

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA - Béjaïa -  
Faculté des Sciences Exactes  
Département de Chimie

### Mémoire de Master

Présenté par :

M<sup>elle</sup> YMMELI FARIDA

M<sup>elle</sup> BENBOUDJEMA DJEDJIGA

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Option : Analyse*

Suivi des propriétés physico-chimiques des colles  
(néoprène et polyuréthane) fabriquées au niveau de  
l'entreprise MAC-SOUM

**Soutenu le : 26 Juin 2012**

**Devant le jury composé de :**

M <sup>r</sup> SIFAOUI	HOCINE	Président
M <sup>me</sup> ISSADI	HAMIDA	Examinatrice
M <sup>r</sup> BOUKKEROUI	HAMID	Encadreur

**2011-2012**

# Remerciements

*Dieu merci .....*

*Un grand merci s'adresse à monsieur Hamid Boukerroui, notre promoteur, de nous avoir aidé, donné de son précieux temps, et guidé tout au long de ce travail, ça a été un honneur de travailler avec vous monsieur.*

*Nous remerciant Monsieur Sifaoui Hocine d'avoir accepté de présider le jury et Madame Issaadi Hamida pour l'examinassions de notre travail.*

*Nous ne pouvons oublier de remercier Monsieur Azibi le directeur de l'entreprise MAC-SOUM pour son aide précieuse.*

*Aussi à tous ceux qui n'ont pas hésité à apporter leur aide et en apportant parfois leur concours - même sans le savoir- pour la réussite de ce travail.*

*A tous nous leur disant Merci du fond du cœur.*

**D. Benboudjema  
F. ymmeli**

*Merci.*



# Dédicaces

*Je dédie ce travail à :*

*Mes très chers parents pour leurs bontés, soutien, patience, confiance et encouragement : ma mère et mon père*

*Mes très chers sœurs et frères : Fadhma, Hocine, Djawida, Nassima, Rabia, Nadia, Ahcene, Taoes.*

*A mes nièces et neveux : Manissa, Anies, Tata, Ghiles, youba, Teyeb, Halim, Malek ; Mancef.  
et toute ma famille*

*Mes meilleurs amis : Zina, Fahima, Farida, Zinedine, Belal, Naima, Sabrina, Samir, Kahina, et ma chouchou Wiza*

*Mes copines : Fahima, Siham, Radia, katia.  
Et a tous mes amis.*

*Djedjiga*





# Dédicaces

## Dédicaces

*Je dédie ce travail à :*

*Mes très chers parents pour leurs bontés, soutien, patience, confiance et encouragement : ma mère et mon père*

*Mes très chers frères Abdelhack et Ali*

*Ma très chère grand-mère, mes oncles et mes tantes et toute ma famille*

*Mes meilleurs amis : Fahima, djidji, Zinedine, bellal, naima, sabrina, sihem, Tiziri, Madjed et ma chouchou wiza*

*Mes copines : radia et karima*

*Mes excuses les plus distingué à ceux que j'ai oublié de mentionner*

*FARIDA*

## Sommaire

Sommaire .....	i
Liste des tableaux .....	vii
Liste des figures .....	ix
Liste des schémas .....	x
Glossaire et abréviations .....	xi
<b>Introduction générale</b> .....	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Présentation de l'entreprise</b>	
I.1. Historique .....	2
I.2. Identification et particularité de l'entreprise .....	2
I.2.1. Situation géographique .....	2
I.2. 2. Nature de l'activité .....	3
I.2.3. Les différents produits fabriqués .....	3
I.3. Les différentes directions de l'unité .....	3
I.4. Importance et mission de l'entreprise .....	4
I.4.1. Importance de l'entreprise .....	4
I.4.2. Missions de l'entreprise .....	4
I.4.2.1. Sur le plan économique .....	4
I.4.2.2. Sur le plan social.....	4
<b>Chapitre II : Etude bibliographique</b>	
Partie 1 : Généralité sur le collage	
II.1.1. Introduction .....	6
II.1.2.Généralités.....	6
II.1.3.Classification des adhésifs.....	8
II.1.4. La composition d'un adhésif .....	9
II.1.5. Le secteur d'application de la colle.....	9

II.1.6. Techniques de collage et mécanique de la rupture.....	10
II.1.7. Théorie de l'adhésion .....	13
II.1.8. Traitement de surface des substrats.....	15
II.1.9. Emploi des adhésifs dans l'industrie de la chaussure .....	15
 Partie 2 : les matières premières de la colle	
II.2.1. Polymère.....	17
II.2.1.1. Définition .....	18
II.2.1.2. Classification des polymères .....	18
II.2.1.3. Réticulation des polymères .....	19
II.2.1.4. Polymère en solution .....	20
II.2.2. Solvant.....	21
II.2. 3. Charge .....	21
II.2.4. chimie des systèmes réactifs .....	21
II.2.4.1. Les polyuréthanes .....	21
II.2.4.2. Néoprène .....	22
II.2.4.3. Résine .....	24
 <b>Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales</b>	
III.1.Introduction .....	26
III.2. Adhésifs fabriqué au Mac-Soum .....	26
III.2.1. Colles de contact néoprène .....	26
III.2.2. Colles polyuréthanes .....	27
III.3. Substrats utilisées dans MAC-SOUM .....	28

III.3.1. Le caoutchouc styrène butadiène (SBR).....	28
III.3.2. Le caoutchouc P.V.C .....	29
III.4. Polymère en solution .....	29
III.4.1. Préparation des solutions en polymère.....	29
III.4.2. Caoutchouc néoprène AD 20 en solution .....	30
III.4.3. caoutchouc néoprène NPR 2008 en solution .....	30
III.4.4. Résine desmocoll en solution.....	30
III.5.préparation des assemblages collés .....	30
III.5.1. Préparation des joints collés des substances SBR/adhésif polychroprene.....	30
III.5.2. préparation des joins collé substrats en PVC/adhésif polyuréthane .....	30
III.5.3. Matériels .....	31
III.6. Méthodes et techniques d'analyses.....	31
III.6.1. Viscosité.....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
III.6.2. Mesure de la densité.....	33
III.6.3. Extrait sec de colles.....	35
III.6.4.Indice de réfraction des solvants .....	36
III.6.5.Pouvoir d'adhérence .....	37
III.6.6.Essai de réticulation .....	38
III.7. Analyse spectroscopique .....	39
III.7.1.Principe .....	39
III.7.2. Dispositif expérimental .....	39
III.7.3.Analyse .....	41

## Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Introduction .....	42
IV.2. Analyse rhéologique.....	42
IV.2.1. Détermination de la viscosité.....	42
IV.2.1.1. Détermination de la viscosité des polymères.....	42
IV.2.1.2. Détermination de la viscosité des colles .....	45
IV.2.2. Détermination de la densité .....	47
IV.2.2.1. Détermination de la densité des solvants.....	47
IV.2.2. 2. Détermination de la densité des polymères .....	48
IV.2.2.3. Détermination de la densité des différentes colles de MAC -SOUM.....	49
IV.2.3. Détermination de l'extrait sec des colles .....	50
IV.2.4. Détermination de l'indice de réfraction des solvants .....	50
IV. 3. Caractérisation mécanique du joint collé (essai de pelage).....	51
IV.4. Essai de réticulation.....	52
IV.5. Analyse spectrale.....	52
IV. 5. Mécanisme réactionnel.....	59
IV.5.1. Action de l'oxyde de magnésium sur le polychloroprène .....	59
IV.5.2. Action de l'oxyde de magnésium sur la résine phénolique .....	59
IV.5.3. proposition de mécanisme réactionnel de polycondensation de la résine chélaté avec le polymère oxydé.....	60
<b>Conclusion générale</b> .....	61
Annexe .....	62
Références .....	67

## Liste des tableaux

<b>Tableau II.2.1.</b> Propriété physique de polychloroprène .....	26
<b>Tableau IV.1.</b> Mesure de la viscosité de caoutchouc AD20 à 5% dans le toluène .....	46
<b>Tableau IV.2.</b> Mesure de la viscosité de caoutchouc AD20 à 10% dans le toluène .....	46
<b>Tableau IV.3.</b> Mesure de la viscosité de caoutchouc NPR2008 à 5% dans le toluène .....	47
<b>Tableau IV.4.</b> Mesure de la viscosité de caoutchouc NPR 2008 à 10% dans le Toluène ....	47
<b>Tableau IV.5.</b> Mesure de la viscosité de résine Désmocoll à 15% dans le MEC .....	47
<b>Tableau IV.6.</b> Mesure de la viscosité de résine Désmocoll à 20% dans le MEC .....	48
<b>Tableau IV.7.</b> Mesure de la viscosité de Colle 102 .....	49
<b>Tableau IV.8.</b> Mesure de la viscosité de Colle 108 .....	49
<b>Tableau IV.9.</b> Mesure de la viscosité de Colle 202 .....	50
<b>Tableau IV.10.</b> Détermination de la densité des solvants .....	51
<b>Tableau IV.11.</b> Détermination de la densité des polymères .....	52
<b>Tableau IV.12.</b> Mesure de la densité de Colle néoprène 108 .....	52
<b>Tableau IV.13.</b> Mesure de la densité de colle néoprène 102 .....	53
<b>Tableau IV.14.</b> Mesure de la densité de colle polyuréthane 202 .....	53
<b>Tableau IV.15.</b> Mesure de l'extrait sec de différentes colles de MAC-SOUM .....	54
<b>Tableau IV.16.</b> Détermination de l'indice de réfraction des différents solvants utilisé en MAC-SOUM .....	54
<b>Tableau IV.17.</b> Caractérisation mécanique du joint collé (essai de pelage) pour différents colles de MAC-SOUM .....	55
<b>Tableau IV.18.</b> Essai de réticulation .....	56
<b>Tableau IV.19.</b> Interprétation de spectre IR de la colle néoprène 102 .....	57
<b>Tableau IV.20.</b> Interprétation de spectre IR de la colle néoprène 108 .....	59

**Tableau IV.21.** Interprétation de spectre IR de la colle polyuréthane 202 .....60

**Annexe**

**Tableau 1 :** les matières premières utilisées dans l'entreprise MAC-SOUM.....67

**Tableau 2 :** Les caractéristiques des solvants utilisés dans MAC-SOUM.....68

**Tableau 3 :** les dissolvants des colles.....69

**Tableau 4 :** Situation des nombres d'onde des différentes fonctions et liaisons chimiques....69

**Tableau 5 :** nombre d'onde des vibrations de valence et de déformation des différentes liaisons.....70

## Listes des figures

<b>Figure I.1.</b> Organigramme de l'entreprise MAC-SOUM .....	7
<b>Figure II.1.1.</b> Cohésion de l'adhésif .....	10
<b>Figure II.1.2.</b> Formule chimique de la résine polyuréthane.....	11
<b>Figure II.1.3.</b> Réaction de formation de résine phénolique .....	12
<b>Figure II.1.4.</b> Différents cas de mouillage des substrats encollés.....	14
<b>Figure II.1.5.</b> Le test de pelage .....	15
<b>Figure II.2.6.</b> Structures des polymères thermoplastiques .....	21
<b>Figure II.2.7.</b> Polymère tridimensionnelle .....	22
<b>Figure II.2.8.</b> Réticulation de chaîne polymérique .....	23
<b>Figure II.2.9.</b> Formule chimique de l'uréthane .....	24
<b>Figure II.2.10.</b> Réaction de formation de résine Résol .....	27
<b>Figure II.2.11</b> Réaction de formation de résine Novalaque .....	27
<b>Figure III.1.</b> Le Substrat en P.V.C .....	32
<b>Figure IV.1 :</b> Spectre IR de la Colle néoprène 102 .....	57
<b>Figure IV.2 :</b> Spectre IR de la Colle néoprène 108 .....	58
<b>Figure IV.3 :</b> Spectre IR de la Colle polyuréthane 202 .....	60

## Liste des schémas

<b>Schéma II.1.1.</b> Schéma général d'une ligne d'assemblage par collage .....	10
<b>Schéma II.2.2.</b> La pénétration d'un solvant dans un polymère .....	23
<b>Schéma III.1.</b> Réonomètre .....	35
<b>Schéma III. 2.</b> Principe de la spectroscopie infrarouge .....	42
<b>Schéma III.3</b> spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier .....	43

# Glossaire et liste des abréviations

---

## Glossaire et liste des abréviations

### A-glossaire

**Adhésion** : C'est une liaison interfaciale. Les forces de liaison peuvent être soit d'origines physiques, soit d'origines chimiques.

**Adhérence** : C'est la résistance à la rupture de l'assemblage.

**Collage** : Procédé qui permet de maintenir solidement et durablement deux matériaux semblables ou différents au moyen d'une colle.

**Mouillage** : C'est le contact très intime entre la colle et les matériaux à assembler.

**Interdiffusion** : Diffusion des chaînes à l'interface d'un matériau.

**Compactibilité** : Aptitude à constituer un mélange homogène, comme l'alcool et l'eau.

**Rhéologie** : Branche de la physique qui étudie la viscosité, la plasticité et l'écoulement de la matière.

**Co-durcisseur** : C'est un agent de réticulation.

**Renforts** : C'est un matériau qui accroît la résistance mécanique d'un produit comme les fibres de verres.

**Plastifiants** : C'est agent qui peut diminuer la rigidité d'un produit.

**Tackifiants** : Matériau par son ajout améliore le pouvoir collage.

**Agents Anti-oxydation** : Agent empêche le vieillissement.

**Accélérateur** : Agent qui accélère la vitesse de la réaction chimique.

**Elastomère** : Caoutchouc naturel ou synthétique doué des propriétés dans un large domaine de déformation sous des forces relativement faibles.

**Substrat** : On désigne ainsi les matériaux des pièces dont une certaine portion de la surface supportera l'adhésif.

**Le joint** : Surface commune où se trouvent en contact deux éléments (matériaux, pièces) assemblés ou Ensemble cohérent constitué par ces deux éléments assemblé.

## Glossaire et liste des abréviations

---

**Emulsion** : Dispersion, à l'état très finement divisé, d'un corps fluide au sein d'un liquide.

**Thermofusibles (hot-melts)** : Propriété d'un matériau qui devient fluide sous l'action de la chaleur.

**Assemblage** : Réunir différentes pièces par procédé quelconque collage, soudage.

**Réticulation** : Transformation partielle ou totale d'un réseau chimique linéaire en un réseau tridimensionnel plus rigide.

**Polycondensation** : Réactions chimique entre les molécules de natures différentes, ou entre les molécules identiques mais présentant deux groupements fonctionnels différents, pour former une macromolécule avec élimination d'eau.

**Polymérisation** : Réaction chimique dans laquelle les molécules d'un monomère se combinent pour former des molécules de grande dimension.

**Elasticité** : Propriété d'un matériau qui peut prendre différentes formes sous l'action de forces extérieures, et qui tend à reprendre la forme et les dimensions qu'il avait auparavant, lorsqu'on supprime l'action de ces forces.

**Durabilité** : Propriété que possède un collage, exposé à la chaleur, au froid, et de supporter plus ou moins longtemps.

**Tissus enduits** : Matériaux en feuille constituant en un support (tissé, non-tissé ou tricoté), recouvert d'une couche compacte ou expansée de matière plastique (P.V.C, PU).

**Vulcanisation** : Opération constituant à créer des liaisons intermoléculaires modifiant de façon irréversible les caractéristiques des caoutchoucs.

**Imprégnation** : Désigne improprement la première couche d'un encollage effectué en deux ou plusieurs applications.

**Adhésivité** : Propriété d'un corps adhésif, qui est capable d'adhérer, d'avoir de l'adhérence, de développer une force d'adhésion.

## Glossaire et liste des abréviations

---

### **B –Abréviation**

**AD 20** : caoutchoucs néoprène.

**AE** : acétate d'éthyle.

**BHT** : butyle hydroxy toluène.

**C.P.S** : centpoise.

**CR** : facteur correctif.

**d** : densité.

**Désmocoll** : résine polyuréthane.

**DN/2cm** : déca newton par 2 cm.

**FTIR** : Spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier.

**H.D.K.15** : la silice

**I.R** : infrarouge.

**K** : valeur lue sur l'appareil.

**NPR 2008** : caoutchoucs néoprène.

**MAC-SOUM** : manufacture de chaussure de la Soummam.

**MEC** : méthyle éthyle cétone

**SFP 121 H** : résine phénolique réactive.

**SP 560** : Résine phénolique non réactive.

**SBR** : caoutchouc styrène butadiène.

**μ** : La viscosité.

**ρ** : La masse volumique apparente.

**PU** : polyuréthane.

**PVC** : polychlorure de vinyle.

Introduction générale

# Introduction générale

---

Le collage est une technique d'assemblage ancestrale que l'humanité a emporté au monde. En effet, le collage a toujours existé dans la nature. Dès l'antiquité, l'homme a mis cette technique à son profit pour assembler des outils et façonner son habitat. De nos jours, l'assemblage par collage s'est étendu à tous les domaines de la vie courante et constitue encore une source de progrès dans de nombreux secteurs de l'industrie.

Dans le cadre de notre travail, nous nous sommes intéressés à l'étude des paramètres physico-chimique et à l'analyse des colles (néoprène et polyuréthane) fabriquées au niveau de MAC-SOUM (Akbou), unité où on a effectué notre stage.

Ce mémoire comporte quatre chapitres :

Après une introduction générale le premier chapitre est consacré à la représentation de l'entreprise Mac-Soum.

Le deuxième chapitre est destiné à l'étude bibliographique, qui a été divisé en deux parties, dans la première, il nous a paru utile de présenter des généralités sur les adhésifs, en rappelant la nature des différentes familles d'adhésifs et les techniques mises en œuvre, couramment utilisés, ainsi que les caractéristiques mécaniques des adhésifs. Les théories de l'adhésion sont ensuite abordées, puis suivront les différents traitements de surface sur les substrats collés.

Dans la deuxième partie, nous nous sommes intéressés à la recherche bibliographique sur les matières utilisées entrant dans la composition de la fabrication de la colle au niveau de Mac-Soum.

