

Titre: Optimisation du procédé de fabrication d'isolateurs vibratoires en polychloroprène
Title:

Auteur: Emmanuelle Sommier
Author:

Date: 2013

Type: Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

Référence: Sommier, E. (2013). Optimisation du procédé de fabrication d'isolateurs vibratoires en polychloroprène [Master's thesis, École Polytechnique de Montréal].
Citation: PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/1317/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**
Open Access document in PolyPublie

URL de PolyPublie: <https://publications.polymtl.ca/1317/>
PolyPublie URL:

Directeurs de recherche: Annie Ross
Advisors:

Programme: Génie mécanique
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

OPTIMISATION DU PROCÉDÉ DE FABRICATION D'ISOLATEURS VIBRATOIRES
EN POLYCHLOROPRÈNE

EMMANUELLE SOMMIER
DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉCANIQUE)
DÉCEMBRE 2013

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

OPTIMISATION DU PROCÉDÉ DE FABRICATION D'ISOLATEURS VIBRATOIRES
EN POLYCHLOROPRÈNE

présenté par : SOMMIER Emmanuelle

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. GOSSELIN Frédéric, Doct., président

Mme ROSS Annie, Ph.D., membre et directrice de recherche

M. AIT MESSAOUD Djebbar, M.Sc.A., membre

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d’abord à remercier la directrice de recherche de mon projet, Mme Annie Ross, pour m’avoir accompagnée dans la réalisation de ce travail, et pour ses conseils et son grand positivisme.

Grands mercis également à Edith-Roland Fotsing pour son aide précieuse dans la rédaction de ce mémoire.

Je tiens également à remercier tous les employés de Soucy Baron Inc. pour leur chaleureux accueil, et en particulier Daniel Dufresne et Alain Raymond pour leur indispensable assistance dans le moulage des isolateurs et la réalisation des tests mécaniques, ainsi que Martine Lavoie pour le partage de ses connaissances et son support technique dans la réalisation des travaux. J’aimerais également à remercier Eric Sing et Simon Bourgault-Côté, étudiants stagiaires de l’école Polytechnique qui ont grandement contribué à certaines sections du projet.

RÉSUMÉ

Ce projet de maîtrise a été mis en place dans le but de répondre à une problématique rencontrée dans l'industrie des véhicules récréatifs. Le moteur de ce type de véhicule est source de vibrations qui peuvent être inconfortables tant pour l'utilisateur que pour les autres éléments mécaniques du véhicule. Dans le but de réduire les effets nocifs de ces vibrations, des isolateurs viscoélastiques sont montés entre le moteur et la structure. Certains isolateurs sont fabriqués à base de Polychloroprène qui un élastomère offrant une combinaison de propriétés mécaniques et résistances particulièrement intéressante pour une application d'isolation vibratoire dans des environnements difficiles. Cependant, ces pièces présentent des variabilités notables et inexplicables de leurs propriétés mécaniques suite à leur fabrication.

L'objectif de ce projet de recherche est donc d'investiguer les différentes sources éventuelles de variabilité intervenant lors du procédé de fabrication des supports, et ainsi d'évaluer leur impact sur les propriétés mécaniques de ces pièces. Il s'agit de regarder l'ensemble du procédé de fabrication des supports de moteur, de la préparation du mélange d'élastomère, au moulage des pièces puis de leur conditionnement après moulage jusqu'à la livraison au client. Le travail de recherche effectué a été divisé en deux volets. Tout d'abord, l'effet des différents aspects externes au procédé central de moulage des pièces a été analysé : le mélangeage (en amont), la thermique du moule (pendant), et le refroidissement des pièces (en aval). Ensuite, les paramètres intervenant lors du processus de moulage par injection des pièces ont été considérés.

Pour mener à bien ces deux points, l'homogénéité du mélange brut a tout d'abord été vérifiée à l'aide de mesures expérimentales du module élastique. Ces mesures ont été réalisées à l'aide d'un tensiomètre sur des éprouvettes du mélange étudié.

Par la suite, afin de vérifier l'uniformité de la distribution de température dans un moule à injection, un modèle thermique par éléments finis d'un moule de production a été développé et validé par des mesures expérimentales réalisées à l'aide d'un thermocouple. Cela a permis d'acquérir une première idée de la distribution de température dans un moule, en dépit du fait que les conditions aux limites appliquées se soient avérées insuffisantes pour reproduire fidèlement la réalité. Néanmoins, un moule permettant de mouler plusieurs pièces à la fois a été investigué. Et l'effet de la position de la cavité de cuisson sur les propriétés a pu être analysé. Les supports ont été expérimentalement caractérisés à l'aide d'une machine servo-hydraulique de traction permettant d'évaluer leurs propriétés statiques et dynamiques.

Deux modes de refroidissement après cuisson ont été comparés, le refroidissement en condition normale de production, et le refroidissement à l'air ambiant. Il s'est avéré que le premier mode était trois fois plus préjudiciable que le second et n'autorisait pas un refroidissement

uniforme adéquat des pièces.

Finalement, la méthodologie des plans d'expérience a été appliquée et a permis d'identifier les paramètres d'influence du procédé de moulage par injection, et d'établir une relation entre eux et les propriétés mécaniques. Il a été montré que non seulement les paramètres reliés à la température avaient un effet prédominant, mais également que la variabilité diminuait pour un état de cuisson plus élevé des pièces.

Mots-clefs : Élastomères, vibration, isolation, procédé de fabrication, moulage par injection.

ABSTRACT

The project presented in this thesis was established as a means to find answers to issues encountered in the recreation vehicle industry. Recreation vehicle engine generates vibration that can lead to passenger incomfort or to mechanical failure. The reduction of such vibration has been a major focus for the industry. As a means to overcome this problem, passive isolators are generally placed between the engine and the structure. However, engine mounts made of Polychloroprene rubber present abnormal variability in their mechanical properties.

The main purpose of this research project was to investigate the possible sources of variability occuring during the manufacturing process of isolators, and thus evaluate their impact on parts mechanical properties. The work consisted to look at the global manufacturing process, namely elastomer mixture preparation, parts molding and cooling.

As such, the research work was divided in two major stages. First of all, external aspects to the main molding process were considered, including mixture preparation, mold thermal variations and parts cooling. Then the parameters directly involved during the injection molding process were investigated.

The homogeneity of the raw mixture was analyzed through experimental measurements of the elastic modulus. Tests were done with a tensiometer on dumbbells.

Subsequently, as a means to verify the uniformity of the temperature distribution in a mold, a thermal finite element model was developped based on a production mold geometry. The model was validated through experimental measurements using a thermocouple. Comparison with experiment confirmed that the model gives a first good idea of the temperature distribution in the mold. But some adjustments of the boundary conditions are still needed to accurately reproduced the reality. Nevertheless, as the mold produces several parts at a time, a comparison between cavity locations was done in order to assess their effect on properties. Engine mounts were experimentally characterized using a servo-hydraulic uniaxial load machine to evaluate their static and dynamic properties.

Thereafter, two different cooling operation procedures were compared, namely the production cooling method, and the ambient air cooling method. It was found that the production cooling method was three times more detrimental than the second method, and did not allow an adequate uniform cooling of molded parts.

Finally, the design of experiments methodology was applied to identify the most influential parameters of the injection molding process. A relationship was established between those parameters and mechanical properties. It was found that temperature linked parameters had a predominant effect. Moreover, it was demonstrated that the variability decreased with a

higher curing state of molded parts.

Keywords : Elastomers, vibration, isolation, manufacturing process, injection molding.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iii
RÉSUMÉ	iv
ABSTRACT	vi
TABLE DES MATIÈRES	viii
LISTE DES TABLEAUX	x
LISTE DES FIGURES	xi
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS	xiii
LISTE DES SYMBOLES	xiv
CHAPITRE 1 INTRODUCTION	1
CHAPITRE 2 REVUE DE LITTÉRATURE	3
2.1 Les isolateurs passifs de vibration	3
2.2 Les élastomères	4
2.2.1 Les familles de polymères	4
2.2.2 Caractéristiques des élastomères	5
2.3 Mise en forme de pièces en élastomère	7
2.3.1 Formulation du mélange	8
2.3.2 Fabrication du mélange	8
2.3.3 Le moulage	10
2.3.4 Le refroidissement	11
2.4 Méthodes de caractérisation des élastomères	11
2.5 Méthodes d'optimisation de procédés	15
2.5.1 Introduction aux plans d'expérience (DOE)	16
2.5.2 Méthodologie d'un processus d'optimisation	17
2.5.3 Outils d'analyse des données d'un plan d'expérience	18
CHAPITRE 3 DÉMARCHE DU PROJET	20

CHAPITRE 4	ARTICLE 1 : INFLUENCE OF MANUFACTURING NOISE PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF ELASTOMERIC VIBRATION ISOLATORS	23
4.1	Introduction	23
4.2	Experimental procedures	25
4.2.1	Homogeneity of elastomer blend	26
4.2.2	Injection Mold Thermal Modeling	28
4.2.3	Impact of cooling conditions	31
4.3	Results and discussion	31
4.3.1	Homogeneity and curing conditions of elastomer mixture	31
4.3.2	Injection Mold Temperature	35
4.3.3	Cooling Operating Conditions	40
4.4	Conclusions	41
CHAPITRE 5	ARTICLE 2 : CHARACTERIZATION OF THE INJECTION MOLDING PROCESS OF PASSIVE VIBRATION ISOLATORS	43
5.1	Introduction	44
5.2	Design of experiments (DOE) methodology	46
5.2.1	Planning the experiment	46
5.2.2	DOE phase 1: Screening Design	47
5.2.3	DOE phase 2: Optimization	48
5.2.4	Validation of the model	49
5.3	Experimental procedures	49
5.3.1	Methodology	49
5.3.2	Samples manufacturing	50
5.3.3	Mechanical properties measurements	51
5.4	Screening procedure	52
5.4.1	Experimental design	52
5.4.2	Initial results	53
5.5	Optimization process	54
5.5.1	Experimental design	54
5.5.2	Results	57
5.6	Discussion	57
5.7	Conclusion	66
CHAPITRE 6	DISCUSSION GÉNÉRALE	67
CHAPITRE 7	CONCLUSION	72
RÉFÉRENCES		75

LISTE DES TABLEAUX

Table 4.1	Number of dumbbell specimens per set of parameters used for the homogeneity study	27
Table 4.2	Ansys Workbench simulation parameters used in the finite element modelling of a production injection mold	29
Table 4.3	For batch A and B, comparison of static moduli obtained as the 300-500% strain slope of previous stress/strain curves	33
Table 4.4	For batch A and B, comparison of stress and elongation at break of obtained stress/strain curves	33
Table 5.1	List of studied input parameters for the screening design DOE1	50
Table 5.2	Variability ranges for every chosen parameter used in the designs of experiment	51
Table 5.3	Fractional factorial design of the screening phase (DOE1)	53
Table 5.4	Split-plot experimental design of the optimization phase (DOE2)	55
Table 5.5	Regression coefficients obtained for each output mechanical properties resulted from DOE2	57
Table 5.6	Global experimental errors of the molding process for DOE2	57
Table 5.7	Variability ranges used for input and output variables of the empirical model	60
Table 5.8	Mechanical properties of chosen triplets	61
Table 5.9	Solutions density evolution in terms of curing time and temperature – DOE 2 quadratic model	63
Table 5.10	Solutions density evolution in terms of curing time and temperature – DOE 2 linear model	63
Tableau 6.1	Erreurs permises sur la température et le temps de cuisson entre les zones limites A et B	71

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1	Exemple de géométrie de supports de moteur [36]	3
Figure 2.2	Molécule ramifiée [23]	5
Figure 2.3	Molécule fortement réticulée [23]	5
Figure 2.4	Molécule faiblement réticulée [23]	5
Figure 2.5	Evolution du module élastique d'un caoutchouc avec la température (adaptée de [24])	7
Figure 2.6	Evolution du facteur de perte avec la température (adaptée de [24]) . .	7
Figure 2.7	Mélangeur interne	9
Figure 2.8	Mélangeur externe	9
Figure 2.9	Le moulage par injection	10
Figure 2.10	Schéma de la cavité d'un rhéomètre à matrices biconiques	12
Figure 2.11	Évolution du module élastique lors de la vulcanisation	12
Figure 2.12	Test de tension avec extensomètre	13
Figure 2.13	Exemple d'installation de test sur une MTS	14
Figure 2.14	Détermination de la raideur avec la méthode des tangentes	16
Figure 2.15	Détermination de la raideur avec la méthode des sécantes	16
Figure 2.16	Variables d'un procédé	17
Figure 2.17	Exemple type d'histogramme Pareto	18
Figure 3.1	Schématisation du processus de fabrication	21
Figure 4.1	Components of an injection molding machine	24
Figure 4.2	Timed execution of the different steps of the homogeneity study	26
Figure 4.3	Cavities identification of the production mold studied	28
Figure 4.4	Boundary conditions applied in the thermal model of a production mold	29
Figure 4.5	For 3 different batch locations, comparison of averaged stress/strain curves of two Polychloroprene blend A and B cured at 165°C for 150s. .	34
Figure 4.6	Averaged stress/strain curves of rubber blend B for 4 different curing conditions	35
Figure 4.7	Heat probe temperature variation over 200 seconds for 10 successive injection molding cycles - Comparison with thermal simulation results .	35
Figure 4.8	Averaged heat probe temperature evolution over 10 successive cures . .	36
Figure 4.9	Heat probe temperature variation measured from the end of an injection molding cycle to the beginning of a new one for 4 successive cycles	37
Figure 4.10	Map of the temperature distribution in the mold obtained with Ansys Workbench after a cycle of 240s	38

Figure 4.11	Isolator stiffness relative to 4 different mold cavity positions and successive cures	39
Figure 4.12	Isolator stiffness evolution over time and as a function of delivery box filling	40
Figure 5.1	Example of vibration isolator	44
Figure 5.2	Cause-and-effect diagram of the injection molding process of isolator mounts	49
Figure 5.3	Example of a strain-stress hysteresis profile obtained for the isolator presently studied and used to evaluate the static stiffness	52
Figure 5.4	DOE1 analysis: Diagram of the effects of DOE1 input parameters on Static stiffness (a), Dynamic stiffness (b) and Loss factor (c).	54
Figure 5.5	Normal distribution of the residuals obtained with DOE2 – (a) Static stiffness; (b) dynamic stiffness; (c) Loss factor.	56
Figure 5.6	Surface of the quadratic model solutions obtained from the analysis of DOE2 results	58
Figure 5.7	Surface of mechanical properties obtained from DOE2 results and as a function of curing temperature and time: (a) Static stiffness – (b) Dynamic stiffness for a 50hz excitation frequency – (c) Loss factor for a 50hz excitation frequency	59
Figure 5.8	Scheme of the empirical model build from the DOE2 resulting statistical model	60
Figure 5.9	Example of possible solutions obtained for the optimization process on the three output variables	60
Figure 5.10	Surface of solutions density obtained with the quadratic model from DOE 2 in terms of curing time and temperature: (a) Comparison of 7 solutions - (b) Comparison of 3 solutions	62
Figure 5.11	Solutions map of mechanical properties (stiffness and loss factor) obtained with the linearized DOE2	64
Figure 5.12	Surface of solutions density obtained with DOE 2 (linear model) in terms of curing time and temperature: (a) 7 solutions – (b) 3 solutions	65
Figure 6.1	Paramètres de cuisson optimisés permettant d’atteindre les requis du client	71

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

ANOVA	ANalysis Of VAriance
DFSS	Design For Six-Sigma
DMADV	Define Measure Analyze Design Validate
DMAIC	Define Measure Analyze Improve Control
DOE	Design Of Experiments
ETC	Easy To Change
HTC	Hard To Change
ppm	parts per million
REML	REstricted Maximum Likelihood
RSM	Response Surface Methodology
SBI	Soucy Baron Inc.
SP	Split-Plot
WP	Whole-Plot

LISTE DES SYMBOLES

$\alpha_0, \alpha_1, \alpha_i$	Coefficients d'un modèle de prédiction
$\hat{\alpha}_0, \hat{\alpha}_1, \hat{\alpha}_i$	Coefficients d'un modèle de régression
δ	Angle de perte
η	Facteur de perte
ϵ	Terme d'erreur d'un modèle de prédiction
$\epsilon_i, \epsilon_{ij}$	Terme d'erreur associée à chaque observation d'un plan d'expérience
a_0, a_i, b_{ij}, c_i	Coefficients d'un modèle de régression
c_k	Fonction de contrainte
C_1	Conditions de vulcanisation 1
C_2	Conditions de vulcanisation 2
C_3	Conditions de vulcanisation 3
C_4	Conditions de vulcanisation 4
d	Déformation
D	Durée de vulcanisation
$\dot{e}$	vitesse de déformation
E	Espace de contrainte d'égalité
f	Fonction du modèle de prédiction
F	Force
I	Espace de contrainte d'inégalité
K_d	Raideur dynamique
K_s	Raideur statique
T	Température de vulcanisation
T_α	Température de relaxation principale
T_a	Température de l'air ambiant
T_c	Température des plateaux chauffants
T_d	Température de décomposition
T_g	Température de transition vitreuse
T_i	Température initiale du moule
W	Aire d'un cycle hysteresis
x_i, x_j	Variables d'entrée d'un modèle de prédiction
X	Facteur d'entrée d'un Processus
Y	Facteur de sortie d'un Processus
Y_i	Variable de sortie d'un Processus
$\hat{Y}_i$	Variable de sortie approximée d'un Processus

Y	Facteur de sortie d'un Processus
z	Facteur de bruit d'un Processus

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

Problématique générale

Le confort de l'utilisateur est devenu au fil des années un argument important de vente des véhicules récréatifs. Pour cette raison, la réduction des vibrations, source principale de l'inconfort et parfois aussi de bris mécaniques, est une étape cruciale du design de ces engins. Une pratique courante de réduction des vibrations générées par le moteur consiste à isoler celles-ci du passager grâce à l'utilisation d'isolateurs passifs. Ces derniers sont placés à différents endroits stratégiques entre le moteur et le châssis du véhicule. Ces isolateurs, plus communément appelés supports de moteur, doivent être capable de supporter de façon homogène le poids du moteur dans toute sa plage de fonctionnement.

Un élastomère offre d'intéressantes caractéristiques viscoélastiques pour l'amortissement et hyperélastiques pour la déformation, qui en font un candidat idéal pour être utilisé dans la fabrication de tels isolateurs. Chimiquement lié à des inserts métalliques de fixation à l'aide d'une colle adaptée, l'élastomère peut alors faire partie intégrante de l'architecture du véhicule.

L'élastomère utilisé comme support de moteur sur véhicule récréatif doit non seulement posséder de bonnes propriétés mécaniques, mais également offrir une bonne résistance à un environnement très sollicitant (humidité, chaleur, ozone, fuel...) tout au long de la vie du véhicule. Un élastomère est en fait un mélange de différents constituants combinés ensemble et permettant ainsi d'atteindre les propriétés recherchées. Le caoutchouc est le principal composant d'un l'élastomère et lui confère ainsi ses propriétés viscoélastiques et hyperélastiques de base. Son association à différentes charges et additifs permet par la suite de renforcer considérablement ses propriétés et résistances tout en augmentant sa durée de vie.

Parmi tous les élastomères, le Polychloroprène est un caoutchouc synthétique qui présente d'excellentes propriétés amortissantes, une bonne résistance aux charges mécaniques et au vieillissement ainsi qu'une grande capacité d'adhérence au métal. Il possède par ailleurs une étanchéité élevée aux différents produits issus du pétrole ainsi qu'une forte résistance à l'ozone et à la chaleur, lui conférant une faible flammabilité ainsi qu'une dégradation réduite au cours du temps. Cela fait de lui un matériau idéal à la fabrication de supports de moteur utilisés

dans l'industrie des véhicules récréatifs.

Les isolateurs sont généralement fabriqués par l'intermédiaire du procédé de moulage par injection. Ce procédé consiste à injecter sous pression le mélange d'élastomère brut dans les cavités d'un moule chaud afin de lui donner sa forme finie. Mais de la composition du mélange, au moulage, suivi du refroidissement des pièces, puis du stockage jusqu'à la livraison au client, chaque étape du procédé de fabrication des isolateurs a une influence significative sur les caractéristiques mécaniques du produit final.

Des variations notables des propriétés mécaniques ont été observées sur des isolateurs moulés en Polychloroprène, et provenant du même lot de mélange et du même cycle de moulage. Une grande sensibilité du mélange de Polychloroprène aux paramètres de fabrication est donc envisageable. Cependant, assurer une uniformité et un contrôle strict des propriétés mécaniques des produits finaux est aujourd'hui un facteur crucial de vente dans l'industrie des véhicules récréatifs.

