuvent atteindre 600% à 1000% selon la composition et les conditions d'utilisation.

**F. Vieillessement**

Cette propriété permet de comprendre le comportement d'un matériau lorsqu'il est exposé à la chaleur. Si les élastomères sont poussés au-delà de leur résistance au vieillissement, ils souffriront de durcissement, de fissuration et de fendillement.

### II.1.1.2. Les types des élastomères

Il y'a deux types d'élastomères [22] :

#### A. Élastomères saturés

La vulcanisation au soufre ne peut pas les guérir. Ils présentent une stabilité supérieure contre l'oxygène, les radiations, la chaleur et l'ozone. Comparativement, ils sont moins réactifs. Leur réactivité est limitée à certaines circonstances et conditions. Le caoutchouc polyacrylique et le caoutchouc de silicone sont des exemples d'élastomères saturés.

#### B. Elastomères insaturés

Ils peuvent être durcis avec le processus de vulcanisation au soufre. Le caoutchouc butyle et le poly-isoprène naturel sont des exemples d'élastomères insaturés.

### II.1.1.3. Les élastomères utilisés

#### A. Le caoutchouc naturel

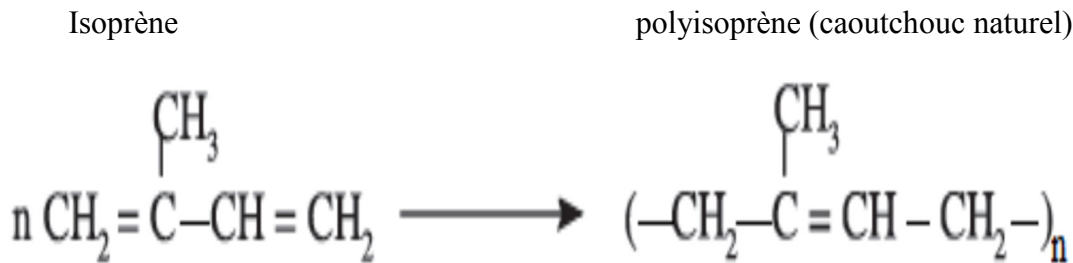
Le caoutchouc est un polymère contenant de l'hydrogène et du carbone. C'est un matériau souple est élastique [25].

Le caoutchouc naturel (NR) est d'origine végétale. Il est créé par un processus enzymatique chez de nombreuses plantes, appartenant principalement aux familles des Euphorbiacées, Composite, Moracée, et Apocynacée. Il est réalisé industriellement principalement à partir d'un arbre appelé Hévéa appartenant à la famille Euphorbiacée, et ce en transformant le latex sécrété par cet arbre [26].

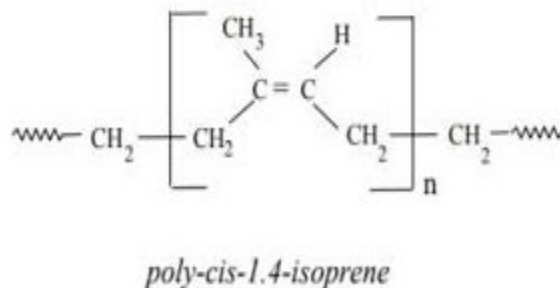
**Tableau 1:** Composition de latex de caoutchouc naturel frais [26]

Constituant	Contenu, %
Caoutchouc	30-40
Protéine	1.0-1.5
Résine	1.5-3.0
Minérales	0.7-0.9
Les glucides	0.8-0.1
Eau	55-60

Le latex est filtré, centrifugé et coagulé par ajout d'acide acétique ou acide formique. D'un point de vue chimique, le caoutchouc naturel obtenu à partir d'Hévéa (poly-cis-1.4-Isoprène) est pratiquement pur (contient plus de 99,9 % d'unités structurales cis 1.4) [26 ; 27] :



**Figure 8** : Illustration de la structure chimique de l'isoprène et poly-isoprène

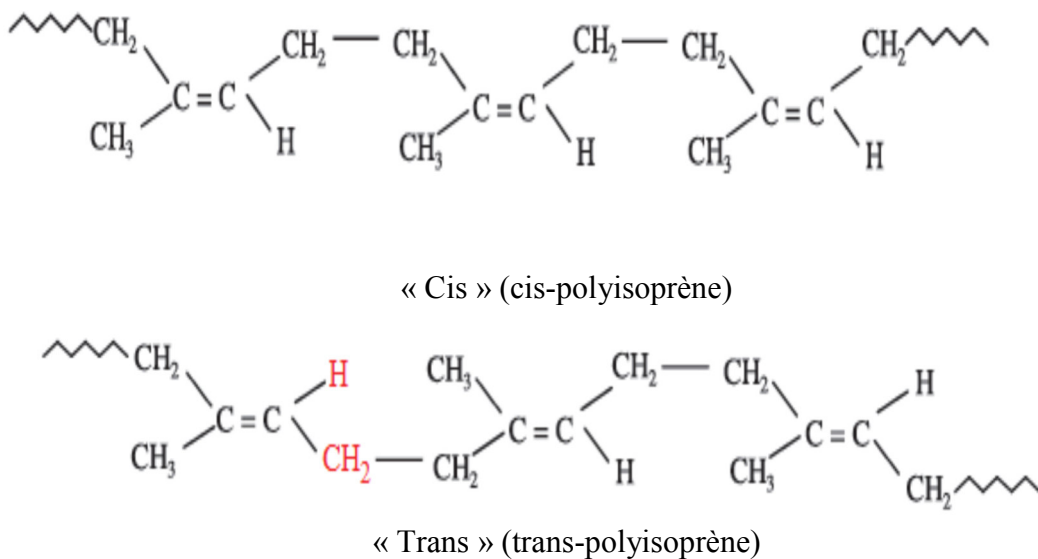


**Figure 9** : Structure chimique poly-cis-1,4-isoprène

Aux extrémités de ses macromolécules, il peut y avoir des liaisons structurales également non isoprène, principalement des protéines, des acides aminés et des phospholipides, dans le squelette des macromolécules, ceux-ci peuvent également être des groupes époxyde, ester, aldéhyde, éventuellement lactone. Fait également partie des additifs non caoutchouteux présents dans le latex restent dans le caoutchouc. Leur contenu peut être différent, mais généralement, il varie entre 5 et 10 %. Malgré leur petite quantité dans le caoutchouc, ils ont une influence significative sur ses propriétés et ils représentent une des raisons des propriétés différentes du caoutchouc naturel et de son équivalent synthétique (IR). [26]

La plupart des caoutchoucs naturels ont des structures « **cis** », c'est-à-dire le groupe **CH<sub>2</sub>** se trouve du même côté du plan formé par la liaison double. Il existe aussi des caoutchoucs naturels de structures en « **trans** » tel que le caoutchouc obtenu de la gutta-percha (trans-poly-isoprène), l'hévéa et le guayule.

Le caoutchouc de structure en « **trans** », c'est-à-dire le groupe **CH<sub>2</sub>** se trouve du côté opposé l'un de l'autre par le plan formé par la liaison double : c'est la gutta-percha [28].



**Figure 10:** Les conformations « cis » et « trans »

Ces deux types de caoutchouc naturel ont des propriétés physiques différentes : le caoutchouc de structure en « cis » est mou et collant que le caoutchouc de structure en « trans » ou la gutta-percha. Et le caoutchouc de structure « trans » moins pur et moins résistant que le caoutchouc de structure « cis » [29].

Le caoutchouc à l'état brut (non cuit) présente des propriétés sans grand intérêt industriel à l'exception de sa résistance en tension parce que le caoutchouc naturel est cristallisable. Il se déchire facilement et il est plastique, c'est-à-dire lorsqu'il est déformé, il ne reprend pas ses dimensions initiales. En été, il est mou, collant et poisseux, en hiver, dur et raide. [30]

Par contre le caoutchouc vulcanisé (cuit) (**II.1.2.1.1**) est considéré comme un matériau à usage général, car ses propriétés sont considérées comme intéressantes : [30]

- Résistance à la traction
- Résistance au déchirement
- Rebond élastique
- Résistance à la fatigue
- Résistance à la chaleur

Ce qui en fait un caoutchouc de choix, à moindre coût, dans diverses applications technologiques.

Le caoutchouc cru est caractérisé par un comportement plastique contrairement au caoutchouc vulcanisé.

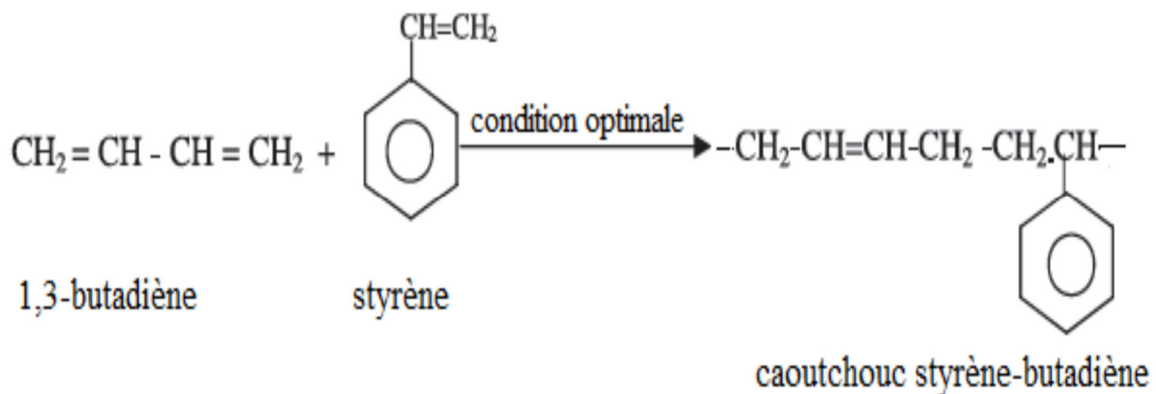
**B. Le caoutchouc synthétique (ou artificiel)**

Le caoutchouc synthétique est un élastomère dérivé du pétrole qui remplace le caoutchouc naturel.

Le caoutchouc synthétique représente sans doute le développement le plus précoce de la synthèse des macromolécules. Il est unique en ce sens qu'il a été développé non pas comme un nouveau matériau intéressant, mais pour répondre à un besoin urgent du monde moderne.

Après le développement de la polymérisation du butadiène par le sodium en un procédé commercial dans les années 1920 en Allemagne et URSS, né le premier caoutchouc synthétique qui est le copolymère de polybutadiène et du styrène, appelé caoutchouc styrène-butadiène ou tout simplement SBR [31].

Le polybutadiène  $(-CH_2 - CH = CH - CH_2 -)_n$  est formé à partir de 1,3-butadiène  $(CH_2 = CH - CH = CH_2)$ . Ce motif de monomère, à travers le processus de vulcanisation, on peut l'utiliser dans la fabrication des pneus [27].



**Figure 1** : Illustration de la formation du caoutchouc styrène-butadiène (SBR)

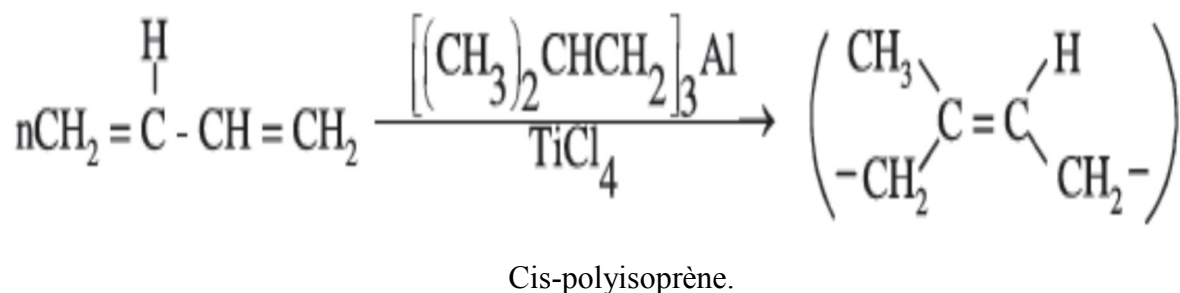
Les SBR font partie des caoutchoucs les plus couramment utilisés. Il a de nombreuses utilisations. Les SBR associés à des agglomérats de particules de charbon (noir de carbone



renforçant, par exemple) sont utilisés dans la confection des bandes de roulement des pneumatiques, Ils sont aussi utilisés dans le revêtement de câbles, de flexibles et de profilés.

Le SBR a une grande résistance à l'abrasion et réagit avec le dioxygène plus difficilement que le caoutchouc naturel, mais il est peu collant. Actuellement, la plupart des caoutchoucs synthétiques sont des polymères, copolymères de styrène- butadiène (SBR). Ce type de caoutchouc après avoir passé par le processus de vulcanisation, réduit l'utilisation de caoutchouc naturel dans la fabrication des pneus.

En 1955, les scientifiques réussissent à synthétiser le polyisoprène de structure en « cis » semblable au caoutchouc naturel en utilisant le catalyseur  $[(CH_3)_2CHCH_2]_3Al$  avec  $TiCl_4$  et le caoutchouc synthétique obtenu possède les mêmes propriétés physiques que le caoutchouc naturel. [10 ; 26 ; 28]



**Figure 12 :** Formation de poly-isoprène de structure « cis »

### II.1.2. Les renforçant

Pour renforcer les pneumatiques, une modification dans les propriétés des polymères constituant un pneu est faite, et cela en introduisant d'autres composants tel que :

- Les agents de vulcanisation
- Les accélérateurs
- Les activateurs
- Les charges de renforcement
- Les plastifiants
- Les anti-dégradants
- Les fils métalliques
- Les textiles

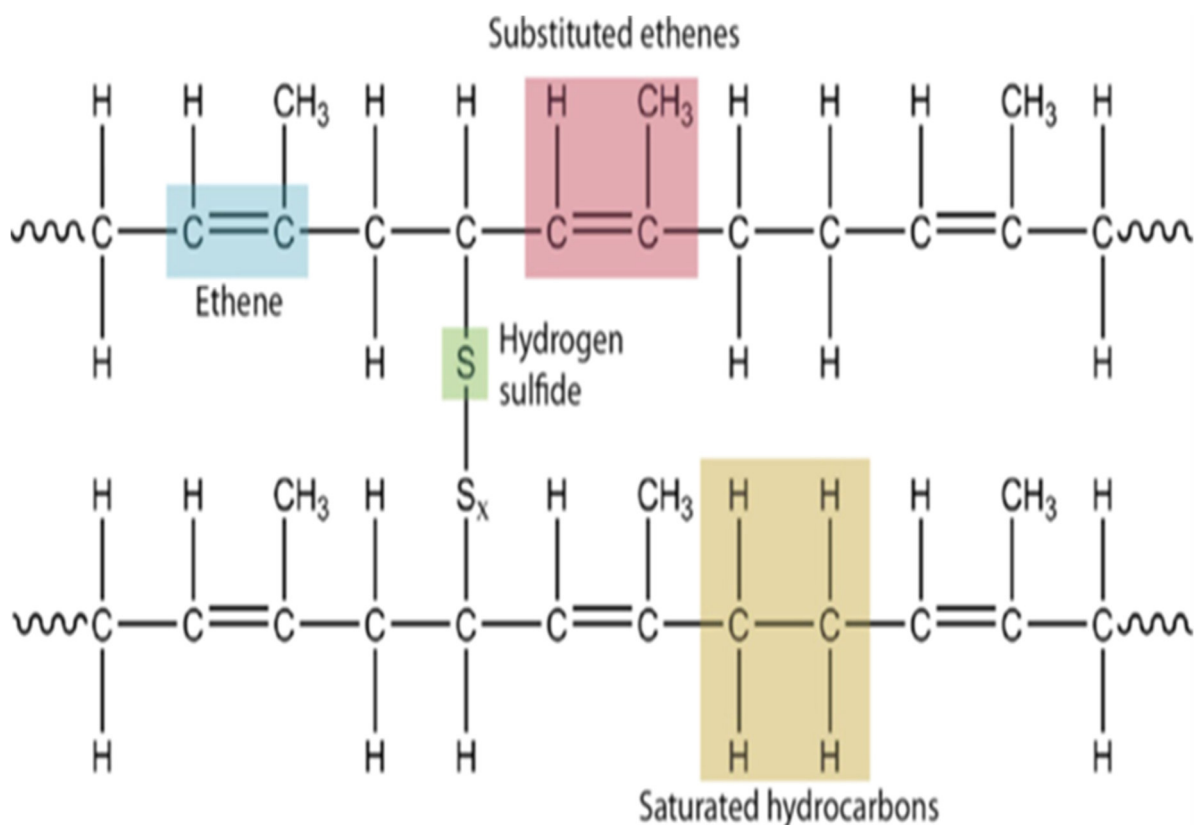
### II.1.2.1. Les agents de vulcanisation

#### II.1.2.1.1. La vulcanisation

C'est un processus de réticulation dans lequel des molécules individuelles de caoutchouc (polymère) sont converties en un réseau tridimensionnel de chaînes (polymères) interconnectées par des liaisons chimiques croisées (du soufre) [32].

La vulcanisation (durcissement, réticulation) est l'un des processus les plus importants pour la plupart des technologies du caoutchouc. Pendant la vulcanisation, le mélange de caoutchouc passe au produit final élastique – vulcanisât (caoutchouc). Cela se fait par suite et des changements parallèles de nature chimique et physique.

