



Département de Technologie chimique industrielle

Rapport de soutenance

En vue de l'obtention du diplôme

De master professionnel en :

Génie de la formulation

Thème :

**Effet de la quantité de soufre sur les caractéristiques de
vulcanisation et les propriétés thermomécaniques des
composés du caoutchouc**

Réalisé par :

MAMMERI Ouidjedene

Encadré par :

- BETTAYEB Souhila

Grade / Institut de technologie

- BOUHMILA Ilyes

Chef laboratoire / IRIS TYRES Pneumatique

Soutenu devant le jury :

- Examineur 1 : BELKACEMI SAMIR

Grade / Entreprise ou Établissement

- Président de jury : BOUDJAADA AMINA

Grade / Entreprise ou Établissement

Remerciement

On remercie Dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de finir ce rapport et m'a permis de surmonter les difficultés durant ce parcours universitaire.

J'adresse mes plus profonds remerciements à Mr BOUHMILA Ilyes et particulièrement un grand merci à Mr NOUARI Imad qui m'ont formé et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience. Je remercie l'ensemble des employés, les chimistes et les techniciens du laboratoire pour les conseils et l'information qu'ils ont pu me donner au cours de ce stage.

Je remercie Mme BETTAYEB Souhila de m'avoir fait l'honneur d'encadré ce travail. Pour sa toujours très grande disponibilité, pour tous ses précieux conseils et pour toutes les discussions qui ont permis d'enrichir ce travail.

J'adresse aussi mes vifs remerciements au membre de jury et au président d'avoir examiné et juger mon travail, pour l'attention et le temps qu'ils ont accordés à la lecture de ce rapport. Je remercie l'ensemble des enseignants et le personnel de l'institut de technologie.

Ensuite, puisque l'ambiance de ces cinq ans n'aurait pas été la même sans eux, je tiens à remercier plus particulièrement les personnes qui m'ont soutenu pendant ces cinq années, et particulièrement au cours de ces derniers mois. Je remercie tous mes amies et collègues de la promotion 2024 de l'institut pour les bons moments qu'on a passé ensemble.

Dédicaces

Je dédie ce travail,

A celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation et de ses dévouements.

A ma chère mère

A celui qui s'est changé la nuit en jour pour m'assurer les bonnes conditions, un grand merci pour leur amour, leurs conseils ainsi que leur soutien qui m'a permis de réaliser les études que je voulais.

A mon cher père

A la meilleure, la plus merveilleuse et la plus aimante des sœurs au monde, à celle qui m'a aidé et partagé tellement de moments magiques ensemble.

A ma chère sœur Roumaïssa

A mes chers amis Bouchra, Fatma, Ines, Fatima, Hanane et Soumaïa pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.

Résumé

L'objectif de cette étude est d'examiner l'influence de différentes quantités de soufre sur une formulation de composé de caoutchouc naturel. Dans cette expérience nous avons préparé cinq versions du mélange Avec une augmentation de la teneur en soufre dans chaque version, accompagnés d'accélérateurs comme le TBBS. Ces additifs modifient le polymère en créant des liaisons transversales (ponts) entre les chaînes de polymère individuelles, rendant les matériaux vulcanisés moins collants et améliorant leurs propriétés mécaniques. Pour analyser les caractéristiques de ces mélanges, nous avons réalisé des tests rhéologiques (test de viscosité Mooney et le test MDR 3000) et d'évaluation de l'évolution des propriétés mécaniques (test de traction, de dureté d'abrasion et dispersion). Les résultats montrent que l'utilisation du soufre comme agent de vulcanisation a un effet significatif sur les propriétés mécaniques des mélanges, telles que la dureté, la résistance à la traction, l'abrasion et la dispersion.

Abstract

The aim of this study is to investigate the influence of different amounts of sulphur on a natural rubber compound formulation. In this experiment, we prepared five versions of the compound with increasing sulphur content in each version, accompanied by gas pedals such as TBBS. These additives modify the polymer by creating cross-links (bridges) between the individual polymer chains, making the vulcanized materials less sticky and improving their mechanical properties. To analyse the characteristics of these blends, we carried out rheological tests (Mooney viscosity test and MDR 3000 test) and evaluated the evolution of mechanical properties (tensile, abrasion hardness and dispersion tests). The results show that the use of sulphur as a vulcanizing agent has a significant effect on the mechanical properties of blends, such as hardness, tensile strength, abrasion and dispersion.

الملخص

كان الهدف من هذه الدراسة هو فحص تأثير الكميات المختلفة من الكبريت على تركيبة مركب المطاط الطبيعي. في هذه التجربة قمنا بإعداد خمس نسخ من المركب مع زيادة محتوى الكبريت في كل نسخة، بالإضافة إلى مسرعات مثل TBBS. تعمل هذه المواد المضافة على تعديل البوليمر من خلال إنشاء روابط متقاطعة (جسور) بين سلاسل البوليمر الفردية، مما يجعل المواد المفلتنة أقل لزوجة ويحسن من خواصها الميكانيكية. ولتحليل خصائص هذه الخلطات، أجرينا اختبارات الانسيابية) اختبار لزوجة موني واختبار (MDR 3000) وقمنا بتقييم تطور الخواص الميكانيكية (اختبار الشد واختبار صلابة التآكل واختبار التشتت). أظهرت النتائج أن استخدام الكبريت كعامل مبركن له تأثير كبير على الخواص الميكانيكية للمزائج، مثل الصلابة وقوة الشد والتآكل والتشتت.

Sommaire

Remerciement

Dédicaces

Résumé

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale..... 1

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

Introduction 3

I.1. Historique de l'entreprise..... 3

I.2. Iris tyres 3

I.3. Localisation de l'entreprise..... 5

I.4. Description de l'entreprise 5

I.5. Familles de pneus produits : ECORIS / SEFAR / STROMY / AURES..... 6

Chapitre II : Généralités sur les pneumatiques et le caoutchouc

Introduction 7

II.1. Historique de l'évolution du pneumatique : 7

II.2. Les pneumatiques 8

II.2.1. Composants des pneus 9

II.2.2. Types des pneus [4] 10

II.2.2.1. Pneus pour auto..... 10

II.2.2.2. Pneus pour moto 11

II.2.2.3. Pneus pour avions 12

II.2.3. Structure des pneus 13

II.2.3.1. Pneus diagonaux 13

II.2.3.2. Pneus radiaux.....	13
II.2.4. Propriétés et caractéristiques des pneus.....	14
II.2.5. Marquage des pneus	15
II.2.6. Fabrication des pneus	16
II.2.7. Impact sur l'environnement et la santé.....	18
II.2.7.1. Préoccupations environnementales.....	18
II.2.8. Recyclage des pneus	19
II.2.9. Durée de vie d'un pneu.....	19
II.3. Elastomères.....	19
II.3.1. Propriétés des élastomères [10 ; 11 ; 12].....	21
II.3.2. Types d'élastomères	22
II.3.3. Elastomères utilisés	22
II.3.4. Domaines d'applications de certains élastomères	25
II.4. Renforçant.....	26
II.4.1. Agents de vulcanisation.....	26
II.4.1.1. Vulcanisation	26
II.4.1.2. Rôle de la vulcanisation dans un pneu [20]	28
II.4.1.3. Soufre.....	29
II.4.2. Accélérateurs	30
II.4.3. Activateurs.....	30
II.4.4. Charges de renforcements.....	32
II.4.5. Plastifiants.....	33
II.4.6. Anti-dégradants.....	34
II.4.7. Fils métalliques.....	34
II.4.8. Textiles	34
II.5. Phénomènes qui influençant sur la diminution des propriétés mécaniques des pneus.....	35
Conclusion.....	35

Chapitre III : Matériel et Méthodes

Introduction	37
III.1. Formulation	37
III.1.1. Mélangeage (Mixing)	38
III.1.2. Laminage	43
III.1.3. Cuisson de la couche	43
III.2. Contrôle qualité	45
III.2.1. Tests de rhéologie.....	45
III.2.1.1. Mooney viscosité.....	45
III.2.1.2. MDR 3000 (Montech Moving Die Rheometer)	46
III.2.2. Tests d'évaluation des propriétés mécaniques	47
III.2.2.1. Essai de traction.....	47
III.2.2.2. Mesure de dureté	49
III.2.2.3. Vieillessement thermique accéléré et résistance à la chaleur.....	50
III.2.2.4. Abrasion	50
III.2.2.5. Dispersion.....	52
Conclusion.....	53

Chapitre IV : Résultats et discussion

Introduction	54
IV.1. Résultats des différents tests rhéologiques.....	54
IV.1.1. Mooney viscosité	54
IV.1.2. MDR 3000 (Montech Moving Die Remoter)	55
IV.2. Résultats des tests d'évaluation des propriétés mécaniques	57
IV.2.1. Duromètre (dureté).....	57
IV.2.2. Essai de traction	58
IV.3.2.1. Résultats de traction avant le vieillissement thermique (0jours)	58
IV.3.2.2. Résultats de traction après le vieillissement thermique (7jours).....	62

IV.2.3. Densité	65
IV.2.4. Abrasion	66
IV.2.5. Dispersion	67
Conclusion.....	69

Conclusion

Conclusion.....	70
-----------------	----

Référence bibliographique

Liste des figures

Chapitre I : Présentation de l'entreprise

Figure I.1: Pneu IRIS.	3
Figure I.2 : Iris tyres.....	4
Figure I.3 : Localisation de l'entreprise.	5
Figure I.4 : Description de l'entreprise.	6

Chapitre II : Généralités sur les pneumatiques et le caoutchouc

Figure II 1 : Evolution du pneu.....	7
Figure II.2 : Ancienne fabrication de pneu.	8
Figure II.3 : Constituants des pneus.....	9
Figure II.4 : Pneus été.	10
Figure II.5 : Pneu 4 saisons.....	11
Figure II.6 : Pneus Hiver.....	11
Figure II.7 : Pneus pour moto.	12
Figure II.8 : Pneus pour avions.	12
Figure II.9 : Structure diagonale d'un pneu.	13
Figure II.10 : Structure radiale d'un pneu.....	13
Figure II.11 : Marquage des pneus.	16
Figure II.12 : Fabrication du pneu.	17
Figure II.13 : Organigramme de fabrication d'un pneu [5].	17
Figure II.14 : Pollution causée par les pneus.	18
Figure II.15 : Caoutchouc naturel (a) et synthétique (b).....	20
Figure II.16 : Hévéa brésiliens.....	20
Figure II.17 : Récolte du caoutchouc.	21
Figure II.18 : Structure chimique de Polyisoprène 1 4-cis.	23
Figure II.19 : Illustration de la formation du caoutchouc styrène-butadiène (SBR).	24
Figure II.20 : Produits en élastomères.	25
Figure II.21 : Vulcanisation du caoutchouc naturel.....	27
Figure II.22 : Formation d'un réseau moléculaire réticulé.	28
Figure II.23 : Pont sulfure dans un polymère.	29
Figure II.24 : Soufre.....	30
Figure II.25 : Oxyde de zinc.	31

Figure II.26 : Acide stéarique.	32
Figure II.27 : Noir de carbone.	33
Figure II.28 : Renfort textile.	35

Chapitre III : Matériel et Méthodes

Figure III.1 : Constituants du mélange.	37
Figure III.2 : Intermeshing rotor.	38
Figure III.3 : Schéma d'un malaxeur.	39
Figure III.4 : Ingrédients du mélange-maître.	40
Figure III.5 : Préparation des prises d'essais a) Oxyde de zinc (ZnO), b) acide stéarique, c) l'huile TDAE, d) caoutchouc naturel, e) caoutchouc synthétique, f) noire de carbone.	40
Figure III.6 : mélange-maître.	41
Figure III.7 : Ingrédients du mélange final.	41
Figure III.9 : Préparation des prises d'essais a) soufre, b) accélérateur TBBS.	42
Figure III.10 : Préparation de l'étape finale.	42
Figure III.11 : Mélange obtenu après laminage.	43
Figure III.12 : Pièces avant la cuisson (non vulcanisées).	44
Figure III.13 : Pièces vulcanisées.	44
Figure III.14 : Échantillons préparés pour test de viscosité.	45
Figure III.15 : Chambre du Mooney viscosité.	46
Figure III.16 : Chambre du test MDR 3000.	47
Figure III.17 : Forme des éprouvettes haltères.	48
Figure III.18 : Montage de la machine.	48
Figure III.19 : Déformation d'une éprouvette a) état initial b) état d'allongement c) rupture.	49
Figure III.20 : Dimension et angle de l'aiguille.	49
Figure III.21 : Préparation des échantillons.	51
Figure III.22 : Porte-échantillon.	51
Figure III.23 : Échantillon pressé contre la feuille abrasive.	52
Figure III.24 : Emplacement de l'échantillon.	52

Chapitre IV : Résultats et discussion

Figure IV.1 : Histogramme pour définir les résultats obtenus d'après le test de viscosité.	54
Figure IV.2 : Courbes de vulcanisation.	55

Figure IV.3 : Histogramme définie la dureté des mélanges, avant et après le vieillissement thermique.....	57
Figure IV.4 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Référence avant le vieillissement thermique.....	58
Figure IV.5 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 01 avant le vieillissement thermique.....	59
Figure IV.6 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 02 avant le vieillissement thermique.....	59
Figure IV.7 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 03 avant le vieillissement thermique.....	60
Figure IV.8 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 04 avant le vieillissement thermique.....	60
Figure IV.9 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Référence après le vieillissement thermique.	62
Figure IV.10 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 01 après le vieillissement thermique.....	63
Figure IV.11 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 02 après le vieillissement thermique.....	63
Figure IV.12 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 03 après le vieillissement thermique.....	64
Figure IV.13 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 04 après le vieillissement thermique.....	64
Figure IV.14 : Illustrations pour chaque version a) Référence, b) Version 01, c) Version 02, d) Version 03, e) Version 04.	69

Liste des tableaux

Chapitre III : Matériel et Méthodes

Tableau III.1 : Quantité des différents constituants de la formulation. 38

Chapitre IV : Résultats et discussion

Tableau IV.1 : Résultats des viscosités de chaque version dans le stage final. 54

Tableau IV.2 : résultats du test MDR pour présenter les différentes caractéristiques de la vulcanisation..... 55

Tableau IV.3 : Résultats de dureté des mélanges, avant et après le vieillissement thermique. 57

Tableau IV.4 : Les propriétés mécaniques des mélanges avant le vieillissement thermique. 61

Tableau IV.5 : Propriétés mécaniques des mélanges après le vieillissement thermique..... 65

Tableau IV.6 : Résultats de densité de chaque version du mélange. 66

Tableau IV.7 : Résultats du test d'Abrasion de chaque version du mélange. 66

Tableau IV.8 : Résultats du test de la dispersion de chaque version du mélange. 68

Liste des abréviations

NR : naturel rubber (caoutchouc naturel)

Phr: parts per hundred of rubber (parties pour cent de caoutchouc)

Tc: temps de cuisson

ASTM: American Society for Testing and Materials

CN : Caoutchouc Naturel

ISO : Organisation internationale de Normalisation

MOD : Module (Modulus)

PCR : Passenger Car Radial

SBR: Styrène-butadiène rubber

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

TBR: Truck and bus Radial TYRES

Introduction générale

Introduction générale

Depuis la création de la première automobile à roues en 1885 jusqu'à nos jours, l'automobile demeure le plus important moyen de transport des particuliers. Actuellement, l'industrie automobile constitue un secteur très important, offrant de nombreux avantages en raison de sa croissance substantielle à travers les différentes étapes de production, y compris la fabrication de pièces et d'accessoires automobiles.

Lorsqu'il s'agit d'accessoires automobiles tels que les freins, la boîte de vitesses et les roues, on ne peut négliger l'importance des pneus. Si ces accessoires jouent un rôle important, leurs structures continuent d'évoluer. En fait, en 1830, le pneu n'était rien de plus qu'une simple bande de caoutchouc, mais en 1839, des progrès significatifs avaient été réalisés. Lors d'une expérience chimique, l'Américain Charles Goodyear fait une découverte révolutionnaire : la vulcanisation du caoutchouc. Ce procédé révolutionnaire offre au caoutchouc la capacité de résister aux variations de température.

La méthode de vulcanisation de loin la plus usuelle repose sur le soufre. Le soufre lui-même est un agent de vulcanisation lent et ne peut pas être vulcanisé pour synthétiser des polyoléfines. Même l'utilisation de caoutchouc naturel nécessite une grande quantité de soufre, une température élevée et un long temps de chauffage.

Dans cette étude, une expérience sur le terrain mené pour découvrir l'impact de différents niveaux de soufre sur les mélanges de caoutchouc naturel. Le procédé chimique qui est la vulcanisation permet de transformer les élastomères (caoutchouc naturel) ou les polymères apparentés en matériaux plus durables en les chauffant avec du soufre ou d'autres additifs équivalents avec des accélérateurs. Ces additifs modifient le polymère en formant des liaisons transversales (ponts) entre les chaînes de polymère individuelles.

Ce travail a été effectué au laboratoire de l'entreprise pneumatique IRIS TYRES.

Le présent mémoire est constitué de deux grandes parties ; dans la première partie nous avons présenté l'entreprise où j'ai fait mon stage suivi d'un chapitre contient des généralités sur les pneumatiques et le caoutchouc. La deuxième partie est consacrée à l'étude expérimentale : nous y détaillons les différentes méthodes et techniques expérimentales utilisées, ainsi que les résultats obtenus.

Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion résumant les résultats obtenus les plus intéressants.

Partie théorique

Chapitre I

Présentation de l'entreprise

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons l'entreprise pneumatique "IRIS TYRES" où nous avons pu effectuer notre recherche.