Objectif général

L'objectif global de ce projet est la compréhension de l'influence des différents paramètres intervenant lors du processus de fabrication d'isolateurs en polychloroprène. Un accent particulier est mis sur l'étude de la variabilité des propriétés mécaniques (raideur statique, raideur dynamique et facteur de perte) afin de proposer un meilleur contrôle qualité des pièces produites. Pour ce faire, chaque étape de fabrication des isolateurs en Polychloroprène a été analysée, incluant l'homogénéité du mélange, l'uniformité de la température du moule, l'impact de la température et du temps de cuisson ainsi que des conditions de refroidissement.

Organisation du mémoire

Ce mémoire comporte quatre chapitres. Le premier chapitre passe en revue la littérature qui couvre principalement les méthodes de mise en forme et de caractérisation, ainsi que les outils statistiques, mis en œuvre dans le cadre du projet. Un second chapitre décrit la démarche appliquée pour la réalisation de l'ensemble du travail de recherche. Le troisième chapitre présente un article sur les différentes études portant sur l'homogénéité du mélange, la distribution de température dans le moule, et la méthode de refroidissement des pièces après moulage. Le quatrième chapitre est également un article présentant la méthodologie et les résultats de l'étude d'influence des paramètres intervenant lors du moulage par injection. Finalement, le cinquième chapitre consiste en une discussion générale sur l'ensemble des résultats du projet.

CHAPITRE 2

REVUE DE LITTÉRATURE

Cette revue de littérature contient cinq sections qui ont pour objet d'introduire les différentes notions nécessaires à la compréhension du projet global. Dans un premier temps, une présentation des isolateurs passifs étudiés dans ce mémoire sera effectuée. Ces isolateurs étant constitués d'élastomère, les deux sections suivantes seront consacrées à ce matériau, ses propriétés et méthodes de caractérisation existantes. Par la suite, une quatrième section s'évertuera à décrire les différentes étapes du procédé de fabrication de pièces en élastomère. Finalement, une présentation de la méthode statistique d'optimisation de procédé appliquée dans le cadre du projet sera faite dans la dernière section.

2.1 Les isolateurs passifs de vibration

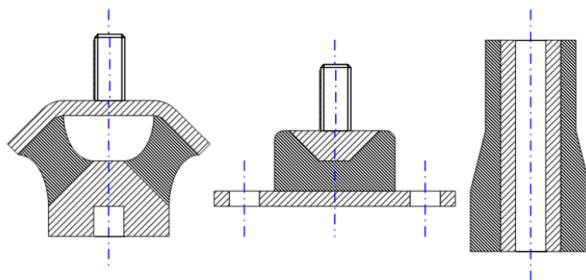


Figure 2.1 Exemple de géométrie de supports de moteur [36]

Les isolateurs de vibration, de par leur nom, ont pour fonction d'isoler un système des sources de vibrations présentes dans son environnement. De nombreux modèles possibles d'isolation existent selon le système vibratoire concerné, mais les isolateurs dits passifs sont largement employés en raison de leur faible coût. En effet, leur utilisation ne nécessite pas de sources d'énergie externe, impliquant ainsi peu d'entretien. Les isolateurs étudiés dans ce mémoire sont faits en élastomère dont les caractéristiques viscoélastiques assurent la fonction d'isolation. Le matériau est par ailleurs chimiquement lié à des inserts métalliques qui permettent de placer l'isolateur entre le système vibrant et la structure à isoler. Cette combinaison simple permet à ce type d'isolateurs d'avoir des géométries très variées comme cela peut être observé aux exemples de la figure 2.1.

Les isolateurs passifs agissent principalement en modifiant la masse, la raideur et l'amortissement d'un système. Les principales propriétés permettant de caractériser leur performance sont les raideurs statiques et dynamiques, et le facteur de perte [48] :

- la raideur statique K_s renseigne sur l'aptitude à supporter le poids de la structure sous laquelle est fixé l'isolateur.
- la raideur dynamique K_d informe sur la capacité de l'isolateur à supporter ce même poids mais pour différentes conditions d'excitation vibratoire de la structure.
- le facteur de perte η qualifie directement l'effet d'amortissement d'un isolateur en fournissant la quantité d'énergie pouvant être dissipée sur une plage de fréquences d'excitation donnée.

Les isolateurs utilisés dans les véhicules récréatifs sont placés entre le moteur, source de vibration, et le châssis du véhicule. Afin de garantir un niveau de confort élevé pour le passager, la conception de tels isolateurs requiert la combinaison de différents facteurs. Plusieurs isolateurs étant utilisés par véhicule, un positionnement et une orientation adéquate doivent être rigoureusement choisies en fonction du système d'application des forces mis en jeu lors de l'utilisation du véhicule [36]. L'isolateur doit posséder des caractéristiques de raideur et amortissement adaptées afin de minimiser la transmission des forces vibratoires dans des directions d'application données. Une géométrie optimale doit donc être choisie permettant de s'adapter aisément à la structure du véhicule tout en minimisant la transmissibilité des efforts [38]. Et c'est le rôle du matériau en élastomère constituant l'isolateur de remplir cette dernière fonction. Les caractéristiques des élastomères seront présentées plus en détail dans la section suivante afin de donner une idée plus claire sur l'origine de leur comportement viscoélastique si bien adapté pour des usages d'isolation vibratoire.

2.2 Les élastomères

2.2.1 Les familles de polymères

Les élastomères constituent l'une des trois principales familles de polymères, les deux autres étant les thermoplastiques et les thermodurcissables. Ces trois familles se distinguent par leurs propriétés physiques très disparates qui sont directement liées à une organisation différente de leurs chaînes macromoléculaires [23]. Les thermoplastiques sont constitués de macromolécules linéaires dont la cohésion est assurée par des liaisons faibles (voir figure 2.2) qui peuvent facilement se rompre lors d'une augmentation de température. Cela octroie un comportement plastique réversible permettant le recyclage du matériau. Les thermodurcissables, quant à eux, présentent un réseau de macromolécules reliées entre elles par de nombreuses liaisons fortes (voir figure 2.3) qui restreignent le mouvement des chaînes les

unes par rapport aux autres. Ils se caractérisent ainsi par une rigidité élevée et un faible allongement élastique. Les élastomères, finalement, sont constitués par un ensemble de chaînes linéaires rattachées les unes aux autres par quelques pontages atomiques (par exemple réalisés avec un atome de soufre) (voir figure 2.4). Le faible taux de réticulation permet de garder des chaînes souples qui confèrent au matériau ses propriétés hyperélastiques avec des taux d'élongation pouvant atteindre 1000%. Ce comportement élastique est par ailleurs réversible, chaque noeud de réticulation constituant une cellule mémoire de la déformation du matériau.

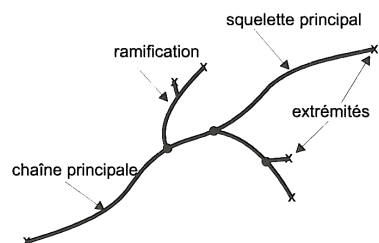


Figure 2.2 Molécule ramifiée [23]

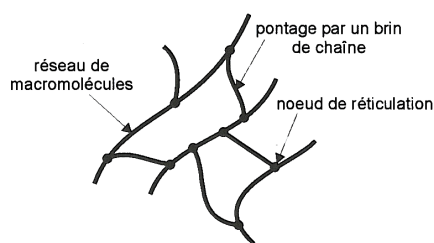


Figure 2.3 Molécule fortement réticulée [23]

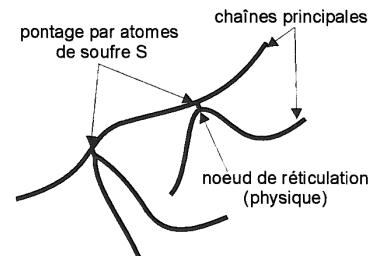


Figure 2.4 Molécule faiblement réticulée [23]

2.2.2 Caractéristiques des élastomères

La vulcanisation

Tout polymère doit passer par une phase de polymérisation pendant laquelle les chaînes moléculaires s'agencent entre elles en créant des liens, permettant ainsi de donner au polymère sa forme finie. Dans le cas des élastomères, ce processus chimique se nomme la vulcanisation et consiste à "cuire" l'élastomère à une certaine température pendant un temps préétabli créant des noeuds de réticulation entre un agent de vulcanisation, par exemple des atomes de soufre, et les chaînes macromoléculaires de l'élastomère. Un paramètre caractéristique de la vulcanisation est le degré de polymérisation qui correspond au nombre de groupes d'atomes par molécule. Son amplitude informe donc sur la longueur de la molécule. Plus le degré de polymérisation est élevé, plus la molécule est longue, et plus un élastomère sera résistant à la traction et aura des propriétés mécaniques intéressantes. Ce phénomène est optimal lorsque la polymérisation est complète, c'est-à-dire lorsque toutes les chaînes ont été reliées entre elles. Un autre paramètre caractéristique est le taux de réticulation qui informe sur le nombre de pontage créés. Il joue ainsi sur la souplesse de l'élastomère et sa capacité finale d'allongement. En effet, un faible taux de réticulation implique une plus grande élasticité. Mais l'étape de vulcanisation n'est pas seule origine des propriétés finales d'un élastomère. La formulation chimique de ce dernier tient également une place importante. En effet, un

élastomère non vulcanisé est non seulement composé de caoutchouc et d'un agent de vulcanisation, mais également de constituants variés qui jouent tous un rôle, soient en facilitant le mélangeage des ingrédients ensemble (ex. plastifiants), ou bien en améliorant l'efficacité et la rapidité du processus de vulcanisation (accélérateurs et activateurs), ou encore en améliorant les performances et résistances de l'élastomère cuit (charges et stabilisants) [23]. Ainsi, l'ajout d'additifs d'une part, mais également l'application d'une température élevée sont des moyens pour faciliter l'obtention d'une vulcanisation complète du matériau et lui octroyer des propriétés recherchées, le comportement mécanique d'un élastomère résultant en grande partie de la mobilité de ses molécules.

Le comportement mécanique d'un élastomère

Selon la température caractéristique à laquelle se trouve l'élastomère, celui-ci peut présenter trois états distincts (Cf. figure 2.5) [23].

- A basse température, les molécules du matériau se trouvent dans un état figé dit vitreux similaire aux thermoplastiques. La mobilité moléculaire est très faible, le module élevé et la théorie des petites déformations peut s'appliquer.
- Lorsque la température augmente, la mobilité moléculaire augmente et l'élastomère rentre dans un état transitoire où le module chute. On observe un ramollissement du matériau dans cette plage dite de transition vitreuse qui permet le passage entre deux états thermodynamiques. Dans cette phase de transition, le matériau présente un comportement viscoélastique élevé. Lors de l'application d'une contrainte, un déphasage d'angle δ se produit dans la déformation induite. Ce déphasage représente les pertes mécaniques causées par le frottement interne des molécules sous l'effet d'une sollicitation. On peut alors définir le facteur de perte $\tan(\delta)$ caractéristique de l'effet amortissant du matériau. Ce paramètre atteint par ailleurs son maximum à la température T_α de relaxation principale (Cf. Figure 2.6) qui elle va dépendre de la fréquence d'une excitation cyclique appliquée sur le matériau. En effet, on observe que si la fréquence augmente, T_α augmente également. Cet aspect est donc important lors de l'établissement de la formulation de l'élastomère utilisé dans les supports de moteur. En effet, il s'agit de formuler un mélange qui pour une certaine plage de fréquences données, se trouvera dans sa plage de transition vitreuse où aura donc lieu le maximum de dissipation et le plus grand amortissement.
- Lorsque la température est élevée, l'élastomère adopte un état dit caoutchoutique. La mobilité moléculaire est élevée et le module est faible. L'élastomère peut atteindre de larges déformations jusqu'à 1000% sa longueur initiale sous de faibles contraintes. La théorie de l'hyperélasticité s'applique.
- Au-delà d'une température de décomposition T_d , les liaisons fortes du squelette des

macromolécules du polymère se rompent et celui-ci se désagrège.

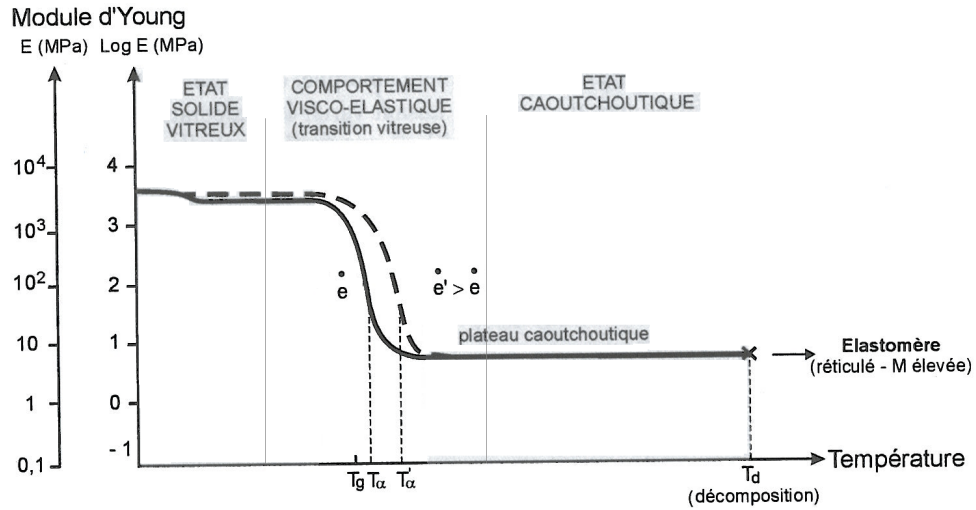


Figure 2.5 Evolution du module élastique d'un caoutchouc avec la température (adaptée de [24])

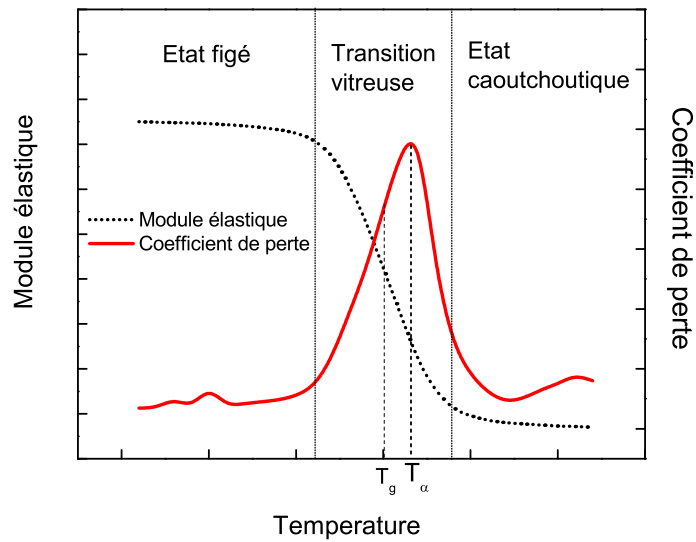


Figure 2.6 Evolution du facteur de perte avec la température (adaptée de [24])

2.3 Mise en forme de pièces en élastomère

Le procédé de mise en forme de pièces en élastomère met en jeu de nombreuses étapes qui affectent la structure macromoléculaire d'un élastomère et donc son comportement mé-

canique final. Cette section a donc pour objet de démontrer la complexité de ce processus de fabrication.

2.3.1 Formulation du mélange

La première phase dans la production d'une pièce en élastomère est l'établissement de la liste des différents ingrédients constitutifs du mélange ainsi que leur dosage respectif [19]. Le fait de mélanger un élastomère à d'autres composants a non seulement pour objectif d'améliorer ses propriétés, mais également sa transformation en permettant une vulcanisation plus rapide. Une réduction de coût est également escomptée car il n'est pas nécessaire de synthétiser un nouvel élastomère atteignant les propriétés recherchées.

L'étape de formulation nécessite une connaissance préalable de l'effet de chaque ingrédient sur le mélange final. Un certain nombre de tests essai-erreur sont également nécessaires pour fixer les paramètres de vulcanisation principaux (température et temps) permettant d'obtenir un produit avec des propriétés spécifiques [5, 26]. Ces nombreux tests permettent par ailleurs de mieux connaître l'effet des différents composants sur les propriétés d'un polymère et ainsi promulguer leur utilisation pour une application type. Mais en raison de la complexité du processus de réticulation, il est important de choisir un dosage et des ingrédients compatibles. En effet, la combinaison d'éléments incompatibles peut engendrer l'effet inverse que celui escompté et observé avec les composants seuls.

2.3.2 Fabrication du mélange

À partir de la formulation pré-établie, les différents ingrédients sont dosés puis mélangés en deux phases[20]. D'abord, les principaux composants (caoutchouc, charges, plastifiants, additifs) sont travaillés par un rotor dans la chambre d'un mélangeur interne (Cf. Figure 2.7). Le caractère rhéofluidifiant de l'élastomère diminue sa viscosité lors de son cisaillement, mais engendre une augmentation de température qu'il est nécessaire de contrôler afin de rester à une température en-deçà de 120°C . Ensuite, à la sortie du précédent mélangeur, le mélange passe dans un mélangeur externe à rouleaux (Cf. Figure 2.8) qui a l'avantage de pouvoir travailler le mélange à des température plus basses inférieures à 80°C , ce qui permet d'incorporer les agents curatifs au mélange en limitant ainsi le risque d'une vulcanisation prématurée.

Il est à noter que des erreurs de dosage, une malfonction interne à un mélangeur peuvent être à l'origine de variations au sein d'un même mélange. Un remélangeage peut s'avérer alors nécessaire avec le rajout d'un composant dans le cas où les propriétés sont trop basses. Dans le cas contraire, le mélange pourrait être utilisé pour un autre type d'application afin d'éviter d'avoir à le jeter.

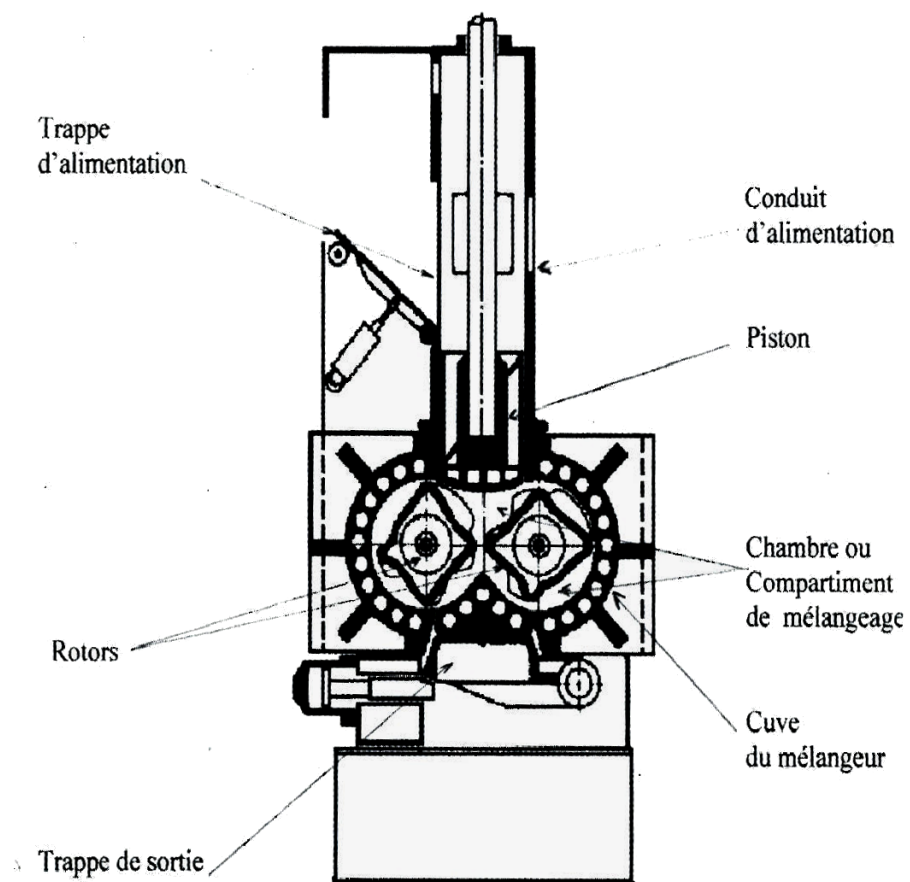


Figure 2.7 Mélangeur interne

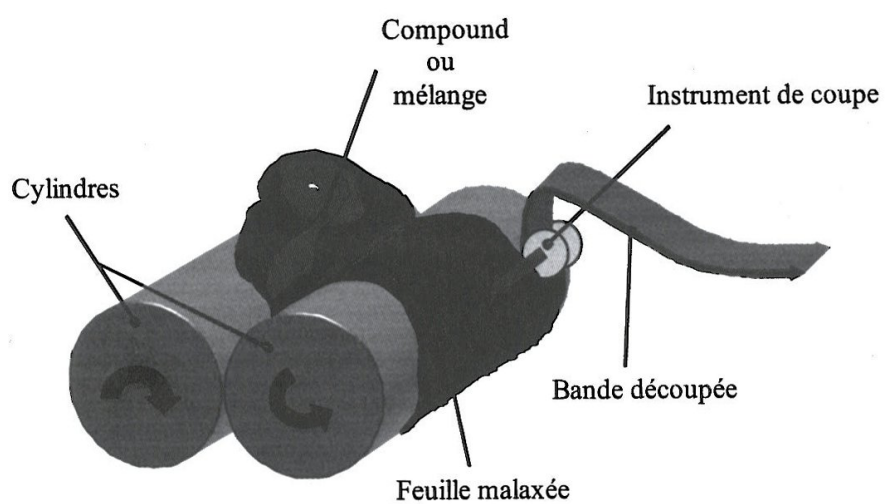


Figure 2.8 Mélangeur externe

2.3.3 Le moulage

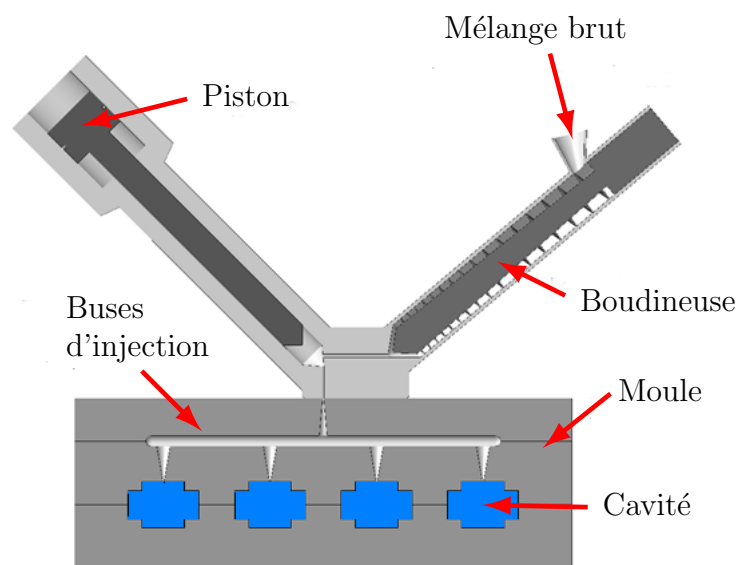


Figure 2.9 Le moulage par injection

Il existe trois différentes méthodes de moulage [20], par compression, par transfert ou par injection, qui dans chaque cas donne une forme définitive au caoutchouc en vulcanisant le mélange placé sous pression dans les cavités d'un moule chaud.