Le troisième chapitre décrit les matériaux et les techniques expérimentales utilisés pour fabriquer la colle et les analyses effectuées pour vérifier la qualité de la colle ainsi que quelques analyses nécessaires pour la matière première de la colle.

Dans le quatrième chapitre sont exposés les résultats obtenus avec leur interprétation et discussions. En outre un mécanisme réactionnel de la colle néoprène est ainsi proposé.

Enfin, nous terminerons par une conclusion générale ou nous avons résumé les principales observations relatives aux résultats obtenus dans le cadre de ce travail de Master. Ces résultats, nous paraissent utiles pour la compréhension des colles.



# Chapitre I: Présentation de l'entreprise

## I.1. Historique

Dans le cadre de son développement économique, l'Algérie a pris des décisions courageuses qui consistent à investir dans tous les secteurs pour éviter toute dépendance économique. C'était dans ce contexte que l'unité **SONIPEC** d'Akbou a vu le jour. Elle est entrée en production depuis 1979.

La **SONIPEC**, grande entreprise à l'époque, alignait en son sein plusieurs unités telles que : Les tanneries, les unités de distribution et de commercialisation (**DISTRICH**), les maroquineries et les unités de production de la chaussure.

En 1993, l'état a décidé de restructurer la **SONIPEC**, en donnant naissance à plusieurs entreprises à savoir :

-**ENIPEC**

-**EMAC**

-**MAROQUINERIES**

-**DISTRICH**

Vu la nouvelle configuration mondiale en ce qui concerne la libération des marchés (économie de marché), l'**EMAC** à son tour a donné naissance à plusieurs entreprises autonomes dont **MAC-SOUM** en 1997. Et depuis elle a acquis une autonomie dans ses décisions.

## I.2. Identification et particularité de l'entreprise

L'entreprise de manufacture de chaussure de la Soummam, par abréviation **MAC-SOUM** est une société par action **SPA**, filiale du groupe industrie du cuir « **LEATHER INDUSTRY** ».

**MAC-SOUM** est une société au capital de 100 millions de dinars algériens, née par le décret devant maître **IBERRAKEN Idir** notaire à IGHZER AMOKRANE le 08 février 1998.

### I.2.1. Situation géographique

L'entreprise **MAC-SOUM** est située dans la zone industrielle d'Akbou sur la route nationale N°26 à environ 08 Km de la ville d'Akbou. La superficie totale de l'entreprise est de 106134 m<sup>2</sup> dont la surface de bâtiments est de 18116 m<sup>2</sup>.

# Chapitre I : Présentation de l'entreprise

---

## **I.2. 2. Nature de l'activité**

L'activité principale de l'entreprise repose sur l'investissement ; la production et la commercialisation de la chaussure. Alors que l'activité secondaire de l'entreprise est la production et la commercialisation de colle et autre ( polish).

## **I.2.3. Les différents produits fabriqués**

Le complexe est équipé d'un nombre très important de machines et ateliers.

On y trouve une usine de production de chaussure spécialisée dans :

- La chaussure de sécurité
- La chaussure de ville
- La chaussure textile
- Un atelier de fabrication de colle et polish
- La fabrication de forme et des semelles

## **I.3. Les différentes directions de l'unité**

L'entreprise MAC-SOUM se compose de plusieurs directions et départements :

- Direction générale
- Direction commerciale
- Direction des ressources humaines
- Direction de comptabilité et finance
- Le département technique
- Le département de production
- Le département maintenance

## **I.4. Importance et mission de l'entreprise**

### **I.4.1. Importance de l'entreprise**

#### *-Au niveau de l'économie locale*

L'entreprise MAC-SOUM est la première usine dans la région d'Akbou, elle est symbole de développement et son rôle consiste en :

- La diminution du taux de chômage qui est très élevé dans la région.
- L'amélioration du pouvoir d'achat et les conditions de vie de travailleurs.
- Contribuer également à l'éducation des travailleurs et de leurs enfants (formations, colonies de vacances etc .....).

### **I.4.2. Missions de l'entreprise**

L'entreprise a deux missions principales

#### **I.4.2.1. Sur le plan économique**

- Satisfaction des besoins et attentes du consommateur.
- Innover la gamme de production.
- Participer à la croissance économique.

#### **I.4.2.2. Sur le plan social**

- Améliorer les conditions de travail.
- Répondre aux attentes des salariés.
- Former les salariés aux nouvelles technologies.

# Chapitre I : Présentation de l'entreprise

---

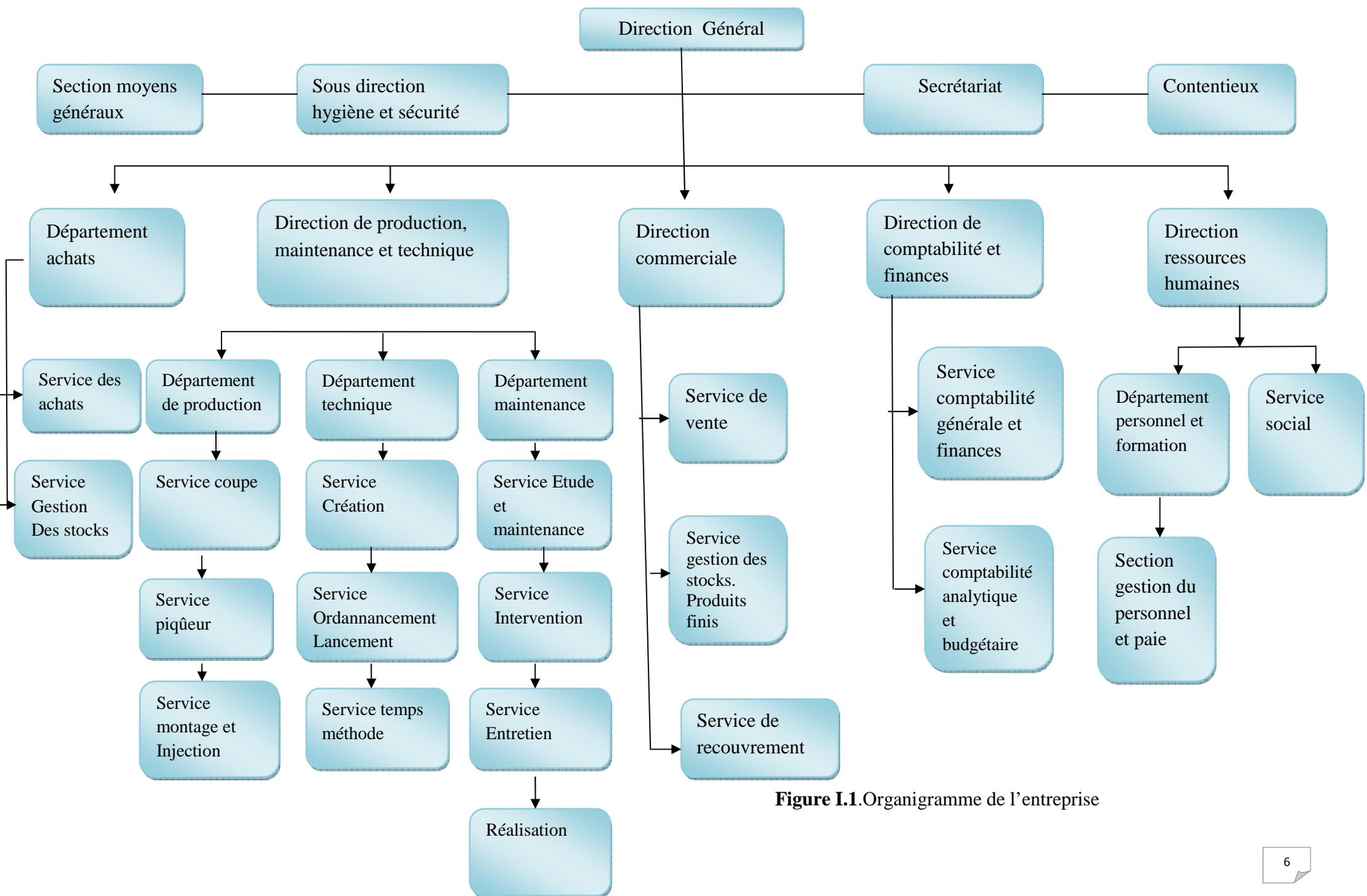


Figure I.1. Organigramme de l'entreprise



# Chapitre II : Etude Bibliographique

### **Partie 1 : Généralité sur le collage**

#### **II.1.1. Introduction**

Coller est le geste spontané effectué pour assembler des éléments matériels. La technique s'applique à tous les matériaux quelles qu'en soient la nature, la forme, les dimensions. Elle bénéficie depuis toujours de l'existence de multiples adhésifs naturels d'origine minérale (silicates), végétale ou animale (lait ; sang). Le collage est considéré comme un domaine scientifique et technologique d'actualité, toutefois, il a fallu attendre le vingtième siècle pour voir se développer la science des polymères. Inclus d'abord la perception de la nature macromoléculaire de beaucoup de produits naturels notamment organiques, puis la capacité d'élaborer des substances artificielles, peu à peu la maîtrise de propriété, ont pu se multiplier, avec les adhésifs de synthèse [1].

#### **II.1.2. Généralités**

##### ***II.1.2.1. colles***

Un adhésif appelé aussi une colle est une substance utilisée pour joindre des substrats identiques ou différents, par leurs surfaces [1]. Le joint résulte de l'enchaînement de trois phases : Application (par enduction) d'une colle sur la surface des substrats, adhésions de cette colle dans les zones d'interface et développement de sa cohésion jusqu'à l'état solide [2].

Un adhésif peut être défini comme une substance permettant de maintenir ensemble des matériaux par adhérence. Le terme de colle était à l'origine employé pour désigner un adhésif préparé à partir de gélatine dure. Par extension, ce terme est devenu synonyme de celui d'adhésif et correspond aux substances obtenues à partir de résine synthétique. Actuellement le terme adhésif est le terme préféré comme terme général et peut désigner aussi bien des colles que des mastics [1].

##### ***II.1.2.2. L'adhésion***

L'adhésion est une liaison interfaciale. Les forces de liaison peuvent être soit d'origines physiques, soit d'origines chimiques. Le phénomène d'adhésion fait intervenir plusieurs facteurs [3]. Dans tous les cas, un adhésif ou une colle est un produit :

## Chapitre II : Etude bibliographique

- Qui est, au départ, pâteux ou liquide, ce qui lui permet d'être étalé sur les matériaux à assembler. L'adhésif doit alors s'accrocher sur des matériaux, nécessitant de mouiller correctement les supports.
- qui durcit à un moment donné, afin d'assurer une liaison solide, mécaniquement résistante entre les deux matériaux. On dit que la colle développe sa cohésion [4].

### II.1.2.3. Cohésion de l'adhésif

On dit qu'il doit développer sa cohésion, c'est-à-dire mettre en place les forces qui lient les molécules dont il est constitué (figure II .1.1.) [5].

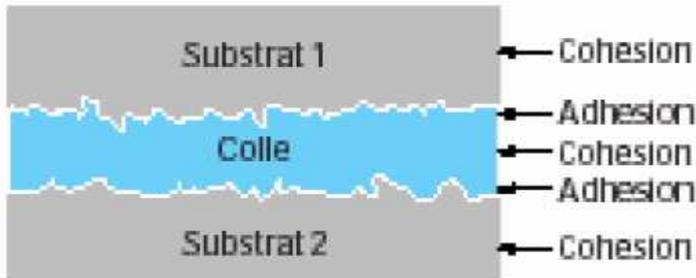


Figure II.1.1. Cohésion de l'adhésif

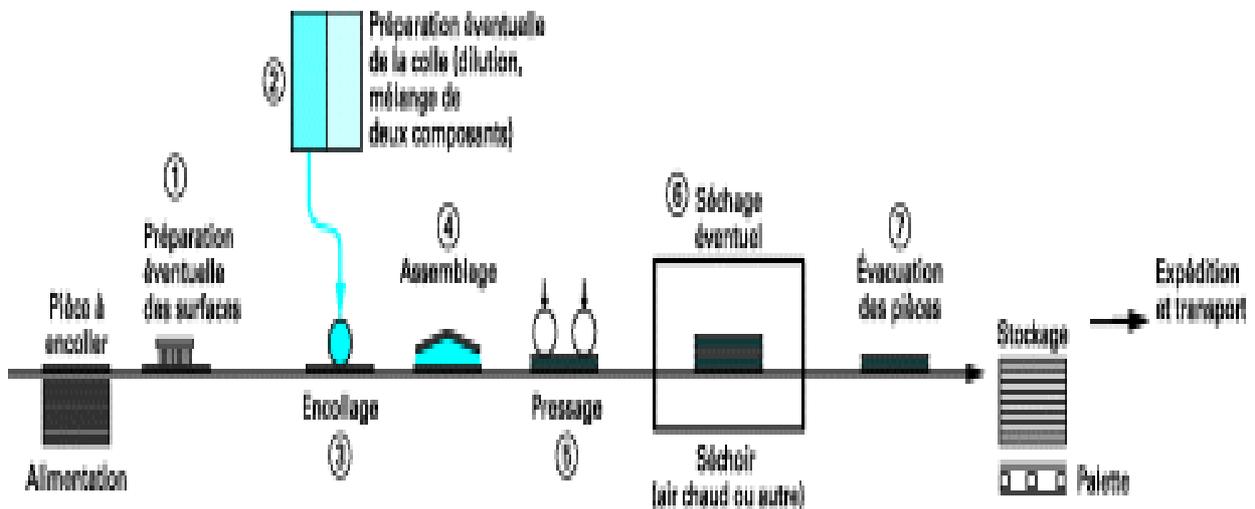


Schéma II.1.1. Schéma général d'une ligne d'assemblage par collage

### II.1.3. Classification des adhésifs

Les adhésifs utilisés dans le secteur de la chaussure ont une forte résistance mécanique de l'assemblage. Ils sont réactifs : ils durcissent par réaction chimique avec formation d'une structure tridimensionnelle [6].

#### II.1.3.1. Résines polyuréthanes

Les adhésifs polyuréthanes sont très réactifs grâce à la présence de groupes isocyanates capables de réagir avec de nombreux substrats [7].

Les polyuréthanes créent des liaisons hydrogène intéressantes en collage et ils peuvent être plus ou moins souples. Les propriétés viscoélastiques et la flexibilité de ces adhésifs sont liées à l'existence de ces deux phases. [8]

Tous les additifs et solvants utilisés dans les adhésifs polyuréthanes doivent être anhydres. En présence d'eau, les isocyanates moussent et les gaz qui se dégagent creusent des cavités internes au joint qui conduisent à une adhésion et à une cohésion affaiblies [9].

Ces colles avec ou sans solvants, se présentent soit sous forme de deux composants que l'on mélange juste avant l'utilisation, soit sous forme d'un seul composant qui réagira avec l'humidité de l'air ou qui sera débloqué par un rayonnement UV ou de la chaleur .

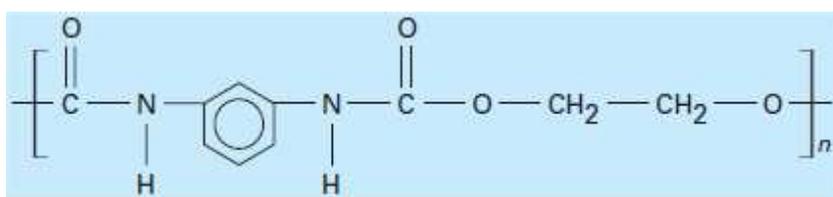
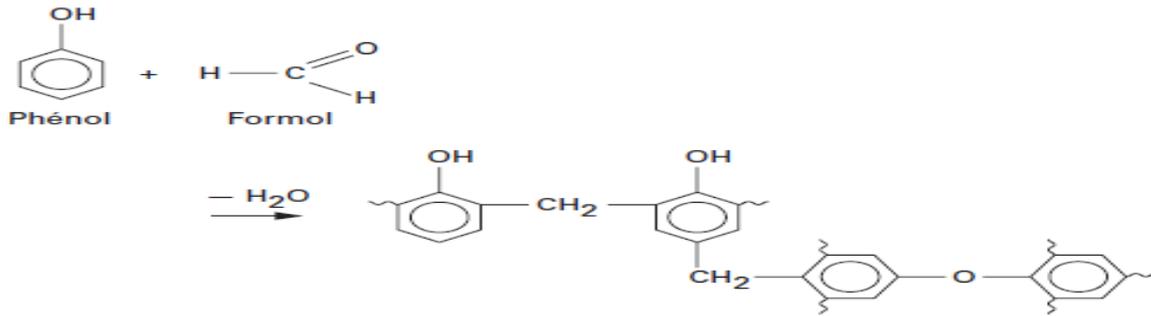


Figure II.1.2. Formule chimique de la résine polyuréthane

#### II.1.3.2. Résines formaldéhyde

Les adhésifs phénoliques sont obtenus à partir de la polycondensation du phénol et du formol conduisant à un produit thermodurcissable



**Figure II.1.3. La réaction de la formation de résine phénolique**

Ces adhésifs réticulent sous pression. Ils sont incombustibles, libèrent peu de fumée et sont très employés dans le secteur industriel de la chaussure ; on distingue les adhésifs phénoliques type résorcine phénolformol et type novalaque.

Les phénoliques néoprènes (bonne résistance aux basses températures) [10].

### II.1.4. La composition d'un adhésif

Une colle comporte une multitude de composants :

- Un corps de base le polymère
- Des renforts (fibres) qui accroissent la résistance mécanique
- Des plastifiants pour au contraire diminuer la rigidité
- Des éléments tackifiants (qui augmentent le pouvoir collant)
- Des agents antioxydants
- Des agents empêchant le vieillissement (température)
- Des agents anti-UV
- Des charges pour apporter des caractéristiques supplémentaires (réduction du coût , résistance à la chaleur) [4].

### II.1.5. Le secteur d'application de la colle

Le marché de la chaussure représente un secteur fortement consommateur d'adhésifs souples. L'obligation de remplacer les colles solvatées par des colles aqueuses, plus coûteuses et souvent moins performantes sur ces applications, a favorisé les pays à faible coût de main d'œuvre, souvent moins largement dotés en matière de législations contraignantes à cet égard [11].