I.1. Historique de l'entreprise

L'histoire a commencé en 2004, lorsque l'entreprise algérienne EURL SATEREX a été fondée. Cette entreprise se spécialise dans la fabrication de produits électroniques, électroménagers et de téléphonie. Au fil des quinze dernières années, IRIS est devenue le leader incontesté de l'industrie de l'électronique grand public et de l'électroménager, ainsi que dans le domaine de la télévision [1].

IRIS a développé un pôle industriel varié, étendant ses activités et son offre de produits de l'électroménager au complexe électronique, puis au complexe pneumatique, un projet d'envergure a été lancé en fin de l'an 2017 après une réflexion approfondie, pour qu'en Avril 2019, le premier pneu IRIS soit fabriqué.



Figure I.1: Pneu IRIS.

I.2. Iris tyres

IRIS TYRES est une entreprise dynamique, fondée par une véritable passion pour la fabrication et l'exportation de pneus de haute qualité.



Figure I.2 : Iris tyres.

Ce complexe est un concentré de technologie, souvent qualifié "d'usine d'intelligence". Un système d'information et de gestion avancé, appuyé par des logiciels sophistiqués, a été mis en place pour gérer instantanément tous les flux d'information, garantissant ainsi la traçabilité et la fiabilité des données et des produits. L'entreprise profite de l'expertise de son fondateur et travaille en partenariat avec un groupe de fournisseurs et de producteurs rigoureusement choisis pour leur compétitivité et, surtout, leur efficacité dans les tâches.

IRIS a récemment dévoilé son tout premier pneu entièrement fabriqué en Algérie, conçu dans sa nouvelle usine moderne conforme aux normes internationales. Cette démarche est une première en Algérie et la troisième en Afrique.

L'équipe de travail a commencé en produisant 2 000 000 de pneus PCR (Passenger Car Radial). Ensuite, leur objectif était d'accroître ce volume (extension en PCR) et de mettre en place une nouvelle unité spécialisée dans la production de pneus TBR (Truck and Bus Radial). Les pneus de la marque IRIS TYRES sont de qualité supérieure, comme en témoignent les normes et certifications obtenues, ce qui les positionne parmi les leaders du secteur.

IRIS accorde une grande importance à la qualité et à la sécurité de ses produits pour satisfaire pleinement sa clientèle. Ainsi, plus de 320 points de vérification sont mis en place pour chaque pneu. La disponibilité et la qualité sont les principales préoccupations de l'entreprise afin de répondre aux besoins des clients. Le pneu IRIS, qui a traversé la Méditerranée, est désormais disponible dans plusieurs pays du Maghreb et du bassin méditerranéen, renforçant ainsi sa position en tant qu'acteur majeur dans le secteur des pneumatiques, tant au niveau national qu'international.



Figure I.4 : Description de l'entreprise.

I.5. Familles des pneus produits : ECORIS / SEFAR / STROMY / AURES.

IRIS Tyres produit 4 gammes de pneus, ECORIS, SEFAR, STORMY, AURES, chaque une disponible pour des caractéristiques de taille et structure différentes, conçu pour une demande du marché selon le type de véhicule concerné, et en se basant sur 3 critères de performance :

- Résistance de roulement ;
- Facteur d'adhérence sur sol mouillé ;
- Facteur de perturbation sonore.

Chapitre II

**Généralités sur les
pneumatiques et le
caoutchouc**

Introduction

Après toutes les avancées dans la fabrication des pneus, aboutissant à leur forme, composition et caractéristiques actuelles, l'industrie pneumatique a su s'imposer dans le monde industriel. Cela marque la troisième révolution industrielle.

En général, on utilise les polymères pour leurs caractéristiques mécaniques, spécifiques et leur capacité à être appliquées.

Les élastomères sont des polymères largement utilisés dans divers secteurs industriels tels que la fabrication de colle, de semelles de chaussures, d'articles sportifs, d'automobiles et notamment dans la production de pneumatiques. Leurs propriétés mécaniques exceptionnelles, telles que leur capacité à subir de grandes déformations et leur comportement amortissant, en font des matériaux très appréciés.

II.1. Historique de l'évolution du pneumatique :



Figure II 1 : Evolution du pneu

En 1830, les premières roues de certains véhicules étaient habillées avec une bande de caoutchouc disposée entre la roue et la jante métallique, puis en 1887, le premier pneumatique a été créé pour remplacer les pneus pleins. Après une année, une usine pneumatique pour vélos qui utilise le procédé de vulcanisation a été construite.

En 1891, le pneu plein s'est amélioré en pneu démontable, quatre ans plus tard la première voiture sur pneu a été fabriquée par Michelin avec le développement de l'automobile et de la motocyclette et plus les années ne passent plus le pneu s'améliore de sa rigidité ; sa

structure devient complexe, sa résistance augmente etc. Après l'amélioration des pneus démontables, de sa structure et sa résistance vient la fabrication des pneus à clous en 1933, pour circuler sur des routes verglacées ou enneigées.

Ensuite vient la découverte des pneus dotés d'une structure en acier pour leur carcasse et l'invention des pneus à construction radiale qui depuis a été reprise par tous les manufacturiers, ce pneu concave d'une résistance bien supérieure aux pneus classiques qui est dû à la superposition de plusieurs couches de caoutchouc.

En 1951, le métro est sur pneu. De là les autres usines commencent à développer les pneus à construction radiale en acier pour les camions, voitures particulières et les bus. Durant toutes ces années plusieurs usines dans le monde qui entrent en concurrence en fabrication des pneumatiques en respectant les normes mondiales d'un pneu [3].



Figure II.2 : Ancienne fabrication de pneu.

II.2. Les pneumatiques

Les pneumatiques sont un constituant plus important dans les véhicules, assure la sécurité. Fabriqués principalement à partir d'élastomères, leur fabrication inclut des processus tels que la vulcanisation. Cette méthode convertit le caoutchouc naturel ou des polymères similaires en matériaux plus durables en créant des liaisons transversales (ponts) entre les chaînes polymères, souvent grâce à l'utilisation de soufre et d'accélérateurs comme le TBBS.

II.2.1. Composants des pneus

Les composants principaux des pneumatiques et les termes techniques associés, qui aident les consommateurs à comprendre leurs caractéristiques, sont illustrés dans la figure suivante :

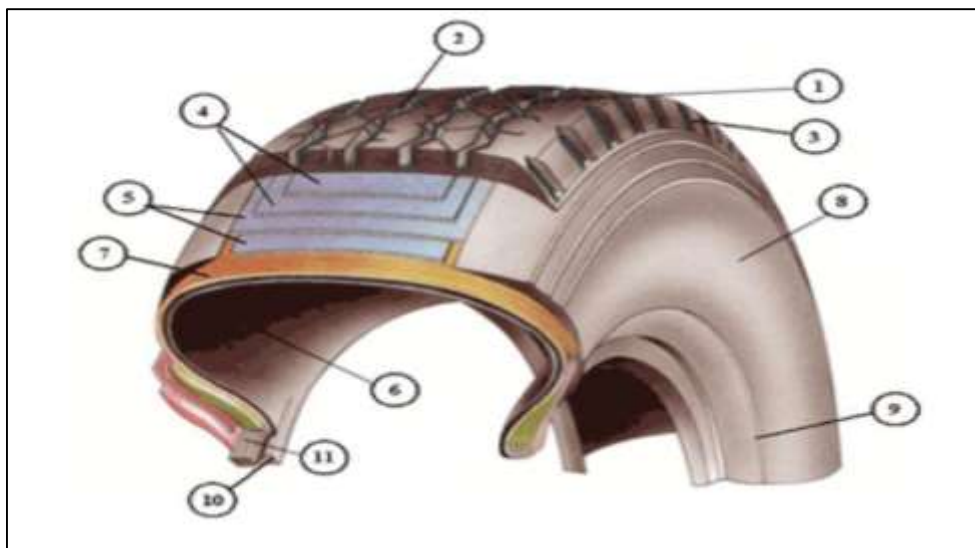


Figure II.3 : Constituants des pneus.

- 1) La partie du pneu spécialement conçue pour entrer en contact avec la surface de la route est appelée la "Bande de roulement".
- 2) Une "Rainure" est l'espace entre deux nervures ou deux pavés adjacents des sculptures de la bande de roulement du pneu.
- 3) Le flanc du pneu correspond à la zone située entre la bande de roulement et la zone de contact du pneu avec le bord de la jante.
- 4) Une "Nappe" ou "Pli" est une couche de gomme renforcée par des câbles de même longueur disposés parallèlement, essentielle pour assurer la stabilité des pneus à carcasse radiale.
- 5) Les nappes jouent un rôle crucial dans les pneus à carcasse radiale en assurant la stabilité grâce aux câbles de renforcement.
- 6) Les "Câbles" sont des fils torsadés qui forment la "trame" ou la "toile" des nappes dans les pneus.

7) En dehors de la bande de roulement et de la couche de gomme extérieure recouvrant les flancs, le pneu est composé de la "carcasse" qui se charge lorsque le pneu est gonflé.

(8) La largeur du boudin ou la largeur de section du pneu se réfère à la dimension extérieure mesurée d'un côté à l'autre du pneu lorsqu'il est monté sur la jante spécifiée et gonflé, en excluant les épaisseurs des marquages, des décorations et des bandes ou bourrelets de protection.

(9) Une ceinture fait référence à une nappe renforcée, presque parallèle au plan de rotation de la roue, située en dessous de la bande roulante. Son objectif est de réduire la dilatation circonférentielle des pneus à architecture radiale ou diagonale ceinturée en entourant le pourtour de la carcasse.

(10) Le talon correspond à la partie du pneu qui, grâce à sa forme et à sa structure, lui permet de suivre le contour de la jante et de rester stable.

ad(11) La bande de renfort du talon, également appelée bandelette talon, est une portion du talon qui protège la carcasse de l'usure causée par le frottement ou l'abrasion sur le bord de la jante. [3].

II.2.2. Types des pneus [4]

II.2.2.1. Pneus pour auto

II.2.2.1.1. Pneus été

Les pneus d'été se distinguent par un mélange de caoutchouc qui conserve sa rigidité même à des températures élevées.



Figure II.4 : Pneus été.

II.2.2.1.2. Pneus Standards, dits « 4 saisons »

Les pneus toutes saisons sont conçus pour être adaptés à une utilisation aussi bien en été qu'en hiver.



Figure II.5 : Pneu 4 saisons.

II.2.2.1.3. Pneus Hiver

Les pneus d'hiver sont équipés de composés de caoutchouc spécialement conçus pour offrir une adhérence optimale lorsque les températures sont basses. Ils sont recommandés dès que la température de la route chute en dessous de +7 °C, car les composés de caoutchouc standards deviennent alors trop rigides et moins adhérents.



Figure II.6 : Pneus Hiver.

II.2.2.2. Pneus pour moto

Les pneus routiers, également appelés pneus de tourisme, sont conçus pour répondre à des exigences techniques spécifiques, telles que les indices de vitesse et de charge qu'ils peuvent supporter.

Les pneus de tourisme sont destinés aux conducteurs roulant à des vitesses inférieures à 200 km/h.

Les pneus Chopper-Cruiser sont spécialement conçus pour offrir des performances optimales dans certaines conditions spécifiques. Les critères pris en compte pour ce type de pneu incluent le temps de conduite prolongé, une stabilité accrue lors des virages, ainsi que la réduction du bruit, notamment pour les motos lourdes. Il convient de noter que ces pneus sont adaptés à une utilisation tout-terrain.



Figure II.7 : Pneus pour moto.

II.2.2.3. Pneus pour avions

Les pneumatiques de l'aviation se distinguent par leur complexité et leur niveau de technologie, représentant actuellement le summum de la précision et des défis technologiques. Ils sont généralement classés en 4 grandes classifications :

Les pneus pour les avions de taille moyenne, commerciaux, civils ou militaire



Figure II.8 : Pneus pour avions.

II.2.3. Structure des pneus

II.2.3.1. Pneus diagonaux

Les pneus diagonaux, toujours utilisés de nos jours pour les camions, les remorques et les équipements agricoles, se caractérisent par des cordons de pli de carcasse disposés à des angles nettement inférieurs à 90° par rapport à l'axe de la bande de roulement. Ces cordons s'étendent d'un talon du pneu à l'autre [5].

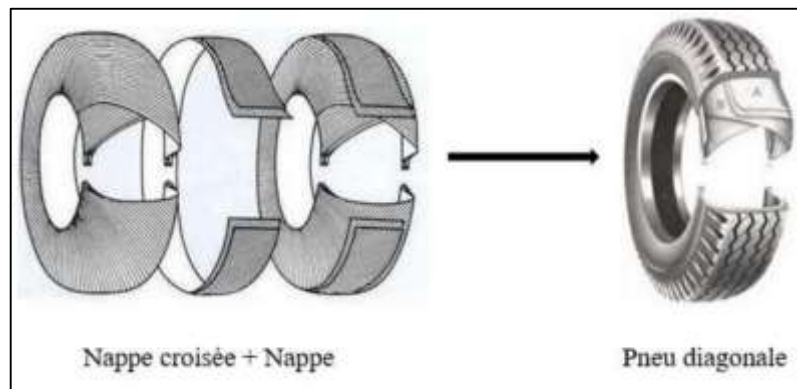


Figure II.9 : Structure diagonale d'un pneu.

II.2.3.2. Pneus radiaux

Les pneus radiaux se distinguent par la présence de cordons de nappe de carcasse disposés à un angle généralement de 90° par rapport à l'axe de la bande de roulement, s'étendant d'un talon à l'autre. Dans la zone de la bande de roulement, deux ou plusieurs ceintures sont placées en diagonale pour renforcer la résistance et la stabilité. De nombreuses variations de cette construction se retrouvent dans les pneus des véhicules de tourisme contemporains [6].

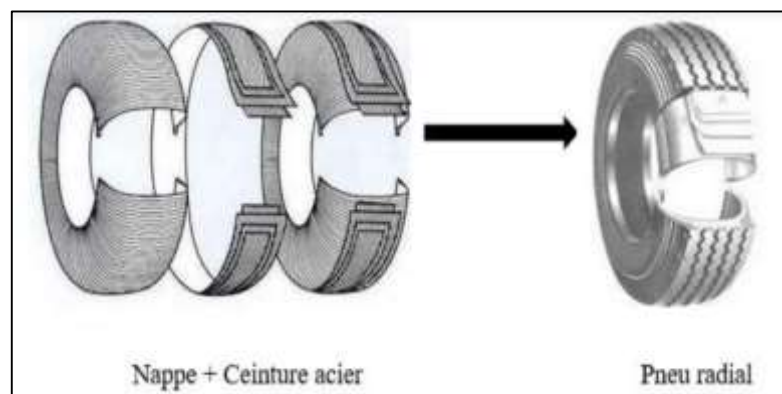


Figure II.10 : Structure radiale d'un pneu.

II.2.4. Propriétés et caractéristiques des pneus

Les pneus, éléments essentiels des véhicules, possèdent de nombreuses caractéristiques significatives :

- Adhérence : La traction, ou la capacité du pneu à maintenir une solide adhérence sur la route, est de la plus haute importance pour une conduite sûre, en particulier dans des conditions humides ou sur des surfaces glissantes.
- Usure : Les pneus subissent une usure progressive au fur et à mesure de leur utilisation. La durée de vie d'un pneu est influencée par divers facteurs tels que la qualité du caoutchouc, les habitudes de conduite et les conditions de la route.
- Résistance au roulement : c'est la force nécessaire pour faire tourner un pneu sur une surface spécifique. En réduisant cette résistance, on peut améliorer l'efficacité énergétique d'un véhicule et réduire sa consommation de carburant.
- Capacité de charge : La capacité de charge recommandée pour chaque pneu dépend de sa taille, de sa construction et de sa résistance.
- Vitesse maximale : Chaque pneu est conçu pour fonctionner à une vitesse maximale spécifique. Dépasser cette vitesse peut compromettre la sécurité et la durabilité du pneu.
- Pression d'air recommandée : Les pneus doivent être gonflés à une pression d'air spécifique pour assurer une performance optimale. Une pression incorrecte peut entraîner une usure inégale, une mauvaise maniabilité et une augmentation de la consommation de carburant.
- Construction : Les pneus peuvent être radiaux ou diagonaux. Les pneus radiaux ont généralement une meilleure adhérence et une durée de vie plus longue que les pneus diagonaux.
- Indice de charge et indice de vitesse : les indices de charge et de vitesse spécifiques, indiquant sa puissance de charge maximale et sa vitesse maximale. Ces indices sont essentiels pour s'assurer que le pneu est adapté au véhicule.
- Rainures et sculptures : Les sculptures et les rainures sur la surface du pneu aident à évacuer l'eau et à améliorer l'adhérence sur route mouillée. Des sculptures profondes sont nécessaires pour une performance optimale sur des surfaces glissantes.
- Composition du caoutchouc : La qualité et la composition du caoutchouc utilisé dans la fabrication du pneu influencent sa durabilité, son adhérence et sa résistance à l'usure.

- Saisonnalité : Certains pneus sont spécialement conçus pour une utilisation dans des conditions météorologiques spécifiques, tels que les pneus d'été, d'hiver ou toutes saisons.

Ces propriétés et caractéristiques influencent les performances, la sécurité et la durabilité des pneus, les rendant essentiels pour une conduite automobile optimale.

II.2.5. Marquage des pneus

Effectivement, le marquage sur un pneu fournit des informations cruciales sur ses caractéristiques et son utilisation. Ces informations sont particulièrement utiles lorsqu'on cherche à remplacer des pneus. Elles renseignent notamment sur la résistance à l'échauffement, la charge maximale que le pneu peut supporter, ainsi que la vitesse maximale à laquelle il peut être utilisé en toute sécurité. Ces données aident les conducteurs à choisir les pneus appropriés pour leur véhicule et leurs conditions de conduite [4].

