

# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères appliquée aux joints d'étanchéité

**Oscar Péta**

Début : Mars 2022 – 1ere Année

Direction de thèse :

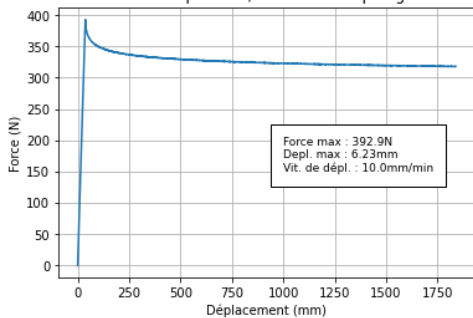
- Benoit Omnès : Expert Référent étanchéité Cetim (Nantes)
- Vincent Le Saux : Professeur de l'ENSTA Bretagne
- Yann Marco : Professeur des universités à l'ENSTA Bretagne

# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

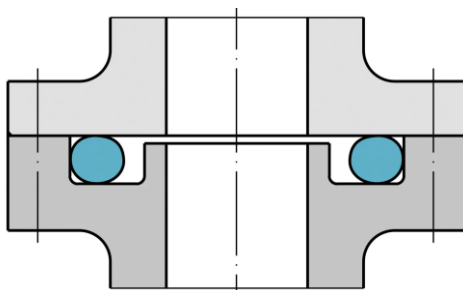
## Contexte de l'étude

- Problématique : prédire l'apparition d'une fuite sur un joint torique élastomère due au vieillissement

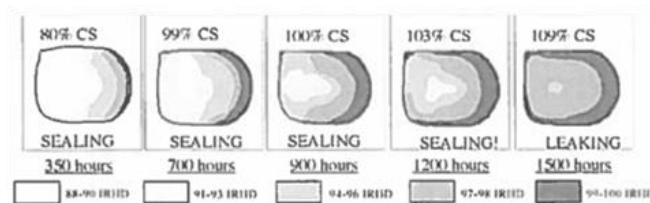
Effets du temps 



(Bernstein and Gillen, 2009)



Oxygène de l'air



(Coveney and Rizk, 2006)



Influence de la température

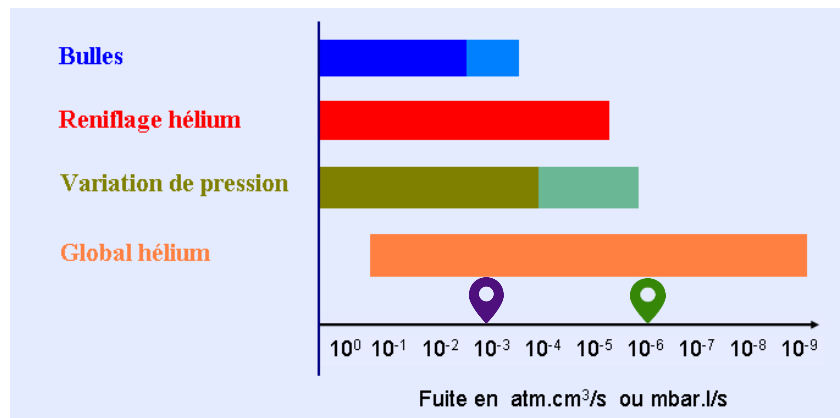
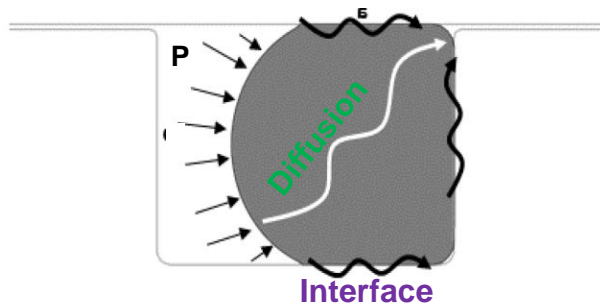
$$a_T = \exp \left[ -\frac{E_a}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right]$$

(Kömmling et al., 2019)

## Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

### Contexte de l'étude

- ▶ Comment identifier une fuite en étanchéité statique?
  - ▶ On distingue **la fuite par perméation** et **la fuite interfaciale** pour les gaz
  - ▶ Utilisation de la spectrométrie de masse hélium
  - ▶ Fuite à l'interface maximale admissible :  $1 \text{ E-3 atm.cm}^3/\text{s}$