Le procédé de moulage par injection dont traite ce mémoire (Cf. Figure 2.9), est le plus récent et le plus populaire. En effet, disposant d'un système d'injection automatisé, il garantit à la fois une plus grande productivité pour une meilleure homogénéité des pièces, et permet de mouler des pièces de géométrie plus complexe. Les moulages par compression ou par transfert sont appliqués pour mouler des pièces nécessitant un temps de vulcanisation long, ou bien des opérations complexes d'assemblage (par exemple dans le cas des pneus). L'utilisation de mélanges contenant des colorants est également inadaptée à un système de moulage par injection car salissant et requérant un temps de nettoyage long du système d'injection. Néanmoins, bien que plus automatisé que ses prédécesseurs, le moulage par injection requiert tout de même une combinaison d'opérations manuelles et automatiques présentées ci-après. Le mélange d'élastomère brut est, dans un premier temps, inséré manuellement dans une vis boudineuse qui va plastifier le mélange, le guidant vers la chambre d'attente du piston. Préalablement avant injection, un opérateur ouvre le moule et lubrifie ses cavités, avant d'y placer des inserts métalliques. Le moule est alors refermé. Après vérification des capteurs de température du moule, l'injection est lancée. L'opération d'injection dans le moule et de cuisson des pièces se déroule selon les différents paramètres machine et de vulcanisation (débit d'injection, température et temps de cuisson...) préétablis. Lorsque le temps de cuisson des pièces est atteint, le moule s'ouvre automatiquement, et les pièces chaudes sont retirées

manuellement. De nouveaux inserts sont installés, et un nouveau cycle peut commencer. Selon la taille et le type de pièces à fabriquer, les moules peuvent avoir des formes et un nombre de cavités très divers. Plus la pièce sera épaisse et complexe, plus le moule sera gros et subdivisé en plusieurs parties, impliquant un contrôle délicat de la distribution de température dans les cavités du moule. En effet, le transfert thermique requiert un certain temps pour que la température se stabilise au centre des pièces par rapport à leur couche externe. Les différentes opérations mises en jeu lors du processus de moulage par injection peuvent être à l'origine de variations importantes dans les propriétés finales de pièces en élastomère. Dans l'optique de réduire cette variabilité, différents travaux [43, 45] ont investigué les possibilités d'améliorer d'une part la conception des machines de moulage (optimisation du système de boudinage et d'injection de l'élastomère brut), et d'autre part le contrôle du processus de moulage (optimisation du système de régulation de la température).

2.3.4 Le refroidissement

Il existe, à quelques variantes près, trois méthodes de refroidissement possibles :

- Le refroidissement à l'eau est le plus efficace car il permet un refroidissement rapide et uniforme. Il consiste à faire refroidir les produits dans un grand bac d'eau froide. Peu utilisé en production en raison des contraintes de temps et de logistique liés au séchage de pièces moulées, il est par contre systématiquement appliqué pour refroidir les mélanges frais suite à l'étape de mélangeage [20].
- Le refroidissement à l'air ambiant est normalement préconisé pour les échantillons utilisés dans le cadre de tests de qualification ou de développement [27]. Il est généralement effectué en laissant refroidir les pièces ou échantillons sur une surface en métal dont le coefficient de conductivité thermique élevé permet d'évacuer rapidement la chaleur.
- Dans le cas de requis de production rapide de pièces, ces dernières sont directement placées dans leurs boîtes de livraison après moulage. Cela pose des incertitudes sur les conditions de refroidissement réellement subies et leurs conséquences sachant que la température de refroidissement a un effet sur les propriétés mécaniques des pièces [32].

2.4 Méthodes de caractérisation des élastomères

Rhéologie

De nombreux tests existent pour caractériser le mélange d'élastomère, mais aussi la pièce vulcanisée [7]. Le test de rhéologie est le tout premier test effectué sur un nouveau mélange [11] car il permet de valider rapidement si oui ou non le mélange présente les propriétés recherchées ainsi qu'une vulcanisation adéquate avec les paramètres de cuisson choisis.

Ce test est réalisé à partir d'un petit échantillon de mélange cru (environ 4.5cm^3) placé dans une cavité entre deux matrices, l'une étant mobile, capable d'osciller à une fréquence et une amplitude (angle de déformation) souhaitées (Cf. Figure 2.10). Pendant tout le test, la cavité est maintenue à une température de vulcanisation prédéfinie (avec une variation autorisée de $\pm 3^\circ\text{C}$). La déformation cyclique en torsion engendre un couple qui lui dépend des propriétés viscoélastiques de l'échantillon. Le module de cisaillement du matériau est alors directement déduit du couple mesuré à partir de la géométrie de la cavité ainsi que de l'amplitude de la déformation appliquée.

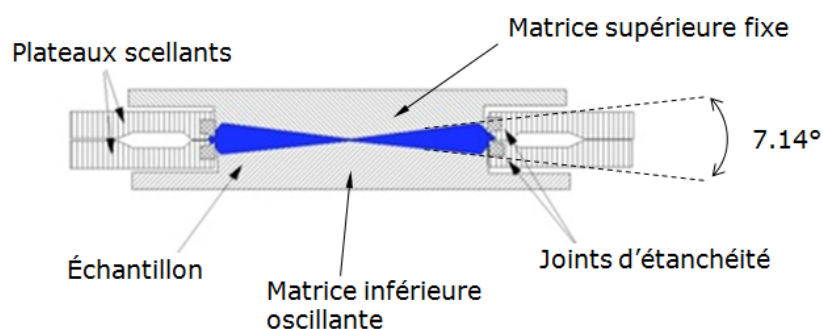


Figure 2.10 Schéma de la cavité d'un rhéomètre à matrices biconiques

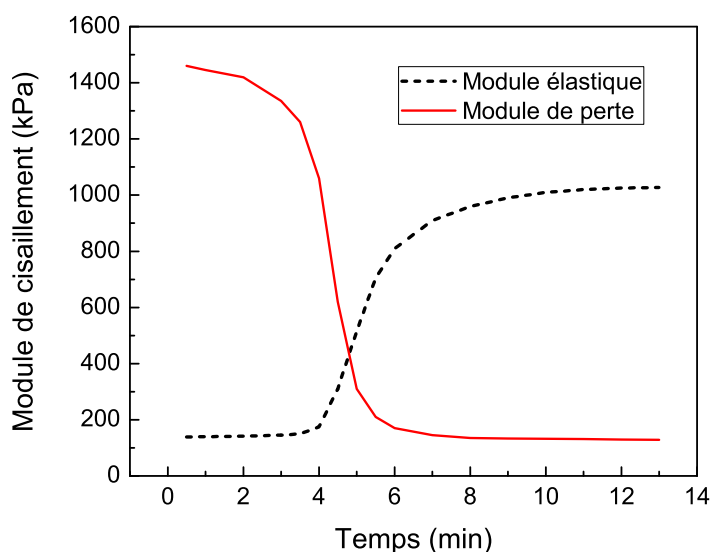


Figure 2.11 Évolution du module élastique lors de la vulcanisation

L'évolution du module au cours du temps (Cf. figure 2.11) informe sur l'état de la vulcanisation. Au début du test, le taux de réticulation est faible, les chaînes glissent et frottent

les unes sur les autres, et il y a peu de résistance à la déformation. Le module élastique G' qui représente l'énergie utilisée pendant un cycle de déformation est donc faible, tandis que le module de perte G'' caractérisant les pertes énergétiques par dissipation de chaleur est élevé. Un accroissement du module élastique, et inversement une baisse du module de perte, traduit une augmentation du taux de réticulation en raison d'une plus grande résistance à la déformation. La vulcanisation est considérée réellement débutée dès l'apparition du premier point d'inflexion de la courbe d'évolution du module. Ensuite, lorsqu'un second point d'inflexion se produit, cela indique que presque tous les pontages entre les atomes de l'agent de vulcanisation et les molécules du polymère ont été formés. La vulcanisation est considérée adéquate lorsque le module élastique se trouve à 90% de la valeur plateau succédant ce second point d'inflexion. Une température trop faible ou trop élevée, un manque d'agent de vulcanisation sont tous des facteurs qui peuvent s'observer directement par l'évolution du module (absence de points d'inflexion, baisse du module élastique, etc.).

Tests mécaniques

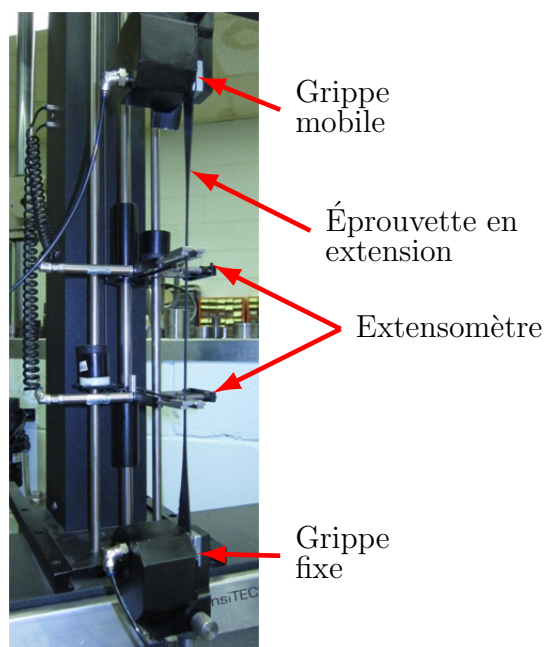


Figure 2.12 Test de tension avec extensomètre

D'autres tests permettent de caractériser mécaniquement un mélange vulcanisé. Un test de dureté à l'aide d'un duromètre renseigne sur sa rigidité, tandis qu'un test de traction sur tensiomètre [9] permet d'obtenir les propriétés hyperélastiques (force et allongement à la rupture) d'un mélange. Ce dernier cas utilise des éprouvettes standard en forme d'haltère qui sont découpées dans une feuille de mélange préalablement moulée. L'éprouvette est alors

fixée par ses extrémités aux mors du tensiomètre, l'un des deux étant mobile permettant l'extension de l'éprouvette (Cf. figure 2.12). Un extensomètre est placé autour de la partie centrale, plus fine de l'haltère, afin de mesurer l'allongement en fonction de la force de tension appliquée. La contrainte en tension peut alors être déduite à partir de la section centrale de l'éprouvette et de la force mesurée par la cellule de charge du tensiomètre.

Afin d'évaluer la résistance à un environnement difficile, pour citer un exemple, des tests de rémanence en compression [8] sont effectués sur un mélange préconditionné. Il s'agit de maintenir en compression pendant un temps et une température prédéfinis un échantillon de mélange préalablement moulé. La déformation résiduelle est par la suite mesurée après relâchement complet du matériau. La rémanence en compression est obtenue comme la différence entre les épaisseurs originelles et résiduelles.

Il est possible de mesurer les propriétés statiques et dynamiques des pièces vulcanisées (isolateurs) en effectuant des essais mécaniques à l'aide d'une machine de caractérisation servo-hydraulique MTS [10].

Un outillage d'essai en deux parties est préalablement conçu et fabriqué pour une géométrie de pièce testée. Il permet de monter celle-ci entre les deux bras de la MTS (Cf. figure 2.13), l'un étant mobile comme dans le cas du tensiomètre. La partie fixe de l'outillage est généralement massive de raideur beaucoup plus élevée que celle de la pièce à tester afin de ne pas bruite les mesures. À l'opposé, la partie de l'outillage reliée au bras mobile de la MTS doit être simple et capable de transmettre sans perte la déformation imposée à la pièce.

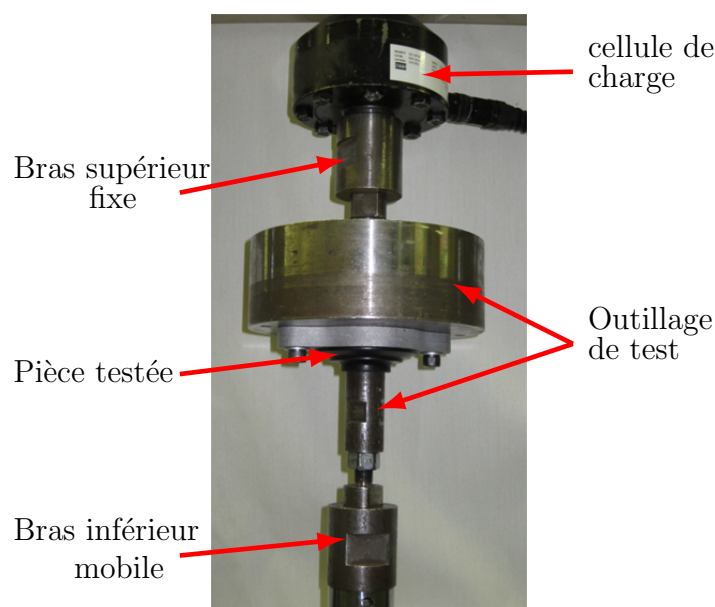


Figure 2.13 Exemple d'installation de test sur une MTS

À partir d'un pilotage en force ou en déplacement, des cycles de contrainte-déformation peuvent alors être appliqués sur la pièce, accompagnés d'une sollicitation en fréquence si souhaitée afin d'observer le comportement dynamique de la pièce. Les propriétés statiques ou dynamiques (raideurs, amortissement) peuvent alors être déduites géométriquement à partir des cycles hystérésis mesurés. La raideur statique ou dynamique correspond simplement au rapport entre l'amplitude de la force F et l'amplitude de la déformation d ou excitation correspondante. Les cycles peuvent présenter un comportement linéaire ou non-linéaire. De ce fait, plusieurs méthodes existent pour évaluer géométriquement les raideurs selon la façon la plus adaptée à la forme du cycle. Par exemple, dans le cas de cycles linéaires de forme régulière et symétrique, la raideur peut être calculée comme la moyenne des pentes de deux droites tangentes de part et d'autres du cycle (Cf. figure 2.14). Dans le cas de cycles non-linéaires ou asymétriques, l'utilisation de droites sécantes peut être envisagée afin de connaître la raideur en une partie restreinte du cycle (Cf. figure 2.15). Dans ce cas, les points d'intersection des droites sont choisis afin d'obtenir la meilleure représentation possible de la pente moyenne de la partie du cycle étudiée. Le choix des points étant très subjectif, une erreur sur la mesure doit donc être escomptée par rapport à la valeur réelle du module. Mais il est important que ce choix reste définitif pour toutes les campagnes de tests effectuées sur la même géométrie de pièce afin de conserver une base comparative. L'évaluation du coefficient de perte est d'autant plus complexe qu'elle nécessite une intégration de l'aire W du cycle afin d'obtenir l'énergie dissipée pendant un cycle de déformation. Le coefficient de perte η peut alors se déduire en utilisant l'équation 2.1. L'aire du cycle est généralement évaluée par triangulation. De même que précédemment, la position et le nombre de points de triangulation choisis rendent la précision de la mesure difficile.

$$\eta = \tan(\arcsin(\frac{W}{\pi F d})) \quad (2.1)$$

2.5 Méthodes d'optimisation de procédés

L'optimisation de procédés est aujourd'hui devenue une étape incontournable au sein de l'industrie afin de rester compétitif. C'est un domaine qui s'attache à minimiser le coût d'un produit tout en maximisant la performance. De nombreuses méthodologies ont été développées permettant d'acquérir une connaissance approfondie d'un procédé de fabrication tout en faisant appel à différents outils statistiques et numériques menant à son optimisation [51]. La méthodologie des plans d'expérience a largement fait ses preuves au sein de l'industrie dans ce domaine et a donc été mis en oeuvre lors de la réalisation du projet de maîtrise.

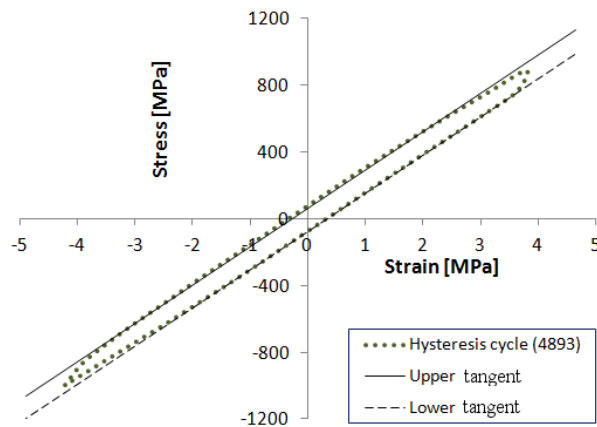


Figure 2.14 Détermination de la raideur avec la méthode des tangentes

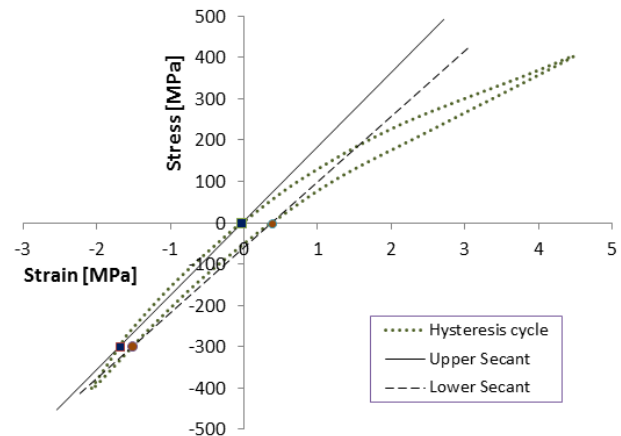


Figure 2.15 Détermination de la raideur avec la méthode des sécantes

2.5.1 Introduction aux plans d'expérience (DOE)

La première approche expérimentale spontanément utilisée par le scientifique est la réalisation continue d'essais-erreurs, sans garantie d'obtenir la meilleure solution. L'étape suivante de l'expérimentation est de tester chaque facteur indépendamment des autres. Inefficace et coûteuse, cette deuxième approche ne permet pas de connaître les possibles interactions entre les facteurs mises en jeu. L'utilisation de plans d'expérience, plus communément appelés DOE (de l'anglais "Design Of Experiment"), où tous les facteurs sont variés ensemble, a par la suite été introduite dans le but de mieux comprendre l'influence des différents facteurs entre eux. En outre, la diversité des plans disponibles les rend applicables à des domaines divers où peuvent être identifiées les sources les plus influentes de variations d'un procédé [49].