Les données suivantes sont montrées sur un pneu [4] :

- le nom du produisant ;
- les dimensions (largeur, diamètre) ;
- la vitesse supportée.



Figure II.11 : Marquage des pneus.

II.2.6. Fabrication des pneus

Généralement, la fabrication des pneus suit les étapes suivantes :

- Tout d'abord, le mélange des constituants chimiques nécessaires pour former le caoutchouc et d'autres matériaux ;
- Ensuite, le boudinage, où les différents éléments sont enroulés autour d'une carcasse comprenant une feuille étanche, des tringles, une nappe carcasse et des flancs,
- Puis vient la vulcanisation, au cours de laquelle les pneus sont placés dans des moules spéciales et cuits à une température d'environ 150°C pour solidifier le caoutchouc et leur donner leur forme finale.
- Enfin, l'étape de contrôle consiste à enlever une série de pneus sur les chaînes de fabrication pour des contrôles de qualité. Certains de ces pneus sont soumis à des tests aux rayons X afin de détecter d'éventuelles faiblesses ou défauts internes [4].

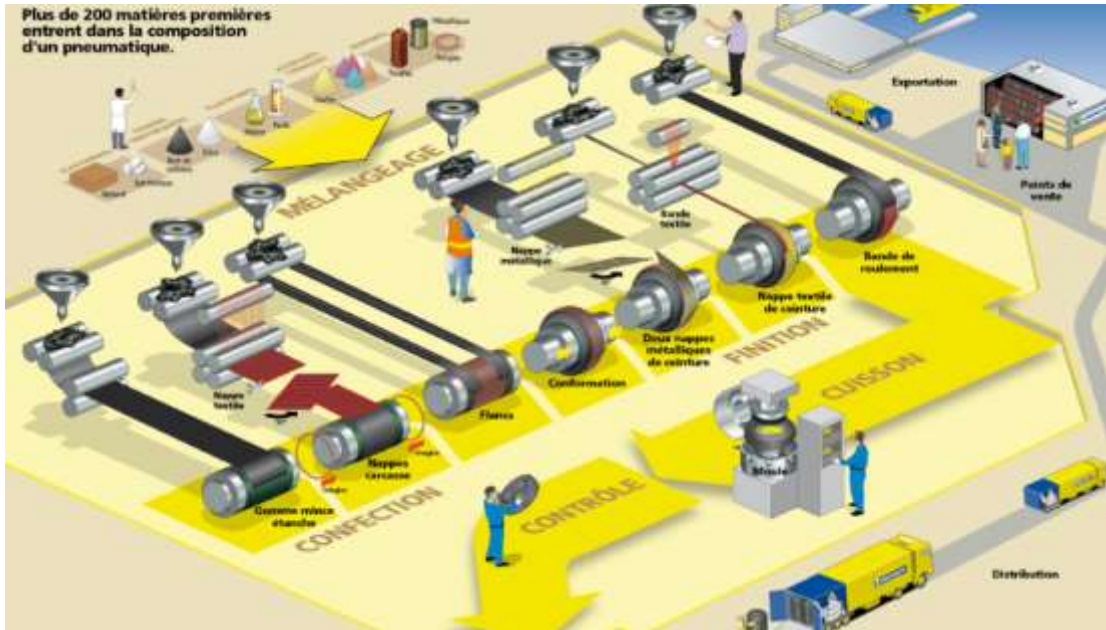


Figure II.12 : Fabrication du pneu.

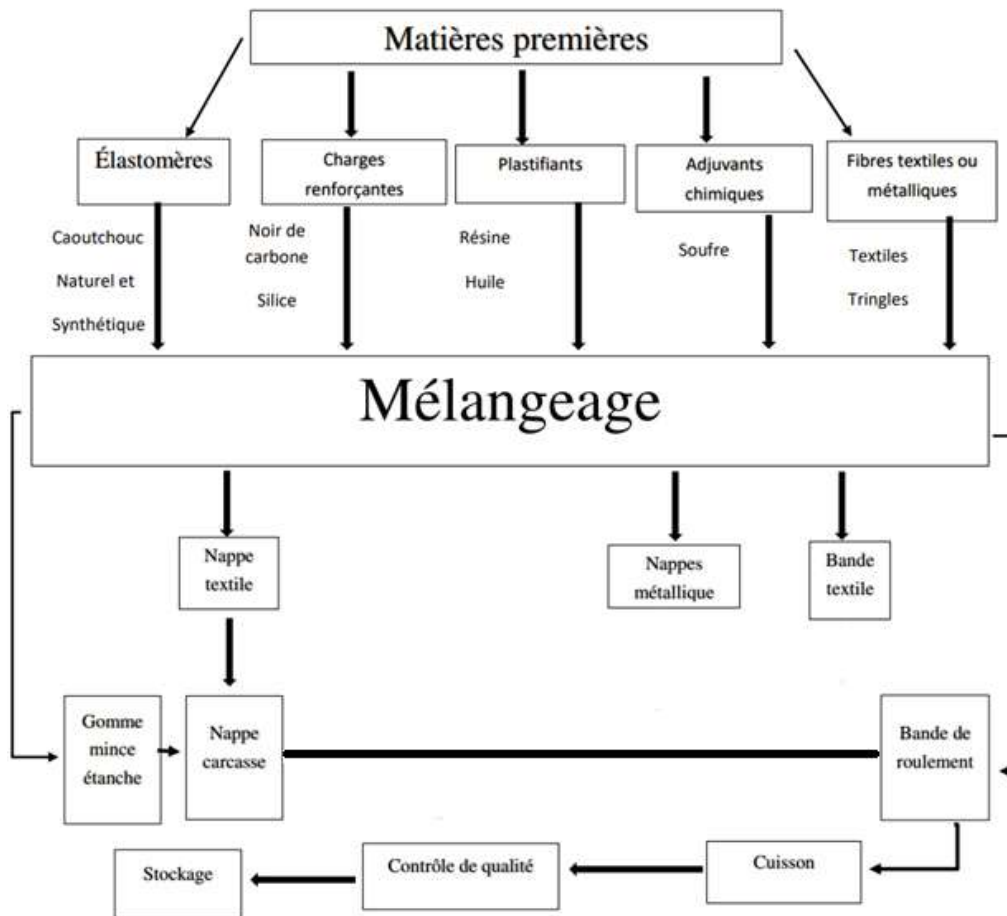


Figure II.13 : Organigramme de fabrication d'un pneu [5].

II.2.7. Impact sur l'environnement et la santé

Le pneu est un objet qui lorsqu'il est sans surveillance, peut avoir des impacts négatifs sur l'environnement et la santé.

II.2.7.1. Préoccupations environnementales

Les pneus subissent une usure progressive lorsqu'ils sont utilisés sur les routes, perdant leur substance. Les constituants tels que le cadmium, le zinc et d'autres participent à la pollution routière. En plus d'être une source de pollution, les pneus peuvent également être à l'origine d'incendies graves, difficiles à éteindre et produisant des fumées toxiques. Lorsqu'ils sont déposés dans un sol saturé d'eau, les pneus ont la capacité de libérer des toxines dans les eaux souterraines, créant ainsi un problème environnemental majeur [4].

II.2.7.2. Problèmes de santé

Les pneus usagés, lorsqu'ils sont abandonnés ou mis en décharge, deviennent des déchets très peu biodégradables qui entraînent une contamination de l'air et posent des maladies. De plus, empilés en plein air, ces pneus fournissent un habitat propice aux rats et aux moustiques, ces derniers pouvant causer de graves problèmes de santé à la population humaine. Les composants chimiques contenus dans les pneus usagés, tels que le noir de carbone, qui est cancérigène pour les humains et les animaux, contribuent à cette menace pour la santé [4].

On ne saurait trop préciser sur l'importance du recyclage des pneus, car il s'agit non seulement de protéger l'environnement, mais aussi de promouvoir une bonne santé en prévenant la propagation possible de maladies [4].



Figure II.14 : Pollution causée par les pneus.

II.2.8. Recyclage des pneus

En réponse à conséquences nocives des pneus, les entreprises se spécialisent dans la collecte et le traitement des pneus usés. Le recyclage des pneus consiste à transformer ces pneus en fin de vie ou indésirables en matériaux pouvant être utilisés pour fabriquer de nouveaux produits [4].

En règle générale, les pneus en fin de vie sont destinés au recyclage lorsque leur fonctionnement est compromis en raison d'usure ou de dommages, et qu'ils ne peuvent plus être réapprovisionnés ni réparés [4].

II.2.9. Durée de vie d'un pneu

La durée de vie d'un pneu, aussi appelé « longévité kilométrique » ou « kilométrage », qui dépend particulièrement des exigences de roulage et type de gomme. Si la condition de roulage est très sévère, le pneu ne tiendra pas plus de 25000 Km, plus la condition de roulage est douce plus la longévité kilométrique sera longue [3].

Étant donné que les pneus sont fabriqués à partir de divers matériaux, comme des composés en caoutchouc, leurs caractéristiques évoluent au fil du temps en raison de différents facteurs. Ces éléments incluent le climat, les conditions de stockage (température, humidité, position), les conditions d'utilisation (charge, vitesse, pression de gonflage) ainsi que les dommages causés par l'état des routes. La performance et la durabilité du pneu sont impactées par ces conditions tout au long de sa durée de vie.

La variation de ces substances ne permet pas de prévoir d'une manière précise la durée de vie d'un pneumatique [7].

II.3. Elastomères

La dénomination « élastomère » est une contraction des mots « polymère élastique », elle est aujourd'hui employée pour désigner de manière générale tous les caoutchoucs, qu'ils soient macromoléculaires, naturels ou synthétiques [8].

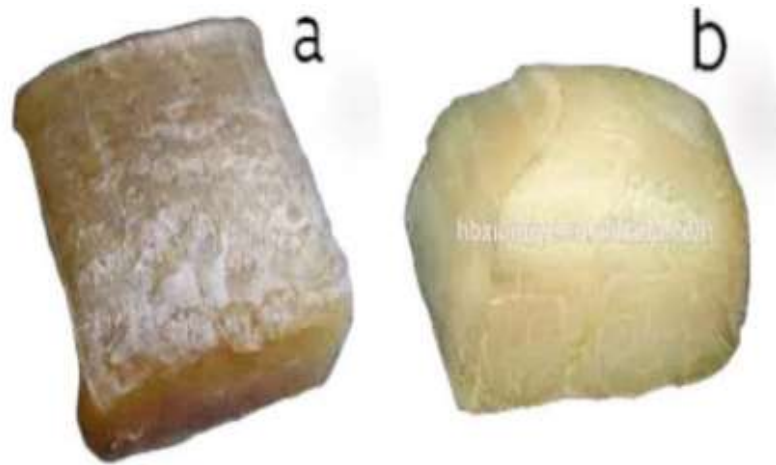


Figure II.15 : Caoutchouc naturel (a) et synthétique (b).

Les élastomères sont fabriqués à base du latex produit par de multi arbres et arbustes des pays tropicales (Malaisie, Indonésie, Thaïlande, Inde et Sri Lanka), un liquide blanc ou jaune sécrété par certains végétaux, tels que le pissenlit et surtout l'hévéa brésiliens. Les élastomères sont des polymères spéciaux qui se différencient des thermodurcissables par leurs propriétés d'élasticité caoutchoutière. En d'autres termes, il s'agit d'un polymère qui se déforme sous contrainte et reprend sa forme initiale (arrangement normal, compact et aléatoire des molécules) une fois la contrainte est supprimée [9].



Figure II.16 : Hévéa brésiliens.

Des vaisseaux sont coupés dans l'écorce de l'arbre et le latex est laissé s'écouler lentement. L'action proprement dite est de saigner l'arbre, de récolter le latex dans une coupe d'aluminium, le filtrer et le diluer, après de le coaguler avec de l'acide formique ou de l'acide acétique. La matière coagulée est ensuite lavée et séchée avec soin.



Figure II.17 : Récolte du caoutchouc.

Il est possible de transformer le latex coagulé en une des formes suivantes : une crêpe pâle, des feuilles fumées ou du latex concentré.

II.3.1. Propriétés des élastomères [10 ; 11 ; 12]

A. Température

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

B. Flexibilité à basse température

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

C. Dureté

La mesure de la capacité du matériau à résister à la déformation sous l'effet d'une force pendant une période donnée, elle se fait en mesurant la dureté. Elle diffère d'un matériau à

l'autre, les composés mous se déforment facilement et ont un frottement élevé tandis que les composés plus durs ont une résistance élevée et un faible frottement.

D. Viscoélasticité

La réversibilité immédiate du matériau est limitée. Le comportement viscoélastique des élastomères est influencé par la vitesse à laquelle ils sont sollicités.

E. Hyper-élasticité et réversibilité

Les élastomères se distinguent par leur grande capacité à se déformer et leur retour rapide, ce qui leur confère un comportement non linéaire. Selon la composition et les conditions d'utilisation, un élastomère peut supporter des déformations très importantes pouvant aller de 600% à 1000%.

F. Vieillissement

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

II.3.2. Types d'élastomères

Il y'a deux types d'élastomères [10] :

- **Élastomères saturés**

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

- **Elastomères insaturés**

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

II.3.3. Elastomères utilisés

A. Le caoutchouc naturel

Le caoutchouc est un polymère contenant de l'hydrogène et du carbone. C'est un matériau souple et élastique [13].

Le caoutchouc naturel (NR) est d'origine végétale. Il est créé par un processus enzymatique chez de nombreuses plantes, appartenant principalement à partir d'un arbre appelé Hévéa appartenant à la famille Euphorbiacée, et ce en transformant le latex sécrété par cet arbre [18].

Le caoutchouc naturel est l'un des types de caoutchouc, et lorsqu'il est vulcanisé, il est transformé en divers produits en caoutchouc. Il est également connu sous les noms de caoutchouc indien, gomme élastique et caoutchouc [14].

La plupart des matériaux en caoutchouc naturels exposent des structures « cis », c'est-à-dire que le groupe CH₂ se situe du même côté du plan créé par la liaison double. Il y a également des caoutchoucs naturels comprenant des structures en "trans".

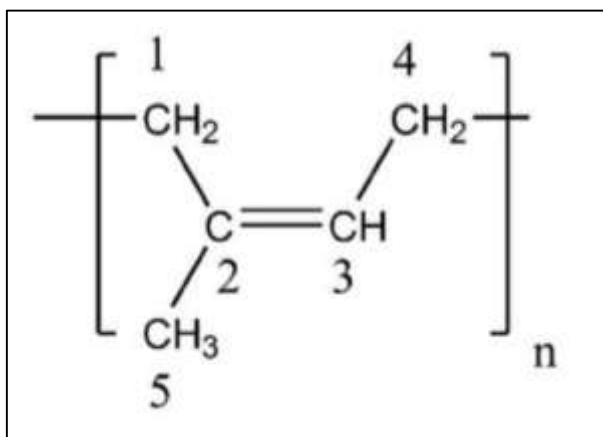


Figure II.18 : Structure chimique de Polyisoprène 1-4-cis.

Le caoutchouc brut (non cuit) possède des caractéristiques industrielles peu importantes, à l'exception de sa capacité à résister en tension, car il est cristallisable. Il est fragile et il est plastique, c'est-à-dire qu'il ne reprend pas ses dimensions initiales lorsqu'il est déformé. En été, il est tendre, humide et humide, tandis qu'en hiver, il est dur et rigide. [15]

En revanche, le caoutchouc vulcanisé (cuit) est perçu comme un matériau couramment utilisé, car ses caractéristiques sont perçues comme remarquables : [15]

- Résistance à la rupture ;
- Résistance au déchirement ;
- Résistance mécanique ;
- Résistance thermique.

B. Caoutchouc synthétique (ou artificiel)

Le caoutchouc synthétique est un dérivé du caoutchouc naturel, un élastomère issu du pétrole.

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

Après le développement de la polymérisation du butadiène par le sodium en un procédé commercial dans les années 1920 en Allemagne et URSS, né le premier caoutchouc synthétique qui est le copolymère de polybutadiène et du styrène, appelé caoutchouc styrène-butadiène ou tout simplement SBR [37].

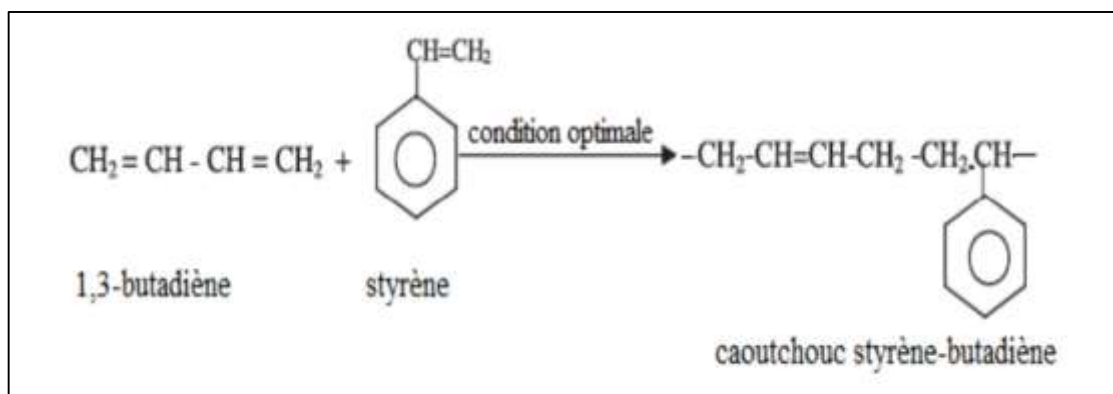


Figure II.19 : Illustration de la formation du caoutchouc styrène-butadiène (SBR).