## Plan de la présentation

- I. Matériau étudié
- II. Programme de la thèse
- III. Etude préliminaire du matériau
- IV. Etude numérique
- V. Bilan de la première année

Perspectives



# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

## I. Matériau étudié

- ▶ Collaboration avec Elanova Lab
- ▶ Un matériau testé
- ▶ EPDM peroxydé chargé en noir de carbone
  - ▶ Composition et mélangeage connus
  - ▶ Comportement global connu
  - ▶ Représentatif des mélanges industriels



- **Maitrise des dispersions de mesure**
- **Résultats transposables à l'industrie**

# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

## II. Programme de la thèse

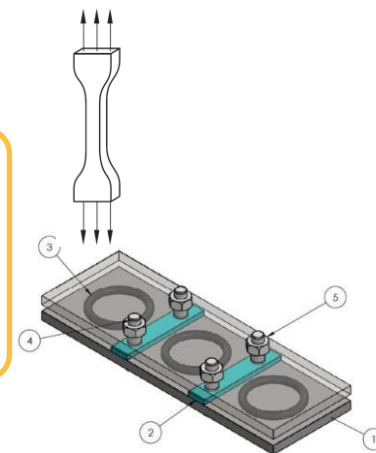
$$a_T = \exp \left[ -\frac{E_a}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}} \right) \right]$$

- Thermique
- Thermo-oxydatif
- 4 Températures

Campagne de vieillissement

Caractérisation des phénomènes

- Etude à différentes échelles
- Couplages entre phénomènes



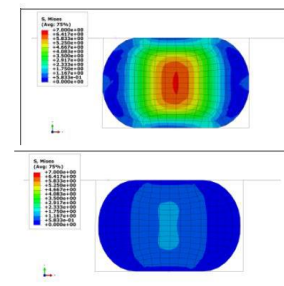
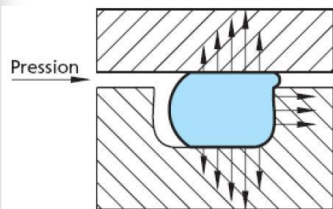
Programme sur 3 ans

Prédiction de la durée de vie

Modélisation

- Essais de validation
- Mesure au cours du vieillissement

- Modélisation des phénomènes
- Implémentation dans le logiciel Abaqus®



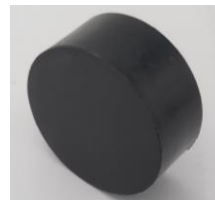
## II. Programme de la thèse



### Joint torique

- Deux dimensions
- Fuite
- DRC
- Gradients

(Kömmling et al., 2017), (Coveney and Rizk, 2006), (Kömmling et al., 2016)



### Plot de compression

- Compression / relaxation
- DRC
- Compressibilité

(Bernstein and Gillen, 2009) (Plaček et al., 2009)  
(Horgan and Murphy, 2009)



### Traction uniaxiale

- Traction à rupture
- Traction / relaxation

(Kömmling, 2017), (Deuri and Bhowmick, 1987)



