

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -

Tasdawit Akli Muḥend Ulḥağ - Tubirett -



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة أكلي محمد أولحاج  
- البويرة -

## Département de Technologie Chimique Industrielle

### Mémoire de Master

En vue de l'obtention du diplôme  
de Master professionnel en:  
**Génie de la Formulation**

### Thème :

*Effet des agents de liaison Résorcinol  
Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-  
mélamine sur l'adhérence du caoutchouc  
et textile trempé*

#### Réalisé par :

M<sup>elle</sup> ABOUZOU Fatma

M<sup>elle</sup> LATLI Bouchra

#### Encadrée par :

M<sup>me</sup> AICHOOR Amina

Maître de Conférences classe A (IT, Univ-Bouira)

#### Tuteur de l'entreprise :

M<sup>r</sup> BOUHMILA Ilyes

Chef de laboratoire de l'entreprise IRIS Pneumatique –Sétif-

#### Soutenu devant le jury :

Présidente : M<sup>me</sup> IGGUI Kahina

Maître de Conférences classe A (IT, Univ-Bouira)

Examinatrice : M<sup>me</sup> HAMIDOUCHE Sabiha

Maître de Conférences classe B (IT, Univ-Bouira)

Année Universitaire : 2023/2024

## **Remerciements**

*Nous remercions tout d'abord Allah le tout puissant pour la volonté la santé et la patience qu'il nous a données pour terminer ce travail de recherche.*

*Ce ne sont pas des mots si personnels soient-ils qui arriveront à exprimer nos gratitude et nos remerciements et nos reconnaissances à monsieur **Ilias** et **Imed** qui nous ont formé et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience, nous remercions toute l'équipe de laboratoire de IRIS pour les conseils au cours de ce stage.*

*Nous voudrions aussi exprimer mes vifs remerciements à notre encadreur Mme **AICHOUB Amina** d'avoir accepté d'encadrer ce mémoire. Pour tous ses commentaires, son aide et ses encouragements, surtout pendant ces derniers jours. Elle a également contribué, par ses remarques et suggestions, à améliorer la qualité de ce mémoire, sa sollicitude, sa disponibilité et ces conseils précieux. Sans ses orientations et ses suggestions les plus inestimables, ce mémoire n'aurait jamais pu voir le jour.*

*Nous voudrions exprimer nos reconnaissances envers les amis et collègues qui nous ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de notre démarche.*

*Dédicaces*

Je dédie ce modeste travail :

A mes parents pour leurs : tendresses, affections, encouragements et patiences.

A mes chers grands parents

A mes très chères sœurs

A mes familles : ABOUZOU et OKBAOUI

A tous mes amies : Bouchra, Fatima, Hanane, Ouidjedene et Somia, pour les bons et les difficiles moments qu'on a passé ensemble.

**Fatma**

*Dédicaces*

Je dédie ce travail,

*A ma très chère mère*

Pour son amour, ses encouragements et ses sacrifices.

*A mon très cher père*

Pour son soutien, son affection et la confiance qu'il m'a accordé.

A mes chères sœurs *Yessmin, Rayane, Wissal, Malak, Selsabil, Sabra* pour leurs encouragements, et leur soutien moral.

A mes chères amies *Soumaia, Fatima, Ouidjene, Hanane, Fatma* pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.

**Bouchra**

## Sommaire

### **Remerciements**

### **Dédicaces**

Liste d'abréviations

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Introduction générale.....1

### **Chapitre I : Généralités sur les pneus**

I.1.	Introduction.....	2
I.2.	Historique.....	2
I.3.	Définition d'un pneu .....	3
I.4.	Types des pneus .....	4
I.5.	Composition d'un pneu.....	5
	I.5.1. Nappes.....	5
	I.5.2. Tringle .....	5
	I.5.3. Bandages .....	5
	I.5.4. Flancs .....	5
	I.5.5. Épaule.....	6
	I.5.6. Bande de roulement.....	6
	I.5.7. Lamelle et rainure.....	6
I.8.	Marquage des pneus.....	6
I.9.	Processus de fabrication des pneus .....	7
	I.9.1. Mixage.....	7
	I.9.2. Composant et calandrage.....	7
	I.9.3. Cuisson.....	9
	I.9.4. Contrôle qualité de produit final .....	9
I.10.	Durée de vie des pneus.....	10
I.11.	Recyclage des pneus .....	10
I.12.	Impact sur l'environnement .....	10
I.13.	Conclusion .....	11

### **Chapitre II : Matériaux pour la formulation des pneus**

II.1.	Introduction .....	12
II.2.	Matériaux pour la formulation des pneus .....	12
	II.2.1. Caoutchouc .....	12
	II.2.1.1. Caoutchouc naturel.....	13

II.2.1.2. Caoutchouc synthétique .....	13
II.2.2. Agents de vulcanisation .....	14
II.2.3. Charges de renforcement .....	16
II.2.4. Accélérateur .....	17
II.2.5. Activateur.....	18
II.2.6. Plastifiants.....	19
II.2.7. Anti-dégradants.....	20
II.2.8. Fil métallique .....	20
II.2.9. Fibres textiles .....	21
II.2.10. Agents de liaison.....	22
II.2.10.1. Résorcinol formaldéhyde .....	22
II.2.10.2. Hexa-methoxy-methyl-melamine.....	23
II.3. L'adhésion .....	23
II.3.1. L'effet de la température et l'humidité sur l'adhésion.....	24
II.4. Conclusion .....	25
<b><i>Chapitre III : Matériels et méthodes</i></b>	
III.1. Introduction .....	26
III.2. Présentation de l'entreprise IRIS pneumatique .....	26
III.3. Formulations.....	28
III.4. Préparation des formules .....	30
III.4.1. Première stage .....	30
III.4.2. Deuxième stage.....	32
III.4.3. Stage final .....	32
III.5. Effet des agents liants Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textile .....	33
III.5.1. Analyse physico-chimique par Infrarouge à transformé de Fourier .....	33
III.5.2. Viscosité Mooney .....	33
III.5.3. Processus de vulcanisation .....	35
III.5.4. Traction.....	35
III.5.4.1. Cuisson de la couche.....	35
III.5.5. Dureté .....	38
III.5.6. Densité .....	38
III.5.7. H Test .....	39
III.5.7.1. Effet de la température sur l'adhésion pour les formules préparées .....	41

---

**Chapitre IV : Résultats et discussions**

IV.1. Introduction.....	42
IV.2. Effet des agents de liaison Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl- mélamine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textile trempé.....	42
IV.2.1. Analyse physico-chimique Infrarouge à transformé de Fourier.....	42
IV.2.2. Viscosité Mooney.....	43
IV.2.3. Processus de vulcanisation.....	45
IV.2.4. Traction.....	46
IV.2.5. Dureté.....	47
IV.2.6. Densité.....	48
IV.2.7. L'adhésion.....	48
Conclusion générale.....	50
Références bibliographique.....	51

*Liste des Figures*

<b>Figure I.1.</b> Evolution de pneumatique.....	4
<b>Figure I.2.</b> Un pneu. ....	4
<b>Figure I.3.</b> Structure d'un pneu. ....	6
<b>Figure I.4.</b> Marquage d'un pneu.....	7
<b>Figure I.5.</b> Schéma représentatif d'un malaxeur (gauche), Produit finale du mixage (droite). 8	
<b>Figure I.6.</b> Machine de processus calandrage .....	9
<b>Figure I.7.</b> Machine TBM. ....	9
<b>Figure I.8.</b> Pneu sortie du moule .....	10
<b>Figure I.9.</b> Contrôle de qualité par la machine ZF .....	11
<b>Figure I.10.</b> Procédé de recyclage des pneus. ....	12
<b>Figure I.11.</b> Pollution des pneus.....	12
<b>Figure II.1.</b> Latex .....	14
<b>Figure II.2.</b> Poly-isoprène .....	14
<b>Figure II.3.</b> Les conformations « cis » et « trans ».....	15
<b>Figure II.4.</b> Illustration de la formation du caoutchouc styrène-butadiène (SBR).....	16
<b>Figure II.5.</b> Vulcanisation. ....	17
<b>Figure II.6.</b> Noir de Carbone.....	18
<b>Figure II.7.</b> N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfénamide (CBS). ....	19
<b>Figure II.8.</b> Réaction de vulcanisation de caoutchouc .....	20
<b>Figure II.9.</b> Structure chimique de l'acide octadécanoïque. ....	20
<b>Figure II.10.</b> Les huiles TDAE. ....	21
<b>Figure II.11.</b> Fil métallique. ....	23
<b>Figure II.12.</b> Unité de répétition constitutionnelle unique d'une chaîne de PET. ....	24
<b>Figure II.13.</b> Réaction chimique de la formation de Résorcinol-Formaldéhyde.....	25
<b>Figure II.14.</b> Structure chimique de l'agent de liaison Hexa-methoxy-methyl-melamine .....	25
<b>Figure II.15.</b> L'adhésion entre Résorcinol et Latex .....	26
<b>Figure III.1.</b> Localisation géographique de l'entreprise IRIS de Sétif.....	28
<b>Figure III.2.</b> Fiches techniques des types des pneus fabriqués par IRIS.....	29
<b>Figure III.3.</b> Matières utilisées dans la formulation.....	31
<b>Figure III.4.</b> Constituants de mélange (stage 01).....	32
<b>Figure III.5.</b> Schéma représentatif du principe de fonctionnement d'un mélangeur interne ..	33

<b>Figure III.6.</b> Mélange obtenu après mixage interne.....	33
<b>Figure III.7.</b> Mélange (forme tapés) obtenu après mixage externe.....	34
<b>Figure III.8.</b> Viscosimètre Mooney et son rotor. ....	35
<b>Figure III.9.</b> Echantillons de Mooney test. ....	36
<b>Figure III.10.</b> Echantillons avant et après le test MDR. ....	37
<b>Figure III.11.</b> Echantillonnage des formules avant et après la cuisson de la couche.....	38
<b>Figure III.12.</b> Test de la traction. ....	38
<b>Figure III.13.</b> Machine de la traction. ....	39
<b>Figure III.14.</b> Allure de l'évolution de la déformation d'une éprouvette états initial et rupture. .....	39
<b>Figure III.15.</b> Duromètre.....	40
<b>Figure III.16.</b> Densimètre.....	41
<b>Figure III.17.</b> Direction de la force appliquée sur l'échantillon. ....	41
<b>Figure III.18.</b> Etapes de préparation de l'échantillon. ....	42
<b>Figure III.19.</b> L'échantillon dans la presse et après la cuisson (vulcanisation) .....	42
<b>Figure III.20.</b> Dispositif d'essai et l'échantillon après le test. ....	42
<b>Figure IV.1.</b> Spectres infrarouges des formules préparées .....	43
<b>Figure IV.2.</b> Histogramme représentatif des viscosités des formules préparées... ..	44
<b>Figure IV.3.</b> Courbes de vulcanisation.....	45
<b>Figure IV.4.</b> Histogramme représentatif des valeurs de la dureté pour les quatre formules préparées.....	47

*Liste des Tableaux*

<b>Tableau I.1.</b> Types des pneus et ses principaux caractéristiques. ....	5
<b>Tableau II.1.</b> Quelques exemples de caoutchouc synthétique. ....	15
<b>Tableau III.1.</b> Quantités des différents constituants de la formulation pour trois stages de préparation.....	31
<b>Tableau III.2.</b> Quantités de Résorcinol Formaldéhyde ajoutées dans la deuxième formulation. ....	34
<b>Tableau III.3.</b> Quantités de sulfure et le HMMM ajoutées dans ce stage.....	35
<b>Tableau IV.1.</b> Viscosité des formules préparées dans chaque étape de préparation.....	43
<b>Tableau IV.2.</b> Caractéristiques de processus de vulcanisation. ....	45
<b>Tableau IV.3.</b> Résultats de Traction.....	46
<b>Tableau IV.4.</b> Résultats de paramètre dureté. ....	47
<b>Tableau IV.5.</b> Densités des formules préparées. ....	48
<b>Tableau IV.6.</b> Forces d'adhérence entre le textile et le caoutchouc pour les deux types de textile.....	48

***Liste des Abréviations***

**ASTM:** Société américaine pour les tests et les matériaux

**BIT:** Temps d'incorporation du noir

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

**CN:** Caoutchouc Naturel

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

**HMMM :** Hexamethoxymethylmelamine

**IIR :** Butyle

**ISO :** Organisation internationale de Normalisation

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

**MOD :** Module (Modules)

**NBR :** Nitrile

**NR :** Caoutchouc naturel

**RFL :** Le résorcinol formaldéhyde Latex

**PCR:** Passenger Car Radial

**pH:** pH-mètre

**PHR:** Parties par centaine de caoutchouc

**SBR:** Caoutchouc styrène-butadiène

**TBM :** Machine de fabrication des pneus

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

**TDAE :** Distillat Traité Extrait Aromatique

**TC :** Temps de cuisson

**TSR 10 :** Caoutchouc techniquement spécifié

# **Introduction générale**

## **Introduction générale**

L'industrie de pneumatique, utilise, les caoutchoucs naturels renforcés en noir de carbone et vulcanisé en soufre; cette incorporation permet d'améliorer les caractéristiques physico-chimiques, et mécaniques de ces élastomères. Cette amélioration confère au produit final les caractéristiques visées pour une telle utilisation, à titre d'exemple, une résistance à la température, à la rupture et aux conditions météorologiques.

Les Caoutchoucs sont des polymères, qui ont des caractéristiques structurales et texturales importantes [1]. Les caoutchoucs sont utilisés à différentes secteurs industriels, précisément, l'industrie pneumatique.

L'objectif principal de notre mémoire qui porte sur l'effet des agents de liaison Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine sur l'adhésion du caoutchouc et du textile est de comprendre le mécanisme de la réticulation de caoutchouc naturel et synthétique avec les différents autres matériaux de la recette pour obtenir un caoutchouc de bonne propriétés texturales et structurales soit physiques ou mécaniques. Ces deux agents jouent un rôle crucial dans le renforcement et de la réticulation et par la suite dans l'amélioration des matériaux caoutchouteux.

Ce mémoire se répartie en quatre chapitres, nous avons commencées, tout d'abord, par une introduction générale, où nous avons montrées le lieu de stage, le thématique de notre étude, la problématique et les objectifs visés de notre étude.

Une partie bibliographique, qui rassemble deux chapitres, un sur des généralités sur les pneus et un autre sur les matériaux utilisés dans la recette des mélanges caoutchouteux que nous allons les préparés dans la partie expérimentale.

Une partie expérimentale, se compose en deux chapitres, un chapitre sur Matériels et méthodes utilisés au cours de notre stage, tout d'abord, nous avons préparées quatre formules, une formule, sans les deux agents de liaison, deux formules, avec un agent de liaison dans chacune et une dernière formule où nous avons introduit les deux agents de liaison ensemble pour avoir l'effet de ces agents sur l'adhérence entre le caoutchouc et le textile. Des tests physiques, rhéologiques et mécaniques ont été faits sur les quatre formules pour déterminer les caractéristiques des matériaux préparés.

Un deuxième chapitre de Résultats et discussions, où nous avons présentées, les principaux résultats obtenus pendant le stage, une interprétation détaillée de ces résultats est donnée par la suite. Nous avons terminées, cette par une conclusion.

# **Partie**

# **Bibliographique**

# **Chapitre I :**

## **Généralités sur les pneus**

## **Chapitre I : Généralités sur les pneus**

### **I.1. Introduction**

Le thématique de notre mémoire s'intervient dans le domaine de pneumatique, ces pour cette raison, nous avons consacré ce chapitre pour donner des informations sur les pneus.

### **I.2. Historique**

L'histoire du pneu a commencée il y a environ deux siècles. Au début des années 1800, Charles McIntosh expérimente le latex, la sève d'un arbre du bassin amazonien d'Amérique du Sud. Le latex est étudié dans ce pays après que explorateurs ont vu des Indiens utiliser des feuilles de « caoutchouc » comme imperméabilisant. C'est en 1839 que Charles Goodyear découvre qu'en ajoutant du soufre au latex fondu, on obtient les propriétés d'élasticité et de résistance tant recherchées. Ce nouveau caoutchouc vulcanisé est d'abord utilisé comme « pneus amortisseurs » pour les voitures et les cycles.