### **II.1.6. Techniques de collage et mécanique de la rupture**

#### ***II.1.6.1. Sélection d'un adhésif***

La première étape est de définir des critères de sélection. La nature des éléments à coller en est un. Eventuellement, la viscosité de l'adhésif, la température de durcissement sachant que plus elle est élevée meilleures sont les performances. La deuxième étape consiste à faire des essais comparatifs. Par exemple un essai de pelage [4].

#### ***II.1.6.2. Caractéristiques des colles***

Afin de réaliser un bon collage, une colle doit mouiller les deux surfaces qui vont être assemblées, elle doit donc être un fluide au moment de l'application. Pourtant le film de colle doit durcir pour acquérir sa cohésion [12].

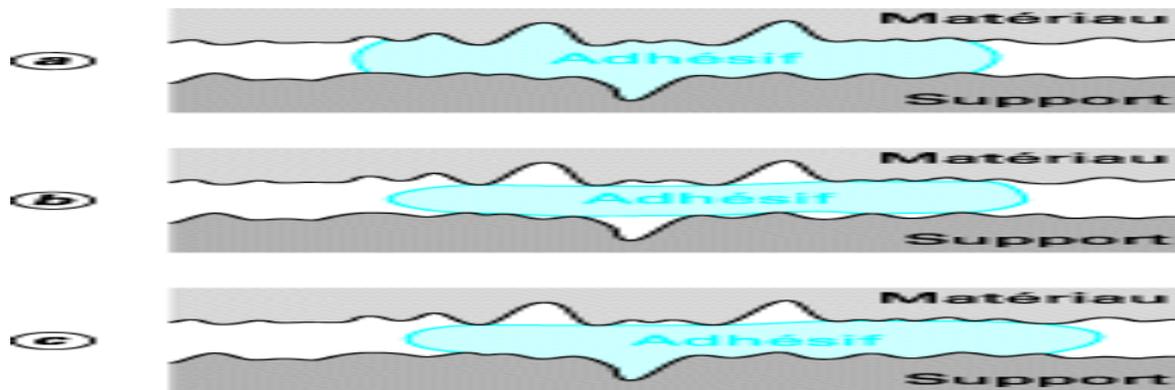
##### ***II.1.6.2.1. Caractéristiques de mise en œuvre***

###### **a. Viscosité et rhéologie**

La viscosité (ou fluidité) de la colle doit être adaptée au mode d'encollage, à l'outillage disponible, à la quantité de colle que l'on désire appliquer par mètre carré de surface. La viscosité se mesure en mPa /s (millipascal-seconde) à l'aide d'un viscosimètre (Brookfield) [7].

###### **b. Mouillage des matériaux**

En fonction de leur formulation et de leur viscosité, les colles mouillent plus ou moins bien les divers matériaux. Par ailleurs, certains matériaux sont très difficiles à mouiller : les plastiques en général [9].



**Figure II.1.4. Différents cas de mouillage des substrats encollés**

- a- on observe un bon mouillage, avec pénétration de l'adhésif dans toutes les irrégularités des deux matériaux.
- b- le mouillage est très mauvais.
- c- l'adhésif a mouillé le support sur lequel il a été appliqué mais pas le second matériau :
  - soit parce que ce second matériau est difficile à mouiller.
  - soit parce que l'adhésif est trop visqueux ou a un mauvais pouvoir mouillant vis-à-vis du second matériau ;
  - soit parce que le temps ouvert de l'adhésif est dépassé, et la colle a donc commencé à sécher en surface [9].

### **c. Épaisseurs minimale et maximale du joint**

Certains adhésifs polyuréthanes sont même étudiés pour pouvoir remplir des joints de plusieurs millimètres d'épaisseur, nécessaires en particulier en construction navale [6].

### **d. Temps ouvert**

Parfois appelé temps d'assemblage ouvert, le temps ouvert correspond au temps qui s'écoule entre le moment où la colle a été étalée et celui où elle a perdu son pouvoir collant parce qu'elle a commencé à sécher, ou à s'épaissir, ou à se refroidir dans le cas d'un adhésif thermofusible (ont des temps ouvert très courte) [8].

## Chapitre II : Etude bibliographique

Il présente la limite au-delà de laquelle la cohésion de la masse adhésive est devenue telle- par suite d'évaporation des solvants- que toute adhésivité ait disparu [2].

### e. Extrait sec

L'extrait sec (ES) est la teneur en matières actives de la colle, c'est-à-dire un rapport de masses  $m$  (exprimé en %) [6].

#### II.1.6.2.2. Caractéristiques mécaniques

Pour dimensionner une structure collée, il est nécessaire de pouvoir apprécier les caractéristiques mécaniques du joint collé. Pour cela, il est important de définir les types d'essais à mettre en œuvre et surtout prévoir la signification des résultats vis-à-vis du comportement en l'industrie de la chaussure. En effet, une structure collée est fondamentalement hétérogène et nécessite, pour la prévision de ses performances mécaniques [13].

#### - Adhérence

On peut considérer une catégorie essentielle liée aux types d'assemblages rencontrés en pratique : le pelage [13].

Cette sollicitation résulte en général d'une traction localisée à l'extrémité de l'assemblage, et se rencontre lorsqu'un des supports au moins est flexible. Les contraintes sont maximales aux lèvres du joint (figure II.1.5.) [13].

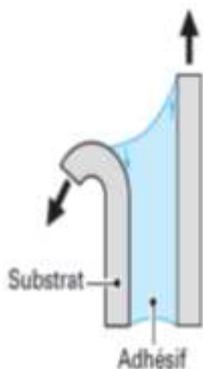


Figure II.1.5. Le test de pelage

#### II.4.2.3. Caractéristiques physico-chimiques

### **a. Résistance à la chaleur**

La majorité des liants organiques ramollissent progressivement sous l'effet de la chaleur [14].

### **b. Résistance à l'eau et à l'humidité**

Si une eau pénètre à l'intérieur des films des colles, elle rampe son adhésion [14].

### **c. Résistance aux graisses et aux plastifiants du PVC**

Certains adhésifs utilisés dans l'industrie de la chaussure destinés à contenir des matières grasses et doivent résister aux plastifiants (doivent résister aux semelles en PVC) [6].

### **d. Point éclair**

C'est la température minimale à partir de laquelle, les vapeurs des solvants constituant la colle seront susceptibles de s'enflammer [14].

### **e. L'odeur**

Les colles possèdent l'odeur des solvants participants à leur fabrication [14].

## **II.1.7. Théorie de l'adhésion**

La démarche physique visant à trouver des explications aux phénomènes s'applique mal dans le cas de l'adhésion, pour laquelle il est habituel d'évoquer plusieurs modèles théoriques, tous imparfaites, On distingue des théories macroscopiques et des théories fondées sur l'existence d'interaction élémentaire entre joint et substrat [2].

### ***II.1.7.1. modèle macroscopique***

#### ***a-Ancrage mécanique***

L'adhésion résulte de l'ancrage du joint dans des porosités et/ou irrégularités topographiques se la surface du substrat [2].

Ce modèle souligne l'importance de l'aire de collage et de la rugosité des surfaces. Il explique bien certains cas d'adhésion, notamment sur substances poreuses, mais comme tous les autres modèles, il a ses limites [2].

## Chapitre II : Etude bibliographique

---

### *b-Modèle électrostatique*

L'adhésion résulte de l'attraction entre charges électronique positives réparties à la surface du substrat et de charge négatives répartie à la surface du joint (ou inversement) [2].

### *c-Modèle des couches de faible cohésion*

L'adhésion serait en relation avec l'existence( à l'extrême surface des matériaux) de zones où la structure tridimensionnelle se trouverait plus ou moins désorganisée, perdant ainsi de sa cohésion et autorisant la constitution d'interphases. [2]

Les éléments constitutifs des matériaux (atome, ions, molécule, macromolécule, groupe d'atomes) établissent entre eux et les zones d'interphase, des contacts aussi intimes, que ceux qui existent au sein de leurs structure respectives, une mobilité suffisante peut quelque fois existe en surface de solide.

### *d-Modèle de l'interdiffusion*

Lorsque substrat et joint sont des polymères compatibles (miscibles entre eux), l'adhésion est associée à un phénomène d'interdiffusion des chaines macromoléculaires dans la zone interfaciale [9].

Cette théorie confirme l'existence, aux extrêmes surfaces de zones, de moindres cohésions et rigidités des structures, et en fournissant des preuves expérimentales, que l'adhésion peut avoir les mêmes causes que la cohésion des substrats et des joints. L'interdiffusion est considérée comme un modèle de l'adhésion mais comme le phénomène se produit à l'interface adhésif-adhésif on pourrait tout aussi bien l'assimiler au développement de la cohésion du joint [2].

### *II.1.7.2. modèle des interactions élémentaires*

Ce modèle a l'intérêt de ne prendre en compte que les interactions qui contribuent à donner leur cohésion aux liquides et solides et donc aussi bien aux adhésifs qu'aux substrats, joints et autre revêtements. Tous les types de liaison exemple Liaison métallique ; Liaison chimique « intramoléculaires dans laquelle on trouve les liaisons covalentes et ioniques, ainsi

## Chapitre II : Etude bibliographique

---

les liaisons intermoléculaires qui peuvent être de type Van der Waals ou des liaisons hydrogène sont susceptibles d'intervenir dans l'adhésion, mais pas avec la même probabilité [2].

### *II.1.7.3. Modèle rhéologique*

Une théorie de l'adhésion invoque l'existence (entre substrat et joint) d'interactions dont l'intensité se trouve considérablement accentuée par un facteur dissipatif correspondant aux pertes viscoélastiques d'énergie dans le joint [2].

### **II.1.8. Traitement de surface des substrats**

La préparation des surfaces est une phase essentielle dans l'assemblage par collage .Elle à pour premier objectif d'éliminer les contaminants et les couches superficielles de faibles cohésions. Des traitements plus poussés peuvent permettre de modifier la chimie de surface afin d'augmenter la tension superficielle ou de favoriser la création de liaisons chimiques avec l'adhésifs. La préparation de surface des substrats ont pour but d'accroitre les performances mécaniques [13].

### **II.1.9. Emploi des adhésifs dans l'industrie des chaussures**

#### *II.1.1.1. Introduction*

Les industries de la chaussure, sont vraiment représentatives des industries d'assemblage. En effet, si la première phase consiste à découper les peausseries, cuirs et autres matériaux en différents morceaux, toutes les autres opérations vont viser à réaliser des assemblages [15].

#### *II.1.9.2. Colles classes par emploi dans l'industrie de la chaussure*

Tout en essayant de décrire la constitution d'une chaussure et ses stades de fabrication, nous donnerons quelques définitions importantes des constituants, et nous effectuerons un premier classement des colles par leur emploi.

Une chaussure est constituée de deux parties

## Chapitre II : Etude bibliographique

---

-Le dessus de chaussure ou la tige

-le dessous de chaussure, ou la semelle [15].

### ***II.1.9.2.1. Piqûre***

La tige est un assemblage de plusieurs morceaux de géométrie différente, découpés dans des matériaux plans ; l'ensemble a été créé par le modéliste et le styliste. L'ensemble de ces opérations étant essentiellement réalisé par machine à coudre, porte le nom piqûre.

La tige doit être, en général, doublée et renforcée par des doublures, soit en peausserie fine, soit en toile. Pour cela, on utilise des colles à base de néoprène [15].

### ***II.1.9.2.2. Broche***

Le travail de broche consiste essentiellement en l'encollage des talons. Sur la plupart des modèles de chaussure, le talon n'est pas intégré à la semelle, à cet effet il est d'usage d'assembler ces deux derniers, pour ce faire, des colles spécialement étudiées pour ces travaux existent :

-*pour les talons plastiques* : colle polychloroprène fluide permettant le trempage des talons pour l'enrobage des ces talons plastiques par des peausseries.

-*pour les talons bois et agglomérés, à enrober de toile ou de jute* : une colle polychloroprène permettant l'encollage à la brosse .

-*pour des matières plastiques, comme le P.V.C.* : les colles à base de polyuréthane ont la propriété de permettre le collage [15].

### ***II.1.9.2.3. Montage***

Par montage, on entend l'opération où la tige va prendre sa forme définitive. La colle de montage utilisée est une colle à base de caoutchouc polychloroprène en milieu solvant [16].

### ***II.1.9.2.4. Encollage***

## Chapitre II : Etude bibliographique

---

Par encollage, nous grouperons l'ensemble des procédés de collages visant à assembler la semelle sur sa tige [16].

### **a. Le soudage**

#### ***-primer de soudé***

Les primers ont un rôle d'imprégnation des matériaux tige et semelle, après leurs préparation de surface ; ils sont surtout employés pour les peausseries et les cuirs. Ils sont toujours en milieu solvant ; Ils sont toujours accompagnés de la colle de soudage qui est appliquée sur le primer. Les soudés, parfaitement réalisés avec les colles polychloroprène, sont les soudés de tiges en peausserie sur semelles en cuirs ou en élastomères .Par contre, les polychloroprène ne sont pas satisfaisants pour les matières du type P.V.C et polyuréthanes [16].

#### ***-Colles de soudage à base de polyuréthane***

Les colles polyuréthanes permettent le souage de l'ensemble des tiges en peausserie et en matière synthétique sur les semelles en cuir, P.V.C ou élastomères [16].

### **Partie 2 : les matières premières de la colle**

#### **II.2.1. Polymère**

##### **II.2.1.1. Définition**

Les polymères sont des macromolécules constituées par des enchaînements de motifs structuraux périodiques, identiques appelés monomères, liés entre eux par des liaisons covalentes [17]. Le nombre de ces motifs monomères est appelé « degré de polymérisation » [18].

##### ***II.2.1.2. Classification des polymères***

Il existe autant de modes de classification des polymères que des propriétés retenues pour les caractériser. Nous indiquons ci-après la classification la plus courante [19].

##### ***II.2.1.2.1. Les thermoplastiques***

Les thermoplastiques fondent quand on les chauffe, mais sans modifications des liaisons chimiques [20]. Les liaisons latérales entre les éléments non chimiquement liés sont beaucoup plus faibles (liaisons de Van der Waals) et des mouvements coopératifs ; qui déplacent les molécules et qui les font glisser les unes sur les autres sont possibles, ces mouvements se traduisent par des déplacements relatifs illimités des chaînes. Il ne faut qu'aucun nœud ne s'y oppose [21].

Les polymères thermoplastiques sont soit amorphes, soit semi-cristallins [22].



**Figure II.2.6. Structures des polymères thermoplastiques**

### ***II.2.1.2.3. thermodurcissables***

Les matières thermodurcissables sont les produits dont la transformation conduit, par une réaction chimique, à des composés macromoléculaires tridimensionnels qui sont des matières thermodurcies ou thermorigides [23].

Cette réaction chimique (appelée réticulation ou cuisson) conduit à des liens chimiques rigides et met en jeu toutes les molécules présentes pour former un réseau tridimensionnel, La plupart des polymères thermodurcissables sont amorphes [21].

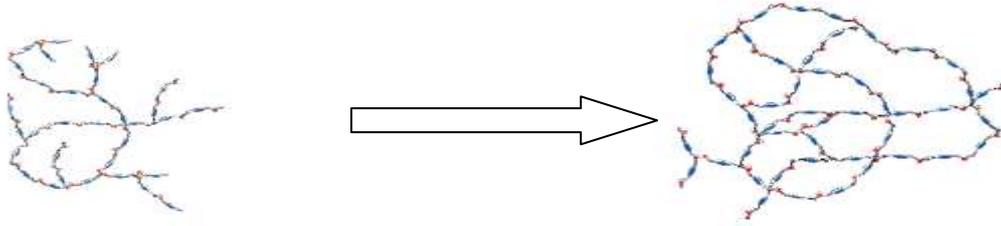
### ***II.2.1.2.3. Les élastomères (caoutchoucs)***

Un caoutchouc est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles-mêmes au repos. Sous l'action d'une contrainte externe, les chaînes peuvent glisser les unes par rapport aux autres : le matériau présente des caractéristiques élastiques aux petites déformations. Pour pouvoir déployer complètement ses chaînes, sans les faire glisser ni supprimer leur flexibilité, le caoutchouc doit être vulcanisé [22].

### ***II.2.1.3. Réticulation des polymères***

Ce sont des polymères où les chaînes sont liées entre elles par des ponts (liaisons) de réticulation pour former un réseau tridimensionnel [20].

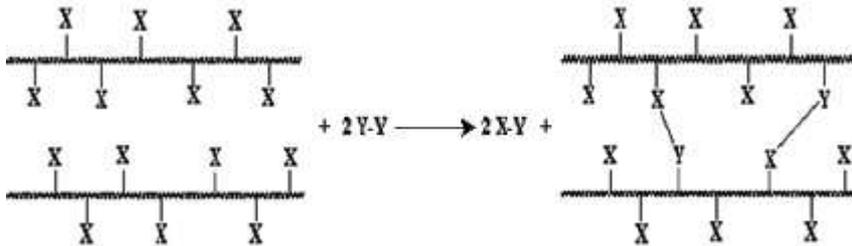
Les structures réticulé sont en général préparées à partir de prépolymères linéaires , ou ramifiés de faible poids moléculaires, réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseur. La structure est tridimensionnelle [24].