Un DOE est constitué d'une série d'essais successifs au cours desquels l'amplitude des différents facteurs d'influence possible d'un procédé est variée afin d'étudier les changements induits dans la réponse de sortie. Les facteurs d'influence peuvent être classés en trois catégories :

- Les "facteurs faciles à changer" sont les paramètres pouvant être facilement et rapidement modifiés.
- Les "facteurs difficiles à changer" sont des paramètres contraignants à modifier et/ou nécessitant une certaine durée d'attente avant application (comme dans le cas de la température par exemple).
- Les "facteurs de bruit" proviennent des conditions environnementales et d'opération. Ils sont généralement pris en compte dans l'erreur expérimentale du modèle d'optimisation, mais peuvent être intégrés à un DOE afin de mieux connaître son effet sur la

performance d'un procédé, pour ensuite être minimisé au mieux.

2.5.2 Méthodologie d'un processus d'optimisation

Le processus d'optimisation basé sur l'utilisation de plans d'expérience requiert un certain nombre d'étapes qui peuvent être regroupées en 5 phases [4, 22, 58] :

1. Une étude préliminaire permet de définir le problème à résoudre et les objectifs à atteindre. Suite à une réflexion sur les causes possibles du problème, les variables d'entrée/sortie X et Y du procédé à optimiser sont choisies. L'espace de variation des variables d'entrée est également fixé et reste valide pour toute la durée du processus d'optimisation.

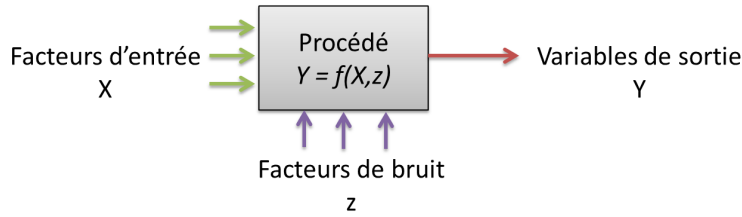


Figure 2.16 Variables d'un procédé

2. Parmi les causes possibles du problème identifiées préalablement, un filtrage des facteurs importants est réalisé à l'aide d'un premier plan expérimental. Le nombre de valeurs, ou modalités possibles pour chaque facteur est fixé à 2 afin de limiter le nombre d'essais totaux. Après planification et réalisation des expériences, les résultats sont analysés et permettent de sélectionner un maximum de 5 facteurs influents, 3 étant le nombre le plus fréquent.
3. Un second plan expérimental est alors défini à partir des paramètres influents trouvés. Selon la méthodologie des surfaces de réponse (RSM) [52], chaque facteur peut avoir 3 ou 5 modalités possibles (selon le plan choisi) afin d'évaluer la courbure de la réponse. L'analyse des résultats permet d'établir pour chaque variable de réponse Y un modèle quadratique de la forme $Y = f(X)$ tel que :

$$f(X) = \alpha_0 + \sum_{i=1}^n \alpha_i x_i + \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n \alpha_{ij} x_i x_j + \dots + \epsilon \quad (2.2)$$

où ϵ représente le terme d'erreur du système et les x_i sont les facteurs d'entrée du système, composants du vecteur X .

4. Une optimisation dite multiobjectifs peut alors être effectuée. À partir de valeurs des variables de réponse souhaitées, il s'agit de trouver les paramètres d'entrée correspondants, selon la formulation mathématique suivante (2.3) :

$$\underset{X \in \mathbb{R}^n}{\text{optimiser}} f(X) \quad \text{vérifiant} \quad \begin{cases} c_k(X) = 0, & k \in E; \\ c_k(X) \geq 0, & k \in I. \end{cases} \quad (2.3)$$

Où :

- $f(X)$ est une fonction objective provenant du modèle empirique $Y = f(X)$.
 - X représente le vecteur des variables d'entrée inconnues du problème d'optimisation.
 - $c_k(X)$ sont les fonctions de contraintes définissant des égalités ou inégalités vérifiées par X . La définition des espaces de variation des variables d'entrée en font partie.
 - E est l'espace de contraintes d'égalité.
 - I est l'espace de contraintes d'inégalité.
5. Finalement, un test de validation est réalisé en comparant les résultats du modèle d'optimisation à ceux obtenus expérimentalement à partir des mêmes variables d'entrée connues. Une erreur relative peut être fixée afin de statuer sur la validité du modèle.

2.5.3 Outils d'analyse des données d'un plan d'expérience

Les données d'un plan d'expérience sont analysées avec la méthode d'analyse de la variance, communément appelée ANOVA [51, 50]. Elle permet de tester la signification statistique de différents paramètres impliqués dans le DOE du procédé étudié. La variabilité propre à chaque facteur, mais également due aux effets possibles d'interaction entre facteurs, est évaluée et représentée par un score. Un histogramme Pareto (Voir exemple de la figure 2.17) dont les barres représentent l'ensemble des scores obtenus réarrangés par ordre décroissant, peut alors être utilisé comme représentation graphique afin d'identifier aisément les données les plus significatives.

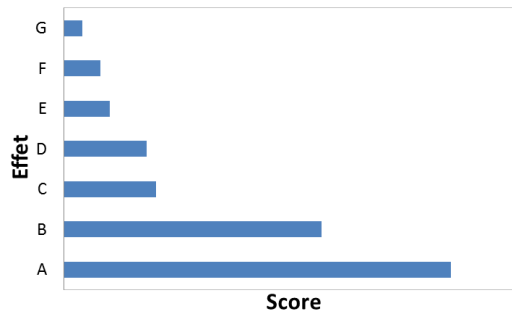


Figure 2.17 Exemple type d'histogramme Pareto

Une analyse de régression basée sur la méthode des moindres carrés peut ensuite être utilisée afin d'estimer les coefficients du modèle de prédiction des effets de chaque facteur sur la réponse du procédé étudié. Par exemple, en considérant le cas simple d'un DOE à un seul facteur X et une seule variable de sortie Y , chaque observation i peut être représentée selon la formulation 2.4, où α_0 et α_1 sont des coefficients fixes, et ϵ_i une erreur propre à chaque observation :

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_i + \epsilon_i \quad (2.4)$$

Il s'agit alors de trouver les coefficients de régression $\hat{\alpha}_0$ et $\hat{\alpha}_1$ qui permettent d'obtenir pour chaque observation une proche approximation $\hat{Y}$ de Y telle que :

$$\hat{Y}_i = \hat{\alpha}_0 + \hat{\alpha}_1 X_i \quad (2.5)$$

La méthode du maximum de vraisemblance restreinte (REML) peut également être appliquée pour estimer les coefficients du modèle. Cette méthode introduit une fonction de vraisemblance des paramètres du modèle en se basant sur une fonction de distribution ajustée des données du modèle de sorte que les paramètres de bruit n'ont aucun effet. Un processus itératif est alors effectué sur les coefficients du modèle afin de maximiser la fonction de vraisemblance [47].

Une analyse des résidus des données permet de vérifier l'absence de données aberrantes parmi les résultats du DOE. Dans le cas contraire, l'origine de la présence d'une aberration doit être recherchée et comprise avant de l'éliminer et refaire l'analyse.

CHAPITRE 3

DÉMARCHE DU PROJET

Le projet de recherche a été mis en place en réponse à une problématique rencontrée par l'entreprise Soucy Baron Inc. qui est spécialisée dans la conception et la fabrication de pièces en élastomère. En particulier, cette entreprise possède une large expertise dans la fabrication d'isolateurs de vibration en élastomère et utilisés comme supports de moteur dans l'industrie des véhicules récréatifs.

Ce projet visait donc principalement à optimiser les paramètres de moulage (température, pression, temps de cuisson, pression) dans le but de mieux contrôler les propriétés mécaniques des pièces ainsi fabriquées.

On sait que la température et le temps de vulcanisation sont les principaux paramètres responsables du degré de polymérisation d'un élastomère [5]. Beaucoup d'auteurs se sont concentrés sur l'aspect théorique de conception des isolateurs, afin de trouver la géométrie et les propriétés optimales permettant un niveau de confort élevé pour le passager. Mais les standards de qualité actuels autorisent un intervalle de tolérance de $\pm 15\%$ à $\pm 25\%$ sur les propriétés mécaniques [6], et ne répondent ainsi pas aux exigences de qualité requises aujourd'hui par les clients de véhicules récréatifs. La littérature est riche d'exemples d'optimisation du procédé de moulage par injection de pièces plastiques [21, 35, 54, 59, 30, 65], mais fait défaut quant à l'optimisation du procédé de moulage de pièces en élastomère. Des études ont été faites afin d'améliorer le procédé de mélangeage [14, 15, 42] et la conception des machines de moulage à injection [34, 43, 45], mais curieusement aucune étude n'a été effectuée sur le procédé de fabrication dans son ensemble et ses conséquences sur le produit final.

L'objectif global de l'étude présentée dans ce mémoire est l'analyse de l'influence des différents paramètres de fabrication des isolateurs en polychloroprène. Plus particulièrement, une étude de la variabilité des propriétés mécaniques en fonction de l'homogénéité du mélange, de la distribution de la température dans le moule et du mode de refroidissement est effectuée. Un modèle basé sur la méthode des expériences et permettant de trouver les paramètres de fabrication optimum pour obtenir des propriétés mécaniques les plus uniformes possible est aussi proposé (Cf. Figure 3.1).

Pour atteindre cet objectif, les sous-objectifs suivants ont été fixés pour notre étude :

1. Étude des paramètres de bruit externe au procédé de moulage :

- (a) Vérification de l'homogénéité du mélange élastomère brut. Si la structure moléculaire

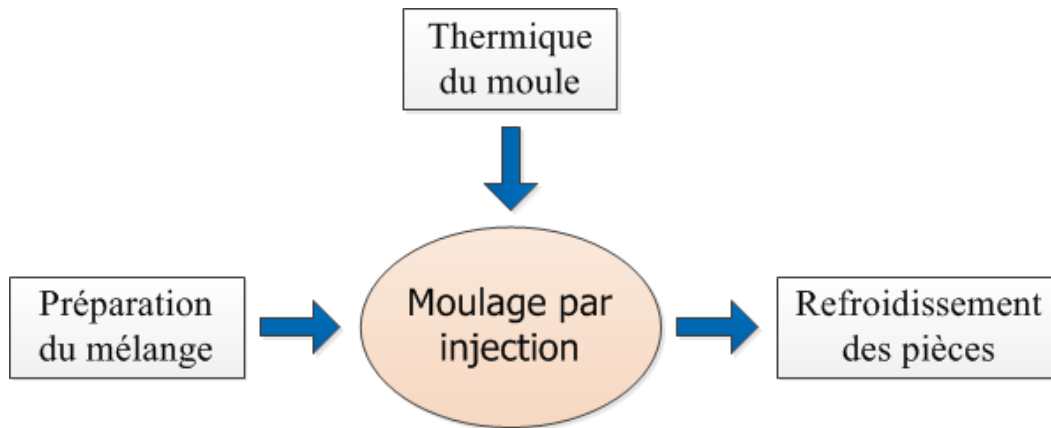


Figure 3.1 Schématisation du processus de fabrication

laire du mélange n'est pas homogène, il est normal d'obtenir un manque d'uniformité dans des pièces provenant d'un même cycle de cuisson.

- (b) Vérification de l'uniformité de la distribution de température dans les différentes cavités du moule d'injection des isolateurs. Si la température de cuisson varie d'une cavité à l'autre, les pièces ne présenteront pas le même degré de polymérisation.
 - (c) Étude de l'effet du refroidissement après moulage et son impact sur les propriétés des pièces moulées.
2. Établissement d'une relation entre les propriétés mécaniques finales (raideurs, amortissement) des isolateurs et les paramètres influents du moulage par injection.

La méthodologie appliquée pour atteindre les différents objectifs est la suivante :

1. (a) L'analyse de l'homogénéité initiale du mélange brut d'élastomère est réalisée. Des mesures expérimentales sont faites sur des éprouvettes de mélange cuit afin d'étudier la variation du module d'élasticité au sein et entre des mélanges de même formulation. Les tests de traction sur des échantillons en forme d'haltères ont été effectués sur une machine de traction suivant la norme ASTM D412. Des échantillons prélevés à différents endroits et à des temps différents ont ainsi été testés. Les détails de ces tests sont présentés dans la section 4.
- (b) Une cartographie du profil de température dans un moule de production de supports de moteur est réalisée grâce au développement d'un modèle thermique par éléments finis d'un moule de production d'isolateurs. Le modèle est validé grâce à des mesures expérimentales de température à l'aide d'un thermocouple inséré dans un des orifices du moule, et effectuée pendant plusieurs cycles successifs de moulage. Les pièces moulées sont par ailleurs caractérisées mécaniquement afin d'observer l'effet

de la cavité de cuisson sur leurs propriétés mécaniques. La simulation a été réalisée sous Ansys Workbench. Les détails sur les types d'éléments de maillage ainsi que sur les conditions aux frontières sont présentés à la section 4.

- (c) L'effet du refroidissement après moulage sur les propriétés mécaniques est investigué en comparant deux modes de refroidissement différents :
 - le refroidissement en conditions normales de production.
 - le refroidissement sur table à l'air ambiant.

Il faut noter que les paramètres de comparaison étaient la raideur statique et dynamique dont les mesures ont été effectuées selon la procédure présentée à la section 4.

2. En faisant bien attention à maintenir constants les différents paramètres de bruit étudiés dans le point précédent, l'étude même de l'influence des différents paramètres de moulage sur la raideur d'un isolateur est réalisée à l'aide de plans expérimentaux [50] dont la méthodologie ainsi que les domaines d'applications sont présentés plus en détails à la section 5 :
 - Une liste de paramètres humains et machine possiblement influents est établie ainsi que leurs espaces de variation respectifs.
 - Un premier plan d'expérience permet d'identifier les effets les plus significatifs de la liste.
 - Grâce à la méthodologie de surface de réponse, un second DOE permet d'établir une loi d'influence entre les paramètres identifiés et les caractéristiques des amortisseurs.
 - Différents exemples d'application du modèle et leurs résultats respectifs sont réalisés.

Les deux chapitres suivants 3 et 4 traiteront, sous forme d'articles scientifiques, respectivement des deux aspects 1 et 2 énoncés plus haut. L'article du chapitre 3 a été soumis dans la revue "Rubber Chemistry and Technology", et l'article du chapitre 4 a été soumis dans la revue "Journal of Elastomers and Plastics".

CHAPITRE 4

ARTICLE 1 : INFLUENCE OF MANUFACTURING NOISE PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF ELASTOMERIC VIBRATION ISOLATORS

Emmanuelle Sommier*, Edith-Roland Fotsing*, Annie Ross*, Martine Lavoie**

*CREPEC, Department of Mechanical Engineering, École Polytechnique de Montréal

**Soucy Baron Inc.

Cet article a été soumis le 27 novembre 2013 à la revue scientifique *Rubber Chemistry and Technology*.

Abstract

The purpose of the research presented in this paper was to study in what way noise parameters involved in different stages of the production (rubber mixing, molding and cooling) of vibration isolators made of Polychloroprene rubber can influence the performance of the final product. Homogeneity of the rubber raw mixture used in the industrial process was verified by comparing stiffness measurements on cured blend samples collected at various locations of different batches. As temperature is an influent parameter of vulcanized rubber properties, a thermal numerical model of the mold was built in order to get better knowledge of the temperature distribution in the mold. Validation of the model was done through comparison with experimental measurements. Impact of cooling conditions after molding on mechanical properties of rubber parts is not well known. Mechanical properties were determined using a uniaxial load frame, and compared for two different cooling conditions. Results showed that little discrepancies were observed in and between rubber batches. Isolator characteristics appeared to be slightly influenced by curing temperature variation in the molds cavities, but greatly affected by cooling conditions with a variation reaching 10% for the static stiffness and 9% for the dynamic stiffness. Global results helped getting a better understanding of how manufacturing parameters can influence the optimization process of elastomeric products. Improved production and control standards can be established from this case study.

4.1 Introduction

The engine of recreational vehicle generates vibrations that are uncomfortable for the passenger and can be harmful for the vehicle structure. Therefore the reduction of such

vibrations has been a major focus in the recreational vehicle industry. Designing and constructing comfortable and quiet motorized vehicles has increasingly become an important marketing argument. As a means to overcome this problem, passive isolators are commonly placed between the structure and the engine, at different strategic locations to sustain both the engine weight and vibrations.

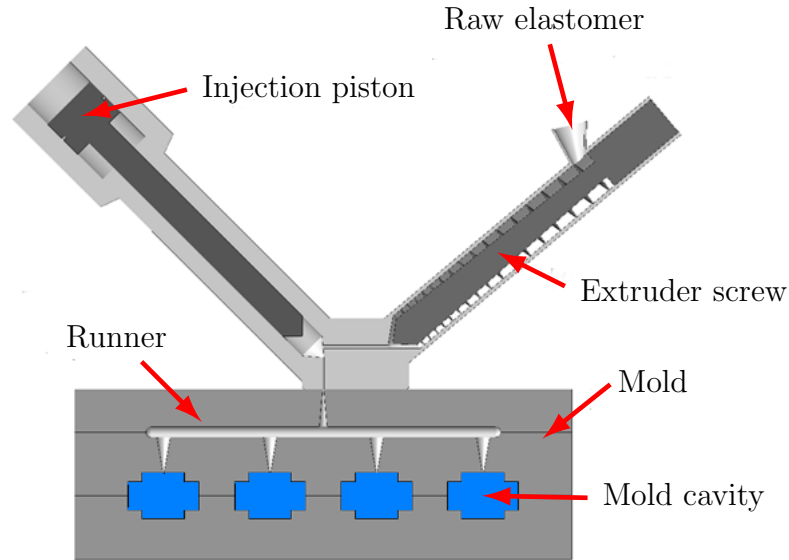


Figure 4.1 Components of an injection molding machine

Among all elastomer raw materials, Polychloroprene rubber possesses attractive mechanical and thermal properties. It is therefore a popular damping material used in the making of passive isolators. The first stage of the manufacturing process is the mixing of a raw elastomer compound according to a specific formulation[19]. Two steps are required in order to avoid any risk of premature vulcanization. First, most ingredients (rubber, additives, processing aids) are blended together inside an internal mixer. Then the mixture is sent to an external roller mill where the curing agent is manually added. The rubber compound is then cut and stored, ready to be used. The next stage is to produce isolators through an injection molding process[20] (see Figure 4.1). The raw elastomer is injected into a multi-cavity mold maintained at high temperature. Parts are then cured during a specified time until reaching a stable form. Parts are then extracted from the mold, cooled down and stored before delivery. Obviously, the manufacturing process that includes raw mixture preparation, rubber part molding, cooling and storage requires many machine and human operations that may induce noise factors affecting the final products properties. Static and dynamic stiffness are common mechanical properties used[44] to assess the performance of vibration isolators. Because several isolators are used to reduce vibration in the same vehicle, it is therefore essential for the damping provided by each isolator to be uniform.

Variation in the manufacturing operations can influence the final mechanical behavior of the isolators, thus resulting in non-uniformity of the damping provided. The influence of components characteristics during the mixing process on rubber properties has been widely investigated [13, 39, 40, 41]. The blending process is affected by the elastomer viscosity as well as particle size and content. It has been shown that variation in the latter can have a great impact on the final mechanical properties of a rubber compound. In the last century, many improvements were made in the design of rubber batch mixers and mixing procedures to overcome that problem [14, 15, 42]. Still, because of variable environmental conditions, different mixing operators, it remains questionable that elastomer mixtures prepared with the same given formulation at different periods of time lead to similar rubber part properties. Many works focused on controlling the curing process of rubber inside a mold cavity through the use of thermocouples [5, 34]. Yet, the rubber molding process involves manual operations that may not guaranty the temperature homogeneity inside mold cavities.

Temperature is an important parameter in the vulcanization process of rubber. Combination of temperature and curing time will give the cured rubber component its properties [5, 26]. Molded specimen used for qualification or experimental purposes are required to be cooled down in specific conditions [27]. Due to the complexity of the procedure and various economic constraints, those conditions cannot necessarily be carried on during production processes. Literature shows that the curing state of rubber directly after molding is noticeably affected by the characteristics of its surrounding environment, and therefore induces changes in final mechanical properties of rubber [62].