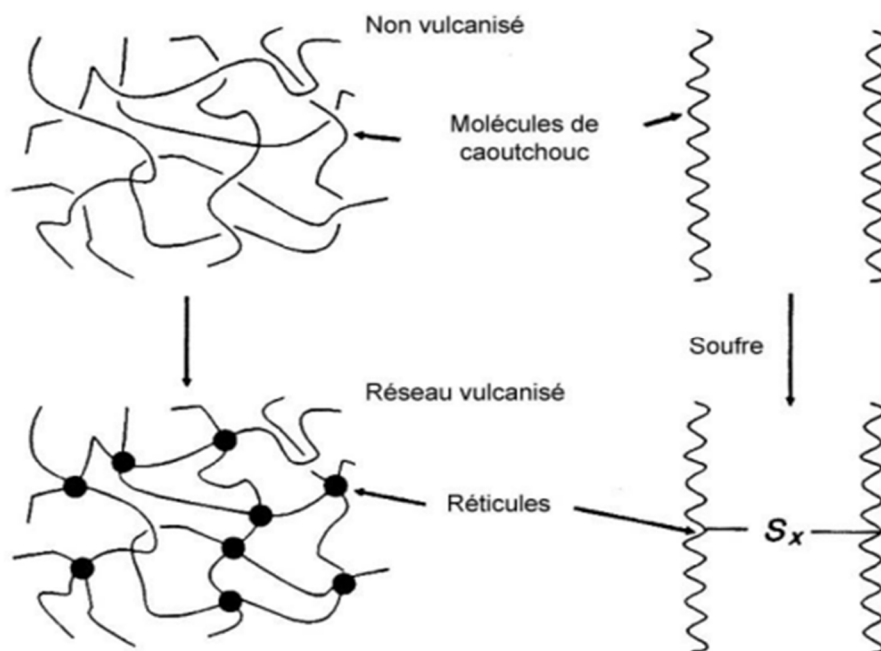
L'objectif de vulcanisation est la création de liens croisés entre les macromolécules de caoutchouc à laquelle le réseau de trois dimensions de matrice de caoutchouc est formé [26].



**Figure 13** : Illustration de la vulcanisation du CN

Les réticulations chimiques formées entre les macromolécules de caoutchouc sont des produits chimiques souvent différents - agents de vulcanisation (soufre, peroxydes, métaux oxydes, résines, quinones, etc.), qui réagissent lors de la vulcanisation avec des groupes fonctionnels de caoutchouc appropriés et créent des réticulations entre eux [26].

La vulcanisation rend le caoutchouc plus solide et plus collant, une résistance à la chaleur à haute température sans se ramollir. La vulcanisation consiste à chauffer le caoutchouc avec du soufre en présence du catalyseur. Les atomes de soufre forment des liaisons covalentes avec des molécules de caoutchouc à longue chaîne ; c'est pourquoi chaque molécule de caoutchouc à longue chaîne s'est tirée ensemble. [25]



**Figure 14 :** Illustration de la formation d'un réseau moléculaire réticulé [36]

Le caoutchouc après vulcanisation est utilisé dans la fabrication des pneus ou des caoutchoucs de véhicules.

#### II.1.2.1.2. Rôle de la vulcanisation dans un pneu [34]

- Souder entre les matériaux : la carcasse, la gomme et les divers composants annexes.
- Transformer la gomme en un matériau élastique.
- Incruster dans le pneu les rainures.

Ce qui implique que les agents de vulcanisation consistent à transformer le caoutchouc moléculaire linéaire en une structure et un mécanisme de réseau tridimensionnel par le pontage, améliorant ainsi considérablement les propriétés mécaniques et physiques du caoutchouc [26 ; 35].

L'agent de vulcanisation le plus employé dans les formules de mélange de caoutchouc et en pneumatique est le soufre [36].

- **Soufre :**

Il permet la création des nœuds de réticulation. Il sert à empêcher l'écoulement du matériau après sa mise en forme. [37]

La réticulation se fait par cuisson (température de 150°C au minimum), pour que les chaînes macromoléculaires de l'élastomère soient reliées par des ponts de ce soufre. Leur longueur conditionne la densité de réticulation.

Le soufre fait passer le caoutchouc d'un état plastique à un état élastique, lorsqu'il est utilisé seul, la cinétique de réticulation est très lente. [36 ; 38 ; 39]

C'est pour cela que des agents activateurs et accélérateurs de réticulation sont ajoutés dans la formulation du mélange. [40 ; 41]

### **II.1.2.2. Les accélérateurs**

Le soufre doit être accompagné d'agents accélérateurs de vulcanisation. Un accélérateur est défini comme le produit chimique ajouté à un composé de caoutchouc pour augmenter la vitesse de vulcanisation et permettre à la vulcanisation de se dérouler à plus basse température et avec une plus grande efficacité, et réduire leur teneur en soufre. [26 ; 32]

Ils affectent également favorablement les propriétés des vulcanisés, principalement leur résistance au vieillissement. En même temps, ils réduisent la possibilité de pré-vulcanisation et la réversion ainsi que la probabilité d'efflorescences de soufre à la surface des produits en caoutchouc. [26]

Les accélérateurs sont classés selon leurs critères, et on distingue : [26]

- Les accélérateurs lents (30 à 60 minutes)
- Les accélérateurs modérés (15 à 30 minutes)
- Les accélérateurs rapides et ultra-rapides (inférieur à 10 minutes)

Les accélérateurs les plus utilisés en pneumatiques sont du type sulfénamides qui comprennent CBS, TBBS, MBS, DCBS, etc. Ils sont classés comme accélérateurs rapide et retardé en raison de leur action retardée et ainsi que le taux de durcissement qu'il offre lors de la vulcanisation.

Les sulfénamides dérivés de différentes amines donnent des degrés variables de retard de grillage et d'activité accélératrice. [32 ; 42]

### **II.1.2.3. Les activateurs**

Afin de rendre les réactions de pontage des chaînes polymériques (pont de sulfure) et les molécules de l'élastomère plus rapide, les industries du caoutchouc utilisent des activateurs et des accélérateurs de vulcanisation.

L'activateur le plus connu de la vulcanisation au soufre est le ZnO. Pratiquement, il est toujours utilisé en association avec un acide gras approprié, le plus souvent stéarique ou l'acide laurique dans le but d'améliorer sa mauvaise solubilisation dans les élastomères [21 ; 26].

Les activateurs sont ajoutés afin d'activer les accélérateurs [43].

- **L'oxyde de zinc :**

Il occupe une place unique dans la mise en œuvre des caoutchoucs grâce à son exceptionnelle efficacité comme activateur des accélérateurs du processus de vulcanisation.

L'effet d'activation du ZnO est principalement attribué à sa capacité à créer des complexes générant des fragments sulfuriques durcissant avec du soufre et des accélérateurs.

Oxyde de zinc (ZnO) peut agir comme charge ou blanc colorant également dans les compositions de caoutchouc. [26]

- **Acide stéarique :**

Les acides participants augmentent la solubilité de ces complexes dans les caoutchoucs ; ils améliorent la capacité de dispersion des additifs en poudre dans les composés et parfois aussi prolonger la période d'induction de la vulcanisation [26].

L'acide stéarique est un mélange d'acides gras saturé à chaîne droite formé principalement d'acide stéarique sous la forme ( $C_{17}H_{35}COOH$ ) et d'acide palmitique sous la forme ( $C_{15}H_{31}COOH$ ).

Il est utilisé dans l'industrie des pneus et du caoutchouc comme activateur de la vulcanisation, en différentes concentrations et avec d'autres substances pour contrôler la flexibilité ou autres propriétés du produit final [44].

#### **II.1.2.4. Les charges de renforcements**

Pour les applications industrielles, les élastomères sont en général renforcés par des charges. Ces charges ont pour but d'améliorer certaines propriétés mécaniques de la pièce vulcanisées telles que : le module, la résistance à la traction, la résistance à la rupture, la résistance à l'abrasion, la résistance à la fatigue, la résistance aux chocs entaillés ainsi que l'amélioration de la température de déflexion thermique. [21]

Les deux types de charge les plus couramment utilisées sont le noir de carbone et la silice [36].

- **Noir de carbone :**

Les noirs de carbone se présentent sous l'aspect d'agrégats de forme irrégulière dont les dimensions sont de l'ordre de quelques centaines de nanomètres et dont la nature est pseudo-graphitique. Le noir de carbone est une microcristalline du carbone. [45]

C'est en 1912, qu'il montra fortuitement ses qualités exceptionnelles de renforcement des pneumatiques en caoutchouc, Il représente 25 à 30 % de la composition de la gomme et donne sa couleur au pneu. Couleur qui a par ailleurs un réel pouvoir contre le rayonnement des ultraviolets pour s'opposer à la fissuration et au craquelage de la gomme. Il est utilisé pour améliorer le traitement, la résistance et la durabilité importants pour la fabrication des pneus et les performances des pneus (notamment la sécurité), augmentant la durée de vie des pneus et l'économie de carburant. [36 ; 46 ; 47]

- **La silice :**

Il est issu du sable, c'est un solide minéral de formule brute ( $\text{SiO}_2$ ) constitué de tétraèdres  $[\text{SiO}_4]$  liés par les sommets.

C'est un matériau très largement répandu à l'état naturel dans les minéraux comme le quartz et le sable dans les plantes comme le bambou. Mais pour son usage industriel est plutôt d'origine synthétique et amorphe [48].

La silice a des propriétés connues depuis longtemps, notamment l'amélioration de la résistance à la déchirure des mélanges de gommés. Elle augmente l'adhérence et la durée de vie du pneu et diminue aussi la consommation du carburant et la distance du freinage. [35]

#### **II.1.2.5. Les plastifiants**

Les plastifiants sont généralement des liquides organiques à haut point d'ébullition ou des solides à bas point de fusion. Ils sont aussi parfois polymères de masse moléculaire moyenne.

Ce sont des substances qui sont ajoutées aux caoutchoucs dans le but d'améliorer leurs flexibilités, et de diminuer la viscosité des mélanges non vulcanisés, ce qui a pour effet d'assurer un bon processus traitement de mise en forme [49 ; 50].

Parmi ces plastifiants, on trouve :

- **Les huiles :**

Ils ont principalement le rôle d'améliorer les conditions de mise en œuvre, ils participent à la bonne dispersion de la charge dans l'élastomère et diminuent la température de mélangeage ; il s'agit d'huiles paraffiniques, naphthéniques ou aromatiques [51 ; 25].

#### **II.1.2.6. Les anti-dégradants**

Les élastomères peuvent être dégradés sous l'action de l'oxygène, de l'ozone, de la lumière, de la température... L'ajout de certaines espèces chimiques permet de protéger la gomme contre la thermo-oxydation et l'attaque de l'ozone pour que le matériau conserve de bonnes propriétés dans les conditions de son utilisation. La dégradation par l'oxygène et par l'ozone implique différents mécanismes chimiques qui vont avoir des conséquences diverses sur les propriétés des polymères, alors l'ajout des anti-dégradants devient important.

Les anti-dégradants sont utilisés afin de retarder la dégradation du pneu engendrée, et diminuer le vieillissement par l'oxygène, l'ozone, ou la chaleur. Ils sont principalement des charges (influence positivement sur les propriétés commerciales du caoutchouc) et aussi des additifs qui permettent aussi de mélanger tous les ingrédients nécessaires en poudre ou liquide au caoutchouc [26].

Ce sont généralement des amines dérivées de la para-phénylène-diamine (PPD) et quinoléine, des phénols (hydroquinones) et des phosphites [42].

Il convient de noter que les agents protecteurs du caoutchouc (c.-à-d., les antioxydants et les antiozonants) sont généralement ajoutés pour représenter environ 1 % (% en poids) de la composition d'un pneu normal [52].

Les anti-dégradants, en principe sont :

- Des antioxydants
- Des antiozonants
- **Les antioxydants :**

Pour interrompre le processus d'oxydation (**II.3.1.2**), on ajoute des espèces antioxydants à la formulation.

Les antioxydants sont des éléments protecteurs qui agissent comme capteurs de radicaux libres. Ces derniers sont produits quotidiennement par l'organisme ; ce sont des composés très réactifs comportant un électron célibataire, ils sont nécessaires à des mécanismes vitaux mais, ils deviennent nocifs quand ils sont en excès.

Donc un antioxydant est une molécule qui diminue ou empêche l'oxydation d'autres substances chimiques. Aussi il est défini comme toute substance qui, en faible concentration par rapport au substrat susceptible d'être oxydé, prévient ou ralentit l'oxydation de ce substrat.

C'est une molécule qui est capable de neutraliser les formes actives de l'oxygène [52].

En pneumatique ces antioxydants sont utilisés pour éviter le durcissement du caoutchouc [54].



**• Les antiozonants :**

Un antiozonant est un composé organique qui empêche ou retarde la dégradation du matériau causé par l'ozone (craquage de l'ozone). Les antiozonants sont utilisés comme additifs pour les plastiques et le caoutchouc, en particulier dans la fabrication des pneus. Les antiozonants communs comprennent : [55]

- Les p-phénylènediamines telles que : le 6PPP (N- (1,3-diméthylbutyl) -N'-phényl-p-phénylènediamine) ou l'IPPD (N-isopropyl-N '-phényl-p-phénylènediamine)
- 6- Éthoxy-2,2,4-triméthyl-1,2-dihydroquinoléine (ETMQ)
- Diuryle d'éthylène (EDU)
- Cires de paraffine qui forment une barrière de surface.

On les appelle communément antiozonant, car leur effet protecteur sur les produits à base de caoutchouc découle d'une réaction entre l'additif chimique et l'ozone, autrement dit, car ils protègent les élastomères contre la détérioration liée à l'ozone [56].

**II.1.2.7. Les fils métalliques**

Les fils destinés au renfort métallique des pneumatiques sont réalisés avec des aciers très fortement alliés en carbone, recouverts de laiton. Ces fils sont tréfilés jusqu'à des diamètres très fins, toronnés, pour ensuite former des nappes qui vont être enrobées d'élastomères. Ces renforts servent notamment à garantir un meilleur contact entre le pneu et la route pour ainsi renforcer la sécurité des usagers. [57 ; 58]

Premier à maîtriser le tréfilage d'acier dur en fil fin, Michelin a introduit de l'acier dans l'armature du pneu dès 1934. Ce progrès technique majeur, associé à l'élaboration d'un revêtement assurant une liaison physico-chimique forte entre la gomme et l'acier, a été utilisé industriellement en 1937 dans le pneu Michelin Metalic pour les véhicules Poids Lourd. Depuis, l'acier a été adopté comme ceinture des pneus radiaux. Les renforts métalliques apportent au pneu résistance et rigidité. [36]

**II.1.2.8. Les textiles**

Les fibres textiles sont des polymères linéaires avec une symétrie élevée et des forces intermoléculaires, qui sont généralement causées par la présence de groupes polaires. Ils se caractérisent par un module élevé, une résistance à la traction élevée et une ductilité modérée (généralement moins plus de 20%). [21]

Les textiles sont utilisés comme renfort depuis les origines du pneu, ils assurent une haute performance homologuée pour rouler à très haute vitesse [36].

L'industrie textile fournit les matériaux de base (polyester, nylon, rayonne et fibres d'aramide) pour la fabrication des cordes servant de matériau de renforcement [59].



**Figure 15 :** Les renforçant textiles

## **II.2. Les propriétés mécaniques du composé du caoutchouc des pneumatiques**

La qualité des pneumatiques est définie grâce aux propriétés mécaniques décrite ci-dessous [60] :

### **A. Résistance à la traction**

La résistance à la traction est la force maximale qu'un échantillon de caoutchouc peut supporter sans être déformé ou fracturé lorsqu'il est étiré.

### **B. La résistance à la déchirure**

La résistance à la déchirure est la résistance offerte par l'éprouvette de caoutchouc contre la tension appliquée pour former une entaille ou une coupe.

### **C. La dureté**

La mesure dans laquelle le spécimen de caoutchouc montre sa résistance lorsque la force est appliquée. C'est la résistance à l'indentation.

**D. Allongement**

C'est l'augmentation de la longueur de l'échantillon à partir de la longueur d'origine lorsqu'il est étiré par une force appliquée jusqu'à ce qu'il se casse.

**E. Module**

C'est la force ou la contrainte nécessaire pour produire un pourcentage d'allongement ou une déformation dans un échantillon de caoutchouc. En général, le caoutchouc plus dur a un module plus élevé.

**F. La densité**

La densité est définie comme la masse par unité de volume. C'est une propriété intensive, qui est définie mathématiquement comme la masse divisée par le volume.

**Tableau 2:** Propriétés mécanique d'un pneumatique

N° propriétés	P. mécanique	Unité	Caoutchouc « pneu »
1	Résistance à la traction	KG/CM <sup>2</sup>	145.5
2	Résistance à la déchirure	KN/M	40.0
3	La dureté	SHA°	68.0
4	La densité	G/CC	1.20
5	Allongement	%	400
6	Le module	KG/CM <sup>2</sup>	110

**II.3. Détérioration des pneumatiques**

Le vieillissement ou détérioration d'un pneu est une évolution lente et irréversible (dans les conditions d'utilisation) d'une ou plusieurs propriétés du matériau, résultant de modification de sa structure, de sa morphologie ou de sa composition [61].

C'est un sujet assez bien étudié dans les laboratoires des fabricants de pneus. Ils se dégradent principalement de l'intérieur vers l'extérieur, en raison de la perméation et de la réaction de l'oxygène sous pression dans la structure du pneu, à des vitesses proportionnelles à la température. Ce qui implique que le vieillissement est essentiellement une question d'oxydation, lorsque le caoutchouc est exposé à l'oxygène, il sèche et devient plus rigide, ce qui entraîne des fissures. [62]

**II.3.1. Les phénomènes influençant sur la diminution des propriétés mécaniques des pneus**

Le comportement mécanique d'un polymère est fonction de sa microstructure ou de sa morphologie. Compte tenu de la complexité du polymère ou le caoutchouc et sa réponse aux contraintes ou déformations appliquées, il est impératif que, pour leur utilisation judicieuse, ceux qui travaillent avec les polymères ont une connaissance élémentaire de la façon dont le comportement des polymères est influencé par des facteurs structurels et environnementaux, et la sélection d'un polymère pour une utilisation finale spécifique, une attention particulière doit être accordée à ses propriétés mécaniques.