Macromolécule ramifié

Macromolécule en réseau ou réticulé

**Figure II.2.7. Polymère tridimensionnel**

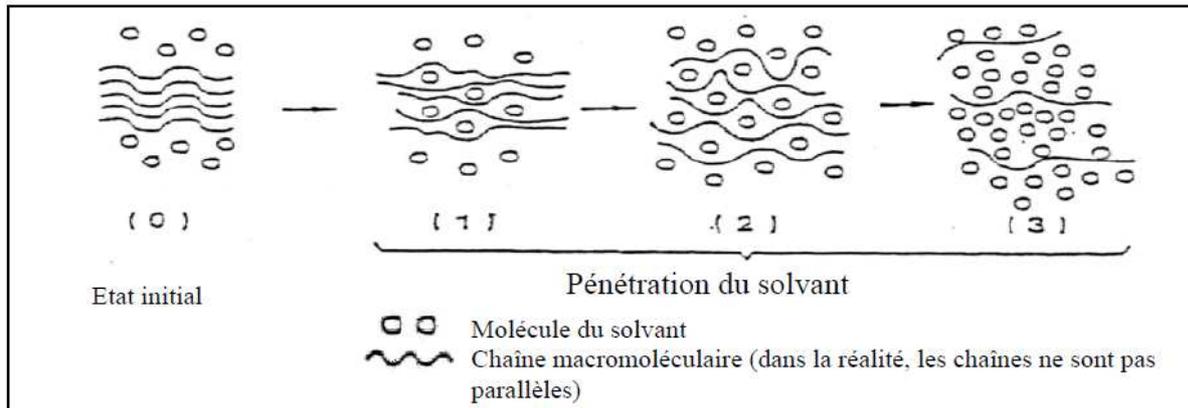


**Figure II.2.8. Réticulation de chaîne polymérique.**

### ***II.2.1.4. Polymères en solution***

#### ***II.2.1.4.1. Mise en solution et solubilité***

La mise en solution suppose que les chaînes macromolécules ont été séparées et sont entourées de molécule de solvants pour lesquelles les éléments de la chaîne ont plus d'affinité que pour eux-mêmes. Avant d'arriver à ce résultat, il faut séparer les éléments et donc gonfler le solide [18,21].



**Schéma II.2.2. La pénétration d'un solvant dans un polymère**

### II.2.1.4.2. Viscosité des solutions diluées

Les solutions diluées, faciles à manipuler sont des solutions à quelques pourcent. Les molécules de polymère prennent la forme de pelote étendues qui s'interpénètrent ; les solutions quasi idéales supposent que les pelotes ne s'interpénètrent pas. La taille hydrodynamique de la pelote dépend de la « qualité » du solvant [18].

### II.2.2. Solvant

Un solvant est une substance qui est le pouvoir de dissoudre d'autres substances, la plupart des solvants sont organiques exemple : acétone, éther, white-spirit, et il est éliminé par évaporation pendant le séchage, une évaporation trop rapide des solvants entraîne une altération du film de colle, due à la formation de microcavité [5].

### II.2.3. Charge

Les charges sont des substances de faible pouvoir colorant et de faible opacifiant dans les milieux de suspension utilisée, Ce sont des poudre que l'on incorpore au mélange soit pour améliorer les propriété du produit (résistance à la traction, à la déchirure, à l'abrasion, dureté), soit pour diminuer le prix de revient, on distingue : Oxyde de zinc, Silice, oxyde de magnésien, ainsi un Anti-oxydant (B.H.T) [25].

### II.2.4. chimie des systèmes réactifs

#### II.2.4.1. les polyuréthanes

Le mot polyuréthane fait référence aux macromolécules comporte les motifs constitutifs de la fonction chimique uréthane [26]

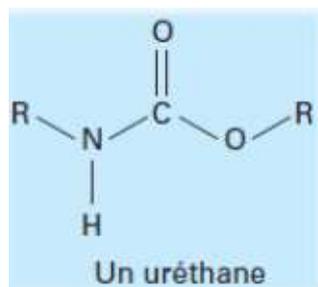


Figure II.2.9. Formule chimique de l'uréthane

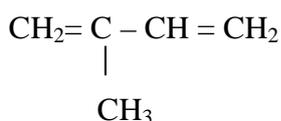
Les matériaux polyuréthanes occupent une place important dans l'industrie des matières plastiques. Il est possible d'adapter les propriétés chimiques, physiques des matériaux aux applications qu'ils trouvent dans de nombreux domaines : caoutchouc, colle, peinture,.... [27].

#### II.2.4.2. Néoprène

##### II.2.4.2.1. Introduction

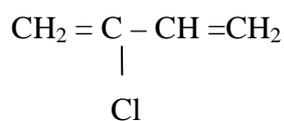
Connu aussi sous le nom de polychloroprène est un polymère cristallin identique au caoutchouc naturel. Il a été commercialisé dès 1932 par la société DU PONT de Nemours (U.S.A) sous le nom de marque néoprène [28].

La structure de monomère Néoprène est dérivée de l'isoprène, dont le groupement méthyle est substitué par l'atome de chlore [14].



Méthyl-2 butadiène-1,3

(Isoprène)



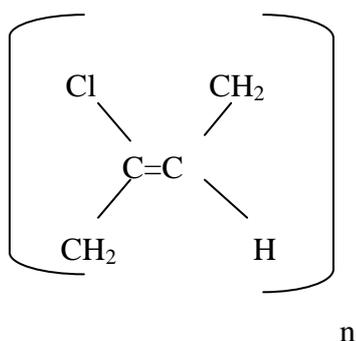
Chloro-2 butadiène-1,3

(Chloroprène)

## Chapitre II : Etude bibliographique

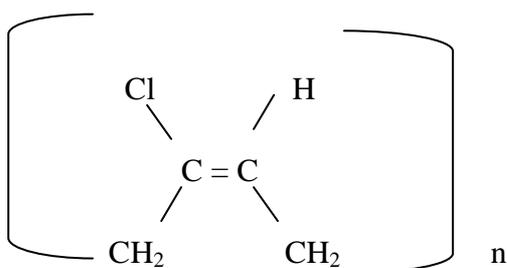
### II.2.4.2.2. configuration moléculaire

La structure moléculaire des polymères polychloroprène est essentiellement déterminée par la température de polymérisation et par types d'agents modifiants utilisés. Le chloroprène ou chloro-2, butadiène-1,3 tend à donner une configuration préférentielle Trans-1,4 [19] :



Trans-1,4

Le taux élevé qui est de 85% à 90% en trans-1,4 entraîne une tendance marquée à la cristallisation et les excellentes propriétés mécaniques qui en découlent, à l'encontre du taux de Cis-1,4 dont sa structure moléculaire est [28] :



Cis-1,4

### II.2.4.2.3. Propriétés physico-chimiques de polychloroprène [29]

#### a. Propriétés physiques

Le polychloroprène est un polymère rigoureux, résistant à la traction et il est caractérisé par les propriétés suivantes :

**Tableau II.2.1. Propriété physique de polychloroprène**

Masse moléculaire du monomère (g /mole)	88,54
Densité	0,8-1,25
Température d'ébullition (° C)	59,4
Résistance électrique ( $\Omega$ / Cm)	10
Allongement (%/ $\Delta L$ )	600 à 900

### **b. Propriétés chimiques**

Le polymère polychloroprène résiste aux hydrocarbures aliphatiques, aux alcools, aux glucoses et aux hydrocarbures fluorés, contrairement aux cétones , phénols, esters, hydrocarbures aromatiques et hydrocarbures chloré qui influent sur sa structure, en outre, le polychloroprène est aussi attaqué par les acides minéraux forts tels que l'acide sulfurique et les acides nitriques concentrés ou par les oxydants forts [29].

### **II. 2.4.3. Résines**

#### **II.2.4.3.1. Généralité**

Ce fut en 1872 que Bayer découvrit la réaction du phénol sur le formol (aldéhyde), mais l'étude de la polycondensation n'a été faite que quarante ans après ; par Beakland, en 1909[41]. Les résines phénoliques ou phénolplastés sont des matières thermodurcissables obtenu par polycondensation d'un phénol et d'un réseau tridimensionnel [10].

La polycondensation est faite en fonction du pH et du rapport molaire des deux réactifs et pour cela on peut distinguer, selon la réactivité, deux sortes de résine phénolique [31] :

#### **II.2.4.3.2. Résines phénoliques réactives**

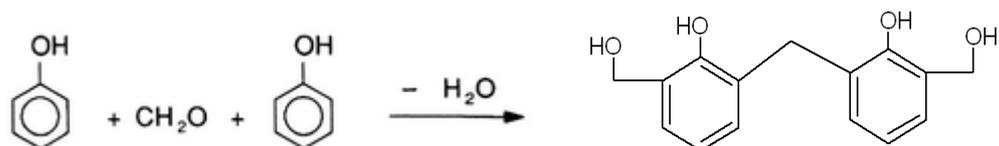
En milieu alcalin les résines réactives pouvant polycondenser uniquement sous l'action de la chaleur et lorsque le milieu réactionnel contient plus d'une mole de formol pour une mole de phénol [31] :



**Figure II.2.10. Réaction chimique de formation la résine résol**

### II.2.4.3.3. Résine phénoliques non réactives

En milieu acide résine non réactive avec moins d'une mole de formol pour une mole de phénol. Ce type de résine qui résulte appelée Novalaque.



**Figure II.2.11. Réaction chimique de formation la résine Novalaque**

Ces substances sont thermoplastiques pour l'utiliser comme un polymère thermodurcissable, il est nécessaire de lui ajouter un agent de réticulation dont le plus utilisé est l'hexaméthylène tétramine [32].

# Chapitre III: Matériaux et techniques expérimentales

### III.1.Introduction

Ce chapitre « Matériaux et techniques expérimentales » pour le but de rappeler les propriétés des matériaux de l'étude, grâce aux fiches technique de l'entreprises de MAC-SOUM. Nous donnerons ensuite les procédures de mise en œuvre des éprouvettes et des jonctions collés, ainsi que les techniques expérimentales utilisés pour leur caractérisation.

### III.2. Adhésifs fabriqué au Mac-Soum

#### III.2.1. Colles de contact néoprène

La colle néoprène fluide, est appliquée sur les deux matériaux à assembler. On laisse sécher le solvant pendant environ 10 min puis on assemble et on soumet l'assemblage à une pression de très courte durée de 0,3 à 0,5 MPa. Les deux films de colle se soudent alors entre eux instantanément par simple contact, et dans MAC-SOUM on trouve deux types colles néoprène :

##### III.2.1.1. Colle néoprène 108

###### a- Formulation

-Solvants : Essence C, Acétate d'éthyle, MEC

-Eau : eau distillé

-Anti-oxydant : BHT

-les oxydes métalliques : MgO, ZnO

-Résine : résine phénolique réactive SFP 121 H

-Caoutchouc néoprène : néoprène nommé AD 20 qui a une vitesse de cristallisation rapide et donne des solutions à viscosité moyenne.

###### b- Préparation

-Préparation d'échantillon est effectuée dans des bouteilles en verre et de poids 200g

-mélange des solvants (MEC, Acétate d'éthyle, Essence C), proportion de 80% d'échantillon

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

---

-Dissoudre les oxydes métallique (MgO, ZnO), l'anti-oxydant(BHT) et l'eau dans le mélange

-Dissoudre le caoutchouc (AD 20) et la résine (SFP 121 H)

-L'échantillon est mélangé à l'aide d'un broyeur à rouleaux 90 tr/ min, et on laisse tourner durant 48 heures.

### **III.2.1.2. Colle 102**

#### **a-Formulation**

-Solvants : Essence C, MEC, Acétone, Toluène

- les oxydes métalliques : ZnO, MgO

-Résine : Résine phénolique non réactive nommé SP 560

-Caoutchoucs : néoprène nommé AD 20 et néoprène nommé NPR 2008, qui a une vitesse de cristallisation moyenne et donne des solutions à viscosité forte.

#### **b- Préparation**

-Préparation d'échantillon est effectuée dans des bouteilles en verre et de poids 200g

-mélange des solvants (MEC, Acétone, Essence C, Toluène), proportion de 80% d'échantillon

-Dissoudre les oxydes métalliques (MgO, ZnO) dans le mélange

-Dissoudre les caoutchoucs (AD 20 et NPR 2008) et la résine (SP 560)

-L'échantillon est mélangé à l'aide d'un broyeur à rouleaux 90 tr/ min, on laisse tourner durant 48 heures.

### **III.2.2. Colles polyuréthanes**

Les formulations des colles polyuréthane contiennent les polymères dissouts dans des solvants, et quelques agents modifiant utilisés en faible quantité. Par leur excellente résistance aux plastifiants, aux graisses, à la chaleur, les colles polyuréthane ont permis le développement des P.V.C.

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

---

Les colles polyuréthanes ont permis le soudage de l'ensemble des tiges en peauserie et semelle. La colle polyuréthane fabriquée en MAC-SOUM nommée la 202

### a-Formulation

Solvants : Acétone, MEC

Charge : La silice nommée H.D.K.H.15

Polymère : polyuréthane nommé Desmocoll

### b- Préparation

-Préparation d'échantillon est effectuée dans des bouteilles en verre et de poids 200g

-mélange des solvants (MEC, Acétone,) de proportion de 80% d'échantillon

-Dissoudre des charges (H.D.K.H.15) dans le mélange

-Dissoudre le polymère (Desmocoll) dans le mélange

-L'échantillon est mélangé à l'aide d'un broyeur à rouleaux 90 tr/ min, on laisse tourner durant 48 heures.

### III.3. Substrats utilisés dans MAC-SOUM

Les substrats utilisés dans cette étude pour la réalisation des assemblages collés sont : le P.V.C, et le caoutchouc styrène butadiène (SBR).

#### III.3.1. Le caoutchouc styrène butadiène (SBR)

Le SBR présente de bonnes propriétés avec une valeur ajoutée importante: sa résistance majeure aux températures élevées ou au vieillissement.

#### a- Propriétés

- Excellentes propriétés mécaniques.
- Bonne résistance au vieillissement et à la température. Sa résistance peut être accrue avec une formulation adaptée.

Le caoutchouc SBR est utilisé à la fabrication de tige dans l'industrie de la chaussure

### **b-Mise en forme des éprouvettes de pelage**

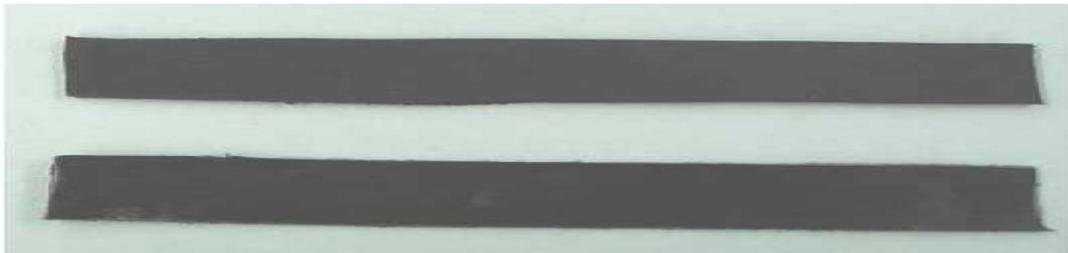
Les substrats de matériau SBR de dimension 15 X 2 cm et d'épaisseur 2mm, elles sont utilisées dans l'assemblage des éprouvettes de pelage (seulement des colles néoprènes).

### **III.3.2. Le caoutchouc P.V.C**

C'est un caoutchouc à l'aspect satisfaisant, large gamme de plasticité ou rigidité, bonne résistance à l'abrasion. Il est bien évident, le P.V.C. Utilisé à la fabrication de semelles.

### **a-Mise en forme des éprouvettes de pelage**

Les substrats de matériau P.V.C. de dimension 20X2 cm et d'épaisseur 4 mm, elles sont utilisées dans l'assemblage des éprouvettes de pelage de la colle polyuréthane(202)



**Figure III.1. Le substrat en P.V.C.**

### **III.4. Polymère en solution**

Comprendre le comportement des polymères en solution est important pour certaines applications comme les gels. Il y a possibilité de contrôler la viscosité du produit obtenu et d'éviter une éventuelle démixtion (séparation de phase). Viscosité de polymère est mesurée par dilution de polymère dans un solvant

#### **III.4.1. Préparation des solutions en polymère**

- La préparation des solutions est effectuée dans des bouteilles en verre de 200g.
- Après la dissolution complète des matières premières dans les solvants à l'aide d'un broyeur à rouleaux réglée à la vitesse de rotation de 90tr/min.

### III.4.2. Caoutchouc néoprène AD 20 en solution

Le solvant utilisé est le toluène

- caoutchouc AD 20 à 5% : dissoudre 10 g de l'AD 20 dans 190 g de toluène.
- caoutchouc AD 20 à 10% : dissoudre 20 g de l'AD 20 dans 180 g de toluène.

### III.4.3. caoutchouc néoprène NPR 2008 en solution

Le solvant utilisé est le toluène

- NPR 2008 à 5% : dissoudre 10 g de NPR 2008 dans 190 g de toluène.
- NPR 2008 à 10% : dissoudre 10 g de NPR 2008 dans 180 g de toluène.

### III.4.4. Résine desmocol en solution

Le solvant utilisé est le MEC

- résine Désmocoll à 15% : dissoudre 30 g de Désmocoll dans 170 g de MEC.
- résine Désmocoll à 20% : dissoudre 40 g de Désmocoll dans 160 g de MEC.

### III.5.préparation des assemblages collés

#### III.5.1. Préparation des joints collés des substances SBR/adhésif polychroprene

Les joints en SBR /adhésif polychloroprène, destiné au l'essai de pelage . L'adhésifs de polychloroprène a été appliqué sur le substrat avec un pinceau, Nous remarquons ici,qu' il faut contrôler la longueur de joint et la quantité de colle déposé et ainsi carder et dépoussiérer les substrats à l'aide d'un appareil à carder.

#### III.5.2. préparation des joins collé substrats en PVC/adhésif polyuréthane

Les éprouvettes en PVC utilisés dans les essais de pelage ont été halogénées avec un primer qui est un mélange d'Acétate d'éthyle et Acide trichloroisocyanurique; en utilisant avant, le cardage et dépoussiérage des substrats à l'aide d'un appareil à carder.

### III.5.3. Matériels

#### -Un appareil à carder

C'est un appareil à carder muni d'un disque à brosse métallique, dont la vitesse à carder linéaire est comprise entre 10 et 25 mm/seconde.

#### -Une brosse à main ou un dispositif mécanique

Pour dépoussiérage des éprouvettes à carder.

### III.6. Méthodes et techniques d'analyses

#### III.6.1. Viscosité

##### *III.6.1.1 Le principe*

Le principe de mesure de la viscosité retenu par Brookfield consiste à mettre en rotation une géométrie appelée mobile (ou bien aiguille) dans un fluide. Le fluide présente une résistance à cette mise en rotation et exerce un couple de torsion (courbe) sur le mobile. Ce couple de torsion est enregistré au moyen d'un ressort spiralé et permet de calculer la viscosité en intégrant des facteurs géométriques liés au mobile. Elle s'exprime en CentiPoise.