The main purpose of the present study is to provide a better understanding of the effects noise parameters discrepancies have on the variability observed during the industrial process of Polychloroprene rubber isolators. Using an experimental approach, the study more specifically focuses on three different aspects involved before, during and after the injection molding process of rubber parts: rubber batch mixing, temperature distribution in the mold, and cooling conditions applied after molding. Comparison between batch samples of tensile properties was done to verify the homogeneity of the Polychloroprene mixture. A finite element model of a production mold was built to get a better knowledge of the temperature distribution variation in the cavities of a production mold. The effect of cooling conditions applied after molding on final molded products performance was evaluated through the measurements of static and dynamic stiffness.

4.2 Experimental procedures

As mentioned previously the final mechanical properties of vibrations isolators can be affected by different problematic aspects occurring during the manufacturing process, including: the discrepancies in part mixing, the discrepancies in curing temperatures and the

cooling operation conditions. Static and dynamic stiffness are the mechanical properties that were looked at throughout the studies.

4.2.1 Homogeneity of elastomer blend

The purpose of this study was to verify whether the mixing process employed to produce rubber based Polychloroprene mixtures does not create abnormal inhomogeneity. No variation in the content of the mixture components was applied. A tensile test, which is a simple and available tool for quality control of rubber material [25], was used.

Two different Polychloroprene rubber batches named A and B were studied. Both had the same formulation with 30% carbon black and were mixed one week apart. A timetable of the experimental procedure is presented on Figure 4.2.

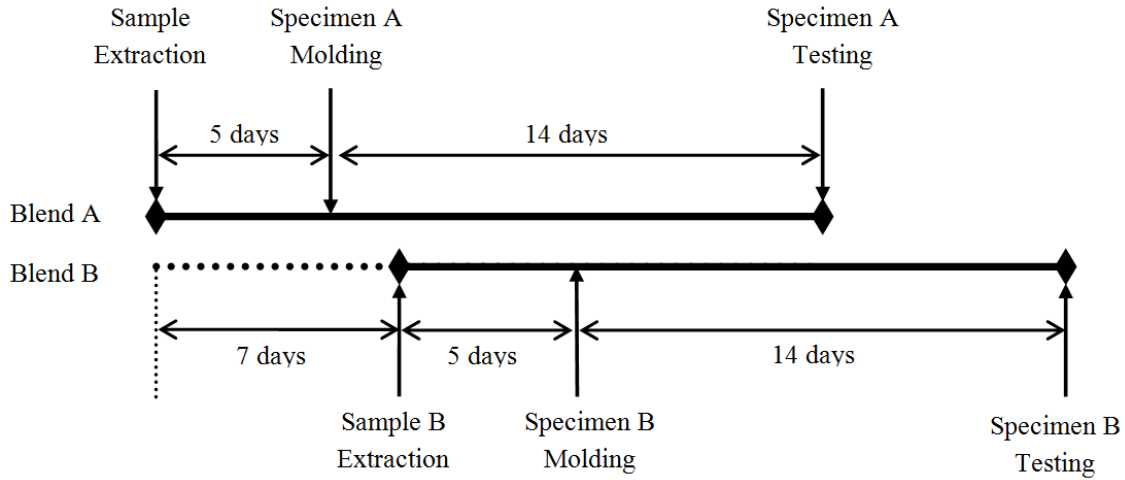


Figure 4.2 Timed execution of the different steps of the homogeneity study

Sample extraction

At the end of the mixing process, raw elastomer blend is stored in the shape of a very long strip that is directly cut on the external roller mill for each A and B blend. Three morsels of rubber were taken as follow: while rollers keep on mixing, a first sample (#1) was cut at the first end of the strip. A second sample (#2) was then cut half way, and a third one (#3) was taken near the final end. Following this procedure, the three samples underwent different mixing time corresponding to three different locations of the strip: first end (#1), middle part (#2) and second end (#3).

Table 4.1 Number of dumbbell specimens per set of parameters used for the homogeneity study

	Curing temperature	Curing time	Blend location					
			#1		#2		#3	
			MixA	MixB	MixA	MixB	MixA	MixB
C1	165°C	150s	13	14	9	10	2	16
C2	165°C	330s	14	16	-	-	-	-
C3	185°C	150s	13	12	-	-	-	-
C4	185°C	330s	15	16	-	-	-	-

Specimens preparation and testing

Specimens preparation and testing were done according to the ASTM D412 [9]. Each sample of raw rubber was calandered using a laboratory roller milling to produce 1cm thick sheets. Following elastomer relaxation and prior to molding, 12cm x 7cm x 1cm raw rubber plates were cut, the longer side along the moving direction of the rotating mill. A laboratory compression molding machine was then used to mold 16cmx9cmx2mm plates. Samples from location #1 were molded at four different sets of temperature and curing time as shown in Table 4.1, in order to evaluate the effect of curing conditions on rubber properties. Samples from batches A and B and from locations #1, #2 and #3 were cured at 165°C for 150 seconds, in order to assess the effect of using different batches or batch locations on vulcanized rubber mechanical properties. The set of lowest curing parameters was chosen as it was assumed to be the less favorable in term of variability among the four studied. As mold heating or cooling is time consuming, no parameter randomization was applied, and the temperature was kept constant for every curing set of parameters.

Tensile dumbbells were manually cut with a die from the cured rubber plates. Average thickness corresponded to measurements done at three positions of the constant section length of the dumbbell. Specimens with apparent defects such as air bubbles or nicks were discarded. The total number of specimens tested for each curing conditions (C1 to C4), blend type (A or B) and location (#1, #2 or #3) is presented in Table 4.1. Because cured rubber is known to become more stable after aging, specimens were tested two weeks after molding. Dumbbell testing was randomly performed using a tensile testing machine. Dumbbell ends were clamped using the testing machine grips and an extensometer was placed around the center area of the gage length to measure the length variation. While the bottom grip stayed put, the upper grip moved up at a speed of 500mm/min. Stress curves were obtained as a function of strain. Mean and standard deviation were calculated for every set of curves.

Comparisons were made between batches, blend location and curing conditions.

4.2.2 Injection Mold Thermal Modeling

In order to have a better idea of the temperature distribution inside and between the mold cavities during one curing cycle, a FE model of the mold was developed.

Objective

Primary temperature measurements were primarily performed for model validation purposes, but also helped to better understand temperature fluctuations occurring between successive curing cycles. In addition, studying the effect temperature discrepancies between cavities may have on the mechanical properties was also of great interest.

Model

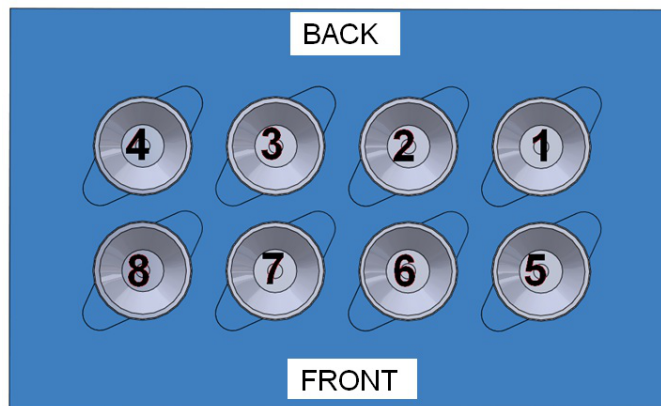


Figure 4.3 Cavities identification of the production mold studied

The finite element model was based on a production mold made of steel and having 8 cavities. Cavities were numbered according to Figure 4.3. As shown on Figure 4.4, the model consisted of 4 plates and the 4 bars sustaining the two middle plates during mold opening. The simulation purpose was limited to the study of the temperature distribution in the mold. Since the thermal conductivity of steel is much higher than that of rubber, it was assumed that the presence of rubber did not affect the mold temperature in the cavities, leading to the following assumptions:

- Runner and cavities were kept empty.
- Small holes (threaded holes, probes cavities...) were filled with mold material.

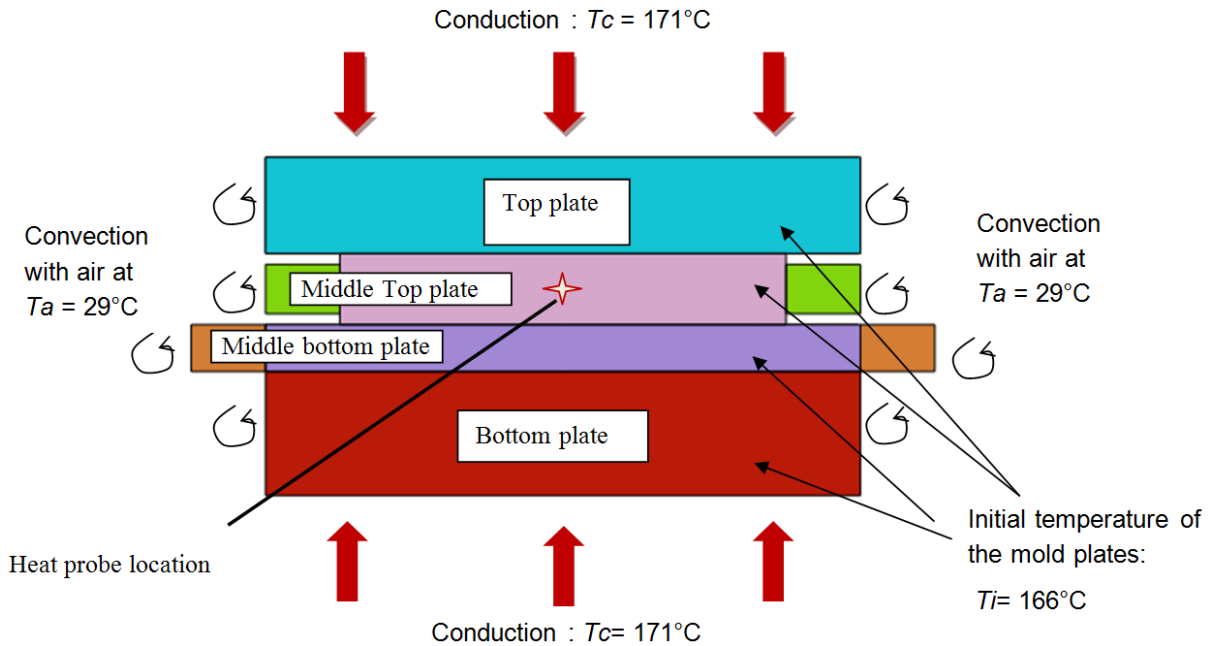


Figure 4.4 Boundary conditions applied in the thermal model of a production mold

Table 4.2 Ansys Workbench simulation parameters used in the finite element modelling of a production injection mold

Mold dimension	300mm x 500mm x 170mm
Mold material properties	P20 Steel: - Density : 7800 kg.m^{-3} - Specific heat: $460 \text{ J.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$ - Thermal conductivity : $36 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$
Ambient air properties	- Temperature: 29°C - Heat transfer coefficient: $6.49\text{E-}6 \text{ W.mm}^{-2}.\text{°C}$
Type of elements	SOLID87 tetrahedron,10-node
Size of elements	2mm to 20mm
Contact conditions	Metal-metal: bonded
Initial temperature in the mold	$T_i = 166^\circ\text{C}$
Heating plates temperature	$T_c = 171^\circ\text{C}$

Thermal simulation

The simulation was done with the computer aided engineering software Ansys Workbench [1]. The modeling parameters used in the simulation are summarized in Table 4.2. Any metal to metal contacts between mold plates and bars were supposed to be perfect. As shown on Figure 4.4, a condition of conduction was applied on both outer mold plates. The two surfaces in contact with heating plates were assumed to be kept at a uniform temperature T_c . Initial temperature T_i was applied to other parts of the mold.

Only natural convection with ambient air at a temperature T_a was considered. No thermal conditions were applied inside empty cavities as it was assumed to have a negligible cooling effect on the mold. Furthermore, convection combined effects (vertical and horizontal) between bars and middle plates were ignored as it was assumed not to have a noticeable impact on the temperature distribution around the mold cavities. The heat transfer coefficient used was calculated with the Churchill and Chu correlation relative to vertical planes.

Temperature inputs used in the simulation were taken from the experimental measurements presented hereafter.

Experimental temperature measurements

As a means to validate the numerical model, experimental measurements of the mold temperature were performed using a 4 inches long thermocouple type K connected to a multimeter. The probe was inserted beforehand in an existing slot of the middle bottom plate whose position is shown on Figure 4.4. The closed mold temperature was then measured for ten successive cures at 170°C during real production cycles (i.e. with injected rubber). The curing time t was 240s, starting from mold closure. The first temperature measurement was done at 20, 70, 120, 170 and 220 seconds.

Five sets of isolators from the 1st, 3rd, 5th, 8th and 10th cures were removed immediately after molding from the production cycle, and cooled in ambient air. As the temperature distribution of the mold was supposed to be symmetrical, isolators cured in cavities 1, 2, 5 and 6 (according to Figure 4.3) were selected. Property measurements were done on a uniaxial load machine test in order to verify if the cavity location during curing impacts the final properties of isolators. Finally, in order to get a better understanding of the mold thermal behavior between successive cures, a series of 4 temperature measurements was subsequently performed for the following consecutive stages: opening of the mold, extraction of vulcanized parts, installation of new inserts in the cavities, closing of the mold, and launch of the next cure.

Mechanical testing

Two weeks after molding, isolator properties were measured using a servohydraulic uniaxial load frame. Specimens were first submitted to 10 tension-compression ramp cycles in order to reach a stable deformation state. The force was applied between -400 and 400 N, with a rate of 160N.s^{-1} . Static stiffness was obtained at the 11th cycle by measuring the slope of the linear evolution of the force as a function of isolator elongation. The sample was then excited with 2mm peak-to-peak amplitude at 10Hz-spaced frequencies between 10 and 50 Hz. Dynamic stiffness was measured at each frequency step. The 50Hz dynamic stiffness was used for comparison purpose in order to study the possible curing effect of mold cavities on isolator properties.

4.2.3 Impact of cooling conditions

Isolators used for development and experimental purposes are usually not submitted to real production cooling conditions, but are cooled at room temperature. Due to production time constraints, hot rubber parts are directly stored into delivery boxes right after molding. When the quota per box is reached, the box is closed and a new box is filled. As temperature is an influent parameter of isolator properties, the curing continues after molding if not stopped [62]. Thus, it is questionable how the efficiency (and speed) of the cooling process may affect the final mechanical properties of the isolators. In order to quantify how the cooling process applied during normal production procedure may affect isolator properties, rubber parts cured in cavities 1 and 2 (see Figure 4.3) were labelled and then traced for 8 successive curing cycles at 170°C for 240s. All molded parts were directly put into a delivery box after molding. They were stored for 4 hours in real production conditions before extracting the labelled parts. Then, two weeks later, static and dynamic stiffness were tested using the same procedure described in the previous section. As a means to relate the production cooling procedure to the quality control cooling procedure, a comparison was done with the 5 sets of isolators used in the previous study, cured the same day for the same curing parameters, but cooled down in ambient air at 23°C.

4.3 Results and discussion

4.3.1 Homogeneity and curing conditions of elastomer mixture

Averaged stresses were obtained as a function of strain for 2 Polychloroprene batches A and B, at 3 different locations #1, #2 and #3, and for a curing temperature of 165°C and a curing time of 150s. Standard deviations for stress and elongation at break were assessed. Stress and elongation at break are presented in Table 4.4. Resulting curves are compared on

Figure 4.5. For elongations higher than 200% and until break, the curves display a nearly linear behavior. The elastic modulus was thus evaluated for all curves by measuring the slope between the 300% and 500% strains. This led to a modulus of $3.2 \pm 0.2 \text{ MPa}$ for batch A and of $3.3 \pm 0.1 \text{ MPa}$ for batch B (see Table 4.3), which are considered quite similar. As can be observed on the different graphics (a) to (d) of Figure 4.5, the variability of batch A is about two times greater than the variability of batch B. Standard deviations are found to vary between 2% and 9% for the whole set of data of batch A, and between 2% and 5% for batch B. The origin of such variation comes from specimen preparation (molding and cutting) and testing, but because of the superposition of error bars, and as the trend showed by the specimens stress appears identical (see Figure 4.5(a)), the rubber mixture can be considered homogenous.

Table 4.3 and Table 4.4 summarize, for batches A and B, static modulus, as well as stress and elongation at break obtained for every case of curing conditions. A pattern between curing parameters and stress behavior is clearly distinguishable. Low temperature and short curing time (condition C1) yields to a very elastic rubber, with a low modulus around 3.2 MPa and rupture occurring above 700% elongation. In contrast, for higher temperature and longer curing time (condition C4), the modulus increases by more than 40% and rupture occurs below 500% elongation. In the case of intermediate curing parameters (conditions C2 and C3), progressive stiffening is observed as well as a migration of the rupture area towards lower elongation. Those observations are consistent with the literature as it is well-known that the rate of cure increases with increasing the temperature and that properties of rubber increase with the state of cure [62].

Figure 4.6 presents stress as a function of strain, obtained for batch B at location #1 and at four different curing conditions (see Table 4.1). The results reflect the stiffening of rubber with higher curing duration. The results also suggest that stiffness variability decreases with an increase of curing parameters. Indeed, stress curves come closer to each other as curing temperature and time increase. This would imply that a rubber formulation developed for a given stiffness with high curing parameters will provide less discrepancy than a chemical formulation aiming the same target stiffness, but with lower curing parameters. This observation was only established for static properties, but due to their joint nature, it is considered that dynamic properties will present similar behavior.

The main observations obtained from this first study were that (1) rubber mixture are considered homogeneous, but special care and experience are necessary to reduce test variability induced by specimen preparation and testing [46], (2) the predictability of mechanical properties is improved with a higher curing state.

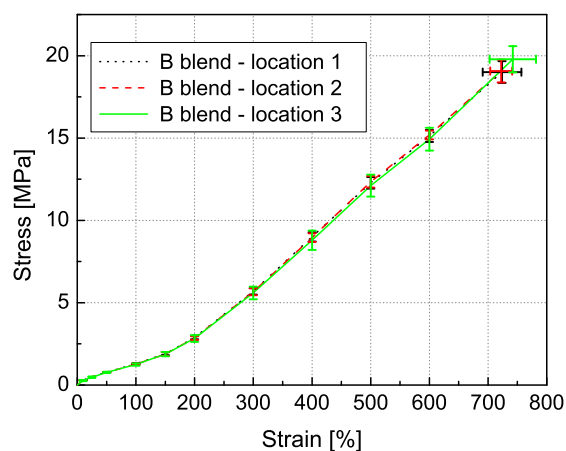
Table 4.3 For batch A and B, comparison of static moduli obtained as the 300-500% strain slope of previous stress/strain curves

Curing parameters	Curing time	Blend location					
		#1		#2		#3	
		MixA	MixB	MixA	MixB	MixA	MixB
C1	Static modulus [MPa]	3.10±0.15	3.30±0.10	3.35±0.20	3.35±0.10	3.20±0.10	3.25±0.15
C2		4.06±0.01	4.13±0.05	4.08±0.08	-	-	-
C3		4.23±0.06	4.45±0.17	4.13±0.07	-	-	-
C4		4.56±0.09	4.64±0.12	4.33±0.16	-	-	-

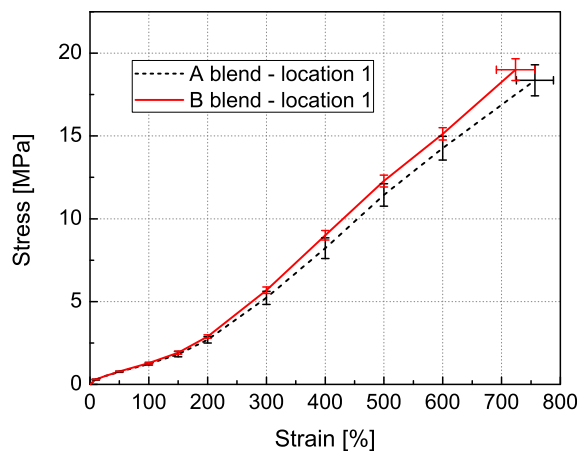
Table 4.4 For batch A and B, comparison of stress and elongation at break of obtained stress/strain curves

Curing parameters	At break	Blend location					
		#1		#2		#3	
		MixA	MixB	MixA	MixB	MixA	MixB
C1	Strain [%]	757±32	724±33	709±65	723±19	742±N/A ^a	742±40
	Stress [MPa]	18.4±1.0	19.0±0.7	18.5±1.0	19.1±0.7	18.5±N/A ^a	19.8±0.8
C2	Strain [%]	577±47	568±21	569±31	-	-	-
	Stress [MPa]	17.0±1.1	17.2±0.8	16.9±0.8	-	-	-
C3	Strain [%]	528±31	495±38	529±20	-	-	-
	Stress [MPa]	16.5±0.8	15.5±0.7	16.1±0.7	-	-	-
C4	Strain [%]	457±34	465±35	487±40	-	-	-
	Stress [MPa]	14.7±1.1	14.9±0.9	15.4±0.8	-	-	-

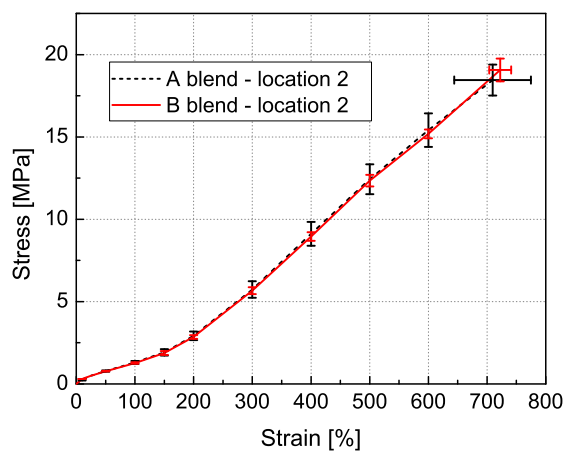
^a N/A implies that not enough samples (only 2) were available in order to evaluate a realistic standard deviation.