Les caoutchoucs SBR sont largement utilisés et trouvent de variées applications. Par exemple, dans la formule des bandes de roulement des pneumatiques, sont fabriquées à partir de SBR associés à des agrégats de particules de charbon (noir de carbone), pour renforcer la structure. Ils sont également employés pour revêtir des câbles, des flexibles et des profilés.

II.4. Renforçant

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

- Les agents de vulcanisation (Soufre) ;
- Les accélérateurs (TBBS) ;
- Les activateurs (ZnO) ;
- Les charges de renforcement (Noir de carbone) ;
- Les plastifiants (Huile) ;
- Les fils métalliques ;
- Les textiles.

II.4.1. Agents de vulcanisation

II.4.1.1. Vulcanisation

La vulcanisation est le procédé chimique qui modifie les élastomères de caoutchouc naturel en polymères vulcanisés. Le soufre est l'agent de vulcanisation le plus fréquemment utilisé. Lorsqu'il est chauffé, il crée des liens entre les molécules de polymère individuelles. Un accélérateur est ajouté pour accélérer le processus de vulcanisation. Les élastomères vulcanisés ont des propriétés mécaniques nettement améliorées.

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

La vulcanisation a pour objectif de créer des liaisons croisées entre les macromolécules de caoutchouc, aboutissant à la formation d'un réseau tridimensionnel au sein de la matrice de caoutchouc [18].

Pour le mécanisme de réaction de vulcanisation se présente dans la figure suivante :

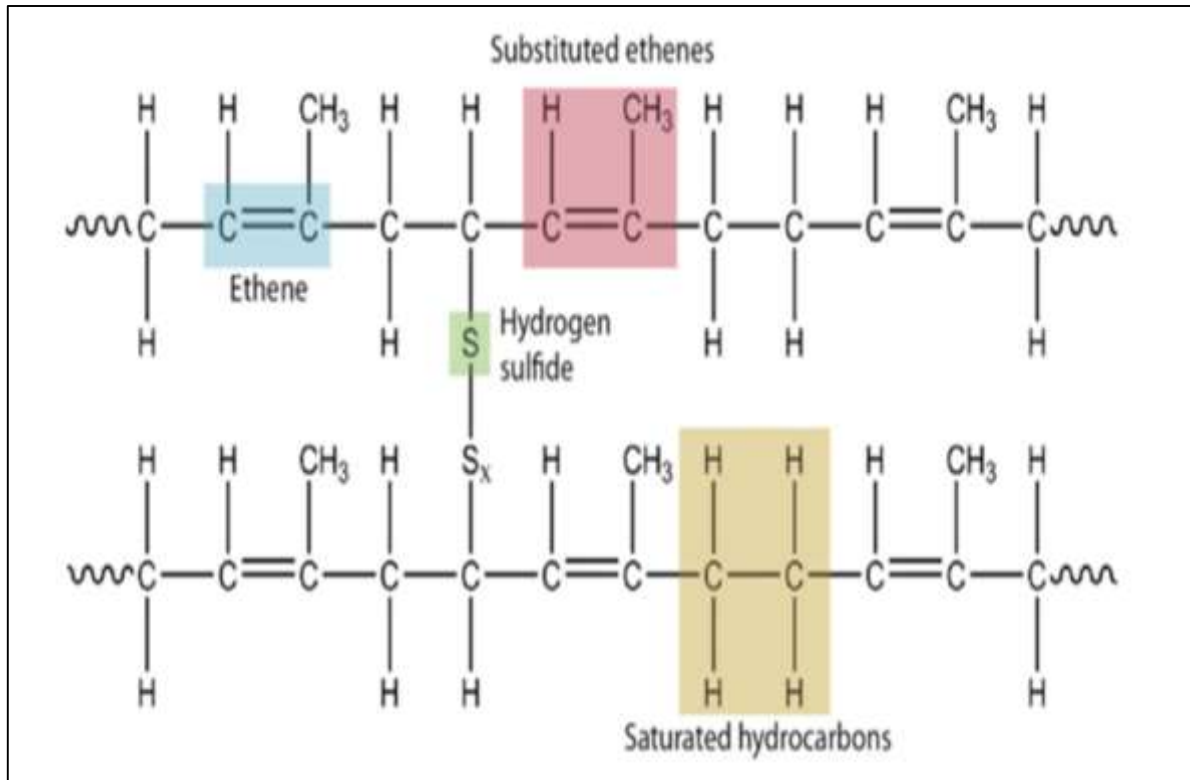


Figure II.21 : Vulcanisation du caoutchouc naturel.

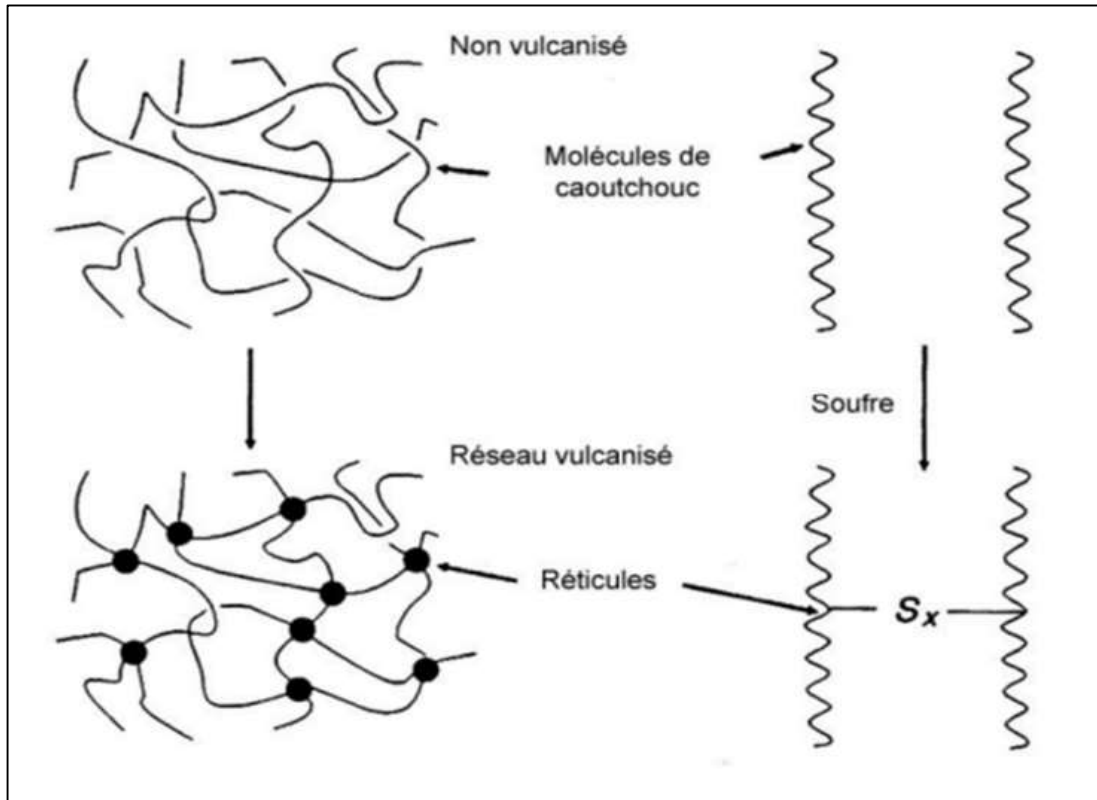


Figure II.22 : Formation d'un réseau moléculaire réticulé.

Les pneus ou les caoutchoucs de voitures sont produits à partir de caoutchouc vulcanisé.

II.4.1.2. Rôle de la vulcanisation dans un pneu [20]

- Souder les matériaux : la carcasse, la gomme et les différents éléments complémentaires.
- Faire de la gomme un matériau flexible.
- Insérer les rainures dans le pneu.

Ce qui suppose que les agents de vulcanisation consistent à transformer le caoutchouc moléculaire linéaire en une structure et un mécanisme de réseau tridimensionnel par le pontage, améliorant ainsi considérablement les propriétés mécaniques et physiques du caoutchouc [18 ; 21].

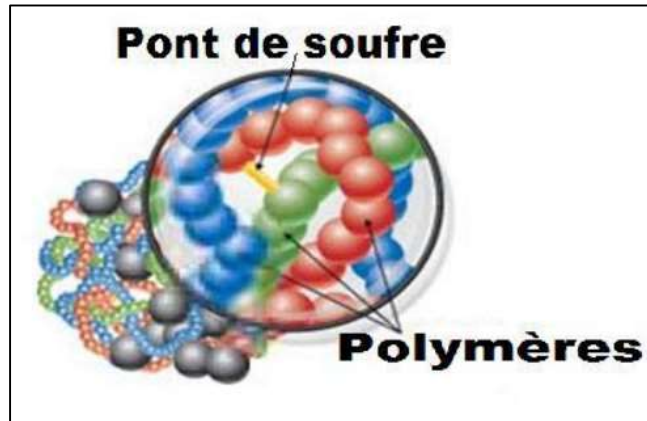


Figure II.23 : Pont sulfure dans un polymère.

Le soufre est l'agent de vulcanisation le plus couramment utilisé dans les mélanges de caoutchouc et en pneumatique [22].

II.4.1.3. Soufre

La réaction de réticulation entre le soufre et le caoutchouc se produit principalement au niveau des doubles liaisons carbone-carbone ($C=C$) en cas d'excès important de soufre. Des accélérateurs sont souvent ajoutés pour accélérer la vulcanisation et réduire la quantité de soufre libre qui a un effet néfaste sur les propriétés du caoutchouc cuit.

Il favorise la formation des points de réflexion. Il est utilisé pour bloquer le déplacement du matériau après avoir été formé. [23] La vulcanisation est effectuée par chauffage, généralement à une température d'au moins $150^{\circ}C$, pour but de créer des liens entre les chaînes de l'élastomère à l'aide de ponts de soufre. Lorsque le soufre est utilisé seul, le processus de réticulation du caoutchouc passe d'un état plastique à un état élastique [22 ; 24 ; 25]. C'est pourquoi des agents activateurs et des accélérateurs de vulcanisation sont ajoutés au mélange pour vérifier ce processus. [26 ; 27]



Figure II.24 : Soufre.

II.4.2. Accélérateurs

Le soufre doit être associé à des agents qui accélèrent la vulcanisation. Le terme "accélérateur" désigne le produit chimique ajouté à un matériau en caoutchouc afin d'agrandir la vitesse de vulcanisation, de permettre une réticulation à des températures plus basses et de manière plus efficace, tout en permettant de diminuer la quantité de soufre utilisée. [18 ; 28]

Ils ont également un impact positif sur les caractéristiques des vulcanisats, notamment leur capacité à résister au vieillissement. Parallèlement, ils diminuent les risques de pré-vulcanisation, de réversion et d'épanouissement de soufre à la surface des produits en caoutchouc. [18]

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

II.4.3. Activateurs

Les industries du caoutchouc utilisent des activateurs et des accélérateurs de vulcanisation pour faciliter et accélérer les réactions de pontage entre les chaînes polymériques (ponts de sulfure) et les molécules d'élastomères.

L'activateur le plus couramment utilisé pour la vulcanisation au soufre est le ZnO. En pratique, il est presque toujours associé à un acide gras approprié, généralement l'acide stéarique ou l'acide laurique, afin d'améliorer sa faible solubilité dans l'élastomère [31 ; 18].

- **L'oxyde de zinc**

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

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

Oxyde de zinc (ZnO) peut agir comme charge ou blanc colorant également dans les compositions de caoutchouc. [18]



Figure II.25 : Oxyde de zinc.

- **Acide stéarique**

La solubilité de ces complexes dans les caoutchoucs est augmentée par les acides participants, ce qui améliore la dispersion des additifs en poudre dans les composés et peut parfois prolonger la période d'induction de la vulcanisation [18].

L'acide stéarique est un mélange d'acides gras saturé à chaîne droite formé principalement d'acide stéarique sous la forme (C₁₇H₃₅COOH) et d'acide palmitique sous la forme (C₁₅H₃₁COOH).



Figure II.26 : Acide stéarique.

On l'emploie dans le domaine des pneus et du caoutchouc en tant qu'agent de vulcanisation, à diverses concentrations et en combinaison avec d'autres substances afin de réguler la flexibilité ou d'autres caractéristiques du produit final [30].

II.4.4. Charges de renforcements

Les charges sont généralement ajoutées pour renforcer les élastomères utilisés dans les applications industrielles. L'objectif de cet ajout est d'améliorer diverses propriétés mécaniques de la pièce vulcanisée, telles que le module, la résistance à la traction, la résistance à la rupture, la résistance à l'abrasion, la résistance à la fatigue et la résistance aux chocs entaillés, ainsi que d'améliorer la température de déflexion thermique. [31]

- **Noir de carbone**

Les noirs de carbone se présentent sous forme d'agrégats de forme irrégulière mesurant quelques centaines de nanomètres et possédant une structure de nature pseudo-graphitique. Ils sont considérés comme une forme microcristalline du carbone. [32].

C'est en 1912 qu'il a été découvert par hasard que ce composé avait des performances remarquables pour renforcer les pneus en caoutchouc. Il représente environ 25 à 30 % de la composition de la gomme et donne sa couleur distinctive au pneu. En plus de cela, sa couleur offre une résistance efficace contre les rayons ultraviolets pour prévenir la fissuration et le craquelage du caoutchouc. Son utilisation vise à améliorer le traitement, la résistance et la durabilité, des caractéristiques clés pour la fabrication et les performances des pneus, en particulier en termes de sécurité. Cela prolonge ainsi la durée de vie des pneus et économise du carburant. [22 ; 33 ; 34]



Figure II.27 : Noir de carbone.

II.4.5. Plastifiants

Les plastifiants sont généralement des liquides organiques à haut point d'ébullition ou des solides à bas point de fusion. Ils sont aussi parfois polymères de masse moléculaire moyenne. Ce sont des substances qui sont ajoutée aux caoutchoucs dans le but d'améliorer leurs flexibilités, et de réduire la viscosité des mélanges non vulcanisé, ce qui a pour effet d'assurer un bon processus traitement de mise en forme [35 ; 36]. Parmi ces plastifiants, on trouve :

- **Les huiles**

Leur fonction principale est d'améliorer les conditions de traitement, d'assurer une dispersion optimale de la charge dans l'élastomère et de réduire la température de mélange. Ces substances sont généralement des huiles paraffinées, naphthéniques ou aromatiques. [37 ; 13].

II.4.6. Anti-dégradants

La dégradation des élastomères peut être déclenchée par différents facteurs tels que l'oxygène, l'ozone, la lumière et la température. En ajoutant certaines substances chimiques, on peut protéger le caoutchouc contre la thermo-oxydation et l'attaque de l'ozone, préservant ainsi ses propriétés lors de son utilisation. La dégradation due à l'oxygène et à l'ozone provoque diverses réactions chimiques qui affectent les caractéristiques des polymères de différentes manières, ce qui rend l'ajout d'anti-dégradants essentiel.

On utilise des anti-dégradants pour retarder la détérioration du pneu causée et réduire le vieillissement causé par l'oxygène, l'ozone ou la chaleur. Ces charges sont principalement utilisées pour améliorer les propriétés commerciales du caoutchouc, ainsi que pour fournir des additifs qui permettent également de mélanger tous les ingrédients nécessaires en poudre ou en liquide [18].

II.4.7. Fils métalliques

Les fils destinés au renfort métallique des pneumatiques sont réalisés avec des aciers très fortement alliés en carbone, recouverts de laiton. Ces fils sont tréfilés jusqu'à des diamètres très fins, toronnés, pour ensuite former des nappes qui vont être enrobées d'élastomères. Ces renforts servent notamment à garantir un meilleur contact entre le pneu et la route pour ainsi renforcer la sécurité des usagers. [36 ; 37]

II.4.8. Textiles

Les fibres textiles sont des polymères linéaires avec une symétrie élevée et des forces intermoléculaires, qui sont généralement causées par la présence de groupes polaires. Ils se caractérisent par un module élevé, une résistance à la traction élevée et une ductilité modérée (généralement moins plus de 20%). [31]



Figure II.28 : Renforts textiles.

II.5. Phénomènes qui influencent sur la diminution des propriétés mécaniques des pneus

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

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons abordé l'industrie des pneumatiques de manière générale, en commençant par la définition d'un pneu et de ses différentes couches, ainsi que sa composition et ses types, nous avons ensuite abordé les étapes de fabrication et leurs caractéristiques, pour conclure avec leurs impact environnementale et durée de vie.

Ensuite, nous avons présenté une brève définition des élastomères, ainsi que les différents renforts de ce caoutchouc qui donneront à leurs tours une meilleure résistance aux pneumatiques.

Enfin, nous avons examiné les phénomènes physiques et chimiques qui entraînent une réduction des propriétés mécaniques et le vieillissement des matériaux, marquant ainsi la fin de leur durée de vie.

Partie pratique

Chapitre III

Matériel et méthodes

Introduction

Le Laboratoire IRIS PNEUMATIQUE dispose d'une gamme d'instruments d'analyse rhéologique, physique, mécanique et dynamique pour caractériser le caoutchouc.

Il est chargé de l'acceptation des nouvelles matières premières, de la recherche et du développement de nouvelles formulations, de la vérification de la qualité des matières premières reçues et de la surveillance des mélanges utilisés pour les composants semi-finis.

III.1. Formulation

Le mélange ou la formulation du caoutchouc consiste à ajouter certains produits chimiques au caoutchouc brut pour obtenir les propriétés souhaitées. Parmi ces produits chimiques, on trouve des agents réticulant, des renforts, des accélérateurs, etc.