##### *III.6.1.2. Appareillage*

Le système comprend le réonomètre lui-même et les mobiles.

##### *III.6.1.3. Le réonomètre*

Le réonomètre est fixé sur le pied HELIPATH qui lui communique le mouvement de translation verticale alternée dont la course est limitée par deux butées réglables.

La valeur de la viscosité à un coefficient près se lit sur le cadran ou sur un enregistreur.

##### *III.6.1.4. Les mobiles*

Le pied HELIPATH est fourni avec un jeu de 6 mobiles repérés de A à F.

##### *III.6.1.5. Pot d'échantillon*

La pâte est mise dans un pot de diamètre minimal 62 mm. La hauteur de remplissage ne doit pas être inférieure à 70 mm. L'ensemble est maintenu à la température choisie dans un bain thermostaté.

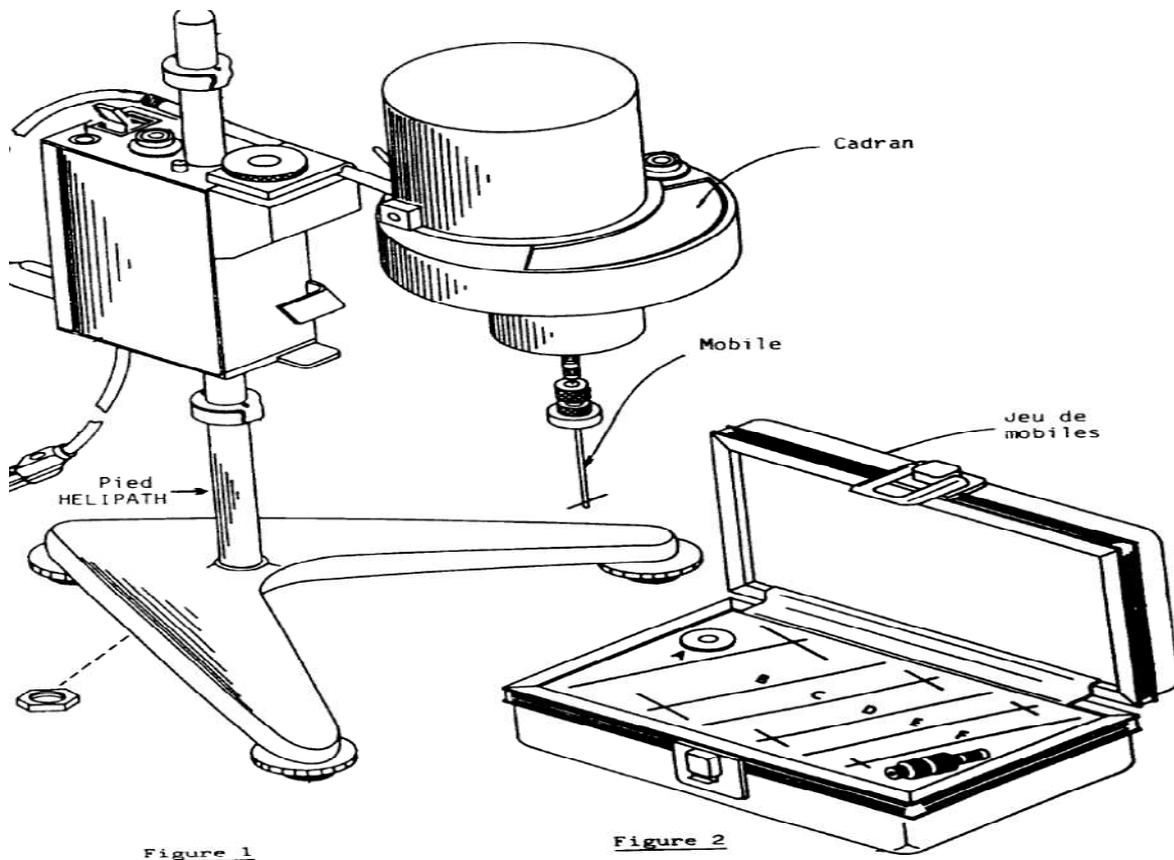


Schéma III.1. réonomètre

### III.6.1.6. Mode opératoire

#### a. Initialisation

- Mettre sous tension l'affichage et le chauffage.
- S'assurer que la température est stabilisée ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ).
- Vérifier les réglages de positionnement (horizontalité du viscosimètre).
- Mettre le moteur en marche et allumer l'enregistreur.
- Sélectionner la vitesse sur 3 tours/minute, attendre la stabilisation ( $\pm 0,1$ ) puis ramener le zéro sur le cadran et/ou l'enregistreur.
- Placer le réonomètre en attente.

#### b. Conditions opératoires

Choisir un couple vitesse de rotation, taille de mobile.

#### c. Mesures

- On verse la colle dans le bécher, et on plonge le « Grêle » du viscosimètre qui sera centralisé au niveau de bécher.

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

---

-après la stabilisation de l'aiguille de l'appareil, on note la valeur obtenue.

### d. Expression des résultats

La valeur relevée doit être multipliée par le facteur approprié correspondant à la combinaison mobile - vitesse. Ce facteur correctif (CR) est donné par le constructeur.

La viscosité  $\mu$  en centipoise est donnée par la formule suivant :

$$\mu = CR \times K$$

Avec :

CR : facteur correctif.

K : valeur lue sur l'appareil.

Les résultats sont exprimés dans les tableaux IV.1 à IV.9

### III.6.2. Mesure de la densité

#### III.6.2.1. Mesure de la densité des solvants

##### a-Principe

Les mesures effectuées avec un densimètre standard en verre lesté au plomb, le densimètre est plongé dans le liquide préalablement placé dans une éprouvette.

L'enfoncement dans le fluide varie en fonction de sa densité dont la valeur est obtenue directement grâce à une échelle graduée.

##### b-Mode opératoire

Immerger un densimètre dans une éprouvette de 100 ml remplie de solvant à une température de 20°C et lire directement la densité, dès que le densimètre se stabilise. les résultats sont exprimés dans le tableau IV. 10.

#### III.6.2.2. Mesure de la densité des polymères

##### a-principe

La détermination s'effectue à l'aide d'un pycnomètre par pesée successives on utilisant de l'eau distillé dans lequel les polymères sont découpés en petit grain.

### b-Mode opératoire

Soit :

$m_1$  : la pesée du pycnomètre vide (tare)

$m_2$  : la pesée du pycnomètre + polymère (tare + grain)

$m_3$  : la pesée du pycnomètre + eau (tare+eau).

$m_4$  : la pesée du pycnomètre + polymère+ eau (tare+ eau+grain).

Afin de déterminer la masse volumique du polymère on effectue quelque calculs :

$m_2 - m_1 = (\text{tare} + \text{grain}) - \text{tare} = \text{la masse de grain.}$

$m_3 - m_1 = \text{la masse d'eau (initiale).}$

$m_4 - m_2 = [(\text{tare} + \text{eau} + \text{grain})] - [(\text{tare} + \text{grain})] = [\text{eau (restante)}].$

$(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2) = [\text{eau (initiale)}] - [\text{eau (restante)}]$

$(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2) = [\text{eau (sortante)}]$

Le rapport donne la densité du solide par rapport à l'eau :

$$d = \frac{m_2 - m_1}{(m_3 - m_1) - (m_4 - m_2)} = \frac{[\text{grain}]}{[\text{eau (sortante)}]}$$

Les résultats sont exprimés dans le tableau IV.11.

### III.6.2.3. Mesure de la densité des différentes colles fabriquées par MAC SOUM

#### a-Principe

La masse volumique apparente, souvent appelée improprement densité apparente est la masse de matériau contenue dans un volume donné, comprenant le volume d'air interstitiel.

$$\rho = \frac{\text{Masse}}{\text{Volume}}$$

Masse (g), Volume (ml)      Donc la densité  $d = \rho(\text{calculé}) / \rho(\text{de l'eau})$

Tel que  $\rho(\text{d'eau}) = 1 \text{ g/ml}$  à  $20^\circ \text{C}$

La densité = la masse volumique

### b-Mode opératoire

Peser une éprouvette de 100 ml, puis tarer, à l'aide d'une balance analytique, transverser une quantité de colle jusqu'à volume 60 ml puis mentionner la masse (M) indiqué sur la balance ; on effectue deux autres essais pour  $V=80$  ml,  $V=100$  ml et à température  $20^{\circ}\text{C}$

Les résultats sont exprimés dans le tableau IV.12.

### III.6.3. Extrait sec de colle

#### a-Mode opératoire

- Mettre l'étuve à température  $105^{\circ}\text{C}$ .
- Chaque coupelle sera soigneusement lavée à l'eau distillé puis séché pendant 30 min en étuve.
- Laisser refroidir 15 min dans le dessiccateur.
- peser chaque fois la coupelle utilisée.
- Tarer chaque ensemble coupelle.
- Peser environ 10 g de colle, et la mettre à l'étuve durant 3 heures.
- Laisser refroidir pendant 30 min.
- Peser le poids de résidu.

#### b-Expression des résultats

Soit :

Masse vide (Masse de coupelle) =  $P_V$

Masse plein (Masse coupelle + poids de la colle) =  $P_P$

Masse de la colle =  $P_C = P_P - P_V$

Masse de résidu =  $P_E$

$$\text{Extrait sec} = (P_E / P_C) * 100$$

Les résultats sont exprimés dans le tableau IV. 15.

### II.6.4. Indice de réfraction des solvants

#### III.6.4.1. Principe

L'indice de réfraction d'un milieu à une longueur d'onde donnée mesure le facteur de réduction de la vitesse de phase de la lumière dans le milieu, par rapport à la vitesse qu'elle aurait dans le vide.

Les rayons de lumière changent de direction lorsqu'ils passent d'un matériau à un autre, en suivant les lois de Snell-Descartes, qui mettent en jeu le rapport des indices de réfraction. Cet effet, appelé réfraction, est à la base de la conception des lentilles optiques. Les indices de réfraction se mesurent par réfractométrie.

#### III.6.4.2. Matériel (*Refractomètre d'Abbe model A*)

Cet appareil utilise des prismes particuliers, taillés dans du verre optique très homogène, dont l'indice de réfraction est connu avec précision. La substance, à l'état liquide ou visqueux, dont on veut mesurer l'indice de réfraction, est déposée ou mise en circulation sur l'une des faces du prisme et l'indice de réfraction de la substance est déterminé.

#### III.6.4.3. Mode opératoire

Pour déterminer l'indice de réfraction des solvants, on relève le prisme d'éclairage et on place quelques gouttes du solvant à l'aide d'une seringue sur la face horizontale libre du prisme de mesure, on doit rabattre le prisme d'éclairage, on ouvre la fenêtre d'entrée de la lumière et on ferme le volet du prisme de mesure, on oriente l'instrument vers la lumière du jour ou vers une source lumineuse artificielle. Dans l'oculaire, en faisant tourner le gros bouton de commande, de telle sorte qu'entre la zone claire et la zone sombre du champ, une ligne limite plus ou moins colorée traverse ce champ horizontalement. On fait alors tourner le bouton de compensation jusqu'à ce que cette ligne paraisse incolore et nette, puis on l'amène exactement au point de croisement du réticule et on lit l'indice de réfraction dans la partie inférieure du champ, sur la graduation.

Les résultats sont exprimés dans Tableau IV.16.

### III.6.5. Pouvoir d'adhérence

#### III.6.5.1. Principe

Le test porte sur deux substrats collés l'une à l'autre. Il consiste à séparer les deux substrats en exerçant une sollicitation à vitesse constante suivant un angle de 90°. La force d'adhérence est enregistrée en fonction du temps. Les deux substrats de caoutchouc sont enduits de colle et contrecollés, soit immédiatement, soit après réactivation du film de colle sous infrarouge (I.R.). La mesure de la force de décollement au dynamomètre donne la valeur de la force d'adhérence.

#### III.6.5.2. Dynamomètre

Le dynamomètre est appelé souvent machine de traction. Il comporte un bâti fixe, en général horizontal, sur lequel les éprouvettes peuvent être fixées au moyen de mâchoires adaptées : à serrage simple, anticisaillement, antiglissement, etc... Une traverse mobile, équipée elle aussi de mâchoires de fixation, est disposée de manière à se déplacer perpendiculairement au plan du bâti fixe. Son mouvement, guidé par un ou deux axes filetés.

La traverse porte un capteur qui mesure en permanence la force nécessaire pour vaincre la résistance de l'éprouvette à son déplacement. La résistance est déterminée au pelage dans les conditions suivantes : La vitesse d'écartement des mâchoires est fixée et doit rester constante pendant la durée de l'essai.

#### III.6.5.3. Mode opératoire

Préparation de la surface d'encollage des languettes de matériau

- Cardage : des éprouvettes sont cardées le plus uniformément possible avec la machine à carder
- Dépoussiérage des éprouvettes (caoutchouc).
- **Mesure de l'adhérence par collage immédiat ( colle 108)**
  - Après enduction de la couche de colle à l'aide d'un pinceau sur les 2 éprouvettes, on laisse sécher environ 20 min.
  - Collage des 2 éprouvettes sous pression (pression d'environ 5kg/cm<sup>2</sup> à l'aide d'une presse à l'air comprimé et fermeture instantanée).

## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

---

- Mesure au dynamomètre de la force de décollement après, 2heurs, et après 48heurs.
  - **Mesure de l'adhérence par collage immédiat ( colle 102)**
    - Après enduction de la couche de colle à l'aide d'un pinceau sur les 2 éprouvettes, séchage de 30 min
    - Collage des 2 éprouvettes sous pression avec une pression d'environ  $5\text{kg}/\text{cm}^2$
    - Mesure au dynamomètre de la force de décollement après, 2heurs et après 48heurs.
  - **Mesure de l'adhérence par réactivation (colle 202)**
    - Halogénéation avec primer
    - Après enduction de la deuxième couche, séchage de 120 min sous l'hotte
    - Décristallisation des éprouvettes sous la rampe infrarouge pendant 20secondes (dans nos conditions opératoires, le film de colle atteint la température de  $80^\circ\text{C}$ ).
    - Assemblage sous presse avec une pression d'environ  $5\text{kg}/\text{cm}^2$  pendant 30secondes
    - Mesure au dynamomètre de la force de décollement après 30min et après 48heurs.
- les résultats sont en DN/2cm,

Les résultats sont exprimés dans le tableau IV.17.

### III.6.6.Essai de réticulation

Dans le but d'améliorer la réticulation de la colle polyuréthane, l'essai de réticulation à température ambiante, qui consiste à étudier les propriétés de cohésion de la colle polyuréthane, on ajoutant le codurcisseur. Le codurcisseur joue le rôle d'agents modifiants de la colle polyuréthane(202), ce test a été effectué pour un pourcentage de codurcisseur 10%.

Les résultats de l'essai de pelage dans ce cas sont énumérés dans le tableau IV.18.

### III.7. Analyse spectroscopique

La spectroscopie infrarouge permet de déterminer la nature de certaines liaisons interatomiques dans une molécule. Elle peut donc faciliter l'identification de groupement fonctionnel dans un produit de composition inconnu.

#### III.7.1.Principe

La spectroscopie IR consiste à faire traverser les films par un faisceau rayonnement lumineux, afin de faire vibrer les atomes et les liaisons intermoléculaires, puis enregistrer les pics correspondant à ces vibrations.

#### III.7.2. Dispositif expérimental

La spectroscopie infrarouge a connu un nouvel essor dans les années 80, avec l'apparition de la spectroscopie infrarouge à transformation de fourrier.

Celle-ci bénéficie d'une meilleure qualité des détecteurs et surtout, les calculs sont réalisés grâce à l'assistance informatique les spectres obtenus dans les domaines 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Caractérise des vibrations de molécule et les résultats peuvent être exprimés en fonction de temps ou de fréquence (spectre d'absorption). Le schéma suivant représente l'appareillage d'IRTF:

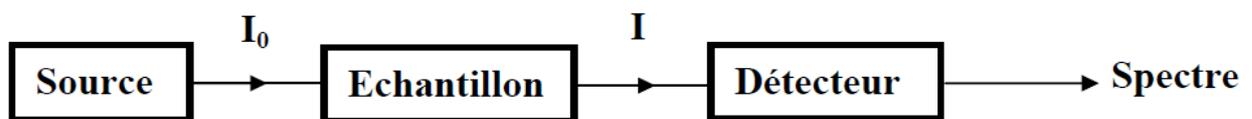


Schéma III.2. Principe de la spectroscopie infrarouge

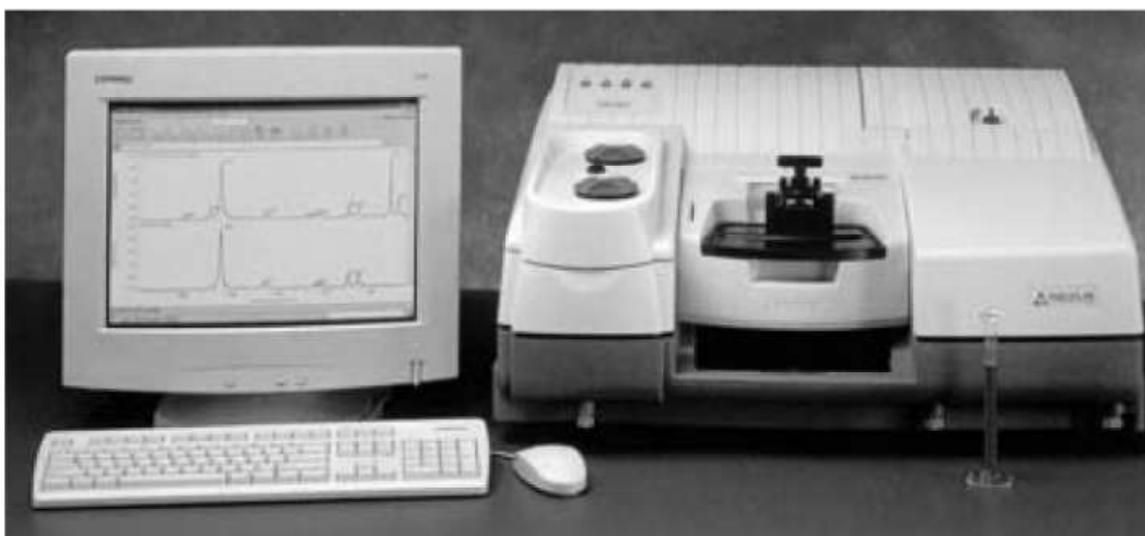
## Chapitre III : Matériaux et techniques expérimentales

### III.7.3. Analyse

Pour la réalisation de ces analyses; le protocole expérimentale est adapter à la nature des produits : Les liquides visqueux non aqueux (cas des résines, des liants, et des durcisseurs), et les produits solides (cas matière pulvérulente ou polymère réticulé), on réalise une pastille au KBr à 1% en mélange 0.2gKBr à 0.002g de produit.