Selon Benoit et al [43] la diminution des propriétés de résistance mécanique résulte de l'action directe de la température, d'un vieillissement chimique ou du phénomène de fatigue dans des conditions d'opérations normales ou sévères.

**II.3.1.1. Action directe de la température****A. Effet de la température des pneus pendant leur exploitation :**

La température est un paramètre majeur du pneu en opération, et lors d'une utilisation normale, elle peut atteindre environ 60°C, et tout changement de condition d'opération du pneu (contact du pneu avec la surface de la route et des déformations pendant le roulement...etc.) se traduit généralement par une augmentation de sa température, qui a un effet sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques des caoutchoucs. Il s'avère que cela a un impact sur la consommation de carburant. [63 ; 64]

**B. Effet de la température élevée en présence d'oxygène :**

Le vieillissement des caoutchoucs dus à l'exposition à des températures élevées et à l'oxygène est fortement accéléré par les contraintes, typiques des applications de joints et l'exposition à d'autres gaz réactifs comme l'ozone, et les effets de l'oxydation sont observés plus tôt et sont plus grave à mesure que la température augmente. Outre que la fragilisation (durcissement de la chaîne) ou le ramollissement (scission de la chaîne), d'autres changements visibles tels que la fissuration, la carbonisation et la décoloration peuvent être observés. [42]

Le vieillissement thermique oxydatif entraîne une perte de résistance à la traction, d'allongement à la rupture et d'élasticité globale des vulcanisât de caoutchouc. [65]

Plus un pneu est exposé à des températures élevées, plus il sera probable qu'il prendra en charge des changements néfastes dans les matériaux et les propriétés du pneu. En outre, plus

haute sont les températures, plus rapidement ces changements se produiront. De tels changements peuvent réduire la robustesse/résistance du pneu à la fatigue, ce qui peut être cause des dommages au pneu. [66]

### **II.3.1.2. Mécanisme du vieillissement chimique**

On appelle vieillissement chimique tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau (polymère ou ses adjuvants) sous l'influence de l'environnement. En pratique, le vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique et les deux phénomènes interférents.

Il résulte de modifications structurales du polymère à l'échelle moléculaire et c'est l'analyse du phénomène à cette échelle qui permettra d'élaborer un modèle cinétique. [67 ; 68 ; 69]

Différents processus de vieillissement chimique ont été mis en évidence dans le cas du caoutchouc [70 ; 71]. Les agents de vieillissement sont environnementaux et incluent l'oxygène, l'eau, l'ozone et la lumière.

#### **A. Vieillissement par oxydation**

L'oxydation résulte l'incorporation d'oxygène dans une chaîne de polymère, qui est rendue possible par la dissociation de liaisons chimiques faibles au sein du polymère, phénomène qui est activé par la température. Cette incorporation a entraîné la formation de groupements dits oxydés. [72]

#### **❖ Mécanisme d'oxydation selon Bolland et Gee :**

La formation de radicaux libres ( $R\bullet$ ) pendant la polymérisation, le traitement ou le service du produit en caoutchouc est la première étape de la dégradation du polymère et est appelé « initiation » du processus de dégradation.

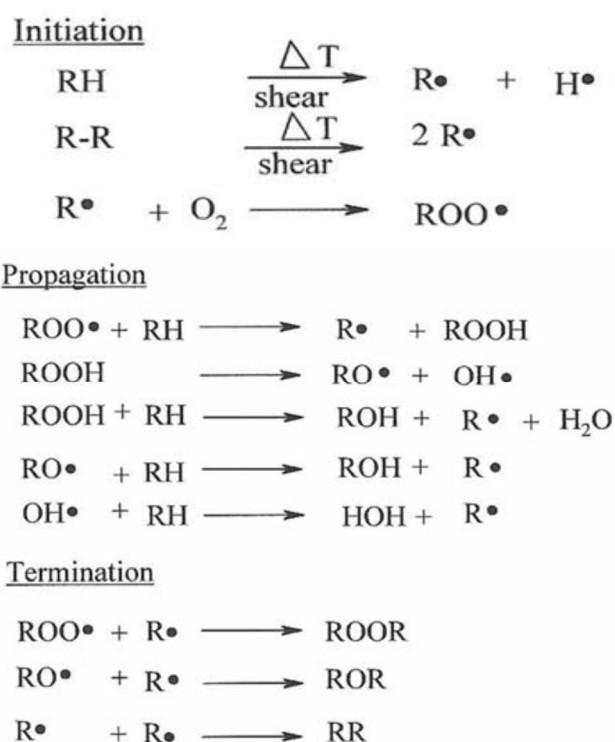
Ces derniers se forment par clivage de liaisons C–C ou C–H, sous l'action de la température ou de forces de cisaillement. Ils réagissent rapidement avec l'oxygène pour former des peroxydes ( $ROO\bullet$ ), qui sont directement responsables de la dégradation. Cette étape est appelée propagation.

Le radical peroxyde réagit en outre avec l'atome d'hydrogène labile du polymère pour former des hydro-peroxydes instables ( $ROOH$ ).

Les peroxydes d'hydrogène se décomposent immédiatement par clivage hémolytique pour former des radicaux alcoxy (RO•) et hydroxyle (OH•) et propager davantage le mécanisme de dégradation.

L'étape de propagation du processus de dégradation est très rapide par rapport à l'étape d'initiation. Cet autocatalytique la réaction d'oxydation progresse jusqu'à ce qu'elle se termine par la formation de produits stables. [42]

L'oxydation des polymères est généralement décrite par le schéma réactionnel proposé par Bolland et Gee [73] (figure 17) :



**Figure 16** : Mécanisme d'oxydation des polymères proposé par Bolland (RH=élastomère hydrocarboné)

Pendant l'oxydation du caoutchouc vulcanisé, À basse température, l'absorption d'oxygène est presque linéaire, mais lorsque la température augmente, la réaction devient autocatalytique et s'accélère fortement. [51]

En général, les caoutchoucs vulcanisés à base de caoutchouc naturel, de caoutchouc isoprène et de caoutchouc iso-butylène-isoprène subissent majoritairement des réactions de coupure de chaînes pendant l'oxydation, ils ont donc tendance à devenir plus souples. Par

contre, ceux obtenus à partir de caoutchouc styrène-butadiène, de caoutchouc nitrile-butadiène, de caoutchouc polychloroprène et de caoutchouc de diène non conjugué éthylène-propylène subissent plutôt une réaction de cyclisation qui conduit au durcissement de la partie vieillie. [71]

Les études de vieillissement effectuées sur des formulations typiques de celles utilisées dans les pneus rapportent comme effet net de l'oxydation un durcissement du caoutchouc, le signe de la prépondérance du mécanisme de la scission de la chaîne et la réticulation qui entraînant la perte des propriétés élastiques du vulcanisât. Les deux se produisent simultanément - celui qui prévaut détermine le produit final Propriétés. [42 ; 74 ; 75 ; 76 ; 77 ; 78]

### **B. Vieillissement thermique en absence d'oxygène**

En l'absence d'oxygène, plusieurs réactions peuvent avoir lieu sous l'effet de hautes températures, éventuellement en présence d'eau ou d'huile [71] :

- Décomposition thermique des réticulations et hydrolyse des structures sensibles à l'eau (polyesters, polyamides, polyimides, etc.), se traduisant par un ramollissement.
- Poursuite de la formation de réseaux inter et intramoléculaires, qui conduit à un durcissement.
- Déplacement des liaisons sans changement de leur nombre.

### **C. Vieillissement par ozonation**

L'ozone ( $O_3$ ) est une allotropie du dioxygène, réactif vis-à-vis des composés éthyléniques (ozonation). Il est reconnu que ce composé, même à très faible concentration (quelques ppm).

L'ozone réagit avec les doubles liaisons carbone-carbone et provoque des scissions de chaînes. Cela a pour conséquence l'apparition de fissures profondes (plus ou moins parallèles et perpendiculaires au sens de la contrainte) pouvant aller jusqu'à la désintégration du matériau, et ce plus spécifiquement sur les caoutchoucs sous tension. Il peut également provoquer une décoloration de l'élastomère. [42 ; 79 ; 80]

Pour protéger les élastomères insaturés contre l'attaque de l'ozone ( $O_3$ ), plusieurs stratégies ont été adoptées, tel que l'ajout des antiozonant [82].

**Scission de chaîne d'un polymère** : réaction chimique entraînant la rupture des liaisons squelettiques. [83]

**D. Action de la lumière**

L'utilisation des polymères, et en particulier les caoutchoucs ou les pneus en général, et leur exposition prolongée à la lumière solaire, la lumière artificielle, ainsi qu'à l'oxygène conduit à des phénomènes de dégradation de chaînes macromoléculaires, encore appelé mécanisme de photo-oxydation qui se traduit par une perte des propriétés d'usage du matériau. [79 ; 84]

Il se caractérise par l'apparition de petites craquelures connectées sans orientation préférentielle à la surface du matériau. Grâce à l'addition de noir de carbone ou d'absorbants d'UV, ce phénomène de vieillissement de surface peut être fortement limité [85].

**II.3.1.3. La fatigue**

La définition de Webster indique que la fatigue est l'action qui se produit dans un matériau, en particulier les métaux, provoquant une détérioration et une rupture après une répétition de contraintes. Dillon aussi définit la fatigue comme une « action » à la fois chimique et physique [86] qui englobe les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, les processus de relaxation structurale (augmentation de la compacité, modification de la conformation des chaînes), de cristallisation lente et tous les processus impliquant des transferts de masse (perte de plastifiants, absorption de solvants) [58 ; 68 ; 69].

Autrement dit, la fatigue dynamique est la détérioration progressive et la rupture d'un élément en caoutchouc en raison des vibrations mécaniques qui lui sont imposées. Le nombre de vibrations mécaniques répétées nécessaires pour rompre l'élément en caoutchouc est appelé ici la durée de vie en fatigue dynamique de l'élément pour cette condition particulière de vibration. [87]

En pneumatique, la fatigue agit en tant que facteur déterminant de la durée de vie des pneus. En effet, lorsque le véhicule sur lequel ils sont montés est en mouvement, les pneus sont soumis à une sollicitation cyclique dans laquelle chaque point du pneu subit une déflexion à chaque tour ou cycle du pneu en conséquence de la contrainte nette exercée. Ce type de sollicitation est équivalent à une sollicitation en fatigue dans laquelle chaque point du pneu parcourt tout le domaine des contraintes une fois par cycle. [51]



**Conclusion**

Ce chapitre a décrit les composants d'un pneumatique, en commençant par la matrice polymérique constituée majoritairement du caoutchouc, et ensuite, les différents renforçants de ce caoutchouc qui donneront à leurs tours une meilleure résistance aux pneumatiques.

Nous dressons enfin les phénomènes physiques et chimiques conduisant à diminuer les propriétés mécaniques et au vieillissement de ces derniers en marquant leurs fins de vie.

## *Chapitre III*

### *Matériels d'étude et méthodes expérimentales*

**Introduction**

Le caoutchouc naturel n'est pas un matériau prêt à l'emploi, il nécessite diverses opérations de préparation afin d'obtenir un mélange dont les caractéristiques désirées et peut être industriellement utilisés. Comme c'est mentionné en chapitre 2, pour son utilisation en pneumatique, divers matériaux sont ajoutés, et le dosage de chacune fait de chaque profil de pneumatiques un produit unique aux qualités spécifique.

La production des pneumatiques commence par le mélange de l'ensemble des constituants. Et l'effet final de cette partie du mélangeage et d'obtenir un mélange de caoutchouc optimal. C'est pour cela un ensemble de tests sont réalisés au niveau du laboratoire dans le but d'étudier les différentes propriétés (propriétés physiques et chimiques) de ce mélange.

Dans ce chapitre, nous présentant l'entreprise pneumatique "IRIS TYRES" où nous avons pu effectuer notre recherche, ainsi que les différentes étapes de cette études et ce en commençant par les étapes de mélangeage et création d'une couche d'un pneumatique, pour y en terminer avec l'étude expérimentale mécanique que nous avons effectué au sein de cette entreprise, sur les changements des propriétés mécaniques de deux mélanges caoutchouteux différents sous l'effet thermique, vue que la température est considérée comme un facteur principal qui accélère le vieillissement des pneumatiques.

**III.1. Historique de l'entreprise [1]**

Tout a commencé en 2004, quand l'entreprise algérienne **EURL SATEREX** spécialisée dans la fabrication des produits électroniques, électroménagers et téléphonies a été fondée. Après plus de quinze ans, IRIS est devenue le précurseur dans l'industrie de l'électronique et de l'électroménager grand public, mais aussi le numéro 1 incontestable dans le segment de la Télévision [88].

Ce pôle industriel que IRIS a bâti, a diversifié ses activités et élargi son portefeuille, en passant par l'électrodomestique au complexe électronique, arrivant jusqu'au complexe pneumatique, un projet géant mûrement réfléchi qui était fondé en fin 2017.

Pour qu'en Avril 2019, le premier pneu IRIS soit fabriqué.

### **III.1.1. Iris tyres [88]**

L'entreprise IRIS TYRES est une entreprise dynamique, née d'une véritable passion pour la production et l'exportation pneumatique.

Ce complexe est un concentré de technologie au point de parler même « d'usine d'intelligence ». Un système d'information et de gestion très développé et des logiciels ont été mis en place afin de gérer à l'instant tout flux d'information et d'assurer une traçabilité et une fiabilité des données et des produits.

Cette entreprise bénéficie d'une expertise de son fondateur en partenariat avec un panel de fournisseurs et de producteurs sélectionnés sur la base de leurs compétitives et surtout leurs efficacités dans les tâches.

IRIS vient de présenter son premier pneu 100% fabriqué en Algérie, produit au sein de sa nouvelle usine moderne aux standards international, cette initiative est la première du genre en Algérie et la troisième en Afrique.

L'équipe de travail a commencé avec une production de 2.000.000 PNEU en PCR (Passenger Car Radial), ensuite ils ont fixé un but d'atteindre un taux plus élevé (extension en PCR) et installation d'une autre entreprise concernant la production TBR (Truck and Bus Radial TYRES).

La qualité ainsi que les normes et certifications obtenues par la marque et ses produits n'ont fait que confirmer que le pneu IRIS TYRES est un pneu premium qui a sa place parmi les grands du secteur.

Consciente de l'importance de la qualité et la sécurité de ces clientèle, IRIS mis plus de 320 points de contrôle pour chaque pneu. La satisfaction des besoins de ces clients en termes de disponibilité et de qualité est sa préoccupation majeure.

Ce pneu IRIS a traversé la méditerranée et se trouve actuellement disponible dans différents pays du Maghreb et du bassin méditerranéen, et devient ainsi un acteur important dans le domaine de pneumatique au niveau national et international.

**Certifications :** ISO 9001 :2015, ISO 14001 :2015, IATF 16949 :2016.

**Les familles de pneus produits :** ECORIS / SEFAR / STROMY / AURES.

### III.1.2. Localisation de l'entreprise

IRIS TYRES est un projet grandiose, un méga complexe industriel bâti sur une superficie de 5.5 hectares situé à la zone industrielle de Sétif [88 ; 89].

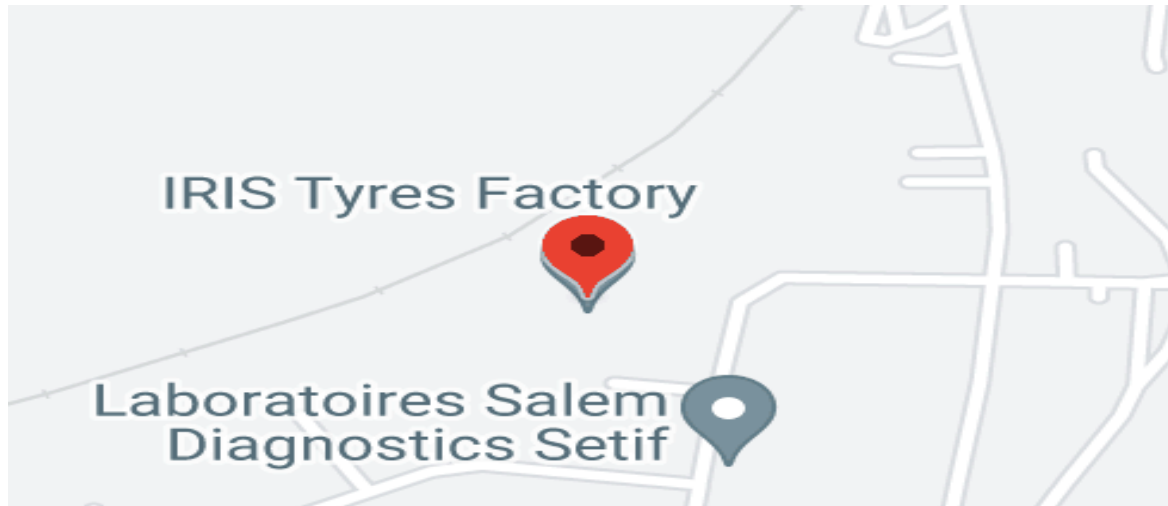


Figure 17 : Mapp de localisation de site pneumatique IRIS TYRES

### III.1.3. Organigramme d'accueil [88 ; 90]

En effet, la qualité et la sécurité sont au cœur de la réflexion stratégique de la marque. Au sein du laboratoire de recherche et de développement, des tests s'effectuent au quotidien grâce à un matériel très sophistiqué et ceci dans le but de fournir un pneu conforme aux normes et réglementations internationales et complètement sécurisé.

Laboratoire IRIS PNEUS est équipée de divers équipements d'analyse rhéologiques, physiques, mécaniques et dynamiques pour la caractérisation des caoutchoucs.