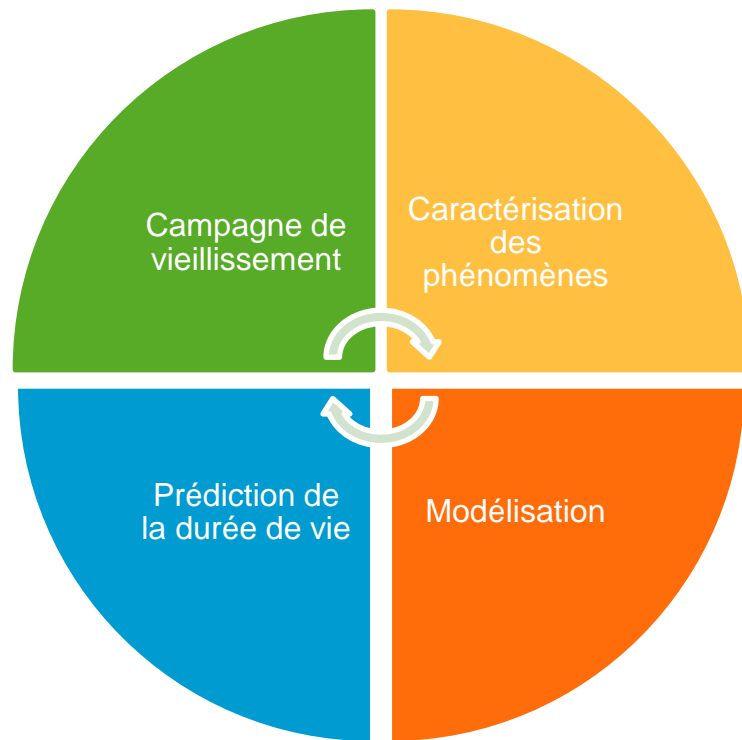
### Traction Plane

- Cisaillement pure

### III. Programme de la première année

#### Etude préliminaire du matériau

- ▶ Explorer la littérature
- ▶ Vérifier que le matériau est pertinent
- ▶ Etablir les protocoles
- ▶ Prendre en main les outils numériques





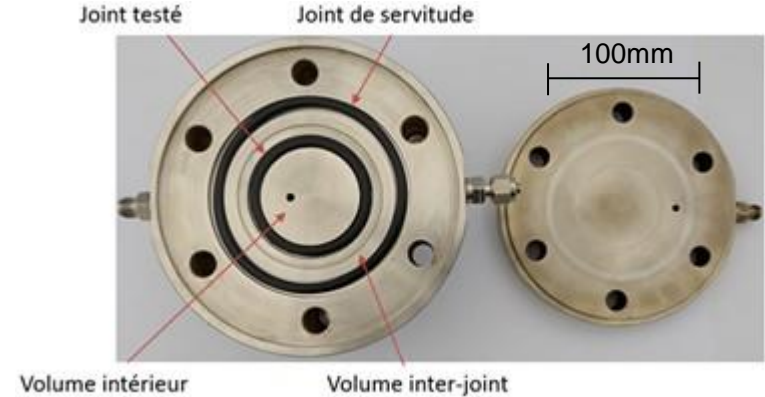
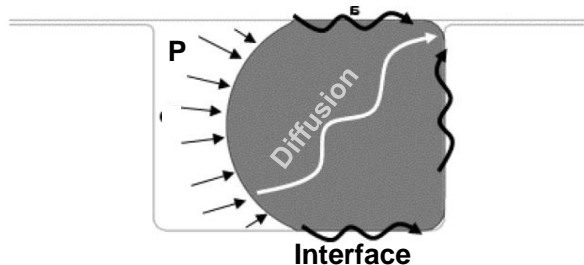
### III. Programme de la première année



## IV. Etude préliminaire du matériau

### ► Mesure de fuite en montage

- ▶ Joint torique 50,17 x 5,33mm
- ▶ Deux joints testés par montage
- ▶ Mesure par spectrométrie de masse hélium
- ▶ Vieillessement comprimé en montage axial
- ▶ Détermination des propriétés de perméation à l'hélium



## RESULTATS

- Pas d'évolution des propriétés de perméation avec le vieillissement
- Pas de fuite à l'interface détectée après 1 mois de vieillissement à 150°C



**Collage du joint aux plateaux du montage**

# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

## IV. Etude préliminaire du matériau

### ► Mesure de **D**éformation **R**émanente après **C**ompression (**DRC**)

#### ► Vieillessement à l'état comprimé

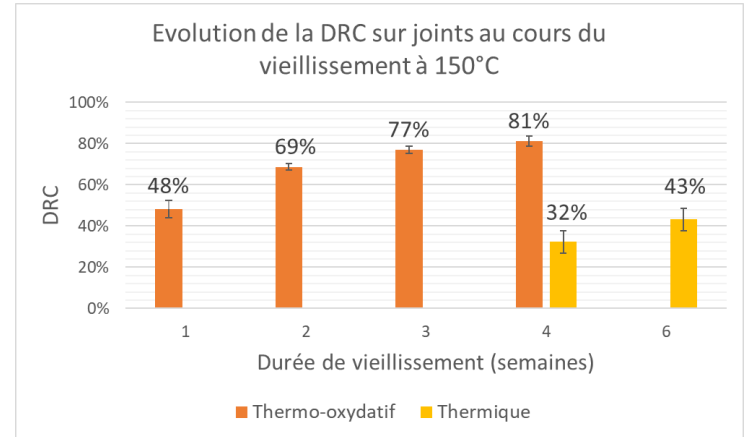
$$DRC = \frac{d_{init} - d_{final}}{d_{init} - d_{comprimé}} \times 100$$