L'analyse de notre matériau a été effectué à l'aide d'un spectromètre infrarouge à transformation de fourrier, de marque thermo-Nicolet, série de Nexus à température ambiante avec une résolution de  $8\text{cm}^{-1}$ ,

Toutes les mesures ont été effectuées en utilisant la technique de KBr, une quantité de 20% de chaque échantillon et 80% de KBr, qui ont été bien broyé et pressés à l'aide d'une presse manuelle. Elles ont été simultanément placé dans l'appareille. Les différents spectres obtenus représentent la transmittance en fonction du nombre d'onde.



**Schéma III.3. Spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier**

Les résultats sont exprimés dans les figures IV.1 à IV.



## Chapitre IV: Résultats et discussions

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.1. Introduction

Après avoir exposé dans le chapitre précédent les modes opératoires des différents essais programmés et le matériel utilisé pour la caractérisation des colles et leurs matières premières, le présent chapitre sera consacré à la présentation des résultats et leur discussion. En outre, il faut rappeler aussi que cette partie traitera les mécanismes réactionnels de formation des colles produites par l'unité MAC-SOUM.

### IV.2. Analyse rhéologique

#### IV.2.1. Détermination de la viscosité

##### IV.2.1.1. Détermination de la viscosité des polymères

**Tableau IV.1. Mesure de la viscosité de caoutchouc AD20 à 5% dans le toluène**

Essais N°	Température (°C)	Tige (N°)	Vitesse Tr/sec	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	2	30	8	10	80	70-90
2	20	2	30	9	10	90	
3	20	2	30	8	10	85	
Moyenne	-	-	-	-	-	85	

**Tableau IV.2. Mesure de la viscosité de caoutchouc AD20 à 10% dans le toluène**

Essais N°	Température (°C)	Tige	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	30	12	40	480	450 ± 100
2	20	3	30	13	40	520	
3	20	3	30	14	40	560	
Moyenne	-	-	-	-	-	520	

## Chapitre IV : Résultats et discussions

**Tableau IV.3. Mesure de la viscosité de caoutchouc NPR2008 à 5% dans le toluène**

Essais N	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	2	30	7	10	70	52 -85
2	20	2	30	8	10	80	
3	20	2	30	8	10	80	
Moyenne	-	-	-	-	-	76,66	

**Tableau IV.4. Mesure de la viscosité de caoutchouc NPR 2008 à 10% dans le Toluène**

Essais N°	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	30	31	40	1240	1100 ± 200
2	20	3	30	30	40	1200	
3	20	3	30	29	40	1160	
Moyenne	-	-	-	-	-	1200	

**Tableau IV.5. Mesure de la viscosité de desmocoll à 15% dans le MEC**

Essais N°	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	30	49	40	1960	1950± 550
2	20	3	30	50	40	2000	
3	20	3	30	51	40	2040	
Moyenne	-	-	-	-	-	2000	

## Chapitre IV : Résultats et discussions

**Tableau IV.6. Mesure de la viscosité de Désmocoll à 20% dans le MEC**

Essais N°	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	4	30	53	200	10600	10500- 12500
2	20	4	30	62	200	12400	
3	20	4	30	60	200	12000	
Moyenne	-	-	-	-	-	11666,66	

### Discussions

A la lumière des résultats figurant dans les tableaux ci-dessus on constate que :

-Les résultats obtenus sur les produits de colles fabriqués par MAC-SOUM et figurant dans les tableaux IV-1 IV-6 sont conformes aux normes. Donc les matières premières peuvent incontestablement être utilisées pour la fabrication des colles.

- En comparant entre les polymères néoprène et polyuréthane on trouve que la viscosité de polychloroprène (AD20 et NPR2008) est inférieure à celle de polyuréthanes (Désmocoll), car le polyuréthane a une forme tridimensionnelle. Lors de la dissolution de celui-ci dans les solvants, il résulte une grande valeur de viscosité.

-la viscosité est inversement proportionnelle au volume de solvant ajouté. C'est à dire que, quand le volume de solvant augmente, la viscosité diminue.

- la valeur de la viscosité dépend aussi des caractéristiques du polychloroprène utilisé. Pour AD20 on remarque que pour une vitesse de cristallisation rapide on a des valeurs de viscosité moyennes, et pour NPR2008 pour une vitesse de cristallisation moyenne on a des valeurs de viscosité rapide.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.2.1.2. Détermination de la viscosité des colles

**Tableau IV.7. Mesure de la viscosité de la Colle néoprène 102**

Essais	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	12	17	100	1700	1700-1900
2	20	3	12	17,5	100	1750	
3	20	3	12	17	100	1750	
Moyenne	-	-	-	-	-	1733,33	

### Discussions

On observe que les résultats obtenus et qui sont regroupés dans le tableau ci-dessus sont conformes aux normes. Donc la colle peut être utilisée dans la fabrication des chaussures.

Le mélange des deux caoutchoucs néoprène (AD20, NPR2008) permet pour l'une une grande vitesse de cristallisation et pour l'autre une amélioration de la viscosité.

Par ailleurs dans les cas où le résultat de la viscosité n'est pas conforme à la norme on ajuste la valeur par ajout d'une certaine quantité d'essence C.

**Tableau IV.8. Mesure de la viscosité de la Colle néoprène 108**

Essais N°	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	30	19	40	760	100-800
2	20	3	30	18	40	720	
3	20	3	30	14	40	560	
Moyenne	-	-	-	-	-	680	

### Discussions

On observe que les résultats obtenus et qui sont regroupés dans le tableau ci-dessus sont conformes aux normes et la colle peut être utilisée dans la production des chaussures.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

Cette valeur minimale de viscosité nous permet de déterminer le domaine d'utilisation et le mode de la mise en œuvre, car cette colle utilisée dans l'encollage des tissus est aussi utilisée pour fabriquer des chaussures. Ce qui nécessite, au préalable, un beau mouillage des surfaces (bonne imprégnation de colle) et l'ajout de goutte d'eau qui permet la diminution de la viscosité.

**Tableau IV.9. Mesure de la viscosité de la Colle polyuréthane 202**

Essais N°	Température (°C)	Tige N°	Vitesse	Indication lue	Facteur correctif	Viscosité (cps)	Norme (cps)
1	20	3	12	42	100	4200	4000- 5000
2	20	3	12	45	100	4500	
3	20	3	12	46	100	4600	
Moyenne	-	-	-	-	-	4433,33	

### Discussions

On observe que les résultats obtenus et qui sont regroupés dans le tableau ci-dessus sont conformes aux normes et la colle peut être utilisée dans la production des chaussures.

Aussi, on observe une grande valeur de viscosité. Ce qui nous permet de déterminer le domaine d'utilisation de la colle et le mode de sa mise en œuvre .

Cette colle utilisée dans le soudage des chaussures ne nécessite pas un beau mouillage des surfaces et l'ajout de primaire aide à la pénétration de cette colle dans les substrats.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

---

### IV.2.2. Détermination de la densité

#### IV.2.2.1. Détermination de la densité des solvants

**Tableau IV.10. Détermination de la densité des solvants**

Solvant	Densité	
	Résultats	Normes
Acétate d'éthyle	0.900	0.900
Toluène	0,865	0.866-0.868
MEC	0.8	0.805
Acétone	0.792	0.792
Xylène	0.861	0.86
Naftc	0.686	0.68

### Discussions

Les résultats obtenus dans le tableau ci-dessus sont conformes aux normes, donc les solvants peuvent être utilisés pour la fabrication de la colle

Lors d'un arrivage des solvants au niveau de l'atelier colle, on doit vérifier la densité de chaque solvant réceptionné. Si le solvant a la même valeur de densité que celle exigée par les normes, l'unité accepte ce solvant mais si le solvant donne une densité différente, le produit est automatiquement refusé car il risque de donner des colles de mauvaises qualités.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.2.2. 2. Détermination de la densité des polymères

**Tableau IV.11. Détermination de la densité des polymères**

Nature de polymère Paramètre mesuré	NPR 2008	AD 20	Desmocoll
$m_1$ (tare) (g)	22,4530	22,4530	22,4530
$(m_2)$ (tare +grain) (g)	22,9239	23,4023	23,2788
$m_3$ (tare+eau) (g)	47,4338	47,4338	47,4338
$m_4$ (tare+ eau+grain) (g)	47,4674	47,3157	47,5483
$(m_2-m_1)$ (grain) (g)	0,4709	0,9493	0,8258
$(m_3-m_1)$ (eau initiale) (g)	24,9808	24,9808	24,9808
$(m_4-m_2)$ (eau (restante) (g)	24,5435	23,9134	24,2695
$[(m_3-m_1) - (m_4-m_2)]$ (eau sortante) (g)	0,4373	1,0674	0,7113
$d=m_2-m_1 / [(m_3-m_1) - (m_4-m_2)]$ grain /eau (sortante).	1,0768	0,8893	1,1609

### Discussions

Les tests de densité des polymères sont effectués au niveau du laboratoire de l'université de Bejaia, car l'unité MAC-SOUM ne possède pas le matériel adéquat pour les mesures de densités des polymères.

A cet effet, on a obtenus des valeurs de densités différentes de celles indiquées dans les fiches techniques des polymères.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.2.2.3. Détermination de la densité des différentes colles de MAC -SOUM

**Tableau IV.12. Mesure la densité de Colle néoprène 108**

V (ml)	m(g)	d	Norme
60	48,9	0,815	0,83
80	65,5	0,818	
100	81,7	0,817	
Valeur moyenne de la densité	-	0,816	

**Tableau IV.13. Mesure de la densité de la colle néoprène 102**

V(ml)	m(g)	d	Norme
60	47,8	0,796	0,81
80	64,0	0,8	
100	80 ,6	0,806	
Valeur moyenne de la densité	-	0,800	

**Tableau IV.14. Mesure de la densité de la colle polyuréthanes 202**

V(ml)	m(g)	d	Norme
60 ml	52,0	0,866	0,86
80 ml	70,0	0,864	
100 ml	86,7	0,867	
Valeur moyenne de la densité	-	0,865	

### Discussions

Les colles fabriquées par l'unité MAC-SOUM possèdent des valeurs de densités qui sont regroupées dans les tableaux ci-dessus. Les résultats de mesure des densités obtenus sont conformes aux normes, ainsi d'ailleurs, pour les spécifications normales des produits utilisés dans ce travail.



## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.2.3. Détermination de l'extrait sec des colles

Tableau IV.15. Mesure de l'extrait sec de différentes colles de MAC-SOUM

masse pesé Les colles	Masse vide P <sub>V</sub> (g)	Masse plein P <sub>P</sub> (g)	Masse de la colle P <sub>C</sub> (g)	Masse de résidu P <sub>E</sub> (g)	Extrait sec (%)	Normes (%)
Colle 108	2,5	12,5	10	4,5	20	19-21
Colle 102	2,5	13,7	11,2	4,9	21,4	19-23
Colle 202	2,2	12,2	10	4,6	23	22-23

### Discussions

On peut conclure que les colles contiennent entre 20 % et 21.4 % de résidu sec pour les colles néoprène et 23 % pour la colle polyuréthane. Le reste des composés sont des solvants qui s'évaporent après chauffage dans l'étuve à 105 °C. En comparant les résultats obtenus par la formulation de la colle qui est de 80 % de solvant et 20 % de solide, on remarque que la majorité du mélange de solvant s'évapore, et il reste seulement de la matière solide ; environ 20 % .

### IV.2.4. Détermination de l'indice de réfraction des solvants

Tableau IV.16. Détermination de l'indice de réfraction des différents solvants utilisé au niveau de l'unité MAC-SOUM

Solvant	Indice réfraction	
	Résultats	Normes
Acétate d'éthyle	1.3725	1.3726
Toluène	1,4987	1.4990
MEC	1.384	1.376
Acétone	1.373	1.3618
Xylène	1.4960	1.4981
Naftc	1.3880	1.3936

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### Discussions

Les résultats sont conformes aux normes, donc les solvants peuvent être utilisés pour la fabrication de la colle. Lors d'un arrivage des solvants l'atelier colle vérifie l'indice de réfraction de chaque solvant arrivé, en le comparant à celui exigé par les normes de fabrication, au risque de refuser le produit ne répondant pas aux recommandations de la réglementation.

### IV. 3. Caractérisation mécanique du joint collé (essai de pelage)

**Tableau IV.17. Caractérisation mécanique du joint collé (essai de pelage) pour différents colles de MAC-SOUM**

Colle	Duré	Force (DN/2 cm)	Norme
Colle 108	2 heures	2,6	2,5
	48 heures	7	4
Colle 102	2 heures	2,5	2,5
	48 heures	10,8	6
Colle 202	30 minutes	29,5	13
	48 heures	34	30

### Discussions

On constate que les résultats sont conformes aux normes que l'unité MAC-SOUM utilise dans son procès de fabrication des colles.

Il ressort que l'effort moyen de pelage est maximal pour les substrats de P.V.C. Après le premier test, effectué après 30 minutes ou le deuxième effectué après 48 heures, la résistance au pelage est très élevée. Ceci est du au fait qu'on a halogéné ces substrats avec le primer, préparé à base de mélange des solvants. Ce traitement chimique autorise une augmentation de l'effort de pelage, cette augmentation est due à la formation des groupements fonctionnels sur les substrats P.V.C.

Les substrats utilisés pour les tests de pelage des colles néoprène, sont des caoutchoucs S.B.R. On n'a pas préparé ces substrats chimiquement car elles ne nécessitent

## Chapitre IV : Résultats et discussions

pas une forte résistance au pelage et sont utilisés pour coller des matières à pouvoir d'adhérence très faible.

### IV.4. Essai de réticulation

Tableau IV.18. Essai de réticulation

Le temps \ La force	30 minutes	48 heures
1 <sup>ère</sup> essai (DN / 2cm)	37,5	35,5
2 <sup>ème</sup> essai (DN / 2cm)	35,2	34,5
3 <sup>ème</sup> essai (DN / 2cm)	26	31,5
La moyenne (DN / 2cm)	32,9	33,83

### Discussions

Le pelage utilisé dans ce cas est mené sur une rupture de substrat après 48 heures. On remarque que la résistance au pelage augmente lorsqu'on ajoute le codurcisseur à la colle polyuréthane. Dans ce cas la vitesse de réticulation est très rapide. Pour cela l'unité MAC-SOUM utilise cette méthode dans le département de production pour obtenir une bonne adhérence.

### IV.5. Analyse spectrale

Pour compléter notre étude, on a utilisé la technique de la spectroscopie infra rouge. Les spectres obtenus sur les différentes colles sont tracés ci-dessous. L'analyse des spectres en se référant aux tableaux figurant en annexe, donne les fréquences d'absorption des différentes liaisons existantes éventuellement dans les colles produites par l'unité MAC-SOUM.

Les spectres obtenus sont tracés dans les figures IV -1 à IV-3, et l'interprétation des spectres sont regroupés dans les tableaux IV-19à IV-21.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

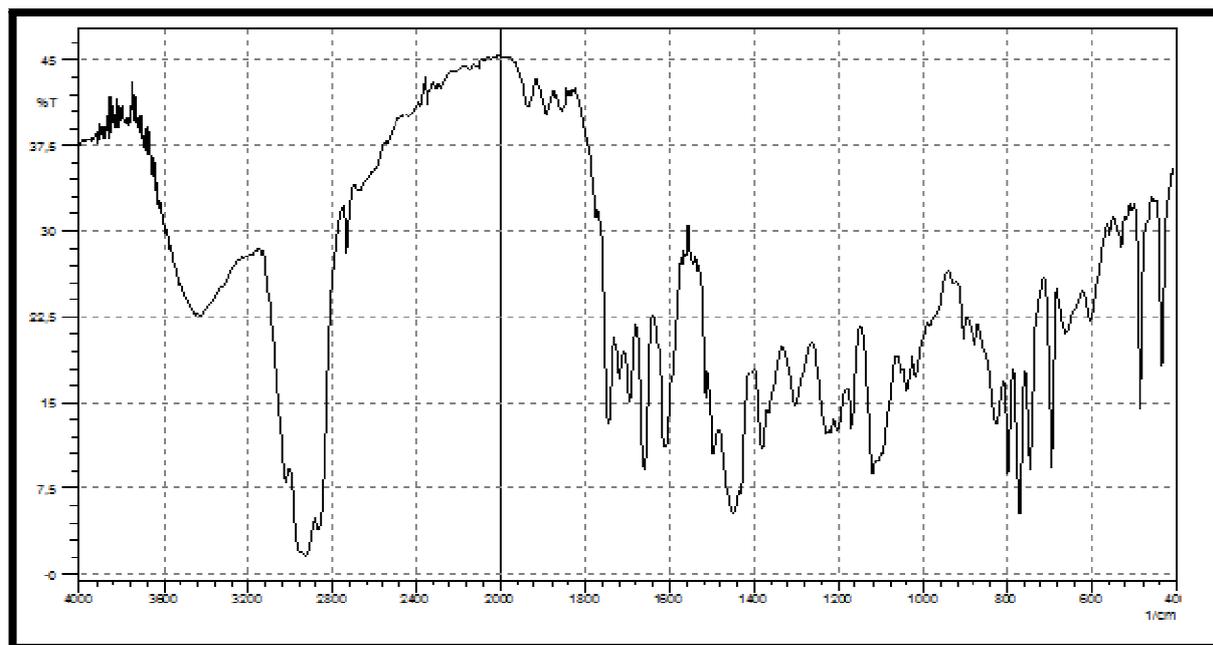


Figure IV.1 Spectre IR de Colle néoprène 102

Tableau IV. 19. Interprétation de spectre IR de la colle néoprène 102

Groupements	Fréquences des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Interprétations
O-H	3600-3200	Très large, vibration d'élongation de bande (O-H) lié intermoléculaire
C-H	3100-3000	Vibration d'élongation de (C-H) aromatique
C-H	2815- 2832	Vibration d'élongation de (C-H) de (-CH <sub>2</sub> -)
C-H	2900	Vibration d'élongation (C-H) d'éther (O-CH <sub>3</sub> )
C=O	1750	Vibration d'élongation (C=O)
Overtone	1880- 1600	Un overtone sur les groupements aromatiques en 1,3
C=C	1680-1580	Vibration d'élongation de (C=C) de cycle
C-H	1460	Vibration de déformation de (C-H) de CH <sub>2</sub>
C-O-C	1200	Vibration d'élongation de (C-O-C)

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### Discussions :

La résine phénolique attaque la double liaison du polymère polychloroprène et forme un réseau tridimensionnel. Cela est justifié par l'absence de la bande de vibration de la liaison (C=C) qui caractérise le groupement vinylique, comme nous avons constaté l'absence de la vibration de la liaison (C-Cl) ( $400-800\text{ cm}^{-1}$ ).