L'objectif du laboratoire est d'homologuer de nouvelles matières premières ainsi que de rechercher et développer de nouvelles formulations, d'inspecter la qualité des matières premières reçues et contrôler les mélanges mixés (les composants semi-finis).

Le laboratoire IRIS PNEUS est équipé de divers équipements d'analyses rhéologiques, physiques, mécaniques et dynamiques pour la caractérisation des caoutchoucs. L'objectif du laboratoire est d'homologuer de nouvelles matières premières ainsi que de tester de nouvelles formulations, d'inspecter la qualité des matières premières reçues et les composants semi-finis.

Les instruments des analyses désignés pour l'étude sont : Mooney Viscosimètre, Rhéomètre, Traction, Duromètre, de mattia.

**Les paramètres étudiés sont :**

- Mooney Viscosimètre : Mooney viscosité (ML1+4) par rapport au norme internationale ISO 289-1 :2015.
- Rhéomètre : Temps de cuisson 10 Tc 10 (min), Temps de cuisson 50 Tc 50 (min), Temps de cuisson 90 Tc 90 (min), Torque Minimum S'min (dN.m), Torque Maximum S'min (dN.m) par rapport au norme internationale ASTM D5289 : 2012.
- Traction : Résistance à la rupture Fbreak, L'allongement à la rupture Ebreak, Modulus MOD100, Modulus MOD200, Modulus MOD300 par rapport au norme internationale ISO 37 :2017.
- Duromètre : Dureté (ShA) ASTM D 2240-15 : 2021.
- Vieillessement : les paramètres étudiés sont les mêmes que la Traction et le Duromètre après soumission aux dégradation thermique par rapport au norme internationale ISO 188 : 2011.

**III.2. Formulation et protocole de mise en œuvre**

Les pneumatiques sont composés de différents types de mélanges de caoutchouc ayant des propriétés essentielles au fonctionnement du pneumatique lui-même. [91]

Durant notre étude de l'effet des anti-dégradants dans un mélange caoutchouteux lors du vieillissement thermique en présence d'oxygène sur les caractéristiques mécaniques, on a préparé deux couches différentes (Référence contient un anti-dégradant (TMQ) et Version 01 sans (TMQ)) qui ressemblent au flanc, la partie latérale d'un pneu, qui est constitué de gomme souple capable de supporter les contraintes de déformations à chaque tour de roue, en offrant une résistance aux chocs accrue (trottoirs) [92].

**III.2.1. Préparation des mélanges caoutchouteux (couches du pneu)**

La préparation des deux mélanges (Référence et Version 01) se font en plusieurs étapes :

**III.2.1.1. Formulation**

La formulation choisie pour élaborer nos mélanges est proche de celle employée pour les flancs des pneumatiques. Nous avons, toutefois, utilisé :

- Polymères (Caoutchouc naturel, Caoutchouc synthétique (butadiène))
- La charge (Noire de carbone)
- Agent de vulcanisation (sulfure insoluble)
- Accélérateur de vulcanisation (TBBS)
- Les activateurs de l'agent de vulcanisation ((ZnO), L'acide stéarique)
- Les plastifiants (L'huile)
- Les anti-dégradants (6PDD, TMQ, DTPD)



**Figure 2** : Les constituants du mélange

Certains de ces produits chimiques sont très essentiels dans le processus de vulcanisation. En fonction des proportions de ces produits chimiques, le processus de vulcanisation est contrôlé. Une légère variation du poids de ces produits chimiques peut avoir un effet très néfaste sur les propriétés du composé. [92 ; 93]

En industrie pneumatique ou de caoutchouc en général, les proportions massiques de différents éléments introduits dans la formulation sont évaluées en parts pour cent de caoutchouc (Phr : parts per hundred of rubber) afin d'en faciliter la lecture [94]. Ces informations sont basées sur 100 parties (en masse) du polymère de base ou des polymères de base (dans le cas de mélanges de polymères) [95].

Tous les ingrédients doivent être pesés avec une précision de  $\pm 1\%$  [93], c'est pour cela avant le pesage de ces constituants, il est nécessaire de convertir en poids.

**Tableau 3:** La quantité des différents constituants de la formulation

	<b>Référence</b>	<b>Version 01</b>
Les constituants	Quantité (Phr)	Quantité (Phr)
Caoutchouc naturel	<b>50</b>	<b>50</b>
Caoutchouc synthétique (Butadiène)	<b>50</b>	<b>50</b>
Noire de carbone	<b>60</b>	<b>60</b>
Sulfure insoluble	<b>3</b>	<b>3</b>
TBBS	<b>1.1</b>	<b>1.1</b>
ZnO	<b>3</b>	<b>3</b>
Acide stéarique	<b>1.5</b>	<b>1.5</b>
Huile	<b>3</b>	<b>3</b>
6PDD	<b>2</b>	<b>2</b>
DTPD	<b>1</b>	<b>1</b>
TMQ	<b>1</b>	

### III.2.1.2. Mélangeage (mixage)

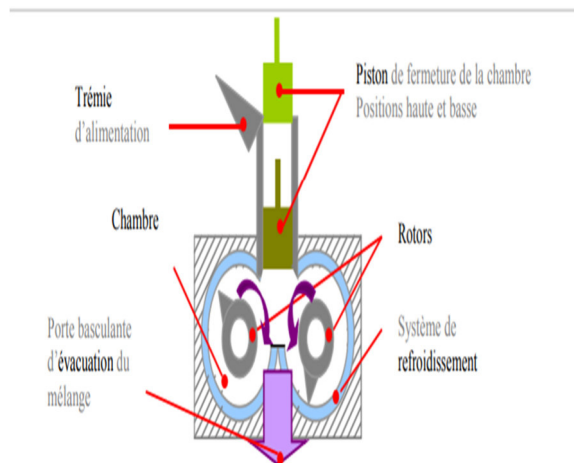
Le processus de mélange (mixage) de caoutchouc est l'une des étapes importantes dans la détermination des propriétés physiques et chimiques de caoutchouc vulcanisé [96]. Il consiste à fortement malaxer le caoutchouc pour y incorporer et disperser, selon un ordre déterminé et dans des conditions de cisaillement et de températures bien définies, la quinzaine d'ingrédients de la « formule » préalablement établie en fonction de l'application [23].



Ce processus puisse varier selon les entreprises, le mélange est le plus souvent effectué en deux étapes : le gros du travail est réalisé dans un mélangeur interne et se termine sur un moulin (mélangeur externe) [97].

### III.2.1.2.1. Mélangeur interne

Le mélangeur interne [97 ; 98] comprend essentiellement deux éléments rotatifs (les rotors en métal) ont pour fonction de briser les matières premières en fines particules, de les disperser puis, de les homogénéiser en une masse uniforme et un pilon (ram) actionné par un cylindre à air comprimé pousse et maintient les matières premières à l'intérieur d'une chambre close appelée chambre interne de mélange d'une capacité de 2 litres. Une pression est exercée sur la matière par un piston, ce qui réduit la quantité de vides dans la chambre et augmente la vitesse d'incorporation des ingrédients. Il se produit au cours du mélange une élévation de température qui nécessite de refroidir l'outil par circulation d'eau.



**Figure 3** : Schéma représentant le principe de fonctionnement d'un mélangeur interne.

Le mélangeage du caoutchouc est une opération composite, impliquant plusieurs mécanismes et étapes différents. Ceux-ci peuvent être séparés en quatre processus de base [98] présenté dans la Figure 20 :

- **Plastification :**

Elle a pour but de réduire la viscosité de la matrice et d'augmenter la mobilité des chaînes macromoléculaires, permettant ainsi de faciliter la mise en œuvre. [100 ; 101]

- **BIT (Black incorporation time)**

C'est le temps nécessaire pour l'incorporation totale du noir carbone dans un mélangeur interne [102].

- **Dispersion**

La dispersion, c'est passer d'un granulé initial macroscopique de l'ordre du millimètre à la taille la plus basse accessible d'une centaine de nanomètres, celle d'un agrégat [98].

- **Distribution**

La distribution consiste à homogénéiser la répartition des agrégats obtenus à l'étape de dispersion dans l'ensemble de la matrice pour assurer des propriétés uniformes au matériau final [40 ; 98].

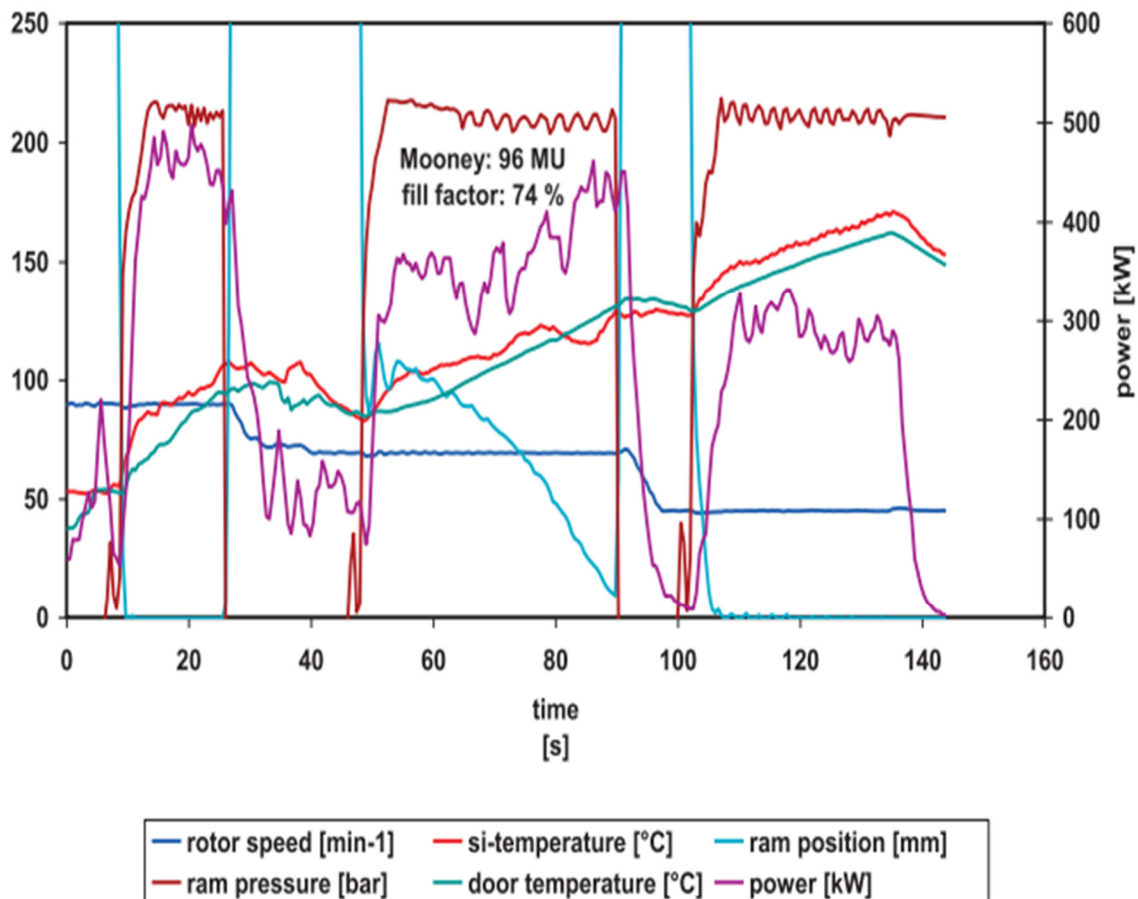


Figure 4 : Courbe de mixage

**A. Processus du mixage dans le mélangeur interne :**

Le mixage dans le mélangeur interne se fait en deux phases :

1- La première phase consiste à préparer le mélange-maitre (master-batch) en ajoutant dans le mélangeur interne tous les ingrédients de la composition à l'exception de l'agent vulcanisation (sulfure) [103].



**Figure 5 :** Le mélange-maitre

2- La dernière phase du processus de mélange est la production du mélange final ou Final-batch. Cette étape consiste à mélanger le mélange-maitre avec du soufre pour la préparation du processus de vulcanisation et obtention d'une formation de réticulation.

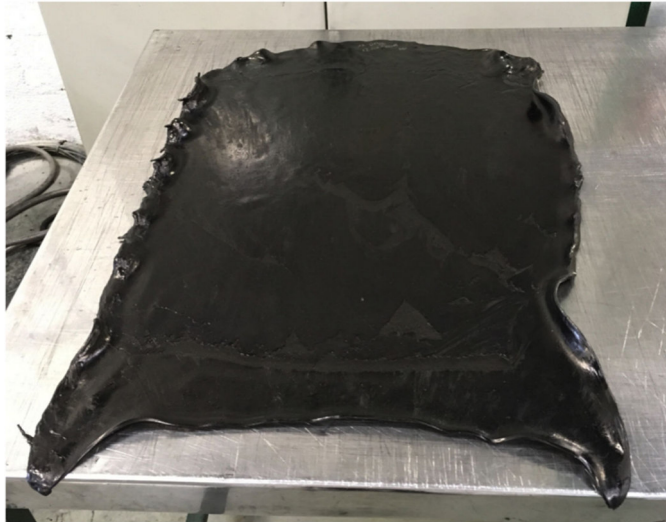
Après l'ajout de soufre, il faut éviter une augmentation de la température pour empêcher une vulcanisation prématurée, c'est pour cela la température dans le mélangeur interne est diminuée [103].

**III.2.1.2.2. Mixage externe**

Après le mixage interne, le mélange est déchargé et déversé dans un mélangeur externe qui est un système mécanique ouvert, comportant deux cylindres parallèles et horizontaux tournant en sens inverse à des vitesses différentes de l'ordre de 10 à 20 tr/min, et un circuit hydraulique permet de refroidir le mélange pour éviter l'activation des agents de vulcanisation. [54 ; 104]

Cette machine sert à l'homogénéisation des mélanges, leur calandrage et l'incorporation des agents de vulcanisation grâce à l'écartement entre les cylindres et les forces de cisaillement extrêmement élevées du mélangeur à de faibles températures. [54 ;103]

Il permet d'obtenir des feuilles de caoutchouc dont l'épaisseur et la largeur sont définies [54], qui seront ensuite mise en différentes formes afin d'obtenir une forme finale du produit et des échantillons pour les différents tests rhéologiques.



**Figure 6** : Mélange obtenu après mixage externe

### **III.2.1.3. La cuisson de la couche**

La cuisson du produit caoutchouteux est le chauffage sous pression qui peut atteindre 120 bars dans des presses de moulage, en provoquant la vulcanisation qui se produit généralement à une température comprise entre 140°C et 200°C [94 ; 105]. Elle consiste à transformer le caoutchouc collant et souple en une matière non collante, moins élastique avec des propriétés homogènes et qui se conserve bien. [106 ;107]

Après les différents tests rhéologiques et détermination du temps de cuisson (**III.1.2.1.2**), les échantillons bruts sont placés dans des moules de cuisson.

Dans notre travail, la cuisson a été réalisé à une pression de 100 bars, température de 150°C et un temps de cuisson TC90 de 13.44 min pour la référence et 13.35 min pour la version 01, dans une presse de moulage à compression en mettant un morceau pré-coupé de mélange dans un moule à deux pièces 240 x 200 x 2 mm<sup>3</sup> qui donne sa forme au caoutchouc.



**Figure 7 :** Pièces vulcanisées

### **III.2.2. Contrôle qualité**

Durant notre étude, le contrôle qualité commence par le pesage qui est une étape importante lors de chaque étape de formulation et du mixage. Il permet de déterminer les pertes de masse par rapport au poids initial de la formulation. [108]

Ces masses initiales et finales sont utilisées dans le calcul de la teneur en matières volatiles qui permet de suivre la stabilité du mélange [109], puisque certains des produits volatils sont perdus pendant l'homogénéisation [108].

Donc le pesage donne une vue sur le mixage et les caractéristiques du produit obtenu [102]. C'est pour cela, après chaque phase de mixage, le mélange est directement pesé.

Après l'obtention d'un mélange caoutchouteux, un autre type de contrôle est utilisé.

Ce type consiste à faire un ensemble de tests rhéologiques et mécaniques permettant de déterminer les caractéristiques du produit fini et semi-fini.

#### **III.2.2.1. Les tests rhéologiques**

La rhéologie est une branche de la mécanique qui étudie les rapports entre la viscosité, la plasticité et l'élasticité de la matière, ainsi que le comportement de celle-ci sous l'influence des pressions [110]. Autrement dit, c'est une science qui étudie l'écoulement ou la déformation

des corps sous l'effet des contraintes qui leurs sont appliquées, compte tenu de la vitesse d'application de ces contraintes ou plus généralement de leur variation au cours du temps [111].