5 mm



Section de joint avant et après vieillissement



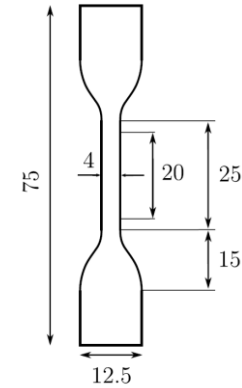
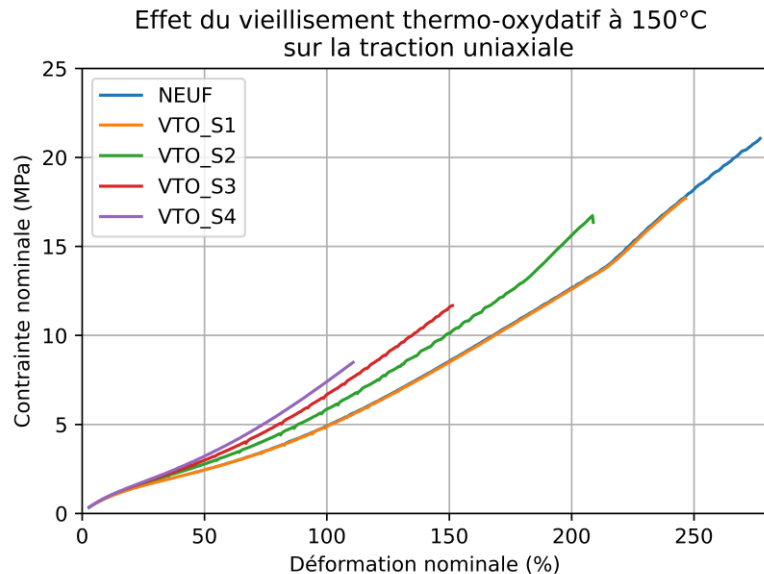
## RESULTATS

- Influence de la présence d'oxygène sur la DRC
- Cinétique de vieillissement adéquate pour l'étude

## IV. Etude préliminaire du matériau

### ► Essais de traction uniaxiale

#### ► Eprouvettes haltères type H2



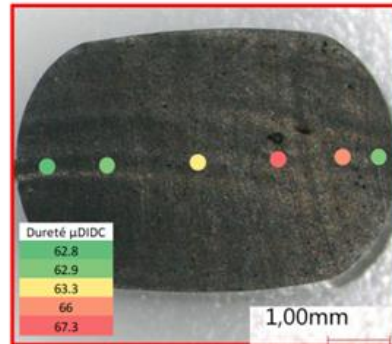
*Eprouvette de traction H2*

### RESULTATS

- Le vieillissement thermo-oxydatif a un effet sur la raideur et la déformation à rupture du matériau

## IV. Etude préliminaire du matériau

- ▶ Mesures de gradients de dureté
  - ▶ Mesure sur joints vieillis
  - ▶ Le matériau durcit localement sous l'action de l'oxygène et de la température
  - ▶ Mesure de microdureté DIDC
  - ▶ Inspiré de (Kömmling et al., 2016)



### RESULTATS

- Un gradient est observé par microdureté DIDC

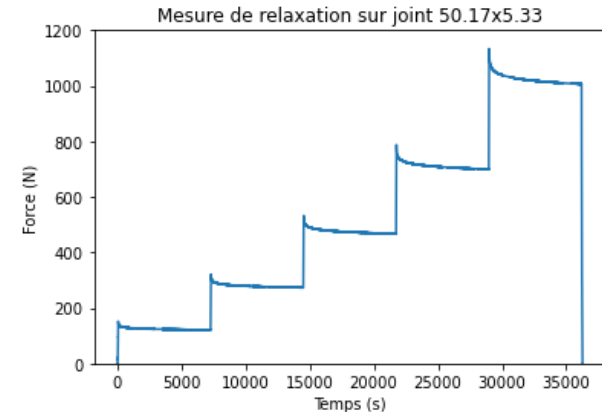
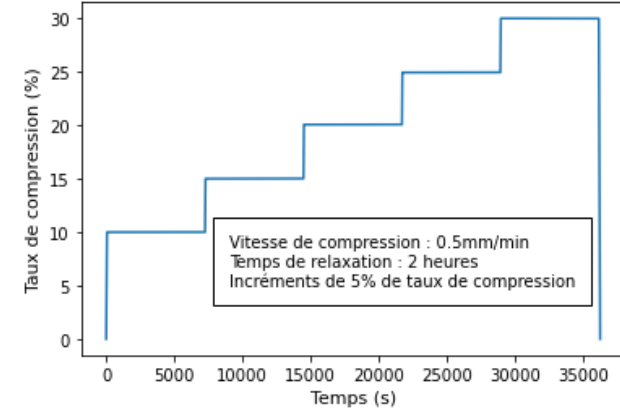