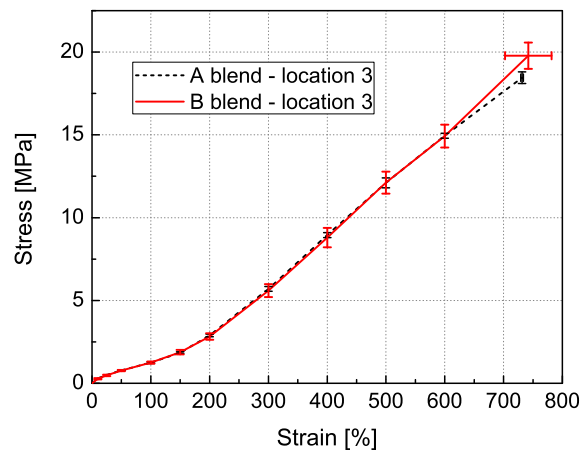
(a) Blend B at 3 different locations



(b) Blend A and B at location 1



(c) Blend A and B at location 2



(d) Blend A and B at location 3

Figure 4.5 For 3 different batch locations, comparison of averaged stress/strain curves of two Polychloroprene blend A and B cured at 165°C for 150s.

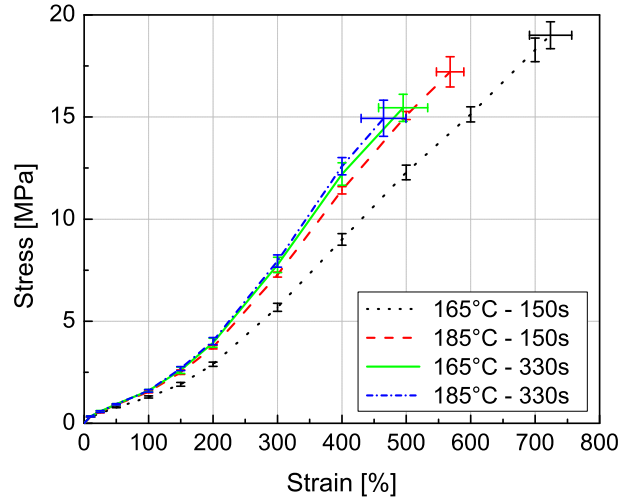


Figure 4.6 Averaged stress/strain curves of rubber blend B for 4 different curing conditions

4.3.2 Injection Mold Temperature

Experimental results

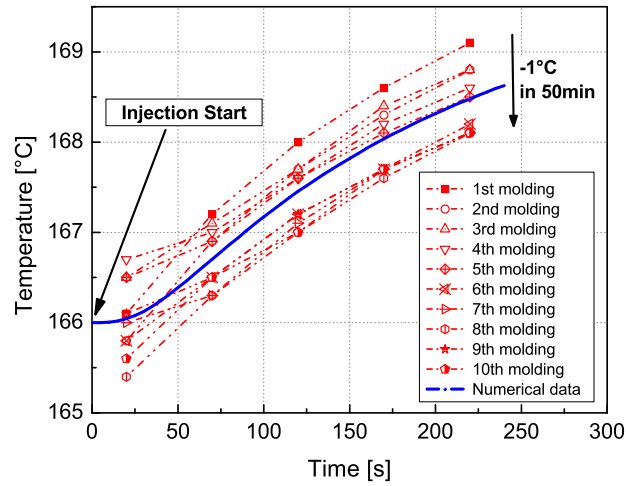


Figure 4.7 Heat probe temperature variation over 200 seconds for 10 successive injection molding cycles - Comparison with thermal simulation results

The closed mold temperature evolution at the probe location was plotted on Figure 4.7 for 10 successive molding cycles 240 seconds long at a 171°C set mold temperature (corresponding to a 165°C desired curing temperature). It is compared to the numerical data obtained for identical input conditions with the thermal model. The time axis origin represents the

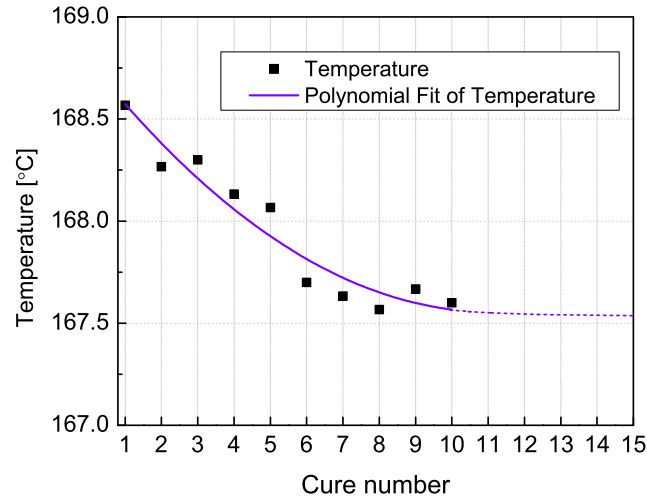


Figure 4.8 Averaged heat probe temperature evolution over 10 successive cures

beginning of the curing time count down, when the mold is closed. A 3°C temperature increase is observed between the beginning and the end of each cure under the influence of heating elements. Likewise, the mold temperature decreases by 1°C during the 50 minutes required between the first and the tenth cure. Temperatures measured at 120, 170 and 220s were averaged for each cure (only the last three points were considered to well represent each cycle). The resulting progressive decrease over time of the curing temperature was then plotted on Figure 4.8. It presents a polynomial fit that could leads to a stabilized curing temperature cycle after a certain number of cures. The curve was extrapolated (see dashed curve on Figure 4.8), showing that stabilization around 167.5°C could be obtained after 14 cures. Assuming mold opening time and ambient temperature remain constant during a whole day of production, this means the first 14 isolators batches of the day are somewhat more cured than subsequent batches. However, it will be shown later in Figure 4.11 that this has little impact on the mechanical properties of the parts.

Figure 4.9 presents mold temperature measured between two consecutive cures. Four such temperature cycles are shown. A global variation of 3°C is once again observed, but this time the temperature drops from mold opening time (i.e. end of cure) to the start of the next cure. This is consistent with the 3°C rise during curing. Once curing time is completed, the mold automatically opens and molded parts are extracted. A release agent is then sprayed inside the mold cavities before placing new inserts. The mold is closed again and a new injection cycle is launched. Because part extraction, spraying and inserts placement are manual operations, it is relatively difficult to maintain the same opening time for each

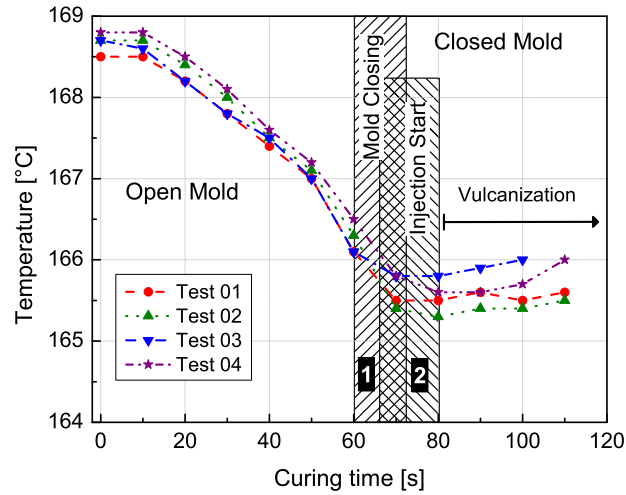


Figure 4.9 Heat probe temperature variation measured from the end of an injection molding cycle to the beginning of a new one for 4 successive cycles

cycle. Hatched areas 1 and 2 of Figure 4.9 respectively stand for the time range where the mold could be closed, and where the next injection could start. Although great care is taken to minimize time lapses between cycles, the mold closing operation may still occur 60 to 70 seconds after mold opening. This 10 second lapse can induce additional temperature variation over a longer period of time because of the cooling effect undergone by the open mold. And it is sometimes necessary to wait several seconds for the temperature to adjust after closing the mold before launching a new injection. To reach a stable cycle, one would then need to standardize open mold procedure. In spite of this, variations between cycles remain low (within 1°C). When the mold is closed again, temperature stabilizes before resuming the heating cycle observed on Figure 4.7.

Model validation

A mean value of the temperatures of Figure 4.7 was calculated at a curing time of 20 seconds. Then this value was chosen as the initial temperature of the mold in the thermal simulation at the beginning of the curing cycle. The model was then run for a 240 seconds curing time. Temperature data located at the same positions than the thermocouple were extracted from the Ansys software and averaged. The resulting curve was added to the plot on Figure 4.7 and follows well the tendency of the experimental plots. One can conclude that the numerical model adequately reproduces the temperature evolution in the mold.

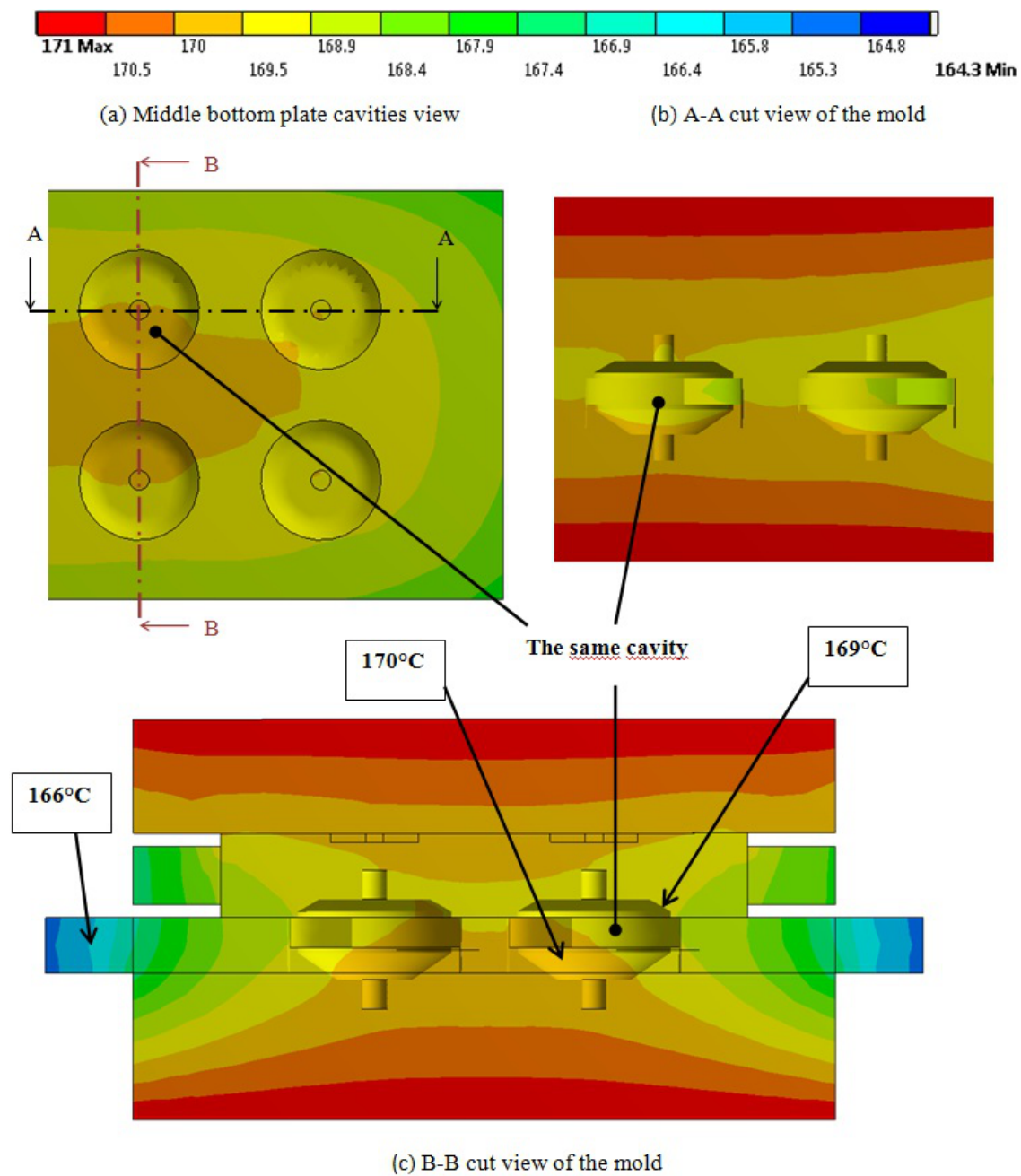


Figure 4.10 Map of the temperature distribution in the mold obtained with Ansys Workbench after a cycle of 240s

Temperature distribution in mold

Figure 4.10 shows an example of the temperature distribution on the mold bottom plates. One can observe that the temperature differs slightly by about 1°C between “inner” cavities 2 and 6, and “outer” cavities 1 and 5. A variation of 1°C is also observed within a cavity. The results are symmetrical due to the assumptions made in the model. It is therefore assumed that parts placed at the corners of the mold (cavities 1, 4, 5 and 8 on Figure 4.3) may be less cured, thus presenting a lower stiffness, than parts cured at the center of the mold (cavities 2, 3, 6 and 7 on Figure 4.3).

Effect of temperature on mechanical properties

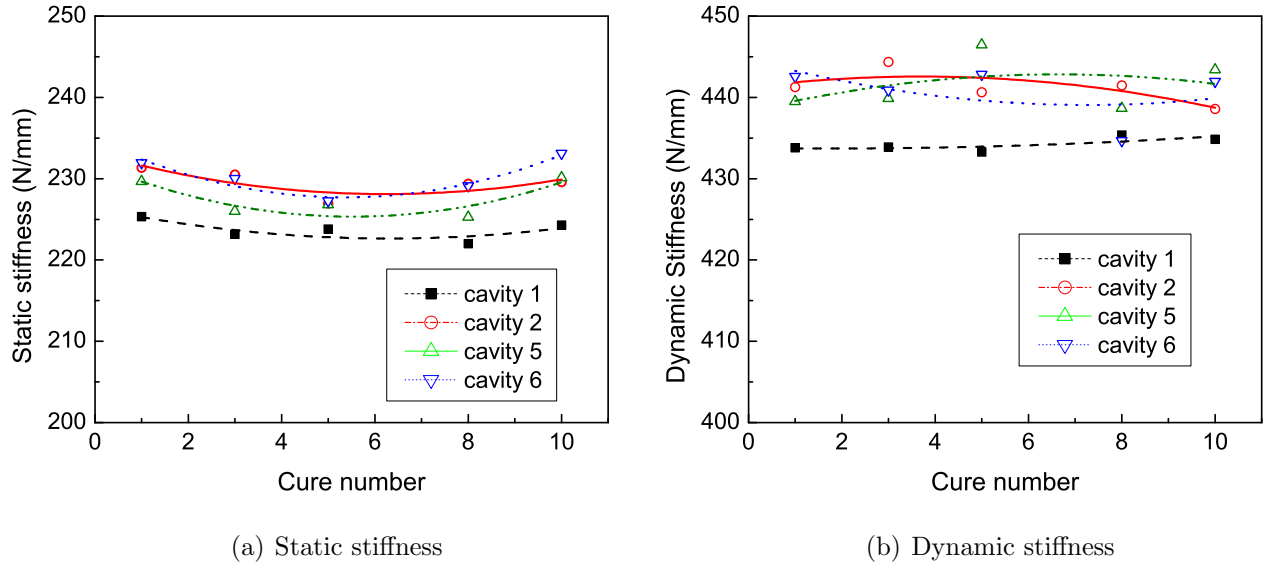


Figure 4.11 Isolator stiffness relative to 4 different mold cavity positions and successive cures

It was seen that mold temperature varies for different cavities and batches, potentially leading to different degrees of cure in parts. Figure 4.11 presents the static and dynamic stiffness obtained for parts cured in mold cavities number 1, 2, 5 and 6 at the 1st, 3rd, 5th, 8th and 10th successive cures, and cooled in ambient air. Static and dynamic stiffness exhibit a respective 5% and 3% variation for all cavities and all cures. Looking at each cavity separately, respective variation is less than 3% and 2%. While mold temperature falls 1°C from the first cure to the last as seen previously, no significant variation of the mechanical properties is observed.

Static and dynamic stiffness is compared for parts cured in the four different cavities. Varia-

tions are found to be within 2% and 1%, respectively, for all cavities. Cavity 1 yields slightly lower values than the other cavities, possibly due to convection boundary conditions in operation. However, the overall 2% variation between cavities appears too small to motivate further model improvements. One can thus conclude that the observed variation in the performance of isolators is not due to a spatial disparity of the mold temperature. Overall, variations between cavities of static and dynamic stiffness obtained in the present work are considered acceptable by industry standards. Small temperature variation during the process and spatial distribution in the mold do not have a significant impact on isolator mechanical properties.

4.3.3 Cooling Operating Conditions

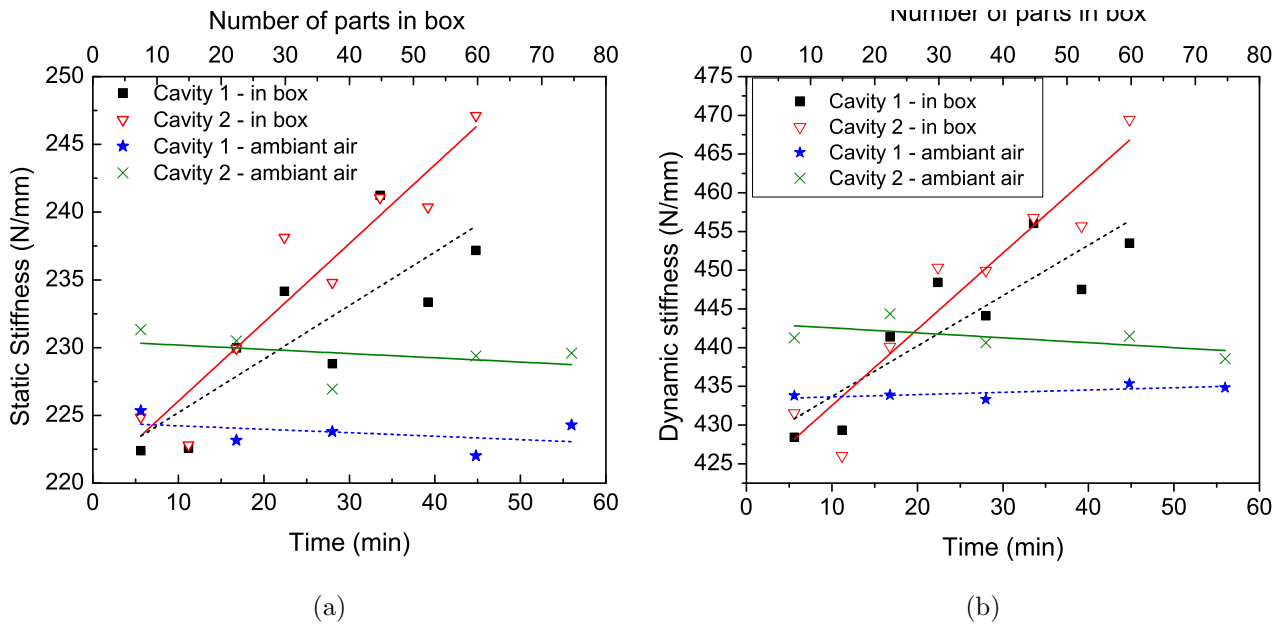


Figure 4.12 Isolator stiffness evolution over time and as a function of delivery box filling

Figure 4.12 presents the progressive evolution of static and dynamic stiffness as a function of the growing number (bottom x-axis) of hot molded parts placed in a delivery box until reaching the full box total amount of 60 pieces. For comparison purposes, the graphs also show the results obtained for parts cooled in ambient air as a function of the time they were cured (upper x-axis). All data is presented on the same time scale. A linear fit (full and dashed lines) was done based on the scattered data. One observes that, for parts cooled in a box, static and dynamic stiffness follow an increasing trend as the box is filled. During the whole packaging procedure, static stiffness increased by 6% for cavity 1 and 10% for cavity 2. Similar observations are done for the dynamic stiffness that increased by 6% for cavity 1 and 8% for cavity 2. In comparison, the stiffness variation is inferior to 2% for both cavities

in the case of an ambient air cooling (see previous results). It also appears that the small 1% discrepancy previously observed between properties for cavities 1 and 2 in the case of ambient air cooling increased by 4% with in-box cooling. A proposed explanation for this observation is related to the limited convection cooling occurring in the box. As the box is filled, the temperature in the box increases as the free space between parts in the box is reduced. Cooling becomes more difficult and slower. The inner curing process lasts for a longer time and rubber parts consequently harden [62]. Following these observations, cooling down molded parts at room temperature before packaging would be recommended to avoid such important discrepancies between isolators.