Ainsi, en 1888, l'Écossais John Boyd Dunlop, qui cherchait un moyen de rendre la bicyclette de son fils plus efficace, décida de l'équiper d'un pneumatique. La découverte de Dunlop n'est pas sans susciter la controverse. À son insu, un autre Écossais, Robert William Thomson, avait déjà breveté un pneu en caoutchouc en 1845. Dunlop s'est battu et a gagné une bataille juridique avec Thomson et a créé la célèbre société Dunlop Rubber Company.

Bien que Thompson ait été plus rapide, c'est la conception du pneu par Dunlop qui lui a permis de revendiquer l'invention du pneu. Malheureusement, Dunlop a vendu le brevet et l'entreprise trop tôt. Fin 1891, deux ingénieurs agronomes de Clermont-Ferrand, dans le centre de la France, inventent le premier pneu démontable. Les frères André et Édouard Michelin commercialisent leurs idées avec beaucoup de succès.

Quelques années plus tard, W.E. Barlett invente un pneu et une jante détachables. Dans le même temps, Welch, en collaboration avec la nouvelle société Dunlop, invente quelque chose qui rappelle les roues et les pneus modernes. C'est en 1915 que la Palmer Tyre Company de Detroit fait un grand pas en avant. Elle crée le premier « cordon » recouvert de caoutchouc et fabrique le premier « pneu à corde ».

En 1937, les câbles en acier sont introduits pour la première fois dans la fabrication de pneus pour camions.

Enfin, en 1947, le premier pneu radial voit le jour, un pneu qui a révolutionné le monde de l'automobile. Ce nouveau type de pneu a une longue durée de vie et une moindre résistance au roulement, ce qui augmente le kilométrage d'un véhicule.

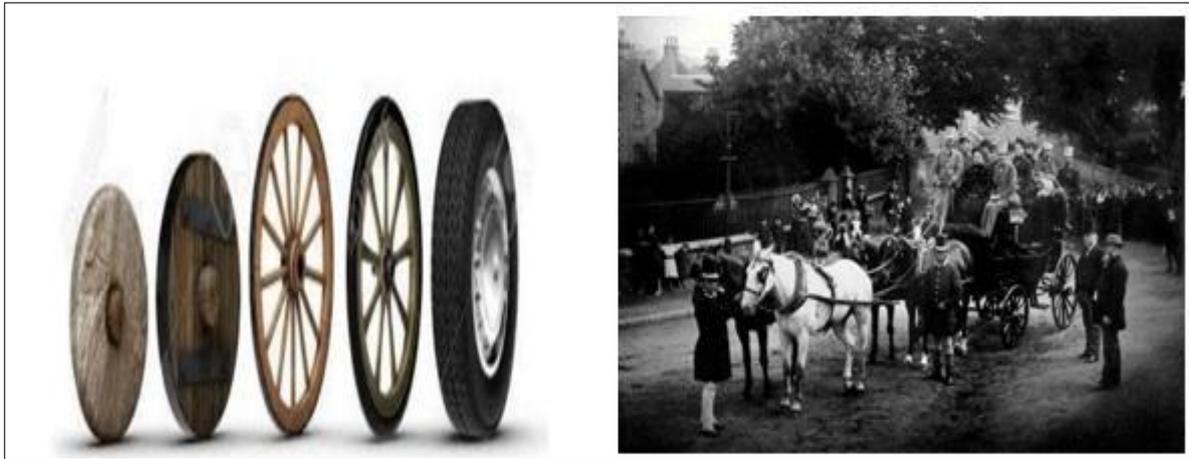


Figure I.1. Evolution de pneumatique.

### I.3. Définition d'un pneu

Le mot « *pneu* » vient du mot pneumatique, Les pneus initialement fabriqués à partir de caoutchouc naturel, après, une révolution a été introduit dans ce domaine, et ces pneus ont devenu préparés à partir des centaines des matières premières, chacune leur conférant des propriétés spécifiques. Autrement dit, Les pneus sont des solides toriques flexibles constitués de caoutchouc et d'autres matériaux textiles et/ou métalliques [2]. ces pneus doivent avoir des propriétés précises telles que :

- La durabilité ;
- La sécurité ;
- La résistance à l'abrasion ;
- La faible résistance au roulement.



Figure I.2. Un pneu.

## I.4. Catégories des pneus

La variété des véhicules, ainsi que, la variété d'utilisation et des conditions d'utilisation, nécessite la création de plusieurs types de pneus [3], les principaux types sont cités dans le Tableau I.1

**Tableau I.1.** Types des pneus et ses principaux caractéristiques.

Type de pneu	Caractéristiques	Schéma représentatif des types des pneus
<b>Sportif/performance /été</b>	Ils sont conçus pour améliorer l'adhérence et la maniabilité du véhicule. Ils sont faits de caoutchouc plus souple Conçu pour offrir une adhérence maximale à grande vitesse par temps sec ou humide.	
<b>Neige / hiver</b>	Le caoutchouc des pneus ordinaires commence à durcir lorsque la température descend en dessous de 7°C. Les pneus neige/hiver ont une surface de contact plus grande et une bande de roulement plus large et plus prononcée que les pneus standard.	
<b>Temps humide</b>	Les pneus pluie sont spécialement conçus pour résister à la pluie et à l'humidité.	
<b>Toutes les saisons</b>	Comme leur nom l'indique, ces pneus conviennent à toutes les saisons, même s'ils ne sont pas forcément les plus efficaces par temps très sec ou humide et sur glace ou mouillés, mais ils peuvent être utilisés la majeure partie de l'année.	

## I.5. Composition d'un pneu

Un pneu est un système complexe qui se compose à partir d'une variété des matières. Les caoutchoucs ou les dérivés de caoutchouc sont les polymères les plus utilisées dans la fabrication des pneus, ces derniers représentent un pourcentage de plus de 90% de la composition totale des pneus.

La structure d'un pneu est montrée dans l'illustration ci-dessous :

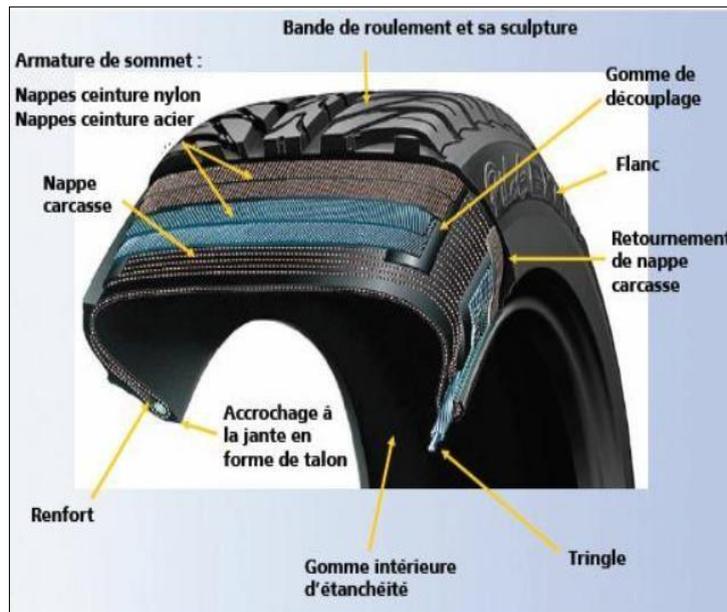


Figure I.3. Structure d'un pneu.

Les constituants de pneu sont [4] :

### I.5.1. Nappes

Ils sont des textiles sous forme couche, ils sont la base du cadre du pneu, ils rendent le pneu flexible mais pas élastique.

### I.5.2. Tringle

Les tringles sont constituées d'une tresse de fil d'acier à haute résistance recouvert de caoutchouc, son rôle est de minimiser l'étanchéité à l'air.

### I.5.3. Bandages

Des pneus en acier sont placés sur les bords des pneus pour plus de résistance et de rigidité. Ils se présentent sous la forme d'un fil d'acier tressé recouvert de caoutchouc.

### I.5.4. Flancs

La stabilité latérale d'un pneu est assurée par les flanc. C'est également ici que se trouvent les informations pertinentes sur la construction des pneus.

### I.5.5. Épaule

Les épaules des pneus sont des composants cruciaux qui jouent un rôle important dans les performances en virage des pneus.

### I.5.6. Bande de roulement

Les bandes de roulement sont des compositions importantes car, ils offrent amorti et adhérence. Les critères de la conception de ces derniers montrent des caractéristiques et des performances souhaitables.

### I.5.7. Lamelle et rainure

Les pavés sont désignés pour éloigner soit l'eau, soit la neige ou la boue. Les lamelles sont des coupures dans les pavés qui confèrent une adhérence. C'est un composant crucial pour les pneus conçus pour la neige.

## I.8. Marquage des pneus

On distingue des informations sur n'importe quel type de pneus, ce dernier s'appelle marquage. Ces informations sont utiles car elles précisent les propriétés des pneus. Ces messages habituellement utilisé lors du changement de pneus. Les principales informations fournissent par le marquage d'un pneu sont : la résistance à la chaleur, la charge maximale, et la vitesse maximale d'un pneu. La variation de ces facteurs ne permet pas de prévoir d'une manière précise la durée de vie d'un pneumatique [4].



Figure I.4. Marquage d'un pneu.

## I.9. Processus de fabrication des pneus

La fabrication des pneus passe par quatre principales étapes qui sont le mixage, calandrage, cuisson et contrôle de qualité. A chaque étape, des procédures spécifiques doivent être suivies afin d'assurer, la qualité et la sécurité des pneus [5].

### I.9.1. Mixage

La première étape de la fabrication des pneus consiste en un mixage des matériaux de la recette, généralement cette opération génère plus de 200 kilogrammes de caoutchouc à une courte durée. Le mélangeur est un réacteur, se forme d'un récipient de mélange et contient également un rotor qui est le responsable de la décomposition de différentes constitutions et également responsable de mélange de ces ingrédients, la température de mixage peut être de l'ordre de 160-170 °C.

Des ingrédients sont ajoutés à la dernière étape de mélange, la température est maintenue dans la gamme 100-110 °C, Le dépassement de cette température peut générer des brûlures.

A la fin de mixage, le récipient de mélangeur sera vidé, et le mélange passera à des étapes supplémentaires.

Le mélange se passe par des appareils pour construire des feuilles continues qui s'appellent des pat. Il est ensuite déplacé vers d'autres zones et préparé pour être assemblé sur des palettes [5].



**Figure I.5.** Schéma représentatif d'un malaxeur (gauche), Produit finale du mixage (droite).

### I.9.2. Composant et calandrage

Le processus de calandrage consiste à presser un composé de caoutchouc sur ou dans des câbles dont l'objectif est de produire des nappes de finition ou de carcasse.

La calandre est un appareil de génération des feuilles, sa principe repose sur le tour des rouleaux à des sens opposés [5].

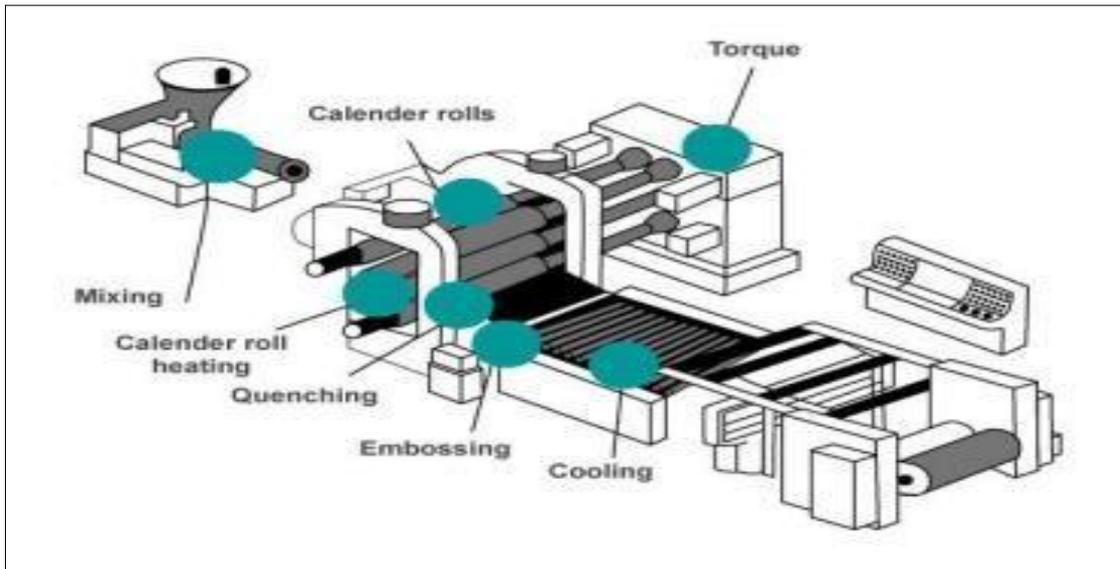


Figure I.6. Machine de processus calandrage.

Les pneus sont prêts à être fabriqués par des machines TBM hautement robotisées, TBM signifie Tire Building Machine, garantissant la qualité et l'efficacité de produit final.

La construction d'un pneu commence par l'assemblage de tous les composants. Un pneu radial typique est construit sur un tambour plat à deux étages. Dans un premier temps, enroulez la couche de doublure autour du tambour et enroulez la première couche de corps par-dessus, puis la deuxième couche. L'ensemble de billes est ensuite positionnées et les poches d'air sur le tambour se gonflent et poussent depuis les deux extrémités du tambour, forçant la couche de carcasse à se retourner pour recouvrir l'ensemble de billes. Appuyez ensuite sur la partie de la paroi latérale des deux côtés. Le produit de cette étape est appelé Green [5].

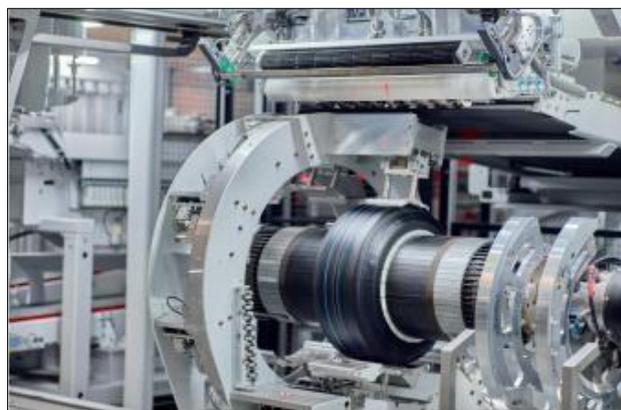


Figure I.7. Machine TBM.

### I.9.3. Cuisson

Le durcissement se fait par moulage et par l'introduction de plusieurs réactions chimiques. Les pneus bruts sont recouverts d'un liquide antiadhésif qui les empêche de coller au film ou au moule. La vulcanisation des pneus est une opération par lots réalisée à des températures élevées (200 à 205 degrés Celsius) et à des pressions élevées (environ 16 bars), au cours de laquelle les pneus non vulcanisés sont moulés sous une température pendant 10 minutes, puis retiré.



Figure I.8. Pneu sortie du moule.

### I.9.4. Contrôle qualité de produit final

Le contrôle qualité final comprend :

- Une vérification visuelle, les pneus ne doivent pas de corps étrangers. Un test aux rayons X afin de retirer les défauts internes.
- Un test de la forme, la rigidité et l'hétérogénéité des pneus se fait à la dernière étape.
- Un test de confort de conduite et de la sécurité.
- une vérification de la structure transversale du pneumatique pour s'assurer que le pneu est conforme à normes exigées.



Figure I.9. Contrôle de qualité par la machine ZF.

## I.10. Durée de vie des pneus

La durée de vie est un facteur important qui représente la durée d'utilisation au-delà duquel une propriété du matériau atteint un seuil conventionnellement défini.

Étant donné que les pneus sont fabriqués à partir de caoutchouc, qui changent au cours du temps, en raison de nombreux facteurs tels que le climat, la température, l'humidité, les performances le long de l'utilisation et les pressions subies au cours du processus (charge, vitesse, pression de gonflage, dommages dus aux conditions routières [6].