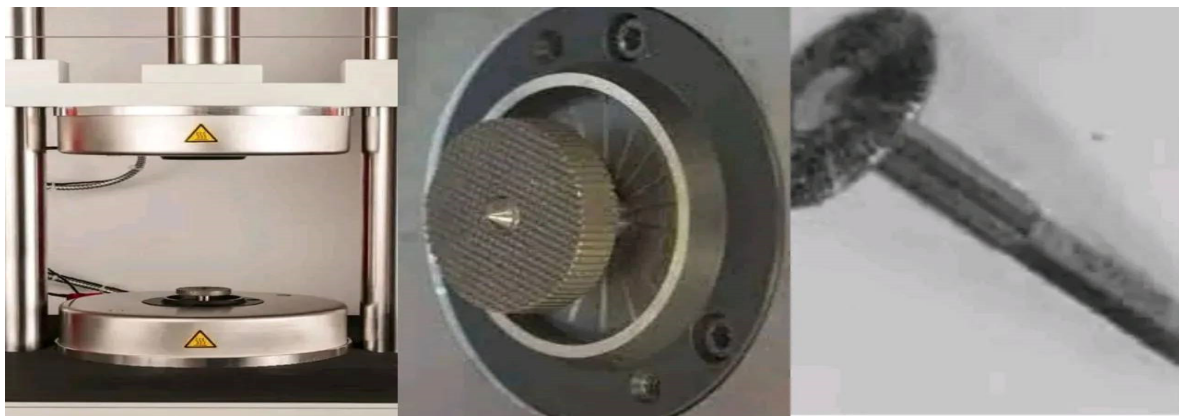
Les polymères montrent un comportement rhéologique qui doit être pris en compte lors de l'utilisation ou la production de ces types de matières, comme la viscosité du produit fondu, la fluidité, les propriétés viscoélastiques, le comportement thermique, le vieillissement, etc. [112]

Dans ce cas du caoutchouc qui est un matériau viscoélastique, connu par son comportement intermédiaire d'un fluide visqueux et d'un solide élastique idéal, plusieurs paramètres tels que : la mixage, l'ajout de ces différents produits chimiques, la température et les forces de cisaillement... influencent sur ce comportement de ce mélange caoutchouteux, c'est pour cela avant de passer d'une phase du mixage à l'autre de chaque version, un ensemble de tests rhéologiques ont été fait.

#### **III.2.2.1.1. Mooney viscosité**

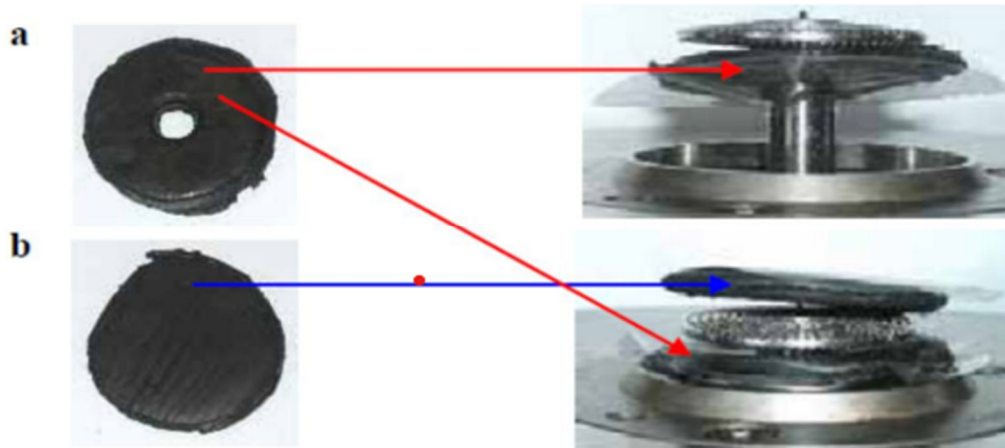
La viscosité Mooney, appelée aussi viscosité rotationnelle, est la valeur mesurée par le viscosimètre Mooney. C'est une mesure du couple de résistance du NR contre la rotation du rotor à une vitesse constante. Elle reflète la qualité de traitement du caoutchouc non vulcanisé et le poids moléculaire, niveau et large gamme de distribution. [113 ; 114]

Le viscosimètre de type Mooney est équipé d'un rotor biconique afin d'obtenir un cisaillement homogène. Il est représenté ci-dessous (figure 24).



**Figure 8 :** Viscosimètre Mooney et son rotor

On découpe à l'aide d'un emporte-pièce 27 g de mélange (master et final batch de la référence et version 01) qui correspondent au volume de la chambre du Mooney. On y découpe deux disques pour chaque mélange dont l'un est percé d'un trou pour le passage de l'axe du rotor. Ces deux disques sont mis en place dans la chambre (figure 25). La chambre du Mooney est ensuite fermée pour compacter le tout en appliquant une pression de 100 bars, puis active la rotation du rotor.



**Figure 9 :** La mise en place de l'échantillon : a) du disque inférieur b) du disque supérieur

La mesure de la viscosité Mooney d'un caoutchouc est régie par la norme, à savoir ISO 289-1 et il s'écrit classiquement ML (1+4)100, ce qui signifie que la viscosité a été mesurée en utilisant un grand rotor, l'échantillon a été préchauffé pendant 1 minute dans la cavité du moule à une température de 373K (100°C), et ensuite, il a été cisailé par ce rotor à une vitesse constante de 2tr/min pendant 4 minutes pour le test [115 ; 116].

Le résultat est représenté dans une courbe et il est donné en unité Mooney (Mooney Unity « MU »).

#### III.2.2.1.2. Les caractéristiques de la vulcanisation

Le degré de vulcanisation du composé de caoutchouc a une grande influence sur les propriétés du produit final. Par conséquent, la définition précise du processus de durcissement (cuisson), y compris le temps de cuisson optimal, est important pour garantir la production du produit final ayant des performances élevées. Typiquement, la vulcanisation est représentée à l'aide de courbes de vulcanisation. [117]

Dans notre étude, le principal type d'équipement utilisé pour la réalisation des courbes de vulcanisation sont les rhéomètres à matrice mobile de type MDR 3000 qui produisent toutes les données de vulcanisation du caoutchouc nécessaires pour tout caoutchouc ou composé élastomère, et l'analyse de la courbe MDR assure que le composé durcit ou peut être traité comme prévu. [118]

Le rhéomètre est composé d'une chambre d'essai biconique sans rotor, constituée de deux plateaux chauffants (un plateau supérieur fixe et un plateau inférieur mobile (oscille)).

L'échantillon prit du mélange final de chaque version est placé sur le plateau inférieur chauffé à 150°C. Ensuite, le plateau supérieur (chauffés à 150°C) comprime l'échantillon par une pression de 100 bars. L'échantillon est préchauffé pendant 3 minutes. Après cette période de préchauffage, le plateau inférieur oscille jusqu'à la détermination de toutes les propriétés nécessaires.

### **III.2.2.2. Les tests d'évaluation des propriétés mécaniques**

Le comportement mécanique est caractérisé aux grandes déformations par les mesures de traction et aux petites déformations par des mesures dynamiques en fonctions de la température.

Dans le but d'étudier ce comportement mécanique des deux mélanges avant et après les conditions du vieillissement (III.1.3), trois tests d'évolution des propriétés mécaniques ont été effectué :

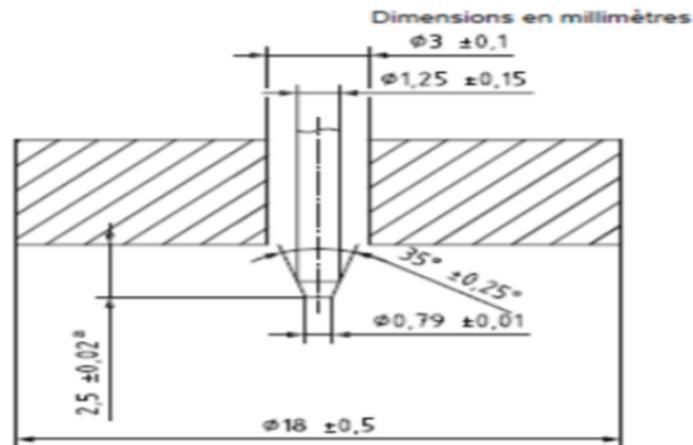
#### **III.2.2.2.1. Mesure de la dureté shore A**

La dureté de caoutchouc est une indication de sa rigidité face à des sollicitations modérées, elle dépend de plusieurs facteurs tels que le taux de vulcanisation (elle augmente avec l'augmentation de la densité de liaison formé), les constituants ajoutés (elle augmente avec l'augmentation de la teneur en charges, elle diminue avec quantité croissante d'adouçissants), et la température. [119]

La méthode la plus populaire de dureté des caoutchoucs est le shore A dans lequel est effectué la mesure avec un instrument appelé duromètre.

Ce type de duromètre se compose d'une aiguille à la pointe non émoussée formant un angle de 35° (Figure 26), avec laquelle nous mesurons la dureté sur une échelle de 0 jusqu'à 100.





**Figure 10** : Dimension et angle de l'aiguille

Le test se fait en plaçant l'échantillon sur la surface plane, afin d'appliquer le pied presseur contenant l'aiguille sur elle rapidement mais sans choc.

Après avoir baissé l'aiguille, et attendre environs 5 seconde (la durée du test), la valeur s'affichait directement sur un ordinateur contenant un système qui permet de gérer les tests et enregistrer les résultats, pour ensuite déterminer si le matériau est réussissant ou échouant.

#### III.2.2.2.2. La résistance à la traction (rupture)

La résistance à la traction ou résistance à la rupture " $\delta_r$ " correspond à la capacité d'un matériau à résister à des charges, à des forces sans rompre en raison d'une concentration de contrainte ou de déformation élastique [120]. Elle est mesurée par l'essai de traction qui donne plusieurs caractéristiques mécaniques essentielles du caoutchouc vulcanisé, tel que la limite d'élasticité " $\delta_e$ ", module d'élasticité longitudinale « module de Young » "E", coefficient de poisson " $\mu$ ", et l'allongement à la rupture "A%", en utilisation une machine d'essai de traction appelé le Zwick Roell. [121]

Ce testeur permet de déterminer la résistance et le comportement de déformation du caoutchouc jusqu'à la rupture.

Pour essayer la couche formée (mélange du caoutchouc vulcanisé), nous avons fabriqué une pièce d'une forme particulière appelée éprouvette de forme haltère prélevée des pièces (Figure 27) de la même direction du laminage.

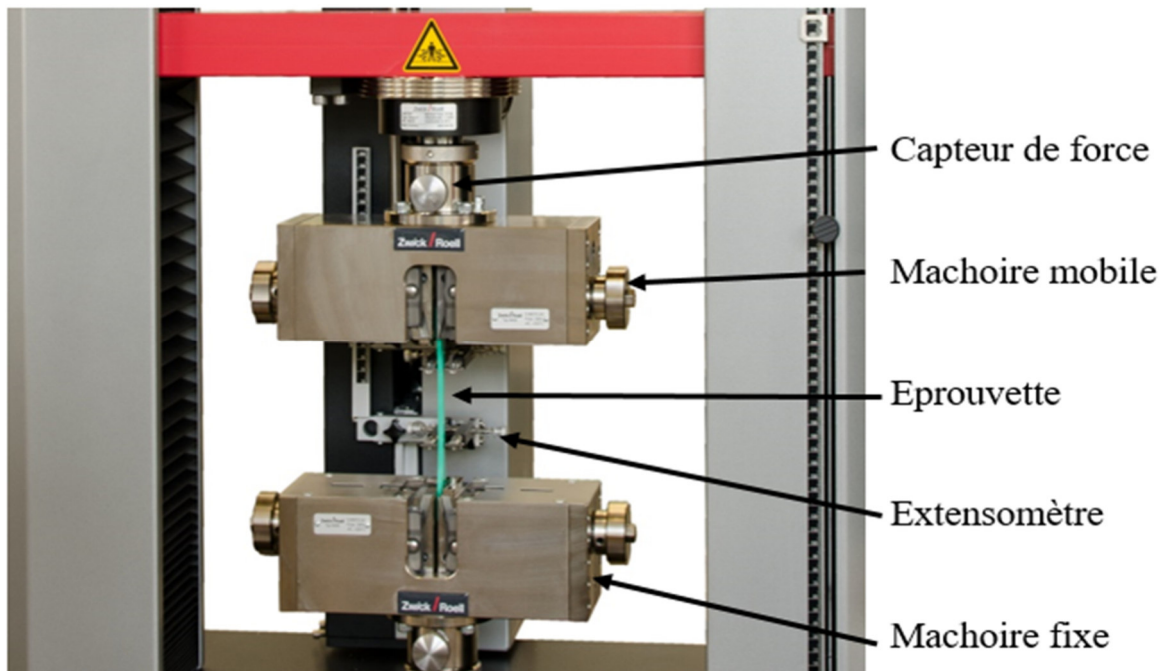


**Figure 11 :** Forme des éprouvettes haltères

Pour commencer d'abord introduire les données relatives de l'éprouvette à tester, dont : la surface  $S_0$ , longueur initiale  $L_0$ , sa forme et son épaisseur sur les différents points.

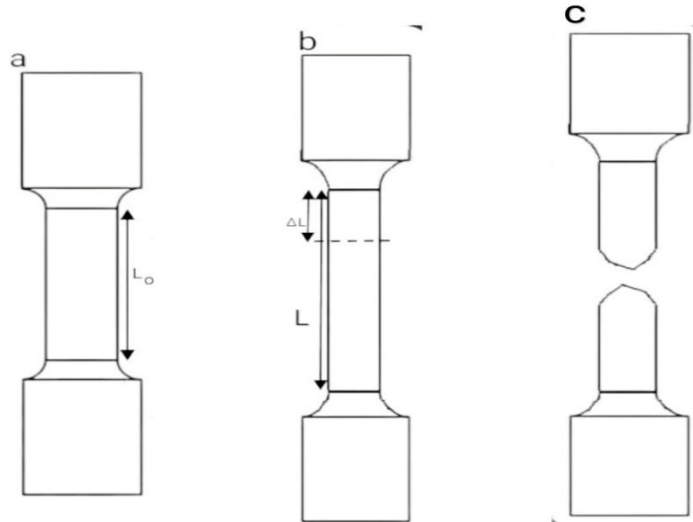
Ensuite, elle est placée dans la machine d'essai, l'une des têtes est fixée dans la mâchoire fixe et l'autre dans une mâchoire mobile (Figure 28).

La machine fournit un effort de traction  $F$  variable dont l'action s'exerce jusqu'à la rupture de l'éprouvette (arrêt de l'essai). La vitesse de traction doit être assez faible ; elle est de l'ordre de 500 mm/min.



**Figure 12 :** Montage d'une éprouvette

Des appareils de mesures (indicateur de force et extensomètre mécanique) installés sur la machine permettent de connaître à chaque instant l'effort appliqué  $F$  sur l'éprouvette et la variation de longueur  $\Delta L = L - L_0$  (Figure 29) de cette éprouvette.



**Figure 13 :** Allure de l'évolution de la déformation d'une éprouvette a) état initial b) état d'allongement c) rupture

Cette machine d'essai comporte un mécanisme enregistreur, après l'essai de 5 échantillons de chaque mélange, nous avons obtenu un diagramme représentant la relation entre les efforts  $F$  et les allongements  $\Delta L$ , appelé diagramme "efforts-allongement".

### III.2.2.2.3. La résistance à la fatigue par des flexions répétées "De mattia"

Les caractéristiques de flexibilité et de résistance à la fatigue en flexion représentent fréquemment les principales raisons pour lesquelles les polymères sont sélectionnés pour constituer certains produits.

Afin d'étudier ces caractéristiques, une machine de flexion "De mattia" mesure la résistance aux fissures ou à la propagation des fissures selon la norme BS ISO 132. [122]

Les éprouvettes sont serrées avec une extrémité dans une pince fixe et l'autre extrémité dans une pièce alternative. Le nombre de cycles de flexion et la vitesse ont été définis. Des inspections fréquentes sont effectuées jusqu'à ce que le premier petit signe de fissuration soit détecté sur les éprouvettes. Si aucune fissure n'est détectée, l'échantillon passe le test.



Figure 14 : Le tester « De mattia » et le montage des éprouvettes



Figure 15 : Les éprouvettes après vieillissement à 90°C pendant 7 jours

### III.2.3. Le vieillissement thermique accéléré et résistance à la chaleur

Le vieillissement des matériaux dans leurs conditions réelles d'utilisation est caractérisé par des cinétiques de dégradation lentes. Le retour à des essais accélérés est donc une nécessité pour évaluer et quantifier le vieillissement en laboratoire.

L'accélération du vieillissement repose toujours sur l'exposition du matériau à des conditions rendues plus sévères que les conditions de fonctionnement.

Afin d'évaluer la résistance relative du mélange caoutchouteux vulcanisé à la détérioration dans le temps, nous avons utilisés un facteur d'accélération qui est la température à l'aide d'une étuve qui est un équipement de laboratoire permettant de chauffer à température régulée des éléments par pression atmosphérique ou pression sous vide. [123]

Le type d'étuve utilisé en laboratoire IRIS est une étuve à convection forcée appelée aussi étuve ventilée, qui permet d'obtenir une meilleure homogénéité thermique dans la chambre.

16 heures après la vulcanisation (cuisson) des pièces (Figure 23) et (figure 31) dans une étuve de chauffage et de séchage, elles étaient déposées à une température plus élevée que celle que rencontrerait la couche pneumatique en service  $T=90^{\circ}\text{C}$ , et à des périodes différentes de : 1 jour, 3 jours et 7 jours.

Après 4 heures au minimum de la fin d'essai du vieillissement accéléré de ces éprouvettes, nous avons mesurées les propriétés mécaniques l'aide des tests d'évaluation des propriétés mécaniques (essai de dureté et de traction) et nous les avons comparées à celle de l'éprouvette vulcanisé non vieilli.

**Conclusion :**

Ce chapitre illustre les différentes étapes de fabrication des couches pneumatiques (Formulation, mixage et cuisson de la couche) et les méthodes exploitées pour le contrôle qualité de cette dernière, ainsi que l'étude du comportement mécanique de deux couches dont la formulation ressemble au flanc du pneu, et ce en effectuant des tests rhéologiques et des tests d'évolution des propriétés mécaniques qui permettent de montrer la dégradation de ces dernières sous l'effet du vieillissement thermique, en présence et en absence d'un anti-dégradant « TMQ ».