Mesures plus locales prévues

## V. Etude numérique

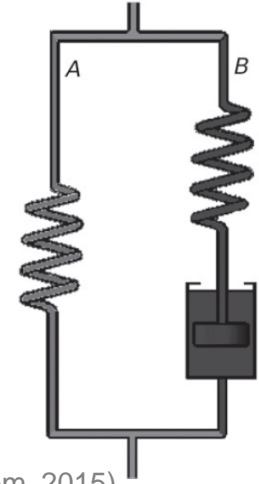
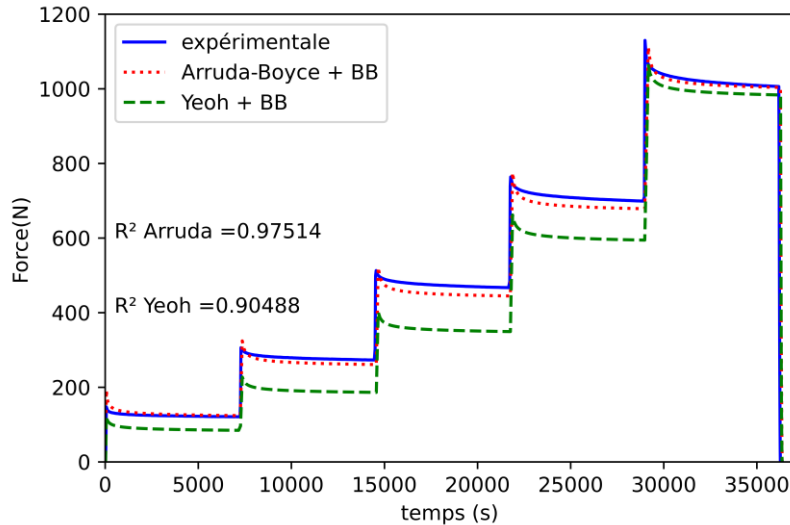
Objectif : identification inverse des paramètres et modélisation de la viscoélasticité

- ▶ Mise en place du dialogue essai/calcul
- ▶ Compression avec paliers de 2 heures
- ▶ Relaxation du matériau dépendante du niveau de déformation



## V. Etude numérique

- ▶ Modélisation de l'hyper-visco-élasticité sur Abaqus®
  - ▶ Etudes des modèles implémentés
  - ▶ Identification inverse avec SiDoLo