## I.11. Recyclage des pneus

Le recyclage des pneus est le processus de conversion des vieux pneus en fin de vie ou indésirables en un matériau pouvant être utilisé dans de nouveaux produits. Les pneus en fin de vie deviennent généralement des candidats au recyclage quand ils ne fonctionnent plus en raison d'usure ou de dommages, et qu'ils ne peuvent plus être rechapés ni rainurés. Les étapes du processus de recyclage des pneus usagés [4]:

- Le pré-broyage de ces derniers pour la production de déchetât ou des chips de pneus (environ 50 x 50 mm).
- La granulation sur une presse à filtre plate/ le broyeur granule.
- La séparation de fer et la classification de différentes fractions de caoutchouc.
- Le nettoyage des granulés.

La Figure I.10, montre le processus de recyclage des pneus.



Figure I.10. Procédé de recyclage des pneus.

## I.12. Impact sur l'environnement

Le développement industriel connu ces dernières années a conduit à des problèmes environnementaux sérieux, grâce à la mauvaise gestion des déchets industriels à la mauvaise

répartition des zones d'activités notamment industrielles, qui ont rarement pris en considération la donne environnementale.



**Figure I.11.** Pollution des pneus.

L'impact environnemental des pneus déchiquetés lorsqu'ils sont utilisés mélangés à du sable pour la construction de remblais a été évalué. Par ailleurs, les analyses éco-toxicologiques n'ont pas révélé aucune toxicité de ce matériau. Dans ce but, des analyses physico-chimiques et éco-toxicologiques ont été réalisées, en considérant le matériau comme mis en œuvre ou les résidus après incendie [7].

### **I.13. Conclusion**

Ce Chapitre a été réservé pour la récapitulation des informations sur le pneumatique. Au premier temps nous avons présenté les types et les compositions d'un pneu, puis nous avons entamé l'industrie des pneumatiques et ses utilités, ensuite nous avons déterminées l'impact des pneus sur l'environnement.

**Chapitre II :**  
**Matériaux pour la**  
**formulation des pneus**

## **Chapitre II : Matériaux pour la formulation des pneus**

### **II.1. Introduction**

La formulation des pneus repose sur la combinaison d'une variété de matériaux dont le rôle de chacun est important, et leur absence peut affecter les propriétés visées. Nous allons présenter dans ce deuxième chapitre les matériaux utilisables dans la formulation des pneus.

### **II.2. Formulation des pneus**

La formulation est un processus qui nécessite l'introduction d'une variété des matériaux à différentes quantités. Cette préparation et la variété des matériaux est dans le but de construire un matériau avec des propriétés visées en mettant en considération différents facteurs qui peuvent influencer sur ces pneus. Les principaux matériaux de la recette de formulation des pneus sont présentés en détails en suite.

#### **II.2.1. Caoutchouc**

Le caoutchouc est un polymère de type élastomère provient de nombreux types de plantes. Ce liquide est blanchâtre et peut être plus ou moins visqueux [8]. Il est une ressource véritablement renouvelable, provient principalement des pays d'est de l'Asie [9].

Les caractéristiques techniques du caoutchouc, telles que l'étanchéité, l'élasticité, la souplesse, la capacité à absorber les chocs, ainsi que son isolation phonique et électrique, en font un produit essentiel pour de nombreux secteurs industriels.



**Figure II.1.** Latex.

### II.2.1.1. Caoutchouc naturel

Le caoutchouc naturel a été décrit scientifiquement pour la première fois par Charles-Marie de La Condamine et François Fresneau, deux Français, après une expédition en Amérique du Sud en 1735. L'Anglais Joseph Priestley a introduit le terme "caoutchouc" en 1770 après avoir découvert que ce matériau pouvait effacer les marques de crayon.

Après la découverte de processus de vulcanisation, le caoutchouc est devenu un grand succès commercial. Le premier élastomère largement utilisé était le poly-isoprène, le principal composant du caoutchouc naturel [10].

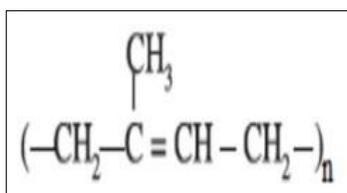


Figure II.2. Poly-isoprène.

### II.2.1.2. Caoutchouc synthétique

Dans les années 1950, BF Goodrich et Goodyear ont découvert comment synthétiser le polymère du caoutchouc naturel, à savoir le 1,4-cis-poly-isoprène. Toutefois, ce polymère n'est pas le même que le polymère 1,4-cis poly-isoprène présent dans le caoutchouc synthétique qui contient également d'autres structures chimiques polymères telles que le 3,4 et le trans-1,4-polyisoprène [10].

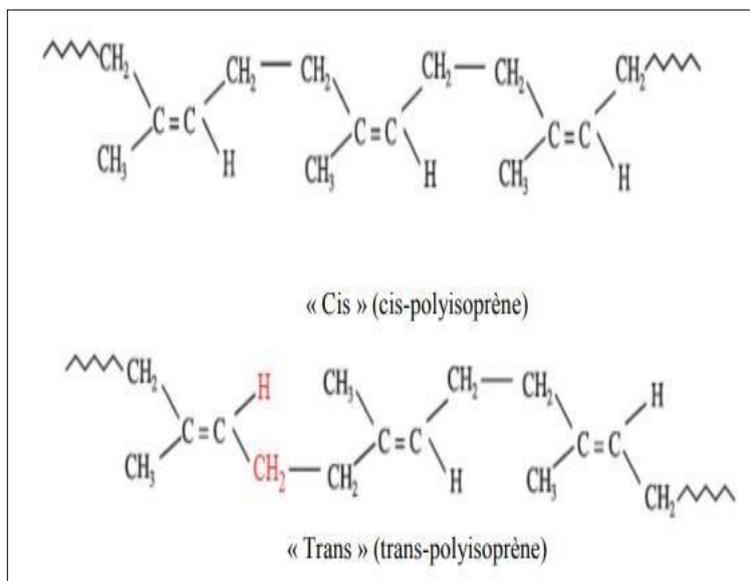


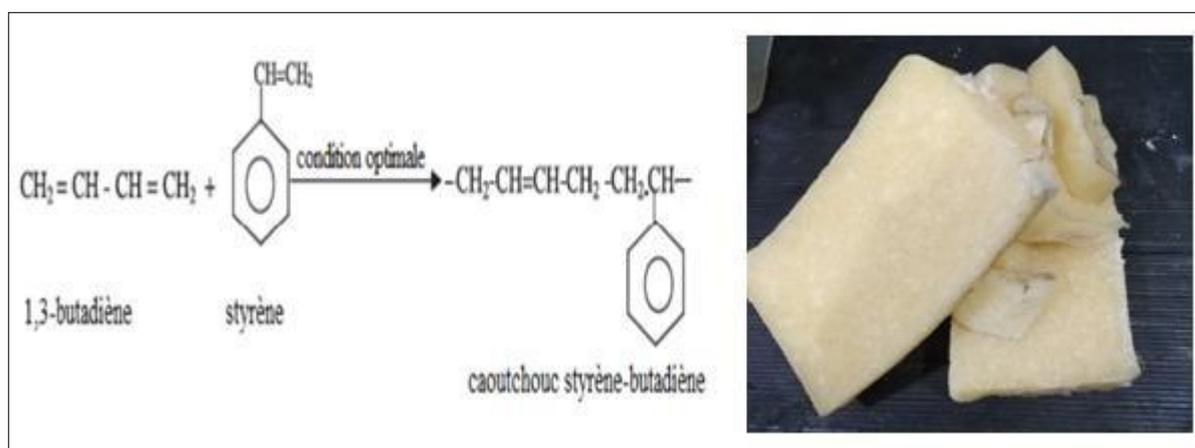
Figure II.3. Les conformations « cis » et « trans ».

Il est utilisé dans l'industrie du caoutchouc à la place du caoutchouc naturel parce qu'il est plus uni et relativement plus facile à traiter que le caoutchouc naturel, plus résistant.

**Tableau II.1.** Quelques exemples de caoutchouc synthétique.

Caoutchouc/ élastomère	Utilisation
<b>Butyle (IIR)</b>	Isolation des câbles.
	Nappes pour toiture.
	Chambre à air.
<b>Nitrile (NBR)</b>	Produits d'étanchéité.
	Bande transporteuse.
	Semelle de chaussure
<b>Silicone</b>	Dispositifs médicaux.
	Stockage des aliments et ustensiles de cuisine.
	Produits pour bébés.

Après le développement de la polymérisation du butadiène par le sodium en un procédé commercial dans les années 1920 en Allemagne, le caoutchouc styrène-butadiène appelé SBR a été découvert [11]. C'est un copolymère formé à partir de monomères de styrène et de 1,3-butadiène comme matière première.



**Figure II.4.** Formation de SBR.

Ce caoutchouc synthétique est très utilisé par l'industrie du caoutchouc. En outre, il est généralement l'élastomère le moins cher, ce qui explique en partie sa large utilisation, notamment dans le secteur des pneumatiques et d'autres secteurs.

### II.2.2. Agents de vulcanisation

La vulcanisation (durcissement, réticulation) est un processus très complexe. Bien que 150 ans se soient écoulés depuis sa découverte par Goodyear, le mécanisme exact reste entouré de certaines incertitudes [12].

Les réactions chimiques spécifiques impliquées dans la vulcanisation du caoutchouc sont influencées par plusieurs facteurs à savoir, son type, les conditions opérationnels du processus, et les additifs employés. Ce processus de vulcanisation doit être contrôlé pour obtenir les propriétés souhaitées dans le produit final en caoutchouc. Elle est essentielle pour fabriquer la plupart des articles en caoutchouc utiles, tels que les pneus et les pièces mécaniques [13].

Sans vulcanisation, le caoutchouc n'est généralement pas solide, ne reprend pas sa forme initiale après une déformation importante et peut être très collant. En résumé, le caoutchouc non vulcanisé peut avoir une consistance similaire à celle du chewing-gum [14].

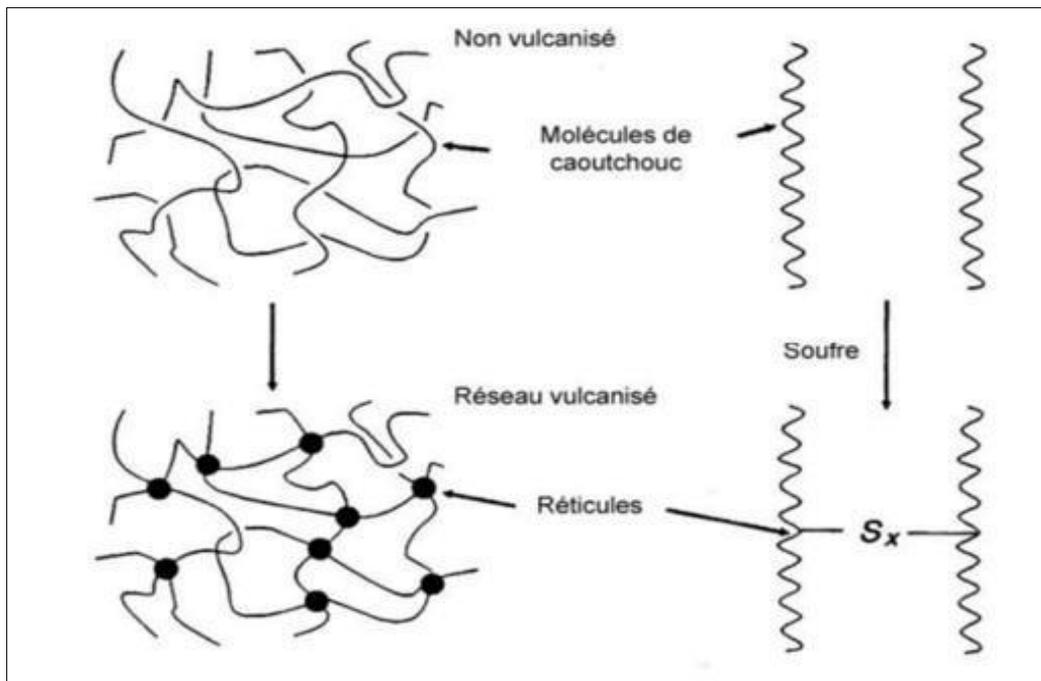


Figure II.5. Vulcanisation.

Le Rôle de la vulcanisation dans un pneu est de souder entre les matériaux (la carcasse, la gomme et les divers composants annexes) ; de transformer la gomme en un matériau élastique ; et d'incruster dans le pneu les rainures.

La présence des activateurs influe également sur le processus de réticulation. Les acides gras présentés, forment un complexe avec l'oxyde de zinc et l'accélérateur et montre une solubilité de mélange caoutchouteux. En effet, elles entraînent une augmentation et une accélération de processus et une amélioration des propriétés physiques du produit vulcanisé [15].

Les produits chimiques les plus importants utilisés comme agent de réticulation dans le processus de vulcanisation est le soufre élémentaire, ce produit chimique connu une utilisation importante dans l'industrie du caoutchouc car il est très bon marché, abondant et

facilement disponible. De plus, le soufre se mélange facilement et il est bien soluble dans le caoutchouc. En ajustant la quantité de soufre par rapport à l'accélérateur, il est possible d'obtenir des différentes réticulations dans la matrice de caoutchouc [13].

La vulcanisation se fait par cuisson, à une température de 150°C, Afin de réticuler les chaînes macromoléculaires du polymère et les ponts de soufre. La densité de la réticulation est examinée à partir de la longueur des ponts de soufre. Le rôle de soufre s'apparait dans la transformation de l'état de caoutchouc d'état plastique à l'état élastique, mais lorsqu'il est utilisé seul, la cinétique de réticulation est très lente. pour accélérer ce processus, on introduit des agents activateurs et accélérateurs dans le mélange caoutchouteux [16].

### II.2.3. Charges de renforcement

Les charges de renforcement sont importantes dans la recette de formulation des mélanges caoutchouteux pour la fabrication des pneus. Parmi ces charge, le noir de carbone est considéré le plus utilisé dans le renforcement de caoutchouc [17]. Il est issu de la décomposition thermique d'hydrocarbures tels que le pétrole lourd et certaines huiles végétales. Due à ces bonnes propriétés physiques telles que la bonne conductivité électrique, la grande surface spécifique et la stabilité, il est largement utilisé dans diverses applications industrielles [18].

Le noir de carbone peut être utilisé pour l'abrasion, le renforcement et les modifications fonctionnelles [19]. Ces pigments présents dans les polymères noirs leurs confèrent des propriétés absorbantes parfaites [20]. C'est une charge conventionnelle qui renforce, conduit ou colore les composés de caoutchouc. Les différents types incluent le noir thermique, le noir de four, le noir de lampe, le noir de canal et le noir d'acétylène [21].

Dans la littérature, Il existe plusieurs études qui ont été faites pour déteminer le processus de fabrication de ce dernier, sa structure et ses caractérisations, ainsi leurs effets en tant que charges dans les polymères. Les principales propriétés de noir de carbone sont:

- Densité de 1,7 à 1,9 g/cm<sup>3</sup> ;
- pH de la suspension dans l'eau entre 2 et 8 ;
- Taille des particules primaires de 14 à 250 nm ;
- Surface spécifique de 7 à 560 m<sup>2</sup>/g [22].



Figure II.6. Noir de Carbone.

#### II.2.4. Accélérateur

L'accélération a été découverte en 1906 lorsqu'il a été observé que l'ajout d'aniline au binôme soufre/oxyde de zinc minimise le temps de vulcanisation d'une façon significative [23]. Des accélérateurs sont ajoutés au processus de vulcanisation pour accélérer la formation des liaisons transversales. Ils contiennent souvent de l'azote et du soufre, aidant à activer le soufre pour qu'il réagisse avec les chaînes de polymères. Ils affectent également favorablement les propriétés des produits vulcanisés, principalement leur résistance au vieillissement. Également, ils minimisent la pré-vulcanisation et la réversion de processus. Les accélérateurs sont classés selon leur vitesse d'action :

Parmi eux, les sulfénamides, tels que CBS, TBBS, MBS, DCBS, sont très connus dans le secteur de pneumatique. Ils sont classés comme accélérateurs rapides et retardés en raison de leur action retardée et du taux de durcissement qu'ils offrent lors de la vulcanisation [16], et ils sont introduits en général à la fin du cycle de mélange quand la température est supérieure à leur point de fusion, afin d'assurer une bonne dispersion. Il a la capacité de fournir un mélange rapide et efficace sans brûler ni sacrifier les propriétés physiques. Le CBS permet d'obtenir des vulcanisés à haute résistance à la traction. Lorsque la température de vulcanisation est supérieure à 140°C, l'effet de promotion est très fort.