# *Chapitre IV*

## *Discussion de résultats*

## Introduction

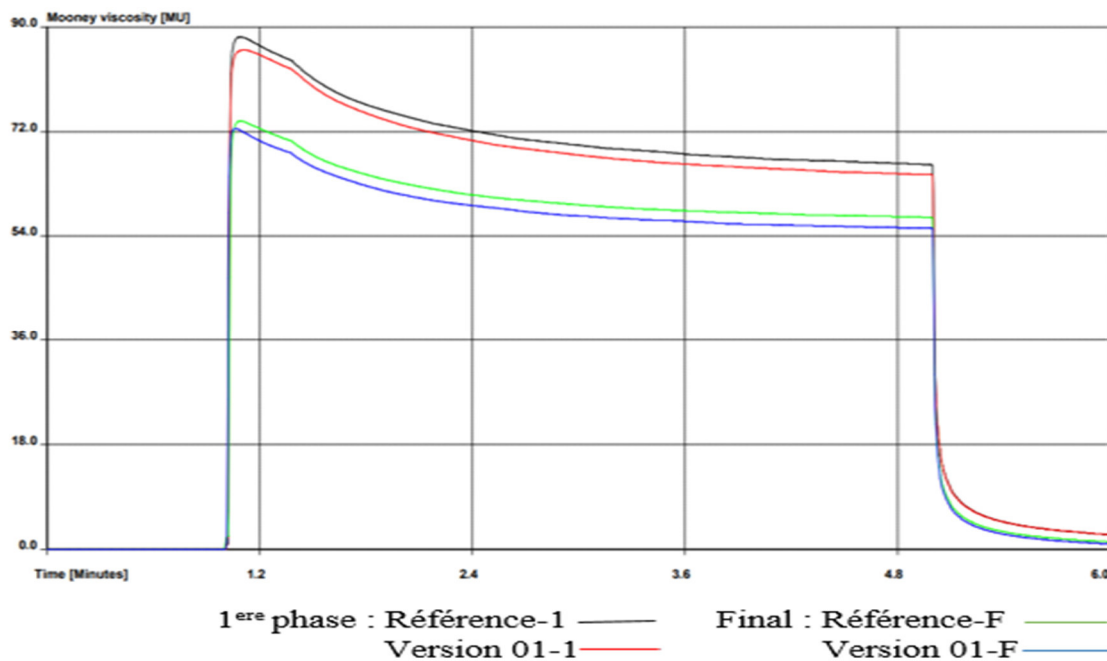
Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus par les tests rhéologiques et les tests d'évaluations des propriétés mécaniques utilisé au sein de l'entreprise pneumatique 'IRIS TYRES' pour les mélanges caoutchouteux.

### IV.1 Résultats des différents tests rhéologiques

Dans le but d'analyser les caractéristiques des mélanges caoutchouteux, le test de Mooney viscosité et le test MDR 3000 ont été effectués. Les résultats de ces tests sont montés ci-dessous :

#### IV.1.1 Viscosimètre Mooney

Le viscosimètre Mooney 3000 à  $T = 100^{\circ}\text{C}$  nous a permis d'obtenir les courbes suivantes :



**Figure 16 :** Courbes des viscosités des mélanges caoutchouteux dans les différentes phases du mixage en fonction du temps

A partir de ces différentes courbes de viscosité du mélange maître et du mélange final des deux mélanges caoutchouteux, leurs viscosités sont représentées dans le tableau ci-dessous :

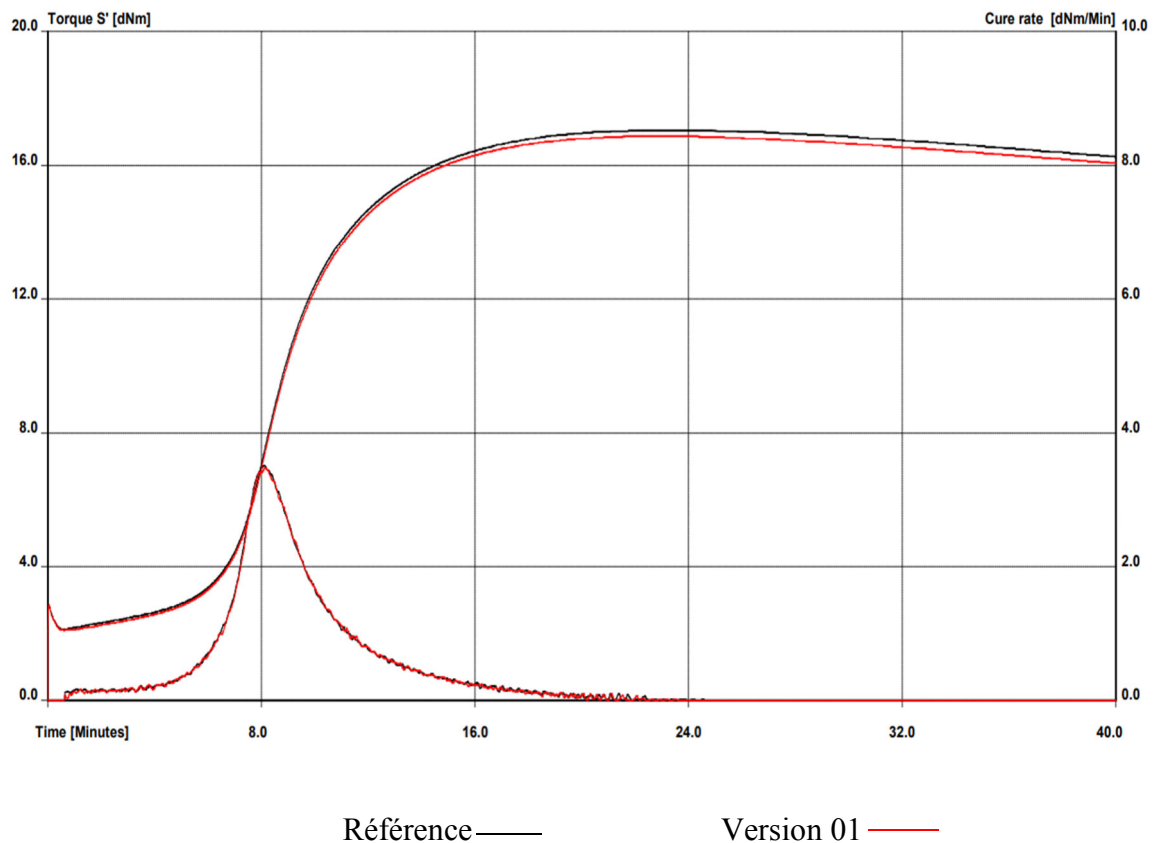
**Tableau 4:** Les viscosités des composés dans les deux phases du mixage

MV- Réf-1 (MU)	ML 1+4-1	<b>66.02</b>
MV- V01-1 (MU)		<b>64.5</b>
MV- Réf-F (MU)	ML 1+4-F	<b>57.06</b>
MV- V01-F (MU)		<b>55.25</b>

Ces résultats du viscosimètre Mooney montrent que la viscosité diminue dans la phase finale des deux mélanges (Référence et Version 01) avec le même degré.

### IV.1.2 MDR 3000

En utilisant le test MDR 3000 pour les deux mélanges finals de caoutchouc à une température T=150°C, nous avons obtenus les courbes de vulcanisation suivantes :



**Figure 17 :** Les courbes de vulcanisation

Les courbes de la figure 33 permet de montrer les différentes caractéristiques de vulcanisation de mélange référence et version 01, représenter dans le tableau ci-dessous :



**Tableau 5:** Les caractéristiques de la vulcanisation

	Référence	Version 01
S'Min (dN.m)	2,12	2,08
S'Max (dN.m)	17,04	16,86
Ts 1 (min)	5,59	5,64
Ts 2 (min)	6,79	6,83
Ts 5 (min)	8,02	8,04
Tc 10 (min)	6,31	6,33
Tc 30 (min)	7,86	7,88
Tc 40 (min)	8,29	8,31
Tc 50 (min)	8,75	8,77
Tc 70 (min)	10,1	10,11
Tc 90 (min)	13,44	13,35
Tc 100 (min)	23,12	23,26

Selon ces résultats du test MDR, la différence entre les caractéristiques de la vulcanisation du mélange Référence et Version 01 est trop petite (négligeable).

## IV.2 Les résultats des tests d'évaluations des propriétés mécaniques

### IV.2.1 Duromètre

Le duromètre est utilisé pour mesurer la dureté des deux mélanges vulcanisés et vieillis du mélange référence et version 01, et les résultats de ce test sont représentés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 6:** La dureté des deux mélanges : avant et après le vieillissement thermique

	<b>Dureté (ShA) avant vieillissement thermique</b>	<b>Dureté (ShA) après vieillissement thermique</b>
Référence	<b>57.7</b>	<b>62.6</b>
Version 01	<b>57.6</b>	<b>63</b>

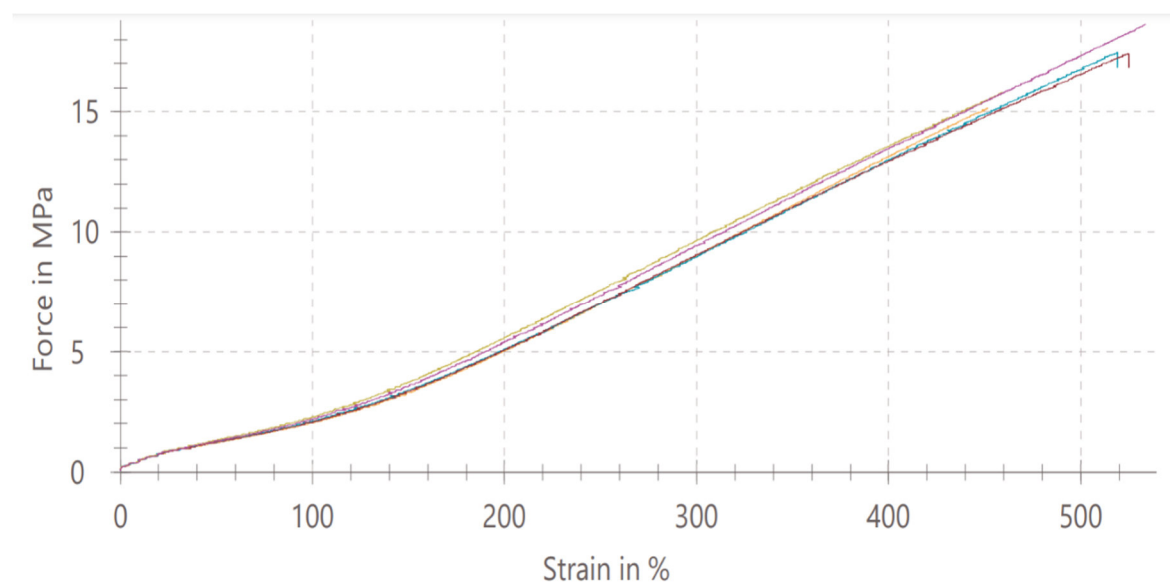
D'après ces résultats obtenus la dureté des mélanges s'est augmentée après le vieillissement thermique, et cette augmentation est plus importante dans la version 01.

#### IV.2.2 Essai de traction

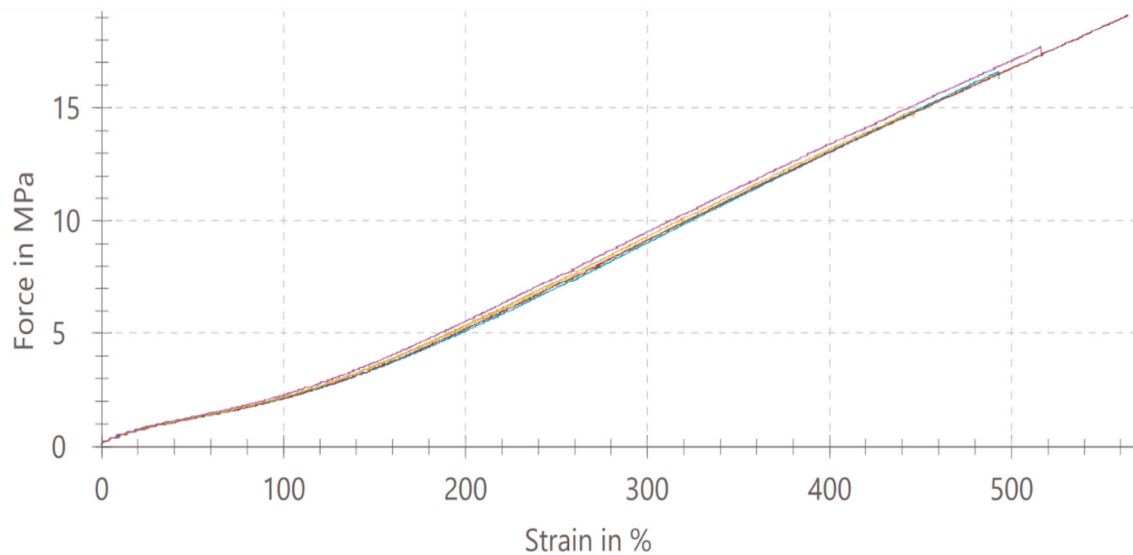
Dans le but de déterminer la résistance à la fatigue par traction du mélange référence et version 01, avant et après vieillissement thermique, des échantillons de chaque mélange ont été testés :

##### A. Résultats de traction à l'état non vieilli

Le test de traction permet d'obtenir la courbe 'effort-allongement' pour chaque échantillon testé du mélange référence et version 01, telle qu'elle est représentée dans les séries de graph qui suivent :



**Figure 18 :** Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Référence avant le vieillissement thermique



**Figure 19 :** Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange version 01 avant le vieillissement thermique

Ces courbes permettent de déterminer les propriétés de chaque échantillon de ces mélanges, qui permettront ensuite de déterminer les valeurs statistiques qui sont les caractéristiques mécaniques du mélange Référence et version 01 ont été déterminé, et représenter dans le tableau ci-dessous :

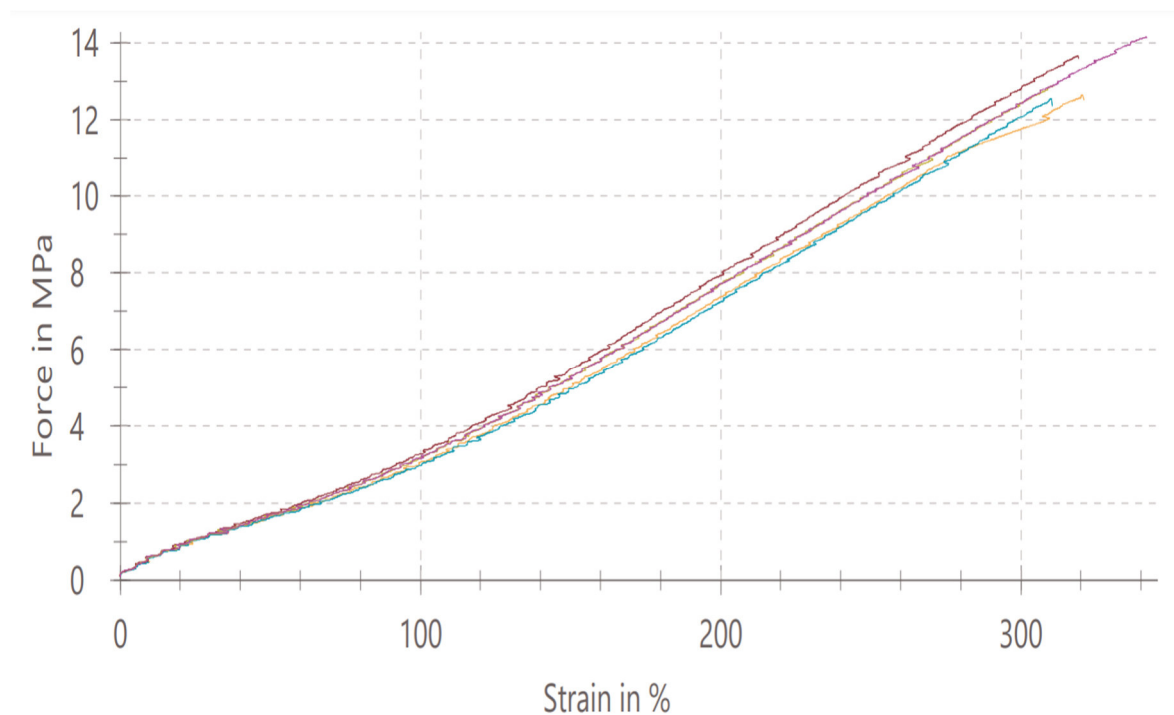
**Tableau 7:** Les propriétés mécaniques du mélange Référence et Version 01 avant le vieillissement thermique

	<b>Unités</b>	<b>Référence</b>	<b>Version 01</b>
<b>L0 St</b>	Mm	<b>25</b>	<b>25</b>
<b>L0</b>	Mm	<b>25.01</b>	<b>25.11</b>
<b>Fmax</b>	MPa	<b>16.9</b>	<b>17.0</b>
<b>dL à Fmax</b>	%	<b>497.8</b>	<b>504.9</b>
<b>Mod 50%</b>	MPa	<b>1.26</b>	<b>1.27</b>
<b>Mod 100%</b>	MPa	<b>2.14</b>	<b>2.17</b>
<b>Mod 200%</b>	MPa	<b>5.24</b>	<b>5.30</b>
<b>Mod 300%</b>	MPa	<b>9.23</b>	<b>9.25</b>
<b>Force à la rupture</b>	MPa	<b>16.6</b>	<b>16.8</b>
<b>Allongement à la rupture</b>	%	<b>497.9</b>	<b>505.0</b>

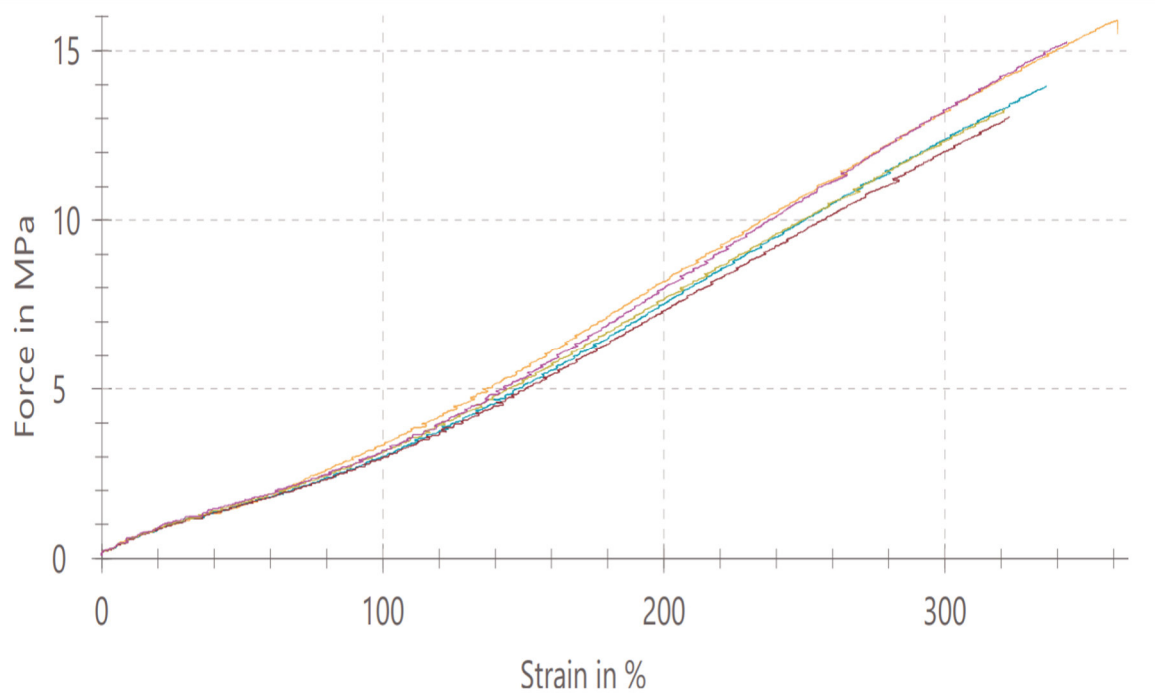
En comparant les propriétés mécaniques de ces composés, nous constatant qu'ils ont les mêmes propriétés mécaniques avant le vieillissement thermique.