Le choix de la formulation pour fabriquer nos mélanges est similaire à celui utilisé pour les couches des pneumatiques. Toutefois, nous avons utilisé :

- Polymères (Caoutchouc naturel, Caoutchouc synthétique tel que le butadiène)
- Charge (Noir de carbone)
- Agent de vulcanisation (Sulfure insoluble)
- Accélérateur de vulcanisation (TBBS)
- Activateurs de vulcanisation (Oxyde de zinc (ZnO), Acide stéarique)
- Plastifiants (Huile TDAE)



Figure III.1 : Constituants du mélange.

Tableau III.1 : Quantité des différents constituants de la formulation.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
Les constituants	Quantité (Phr)	Quantité (Phr)	Quantité (Phr)	Quantité (Phr)	Quantité (Phr)
Caoutchouc naturel	80	80	80	80	80
Caoutchouc synthétique	20	20	20	20	20
Noir de carbone	50	50	50	50	50
Sulfure insolubles	1	2	3	4	4
Accélérateur (TBBS)	0.5	0.5	0.5	0.5	2
Oxyde de zinc (ZnO)	5	5	5	5	5
Acide stéarique	2	2	2	2	2
L'huile TDAE	4	4	4	4	4

La préparation des mélanges (Référence, Version 01, Version 02, Version 03 et Version 04) se fait en plusieurs étapes :

III.1.1. Mélangeage (Mixing)

Tous les mélangeurs internes fonctionnent sur le même principe. Ceux-ci se composent essentiellement de deux rotors (en métal) contrarotatifs et d'une chambre de mélange dans laquelle le matériau est introduit.

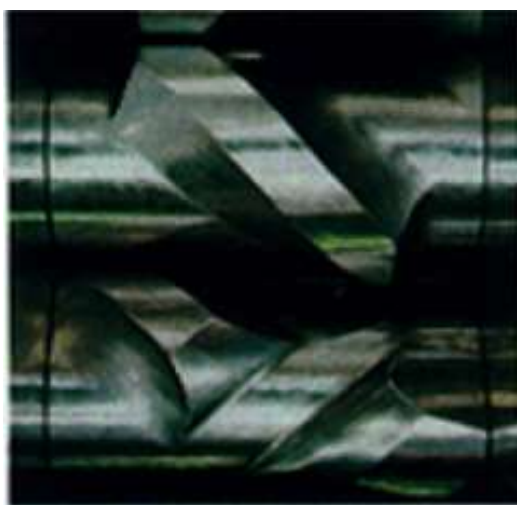


Figure III.2 : Intermeshing rotor.

Le procédé de mélange (mixage) du caoutchouc est une étape cruciale pour déterminer les propriétés physiques et chimiques du caoutchouc vulcanisé. Il consiste à malaxer vigoureusement le caoutchouc pour y incorporer et disperser divers additifs, suivant un ordre précis et dans des conditions de cisaillement et de température bien définies.

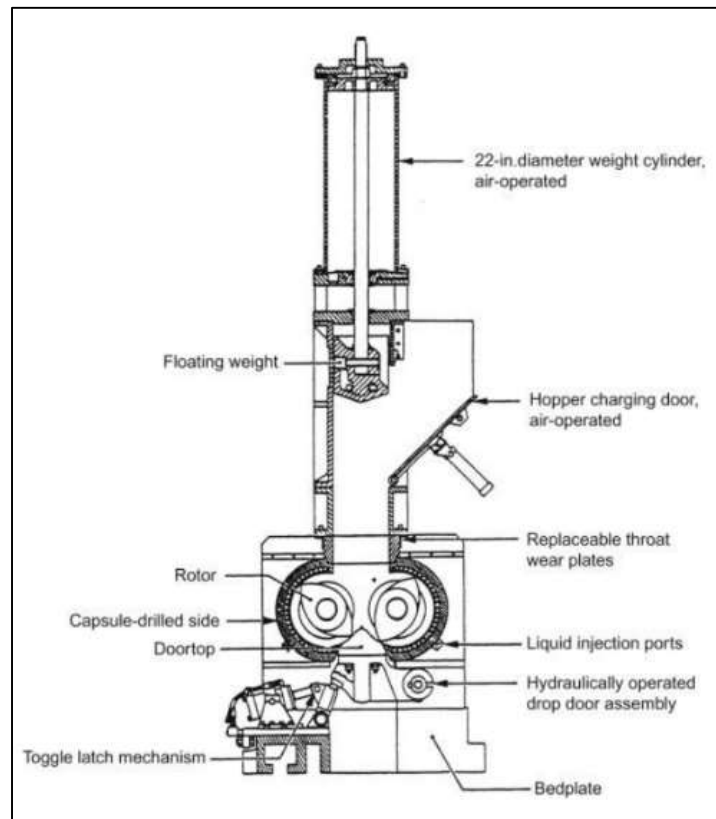


Figure III.3 : Schéma d'un malaxeur.

Mode opératoire

Le mixage dans le mélangeur se fait en deux étapes :

1. Première étape

Premièrement, on implique la préparation du mélange-maître (master-batch) en mélangeant tous les ingrédients de la composition dans un mélangeur, avec une exception de l'agent de vulcanisation (sulfure).



Figure III.4 : Ingrédients du mélange-maître.

- En premier lieu on prépare les prises d'essais à l'aide d'une balance électrique comme présenté dans la figure suivante :



Figure III.5 : Préparation des prises d'essais a) Oxyde de zinc (ZnO), b) acide stéarique, c) l'huile TDAE, d) caoutchouc naturel, e) caoutchouc synthétique, f) noire de carbone.

- Ensuite, on met les ingrédients dans le mélangeur et on mélange jusqu'à ce que la température atteigne 140°C.



Figure III.6 : mélange-maître.

2. Deuxième étape

La deuxième étape du processus de mélange implique la création du mélange final, également appelé final batch. À ce stade, le mélange maître est combiné avec du soufre pour préparer la vulcanisation et favoriser la formation d'une réticulation avec un accélérateur TBBS.

Après l'ajout du soufre, il est crucial de maintenir une température stable (93°C) afin d'éviter toute vulcanisation prématurée. Par conséquent, la température dans le mélangeur est réduite.



Figure III.7 : Ingrédients du mélange final.

- On commence par préparer les prises d'essais à l'aide d'une balance électrique comme montré en Figure III.8.



Figure III.9 : Préparation des prises d'essais a) soufre, b) accélérateur TBBS.

- Par la suite, on ajoute à la quantité préparée durant la première étape le sulfure et l'accélérateur puis on mélange.



Figure III.10 : Préparation de l'étape finale.

III.1.2. Laminage

Une fois le mélange réalisé, il est déchargé et transféré dans une lamineuse, un système mécanique ouvert composé de deux cylindres parallèles et horizontaux. Ces cylindres tournent en sens inverse à des vitesses différentes, généralement entre 10 et 20 tr/min. Un système hydraulique est utilisé pour refroidir le mélange, empêchant ainsi l'activation prématurée des agents de vulcanisation.



Figure III.11 : Mélanges obtenus après laminage.

Ce processus permet de produire des feuilles de caoutchouc avec une épaisseur et une largeur précises. Ces feuilles seront ensuite façonnées pour obtenir le produit final souhaité. En outre, des échantillons seront prélevés pour réaliser divers tests rhéologiques.

III.1.3. Cuisson de la couche

L'équipement de vulcanisation du caoutchouc est un dispositif utilisé dans le processus de transformation du caoutchouc visqueux et flexible en un matériau non collant, moins élastique, avec des propriétés uniformes et une meilleure conservation.

Cette transformation est obtenue grâce à une combinaison de température élevée et de pression, qui déclenche la vulcanisation du caoutchouc. Pendant ce processus, des liaisons chimiques se forment entre les chaînes de polymères de caoutchouc et les molécules d'autres composés, tels que le soufre, renforçant ainsi la structure moléculaire du matériau.

Mode opératoire

- Avant le processus de cuisson, le caoutchouc est mélangé avec des agents vulcanisant tels que le soufre, ainsi que d'autres additifs comme des accélérateurs, des charges ...
- Après les différents tests rhéologiques et la détermination du temps de cuisson (MDR) on place les échantillons de chaque version dans des moules. Ces moules peuvent contenir des formes spécifiques à la pièce finale désirée.



Figure III.12 : Pièces avant la cuisson (non vulcanisées).

- Dans notre travail, la cuisson a été réalisée à une pression définie de 100 bars, température de 150°C et chaque version avec un temps de cuisson précisé par l'appareil MDR 3000.



Figure III.13: Pièces vulcanisées

III.2. Contrôle qualité

Les cinq versions préparées auparavant doivent subir un ensemble de tests rhéologiques et mécaniques permettant de déterminer leurs caractéristiques.

III.2.1. Tests de rhéologie

Les tests de rhéologie sont des méthodes employées pour analyser le comportement des matériaux soumis à des contraintes et déformations. Ces procédures permettent de quantifier les propriétés viscoélastiques des matériaux, telles que leur viscosité et leur élasticité.

D'une autre façon, ces tests sont essentiels pour comprendre et caractériser les propriétés mécaniques des matériaux, ce qui est crucial pour leur conception, leur fabrication et leur utilisation dans diverses applications.

III.2.1.1. Mooney viscosité

La viscosité Mooney est une mesure du couple de résistance du caoutchouc naturel face à la rotation du rotor à une vitesse constante. Elle offre un aperçu de la qualité du traitement du caoutchouc non vulcanisé, ainsi que de son poids moléculaire.

Mode opératoire

- On découpe les échantillons à l'aide d'un emporte-pièce qui correspond au volume de la chambre du Mooney.



Figure III.14 : Echantillons préparés pour test de viscosité

- Ensuite, on y découpe deux disques pour chaque mélange dont l'un est percé d'un trou pour le passage de l'axe du rotor.

Ces deux disques sont mis en place dans la chambre, qui ensuite se ferme pour compacter le tout en appliquant une pression de 100 bars, puis activer la rotation du rotor.



Figure III.15: Chambre du Mooney viscosité

L'échantillon est préchauffé pendant 1 minute dans la cavité du moule à une température de 100°C, ensuite, il a été cisailé par ce rotor à une vitesse constante de 2 tr/min pendant 4 minutes pour le test.

III.2.1.2. MDR 3000 (Montech Moving Die Rheometer)

Le niveau de vulcanisation du mélange de caoutchouc influe considérablement sur les caractéristiques du produit final. Il est donc essentiel de déterminer avec précision le processus de durcissement, y compris le temps de cuisson optimal, pour garantir la fabrication de produits finis offrant des performances élevées.

Le MDR 3000 est un équipement essentiel pour caractériser et optimiser le processus de réticulation des polymères, fournissant des données précieuses sur les propriétés de vulcanisation. Il aide à garantir la qualité des produits finis en caoutchouc. Le rhéomètre est équipé d'une chambre d'essai biconique dépourvue de rotor, comprenant deux plateaux chauffants : un plateau supérieur immobile et un plateau inférieur mobile.



Figure III.16: Chambre du test MDR 3000

Dans chaque version du test, l'échantillon est positionné sur le plateau inférieur chauffé à 150°C. Ensuite, le plateau supérieur, également chauffé à 150°C, exerce une pression de 100 bars sur l'échantillon. Celui-ci est préchauffé pendant 3 minutes. Après cette période de préchauffage, le plateau inférieur oscille jusqu'à ce que toutes les propriétés requises soient déterminées.

III.2.2. Tests d'évaluation des propriétés mécaniques

Ces tests sont conçus pour mesurer et analyser le comportement d'un matériau ou d'une structure soumis à des forces externes, fournissant ainsi des informations précieuses sur leurs caractéristiques mécaniques.

Afin d'analyser le comportement mécanique des mélanges avant et après le vieillissement, des tests ont été réalisés pour évaluer l'évolution de leurs propriétés mécaniques.

III.2.2.1. Essai de traction

La résistance à la traction, également connue sous le nom de résistance à la rupture, désigne la capacité d'un matériau à résister à une force de traction appliquée dans des directions opposées, qui tend à le séparer ou le déformer jusqu'à ce qu'il se rompe.

La résistance à la traction est évaluée par l'essai de traction, qui fournit plusieurs caractéristiques mécaniques essentielles du caoutchouc vulcanisé, notamment la limite d'élasticité (δ_e), le module d'élasticité longitudinal (ou module de Young, E) et l'allongement à

la rupture (A%). Ces mesures sont effectuées à l'aide d'une machine d'essai de traction, notamment le Zwick Roell.

Mode opératoire

- Afin d'évaluer la couche formée, résultant du mélange de caoutchouc vulcanisé, nous avons créé une éprouvette ayant une forme spécifique, appelée éprouvette de forme haltère.

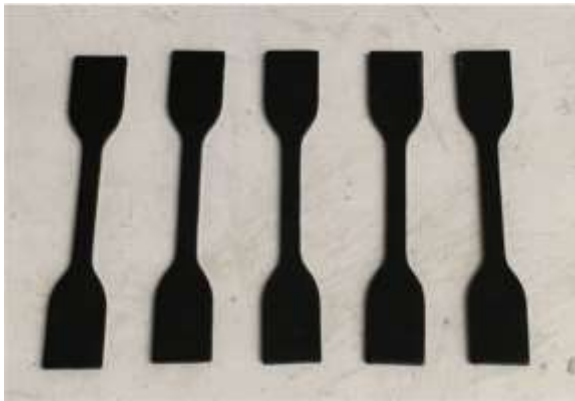


Figure III.17: Forme des éprouvettes haltères

- Introduire les données relatives de l'éprouvette à tester : longueur initiale L_0
- On place dans la machine d'essai, l'une des têtes est fixée dans la mâchoire fixe et l'autre dans une mâchoire mobile ;
- La machine produit une force de traction F variable dont l'action s'exerce jusqu'à la rupture de l'éprouvette (arrêt de l'essai).

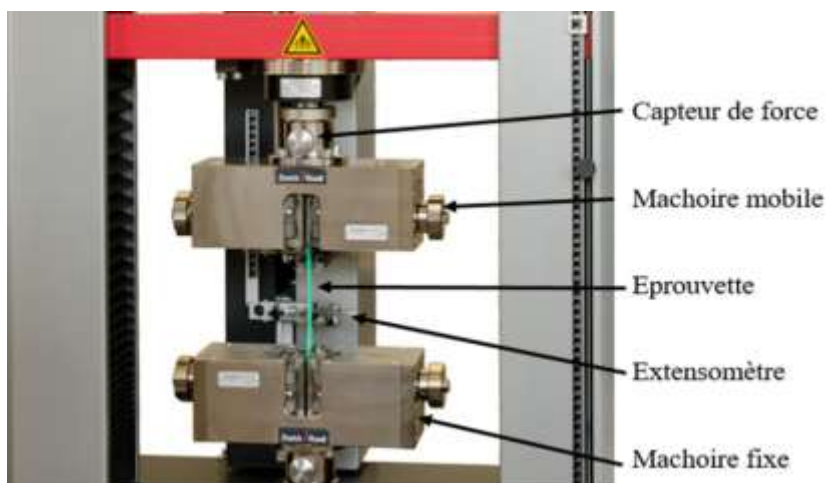


Figure III.18: Montage de la machine

Les dispositifs d'indicateur de force et d'extensomètre intégrés à la machine permettent de mesurer en temps réel à la fois l'effort appliqué, représenté par F sur l'éprouvette, et la variation de longueur $\Delta L=L-L_0$ de cette éprouvette.

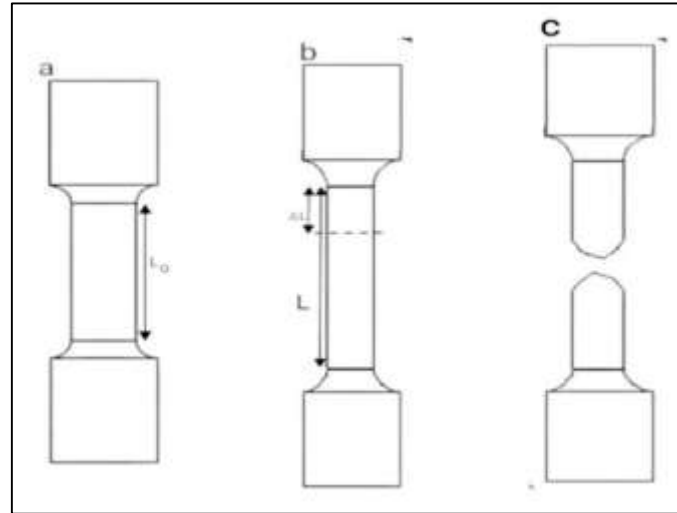


Figure III.19 : Déformation d'une éprouvette a) état initial b) état d'allongement c) rupture.

III.2.2.2. Mesure de dureté

La mesure de la dureté Shore A pour le caoutchouc est une méthode largement utilisée pour évaluer sa résistance à la déformation élastique. Cette mesure est effectuée à l'aide d'un duromètre Shore A, qui applique une pression standardisée sur la surface du matériau à tester à l'aide d'une pointe d'aiguille non émoussée formant un angle de 35° .

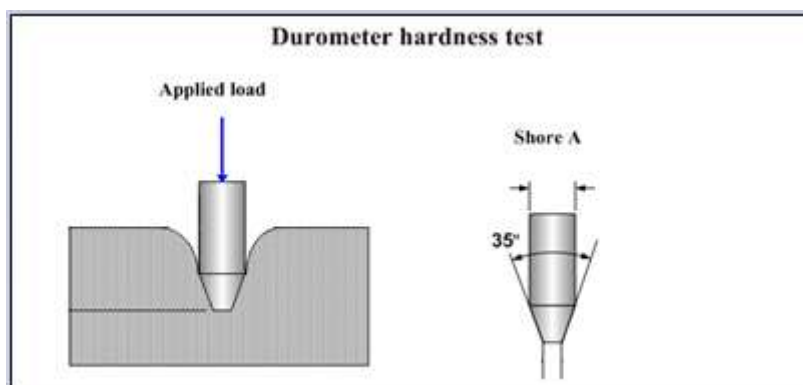


Figure III.20 : Dimension et angle de l'aiguille.