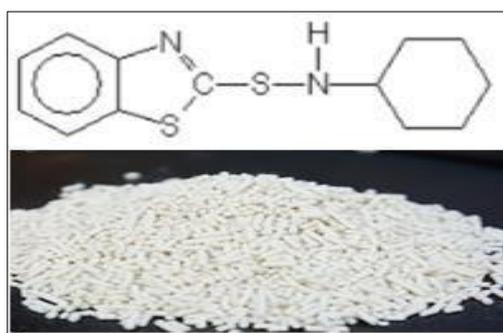


Figure II.7. N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulfénamide (CBS).

### II.2.5. Activateur

On introduit des agents de durcissement dans le but de faciliter l'interaction du soufre avec l'élastomère, de minimiser la durée de vulcanisation et la consommation d'énergie.

Ces agents comprennent des accélérateurs organiques à savoir N-Cyclohexyl-2-Benzothiazole Sulfenamide (CBS), et des activateurs inorganiques, tels que l'oxyde de zinc (ZnO). Il est essentiel dans la technologie du caoutchouc car c'est l'activateur le plus couramment utilisé pour les systèmes de vulcanisation au soufre [24], mais il est considéré comme un matériau hautement dangereux [25]. L'oxyde de zinc intervient à la formation d'intermédiaires ; la formation de liaisons transversales et à la réversion [26].

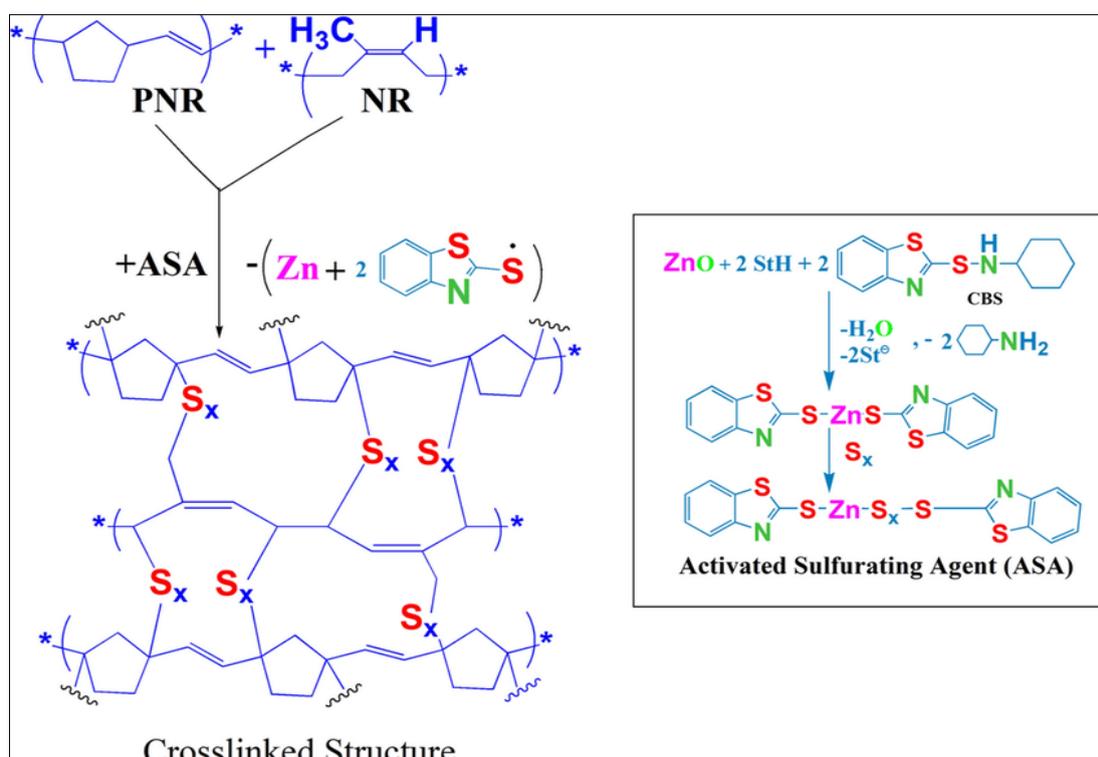


Figure II.8. Réaction de vulcanisation de caoutchouc.

L'acide stéarique est un mélange d'acides gras saturés à chaîne droite. Il a un indice d'acidité (présence d'insaturation) contrôlé [16]. Il se présente sous forme d'un solide cireux de couleur claire avec une odeur caractéristique de graisse [27].

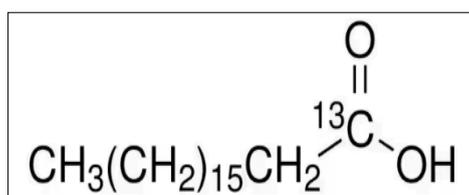


Figure II.9. Structure chimique de l'acide octadécanoïque.

L'acide stéarique participe probablement à la formation d'un complexe activateur avec l'accélérateur approprié et le soufre, ce qui provoque la réticulation des macromolécules du caoutchouc. Il entre dans la composition de presque tous les composés de caoutchouc. Utilisé en quantités relativement faibles, il a un effet multifonctionnel sur leurs propriétés. L'acide stéarique joue un rôle important dans les mélanges caoutchouteux. C'est un assouplissant et agent de dispersion des charges dans les composés de caoutchouc est examinée. Il a un effet sur la viscosité du composé chargé, et par la suite, il influence les caractéristiques rhéologiques des mélanges caoutchouteux [28].

### **II.2.6. Plastifiants**

Les plastifiants sont généralement des liquides organiques à haut point d'ébullition ou des solides à bas point de fusion ou des polymères de masse moléculaire moyenne. Ces substances sont ajoutées aux caoutchoucs pour améliorer leur flexibilité et diminuer la viscosité des mélanges non vulcanisés, assurant ainsi un bon processus de traitement et de mise en forme. Il s'agit d'huiles paraffiniques, naphthéniques ou aromatiques. Les huiles TDAE (Distillat traité Extrait aromatique) sont des huiles de traitement utilisées dans les mélanges en tant que plastifiants pour améliorer les propriétés d'écoulement et la processabilité. Elles assurent la lubrification entre les chaînes de polymères sans entraîner de modification chimique.

Il s'agit d'une huile de caoutchouc verte à forte teneur aromatique, respectueuse de l'environnement, non toxique et non cancérigène, pouvant remplacer les huiles aromatiques existantes. Elle est utilisée comme additif de ramollissement dans le processus de vulcanisation du caoutchouc naturel, elle sert également de composant dans les mélanges de caoutchouc [29].



**Figure II.10.** Les huiles TDAE.

Les principales propriétés des huiles TDAE sont :

- Bonne résistance à l'abrasion ;
- Bonne flexibilité à basse température ;
- Faible quantité de déchets de pneus dans le processus ;

### **II.2.7. Anti-dégradants**

Tous les polymères et les produits qui en sont dérivés sont susceptibles de se dégrader lorsqu'ils sont exposés à des environnements dégradants tels que :

- Stockage, le vieillissement
- Oxygène
- Chaleur
- Lumière UV et les intempéries
- Dégradation catalytique due à la présence d'ions de métaux lourds (Cu, Mn, Fe, etc.)
- Flexion dynamique - fatigue
- Ozone (exposition statique/dynamique/intermittente)

Ces facteurs dégradent les caoutchoucs et les produits en caoutchouc, entraînant des modifications substantielles de leurs propriétés techniques et conduisant finalement à leur défaillance en cours de service ou raccourcissant leur durée de vie prévue en l'absence d'antioxydants.

### **II.2.8. Fil métallique**

Les fils toronnés en nylon, coton, acier et autres matériaux sont utilisés comme courroies et carcasses. Ils sont principalement utilisés parce qu'ils permettent d'obtenir à la fois solidité, flexibilité et résistance à la fatigue. Récemment, des matériaux fibreux tels que la fibre aramide et la fibre de carbone ont été développées et utilisés pour divers produits. L'acier est utilisé pour la plupart des pneus, car il permet d'obtenir les caractéristiques requises, telles que les performances à grande vitesse, la stabilité du contrôle et le confort de conduite, à des niveaux élevés et à faible coût [30].

Les fils destinés au renfort métallique des pneumatiques sont réalisés avec des aciers fortement alliés en carbone, recouverts de laiton. Ces fils sont tréfilés jusqu'à des diamètres très fins, toronnés, puis formés en nappes qui seront enrobées d'élastomères. Ces renforts servent notamment à garantir un meilleur contact entre le pneu et la route, renforçant ainsi la sécurité des usagers [16]. Le mécanisme d'adhésion implique la réaction chimique des espèces

sulfurantes contenues dans le mélange de caoutchouc et le cuivre du revêtement en laiton, formant une couche de  $\text{Cu}_x\text{S}$  à l'interface entre le caoutchouc et le laiton [31].



Figure II.11. Fil métallique.

### II.2.9. Fibres textiles

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

Les textiles sont utilisés comme renfort depuis les origines du pneu, assurant une haute performance homologuée pour rouler à très haute vitesse [16]. Il existe actuellement cinq grands types de câbles synthétiques utilisés comme matériaux de renforcement dans la matrice de mélange caoutchouteux. Le poly-éthylène téréphtalate (communément appelé PET) et le nylon sont les plus connus dans le secteur de composites en caoutchouc et les pneus.

Le Polyéthylène Téréphtalate (PET) est la fibre synthétique la plus produite en volume dans le monde, résultant d'une réaction de polymérisation entre le téréphtalate de diméthyle et l'éthylène glycol. En outre, il présente une résistance élevée avec un faible retrait, une faible thermo-fixation et une faible croissance en service. Bien qu'elle ne soit pas aussi résistante à la chaleur que le nylon ou la rayonne, c'est l'une des fibres les moins chères du marché [32].

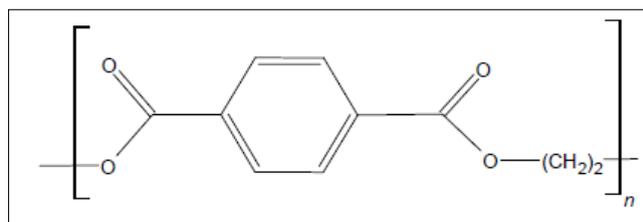


Figure II.12. Unité de répétition constitutionnelle unique d'une chaîne de PET.

## II.2.10. Agents de liaison

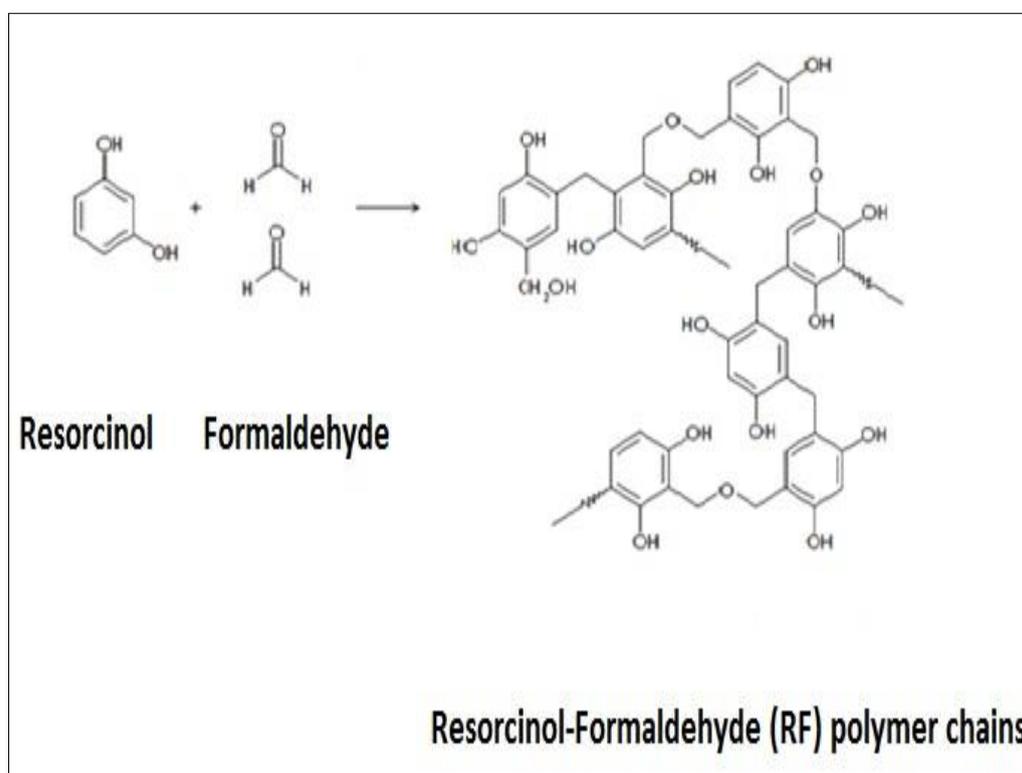
### II.2.10.1. Résorcinol formaldéhyde

Le Résorcinol Formaldéhyde Latex (RFL) est produit industriellement depuis plus de 100 ans. Aux États-Unis, Indspec Chemical Corporation est le plus grand producteur de résorcinol à l'heure actuelle. La principale application du Résorcinol est celle d'agent liant/raffermissant dans les composés de caoutchouc utilisés pour fabriquer des pneus, comme le font de nombreux fabricants de pneus, voire la plupart d'entre eux.

Le Résorcinol a été utilisé pour la première fois sous forme de systèmes de trempage aqueux à base de Résorcinol-Formaldéhyde-Latex (RFL), et la fibre enduite est séchée et cuite au four pour obtenir les meilleures performances [33].

La fonction principale de l'adhésif est de transférer la contrainte de la matrice de caoutchouc aux fibres de renforcement. Pour ce faire, le système adhésif doit développer un haut niveau d'adhérence avec un module d'élasticité intermédiaire entre les fibres et les composés de caoutchouc.

Le composant résine RF adhère de préférence à la fibre, tandis que le latex caoutchouteux adhère au caoutchouc par co-vulcanisation. La faible viscosité de la solution RFL permet un bon mouillage de la fibre, augmentant ainsi l'interaction entre la fibre et l'adhésif.



**Figure II.13.** Réaction chimique de la formation de Résorcinol-Formaldéhyde.

### II.2.10.2. Hexa-methoxy-methyl-melamine

Le Hexa-methoxy-methyl-melamine (HMMM) est un agent de réticulation des polymères utilisé commercialement dans la fabrication des pneus. Il est un contaminant omniprésent dans les eaux de surface urbaines en raison de sa présence dans les particules d'usure des pneus et de sa tendance à être transporté dans les eaux réceptrices lors des événements pluvieux par le biais du ruissellement des routes [34]. Le Hexamethoxymethylmelamine est utilisé comme additif dans la formulation du caoutchouc pour améliorer l'adhérence en créant une liaison chimique entre les groupes hydroxyles de la formulation du caoutchouc et la couche superficielle de la corde [35].

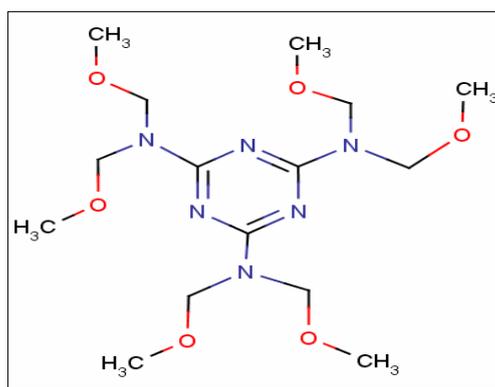


Figure II.14. Structure chimique de l'agent de liaison Hexa-methoxy-methyl-melamine.

### II.3. L'adhésion

La liaison caoutchouc-textile fournit une résistance mécanique essentielle permettant au produit de fonctionner correctement. Une étude antérieure a révélé que le latex seul ne peut pas être un liant approprié pour l'adhérence caoutchouc-caoutchouc ou caoutchouc-textile en raison de l'absence de groupes actifs dans le latex, ce qui entraîne de faibles propriétés de traction [36].

L'adhésion est la liaison de deux matériaux dissemblables par un contact interfacial étroit, permettant à la force mécanique ou au travail de passer à travers l'interface. Les forces interfaciales qui maintiennent les deux phases ensemble peuvent être influencées par la force de Van Der Waals, la liaison chimique ou l'attraction électrostatique. Ces forces, ainsi que les propriétés mécaniques de la zone interfaciale et des deux phases en vrac, déterminent la résistance mécanique du système [36].