L'apparition de la bande de vibration de la liaison C-O du groupement (C-O-C), nous permet de déduire qu'ils y a création des ponts entre deux chaines macromolécules.

L'apparition d'overtone sur le groupement aromatique, bande de vibration de C-H d'O-CH<sub>3</sub> et bande de vibration de C=O, permet de dire que les solvants forment un mélange physique (sans aucune réaction).

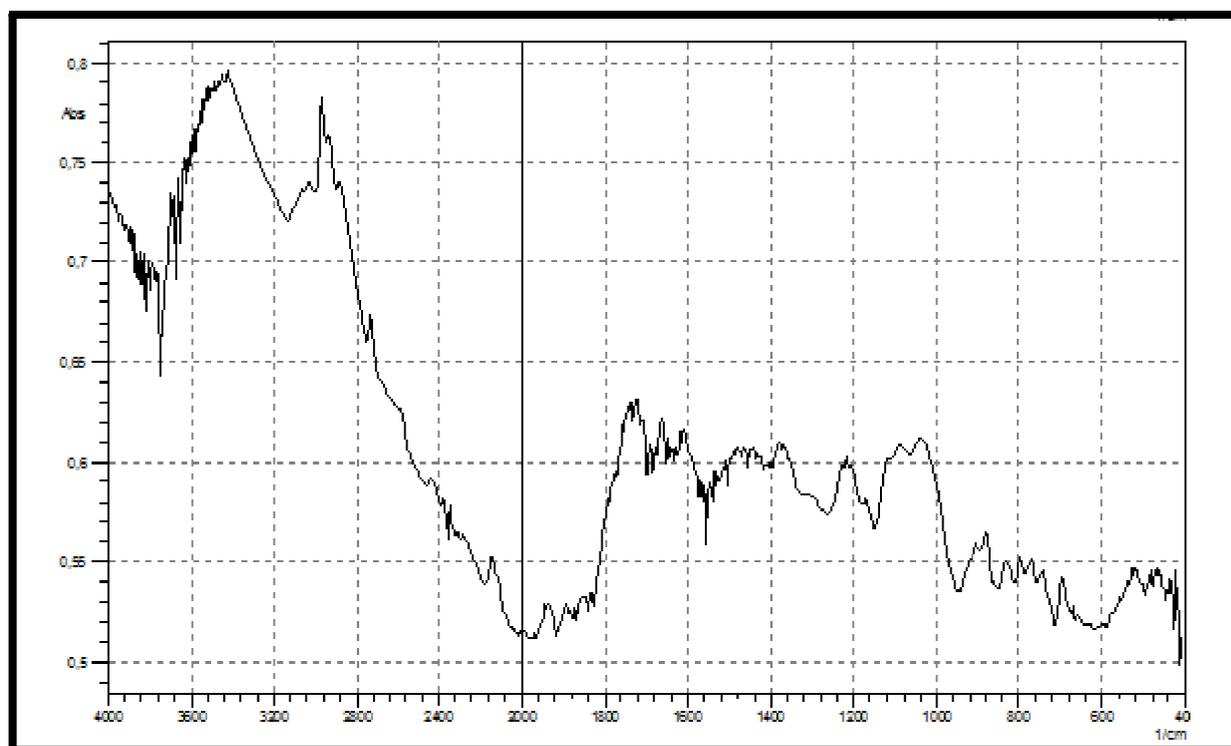


Figure IV.2 Spectre IR de Colle néoprène 108

## Chapitre IV : Résultats et discussions

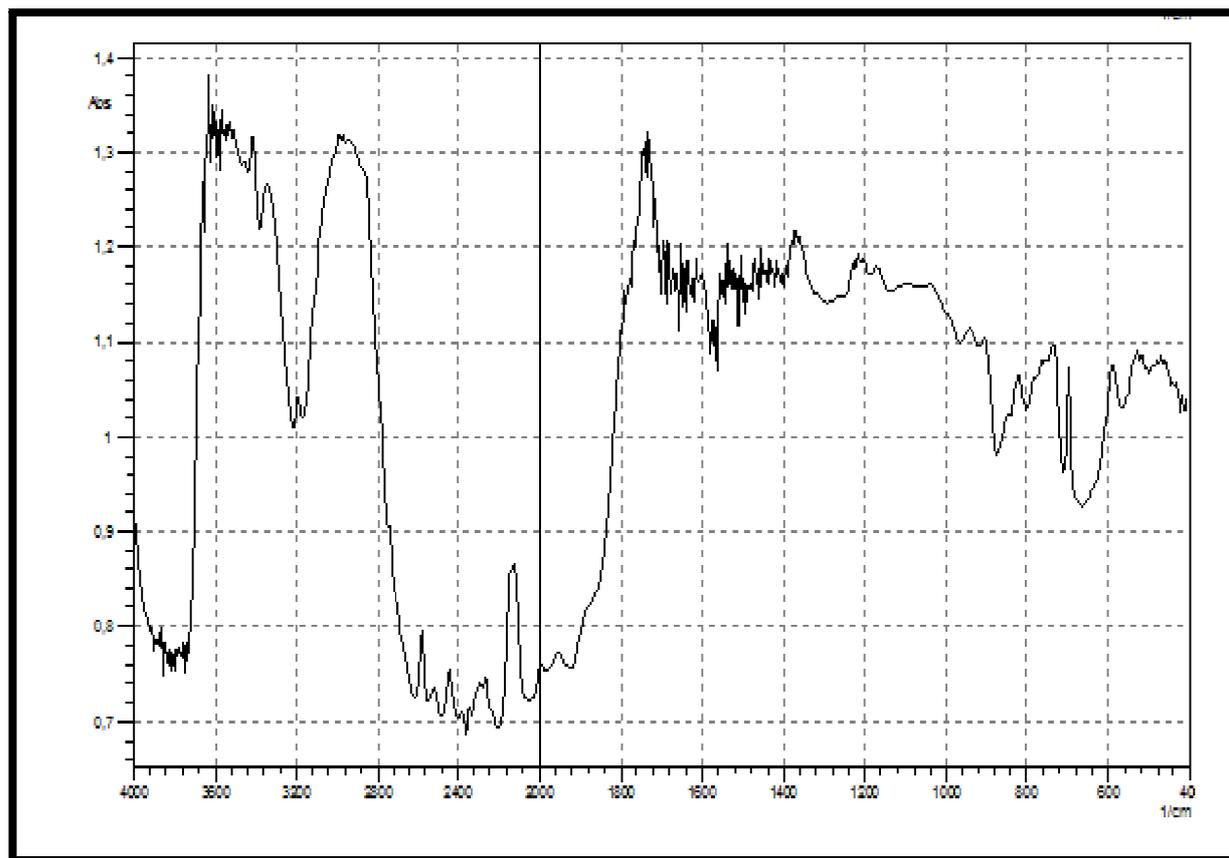
Tableau IV.20. Interprétation de spectre IR de la colle néoprène 108

Groupements	Fréquences des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Interprétations
O-H	3600-3200	Vibration d'élongation de (O-H) lié intermoléculaires
C-H	3100-3000	Vibration d'élongation de (C-H) de C=C-H ou v(C-H) aromatique
C-H	3000-2800	Vibration d'élongation de (C-H) de (-CH <sub>2</sub> -)
C=O	1750	Vibration d'élongation (C=O)

### Discussions

La résine phénolique attaque la double liaison du polymère polychloroprène et forme un réseau tridimensionnel. Cela est justifié par l'absence de la bande de vibration de la liaison (C=C) qui caractérise le groupement vinylique, comme nous avons constaté l'absence de la vibration de la liaison (C-Cl).

L'ajout des gouttes d'eau pour cette colle empêche de connaître les bandes de vibration de certaines fonctions.



**Figure IV.3 Spectre IR de Colle polyuréthane 202**

**Tableau IV.21. Interprétation de spectre IR de la colle polyuréthane**

Groupements	Fréquences des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Interprétations
N-H	3200	Bande de vibration d'élongation de (N-H) de l'amine
O=C=O	2400-2300	Bande de vibration de (O=C=O)
Combinaison harmonique	2000-1900	Possibilité de présence de bande de combinaison harmonique appelée « finger prints » pour les dérivés harmoniques

### Discussions

L'absence de la liaison (O-C=O), apparition de bande d'élongation de O=C=O (2400-2300) et apparition de la bande de vibration d'élongation de (N-H) de l'amine permet

de déduire qu'il y a une rupture de la liaison uréthane et formation d' amine et d'acide carbonique.

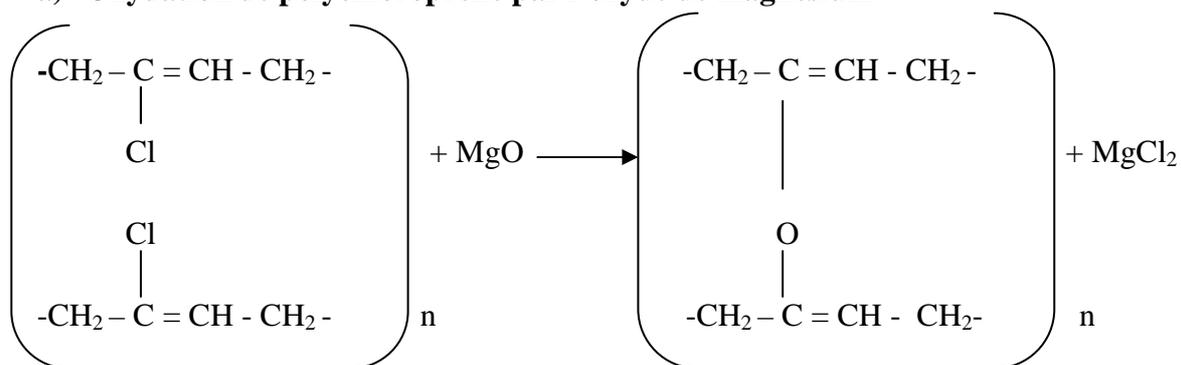
### IV. 5. Mécanisme réactionnel

#### IV.5.1. Action de l'oxyde de magnésium sur le polychloroprène

Dans le processus de la préparation de la colle néoprène, le polychloroprène est réticulé par un mélange de deux oxydes, MgO et ZnO.

L'atome de chlore de ce polymère est fortement électrophile, ce qui donne l'avantage à la désactivation des doubles liaisons de carbone-carbone de la structure, d'où on a le mécanisme suivant [28].

##### a) Oxydation de polychloroprène par l'oxyde de magnésium



##### b) Réduction de l'oxyde de zinc

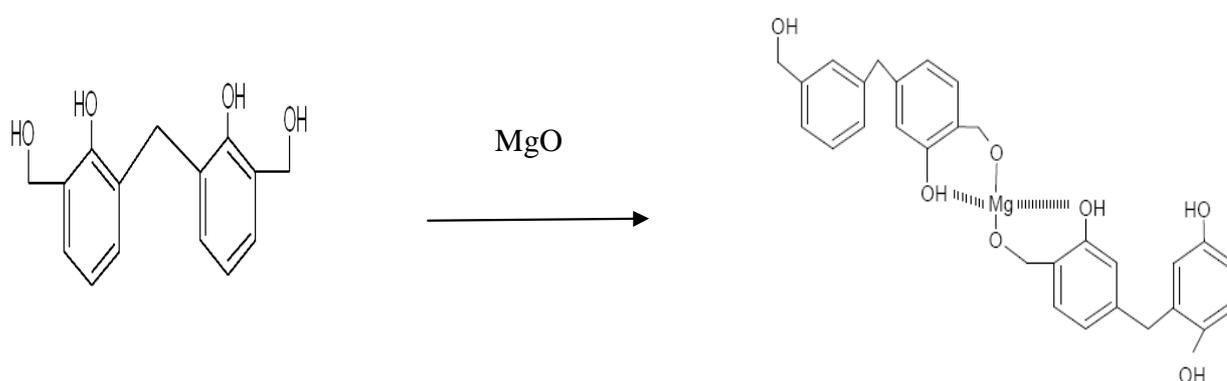
L'oxyde de zinc est un activateur puissant des interactions, il est réduit pour régénérer le sel (MgCl<sub>2</sub>) selon la réaction



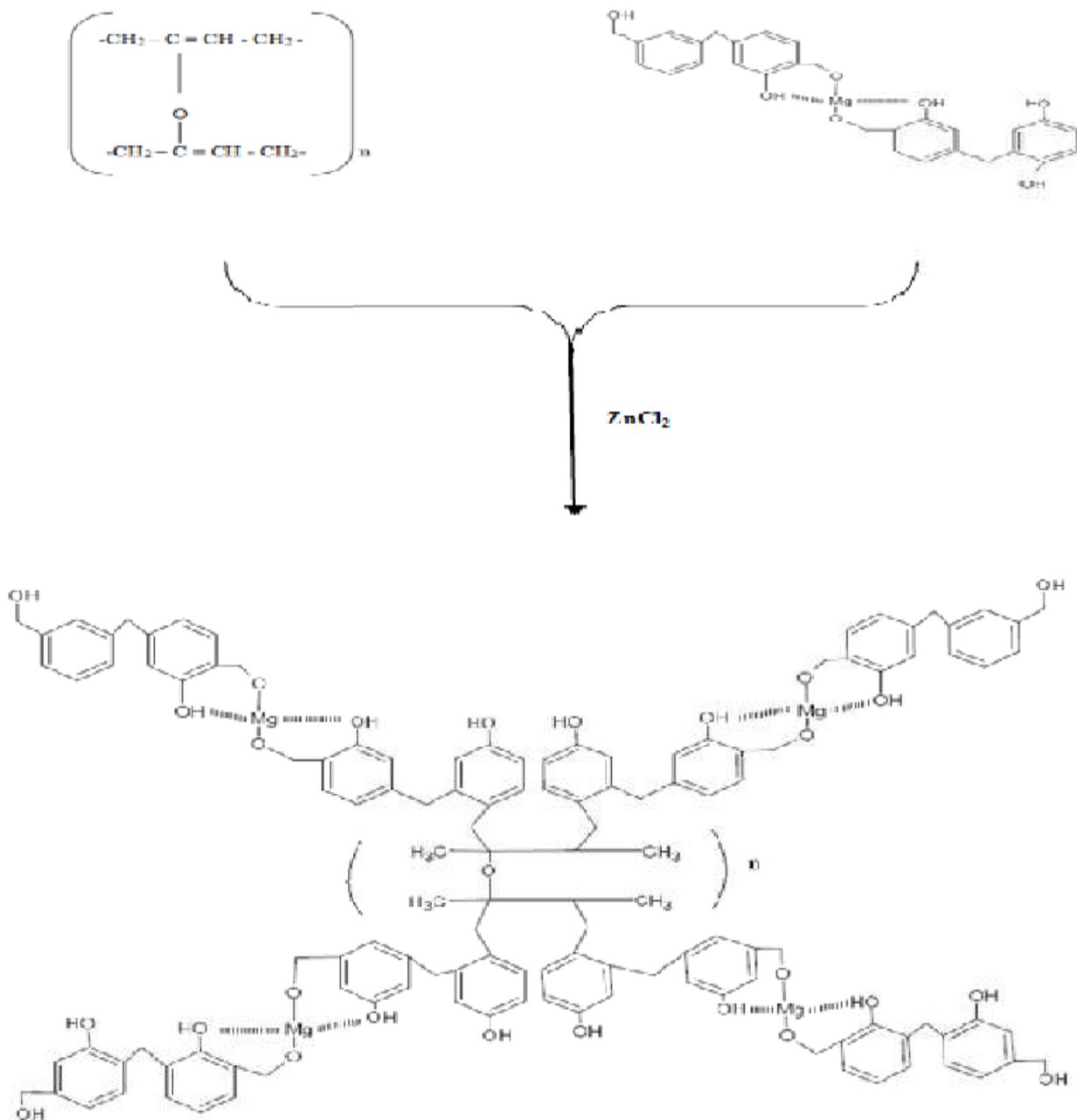
Le MgO obtenu dans cette réaction réticule encoure le polychloroprène, par contre, le ZnCl<sub>2</sub> est utilisé comme catalyseur dans la réaction de polymère oxydé et la résine phénolique.

### IV.5.2. Action de l'oxyde de magnésium sur la résine phénolique

La résine phénolique est chélatée en présence de l'oxyde de magnésium, ses groupements méthylols et hydroxydes ont tendance à former des ponts en donnant des liaisons covalents avec le magnésium et libèrent une molécule d'eau. La réaction est [14]



## IV.5.3. proposition de mécanisme réactionnel de polycondensation de la résine chélaté avec le polymère oxydé



Conclusion générale

## Conclusion générale

---

Si le premier chapitre permet de présenter l'entreprise MAC-SOUM. L'étude bibliographique présentée dans le deuxième chapitre met en évidence les généralités sur la colle et leur matière première ainsi que les théories d'adhésion sans oublier l'utilisation de la colle dans l'industrie de la chaussure.