Le test est effectué en plaçant l'échantillon sur une surface plane, puis en appliquant rapidement mais sans choc le pied presseur contenant l'aiguille sur celui-ci.

Une fois l'aiguille abaissée, on attend environ 5 secondes, soit la durée du test, avant que la valeur ne s'affiche directement sur un ordinateur doté d'un système de gestion des tests, permettant ainsi l'enregistrement instantané des résultats.

III.2.2.3. Vieillessement thermique accéléré et résistance à la chaleur

Le vieillissement thermique accéléré est une méthode utilisée pour simuler les effets du vieillissement naturel d'un matériau lorsqu'il est exposé à des conditions de température élevée pendant une période relativement courte. Cette technique permet d'évaluer la résistance d'un matériau à la chaleur et de prédire son comportement à long terme dans des environnements thermiquement contraignants.

Pour évaluer la résistance relative du mélange caoutchouteux vulcanisé à la détérioration dans le temps, nous avons utilisé un facteur d'accélération basé sur la température. À cet effet, nous avons utilisé une étuve, un équipement de laboratoire permettant de chauffer les éléments à une température régulée sous pression atmosphérique ou sous vide. Cette méthode nous a permis de simuler les effets du vieillissement thermique accéléré, facilitant ainsi l'évaluation des performances du matériau face à des conditions de température élevée sur une période relativement courte.

La résistance à la chaleur d'un matériau est évaluée en observant les changements de ses propriétés physiques et chimiques avant et après le vieillissement thermique. Les tests peuvent inclure des mesures de résistance mécanique, de résistance à la traction, de dureté.

16 heures après la vulcanisation (cuisson) des pièces dans une étuve de chauffage et de séchage, elles étaient déposées à une température plus élevée $T=90\text{ }^{\circ}\text{C}$, et à des périodes différentes de : 0 jour et 7 jours. Après au moins 4 heures suivant la fin de l'essai de vieillissement accéléré sur ces échantillons, nous avons mesuré les propriétés mécaniques à l'aide de tests d'évaluation standard (essai de dureté et de traction). Nous avons ensuite comparé ces mesures à celles de l'échantillon vulcanisé avant vieillissement thermique.

III.2.2.4. Abrasion

Le test d'abrasion est une méthode couramment utilisée pour évaluer la résistance à l'usure des matériaux en caoutchouc. Il repose sur le frottement d'un échantillon contre une toile abrasive fixée sur un tambour rotatif. L'échantillon est maintenu sur un support qui l'appuie

contre le tissu abrasif avec une pression définie. Les pertes de masse du caoutchouc testé et d'un caoutchouc de référence standard après un certain nombre de rotations sont mesurées et converties en perte de volume à partir de la densité.

Mode opératoire

- D'abord, on prépare l'échantillon à l'aide d'un moule, ce moule peut contenir des formes spécifiques à la pièce finale désirée.
- Ensuite on prélève trois échantillons de chaque type de caoutchouc à tester pour déterminer la perte de masse à l'aide d'une balance.



Figure III.21 : Préparation des échantillons.

- Puis on pèse l'échantillon à l'aide d'une balance m1, après on insère l'échantillon dans le porte-échantillon en laissant dépasser de l'ouverture, et on fixe avec un écrou.



Figure III.22 : Porte-échantillon.

- Par la suite, on abaisse le bras pivotant pour permettre à l'échantillon d'être pressé contre la feuille abrasive



Figure III.23 : Échantillon pressé contre la feuille abrasive.

- Enfin, on retire l'échantillon du porte-échantillon, on le repese m_2 et on calcule la perte de masse Δm .

III.2.2.5. Dispersion

Le test de dispersion est une méthode utilisée pour évaluer l'uniformité de dispersion des différents composants dans la formulation du caoutchouc. Ce test est crucial car une dispersion inadéquate peut entraîner des défauts de qualité dans le produit final, tels que des points faibles, une résistance réduite ou une durabilité diminuée.

Dans notre travail, on a utilisé deux étapes pour effectuer ce test :

Analyse par imagerie numérique : Cette méthode implique la capture d'images de la surface du matériau, suivie de l'utilisation de logiciels d'analyse d'image pour évaluer la dispersion des particules.

Analyse de la granulométrie : En mesurant la taille des particules présentes dans le matériau, il est possible d'évaluer la répartition et l'uniformité de la dispersion.



Figure III.24 : Emplacement de l'échantillon.

Conclusion

Ce chapitre met en lumière les diverses phases de production des pneus (formulation, mélange et vulcanisation de la couche), ainsi que les techniques utilisées pour contrôler leur qualité. Cela nécessite la réalisation de tests rhéologiques et l'évaluation de l'évolution des propriétés mécaniques pour démontrer la détérioration du caoutchouc attribuable au vieillissement thermique, en utilisant diverses quantités de soufre.

Chapitre IV

Résultats et discussion

Introduction

Ce chapitre se focalise sur la présentation des résultats des tests rhéologiques et des évaluations des propriétés mécaniques réalisés chez "IRIS TYRES" sur les mélanges de caoutchouc.

IV.1. Résultats des différents tests rhéologiques

Pour analyser les caractéristiques des mélanges caoutchouteux, nous avons réalisé le test de viscosité Mooney et le test MDR 3000. Les résultats de ces tests sont présentés ci-dessous :

IV.1.1. Mooney viscosité

Tableau IV.1 : Résultats des viscosités de chaque version dans le stage final.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
Viscosité de stage final	55,02	58,22	59,7	55,2	55,69

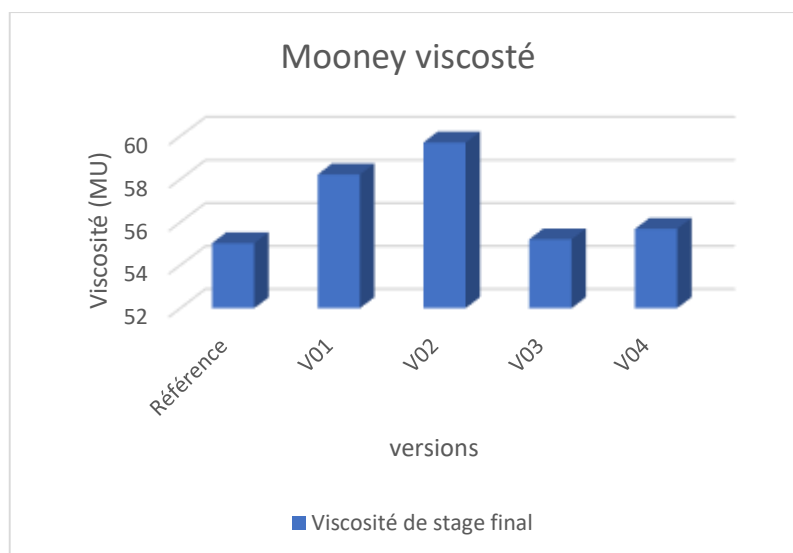


Figure IV.1 : Histogramme pour définir les résultats obtenus d'après le test de viscosité.

Les variations de viscosité peuvent entraîner des incohérences dans le produit final, affectant les performances et la durabilité.

Nous remarquons une augmentation de la viscosité lors de l'ajout de soufre dans le mélange final pour V01 et V02, tandis que les valeurs de viscosité restent similaires pour V03 et V04. Cela est probablement dû aux variations de viscosité dans le mélange maître provenant du caoutchouc naturel. Une augmentation de 10 % de la viscosité n'est pas considérée comme ayant un impact significatif sur la processabilité.

IV.1.2. MDR 3000 (Montech Moving Die Remoter)

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

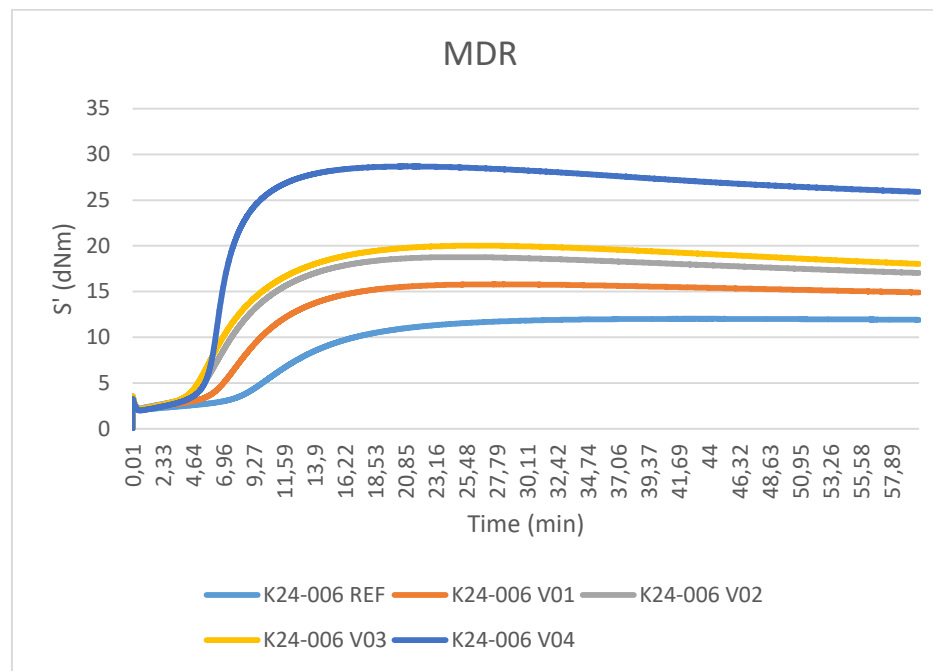


Figure IV.2 : Courbes de vulcanisation.

Tableau IV.2 : résultats du test MDR pour présenter les différentes caractéristiques de la vulcanisation.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
S' Min (dN.m)	2,04	2,13	2,21	2,12	1,99

S' Max (dN.m)	12,02	15,8	18,77	20,02	28,68
Ts 1 (min)	7,04	4,94	3,76	3,5	3,79
Ts 2 (min)	8,87	6,35	4,98	4,53	5,02
Ts 5 (min)	11,98	8,09	6,39	5,8	5,97
Tc 10 (min)	7,02	5,66	4,7	4,39	5,38
Tc 30 (min)	9,93	7,61	6,37	5,93	6,33
Tc 40 (min)	10,91	8,33	7,03	6,6	6,59
Tc 50 (min)	11,96	9,11	7,77	7,36	6,89
Tc 70 (min)	14,76	11,17	9,83	9,57	7,85
Tc 90 (min)	20,98	15,46	14,12	14,34	10,62
Tc 100 (min)	44,44	27,58	24,5	26,26	21,15

Avec une augmentation de la teneur en soufre, on observe une augmentation notable des valeurs de torque S'Max. Ce phénomène peut être attribué à la densité de réticulation accrue facilitée par une augmentation du soufre, entraînant une résistance accrue à l'écoulement pendant la vulcanisation.

Les temps de brulure montrent une tendance à diminuer de manière constante avec l'augmentation de la teneur en soufre. La diminution des temps (Ts5) de combustion indique un début de vulcanisation accéléré, résultant de l'effet catalytique des concentrations de soufre plus élevées.

De même, à mesure que la teneur en soufre augmente, les temps de vulcanisation (Tc90) montrent une réduction notable à toutes les températures mesurées. Cette réduction souligne l'efficacité du soufre en tant qu'agent de vulcanisation, accélérant le processus de réticulation et facilitant une cinétique de vulcanisation plus rapide.

L'augmentation de la concentration en TBBS dans V04 pourrait potentiellement affecter le comportement de vulcanisation de plusieurs manières. Le TBBS agit comme un accélérateur, favorisant la réaction de vulcanisation du soufre. En augmentant le TBBS, nous visons à accélérer davantage le processus de vulcanisation, ce qui pourrait entraîner des temps de vulcanisation plus courts ou des valeurs de torque modifiées par rapport à V03.

IV.2. Résultats des tests d'évaluation des propriétés mécaniques

IV.2.1. Duromètre (dureté)

Le duromètre sert à évaluer la dureté des mélanges vulcanisés et vieillis des versions 01, 02, 03, 04 et Référence du mélange. Les résultats de ce test sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.3 : Résultats de dureté des mélanges, avant et après le vieillissement thermique.

	Dureté (ShA) avant vieillissement thermique (0 jour)	Dureté (ShA) après vieillissement thermique (7 jour)
Référence	51,4	45,3
Version 01	57,5	47,1
Version 02	61,2	55
Version 03	62	62,2
Version 04	69,6	69,5

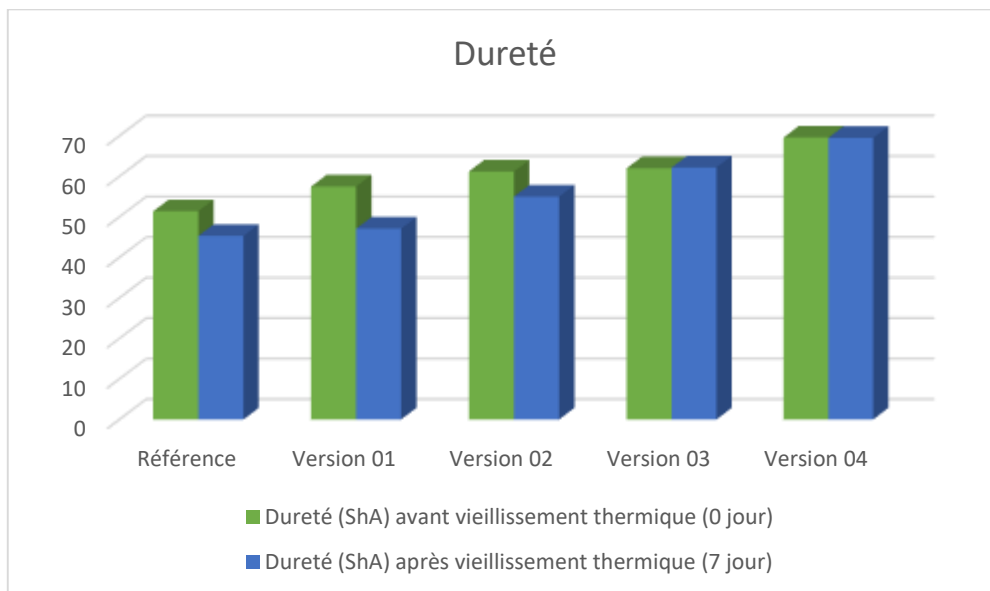


Figure IV.3 : Histogramme définie la dureté des mélanges, avant et après le vieillissement thermique.

Avec l'ajout de diverses quantités de soufre, nous observons dans les versions Réf à 3 une augmentation de la dureté. Indiquant une rigidité accrue due à une densité de réticulation plus élevée.

La dureté dans V04 est la plus élevée, reflétant une rigidité maximale due à une réticulation excessive causée par une teneur élevée en soufre et une augmentation de TBBS.

D'après ces résultats obtenus la dureté des mélanges s'est diminuée après le vieillissement thermique, sauf dans les versions 03 et 04 se stabilise lorsqu'on utilise du soufre supplémentaire et l'accélérateur.

IV.2.2. Essai de traction

Pour évaluer la résistance à la rupture par traction des mélanges, à la fois avant et après un processus de vieillissement thermique, des échantillons de chaque mélange ont été soumis à des tests.

IV.3.2.1. Résultats de traction avant le vieillissement thermique (0jours)

Le test de traction a permis d'obtenir la courbe "effort-allongement" pour chaque échantillon testé du mélange de référence et de la version 01, 02, 03, 04, telles qu'elles sont représentées dans les séries de graphiques qui suivent :

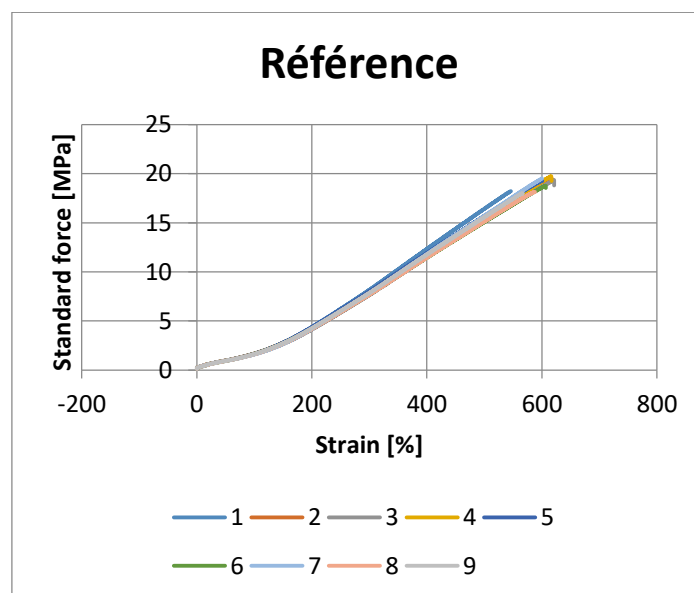


Figure IV.4 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Référence avant le vieillissement thermique.