Un adhésif est une substance capable de former des liens qui permet aux deux parties d'être collées l'une à l'autre.

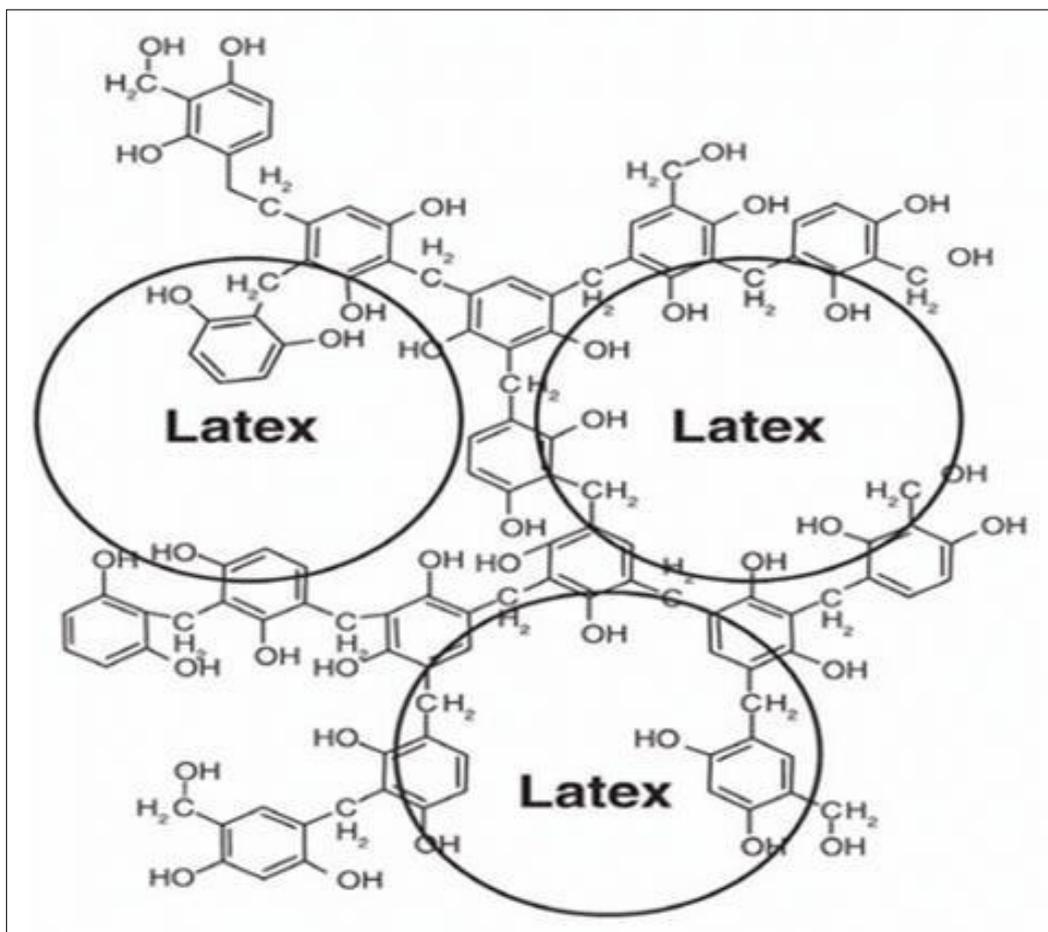


Figure II.15. L'adhésion entre Résorcinol et Latex.

### II.3.1. L'effet de la température et l'humidité sur l'adhésion

Les adhésifs, étant des polymères hygroscopiques, sont particulièrement sensibles à la température et l'humidité. Dans des environnements chauds et humides, les molécules d'eau sont plus susceptibles de pénétrer dans le colloïde, ce qui accélère le processus de vieillissement.

D'autre part, les composites en caoutchouc sont soumis au vieillissement sous l'influence de la température ambiante, de l'humidité ou d'autres facteurs, ce qui dégrade les propriétés physiques du caoutchouc et modifie plus ou moins l'adhérence interfaciale entre le renfort et le caoutchouc.

En particulier, la température du caoutchouc dans le pneu augmente avec la vitesse de la voiture pendant la conduite, ce qui peut entraîner le vieillissement du caoutchouc. Dans des conditions de conduite normales, la température de surface du pneu peut atteindre 125°C, tandis qu'une conduite plus rapide peut l'augmenter jusqu'à 180°C. L'humidité est également un facteur de vieillissement du caoutchouc des pneus. Par conséquent, la température et l'humidité ont un effet majeur sur le vieillissement de la gomme des pneus. Ce vieillissement

du caoutchouc et de l'interface peut entraîner la défaillance du pneu, rendant la recherche sur les effets de la chaleur et de l'humidité sur le vieillissement des pneus très importante.

#### **II.4. Conclusion**

Ce Chapitre a été réservé pour une description détaillée de différents matériaux susceptibles d'être utilisés dans la formulation des pneus. Une explication du phénomène d'adhésion et les facteurs qui influent sur ce dernier ont été discutés à la fin de ce chapitre.

# **Partie Expérimentale**

# **Chapitre III :**

## **Matériels et méthodes**

## Chapitre III : Matériels et méthodes

### III.1. Introduction

Dans le cadre de la préparation de notre mémoire de fin d'étude en spécialité Génie de la Formulation, nous avons effectués un stage au niveau de l'entreprise EURL SATEREX (IRIS pneumatique) de Sétif, Algérie.

Dans ce chapitre, nous allons présenter en premier lieu l'entreprise EURL SATEREX pneumatique de Sétif, Algérie, nous allons ensuite, présenter le Laboratoire, où nous avons passés notre stage, et enfin, nous présentons les matériels et les méthodes utilisées dans la réalisation de notre étude.

### III.2. Présentation de l'entreprise IRIS pneumatique

IRIS pneumatique a été créée en 2019, c'est une entreprise dynamique active dans l'industrie de pneumatique, connexe Société mère présentée sur EURL SATEREX. Elle fabrique depuis 2004 les produits électroniques, appareils électroménagers et téléphones, c'est une entreprise leader sur le marché du pneumatique d'Algérie, et la troisième en Afrique. Le pneu IRIS a traversé la Méditerranée, il est actuellement disponible dans différents pays du Maghreb et du Bassin Méditerranéen, devenant ainsi un acteur important du secteur pneumatique national et international.



**Figure III.1.** Localisation géographique de l'entreprise IRIS de Sétif.

Le complexe industriel IRIS TIRES s'étend sur une surface de 5.5 Hectares, situé dans la zone industrielle de Sétif 88-89. Il est réparti en 4 blocs distincts selon l'activité :

- Assemblage des couches, cuisson et contrôle de produit final ;

- Fabrication des couches et incorporation de matériaux de renforcement ;
- Stockage des matières premières brutes, mixage des couches, laboratoire CQ et RD ;
- Zone de stockage.

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

- Résistance de roulement (rolling resistance) ;
- Facteur d'adhérence sur sol mouillé (wet grip factor) ;
- Facteur de perturbation sonore (sound disturbance).

**ECORIS** : Pneus pour citadines/berlines (economy) qui sont premiums modernes destinés aux véhicules de petite et moyenne taille.

**SEFAR** : Pneus pour berlines (touring) qui offrent un équilibre maximal pour les voitures de taille moyenne.

**STORMY** : Pneus utilitaires (c) qui offrent une maniabilité et un contrôle exceptionnels et est aussi fiable sous la pluie que sur routes sèches.

**AURES** : Pneus pour SUV et 4x4 qui conçue pour améliorer les performances et assurer la sécurité, Son design moderne et sculptural est pensé pour allier confort et sécurité sur tous types de route et en toutes saisons.



Figure III.2. Fiches techniques des types des pneus fabriqués par IRIS.

Un pneu est une merveille d'ingénierie. Géométriquement, le pneu est un tort. Sur le plan mécanique, un pneu est un conteneur flexible à haute pression. Sur le plan structurel, un pneu est une composite haute performance fabriquée à partir d'élastomères, de fibres, d'acier et d'une série de produits chimiques organiques et inorganiques.

Après toutes les évolutions connues dans la fabrication du pneu, aujourd'hui cette industrie pneumatique a marqué sa place dans le monde industriel. C'est la troisième révolution industrielle.

Le laboratoire IRIS PNEUMATIQUE est équipé de divers équipements d'analyse rhéologiques, physiques, mécaniques et dynamiques pour la caractérisation des caoutchoucs. Les instruments des analyses désignés pour l'étude sont : Mooney Viscosimètre, Rhéomètre, Traction, Densimètre, Duromètre et H teste.

### **III.3. Formulations**

Le caoutchouc naturel, n'est pas immédiatement utilisable et doit subir plusieurs traitements pour être transformé en un mélange aux propriétés requises pour des applications industrielles. Comme expliqué dans le chapitre II, pour la fabrication de pneumatiques, une variété de matériaux est incorporée. La composition précise de chacun confère à chaque type de pneu des caractéristiques uniques.

La fabrication des pneumatiques débute par l'assemblage de tous les constituants. L'objectif de cette étape de mélange est d'obtenir une composition optimale de caoutchouc.

Pour cela, plusieurs tests sont effectués en laboratoire afin d'examiner les diverses propriétés, tant physiques et mécanique, du mélange.

Dans ce chapitre, nous allons présenter la recette et les matériaux que nous avons étudiés, en plus des différentes étapes de cette étude, commençant par les étapes de mélange et se terminant par le contrôle de qualité que nous avons menée dans le laboratoire de l'entreprise sur les changements de propriétés qui se produisent entre le textile et le caoutchouc.

La formulation choisie pour élaborer nos mélanges est une formule standard. Nous avons, toutefois, utilisé :

- Polymères (Caoutchouc naturel TSR 10, Caoutchouc synthétique SBR) ;
- Charge (Noir de carbone) ;
- Agent de vulcanisation (sulfure soluble) ;
- Accélérateur de vulcanisation (CBS) ;
- Activateurs (Oxyde de Zinc, L'acide stéarique) ;

- Plastifiants (L'huile TDAE) ;
- Agents de liaison (Résorcinol Formaldéhyde, Hexa-methoxy-méthyl-mélamine).



Figure III.3. Matières utilisées dans la formulation.

Tableau III.1. Quantités des différents constituants de la formulation pour trois stages de préparation.

Constituants	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4
	Quantités (PHR)			
Caoutchouc naturel	70	70	70	70
Caoutchouc synthétique (ESBR)	30	30	30	30
Noir de carbone	55	55	55	55
Oxyde de Zinc	3	3	3	3
Acide stéarique	1.5	1.5	1.5	1.5
Huile TDAE	2	2	2	2
Résorcinol Formaldéhyde	-	2	-	2
Hexa-methoxy-méthyl-mélamine	-	-	3.6	3.6
Soluble sulfure	2	2	2	2
CBS	1.2	1.2	1.2	1.2

Pendant notre étude, le contrôle qualité débute par le pesage, une étape cruciale à chaque phase de formulation et de mélange. Cela permet de quantifier les pertes de masse par rapport au poids initial de la formulation. Les masses initiales et finales sont utilisées pour calculer la teneur en matières volatiles, ce qui permet de surveiller la stabilité du mélange, car certains des produits volatils sont perdus pendant l'homogénéisation. Ainsi, le pesage offre un

aperçu du processus de mélange et des caractéristiques du produit final. C'est pourquoi, après chaque phase de mixage, le mélange est directement pesé.

### III.4. Préparation des formules

Dans cette partie, nous avons segmenté le travail en trois étapes distinctes. À chaque phase, nous avons employé des matériaux pour obtenir trois stages et des méthodes d'analyse particulières pour chaque'une, décrites comme suit :

#### III.4.1. Première stage

Les matières utilisées dans le premier stage pour toutes les formules :

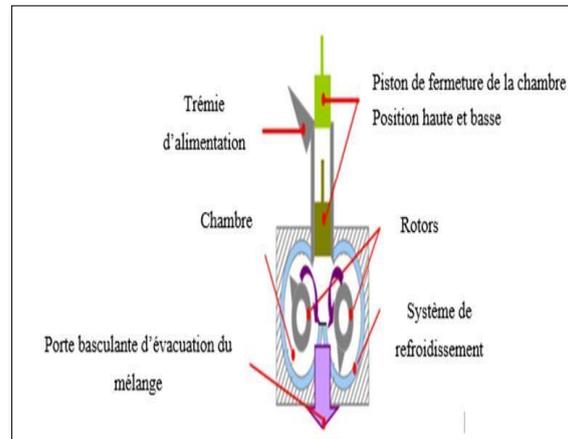
- Caoutchouc naturel;
- Caoutchouc synthétique (SBR);
- Noir de carbone;
- Oxyde de Zinc (ZnO);
- L'acide Stéarique;
- L'huile TDAE.



**Figure III.4.** Constituants de mélange (stage 01).

Après avoir peser tous les matériaux dont nous avons besoin dans nos formules à l'aide d'une balance sensible.

La première étape consiste un mixage interne, Nous avons mis dans un mélangeur interne (inter-mix), une quantité de caoutchouc naturel pour le nettoyer et pour augmenter la température (rupture des liaisons libère de la chaleur) de mixeur. Une pression est exercée sur la matière par un piston, réduisant la quantité de vides dans la chambre et augmentant la vitesse d'incorporation des ingrédients. Au cours du mélange, une élévation de température se produit, nécessitant un refroidissement de l'outil par circulation d'eau.



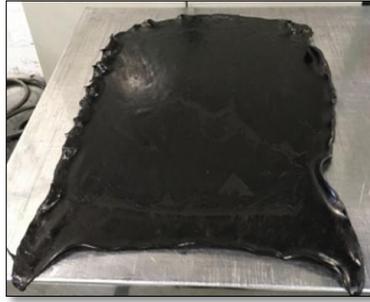
**Figure III.5.** Schéma représentatif du principe de fonctionnement d'un mélangeur interne.

Nous avons mis le caoutchouc naturel et synthétique plus une partie du noir de carbone dans le mixeur et on mixe pendant une minute; après, nous avons ajoutées le reste des matières ; deuxième partie du noir du carbone, dioxyde de zinc, et l'acide stéarique, nous avons ajoutées l'huile le dernier afin de ne pas affecter la dispersion de noir du carbone. Nous avons laissées le mélange pendant 3 minutes à une température élevée ( $T_{\max} = 140\text{ °C}$ ). Nous avons retirées la pâte et passées à la deuxième étape qui est le mélange externe.



**Figure III.6.** Mélange obtenu après mixage interne.

La deuxième étape consiste un mixage externe : Après le mixage interne, le mélange est déchargé et transféré dans un mélangeur externe, Elle permet d'obtenir des feuilles de caoutchouc avec des épaisseurs et largeurs définies, qui seront ensuite mises en différentes formes pour obtenir la forme finale du produit et des échantillons pour divers tests rhéologiques.



**Figure III.7.** Mélange (forme tapés) obtenu après mixage externe.

Le tapés que nous avons l'obtenu après mixage externe est d'une épaisseur de 1.5 cm, l'épaisseur change par apport la recette. Le test effectué à cette étape est le test du viscosimètre Mooney.

### III.4.2. Deuxième stage

Le deuxième stage de processus de mélange consiste à ajouter le Résorcinol Formaldéhyde au mélange que nous avons préparées lors de la première étape pour les formules 2 et 4.

**Tableau III.2.** Quantités de Résorcinol Formaldéhyde ajoutées dans la deuxième formulation.

	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4
<b>Résorcinol</b>	-	2	-	2

Le test effectué à cette étape est le test du viscosimètre Mooney.

### III.4.3. Stage final

La phase finale du processus de mélange est la création du mélange final, également appelé Final batch. Cette étape implique de combiner le mélange-maître avec du soufre afin de préparer le processus de vulcanisation et de favoriser la formation de réticulations et également ajouter le Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine (HMMM). Après l'ajout de soufre, il faut éviter une augmentation de la température pour empêcher une vulcanisation prématurée, c'est pour cela la température dans le mélangeur interne est diminuée. La température utilisée dans cette étape est de 30 C°. Il est à noter que le Résorcinol n'est pas ajouté lors de la dernière étape car il réagit avec le Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine.