### RESULTATS

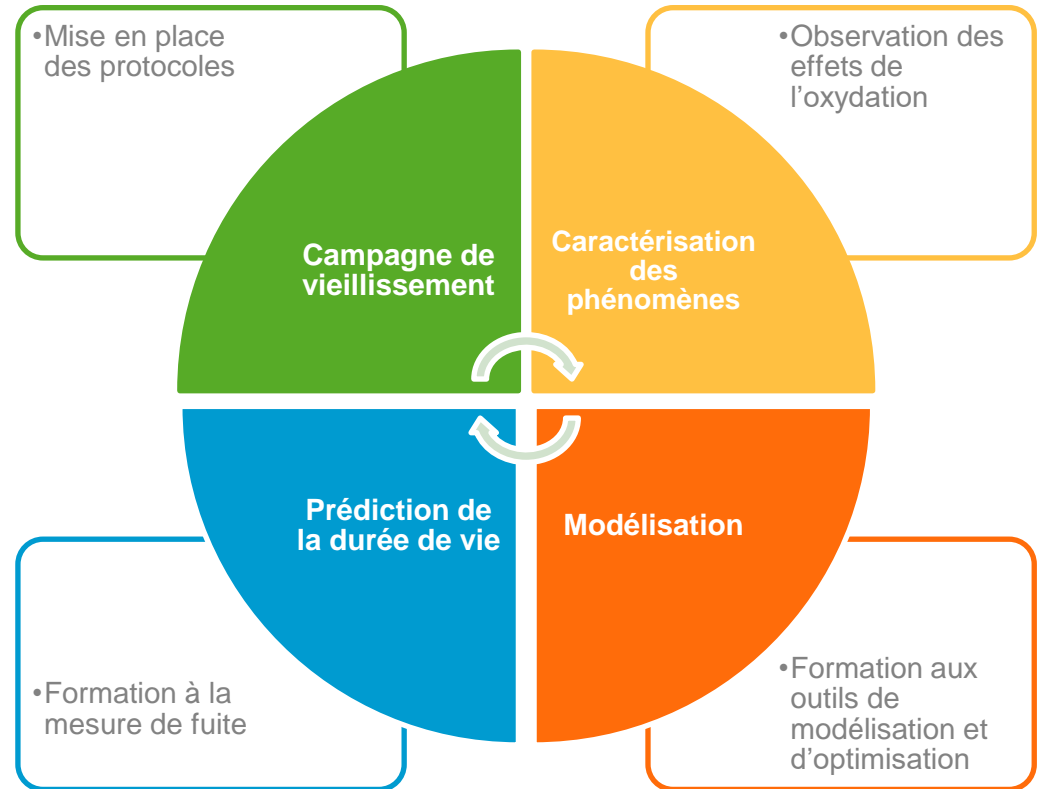
- Prise en main des modèles
- Mise en place des outils d'optimisation

# Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

## Bilan

- ▶ Cinétique de vieillissement adéquate pour l'étude
- ▶ Effet de l'oxygène mesurable

**Validation de l'intérêt dans le matériau pour la suite de la thèse**





## II. Perspectives

### Expérimental

- ▶ Campagne de vieillissement
  - ▶ Mesures mécaniques
  - ▶ Mesure de fuites
  - ▶ Analyses physico-chimiques
- ▶ Identification des phénomènes et des couplages

### Numérique

- ▶ Modélisation de l'action de l'oxygène
  - ▶ Diffusion
  - ▶ Consommation
  - ▶ Génération de gradients
- ▶ Modélisation de la fuite