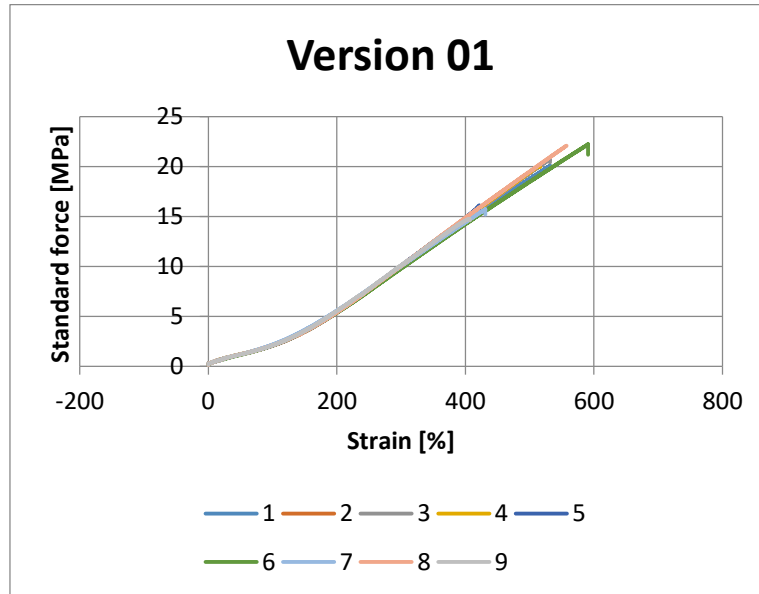


Figure IV.5 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 01 avant le vieillissement thermique.

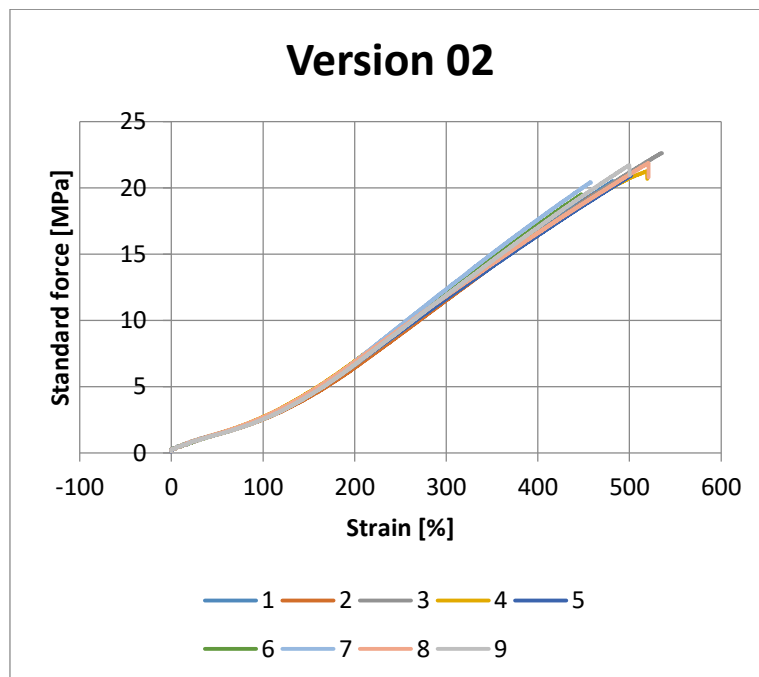


Figure IV.6 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 02 avant le vieillissement thermique.

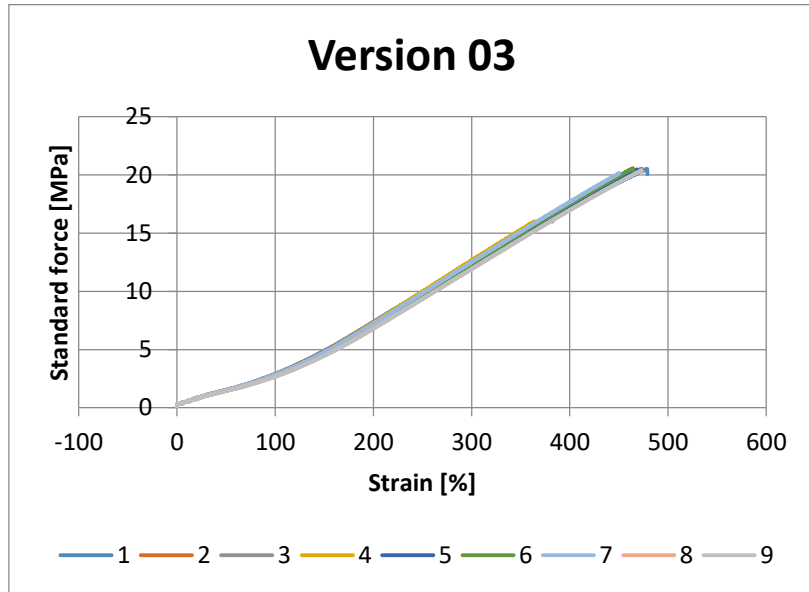


Figure IV.7 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 03 avant le vieillissement thermique.

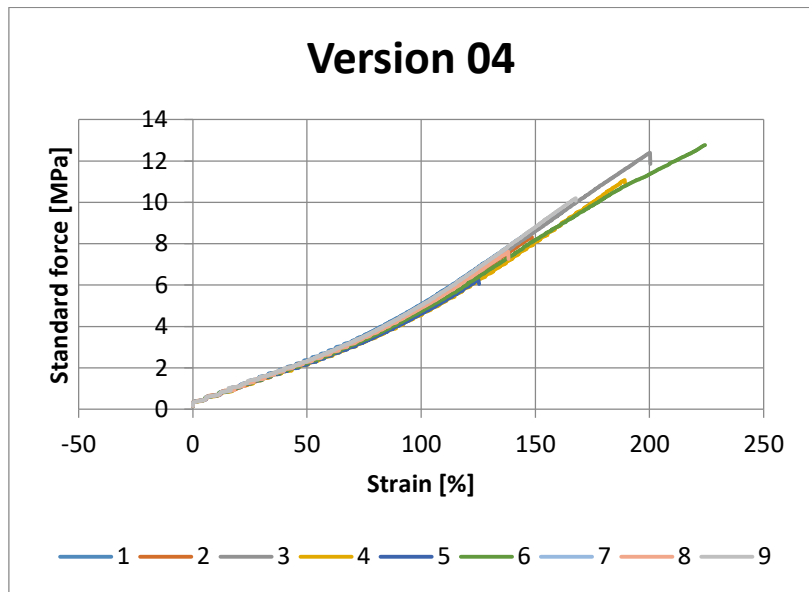


Figure IV.8 : Courbe « effort-allongement » de différents échantillons du mélange Version 04 avant le vieillissement thermique.

Après l'obtention de ces graphiques, les valeurs statistiques des propriétés du mélange, notamment les propriétés mécaniques de ces mélanges avant vieillissement thermique, ont été déterminées et sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 4 : Les propriétés mécaniques des mélanges avant le vieillissement thermique.

Tableau IV.4 : Les propriétés mécaniques des mélanges avant le vieillissement thermique.

	Unité	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
L0 ST	Mm	25	25	25	25	25
L0	Mm	24,9111	24,8467	24,8822	24,8289	24,7533
Fmax	MPa	18,9556	19,0889	20,9333	19,3889	19,5678
dL à Fmax	%	595,9667	499,4778	492,0111	444,9667	165,8111
Mod 50%	MPa	0,9511	1,1811	1,4189	1,4944	2,2622
Mod 100%	MPa	1,6344	2,0967	2,6156	2,7989	4,8667
Mod 200%	MPa	4,26	5,4433	6,73	7,12	11,865
Mod 300%	MPa	7,8467	10,01	11,86	12,3167	Rupture
Force à la rupture	MPa	18,7667	18,7889	20,6667	19,2	19,3611
Allongement à la rupture	%	596,1556	499,5889	492,1	445,0778	165,9222

La force à la rupture augmente initialement de REF à V02, indiquant une résistance à la traction améliorée en raison de l'augmentation de la réticulation. Cependant, elle commence à diminuer dans V03, ce qui suggère qu'au-delà d'un certain point, L'incorporation de soufre supplémentaire conduit à une plus grande fragilité. Dans V04, on observe une diminution significative de la force à la rupture, ce qui reflète la fragilité induite par une sur-vulcanisation résultant de la teneur élevée en soufre et de l'augmentation de TBBS.

L'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation de la teneur en soufre dans les versions Réf à 3, montrant que le caoutchouc devient moins flexible à mesure que la densité de réticulation augmente. La réduction drastique de l'allongement à la rupture dans V04 indique

une perte sévère d'élasticité et de flexibilité, confirmant que le composé est devenu cassant en raison de la sur-vulcanisation.

Ces observations mettent en évidence comment la teneur en soufre et la présence d'accélérateurs comme le TBBS influencent les propriétés mécaniques des composés de caoutchouc, démontrant l'équilibre entre la résistance et la flexibilité ainsi que le risque de sur-vulcanisation.

IV.3.2.2. Résultats de traction après le vieillissement thermique (7jours)

Après le vieillissement thermique, afin d'évaluer l'impact des températures élevées sur les caractéristiques mécaniques du mélange, le même processus de mesure utilisé avant le vieillissement a été répété. Les courbes suivantes ont été obtenues :

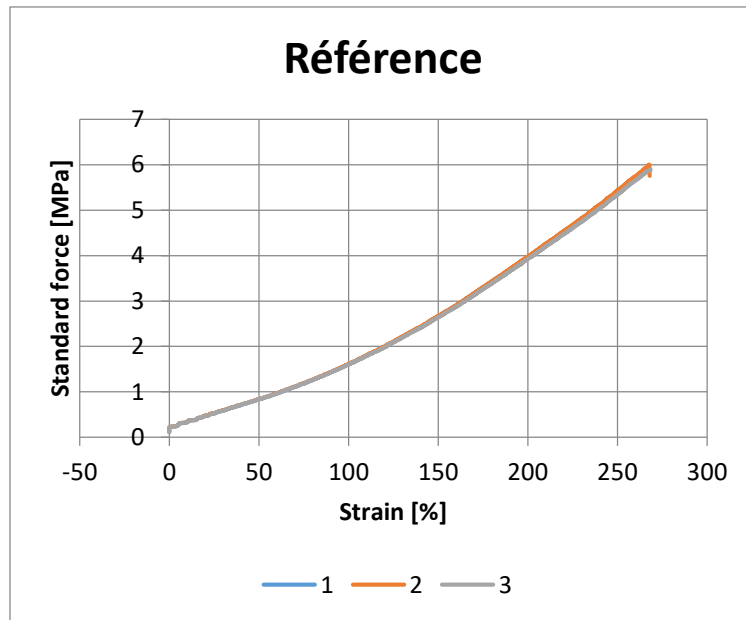


Figure IV.9 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Référence après le vieillissement thermique.

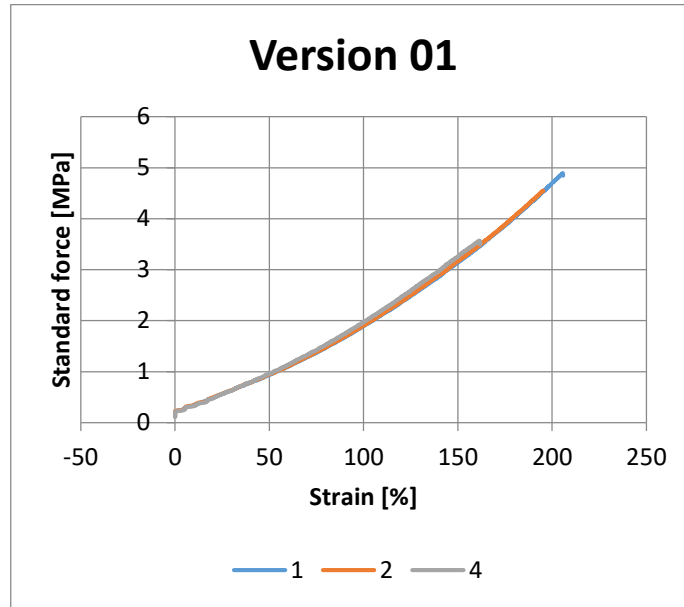


Figure IV.10 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 01 après le vieillissement thermique.

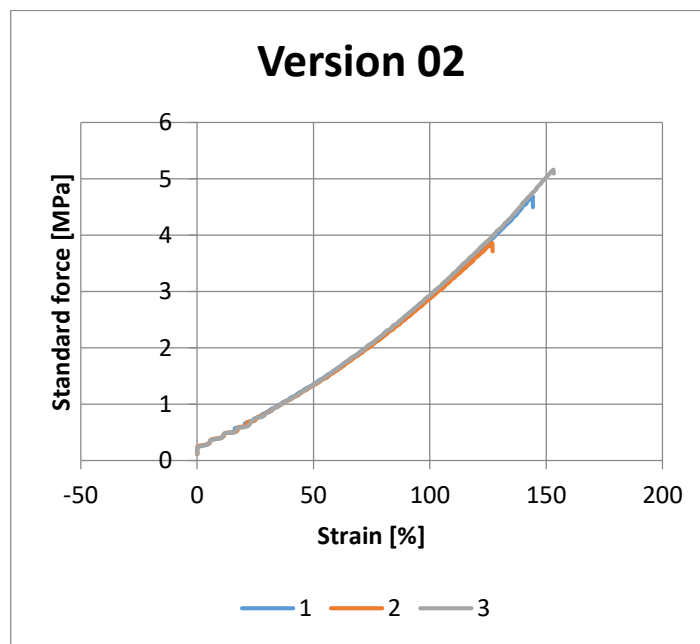


Figure IV.11 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 02 après le vieillissement thermique.

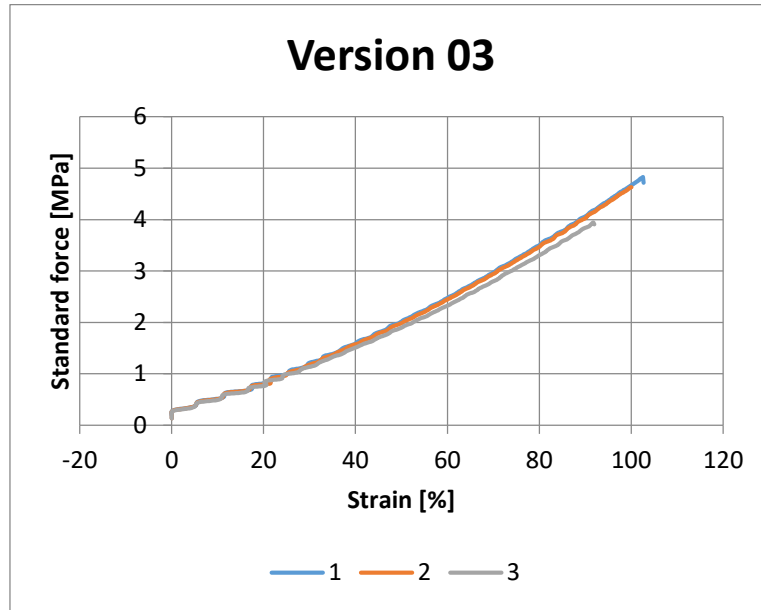


Figure IV.12 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 03 après le vieillissement thermique.

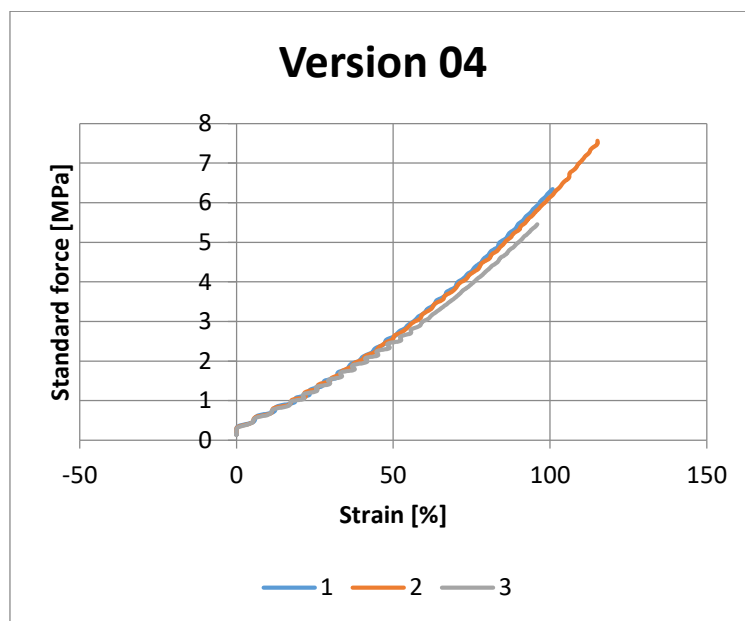


Figure IV.13 : Courbes « effort-allongement » des échantillons du mélange Version 04 après le vieillissement thermique.

Ces courbes permettent de déterminer les propriétés de chaque échantillon de ces mélanges, ce qui permettra ensuite de calculer les valeurs statistiques représentant les caractéristiques mécaniques du mélange, comme indiqué dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.5 : Propriétés mécaniques des mélanges après le vieillissement thermique.

	Unité	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
L0 ST	Mm	25	25	25	25	25
L0	Mm	24,9433	24,9367	24,9367	24,8633	24,9267
Fmax	MPa	5,4267	4,3367	4,5733	4,47	6,4567
dL à Fmax	%	250,4333	187,4667	141,4333	98,1333	104
Mod 50%	MPa	0,84	0,95	1,34	1,97	2,5467
Mod 100%	MPa	1,61	1,9233	2,91	4,65	6,21
Mod 200%	MPa	3,96	4,7	4,9	5,31	6,3
Mod 300%	MPa	5,3467	4,2933	Rupture	Rupture	Rupture
Force à la rupture	MPa	250,5333	187,5667	141,5333	98,2333	104,0667
Allongement à la rupture	%	25	25	25	25	25

La force à la rupture après le vieillissement thermique diminue pour toutes les versions après vieillissement thermique, similaire à Fmax, indiquant une perte de résistance due à la dégradation thermique. La force à la rupture dans V04 reste relativement élevée, similaire à Fmax, ce qui suggère que la formulation avec une teneur plus élevée en TBBS a un effet stabilisant contre la dégradation thermique.