**Tableau III.3.** Quantités de sulfure et le HMMM ajoutées dans ce stage.

	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4
<b>Sulfure</b>	2	2	2	2
<b>HMMM</b>	-	-	3.6	3.6

### **III.5. Effet des agents liants Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-méla mine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textile**

Après l'obtention d'un mélange caoutchouteux à partir des quatre formules, des tests rhéologiques et mécaniques de contrôle de qualité ont été réalisés afin de déduire l'effet des agents liants Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-méla mine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textile.

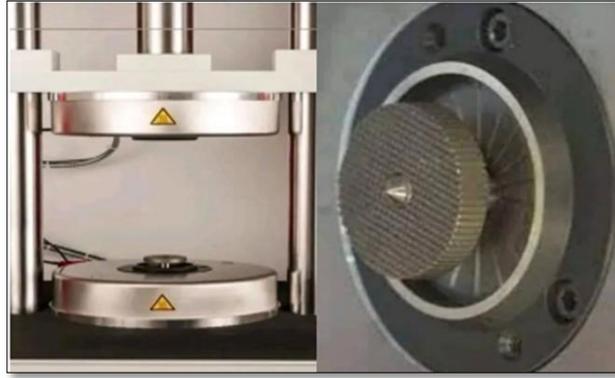
#### **III.5.1. Analyse physico-chimique par Infrarouge à transformé de Fourier**

La spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier est une méthode spectrale qui permet de déterminer les différents groupes fonctionnels présents dans le matériau. Le résultat de l'analyse est donné sous forme d'un spectre composé de bandes caractéristiques définies par une longueur d'onde appropriée aux groupements fonctionnels. Ce dernier s'étend généralement sur une longueur d'onde variant de 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Ce spectre se divise en deux grandes parties : la première présente des groupements fonctionnels communs à tous les matériaux, elle s'étale entre 4000-1500  $\text{cm}^{-1}$ , la deuxième partie qui s'étale entre 1500-400  $\text{cm}^{-1}$ , présente des groupements propres au matériau. Cette partie s'appelle l'empreinte digitale de la substance à analyser.

Dans cette étude, les spectres infrarouges ont été obtenus dans le domaine 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  sur un spectrophotomètre à transformé de Fourier (FTIR) de marque FTIR 8400S SHIMADZU piloté par un microordinateur. Tous les spectres ont été réalisés en transmission sur des pastilles de l'échantillon broyé et de KBr, la proportion du mélange est de 1/100.

#### **III.5.2. Viscosité Mooney**

La viscosité Mooney, également appelée viscosité rotationnelle, est mesurée par un viscosimètre Mooney. Cette mesure représente le couple de résistance du caoutchouc naturel contre la rotation d'un rotor à vitesse constante. La viscosité Mooney reflète la qualité de traitement du caoutchouc non vulcanisé ainsi que son poids moléculaire, son niveau, et sa large gamme de distribution. Le viscosimètre Mooney est équipé d'un rotor biconique pour assurer un cisaillement homogène. Pour mesurer la viscosité Mooney, nous avons suivi la procédure suivante :



**Figure III.8.** Viscosimètre Mooney et son rotor.

Nous avons découpées 20 g de mélange à l'aide d'un emporte-pièce, correspondant au volume de la chambre du Mooney. Nous avons fait ce test pour les trois stages mentionnés précédemment. Après, nous avons découpées deux disques dans chaque mélange. Chaque disque est percé d'un trou pour le passage de l'axe du rotor. Nous avons laissées les disques reposer pendant 30 minutes avant le test. Puis nous avons placées les deux disques dans la chambre du Mooney, fermées la chambre et appliquées une pression de 100 bars pour compacter le tout. Enfin, nous avons activées la rotation du rotor.



**Figure III.9.** Echantillons de Mooney test.

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

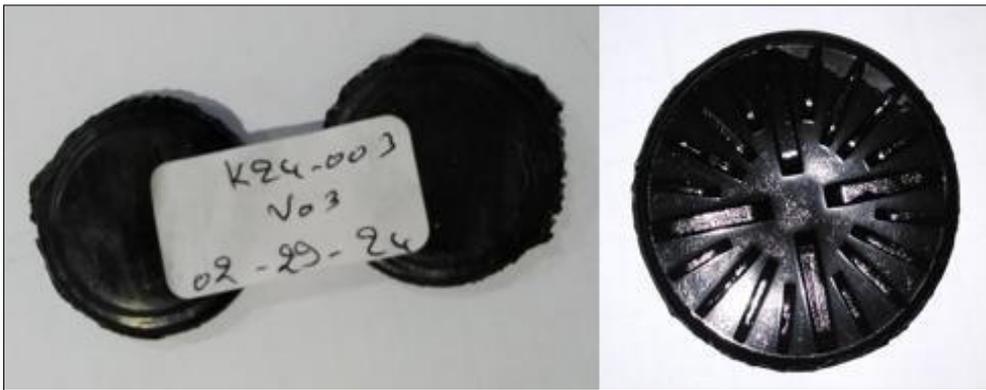
### III.5.3. Processus de vulcanisation

Le principal type d'équipement utilisé pour réaliser des courbes de vulcanisation est le rhéomètre à matrice mobile, tel que le MDR 3000. Ce dispositif permet de produire toutes les données nécessaires sur la vulcanisation du caoutchouc ou des composés élastomères.

L'analyse de la courbe MDR assure que le composé durcit ou peut être traité comme prévu. Le rhéomètre est composé d'une chambre d'essai biconique sans rotor, constituée de deux plateaux chauffants (un plateau supérieur fixe et un plateau inférieur mobile (oscille)).

Nous avons découpées 5 g de mélange à l'aide d'un emporte-pièce, correspondant au volume de la chambre du MDR, découpées deux disques dans chaque mélange. Ensuite, nous avons laissées les disques reposer pendant 30 minutes avant le test. L'échantillon prit du mélange final de chaque version est placé sur le plateau inférieur chauffé à 150°C. Ensuite, le plateau supérieur (chauffés à 150°C) comprime l'échantillon par une pression de 100 bars.

L'échantillon est préchauffé pendant 3 minutes. Après, le plateau inférieur oscille jusqu'à la détermination de toutes les propriétés nécessaires.



**Figure III.10.** Echantillons avant et après le test MDR.

En utilisant ce type de rhéomètre, les techniciens peuvent obtenir des données précises sur la vulcanisation du caoutchouc, garantissant ainsi la qualité et la performance des produits finaux.

### III.5.4. Traction

#### III.5.4.1. Cuisson de la couche

La cuisson du matériau caoutchouteux implique un chauffage sous pression pouvant atteindre 120 bars dans des presses de moulage, déclenchant ainsi la vulcanisation, un processus qui se produit généralement à des températures comprises entre 140°C et 200°C. Elle consiste à transformer le caoutchouc collant et souple en une matière non collante, moins élastique avec des propriétés homogènes et qui se conserve bien.

Après les différents tests rhéologiques et détermination du temps de cuisson, les échantillons bruts sont placés dans des moules de cuisson ; Dans notre travail, la cuisson a été réalisée à une pression de 100 bars, température de 150°C et un temps de cuisson TC90 de :

- 11.75 min pour la formule 1 ;
- 13.47 min pour la formule 2 ;
- 13.01 min pour la formule 3 ;
- 18.98 min pour la formule 4.

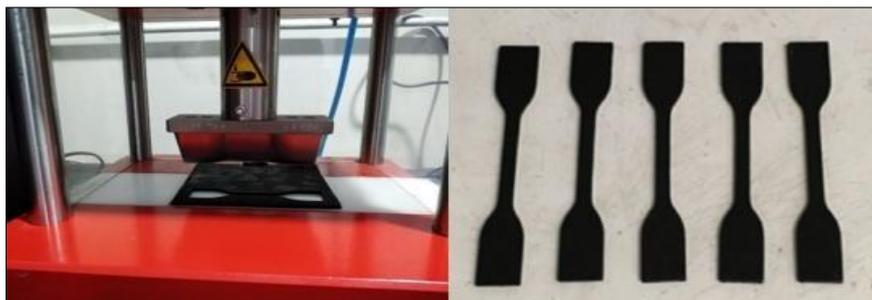
Dans une presse de moulage à compression en mettant un morceau pré-coupe de mélange dans un moule à deux pièces 240 x 200 x 2 mm<sup>3</sup> qui donne sa forme au caoutchouc.



**Figure III.11.** Echantillonnage des formules avant et après la cuisson de la couche.

La résistance à la traction, ou résistance à la rupture " $\delta_r$ ", correspond à la capacité d'un matériau à supporter des charges ou des forces sans se rompre, même en présence d'une concentration de contrainte ou de déformation élastique. Elle est mesurée par l'essai de traction, qui permet de déterminer plusieurs caractéristiques mécaniques essentielles du caoutchouc vulcanisé, telles que la limite d'élasticité " $\delta_e$ ", le module d'élasticité longitudinale (ou module de Young) "E", le coefficient de Poisson " $\mu$ ", et l'allongement à la rupture "A%". Cet essai est réalisé à l'aide d'une machine d'essai de traction appelée Zwick Roell.

Ce test permet de déterminer la résistance et le comportement de déformation du caoutchouc jusqu'à la rupture. Pour tester la couche constituée de caoutchouc vulcanisé, nous avons conçu une pièce à la géométrie spécifique, nommée éprouvette en forme d'haltère, découpée dans des pièces issues de la même orientation de laminage ;



**Figure III.12.** Test de la traction.

Il est nécessaire de saisir les données concernant l'éprouvette à tester, incluant la surface initiale  $S_0$ , la longueur initiale  $L_0$ , sa forme, ainsi que son épaisseur à divers points ;

L'éprouvette est installée dans la machine de test : une extrémité est fixée dans la mâchoire fixe et l'autre dans une mâchoire mobile. La machine applique une force de traction  $F$  variable qui continue jusqu'à la rupture de l'éprouvette, moment auquel l'essai est arrêté. La vitesse de traction doit être relativement lente, typiquement autour de 500 mm/min ;



**Figure III.13.** Machine de la traction.

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



**Figure III.14.** Allure de l'évolution de la déformation d'une éprouvette états initial et rupture.

### III.5.5. Dureté

La dureté du caoutchouc, qui indique sa rigidité lorsqu'il est soumis à des contraintes modérées, elle est influencée par plusieurs facteurs. Parmi ceux-ci, le degré de vulcanisation est notable ; la dureté augmente avec l'intensité des liaisons formées. Les composants ajoutés ont également un impact : la dureté augmente avec une teneur accrue en charges et diminue lorsque la quantité d'adoucissants augmente. De plus, la température joue un rôle essentiel dans la dureté du caoutchouc. La méthode la plus courante pour mesurer la dureté des caoutchoucs est la dureté Shore A, réalisée à l'aide d'un instrument nommé duromètre.

Ce type de duromètre est équipé d'une aiguille à la pointe non émoussée, formant un angle de  $35^\circ$ , avec laquelle la dureté est mesurée sur une échelle allant de 0 à 100.



Figure III.15. Duromètre.

Le test s'effectue en plaçant l'échantillon sur une surface plane, puis en appliquant rapidement mais sans impact le pied presseur contenant l'aiguille sur celui-ci ; Une fois que l'aiguille est abaissée et que l'on attend environ 5 secondes (la durée du test), la valeur de dureté s'affiche directement sur un ordinateur équipé d'un système de gestion des tests et d'enregistrement des résultats ; Cela permet ensuite de déterminer si le matériau a réussi ou échoué selon les critères établis.

### III.5.6. Densité

Le densimètre est utilisé pour tester des échantillons individuels avec une séquence de test automatiquement guidée et un système de pesée de précision. Le MonTech DM 3000 est un densimètre semi-automatisé. Cet instrument compact est conçu pour une détermination

rapide et précise de la masse volumique - grâce à un fonctionnement simplifié guidé par logiciel, jusqu'à 4 tests par minute peuvent être effectués.

Le densimètre utilise la méthode hydrostatique en comparant le poids de l'échantillon dans l'air ainsi que dans un liquide d'immersion. Pour obtenir des résultats de test optimaux pour différents types et formes d'échantillons, une large variété de supports d'échantillons sont disponibles (par exemple, panier, aiguille, fil, pastille, pince, ...).

L'opérateur accroche simplement l'échantillon à la balance et appuie sur le bouton de démarrage. Une balance de précision intégrée pèse ensuite l'échantillon dans l'air, soulève automatiquement un béccher contenant le liquide d'immersion, prend le poids de l'échantillon dans le liquide d'immersion, puis abaisse le béccher. Tout ce processus est guidé par logiciel et une fois la procédure terminée, la densité est affichée. De plus, le poids de l'échantillon dans l'air, le poids dans l'eau et la différence de poids sont également enregistrés et rapportés.

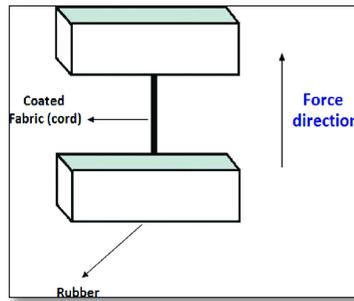


**Figure III.16.** Densimètre.

### **III.5.7. H Test**

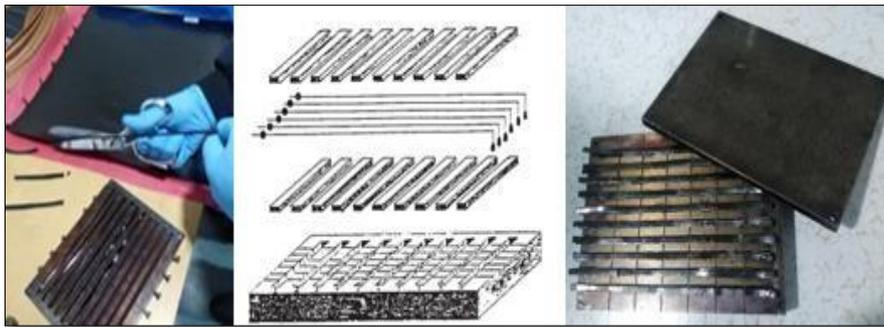
H Test est utilisée pour mesurer la force nécessaire pour extraire la corde d'un bloc d'essai en caoutchouc. Les résultats de ce test peuvent varier en fonction de plusieurs facteurs, notamment le type d'adhésif utilisé, la méthode d'application et de durcissement de l'adhésif, le type de fibre textile, la construction des cordons, le type et le durcissement du caoutchouc, ainsi que l'épaisseur du matériau.

Cette méthode est cruciale pour évaluer la qualité de l'adhésion entre les textiles et le caoutchouc, ce qui est essentiel pour garantir la performance et la durabilité des produits finis, comme les pneus.

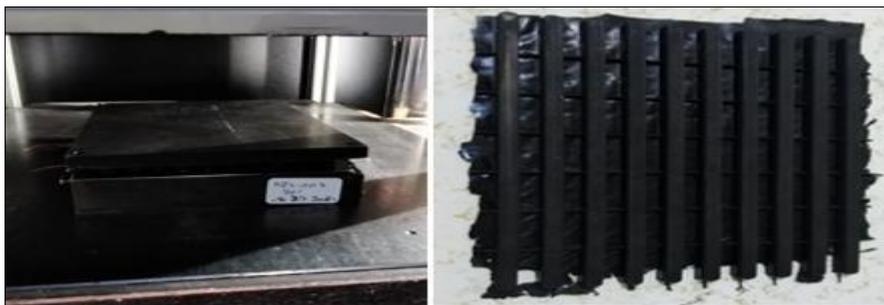


**Figure III.17.** Direction de la force appliquée sur l'échantillon.

Les propriétés d'adhésion inter faciale ont été mesurées à l'aide de la méthode H-test conformément à la norme ASTM D4776. Pour préparer les échantillons du test H, des feuilles de caoutchouc ont été placées dans les canaux d'un moule en acier inoxydable. La corde traitée en surface a été insérée dans les feuilles de caoutchouc. Les échantillons ont été vulcanisés à 150°C pendant 30 minutes à une pression de 100 bars ;



**Figure III.18.** Etapes de préparation de l'échantillon.



**Figure III.19.** L'échantillon dans la presse et après la cuisson (vulcanisation).

Nous avons ensuite les découpés en échantillons de forme H. Le test a été réalisé à l'aide d'un testeur Instron 4467 à température ambiante. La force d'adhésion a été calculée à partir de la charge maximale. Les formes de l'échantillon et du dispositif d'essai sont illustrées à la Figure III.19.