### B. Résultats obtenus après vieillissement à 90°C

Après le vieillissement thermique, et dans le but de déterminer l'influence de la température élevée sur les caractéristiques mécaniques de mélange référence et version 01, le même procédé de mesure suivi avant le vieillissement a été appliqué, et nous avons obtenu les courbes suivantes :



**Figure 20 :** Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Référence après le vieillissement thermique



**Figure 21 :** Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 01 après le vieillissement thermique

Après obtention de ces deux séries de graphs, des valeurs statistiques des propriétés du mélange référence et version 01, qui sont les propriétés mécaniques de ces mélanges après vieillissement thermique étaient déterminées et représentées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 8:** Les propriétés mécaniques du mélange Référence après le vieillissement thermique

	Unités	Référence	Version 01
L0 St	Mm	<b>25</b>	<b>25</b>
L0	Mm	<b>25.05</b>	<b>25.06</b>
Fmax	MPa	<b>13.2</b>	<b>14.3</b>
dL à Fmax	%	<b>320.6</b>	<b>337.1</b>
Mod 50%	MPa	<b>1.67</b>	<b>1.61</b>
Mod 100%	MPa	<b>3.13</b>	<b>3.12</b>
Mod 200%	MPa	<b>7.6</b>	<b>7.74</b>
Mod 300%	MPa	<b>12.29</b>	<b>12.64</b>
Force à la rupture	MPa	<b>13.1</b>	<b>14.2</b>
Allongement à la rupture	%	<b>320.8</b>	<b>337.1</b>

Après le vieillissement thermique, nous remarquons une augmentation dans les modules des mélanges vieillis, et surtout dans le mélange version 01 qui ne contient pas le TMQ.

### IV.2.3 Test de fatigue “De mattia”

Après inspection visuelle des éprouvettes vieillis et non vieilli du mélange référence et version 01, durant les cycles de flexions défini, les résultats sont montés dans le tableau suivant :

**Tableau 9:** Résultats inspectés du test “De mattia”

Nombre de cycles	Etat non vieilli		Etat vieilli à 90°C pendant 7 jours	
	Référence	Version 01	Référence	Version 01
100K	Aucune	Aucune	Aucune	Aucune
200K	Aucune	Aucune	Aucune	Aucune
300K	Aucune	Aucune	Aucune	Aucune
400K	Aucune	Aucune	Aucune	Aucune
500K	Aucune	Aucune	Aucune	Rupture

Après inspection des échantillons durant ces cycles de flexions avant le vieillissement aucune rupture n’a été détectée.

Et après le vieillissement à 500K cycles, une rupture de 20 mm de profondeur et 24 mm de largeur.

Après l’analyse des résultats de ces différents tests rhéologiques et tests d’évaluation des propriétés mécaniques, nous déduisons que sans le vieillissement thermique, les composés de caoutchouc sont résistants aux effets de dégradation (mécanique et thermique). Par contre, à l’état vieilli le mélange de Version 01, qui ne contient pas l’anti-dégradant (TMQ), engendre moins de résistance par rapport au deuxième composé caoutchouteux.

Nous constatant que le TMQ joue un rôle important dans la résistance et le comportement mécanique des mélanges caoutchouteux soumis au vieillissement thermique.

**Conclusion**

Ce chapitre montre les résultats des différents tests effectués pour les deux composés de caoutchouc "Référence et Version 01", ainsi que le rôle du « TMQ » qui est un anti-dégradant "anti-oxydant" dans la formulation caoutchoutière, et son influence sur les caractéristiques mécaniques du pneumatique.

## *Conclusion générale*



Les travaux de ce mémoire ont porté sur l'importance des anti-dégradants dans un mélange caoutchouteux utilisé en pneumatique et son influence sur les propriétés rhéologiques et caractéristique mécaniques, ainsi que la résistance de ce dernier contre le vieillissement thermique et la flexion.

Deux types de mélanges caoutchouteux ont été testés : un mélange référence qui contient le TMQ et une autre version sans le TMQ (un anti-dégradant).

L'étude des propriétés rhéologiques et les propriétés de vulcanisation des deux mélanges durant et après la vulcanisation ont montré que :

- Le TMQ n'a aucune influence sur la viscosité des mélanges caoutchouteux et les caractéristiques de la vulcanisation (la cuisson) du pneu.

En étudiant les propriétés et le comportement mécanique de ces deux mélanges avant et après vieillissement thermique, les analyses ont montré que :

- Le vieillissement thermique influence sur la dureté et la résistance à la traction des mélanges caoutchouteux : en augmentant la température, la réticulation augmente, ce qui entraîne une augmentation de la dureté.

La relation entre la dureté et le Modulus est une relation proportionnelle, ce qui signifie que si la dureté augmente le Modulus augmente, et plus que le Modulus augmente, plus que le matériau devient fragile, ce qui est le cas du mélange de version 01.

- Le TMQ influence sur la dureté : le TMQ réduit la dureté des mélanges caoutchouteux.
- Le TMQ influence les propriétés mécaniques des mélanges caoutchouteux en traction après le vieillissement : le module est plus élevé dans le mélange Version 01 qui ne contient pas de TMQ. Donc, le TMQ augmente la résistance à la traction lors vieillissement thermique.
- Le TMQ influence sur la résistance des mélanges caoutchouteux aux flexions répétées après le vieillissement : selon le test « de mattia », en présence de TMQ, le mélange caoutchouteux est plus résistant aux flexions répétées.

Nous déduisons que l'ajout du TMQ dans une formulation caoutchoutière réduit les déformations, et augmente la résistance de cette dernière à la traction et aux flexions répétées, après soumission à une température élevée.

En conclusion, l'ajout des anti-dégradants n'ont aucun effet sur les propriétés rhéologiques et les propriétés de vulcanisation, par contre, ils jouent un rôle important dans la prévention et l'amélioration des propriétés mécaniques d'un mélange caoutchouteux en présence des facteurs de détérioration.

# *Liste bibliographique*

1. La belle histoire du pneu | Auto-ies. [En ligne] <https://www.auto-ies.com/blog/histoire-auto/belle-histoire-pneu>
2. René Benoit, Michel Gou, Olivier Bellavigna, Toan Vu-Khanh, Patricia Dolez, Carlos Arrieta, Cédric Nohilé et Tung Ha-Anh. *Etude exploratoire sur les phénomènes d'éclatement et d'exploitation de pneus de camions lourds*. s.l. : service de la recherche; IRSST, 2006.
3. pneu de voiture - puzzles en ligne sur Puzzle Factory. [En ligne] <https://puzzlefactory.pl/fr/tags/pneu+de+voiture/32>.
4. Les types de pneus : été, hiver et toutes saisons | MICHELIN. [En ligne] <https://www.michelin.fr/auto/astuces-et-conseils/conseils-auto/pneus-hiver/quel-pneu-hiver-choisir/introduction-aux-categories-de-pneus-ete-hiver-et-4-saisons>.
5. Regard sur les composants des pneus d'aujourd'hui. [En ligne] <https://www.continental-pneus.fr/pneus/tout-sur-les-pneus/l-essentiel-sur-les-pneus/composants-pneus>.
6. Fabrication des pneus | Pneus Sava. [En ligne] [https://www.sava-tires.com/sava/be\\_fr/all-about-tires/understand-your-tire/what-goes-into-a-tire/](https://www.sava-tires.com/sava/be_fr/all-about-tires/understand-your-tire/what-goes-into-a-tire/).
7. Mécanique : calandrage des nappes textile et métallique. [En ligne] <https://www.guichetdusavoir.org/question/voir/38152#:~:text=Le%20calandrage%20int%C3%A9rieur%20est%20constitu%C3%A9,%C3%A0%20l'int%C3%A9rieur%20du%20pneu..>
8. Qu'est-ce que le flanc d'un pneu ? [En ligne] <https://bagagesdedonnees.com/bibliotheque/article/read/64162-quest-ce-que-le-flanc-dun-pneu>.
9. Rodgers B., Waddell W. *"Tire engineering" in the science and technologie of rubber*. Amsterdam : 3rd Edition, Elsevier Academic Press, 2005a. 619-661.
10. Barquins, Gilles Petit et Michel. *Matériaux caoutchouteux: Morphologies, Formulations, Adhérence, Glissance et Usure*. Lausanne : Presses Polytechniques et universitaires romande, 2008.
11. *Computer aided parametric design for 3D tire mold production*. Chu C. H., Song M. C., Luo V. C. S. 57, s.l. : Computers in Industry, 2006. 11-25..
12. Burrowes G., Rodgers B. *"Compound Development and applications" in Rubber compounding: Chemistry and Applications*. New York : Marcel Dekker, 2004. 569-631.
13. Composition des pneus - Continental. [En ligne] <https://www.continental-pneus.fr/pneus/tout-sur-les-pneus/l-essentiel-sur-les-pneus/composition-pneus>.
14. *Pneus d'été*. Suisse : Touring Club Infotech, 2009.

15. Macro Gigliotti., Marie-Cristine Lafarie-Frenot., Jean-claude Grandidier., Matteo Minervino. *Comportement Mécanique des composites à matrice organiques "vieillessement thermo-oxydant"*. Great Britain : ISTE Editions Ltd, 2017. 27-37.
16. *INFORMATIONS TECHNIQUES PNEUS GÉNIE CIVIL TRAVAUX PUBLICS ET MINES. PNEUMATIQUE MICHELIN*. s.l. : Amérique du Nord, 2012.
17. Durée de vie d'un pneu | MICHELIN. [En ligne] <https://www.michelin.ca/fr/auto/conseil/guide-achat-de-pneus/duree-des-pneus#:~:text=La%20dur%C3%A9e%20maximale%20est%20de,l'indicateur%20d'usure..>
18. *Reprocessing of used tires into activated carbon and other products*. Teng, H. S., Serio, M. A., Wojtowicz, M. A., Bassilakis, R., and Solomon, P. R. s.l. : Industrial & Engineering Chemistry Research, 1995. 34, 9 3102–3111.
19. Composition pneus auto - Euromaster. [En ligne] <https://www.euromaster.fr/particulier/pneu/tout-sur-le-pneu-auto/composition-pneu-auto#:~:text=Il%20est%20fait%20de%20caoutchouc,d'autres%20composants%20sont%20utilisés%C3%A9s..>
20. *Elastomère ou caoutchouc*. Christian huetz, L., Françoise k. France : Encyclopædia Universalis, 2022.
21. Ebewele, Robert O. *Polymer Science And Technology*. New York : CRC Press LLC, 2000. 95-32995.
22. Elastomers: Definition, Examples, Properties, Types, Application. [En ligne] <https://byjus.com/physics/elastomers/?fbclid=IwAR3RGBQwylTG2yWpwxGRuhlARKidu10r7Tgx4pLmG5bKFmRLkPrio9xn6xU#Properties-of-Elastomers>.
23. Elastomer Properties - Superior Seals. [En ligne] <https://superiorltd.com/material-science/elastomer-properties/>.
24. *Etude du comportement mécanique pour différentes température d'un élastomère: caractérisations expérimentale et numérique*. Bretagne : Thèse doctorat, 2010.
25. Saoud Kamal. Caoutchouc | Chimie des polymères - Scribd. [En ligne] <https://www.scribd.com/document/500432478/Caoutchouc>.
26. Brydson, J. A. *Rubber Chemistry*. s.l. : Matador rubber s.r.o, 2007.
27. Influence de la mesostructure des gommés de caoutchouc sur leurs propriétés rhéologiques. [En ligne] <https://www.rapport-gratuit.com/influence-de-la-mesostructure-des-gommés-de-caoutchouc-naturel-sur-leurs-proprietés-rheologiques/>.
28. Youness, Labkiri Asma and Hamdi. *Conception et Méthode de Formulation du Caoutchouc*. 2020.

29. Stellman, Jeanne Mager. *Encyclopédie de sécurité et de santé au travail*. Genève : International Labour Organization, 2000.
30. Catégories de caoutchouc. [En ligne] [https://www.caoutchouc.qc.ca/categories\\_caoutchouc.php](https://www.caoutchouc.qc.ca/categories_caoutchouc.php).
31. *History of Synthetic Rubber*. Morton, Maurice. 7, s.l. : ONLINE "Journal of Macromolecular Science: Part A - Chemistry", 2006, Vol. 15.
32. *DTechnicalNote-Vulcanization-Dec10* |. Mesra : Birla Institute of Technology, 2018.
33. Y., Coran A. "*Vulcanization*" in *The Science and Technology of Rubber*. Amsterdam : 3rd Edition, Elsevier Academic Press, 2005. 321-366.
34. B.8 LE PNEUMATIQUE - MECAMOTORS. [En ligne] [https://mecamotors.instantanes.net/b\\_partie\\_cycle/08\\_pneumatique/pneuma01.html#1](https://mecamotors.instantanes.net/b_partie_cycle/08_pneumatique/pneuma01.html#1).
35. Agent de vulcanisation. [En ligne] <https://fr.actmix-chemicals.com/vulcanizing-agent/>.
36. Le pneu cet inconnu - Les matériaux. [En ligne] <https://toutsurlepneu.michelin.com/le-pneu-cet-inconnu-les-materiaux>.
37. *Tout sur le pneu*. Clermond Ferrand : Manufacture française des pneumatiques Michelin, 2002.
38. P. Sae-oui, Uthai Thepsuwan, K. Hatthapanit. *Effect of curing system on reinforcing efficiency of silane coupling agent*. s.l. : Polymer testing, 2004. 397–403.
39. Sung Seen Choi, Gyunggoo Cho. *Influence of 1,2-unit contents on retraction behaviors of SBR vulcanizates*. s.l. : Journal of Polymer Research, 2006. 4707–4711.
40. *Determination of mechanical properties of silica compounds*. NICHETTI, D. s.l. : European Polymer Journal, 2004. 2401–2405.
41. *Comparison of reinforcing efficiency between Si-69 and Si-224 in an efficient vulcanization system*. P. SAE-OUI, C. SIRISINHA, K. HATTHAPANIT, U. THEPSUWAN. s.l. : Polymer Testing, 2005. 439–446.
42. *ETechnicalNote-Antioxidants-Dec2010*. Mesra : Birla Institute of technologie, 2018.
43. René Benoit, Michel Gou and all. *Etude exploratoire sur les phénomènes d'éclatement et d'explosion des pneu de camions lourds*. Montréal, Quebec : IRSST, 2006.
44. acide stéarique. [En ligne] <https://mateossil.es/acide-stearique-2/?lang=fr&fbclid=IwAR3oImNPFhYQ61wPtVhqAeZX0rNOIfXH0x9uxrJhq3bHi68lGB8LvhmK2tU>.
45. *Le noir de carbone* . s.l. : L'actualité Chimique, 2015.
46. Uses of Carbon Black — ICBA. [En ligne] <https://www.carbon-black.org/uses-of-carbon-black>.