4.4 Conclusions

The effect on mechanical properties of different parameters involved in the manufacturing process of Polychloroprene rubber vibration isolators was studied.

As a preliminary check, rubber mixture was confirmed to be homogenous. It was also found that stiffness variability decreases with a higher level of cure implying that high curing parameters cancelled the influence of chemical formulation. The predictability of mechanical properties is thus improved with a higher curing state.

A simple thermal model of the injection mold has been built. Cavities were found to be subject to a 1°C temperature difference. Comparison with experiment confirmed that the model gives a first good idea of the temperature distribution in the mold. Some additional adjustments to the convection flow around the mold could be brought in order to more accurately model the asymmetrical temperature fluctuations in the mold, and it thus could be used for future research purposes related to the temperature in mold cavities. It was shown that the injection molding process undergoes cyclic temperature fluctuations with little variations due to manual operations. Stabilization of the temperature cycle is possible over time with standardization of the operations performed. Those observations could be further investigated with measurements performed over longer periods of time. This could help determining a more precise aspect of the real temperature variation occurring during day-long production cycles.

The packaging procedure used in the usual production cycle of molded rubber parts reveals to greatly affect isolators mechanical properties. Slight changes of the cooling procedure should be considered for a better control of final rubber parts properties.

Acknowledgments

This work was supported by SoucyBaron Inc. and the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada. Thanks are due to Daniel Dufresne for his assistance in the

molding of isolators specimens, Alain Raymond and Simon Bourgault-Côté for their assistance in the dumbbell specimens preparation and testing, and Eric Sing for his help with the thermal simulation.

CHAPITRE 5

ARTICLE 2 : CHARACTERIZATION OF THE INJECTION MOLDING PROCESS OF PASSIVE VIBRATION ISOLATORS

Emmanuelle Sommier*, Edith-Roland Fotsing*, Annie Ross*, Martine Lavoie**

*CREPEC, Department of Mechanical Engineering, École Polytechnique de Montréal

**Soucy Baron Inc.

Cet article a été soumis le 27 novembre 2013 à la revue scientifique *Journal of Elastomers and Plastics*.

Abstract

This paper discusses the variability of the mechanical properties (static stiffness, dynamic stiffness and loss factor) observed in engine mounts used to isolate vibration caused by the engine in recreation utility vehicles. In order to avoid passenger's discomfort during engine operation, it is important for the isolation provided by each passive vibration isolators to be constant. Transmitted forces should also be minimized in order to prevent excessive structural stress in the vehicle. Quantifying how human and machine molding parameters affect the performance of the final product is fundamental. The isolators studied in this paper are produced through manual cycles of an injection molding process. This work provides a better understanding of the discrepancies on mechanical properties occurring during the industrial process. Curing temperature and curing time were found to be significant machine parameters. Response surface methodology shows a non-uniform distribution of the solutions across the whole experimental space. A linear model of the output variables appears to be sufficient to achieve an optimization since linear coefficients are prevalent over quad-ratic or interaction coefficients. A proposed empirical model enables the determination of a set of curing parameters corresponding to specific wanted properties. The model also shows that, for a polychloroprene rubber mix, the variability of the mechanical properties can be reduced by increasing the curing parameters (temperature and curing time) used during current molding procedures. Finally, the numerical results helped getting a better understanding of how manufacturing parameters can influence the optimization process of elastomeric products properties. Improved production parameters and control standards can be established from this case study.

5.1 Introduction

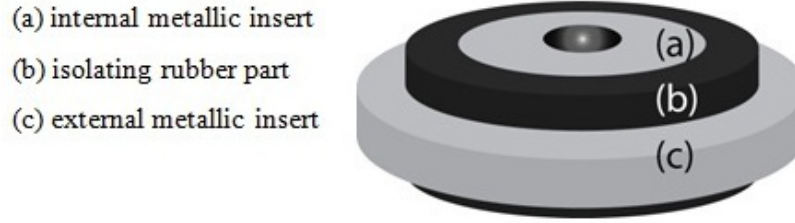


Figure 5.1 Example of vibration isolator

In recreation utility vehicles, the vibrations generated by engine operation can be particularly uncomfortable to the passengers and harmful for the structure, mechanical parts, and equipment. To remedy this issue, passive isolators are placed at strategic locations within the structure to support the engine weight and attenuate most unwanted vibrations. Passive isolators are widely employed due to their low cost and little need for maintenance. The type of isolators studied in this paper is made with elastomer and is constituted by three parts (see example on Figure 5.1):

- Two metallic inserts are used to mount the isolator between the vehicle structure and the engine;
- One intermediary part is made of an elastomer material, molded and bonded to the two inserts, and its main function is to isolate vibrations.

Due to their low cross-linking rate, elastomers possess a reversible elastic behaviour with large inherent damping making it an ideal choice for vibration isolator [60]. Most common elastomers employed as isolating material in recreation utility vehicles, use as main compound Natural rubber (NR), Nitrile butadiene rubber (NBR) or Polychloroprene rubber (CR). These polymers offer interesting mechanical properties for a relatively low price, but CR offers better thermal properties and provide very good resistance to harsh environmental conditions (ultraviolet, ozone, sea water, abrasion...), making a better choice for extreme applications [61, 66, 67]. More expensive base polymer such as Polyurethane, Epichlorhydrin or even Hydrogenated Nitrile rubber can also be used if necessary [55]. Passive isolators mostly act by modifying the stiffness, mass or damping of a vibrating system. Homogenous isolation and minimization of vibration forces transmitted through the engine mounts are leading features for good performance of the isolation system. In order to quantify isolators performance, the main characteristic properties described hereafter are used [44](6):

- The static stiffness K_s informs on the capacity of the isolator to support the weight of a structure.
- The dynamic stiffness K_d characterizes the property to sustain weight under different

vibratory conditions. It thus directly depends on the frequency of excitation of a structure.

- The loss factor η informs on the amount of vibration energy that can be dissipated at a given frequency, and thus directly relates to the damping properties of an isolator.

Many works have been focused on the design of engine mounts in order to find the optimal geometry, positioning and stiffness leading to a high comfort level for the passenger of the vehicle [18, 28, 37, 64]. But the manufacturing process of such part plays an important role in their final properties. It is well known that raw elastomers are sensitive to their environmental conditions and the way they are handled. This affects the structure of their macromolecular chains leading to modifications in their properties [24]. During the curing process, exposing elastomers to a specific temperature during a certain time grant them specific characteristics. Variations in curing temperature, curing time, age of the raw material, are among some of the factors that may cause unwanted changes. Depending on the material hardness and thickness on the end product, current commercial quality standards authorize a $\pm 15\%$ to 25% tolerance range in the mechanical properties (stiffness and loss angle) of molded parts [6]. Those standards do not answer the actual need of engine mounts customers who ask for less variability in the products.

A very common manufacturing process used to produce rubber passive isolator is the injection molding process. Indeed, it is preferred to other processes due to its high production rate, low cost and capability to produce complex shape components. Compression molding or transfer molding could also be used but are more adapted to parts requiring long curing time, complex assembly operations (such as tires), aesthetic parts where injection marks and flow lines are not acceptable, or the use of dye (such as in gaskets) that could soil an injection molding system. The injection molding process consists of the following steps [20]: raw elastomer is introduced through a rotating extruder screw that will plastify the mixture as a preparatory step before injection. Under pressure, a piston then pushes the mixture into a multi-cavity mold maintained at high temperature (above 140°C). In order to achieve a stable form, pieces are thus cured in the mold during a pre-set time. Cured parts are then manually extracted and new inserts are placed in the mold cavities before launching a new injection cycle. Thus, this process involves many industrial and human operations. Variation in these operations can influence the final mechanical behaviour of the isolator, thus resulting in non-uniformity of the parts. High disparities were observed in the mechanical properties of components made from CR originating from the same production cycle and material batch. This suggests a great sensitivity of this material to variations in manufacturing operations. The purpose of this work is to provide better understanding of the discrepancies on mechanical properties occurring during the industrial process of rubber injection molding. The growing use of a powerful statistical tool has demonstrated its effectiveness to bring

substantial improvements to any process of the industry: the design of experiment (DOE). The old common mantra “change only one variable at a time”, time-consuming and inefficient, was replaced by the procedure of simply looking at the output responses of a process submitted to multiple simultaneous changes. Statistical analysis of the design results then leads to significant knowledge on a process [49].

This method has been widely used to control or optimize the injection molding process of plastic components [21, 30, 35, 54, 59, 65]. Surprisingly, very little literature can be found on its rubber counterpart. Most works present in the literature discussed the improvements brought to the molding machine itself. For instance, a better mold temperature control was achieved during the injection and curing process [34]. Moreover, the design of molding machine components was optimized by reducing the time needed for manual operations between successive cycles in order to reach optimal injection cycles [43, 45].

In this paper, DOE are used to study the large manufacturing variability allowed by current standards [6]. This method appears to be the most appropriate to establish the relationship between injection molding process parameters and mechanical properties of the parts produced. Static stiffness, dynamic stiffness and loss factor are the output parameters investigated.

5.2 Design of experiments (DOE) methodology

Experimental design is an efficient method, widely recognized for product improvement[49]. As previously stated, multiple changes are applied to the input variables of a process for a certain number of successive tests. Induced effects on the output responses are observed and analyzed using statistical methods thus providing valuable information on the process[51]. The methodology involves the completion of four successive stages. First, a thorough investigation of the source of the process variation must be done in order to prepare the next two stages of design of experiments: a first phase of DOE identifies the root of the variation, and a second phase of DOE formulates an empiric model of the variation. Finally, a validation of the model is sought in a final stage.

5.2.1 Planning the experiment

Before starting any experiments, a preliminary step consists of establishing a clear statement of the problem and the objectives. Response variables illustrative of the problem should be clearly defined and any parameters that could be a cause to the problem should be listed. Simple brainstorming tools such as Ishikawa cause-and-effect diagrams can be used [51]. But then, because it may be too costly to realize experiments on all listed parameters, only parameters that will be thought to most contribute to the problem should be retained. With

a reasonable number of factors that could be used as input variables of the experimental designs, personal experience allow to define suitable variability ranges assigned for each factor during the whole procedure of experiments. A first experimental plan can therefore be developed depending on the number of variables and funds available.

5.2.2 DOE phase 1: Screening Design

The first phase of experimental designs consists of identifying which input variables (i.e. manufacturing process parameters) have the most influence on the output parameters (i.e. isolator mechanical properties). As the objective consists only in reducing the number of variables, precision is not mandatory and each variable can be set to only two values: either the maximum or the minimum bound of the variability range. The first common design of parameters combinations used is the 2^k full factorial design, k corresponding to the number of input variables, and 2^k to the number of runs [3, 50]. Besides assessing their main levels of influence, it also has the advantage to inform about any interaction effects between parameters. But a high number of input variables implies an even higher number of runs, making it a costly choice for experiments with more than three or four parameters. As a mean to lessen the number of runs, reduced designs, fractional factorial or Taguchi designs, tend to be a primary choice for the screening stage despite the fact that interaction effects become confounded and may be difficult to resolve. 2^{k-p} fractional factorial designs correspond to the 2^{-p} fraction of a 2^k full factorial design [50, 57], and where p is the number of confounded interactions that cannot be estimated independently. A Taguchi design determines the levels of input variables by offsetting the variability induced by uncontrollable variables[35]. A fractional factorial design sounded more appropriate to be used for the present study because, as stated later on, the objective was to look at the effects of controllable and uncontrollable variables.

Analysis of the resulting data is done with the method of analysis of variance (ANOVA) that evaluates the statistical significance between input parameters. A score is assigned to each factor and is representative of its effect on the process. A distribution of the variability estimates can be represented using a Pareto chart histogram[51]. The classification of the input factors in terms of their influence on engine mounts properties enable the assessment of which parameter should be used for the following optimization phase. Adequacy of the model is checked using a normal distribution plot that verifies that minor deviation is noticed between the observed data and the estimates. Statistical software such as Statistica or JMP are simple tools used nowadays to conduct such analysis, and thus were used for this study.

5.2.3 DOE phase 2: Optimization

The second phase involves the response surface methodology that helps modeling the behavior of a variable of interest [52]. The most important parameters previously selected have their effects quantified using a more precise experimental design. In order to evaluate the curvature effect of the process, factors are tested for a greater number of values (typically 3 or 5). Each observation Y can be described as a statistical function of the input variables X_i and a specific experimental error ϵ_{ij} at the observation. α_0 , α_i , β_i , γ_i and ϵ_{ij} are real coefficients of the model.

$$Y = \alpha_0 + \sum_i \alpha_i X_i + \sum_{i,j,i \neq j} \beta_{ij} X_i X_j + \sum_i \gamma_i X_i^2 + \epsilon_{ij} \quad (5.1)$$

A regression analysis is then done to obtain a fitted quadratic model of the estimated effects on the output variable with respect to the i main process parameters studied (noted X_i)[52]. The coefficients a_0 , a_i , b_i and c_i are real numbers that take into account the experimental error.

$$\hat{Y} = a_0 + \sum_i a_i X_i + \sum_{i,j,i \neq j} b_{ij} X_i X_j + \sum_i c_i X_i^2 \quad (5.2)$$

Residuals are then defined as the difference between the observed data Y and the predicted value $\hat{Y}$ of the fitted model:

$$e = Y - \hat{Y} \quad (5.3)$$

A 3k full factorial design can be used if only two factors are involved, but for more factors, a reduced surface design, for instance Box-Behnken or Central Composite designs[52], is more appropriate. In the case that j multiple responses Y_j are involved, a multi-objective optimization approach is used [53, 58] in order to solve the following problem:

$$\begin{aligned} &\text{Find } X_i \\ &\text{that optimize } Y_j(X_i) \\ &\text{which is constrained to } X_{imin} \leq X_i \leq X_{imax} \end{aligned} \quad (5.4)$$

Depending of the complexity of the optimization problem objectives, a simple iterative process or more elaborated numerical methods such as genetic algorithms can be used[54]. A combination of optimal values is then obtained for each input factors.

5.2.4 Validation of the model

Repeatability of the results must be checked to validate the model. Additional experiments[21] or simulations [4] are done. A relative error is estimated and must be substantially low for the model to be considered valid.

5.3 Experimental procedures

5.3.1 Methodology

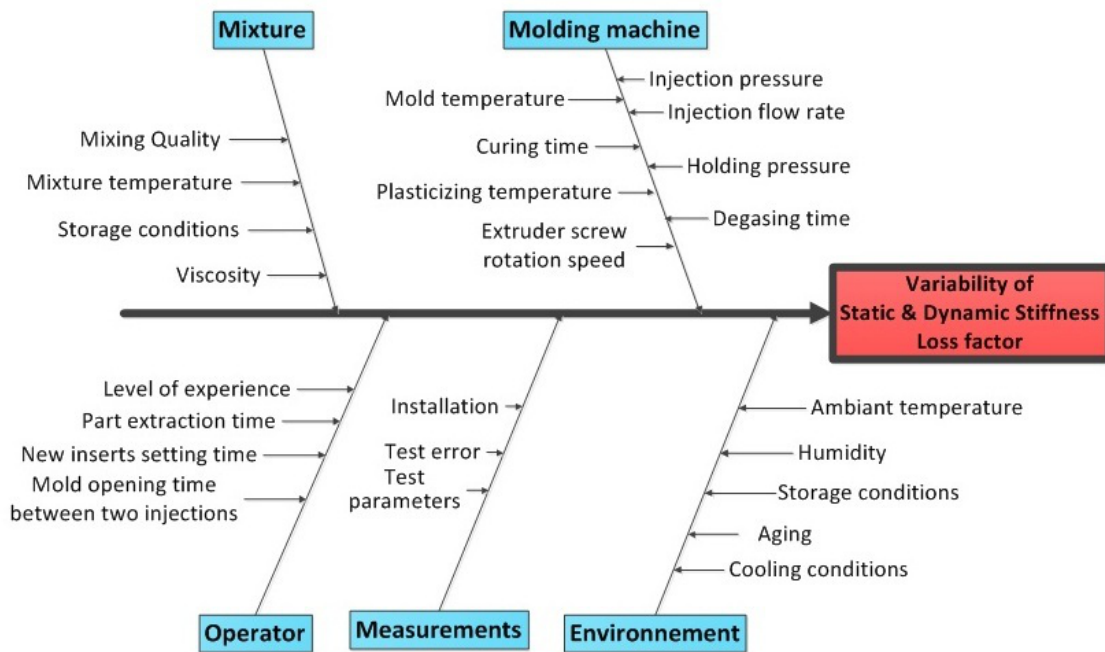


Figure 5.2 Cause-and-effect diagram of the injection molding process of isolator mounts

The influence of process parameters on the parts performance parameters, i.e. static stiffness, dynamic stiffness and loss factor, is studied. The Ishikawa cause-and-effect diagram of Figure 5.2 summarizes any controllable or uncontrollable parameters that may bring variability to the final properties of an isolator during the manufacturing process. Controllable factors are machine parameters and are divided in two categories: - “easy to change factors”: parameters that can easily and promptly be modified by the operator; - “hard to change factors”: parameters for which changes present operating or time constraints (for instance, any temperature set point). For this first phase of DOE, the effect of hard to change factors was ignored, as precision was not mandatory. Uncontrollable or noise factors are parameters that originate from environmental and operating conditions. They usually are difficult to control and cannot be included into an optimization model, but they may have a substantial

effect on product performance which cannot be ignored. They are often ignored and included in the experimental error, but quantifying their effect may help to better control their influence. A total of eight parameters, including 4 noise factors, were chosen for the study and are summarized in Table 5.1.

Table 5.1 List of studied input parameters for the screening design DOE1

Controllable factors	Nuisance factors
Molding temperature	Part extraction time
Curing time	Cooling conditions
Injection pressure	Waiting time before injection (closed mold)
Mold holding pressure	Aging

Specific variability ranges were defined for each machine parameters and were based on experience so that no incomplete cure or overcure occurs for any parts produced with parameters confined between those bounds. Because part extraction time is a manual operation, it is difficult to maintain a constant time value for each extraction procedure. In order to study its influence, short (15seconds) and long (75seconds) extraction time were simulated. But in the case the extraction time was exceeded by more than 8 seconds, parts were discarded. Due to varying mold opening time, mold temperature can fluctuate by $\pm 1^\circ\text{C}$ ($\leq 1\%$) between successive cycles. It is sometimes necessary after closing the mold to wait for the mold temperature to stabilize before launching a new injection. In order to study if this small temperature variation has an impact on properties, as soon as the mold was closed, no waiting time and a one minute waiting time before injection were tested. During normal production conditions, due to cost constraints, hot parts are directly stored into delivery cases after curing. In order to study the influence of this procedure, high ambient cooling temperature conditions were reproduced by placing the parts for 2 hours inside an oven maintained at 55°C . This value corresponded to the local temperature measured in the middle of a filled case. It is well-known that elastomers properties change greatly during the few weeks following vulcanization before reaching a more stable state [16]. To investigate the effect of early aging on Polychloroprene mechanical properties, aging was introduced as an additional factor, by respectively testing the parts 7 days and 21 days after molding. All variability ranges are summarized in Table 5.2.