**Figure III.20.** Dispositif d'essai et l'échantillon après le test.

### **III.5.7.1. Effet de la température sur l'adhésion pour les formules préparées**

Nous avons mis l'échantillon après cuisson dans une étuve à 90 °C pendant 7 jours, après, nous avons fait le H test pour savoir l'effet de la température sur l'adhésion entre le caoutchouc et le textile pour les quatre formules préparées.

# **Chapitre IV :**

## **Résultats et discussion**

## Chapitre IV : Résultats et discussion

### IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les principaux résultats obtenus au cours de notre stage effectués au niveau de l'entreprise IRIS pneumatique de Sétif, dont l'objectif principal l'étude de l'effet des agents liant Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble trempé.

### IV.2. Effet des agents de liaison Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textile trempé

Dans les produits techniques en caoutchouc, tels que les pneus et les courroies, l'adhésion caoutchouc-textile peut constituer une résistance mécanique significative, permettant ainsi au produit de remplir sa fonction de manière efficace. La force d'adhérence entre la corde textile et la matrice de caoutchouc peut affecter l'ensemble des performances d'un pneu. Pour améliorer l'adhérence interfaciale entre la corde polaire et la matrice de caoutchouc non polaire, un agent adhésif doit être utilisé.

Depuis 1935, le Résorcinol Formaldéhyde-latex (RFL) est couramment employé pour favoriser l'adhésion entre la corde et le caoutchouc. En général, le cordon textile doit être enduit de RFL, puis précuit. Ces produits présentent l'avantage d'avoir une faible viscosité et de bonnes propriétés de mouillage.

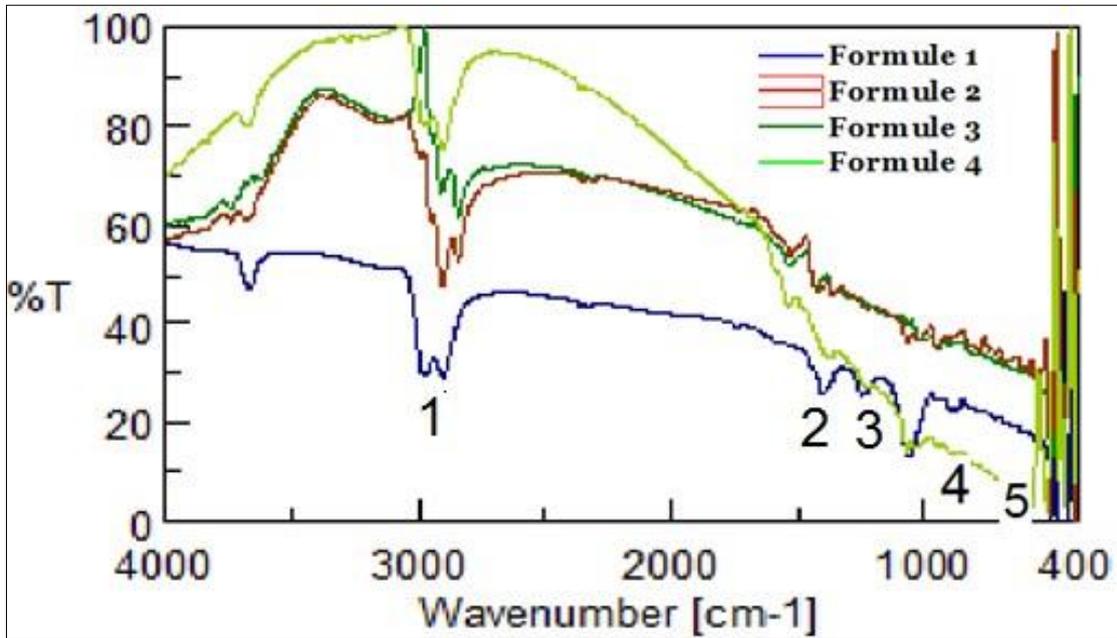
#### IV.2.1. Analyse physico-chimique Infrarouge à transformé de Fourier

Les résultats des formules préparées sont donnés dans la Figure IV.1.

L'analyse physico-chimique des matériaux caoutchouteux préparés par Infrarouge à transformé de Fourier montre des spectres semblables pour les quatre formules. Ce qui confirme, que les mêmes matériaux sont utilisés dans la recette de formulation des mélanges caoutchouteux.

Les spectres infrarouges des quatre formules montrent une bande d'absorption entre 2900 à 3400  $\text{cm}^{-1}$  qui est assignée aux vibrations du groupe OH représentative des fonctions alcools. La bande d'absorption centrée à 1717  $\text{cm}^{-1}$  caractéristique des acides carboxyliques saturés. La bande à 1060 et 1175  $\text{cm}^{-1}$  est due aux vibrations du C-O des groupes éther et la bande à 1030  $\text{cm}^{-1}$  est assignée aux vibrations du CO des groupes alcooliques. Les bandes des vibrations du monomère diène se situent à 966, 910 et 728  $\text{cm}^{-1}$ . Celles-ci sont liées à la

formation d'un réseau réticulé et de ponts C-O-C, ce réseau réticulé a été caractérisé par fraction de gel et est corrélé à l'évolution des doubles liaisons diènes. Les bandes situées à 700 et 750  $\text{cm}^{-1}$  sont les bandes d'absorption caractéristiques du noyau aromatique du styrène.



**Figure IV.1.** Spectres infrarouges des formules préparées, Assignation des domaines :

- 1:** Hydroxyles (OH), **2:** Carbonyles (C=O), **3:** C-O, **4:** C=C du Polybutadiène et **5:** vibrations C-H du cycle aromatique de l'unité styrène.

#### IV.2.2. Viscosité Mooney

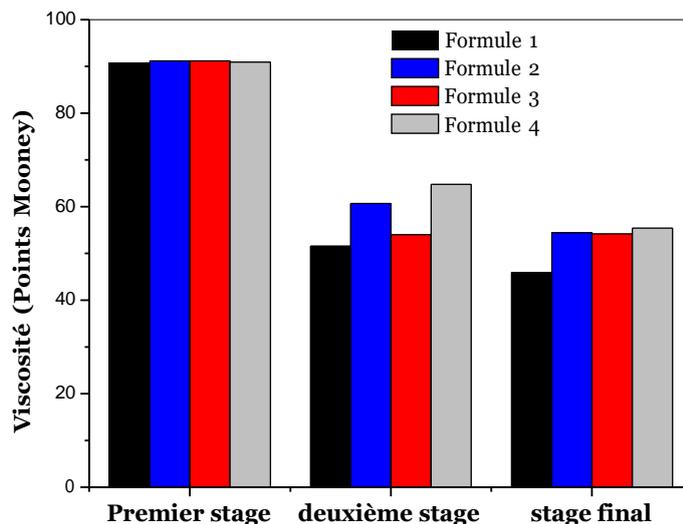
La valeur de viscosité Mooney a une relation directe avec la plasticité d'un matériau. Les résultats des analyses de viscosimètre Mooney sont présentés dans le Tableau IV.1 et la Figure IV.2 illustre les histogrammes représentatifs de l'évaluation des valeurs de la viscosité.

**Tableau IV.1.** Viscosité des formules préparées dans chaque étape de préparation.

Viscosité (Points Mooney)	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4
<b>Premier stage</b>	90.71	91.23	91.21	90.91
<b>Deuxième stage</b>	51.63	60.69	54.04	64.78
<b>Stage finale</b>	45.93	54.45	54.2	55.42

Pour le premier stage, on remarque que les valeurs de la viscosité pour les quatre formules préparées sont similaires de l'ordre de 91 points Mooney.

Nous remarquons, une diminution de la viscosité dans le deuxième stage pour les formules 1 et 3 (absence de Résorcinol Formaldéhyde), cette diminution est probablement due à la diminution de la température ( $^{\circ}\text{C}$ ) dans la deuxième partie de préparation.



**Figure IV.2.** Histogramme représentatif des viscosités des formules préparées.

Les valeurs de viscosité des formules 2 et 4 où nous avons ajoutées l'agent Résorcinol Formaldéhyde sont 60,69 et 64,78 Mooney, respectivement. La comparaison entre les valeurs de viscosité de toutes les formules montre que la viscosité des deux formules qui contiennent l'agent Résorcinol Formaldéhyde est un peu grande par rapport à celles qui ne contiennent pas cet agent. Cette légère augmentation est probablement due à la propriété chimique de ce dernier (sa viscosité).

Pour le stage final, une diminution légère dans la viscosité de toutes les formules et cela est probablement dû à l'ajout de l'agent de liaison Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine dans les formules 3 et 4, mais pour la formule 2, la valeur de la viscosité est légèrement augmenté (52.2 Mooney) que le stage précédent (52.02 Mooney), cette légère augmentation est due peut être à l'effet de la température car cette dernière se diminue de 140 °C vers 30°C.

La comparaison entre les viscosités des matériaux préparées à partir les quatre formules montre des valeurs similaires pour les trois formules (2,3 et 4) qui contiennent les agents de liaison (Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine) par rapport a celles de la formule 1 (ou il ya absence des agents de liaison).

La comparaison des valeurs de viscosités des quatre formules entre le premier stage et le dernier stage, nous montre que le caoutchouc au stage final de la préparation a un petit poids moléculaire et une bonne plasticité, la diminution de viscosité de caoutchouc montre une amélioration des propriétés physiques de ce dernier

L'ajout des agents de liaison Résorcinol et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine aux formulations de caoutchouc augmente la viscosité Mooney en raison de la formation d'un réseau réticulé.

### IV.2.3. Processus de vulcanisation

Pour mieux comprendre le mécanisme de la vulcanisation de caoutchouc, nous avons utilisé, fait le test MDR 3000 pour les quatre formules de caoutchouc à une température  $T=150^{\circ}\text{C}$ , nous avons obtenus les courbes de vulcanisation présentées dans la Figure IV.3.

Les résultats de test MDR 3000 sont donnés dans le Tableau IV.2.

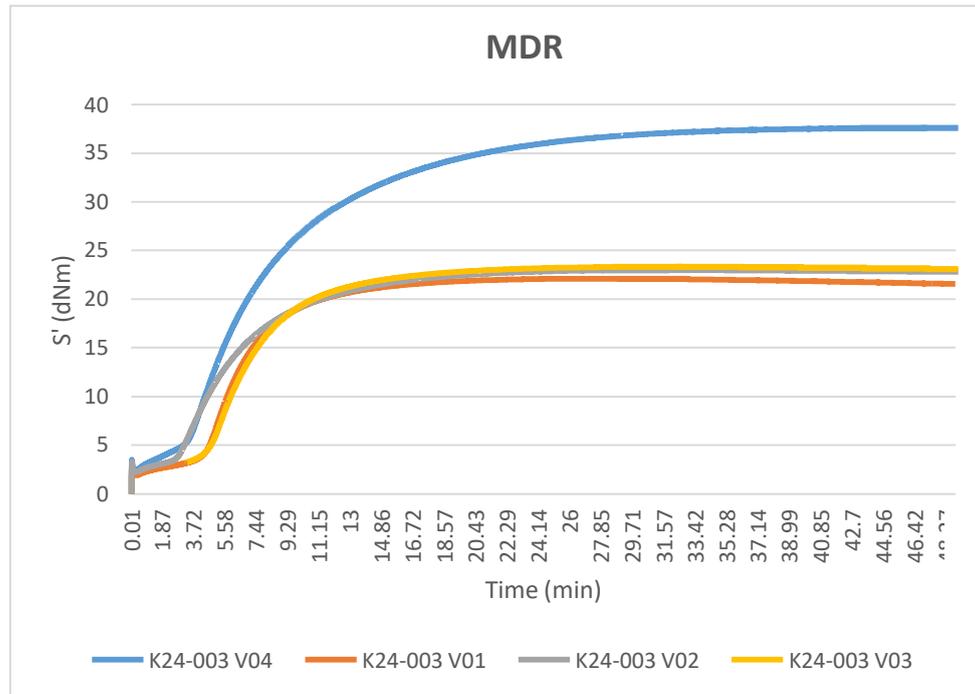


Figure IV.3. Courbes de vulcanisation.

Tableau IV.2. Caractéristiques de processus de vulcanisation.

	Formule 1	Formule 2	Formule 3	Formule 4
<b>S'Min (dN.m)</b>	1.89	2.26	1.95	2.43
<b>S'Max (dN.m)</b>	22.11	23.5	23	39.79
<b>TC 90 (min)</b>	11.75	13.47	13.01	18.98

Avec les courbes de rhéomètre, on peut calculer, l'état de vulcanisation d'un caoutchouc naturel et synthétique, renforcé en noir de carbone et vulcanisé en soufre à un temps donné.

L'évaluation des courbes de vulcanisation nous montre l'existence de trois zones : la première zone est la zone d'induction qui nous donne le temps ou la vulcanisation débute. La deuxième zone est la zone de vulcanisation ou la pente des courbes est plus raide.

À la fin de la courbe, on atteint un plateau qui montre que le mélange a été vulcanisé et atteint une bonne résistance à la température de vulcanisation.

Concernant les valeurs de S'Min, nous avons trouvées presque les mêmes valeurs pour les quatre formules (1.89 ; 2.26 ; 1.95 ; 2.43). La valeur de S'Max de la formule 1 est 22.11. Nous observons, une légère augmentation de cette valeur pour les formules 2 et 3 où nous avons ajoutées les agents Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélamine dans chacune seul. Une nette augmentation de cette valeur (39.79) dans la formule 4 (là ou nous avons ajoutées les deux agents liants ensemble) par rapport à la formule 1 (absence de liant), et également par rapport aux formules 2 et 3 (Présence d'un seul agent liant). Cette augmentation indique que les agents liants ont un effet sur la vitesse de formation des liaisons S du caoutchouc, accélérant ainsi la réaction de vulcanisation. Toutefois, leurs ajouts dans la formule 4 ont eu un effet positif évident sur la vitesse de réaction.

Pour le Temps de cuisson TC90, Nous observons que la formule 4 nécessite un temps plus grand par rapport au autres formules ce qui confirme, les interprétations des résultats précédents.

#### IV.2.4. Traction

L'essai de traction donne des informations sur la résistance d'un matériau donné.

Les résultats des analyses de traction sont présentés dans le Tableau IV.3.

**Tableau IV.3.** Résultats de Traction.

	<b>Formule 1</b>	<b>Formule 2</b>	<b>Formule 3</b>	<b>Formule 4</b>
<b>Force à la rupture (MPa)</b>	22.0444	25.7778	21.4667	22.0333
<b>Elongation A%</b>	405.9556	498.5667	412	349.8444

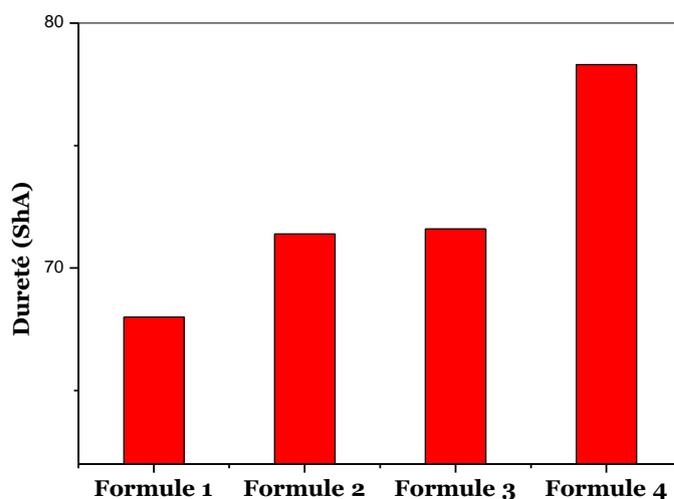
Les valeurs des paramètres physiques pour la force à la rupture et le pourcentage de l'élongation avec la variation du liant. L'ajout de l'agent de liaison Résorcinol Formaldéhyde dans formule 2 a un effet sur la force de rupture et l'élongation (augmentation des valeurs 25.7778 MPa, 498.5667 % respectivement), Par contre dans la formule 3 quand nous ajoutant l'agent de liant Hexa-methoxy-méthyle-melamine, il a un effet inverse que le Résorcinol Formaldéhyde sur les paramètres (force à la rupture et l'élongation) on remarque une diminution en les résultats 21.4667 MPa ,412 %. Dans la Formule 4, on remarque une diminution dans les valeurs 22.0333 MPa, 349.8444 % qui montre l'effet de l'agent de liaison Hexa-methoxy-méthyle-melamine a un effet mauvaise sur la force a la rupture et l'élongation.