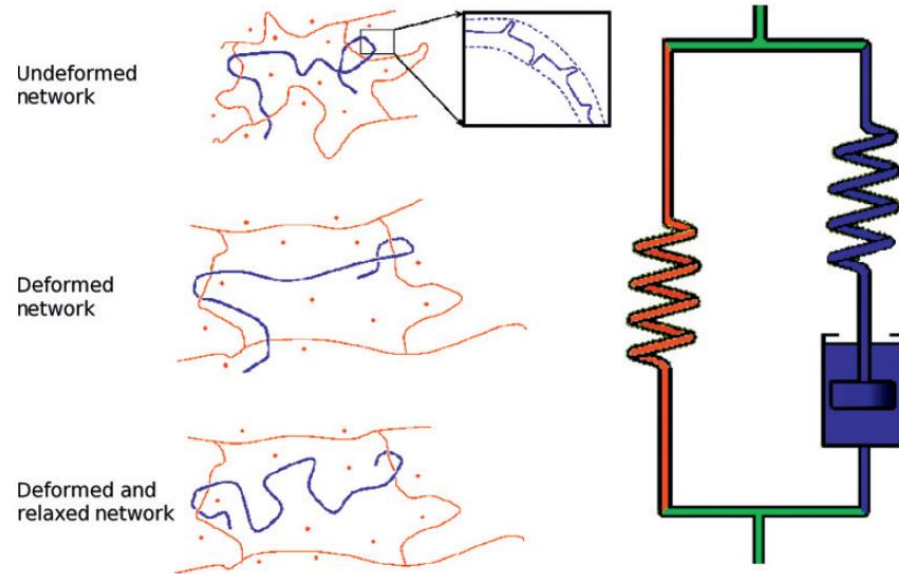
---

*Osez le futur*

## Bibliographie

- Bernstein, R., Gillen, K.T., 2009. Predicting the lifetime of fluorosilicone o-rings. *Polymer Degradation and Stability* 94, 2107–2113. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.10.005>
- Coveney, V.A., Rizk, R., 2006. Life Prediction of O-rings Used to Seal Gases, in: *Elastomers and Components, Service Life Prediction - Progress and Challenges*. Woodhead Publishing, pp. 141–151.
- Deuri, A.S., Bhowmick, A.K., 1987. Aging of EPDM rubber. *J. Appl. Polym. Sci.* 34, 2205–2222. <https://doi.org/10.1002/app.1987.070340613>
- Horgan, C.O., Murphy, J.G., 2009. Compression tests and constitutive models for the slight compressibility of elastic rubber-like materials. *International Journal of Engineering Science* 47, 1232–1239. <https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2008.10.009>
- Kömmling, A., 2017. *Alterung und Lebensdauervorhersage von O-Ring-Dichtungen / Aging and lifetime prediction of O-ring seals*. Technische Universität Berlin, Berlin.
- Kömmling, A., Jaunich, M., Pourmand, P., Wolff, D., Gedde, U.W., 2017. Influence of Ageing on Sealability of Elastomeric O-Rings. *Macromol. Symp.* 373, 1600157. <https://doi.org/10.1002/masy.201600157>
- Kömmling, A., Jaunich, M., Pourmand, P., Wolff, D., Hedenqvist, M., 2019. Analysis of O-Ring Seal Failure under Static Conditions and Determination of End-of-Lifetime Criterion. *Polymers* 11, 1251. <https://doi.org/10.3390/polym11081251>
- Kömmling, A., Jaunich, M., Wolff, D., 2016a. Revealing effects of chain scission during ageing of EPDM rubber using relaxation and recovery experiment. *Polymer Testing* 56, 261–268. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2016.10.026>
- Kömmling, A., Jaunich, M., Wolff, D., 2016b. Effects of heterogeneous aging in compressed HNBR and EPDM O-ring seals. *Polymer Degradation and Stability* 126, 39–46. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2016.01.012>
- Bernstein, R., Gillen, K.T., 2009. Predicting the lifetime of fluorosilicone o-rings. *Polymer Degradation and Stability* 94, 2107–2113. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2009.10.005>
- Bergstrom, J.S., 2015. *Mechanics of solid polymers: theory and computational modeling*. William Andrew, London.

## Modèle rhéologique utilisé

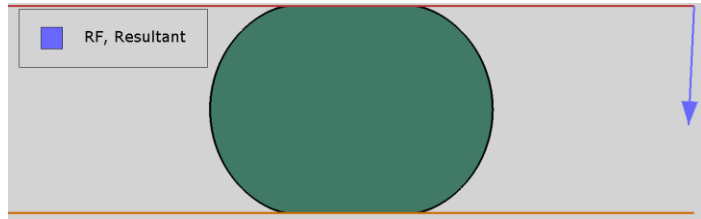


## Fonctionnement de SiDoLo pour identification inverse

Courbes  $RF=f(t)$  et  $RF=f(\epsilon)$  simulées

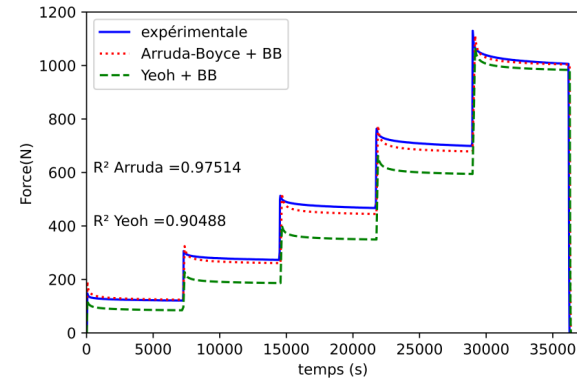
Calcul EF(Abaqus):

- Modèle axisymétrique
- Calcul de  $RF = f(t)$  et  $RF=f(\epsilon)$



Calcul de l'écart avec l'expérience :

1 essais, 2 courbes (F/temps & F/déplacement)



Itération sur les paramètres

## Loi de vieillissement en lien avec fiabilité et durée de vie des élastomères

### Matériau de l'étude

- ▶ Matrice **E**thylène **P**ropylène **D**iene **M**onomère
- ▶ Charges de noir de carbone
- ▶ Antioxydant TMQ
- ▶ Oxyde de zinc
- ▶ Acide stéarique
- ▶ Agent de réticulation : peroxyde
- ▶ Soufre (faible quantité)