Le contrôle de la colle (néoprène et polyuréthane) et leurs matières premières est le sujet des deux derniers chapitres tels que l'un décrit les matériels et les modes opératoires et l'autre les résultats obtenus, pour des tests effectués au niveau de l'entreprise, la majorité sont conformes aux normes que cette unité de production utilise.

Le contrôle d'un collage n'est pas une entreprise facile car il dépend de plusieurs facteurs, il ne suffit pas de contrôler le produit fini mais il faut aussi contrôler le procédé de fabrication, les propriétés des collages dépend de celles des polymères qui constitue la colle, et des interactions qui peuvent exister avec la surface.

Ainsi la résistance en pelage est relative au procédé de pelage et pas seulement à la colle.

Une bonne colle doit répondre à un grand nombre de critères tel que :

- Excellente force d'adhérence
- Forte cohésion des films de colle, à température ambiante et élevée
- Viscosité adéquate (selon la colle et la norme)
- Taux d'extrait sec (minimum possible)
- Temps ouvert suffisamment long

Par contre le test de spectroscopie infrarouge des colles permet l'identification des liaisons qui existent dans ces dernières, les résultats obtenus grâce à cet outil performant ont orienté notre étude sur le mécanisme réactionnel de la colle néoprène et la proposition d'un modèle.

Annexe

**Tableau1 : Les matières premières utilisées dans l'entreprise MAC-SOUM**

Produits		Propriété	Caractéristique
Nom commercial	Nom chimique		
<b>AD20</b>	Chloroprène homopolymère	-viscosité à 5% =70±90 Cps dans le toluène. -vitesse de cristallisation rapide, donc leur viscosité moyenne.	-Soluble dans les hydrocarbures aromatiques.
<b>NPR2008</b>	Poly(2-chloro1,3-butadiène)	-Densité : 1.23g/cm <sup>3</sup> Forme : chips -Vitesse de -cristallisation moyen donc la viscosité élevé.	Insoluble dans l'eau
<b>Résine 560</b>	Résine phénolique non réactif,	-Point de fusion : 150°C -Densité à 25°C=1.10 -Viscosité à 60% =130 cps dans toluène.	-Soluble dans les hydrocarbures aromatiques et aliphatiques.
<b>Résine 121H</b>	Résine phénolique réactive,	-Point de fusion : 62-80°C. -densité : 1.2g/cm <sup>3</sup> -point éclair : >94°C	Soluble dans hydrocarbures aromatiques.
<b>Désmocoll</b>	-polyuréthanes hydroxyle.	-Viscosité à 15% 2600±500 dans le MEC -Densité 1.2 g/cm <sup>3</sup>	-Soluble dans butanon2, l'acétone, d'acétate d'éthyle, toluène, MEC - long temps ouvert
<b>Charge</b>	Oxyde magnésium (MgO)	- ρ 3,58 (g/cm <sup>3</sup> ) - M:40,4 (g/mole) -T <sub>max</sub> 2200 (°C) -T <sub>ébullition</sub> : 2360 °C	- poudre blanche
	Oxyde de Zinc (ZnO)	-M:81.408 g/mol -Densité :5.606 g/cm <sup>3</sup> -Point de fusion : 1975 °C	-poudre blanche
	Silice(SiO <sub>2</sub> )	-Masse molaire : 60,08 g·mol <sup>-1</sup> -Point fusion : 1 650 °C -T° ébullition : 2 230 °C -ρ =2,2 (g/cm <sup>3</sup> )	-Poudre blanche -Structure cristallin
<b>Anti-oxydant</b>	B.H.T.( C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O)	-Point fusion : 70°C -T <sub>ébullition</sub> : 265°C - ρ= 1,03–1,05 g·cm <sup>-3</sup> Point éclair : 127°C	poudre ou de cristaux incolores à jaune pâle.

**Tableau 2 : Les solvants utilisés dans MAC-SOUM**

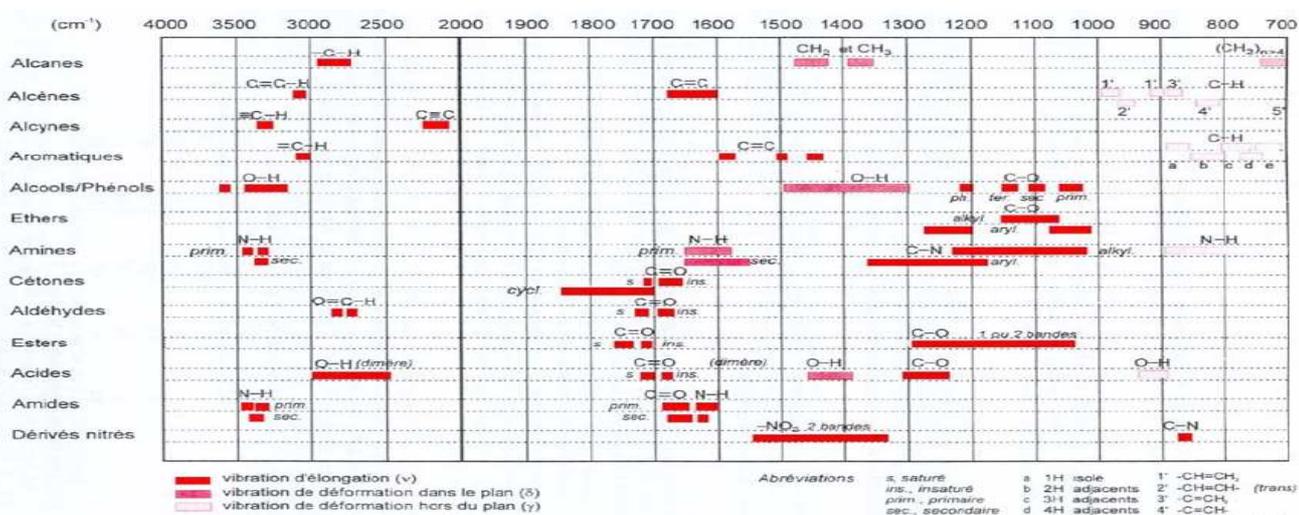
Solvants	Formule	Masse molaire	T eb (° C)	D à 20 ° C	Propriété chimique
<b>Toluène</b>	$C_6H_5-CH_3$	92	109-111	A 15 °C 0,868-0,872	- inflammable -Produit explosif -Meilleur dissolvant -Toxicité de ces vapeurs -Produit cancérigène
<b>MEC</b>	$CH_3-CH_2-C-O-CH_3$	72,11	79,57	0, 8061	-Produit inflammable -Irritant -Volatile
<b>Essence C</b>	$C_7H_{16}$	153,2	60-95	A 15 °C 0,680	- très inflammable -Il réagit avec oxydants -Il réagit avec caoutchoucs ou matières plastiques
<b>Acétone</b>	$CH_3-C(=O)-CH_3$	58,08	56,2	0,7911	-inflammable -Combustible -Irritant -Volatile
<b>Acétate d'éthyle</b>	$CH_3-C(=O)-O-CH_2-CH_3$	88,1	77,15	0,902	- inflammable -Volatile -Faible irritation des yeux et les voix respiratoires
<b>Xylène</b>	$C_6H_4-(CH_3)_2$	106,17	136.19	3.6	- inflammable -Volatile -Combustible
<b>Trichloréthylène</b>	$Cl_2C=CHCl$	131,4	86,95	1,464	-Produit spontanément inflammable -Sensible à la lumière
<b>Acétate de butyle</b>	$CH_3-CO-OC_4H_9$	116,16	126,5	0,8824	
<b>tétrachloro-éthylène</b>	$Cl_2C=CCl_2$	165,833	121,5	1,620-1,625	-spontanément inflammable -Sensible à la lumière

--	--	--	--	--	--

**Tableau3 : Les dissolvants des colles**

	Composition chimique	Utilisation
<b>Solution 401</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>acétate d'éthyle,</li> <li>acétone</li> <li>essence C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>utilisation comme dissolvant pour la colle à basse de polychropréne.</li> <li>nettoyage de machines, pinceaux et surfaces.</li> </ul>
<b>Solution 403</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>perchloréthylène</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>lavage semelle PU,PVC, compact et expansé.</li> </ul>
<b>Solution 402</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Acétate d'éthyle</li> <li>trichloréthylène</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Dissolvants pour la colle PU à basse de résine synthétique.</li> </ul>
<b>Primaire</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Acétate d'éthyle.</li> <li>Acide trichloroisocyanurique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Produit intermédiaire, entre l'adhésif et le support favorise un meilleur accrochage.</li> <li>Halogénéation du caoutchouc thermoplastique, et le caoutchouc vulcanisé.</li> </ul>

**Tableau 4 :situation de nombres d'onde des différentes fonctions et liaisons chimiques**



**Tableau 5 :nombre d'onde des vibrations de valence et de déformation des différentes liaisons**

Liaison	Nature	Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Intensité
O-H alcool libre	Valence	3590-3650	F ; fine
O-H alcool lié	Valence	3200-3600	F ; large
N-H amine primaire : 2 bandes secondaire: 1 bande interne	Valence	3300-3500	m
N-H amide	Valence	3100-3500	F
C <sub>sp</sub> -H	Valence	≈ 3300	m ou f
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -H	Valence	3030-3100	m
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -H aromatique	Valence	3000-3100	m
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H	Valence	2850-2970	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H aldéhyde	Valence	2700-2900	m
O-H acide carboxylique	Valence	2500-3200	F à m ; large
C=C	Valence	2100-2260	f
C=N nitriles	Valence	2200-2260	F ou m
C-O anhydride	Valence	1800-1850	F ; 2 bandes
		1740-1790	
C-O chlorure d'acide	Valence	1790-1815	F
C=O cétone	Valence	1735-1750	F
C=O aldéhyde et cétone	Valence	1700-1740	F
		abaissement de 20 à 30 cm <sup>-1</sup> si conjugaison	
C=O acide carboxylique	Valence	1700-1725	F
C=O amide	Valence	1650-1700	F
C-C	Valence	1620-1690	m
C-C aromatique	Valence	1450-1600	Variable ; 3 ou 4 bandes
N-O (de -NO <sub>2</sub> ) conjugué	Valence	1500-1550	F ; 2 bandes
		1290-1360	
N=N	Valence	1400-1500	F ; parfois invisible
C=N	Valence	1640-1690	F ou m
N-H amine ou amide	Déformation	1560-1640	F ou m
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -H	Déformation	1430-1470	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H (CH <sub>3</sub> )	Déformation	1370-1390	F ; 2 bandes
O-H	Déformation	1260-1410	F
P-O	Valence	1250-1310	F
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -O-C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> (étheroxydes)	Valence	1070-1150	F
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -OH (alcools)	Valence	1010-1200	
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -O-C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> (esters)	Valence	1050-1300	F ; 1 ou 2 bandes
C <sub>sp</sub> <sup>2</sup> -O-C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> (anhydrides)			
C-N	Valence	1020-1220	m
C-C	Valence	1000-1250	F
C-F	Valence	1000-1040	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H de -HC-CH- (E) (Z)	Déformation Déformation	960-970 670-730	F m
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H aromatique monosubstitué	Déformation	730-770 et 680-720	F ; 2 bandes
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -H aromatique o-disubstitué	Déformation	735-770	F
m-disubstitué	Déformation	750-800 et 680-720	F et m ; 2 bandes
p-disubstitué	Déformation	800-860	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -Cl	Valence	600-600	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -Br	Valence	500-750	F
C <sub>sp</sub> <sup>3</sup> -I	Valence	≈ 500	F

F: fort ; intermédiaire ; F faible

Références

## Références

---

- [1] Robert Perrin, Jean-pierre Scharff, Chimie industrielle; 2<sup>ème</sup> édition Paris 1997.
- [2] Jean –Jacques Villenave, Assemblage par collage, Dunod, Paris, 2005.
- [3] Jean-Claude Daniel, Christian Pichot, Les latex synthétiques, Edition TEC & DOC, Paris.
- [4] Kheloufi Lakhdar, Adhésifs et technique de collage et caractérisation de l'adhérence, Mémoire de Magister, université de Boumèrdes, 2007.
- [5] Bouhafer Ali. Etude de dégradation d'une peinture de carrosserie automobile, Mémoire de Magister, université de Boumèrdes 2009.
- [6] Phillipe Cognard, Collages des composites, caractéristiques et choix des adhésifs, Edition Technique d'ingénieur, 2003.
- [7] Gibert Villoutreux, Familles d'adhésifs et caractérisation d'un collage Structurale ; édition technique de l'ingénieur, 2005.
- [8] Phillipe Cognard, Colles et adhésifs – caractéristiques et types, Edition Technique d'ingénieur 2001.
- [9] Phillipe Cognard, Collage des matériaux (mécanismes, classification des colles). Edition technique de l'ingénieur, 2003.
- [10] Michael Chevalier, Phénoplastes ou phénols- formol PF, Edition Technique d'ingénieur 1991.
- [11] Dominique Carlac'H, Yves Hemry, Etude prospective sur le collage en France, réalisé par Développement et Conseil, décembre 2002.
- [12] Maurice Reyne, Transformation, assemblage et traitements des plastiques, Edition Lavoisier, Paris, 2006.
- [13] Bouchra Hassoune, Yves Baziad, Valerie Nassiet, Jacques- Alain Pett, Durabilité des assemblages collés; Edition technique de l'ingénieur, 2003.
- [14] Deflaoui M. Bordjihane M., Etude de la viscosité d'une colle à base de caoutchouc néoprène utilisée sur les supports métalliques et P.V.C, Mémoire de fin d'étude, Université de Bejaia, 1997.
- [15] Emploi des adhésifs dans l'industrie des peaux et cuir, fiche technique de l'entreprise MAC-SOUM.
- [16] Stage peaux et cuirs : normes de contrôle, édition Institut algérien de normalisation et de propriété industrielle (INAPI) et Association Français de Normalisation (AFNOR), Boumèrdes, décembre 1985.

## Références

---

- [17] Patrick Combette, Physique des polymères - Structure, fabrication, emploi. Tome I, Edition Herman, Editeurs des sciences et des arts, Paris.
- [18] Trotignon J.P, Verdu J, Piperaud M, Précis de matières plastiques, structures- propriété mise en œuvre et normalisation, édition AFNOR et NATHAN, Juin 1982.
- [19] Hamouche S. N .Madi « étude des propriétés thermique d'un mélange d'un polymère », Mémoire de fin d'étude, université de Bejaia,2009.
- [20] M. Reyre Solution composite “ thermodurcissables et thermoplastiques, édition JEC publication , Paris.
- [21] Marc Carréga, M.Reyne ; matières plastiques, Aide mémoire ; édition Dunod, paris, 2005.
- [22] J.Gossol Les matières plastiques « fabrication et technologie », édition Dunod, Bordas, Paris, 1997.
- [23] Whitten, Gailey, General chemistry with qualitative analysis, edition Saunders college publishing, Philadelphia, U.S.A,
- [24] GERARDIN. P, Polymère et composite, édition technique d'ingénieur, 2002.
- [25] Chlorinated rubber for high strength in solvent borne adhesive systems, fiche technique de l'entreprise, édition Bayer AG coating and colorants business group, Leverkusen
- [26] Jean –claude Berthier, Polyuréthane PUR, édition technique de l'ingénieur, 2005.
- [27] Jesse Edenbaum, Plastics additives and modifiers hand book, édition Van Nostand Reinhold.
- [28] A.K. Souadih, S. Ibibtoune, « Etude des formulations de colle à base du néoprène et modification par des déchets de polystyrène », mémoire de fin d'étude ; université de Bejaia, juillet 1996.
- [29] J. P.Arlie, Caoutchoucs synthétiques, édition Dunod, Paris, 2001.
- [30] Jean Claude Berthier, Matières thermodurcissables, édition technique de l'ingénieur le 10 janvier 2009.
- [31] Bouziane Mustapha « étude de l'utilisation des résines phénol-aldéhyde comme revêtement de protection anti-corrosion en solution » thèse, université de Bejaia, 1992.
- [32] H. Bachir, H.Terai, « Etude de probabilité des matériaux époxydes modifiés par la résines phénoliques », Mémoire de fin d'étude, université de Bejaia, Juin 1993.

## **Résumé**

Le présent travail décrit un suivi des paramètres physico-chimiques et analyse des colles à base de néoprène et de polyuréthane, fabriquées au niveau de l'unité MAC-SOUM (Akbou) ou nous avons effectué notre stage et la réalisation d'une partie de notre travail.

En outre, on a suivi les méthodes classiques utilisé dans cette entreprise pour contrôler la colle et leur matière première telle que :

- La résistance au pelage
- La préparation des surfaces en fonction du type de traitement mécanique et (ou chimique)
- Les propriétés du collage et l'effet de la viscosité des polymères sur les colles
- Les tests de viscosité, de densité, et de taux d'extrait sec

Grace à la technique de la spectroscopie Infra Rouge on a déterminé les fonctions et la nature de certaines liaisons interatomiques constituant les colles. Ce qui nous a permis de suggérer un éventuel mécanisme réactionnel de ces colles.

**Mots clé :** Colle, substrats, adhésion, adhérence, réticulation,

## **Abstract**

This paper describes a monitoring physicochemical parameters and analysis of adhesives based on polyurethane and neoprene, made at the unit MAC-SOUM (Akbou) where we conducted our training and implementation of part of our work.

In addition, we followed the standard methods used in this endeavor to control the glue and raw materials such as:

- The peel strength
- Surface preparation according to the type of treatment and mechanical (or chemical)
- The properties of the bonding and the effect of polymers on the viscosity of the adhesives
- Tests of viscosity, density, and solids content

Thanks to the technique of infrared spectroscopy it was determined the functions and nature of certain interatomic bonds component adhesives. This allowed us to suggest a possible reaction mechanism of these glues.

**Keywords:** adhesive, substrates, adhesion, bonding, curing