#### IV.2.5. Dureté

Le duromètre est utilisé pour mesurer la dureté du mélange vulcanisé des quatre formules préparées, qui est exprimée en Shore A. Les résultats de ce test sont présentés dans le Tableau IV.4.

**Tableau IV.4.** Résultats de paramètre dureté.

	<b>Formule 1</b>	<b>Formule 2</b>	<b>Formule 3</b>	<b>Formule 4</b>
<b>Dureté (ShA)</b>	68	71.4	71.6	78.3



**Figure IV.4.** Histogramme représentatif des valeurs de la dureté pour les quatre formules préparées.

En général, le rapport entre la charge et les additifs, la densité des liaisons moléculaires dans le matériau influent sur la valeur de dureté des caoutchoucs vulcanisés.

La valeur de la dureté pour la formule 1 est 68 Shore A. cette valeur augmente pour les deux formules 2 et 3 (71.4 et 71.6 Shore A respectivement) où nous avons ajoutées l'agent Résorcinol Formaldéhyde dans la deuxième formule et de l'agent Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine dans la troisième formule.

Pour la formule 4, la valeur de la dureté est 78.3 Shore A, la dureté de la formule 4 est largement plus grande par rapport à celle des autres formules et cela probablement due à la présence des deux agents liants Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine ensemble qui a augmenté la rigidité de cette formule. L'augmentation de la dureté peut être due à la présence de l'agent de liaison qui améliore l'adhésion du caoutchouc naturel et de la charge, par rapport à l'absence d'agent de liaison.

#### IV.2.6. Densité

Les résultats de la densité des mélanges caoutchouteux préparés selon les quatre formules sont donnés dans le Tableau IV.5.

**Tableau IV.5.** Densités des formules préparées.

	<b>Formule 1</b>	<b>Formule 2</b>	<b>Formule 3</b>	<b>Formule 4</b>
<b>Densité</b>	1.11	1.077	1.123	1.105

D'après les résultats du Tableau IV.5; il n'y a pas d'une grande différence de la densité entre les 4 formules ; Cela signifie que les agents de liaison n'ont pas d'impact clair sur la densité de mélange.

#### IV.2.7. L'adhésion

Le H test utilisé pour mesurer la force d'adhérence entre la corde textile et la matrice de caoutchouc pour les quatre formulations. Les résultats de ce test sont présentés pour deux cas d'utilisation de textile traité et un autre non traité. Les résultats d'adhérence entre le caoutchouc et les deux types de textile sont donnés dans le Tableau IV.6.

D'après les résultats obtenus, on observe que la force d'adhérence augmente respectivement à partir de la formule 1 jusqu'à la formule 4; cette augmentation signifie que les agents de liaison (Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine) ont une bonne influence d'adhésion entre le textile et le caoutchouc.

**Tableau IV.6.** Forces d'adhérence entre le textile et le caoutchouc pour les deux types de textile.

<b>Formules</b>	<b>Textile non traité</b>	<b>Textile traité (PET)</b>	
		<b>Avant le vieillissement</b>	<b>Après le vieillissement</b>
	<b>F<sub>max</sub> (N)</b>		
<b>1</b>	43.18	145	129
<b>2</b>	51.998	147	129
<b>3</b>	53.367	153	125
<b>4</b>	55.591	157	156

Le Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine a une adhésion mieux que le Résorcinol Formaldéhyde (comparaison entre les formules 2 et3) ; et quand nous utilisons les deux agents au même temps, nous obtenons une meilleur adhésion (Formule 04). Ce résultat est montré pour les deux cas d'utilisation de textile traité et non traité.

L'effet de la température sur l'adhésion de caoutchouc et le textile a été étudié uniquement pour le textile traité (PET), car c'est celui qui nous a donné des résultats satisfaisants par rapport à celui non traité. D'après les résultats montrés dans le Tableau IV.6, il semble que la température agisse comme un facteur dynamique dans la rupture des liaisons interfaciales, c'est-à-dire que les liaisons labiles se rompent avec l'augmentation de la température.

Après cette chute de l'adhérence, la force d'adhérence diminue car les liaisons labiles se rompent sous l'effet de petites contraintes initiales dues à l'augmentation de la température, entraînant la rupture des liaisons plus faibles, jusqu'à ce qu'elles se rompent toutes.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

Les travaux de ce mémoire ont porté sur l'importance des agents liants dans un mélange caoutchouteux-textile utilisé en pneumatique et son influence sur l'adhérence entre le mélange de caoutchouc et textile ainsi que les propriétés rhéologiques et les caractéristiques mécaniques.

Quatre types de formules caoutchouteux ont été préparés et testés : une formule d'un mélange référence qui ne contient pas des agents liants, une deuxième formule contient le Résorcinol Formaldéhyde seul, une troisième formule en présence l'agent de liaison Hexa-methoxy-methyle-melamine et une quatrième formule on ajoute les agents les deux agents de liaisons ensemble.

L'étude des propriétés rhéologiques et mécaniques des quatre mélanges avant et après la vulcanisation ont montré que l'ajout de Résorcinol Formaldéhyde seul dans la composition a montré une augmentation de la viscosité, du TC90, de l'élongation, de la force à la rupture et de la dureté. Cependant, les valeurs de grattage ont diminué, tandis que les valeurs de module et d'adhérence du textile traité au Résorcinol Formaldéhyde sont restées comparables. Une légère amélioration a été observée sur le textile non traité.

L'ajout de Hexa-methoxy-methyle-melamine seul dans la composition n'a pas affecté la viscosité, le grattage, l'élongation, le module et la force à la rupture, tandis que le couple, le TC90 et la dureté ont été augmentés. L'ajout les deux agents dans la composition ont un effet sur toutes les propriétés mécaniques et rhéologiques tel que, la viscosité, TC90, L'élongation, la force a la rupture, la dureté, la densité et l'adhésion. En étudiant les propriétés et le comportement mécanique (l'adhérence entre caoutchouc et textile) de ces quatre formules avant et après vieillissement thermique, les analyses ont montré que le vieillissement thermique influence sur l'adhérence entre le caoutchouc et textile des quatre formules.

En conclusion, l'ajout des agents des liaisons (Résorcinol Formaldéhyde, Hexa-methoxy-methyle-melamine) a un effet sur les propriétés rhéologiques et les propriétés mécanique entre le caoutchouc et textile, ils jouent un rôle important dans la prévention et l'amélioration de l'adhérence entre le caoutchouc et textile.

# **Références bibliographiques**

**Références bibliographiques**

- [1] M.DJ., Ait Khaldoun, Implémentation de lois de comportement thermo-hyperelastique dans le logiciel abaqus, Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2012.
- [2] S., Afrite, K., Benmerzék, Recyclage et valorisation des pneus usagés en poudre de caoutchouc comme additif dans l'utilisation des Bitumes, Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira – Bejaia, 2021.
- [3] N., Ghoujdani, Z., Atifi, Pneumatiques types et procédées, Projet fin d'étude, Université Hassan II de Casablanca, 2019.
- [4] Y., Sadi, Rapport de stage, Stage de découverte et imprégnation, Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie - Annaba, 2022.
- [5] C., Addalou, A.A., Nait, Etude de l'impact des anti-dégradants sur les propriétés mécaniques d'un composé de caoutchouc utilisé dans l'industrie, Mémoire de Master. Université Abderrahmane Mira de Bejaia, 2022.
- [6] P. Hennebert, B. Charrasse, A. Benard, Stéphane Lambert. Impact environnemental des pneumatiques déchiquetés utilisés pour la construction d'ouvrages en remblai. Sciences Eaux & Territoires, 2013, 10 hors-série, 8 p. ff10.14758/SET-REVUE.2013.HS.02ff.
- [7] J., Dick, C., Rader, Raw Materials Supply Chain for Rubber Products, 2024, 37-54.
- [8] M.B, Rodgers, A.Abdullahi, Rubber, Module in Materials Science and Materials Engineering. Oxford: Elsevier; 2016, 1-7.
- [9] G., Chanclou, Rupture de chaînes polymères par oxydation contrôlée Application au recyclage de déchets élastomères, Thèse de Doctorat, Université du Maine, 2000, 35.
- [10] A., Bin Samsuri, A., Abdullahi, in Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, DOI:10.1016/B978-0-12-803581-8.09212-2, 2017.
- [11] J. E. Mark, B.Erman, The Science and Technology of Rubber, 9 7 8 - 0 - 1 2 - 3 9 4 5 8 4 – 6, 4th Edition, 2013.
- [12] A., Mohammad, G.P., Simon, in Polymer Nanocomposites, Pages 297-325, 2006
- [13] Y. Feng, W. He, Bioresource Technology, Volume 294, 122236, 2019.
- [14] K., Song, in Progress in Rubber Nanocomposites, 2017
- [15] R.A., Grimm, H., Yeh, in Coloring Technology for Plastics, I-884207-78-2, 1999
- [16] B Sahoo, J Joseph, A. Sharma, J Paul, Materials & Design 116, 51-64, 2017

- [17] J.M, Martin-Martinez, Rubber Base Adhesives. Adhesion Science and Engineering, 2, , 2002, 573-675.
- [18] P.A., Ciullo, N., Hewitt, in the Rubber Formulary, 9780815514343 December 31, 1999.
- [19] M.N., Alam, Advances in Rubber Compounds Using ZnO and MgO as Co-Cure Activators, 876, 10.3390/polym16070876, 2024.
- [20] E.G., Bahima, N., Agullo, S. Borrós, The role of the activator during the vulcanization of natural rubber using sulfonamide accelerator type. 55(3):82-85, 2002.
- [21] C., Dschagarowa, D., Zheleva, N., Tipova, Stearic acid in rubber chemistry and Technology, 52(6) 6 , 2014.
- [22] S., Sökmen, K., Reincke, S., Ilisch, Influence of Treated Distillate Aromatic Extract (TDAE) Content and Addition Time on Rubber-Filler Interactions in Silica Filled SBR/BR Blends, 10.3390/polym13050698, 2021.
- [23] T., Nakajima, A., Matsuoka, K., Yamashita, H., Fujioka, Humidity-Aging Resistant Steel Cord, NUMBER 88 ,139, 2019.
- [24] G., Buytaert, F., Coornaert, W., Dekeyser, Characterization of the Steel Tire Cord - Rubber Interface, Study of dip content in the tire textile reinforcements, 82(4):430-441, 2018.
- [25] N., Schwandt, T., Gound Resorcinol-formaldehyde resin "Russian Red" endodontic therapy, 7,435-7, 2003
- [26] R.B., Duraira, Resorcinol Formaldehyde Latex (RFL) Adhesives and Applications, 264, 2005.
- [27] C., Johannessen, J., Mark Parnis, Environmental modelling of hexamethoxymethylmelamine, its transformation products, and precursor compounds: An emerging family of contaminants from tire wear ,280, 130914, 2021
- [28] H., Yoen, Composition de caoutchouc de carcasse pour pneus de voitures particulières, 102, 02, 7, 2004.
- [29] A., Hidayat, D., Arti, W., Tri Utami, S., Azahra, M., Anggaravidya, D., Saputra, M., Gumelar, M., Iskandar, G., Taqwatomo, R., Fidyarningsih, L., Wisojodharmo, S., Husin, Idvan, H., Susanto, Indriasari, A., Amry, Effect of bonding agent ratio on mechanical and physical properties of natural rubber compounds for rubber to textile adhesion applications, 2023.

- [30] K., Hamad, M., Kaseem, F., Deri, Characterization of Binary and Ternary Blends with Poly (Lactic Acid) Polystyrene and Acrylonitrile-Butadiene-Styrene, University of Damascus, Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology, 3, 405-412, 2012.
- [31] S., Soltani, Etude de l'influence des charges minerales sur les proprietes des elastomeres synthetiques, Mémoire de Magister, Université du 8 Mai 1945 Guelma, 2012.
- [32] H., Ki Lee, D.Sik, Kim, J.Sung, Won, D.Young, Jin, H.Jae., Lee, S., GooLee, Effects of Thermal and Humidity Aging on the Interfacial Adhesion of Polyketone Fiber Reinforced Natural Rubber Composites , 2016, ID 4159072
- [33] T., Nakajima, A., Matsuoka, K., Yamashita, H., Fujioka, Humidity-Aging Resistant Steel Cord, 88,139, 2019.
- [34] W., Christiansen, B., Vick, Hydroxymethylated resorcinol coupling agent for wood surfaces to produce exterior durable bonds. 2, 2000, 193-208.
- [36] M., Jamshidi, F., Afshar Taromi, N., Mohammadi, The Effect of Temperature on Interfacial Interactions of Cord-RFL-rubber System, Iranian Polymer Journal 14 (3), 2005, 229-234.

## Résumé :

Ce travail est le fruit d'un stage de trois mois au sein de la société nommée EURL SATEREX (IRIS pneumatique) qui situe dans la zone industrielle dans la wilaya de Sétif. Dans ce travail, nous avons étudié l'effet des agents de liaison Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine sur l'adhérence du caoutchouc et du câble textiles trempé. Dans cette étude nous avons préparées quatre formules caoutchouteuses, ensuite, nous avons faits plusieurs tests à savoir la viscosité Mooney, vulcanisation, Traction, dureté, densité et des tests d'adhésion. L'ensemble des tests de contrôle de qualité des matériaux préparés nous a permis de comprendre le mécanisme de la réticulation de caoutchouc naturel et synthétique avec les quels de la recette pour obtenir un caoutchouc de bonnes propriétés physiques, mécaniques et rhéologiques.

La présence des agents de liaison dans la formulation des mélanges caoutchouteux a montré une très bonne adhésion entre le caoutchouc et le textile.

**Mots clés :** Formulation, Caoutchouc, Résorcinol Formaldéhyde et Hexa-methoxy-méthyl-mélatamine, Adhésion, caractérisation.

## Abstract

This work is the result of a three-month internship within the company called EURL SATEREX (IRIS pneumatics) which is located in the industrial zone in the wilaya of Sétif. In this work, we studied the effect of the bonding agents Resorcinol Formaldehyde and Hexa-methoxy-methyl-melamine on the adhesion of rubber and dipped textile cable. In this study we prepared four rubber mixtures, then we carried out different tests namely Mooney viscosity, vulcanization, Traction, hardness, density and adhesion tests. All the quality control tests on the materials prepared allow us to understand the mechanism of crosslinking natural and synthetic rubber with the various other materials in the recipe to obtain a rubber with good physical, mechanical and rheological properties.

The presence of bonding agents in the formulation of rubber mixtures showed very good adhesion between rubber and textile.

**Key words:** Formulation, Rubber, Resorcinol Formaldehyde and Hexa-methoxy-methyl-melamine, Adhesion, characterization.

## الملخص:

هذا العمل هو نتيجة تدريب لمدة ثلاثة أشهر داخل شركة تسمى EURL SATEREX (IRIS pneumatics) والتي تقع في المنطقة الصناعية بولاية سطيف. في هذا العمل، قمنا بدراسة تأثير عوامل الربط ريزورسينول فورمالدهايد وهيكساميثوكسي ميثيل ميثالامين على التصاق المطاط والكابلات النسيجية المغموسة. في هذه الدراسة قمنا بتحضير أربعة صيغ مطاطية، ثم قمنا بإجراء اختبارات مختلفة وهي اختبارات الزوجة موني، اللدونة، الجر، الصلابة، الكثافة والتصاق. جميع اختبارات مراقبة الجودة على المواد المعدة تسمح لنا بفهم آلية تشابك المطاط الطبيعي والصناعي مع مختلف المواد الأخرى في الوصفة للحصول على مطاط ذو خصائص نسيجية وميكانيكية وريولوجية جيدة. أظهر وجود عوامل الربط في تركيبة المخاليط المطاطية التصاق جيد جدا بين المطاط والنسيج.

**الكلمات المفتاحية:** الصياغة، المطاط، ريزورسينول فورمالدهيد وهيكساميثوكسي ميثيل ميثالامين، اللصاق، التوصيف.