47. Noir de carbone - L'Élémentarium. [En ligne] <https://lelementarium.fr/product/noir-de-carbone/>.
48. Blade, Tatiana. *synthèse, caractérisation et évaluation en caoutchouc de nouvelles charges hybrides renforçantes*. bordeaux : Ecoles doctorale des sciences chimique, 2012.
49. Huetz de Lempis, C et Katzanevas, F. Élastomères ou caoutchoucs. [En ligne] 2012. [http://www.universalis-edu.com.ezproxy.bibl.ulaval.ca/encyclopedie/elastomerescaoutchoucs/..](http://www.universalis-edu.com.ezproxy.bibl.ulaval.ca/encyclopedie/elastomerescaoutchoucs/)
50. Plastifiant. [En ligne] [https://stringfixer.com/fr/Plasticiser?fbclid=IwAR0yU0u6jE2hQyjGYBqhjdYpGUpvXh-CRNwUTlxct0Ai\\_ol5seNI626YHZI](https://stringfixer.com/fr/Plasticiser?fbclid=IwAR0yU0u6jE2hQyjGYBqhjdYpGUpvXh-CRNwUTlxct0Ai_ol5seNI626YHZI).
51. Bennani, Amine. *Elaboration, comportement et durée de vie en fatigue du caoutchouc naturel renforcé du silice*. Paris : École Nationale Supérieure des Mines, 2006.
52. Wik, A., Dave, G. Occurrence and effects of tire wear particles in the environment – A critical review and an initial risk assessment. [En ligne] 2009. [http://www.sciencedirect.com/science?\\_ob=MIimg&\\_imagekey=B6VB5-4TVJ08P-2-1&\\_cdi=5917&\\_user=8572264&\\_pii=S0269749108004879&\\_origin=&\\_coverDate=01%2F31%2F2009&\\_sk=998429998&view=c&wchp=dGLzVlz-zSkWW&md5=a21c8ce822e6866b1e2a8221fc725104&ie=/sdarticle.pdf](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6VB5-4TVJ08P-2-1&_cdi=5917&_user=8572264&_pii=S0269749108004879&_origin=&_coverDate=01%2F31%2F2009&_sk=998429998&view=c&wchp=dGLzVlz-zSkWW&md5=a21c8ce822e6866b1e2a8221fc725104&ie=/sdarticle.pdf).
53. Bouhadjra, K. *Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge*. Université de Tizi-Ouzou : memoire magister, 2011.
54. Antioxydant - Propriétés - Techno-Science.net. [En ligne] En pneumatique ces antioxydants sont utilisés pour éviter le durcissement du caoutchouc. .
55. Signification de "antiozonant" dans le dictionnaire anglais. [En ligne] <https://educalingo.com/fr/dic-en/antiozonant>.
56. *le mélange de N,N'-(phényl(s) et tolyl(s))benzène-1,4-diamines*. canada : Chemical Abstracts Service, 2011. 68953-84-4.
57. Lubrifiants pour tréfilage des fils renfort métallique du caoutchouc. [En ligne] <https://www.condat.fr/domaine/fils-cables-aciers/fils-renfort-metallique-caoutchouc/>.
58. Composition pneus auto - Euromaster. [En ligne] <https://www.euromaster.fr/particulier/pneu/tout-sur-le-pneu-auto/composition-pneu-auto>.
59. Tire mixture | Continental tires. [En ligne] <https://www.continental-tires.com/ca/en/b2c/tire-knowledge/tire-mixture.html>.

60. *Comparative Study of Tyre Rubber and V-Belt Rubber: Composition and Mechanical Properties*. Gagandeep Singh, Aishna Mahajan, Manoj Kumar. 5 Ver, s.l. : IOSR Journal of Mechanical and Civil Engineering, 2015, Vol. 12. 2278-1684, 2320-334X.
61. Verdu, Jacques. *Vieillissement des plastiques*. Paris : AFNOR technique: Association française de normalisation, 1984.
62. La science du vieillissement des pneus - 2022. [En ligne] <https://fr.lifehackk.com/87-the-science-of-tire-aging-3234377-9405>.
63. La température des pneus - Oponeo.fr. [En ligne] <https://www.oponeo.fr/blog/la-temperature-du-pneu>.
64. *The Rolling Loss of Pneumatic Tires*. Schuring, D. J. 53, s.l. : Rubber Chemistry and Technology, 1980. 600–727.
65. Heidari, Rulis. *Heat aging of rubber compounds*. s.l. : memoire master, 2021.
66. *Impact de la température sur la vie du pneu*. s.l. : Continental.
67. Mohamed, Rihani. *Vieillissement physique et chimique des polymères*. 2020.
68. *Vieillissement physique des matériaux polymères*. Bruno FAYOLLE, Jacques VERDU. s.l. : Technique de l'ingénieur, 2005.
69. *Vieillissement chimique des polymères - Mécanismes de dégradation*. Emmanuel RICHAUD, Jacques VERDU. s.l. : Technique de l'ingénieur, 2011.
70. Peter A. Ciullo, Norman Hewitt. *The Rubber Formulary*. New York : Plastics Design Library, 1999.
71. Hofmann, W. *Aging and aging protectors*. s.l. : Press (Ed.), Rubber Technology Handbook., 1989.
72. Kartout, Christopher. *Vieillissement thermo-oxydant et rupture d'un EPDM*. Paris : Thèse doctorat, 2016.
73. *Kinetic studies in the chemistry of rubber and related materials. III. Thermochemistry and mechanisms of olefin oxidation*. Gee, J. L. Bolland and Geoffrey. 42, s.l. : Trans. Faraday Soc, Vol. 1946. 244-252.
74. *Development of a service-simulating, accelerated aging test method for exterior tire rubber compounds I. cyclic aging*. Huang, D., LaCount, B. J., Castro, J. M., & Ignatz-Hoover, F. 74, s.l. : Polymer Degradation and Stability, 2001. 353-362.
75. *Development of a service simulating, accelerated aging test method for exterior tire rubber compounds II. Design and development of an accelerated outdoor aging simulator*. LaCount, B. J., Castro, J. M., & Ignatz-Hoover, F. 75, s.l. : Polymer Degradation and Stability, 2002. 213-227.



76. *Effects of storage and service on tire performance: Oil component content and swelling behavior.* Kataoka, T., Zetterlund, P. B., & Yamada, B. 76(2), s.l. : Rubber Chemistry and Technology, 2003. 507-516.
77. *A Finite Element Model for Oven Aged Tires.* Ellwood, K. R. J., Baldwin, J., & Bauer, D. R. 33(2), s.l. : Tire Science and Technology, 2005. 103-119.
78. *New Mechanistic View on Network Stabilization.* Pierre, C. C., Datta, S., & Datta, R. N. 57(3), s.l. : KGK-Kautschuk und Gummi Kunststoffe, 2004. 99-104.
79. *The action of ozone on polymers having unconjugated and cross- or linearly conjugated unsaturation: Chemistry and technological aspects.* Cataldo, F. s.l. : Polymer Degradation and Stability, 2001, Vol. 73 . 0141-3910 .
80. Pire, Myriam. *Caoutchouc naturel époxydé et réticulation par les acides dicarboxyliques : chimie, cinétique et propriétés mécaniques.* Paris : Thèse doctorat, 2011.
81. *Rubber Vulcanizates Degradation and Stabilization.* Datta RN, Huntink NM, Datta S, Talma AG. s.l. : Rubber Chemistry and Technology, 2007. 436–480.
82. *The Action of Ozone on Polymers Having Unconjugated and Cross- or Linearly Conjugated Unsaturation: Chemistry and Technological Aspects.* F, Cataldo. 72, s.l. : Polymer Degradation and Stability, 2001. 287-296.
83. Photo-oxydation des polymères. [En ligne] [https://stringfixer.com/fr/Chain\\_scission](https://stringfixer.com/fr/Chain_scission).
84. *Exploding tires: the hazard nobody's heard of.* GLENN, WILLIAM. Canada : Occupational Health & Safety, 1997, Vol. 42.
85. *Différents types de vieillissement chimique des plastiques.* VERDU, Jacques. s.l. : In P. T. d. l'Ingénieur (Ed.), Techniques de l'Ingénieur: traité Plastiques et Composites, 2002, Vol. AM3152.
86. James, Anthony Gordon. *A study of fatigue failure in vulcanization rubber.* Birmingham : Thèse doctorat, 1970.
87. *Dynamic Fatigue Life of Rubber .* S. M. CADWELL, R. A. RIERRILL, C. AI. SLOXAN, AND F. L. I-OST. Détroit, Michigan : United States Rubber Company, 1040.
88. Qui sommes nous ? - IRIS TYRES Algérie. [En ligne] <https://iris-tyres.com/1/qui-sommes-nous-/#:~:text=Le%20produit%20IRIS%20est%20un,un%20niveau%20de%20bruit%20r%C3%A9duit..>
89. IRIS TYRES FACTORY. [En ligne] <https://www.google.com/maps/dir/36.357618,6.676669/localisation+industrie+pneumatique+i>

- ris+tires+setif+algerie/@36.239889,5.4917559,9z/data=!3m1!4b1!4m9!4m8!1m1!4e1!1m5!1m1!1s0x12f3154ef68afa27:0xb59f69b3b33f78a7!2m2!1d5.4079945!2d36.1575065.
90. IRIS TYRES, présentation du 1er pneu Made In Algeria - Autobip. [En ligne] [https://social.autobip.com/fr/actualite\\_auto/iris\\_tyres,\\_presentation\\_du\\_1er\\_pneu\\_made\\_in\\_algeria/13658](https://social.autobip.com/fr/actualite_auto/iris_tyres,_presentation_du_1er_pneu_made_in_algeria/13658).
91. PROCÉDÉ DE PRODUCTION D'UNE COMPOSITION DE MÉLANGE DE CAOUTCHOUC, ET SYSTÈME ASSOCIÉ. [En ligne] <https://patentscope.wipo.int/search/fr/detail.jsf?docId=WO2018202965>.
92. Réparation d'un flanc de pneu en quatre phases - Delta Pneus. [En ligne] <http://www.reparation-pneu-crevaison-vulcanisation.fr/reparation-flancs-pneus.html#:~:text=Le%20flanc%20du%20pneu%20constitue,tous%20les%20caract%C3%A8res%20de%20marquages..>
93. Rubber Compound Mixing | Custom Rubber Mixing. [En ligne] <https://foreselastomech.com/rubber-mixing/>.
94. Seghar, Said. *devulcanisation des caoutchoucs par micro-onde: influence des liquides ioniques*. Tours : thèse doctorat, 2015.
95. Parts per hundred rubber - second.wiki. [En ligne] [https://second.wiki/wiki/parts\\_per\\_hundred\\_rubber#:~:text=In%20the%20rubber%2Dchemical%20industry,the%20case%20of%20polymer%20blends%20\)..](https://second.wiki/wiki/parts_per_hundred_rubber#:~:text=In%20the%20rubber%2Dchemical%20industry,the%20case%20of%20polymer%20blends%20)..)
96. *Rubber mixing process and its relationship with bound rubber and crosslink density*. al, A Hasan et. s.l. : IOP Publishing, 2017.
97. Procédés de transformation - CSMO Caoutchouc. [En ligne] [https://www.caoutchouc.qc.ca/procedes\\_transformation.php](https://www.caoutchouc.qc.ca/procedes_transformation.php).
98. *Étude rhéo-optique des mécanismes de dispersion du noir de carbone dans des élastomères*. Collin, Véronique. Paris : thèse de doctorat, 2004 .
99. *The mechanisms of rubber mixing*. Thomas, Jain. s.l. : Just another WordPress.com site, 2010.
100. Crié, Alice. *Caractérisation et lois rhéologiques d'élastomères chargés à basse température pour la simulation du procédé d'extrusion*. Paris : thèse doctorat, 2014.
101. Vincent, Frédéric. *Mécanisme de dispersion de suspension concentrées de silices nanométrique dans un élastomère:impact de la stratégie de mélange sur l'efficacité et la cinétique de dispersion*. Rouen : Thèse doctorat, 2011.
102. *Mixing of Carbon Black with Rubber I. Measurement of Dispersion Rate by Changes in Mixing Torque*. Cotton, George R. Texas : s.n., 1983. 25-28.

103. *MÉLANGE: PROCESSUS ÉTAPE PAR ÉTAPE*. SHIBATAFENDERTEAM, GROUPE. s.l. : Shibatafenderteam AG, 2020.
104. all, Abdulrhaman EL LABBAN and. *Optimisation du cycle de cuisson d'une pièce en caoutchouc*. s.l. : thèse, 2008.
105. Castaing (Maximilien), Bellenger (Max-Emilien). *Le pneu écologique, Un polymère respectueux de l'environnement*. Douai : these master, Ecole des mines, 2008.
106. documents. [En ligne] <https://www.ilocis.org/fr/documents/ilo080.htm>.
107. La fabrication d'un pneu, étape par étape - Oponeo.fr. [En ligne] <https://www.oponeo.fr/blog/fabrication-des-pneus>.
108. *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*. s.l. : iTeh STANDARD PREVIEW iso, 2017.
109. Taux de Matières Volatiles Sèches (MVS) la définition du dico. [En ligne] [https://www.dictionnaire-environnement.com/taux\\_de\\_matières\\_volatiles\\_seches\\_mvs\\_ID1244.html](https://www.dictionnaire-environnement.com/taux_de_matières_volatiles_seches_mvs_ID1244.html).
110. Définition | Rhéologie | Futura Sciences. [En ligne] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/physique-rheologie-2093/>.
111. 3 - Propriétés rhéologiques - Campus Cerimes. [En ligne] <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap5/site/html/3.html#:~:text=La%20rh%C3%A9ologie%20est%20une%20branche,variation%20au%20cours%20du%20temps..>
112. Étude rhéologique des polymères - Anton Paar Wiki. [En ligne] <https://wiki.anton-paar.com/ch-fr/notions-de-base-de-la-rheologie/etude-rheologique-des-polymeres/>.
113. Qi Liu, Hui Li. *influence of processing technology on Mooney viscosity and burning time of mixed rubber*. Beijing, China : University of Mining and Technology, 2019.
114. Chandy, KIM. *CARACTERISATION DE LA MESOSTRUCTURE DU CAOUTCHOUC NATUREL PAR SEC-MALS, RELATIONS AVEC LES PROPRIETES RHEOLOGIQUES*. Montpellier : these doctorat, Ecole doctorale: Sciences des Procédés et Sciences des Aliments, 2009 .
115. INTERNATIONAL STANDARD ISO 289-1 - SIS. [En ligne] 2015. <https://www.sis.se/api/document/preview/919357/>.
116. *RHEOLOGICAL PROPERTIES AND EXTRUSION PERFORMANCE EVALUATION OF SILICA FILLED ENR COMPOUNDS AS COMPARED TO NR/BR COMPOUND* . all, Teku Zakwan Zaeimoedin and. s.l. : <https://www.researchgate.net/publication/288856586>, 2016 .
117. *A new methode to predict optimum cure time of rubber compound using dynamic mechanical analysis*. S. Raa Khimi, K. L. Pickering. new zealand : school of ingenieering.

118. MDR 3000 Basic Moving Die Rheometer - MonTech. [En ligne]  
<https://www.montechusa.com/benchttop-moving-die-rheometer>.
119. Anton Stibler, and all. *Long-Term stability of rubber hardness reference blocks*. Washington-USA : HardMeko, 2004.
120. Bensaada, S. *Résistance des matériaux*. Biskra.
121. SOMMAIRE MODE OPERATIONNEL DES ESSAIS DE traction. [En ligne]  
<https://d1n7iqsz6ob2ad.cloudfront.net/document/pdf/53dbd9310b6ed.pdf>.
122. Fatigue Testing | Polymer Material Testing - Smithers. [En ligne]  
<https://www.smithers.com/industries/materials/polymer/physical-testing/material-properties-testing/fatigue-testing#:~:text=Smithers%20has%20a%20wealth%20of,that%20will%20meet%20your%20needs..>
123. Étuve de laboratoire | Le Laborantin - Jeulin. [En ligne]  
[https://jeulin.com/lelaborantin\\_fr/le-laborantin/equipement-de-laboratoire/etuves.html](https://jeulin.com/lelaborantin_fr/le-laborantin/equipement-de-laboratoire/etuves.html)

## **Résumé**

Ces dernières années, l'industrie automobile, en particulier l'industrie du pneu, a connu un grand développement, passant d'une simple bande de caoutchouc à un système complexe formulé avec des dizaines de matériaux, avec des propriétés certifiées pour augmenter les performances de ces pneumatiques en termes de longévité.

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet des anti-dégradants sur les propriétés et le comportement des composés de caoutchouc utilisés dans les pneus sous les effets thermiques (vieillesse thermique).

La première partie est la partie théorique et se compose de deux chapitres :

- Le chapitre 1 présente la société « IRIS » et des informations générales sur les pneumatiques.
- Le chapitre 2 décrit les différents matériaux entrant dans la composition du pneumatique et les différents phénomènes qui provoquent sa détérioration.

La deuxième partie de ce travail est une partie pratique, porte sur l'étude comparative de deux composés de caoutchouc différents (un contient le TMQ et l'autre sans TMQ), pour déterminer l'effet des anti-dégradants sur les différentes caractéristiques mécaniques des pneus avant et après l'influence des facteurs de dégradation (la température et la flexion). Les résultats expérimentaux utilisés sont ceux obtenus au niveau du complexe pneumatique IRIS TYRES SETIF en Viscosimètre Mooney, MDR 3000, Duromètre, Essai de Traction et le test de fatigue "De mattia".

## **Summary**

In recent years, the automotive industry, in particular the tire industry, has experienced a great development, going from a simple rubber band to a complex system formulated with dozens of materials, with certified properties to increase the performance of these tyres in terms of longevity.

In this work, we studied the effect of anti-degradants on the properties and behaviour of rubber compounds used in tires under thermal effects (thermal aging).

The first part is the theoretical part and consists of two chapters:

- Chapter 1 presents "IRIS" and general information on tyres.
- Chapter 2 describes the different materials used in the composition of the tyre and the different phenomena that cause its deterioration.

The second part of this work is a practical part, dealing with the comparative study of two different rubber compounds (one contains the TMQ and the other without TMQ), to determine the effect of anti-Deteriorating effects on the different mechanical characteristics of tyres before and after the influence of degradation factors (temperature and flexion). The experimental results used are those obtained at the level of the IRIS TYRES SETIF pneumatic complex in Mooney viscosimeter, MDR 3000, Durometer, Traction Test and De mattia fatigue test.