L'allongement à la rupture après le vieillissement diminue considérablement pour toutes les versions, ce qui montre une perte significative de flexibilité après vieillissement thermique. Les versions avec plus de soufre (V02 et V03) subissent une réduction plus importante. L'allongement à la rupture dans V04, bien que réduit, est légèrement supérieur à V03, ce qui pourrait indiquer une meilleure résistance à la dégradation thermique grâce à l'augmentation de TBBS.

Ces observations démontrent l'impact du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques des composés de caoutchouc, en fonction de la teneur en soufre et de la présence

de l'accélérateur TBBS. Elles soulignent ainsi l'importance d'atteindre un équilibre entre la résistance initiale et la durabilité à long terme des matériaux.

IV.2.3. Densité

La densité est une propriété importante pour de nombreux matériaux, le densimètre sert à calculer la densité de chaque version du mélange, et les résultats de ce test sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.6 : Résultats de densité de chaque version du mélange.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
Densité (g/cm ³)	1,116	1,1097	1,1141	1,117	1,1157

IV.2.4. Abrasion

Ce test vise à évaluer et à améliorer la composition des pneus afin de prolonger leur durée de vie et d'optimiser leurs performances. Les résultats de ce test sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.7 : Résultats du test d'Abrasion de chaque version du mélange.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
S(i) 1	1,7544	1,7631	1,7358	1,7577	1,7417
S(i) 2	1,7585	1,7737	1,8275	1,7507	1,7871
S(i) 3	1,7609	1,7707	1,7308	1,7308	1,7343
S(f) 1	1,6923	1,6902	1,673	1,658	1,676
S(f) 2	1,6942	1,7181	1,7661	1,742	1,742
S(f) 3	1,6961	1,7145	1,6736	1,6609	1,679
ΔM_i perdu (g)	0,0637	0,0616	0,0605	0,0594	0,0554
Moyenne V_i perdu (cm ³)	0,6813	0,7066	0,7207	0,7345	0,7892

Indice d'abrasion (%)	-31,87	-29,34	-27,93	-26,55	-21,08
-----------------------------	--------	--------	--------	--------	--------

À travers les différentes versions (de REF à V04) des formulations de composés de caoutchouc, les variations de teneur en soufre et de concentration de TBBS présentent des effets cohérents sur les propriétés de résistance à l'abrasion. Alors que la teneur en soufre augmente de REF à V04, une tendance constante de diminution de la perte de masse et de volume moyens est observée, ce qui indique une amélioration de la résistance à l'abrasion. Ceci est conforme au comportement attendu, car une teneur en soufre plus élevée entraîne généralement une densité de réticulation accrue et des propriétés mécaniques améliorées, notamment la résistance à l'abrasion.

La modification de la concentration de TBBS dans la version V04 vient corroborer ces observations. En examinant son influence spécifique sur la résistance à l'abrasion tout en maintenant la teneur en soufre constante, la réduction observée de la perte de masse et de volume moyens dans V04 par rapport à V03 suggère qu'une concentration plus élevée de TBBS pourrait améliorer la résistance à l'abrasion. Cette observation est cohérente avec le rôle des accélérateurs comme le TBBS, qui peuvent influencer la cinétique de la vulcanisation et la densité de réticulation, avec un potentiel impact sur les propriétés mécaniques finales du composé de caoutchouc.

Dans l'ensemble, les résultats des tests d'abrasion DIN de REF à V04 démontrent les améliorations attendues de la résistance à l'abrasion avec l'augmentation de la teneur en soufre, soulignant l'importance d'optimiser les formulations de composés de caoutchouc pour atteindre l'équilibre désiré entre les propriétés mécaniques et la résistance à l'abrasion pour diverses applications industrielles.

IV.2.5. Dispersion

Le test de dispersion du caoutchouc est réalisé pour assurer la qualité, les performances, la durabilité et la cohérence de production des produits en caoutchouc. Les résultats de ce test sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.8 : Résultats du test de la dispersion de chaque version du mélange.

	Référence	Version 01	Version 02	Version 03	Version 04
X	9,98	9,58	9,9	8,94	9,31
Y	9,98	9,98	9,99	9,98	9,99
Z	99,41	98,78	99,21	97,7	98,35
Surface blanche %	0,2	0,42	0,27	0,8	0,57
Av. Agg. Size	3,67	3,15	3,64	3,33	3,44
SD. Agg. Size	3,19	2,45	2,82	2,67	2,84
Dispersion %	99,2	98,36	98,94	96,9	97,78

Le test de dispersion permet d'évaluer l'homogénéité de la distribution des composants dans un mélange en caoutchouc. On a fait ce test juste pour contrôler ou vérifier que les quantités de soufre additionnées sont bien mélangées (Comportement homogène) et d'après les résultats qu'on a obtenus pour chaque version nous remarquons que la dispersion est optimale.

D'après les résultats du tableau, on constate qu'il y a une bonne dispersion pour toutes les versions du mélange malgré la légère différence enregistrée.

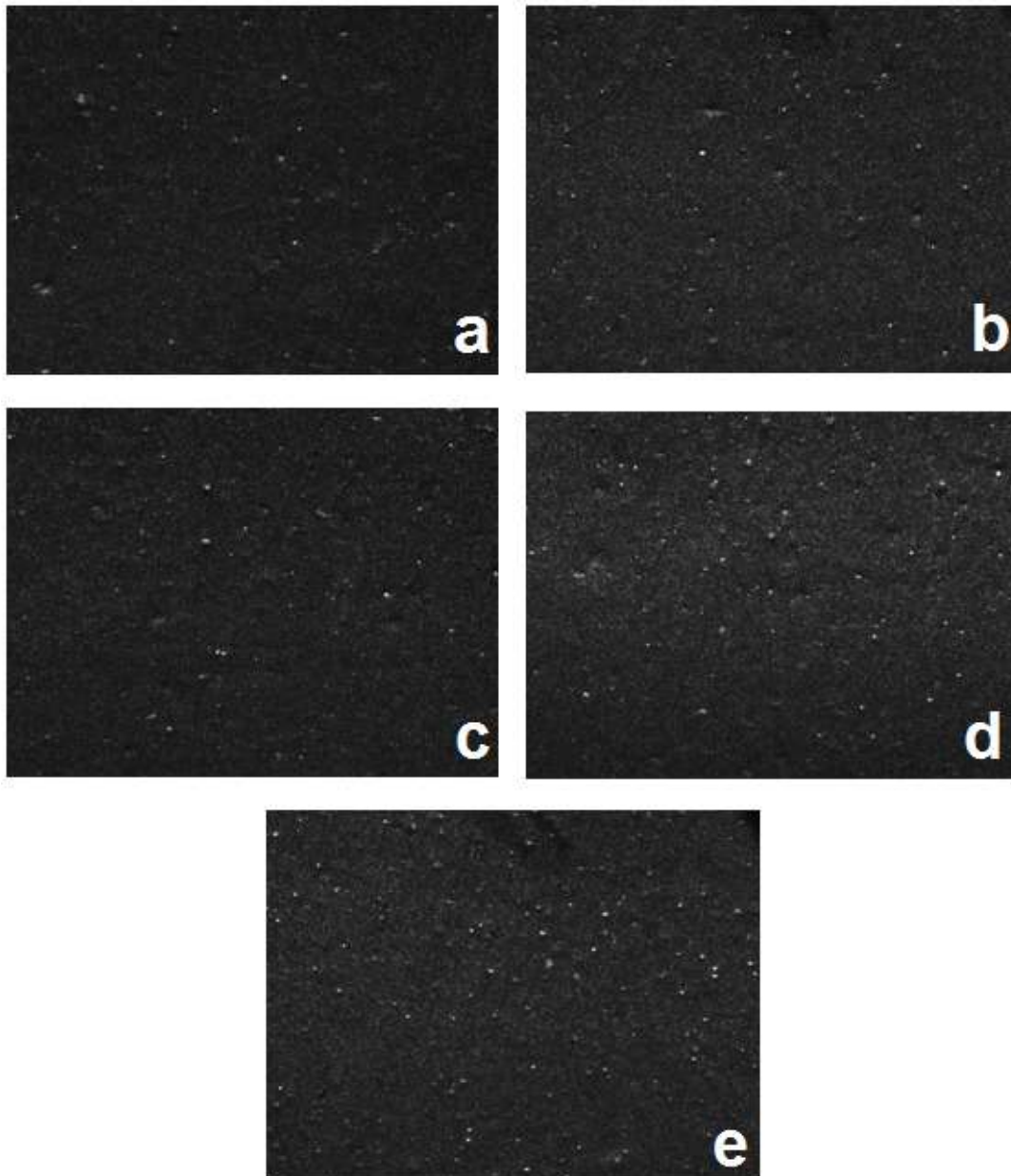


Figure IV.14 : Illustrations pour chaque version a) Référence, b) Version 01, c) Version 02, d) Version 03, e) Version 04.

Conclusion

Dans cette partie nous avons présenté les résultats des différents tests effectués sur les composés de caoutchouc formulés "Référence, Version 01, 02, 03 et 04", ainsi que le rôle crucial du "soufre" en tant qu'agent de vulcanisation et TBBS en tant qu'accélérateur dans la formulation du caoutchouc et leur impact sur les caractéristiques mécaniques du pneumatique.

Conclusion

Conclusion

Dans cette étude, une expérience de terrain a été menée pour découvrir l'effet de différents niveaux de soufre sur les mélanges de caoutchouc naturel utilisé en pneumatique et son influence sur les propriétés rhéologiques et caractéristiques mécaniques, ainsi que la résistance de ce dernier contre le vieillissement thermique.

L'objectif de notre travail était d'étudier l'effet du soufre sur le procédé de vulcanisation et par la suite sur les caractéristiques beaucoup plus mécaniques de la matière première utilisée dans la fabrication des pneus. Nous avons pu constater à la lumière de cette étude que l'application de soufre, en tant qu'agent de vulcanisation, a un effet significatif sur ces propriétés.

Les conclusions les plus intéressantes aux quelles nous aboutissons sont les suivantes :

1. L'augmentation de la quantité de soufre dans une formulation caoutchoutière réduit les déformations, par contre elle augmente la résistance à la traction même après exposition à une température élevée ; ceci est dû à la création de ponts entre le soufre et les molécules constituant le polymère qui confère au produit une densité de réticulation plus élevée.
2. L'augmentation de la quantité de TBBS pourrait éventuellement affecter le comportement de vulcanisation de plusieurs manières, elle peut à la fois accélérer la vulcanisation menant à la réduction des frais du processus et améliorer les caractéristiques mécaniques du produit.
3. Bien que l'augmentation de ces deux paramètres puisse être bénéfique à certaines caractéristiques physiques du produit, elle peut néanmoins agir contre d'autres propriétés ce qui nous mène à déterminer une quantité optimale qui donne à la fois une meilleure résistance à l'usure et un faible coût de production et plus important encore, qu'on peut consommer en toute sécurité et avec sûreté.

Enfin, en clin d'œil à l'environnement :

Il convient de dire que les pneus jouent un rôle crucial dans notre quotidien, assurant la sécurité et la mobilité de millions de véhicules. Leur importance est telle que l'industrie investit massivement dans le développement de pneus plus durables et résistants à l'usure.

Cette quête de performance aboutit à des produits qui, bien qu'indispensables sur les routes, posent un défi environnemental majeur. En effet, l'allongement de la durée de vie des pneus et leur résistance accrue engendrent des matériaux de plus en plus difficiles à décomposer. Par conséquent, ces pneus « indestructibles » finissent souvent par polluer notre planète, s'accumulant dans les décharges et les écosystèmes naturels. Ce paradoxe met en lumière la nécessité de trouver un équilibre entre performance et durabilité écologique, pour protéger à la fois nos routes et notre environnement.

Référence bibliographique

1. Qui sommes-nous ? - IRIS TYRES Algérie. [En ligne] <https://iris-tyres.com/1/qui-sommes-nous/#:~:text=Le%20produit%20IRIS%20est%20un,un%20niveau%20de%20bruit%20r%C3%A9duit..>
2. Sadi, Y, 2022, Stage de découverte et imprégnation. Rapport de stage, Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie - Annaba -
3. Michelin, 22 août 2002, Tout sur le pneu, Livre, Solar, France, Page 111.
4. Mohammedia, Casablanca.
5. Beach. D and Schroeder. J, 2000, « An Overview of Tire Technology World, Pages 44-53.
6. Bernard. M et Cordier. M, 2014, Le guide des pneus, livre, Fine Media, France.
7. INFORMATIONS TECHNIQUES PNEUS GÉNIE CIVIL TRAVAUX PUBLICS ET MINES. PNEUMATIQUE MICHELIN. s.l : Amérique du Nord, 2012.
8. Elastomère ou caoutchouc. Christian huetz, L., Françoise k. France : Encyclopædia Universalis, 2022.
9. Guemaz. N, 2012, Préparation et étude de la stabilité thermique des polyuréthanes, Mémoire de magister, Université de Sétif, Algérie.
10. Elastomers: Definition, Examples, Properties, Types, Application. [En ligne] <https://byjus.com/physics/elastomers/?fbclid=IwAR3RGBQwylTG2yWpwxGRuhlARKidu10r7Tgx4pLmG5bKFmRLkPrio9xn6xU#Properties-of-Elastomers>.
11. Elastomer Properties - Superior Seals. [En ligne] <https://superiorltd.com/materialscience/elastomer-properties/>.
12. Etude du comportement mécanique pour différentes température d'un élastomère: caractérisations expérimentale et numérique. Bretagne : Thèse doctorat, 2010.

13. A.K. Bohwmick, H.L. Stephens, "Handbook of Elastomers" 2nd ed., NY, Basel: Marcel-Dekker Inc., 2001, pp.3-7.
14. Ebewele, Robert O. Polymer Science And Technology. New York : CRC Press LLC, 2000. 95-32995.
15. Saoud Kamal. Caoutchouc | Chimie des polymères - Scribd. [En ligne] <https://www.scribd.com/document/500432478/Caoutchouc>.
16. Brydson, J. A. Rubber Chemistry. s.l. : Matador rubber s.r.o, 2007.
17. Youness, Labkiri Asma and Hamdi. Conception et Méthode de Formulation du Caoutchouc. 2020.
18. Catégories de caoutchouc. [En ligne] https://www.caoutchouc.qc.ca/categories_caoutchouc.php.
19. DTechnicalNote-Vulcanization-Dec10 |. Mesra : Birla Institute of Technology, 2018.
20. B.8 LE PNEUMATIQUE - MECAMOTORS. [En ligne] https://mecamotors.instantanes.net/b_partie_cycle/08_pneumatique/pneuma01.html#1.
21. Agent de vulcanisation. [En ligne] <https://fr.actmix-chemicals.com/vulcanizing-agent/>.
22. Le pneu cet inconnu - Les matériaux. [En ligne] <https://toutsurlepneu.michelin.com/lepneu-cet-inconnu-les-materiaux>.
23. Tout sur le pneu. Clermond Ferrand : Manufacture française des pneumatiques Michelin, 2002.
24. P. Sae-oui, Uthai Thepsuwan, K. Hatthapanit. Effect of curing system on reinforcing efficiency of silane coupling agent. s.l. : Polymer testing, 2004. 397–403.
25. Sung Seen Choi, Gyunggoo Cho. Influence of 1,2-unit contents on retraction behaviors of SBR vulcanizates. s.l. : Journal of Polymer Research, 2006. 4707–4711.
26. Determination of mechanical properties of silica compounds. NICHETTI, D. s.l. : European Polymer Journal, 2004. 2401–2405.
27. Comparison of reinforcing efficiency between Si-69 and Si-224 in an efficient vulcanization system. P. SAE-OUI, C. SIRISINHA, K. HATTHAPANIT, U. THEPSUWAN. s.l. : Polymer Testing, 2005. 439–446.

28. René Benoit, Michel Gou and all. Etude exploratoire sur les phénomènes d'éclatement et d'explosion des pneu de camions lourds. Montréal, Quebec : IRSST, 2006.

29. acide stéarique. [En ligne] <https://mateossl.es/acide-stearique2/?lang=fr&fbclid=IwAR3oImNPFhYQ61wPtVhqAeZX0rNOIfXH0x9uxrJhq3bHi68lGB8Lv hmK2tU>.

30. Le noir de carbone . s.l. : L'actualité Chimique, 2015.

31. Uses of Carbon Black — ICBA. [En ligne] <https://www.carbon-black.org/uses-of-carbonblack>.

32. Noir de carbone - L'Élémentarium. [En ligne] <https://lelementarium.fr/product/noir-decarbone/>.

33. Huetz de Lempis, C et Katzanevas, F. Élastomères ou caoutchoucs. [En ligne] 2012. <http://www.universalisedu.com.ezproxy.bibl.ulaval.ca/encyclopedie/elastomerescaoutchoucs/>.

34. Plastifiant. [En ligne] https://stringfixer.com/fr/Plasticiser?fbclid=IwAR0yU0u6jE2hQyjGYBqhjdYpGUpvXhCRNwUTlxct0Ai_ol5seNI626YHZI.

35. Bennani, Amine. Elaboration, comportement et durée de vie en fatigue du caoutchouc naturel renforcé du silice. Paris : École Nationale Supérieure des Mines, 2006.

36. Lubrifiants pour tréfilage des fils renfort métallique du caoutchouc. [En ligne] <https://www.condat.fr/domaine/fils-cables-aciers/fils-renfort-metallique-caoutchouc/>.

37. Composition pneus auto - Euromaster. [En ligne] <https://www.euromaster.fr/particulier/pneu/tout-sur-le-pneu-auto/composition-pneu-auto>.