5.3.2 Samples manufacturing

A raw mixture of Polychloroprene rubber containing 30% of Carbon black, and metallic inserts impregnated with a special rubber adhesive were used as raw materials for samples

Table 5.2 Variability ranges for every chosen parameter used in the designs of experiment

Parameters	Variability range	
	Lower bound: -1	Upper bound: 1
(1) Mold temperature	165°C	185°C
(2) Curing time	150s	330s
(3) Injection pressure	100 bar	250 bar
(4) Holding pressure	125 bar	225 bar
(5) Part extraction time	15s-23s	75s-83s
(6) Cooling conditions	Ambient air at 22°C	Oven at 55°C
(7) Waiting time before injection	0s	60s
(8) Aging	7 days	21 days

manufacturing. Parts were molded using an injection molding machine with a 250 Tons clamping force. For cost saving measures, the mold used for the screening phase only had one cavity. It was then shifted to a mold with 8 cavities with the same geometry for the optimization phase in order to produce parts in real production conditions. But even in this case, only one isolator cured in the same cavity was used for the study. The vulcanization process was launched automatically, but the open mold procedure including parts extraction and placement of new inserts was made manually and could generate variability in the molding process. Each open mold operation was therefore precisely timed to ensure the best possible repeatability of the process. 24 molded parts were used for the screening procedure, and 16 parts for the optimization phase.

5.3.3 Mechanical properties measurements

Mount properties were measured using a servohydraulic uniaxial load frame. Specimens were fastened to a specifically designed test fixture that allows them to be mounted on the test frame. Then the whole assembly was submitted to 10 tension-compression ramp cycles to soften the viscoelastic material. The force was applied between -400 and $400N$, with a rate of $160N.s^{-1}$. The geometry of the engine mount chosen for the study provided a higher stiffness of the isolator in compression than in tension. Static stiffness was thus obtained at the 11th cycle by measuring the average slope of the two secants located on both sides of the compression part of the hysteresis cycle (see Figure 5.3). Then the sample was excited with a 2mm peak-to-peak amplitude at different frequencies between 10 and 50Hz. At each

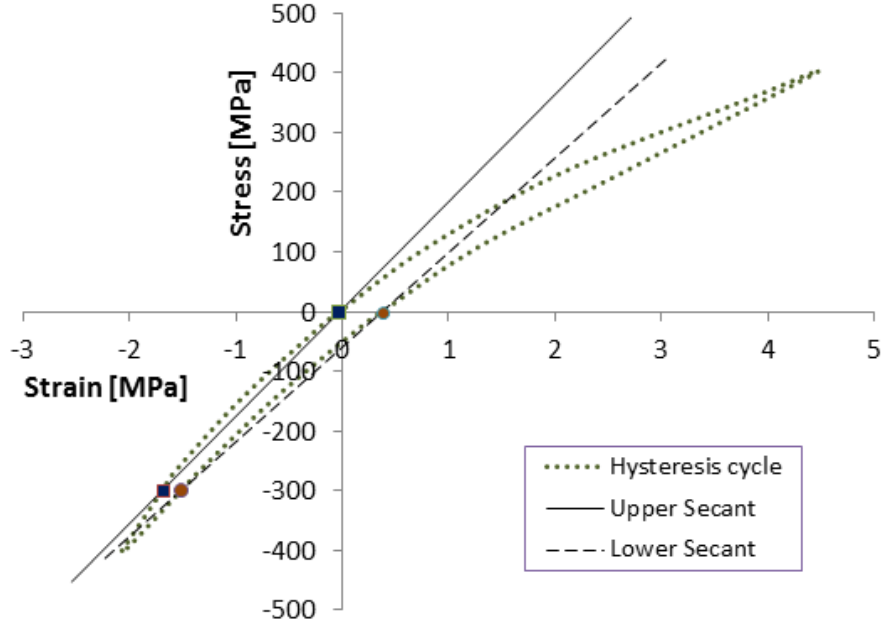


Figure 5.3 Example of a strain-stress hysteresis profile obtained for the isolator presently studied and used to evaluate the static stiffness

frequency step, the dynamic stiffness K_d was obtained by deriving the peak-to-peak force f and displacement amplitude d values from the compression side of the hysteresis loop (see equation 5.5). The area W of the hysteresis loop was determined using trapezoidal rule integration. The corresponding loss factor $\tan \delta$ was then measured using the formula from equation 5.6.

$$K_d = \frac{f}{d} \quad (5.5)$$

$$\tan \delta = \tan \left(a \sin \left(\frac{W}{\pi F d} \right) \right) \quad (5.6)$$

5.4 Screening procedure

5.4.1 Experimental design

The fractional factorial design chosen for the present study is presented in Table 5.3. To provide a better understanding, -1 and 1 values were used to respectively replace lower and upper bounds given in Table 5.2. Each run was repeated 3 times leading to a total number of 24 runs. Parts were tested 7 days and 21 days after molding resulting in a total number of 48 runs for the statistical analysis.

Table 5.3 Fractional factorial design of the screening phase (DOE1)

Combina- tion run	(1) Molding Temperature	(2) Curing time	(3) Injection pressure	(4) Holding pressure	(5) Part extrac- tion time	(6) Cooling condition	(7) Waiting time before injection
1	-1	1	1	1	1	-1	-1
2	-1	-1	-1	1	-1	-1	1
3	-1	1	-1	-1	1	1	1
4	-1	-1	1	-1	-1	1	-1
5	1	-1	-1	1	1	1	-1
6	1	1	1	1	-1	1	1
7	1	-1	1	-1	1	-1	1
8	1	1	-1	-1	-1	-1	-1

5.4.2 Initial results

Pareto diagrams plotted in Figure 5.4 show the relative importance of each process parameter with respect to static and dynamic stiffness, and loss factor. The red line represents the level of significance beyond which parameters can be considered to have an effect on the process [50]. The molding temperature and curing time appear to be the most important machine parameters and will be used in the second phase of the process. On the contrary, injection and mold holding pressures have a globally low impact and will be neglected. Among the noise factors, part extraction time is shown to have a significant effect on the mount static stiffness and loss factor. Indeed, as long as the parts are still inside the cavities of an open heated mold, the curing process continues, increasing the curing time. This result shows the great influence of combined time and temperature on the final product properties, and motivates the importance of improving the ease of the extraction process for the operator. This parameter will not be kept for the second phase of the study as it is not a machine parameter. The final aim of the study is to understand the effect of machine parameters on engine mount final properties, but the detrimental effect of this noise parameter has to be accounted for a better control of the process.

It is interesting to see that the cooling conditions parameter has an impact on properties. But its effect appears much lower in comparison with other parameters. This can be surprising as it is also associated with time and temperature. Similarly, the waiting time before injection parameter does not present any substantial effect on properties. One can conclude that a small temperature variation of less than 1% does not significantly affect properties. But it will be interesting in future work to study the effect of temperature variation on a whole day of

production instead of successive cycles. Finally, aging has a little effect on static stiffness and loss factor and none on dynamic stiffness. While this effect is not predominant in comparison with curing parameters, it is interesting to know which isolator properties will mostly present a change over time.

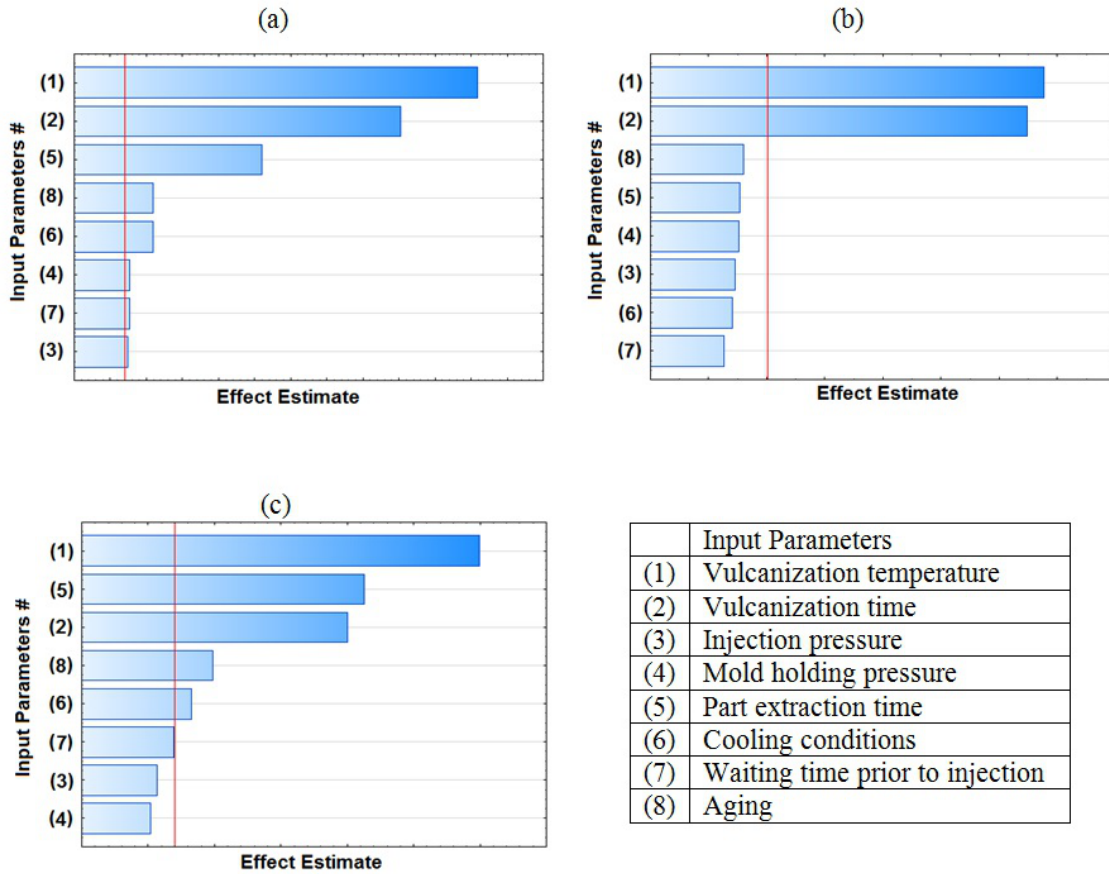


Figure 5.4 DOE1 analysis: Diagram of the effects of DOE1 input parameters on Static stiffness (a), Dynamic stiffness (b) and Loss factor (c).

5.5 Optimization process

5.5.1 Experimental design

As a result of the screening phase, curing temperature and time were kept for the remaining part of the study. The same variability ranges than previously presented in section 3.1 were used, with the addition of a third middle value in order to evaluate the curvature effect of the process, thus leading to better precision: - Molding temperature (1): [165; 175; 185]°C - Curing time (2): [150; 240; 330] seconds The molding temperature is considered to be a “hard to change” factor (noted HTC in this paper), as it may take more than one hour for

the mold temperature to decrease by 20°C. Thus, a complete randomization of the design is difficult, which could lead to ambiguous conclusions. This aspect was ignored in the first phase of the study, but it must be taken into account in the optimization phase, since it has an impact on the accuracy of the model coefficients. In order to account for HTC factors, a design configuration named split plot (noted SP) design was used [56, 63]. The HTC factor (i.e. the molding temperature), is maintained constant at one level for several subsequent runs while the injection time, being an “easy to change” (noted ETC) factor, can be randomly combined. Then the mold temperature is given another value, and the other factor is varied again. The number of combination runs with fixed “HTC” factor constitutes a whole plot (noted WP), whereas each combination of parameters within a whole plot is called a split plot (or subplot). Each whole plot has the same number of subplots.

Table 5.4 Split-plot experimental design of the optimization phase (DOE2)

Run	Whole Plot	Molding Temperature [°C]	Curing time [s]
1	1	165	150
2			330
3			150
4			330
5	2	185	330
6			150
7			150
8			240
9	3	185	330
10			240
11			330
12			150
13	4	175	330
14			240
15			240
16			150

A certain number of whole plots are necessary in order to evaluate the experimental error. The design chosen for the current study is presented in Table 5.4. It contains 4 whole plots

with 4 split plots each. The statistical model obtained with one “HTC” factor and one “ETC” factor is shown below [63].

$$\begin{aligned}
 Y &= f(HTC) + \epsilon_{WP} + f(ETC) + \epsilon_{SP} \\
 \text{with } f(HTC) &= I_{WP} + a_{WP} \cdot HTC + c_{WP} \cdot HTC^2 \\
 \text{and } f(ETC) &= I_{SP} + a_{SP} \cdot ETC + b_{SP} \cdot ETC \cdot HTC + c_{SP} \cdot ETC^2
 \end{aligned} \tag{5.7}$$

where I_{WP} , I_{SP} , a_{WP} , a_{SP} , b_{SP} , c_{WP} and c_{SP} are the coefficients of the statistical model. The estimates of the fitted model from equation 5.2 are then obtained using the restricted maximum likelihood method [47].

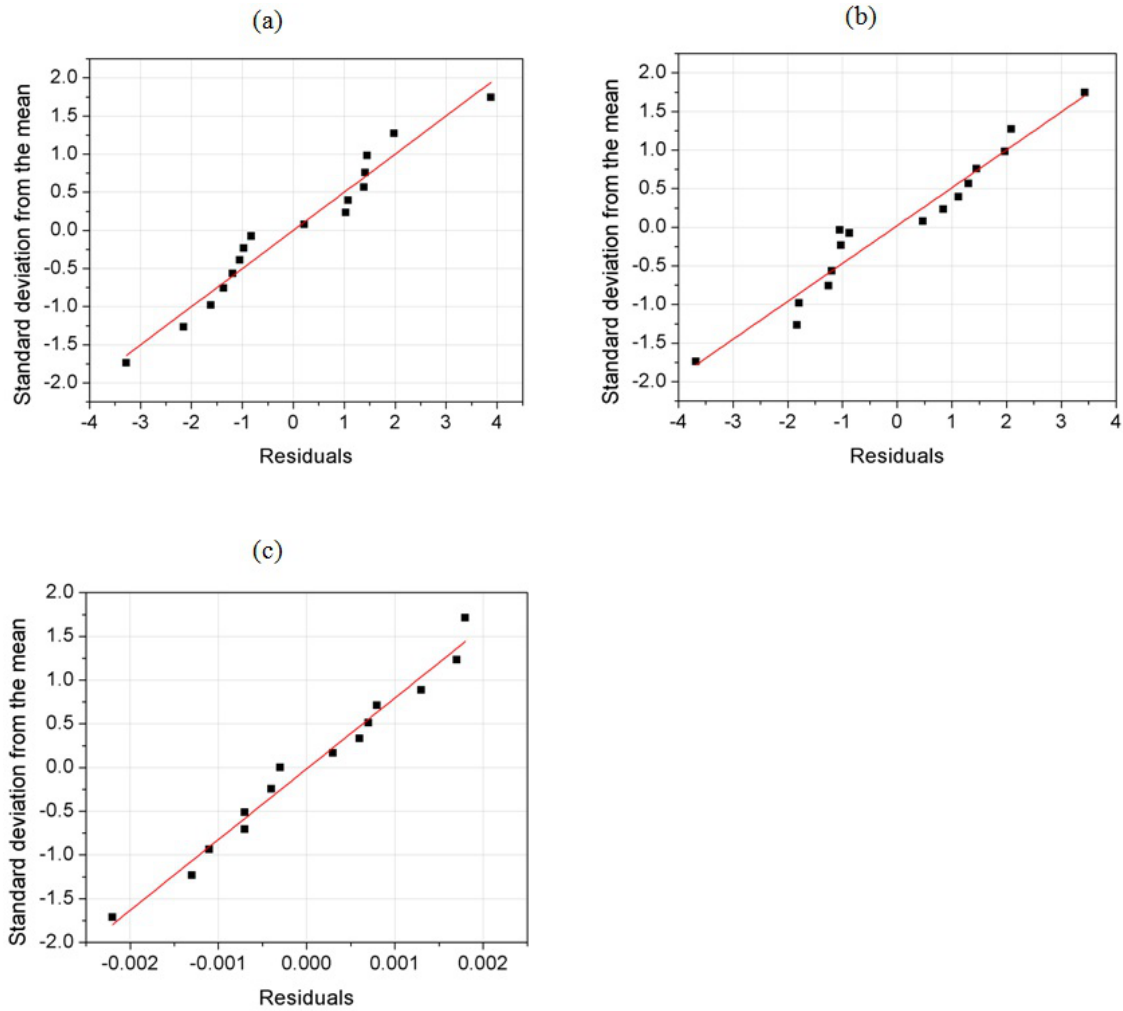


Figure 5.5 Normal distribution of the residuals obtained with DOE2 – (a) Static stiffness; (b) dynamic stiffness; (c) Loss factor.

Table 5.5 Regression coefficients obtained for each output mechanical properties resulted from DOE2

	a_0	T	D	T*D	T ²	D ²
Ks	-442.870	4.026	1.037	-0.005	-0.004	-0.0003
Kd	-12.909	1.274	0.235	-7.14e-3	-0.0009	-0.0001
tan δ	5.717e-2	3.108e-3	-1.129e-3	6.093e-6	-1.475e-5	1.235e-8

Table 5.6 Global experimental errors of the molding process for DOE2

	Error		
	Static stiffness K_s	Dynamic stiffness K_d	Loss factor tan δ
Whole plot	3.201	2.328	3.73e-6
Split plot	3.944	4.344	4.22e-6
Total	7.146	6.671	7.95e-6

5.5.2 Results

The analysis of the design from Table 5.4 was carried out with the JMP software. A quadratic model for each output variable was thus built, and accounts for second order interactions. Regression coefficients from Table 5.5 were obtained from the regression analysis by accounting for both the whole plot and the split plot errors (see Table 5.6). Each coefficient represents either a linear, quadratic or interaction effect of the input variables on the output properties noted K_s (static stiffness), K_d (dynamic stiffness) and tan δ (loss factor). T represents the curing temperature and D the curing time. a_0 is the first coefficient as seen in equation 5.2. Normal probability plots of the residuals are presented on Figure 5.5, and show that their distribution follows a normal trend with only moderate deviations. A graphic representation of the surface of the solutions is shown on Figure 5.6. One notices that the shape is quite peculiar and presents a non-uniform distribution of the solutions across the whole experimental space. Indeed, more solutions can be found at lower damping.

5.6 Discussion

Curing time and temperature were found to be the most contributing machine parameters in the final properties of engine mounts. It was also shown that the noise factor, part extraction time, has a significant effect on properties and needs to be controlled adequately. Adhesion to the mold cavities surface is a common problem in the molding of complex geometry parts. Release agents cannot be abused in order to avoid any contamination. Mold improvement was proposed and consisted of spraying a carbon layer on the internal surfaces of the mold providing a long-lasting easy release surface [29].

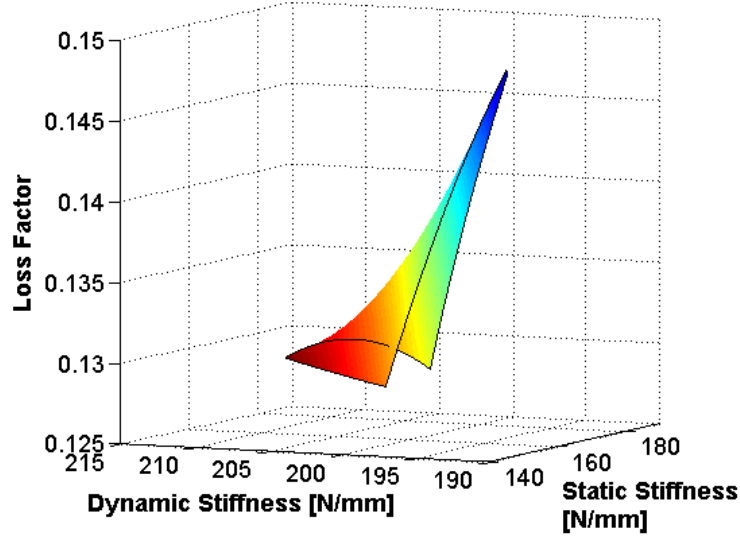


Figure 5.6 Surface of the quadratic model solutions obtained from the analysis of DOE2 results

A quadratic model for static and dynamic stiffness and for loss factor was established with respect to curing temperature and time. From the equations obtained in section 4.2, 2D representations of the mechanical properties were computed and are presented on Figure 5.7. The validity of the equations is restricted to the variation spaces defined for each input variable. Figure 5.7(a) and Figure 5.7(b) show that stiffness increase with molding temperature and time, and thus, exposure to elevated temperatures. On the other hand, the loss factor (Figure 5.7(c)) conversely decreases with higher curing time and temperature.

A useful application of the previously established equations is the possibility of obtaining a set of molding parameters corresponding to specific required mechanical properties for a given product. In order to do this, a simple Matlab code was built (see Figure 5.8). Based on results obtained in section 5.5, a set of ranges is defined for all input and output variables according to Table 5.7. For the inputs, the user chooses a triplet of mechanical properties with a certain relative variability. Five possible choices for input properties variability are offered from $\pm 0.1\%$ to $\pm 3\%$, the value chosen being applied to all three properties. The code then scans through the variability range of output variables (i.e. curing time and temperature) using the model equations previously defined to find sets of curing parameters that yield acceptable mechanical properties. Surface solutions are then obtained for each output within the [temperature, time] space. The overall solution is found at the intersection of all surfaces, indicating then the values of temperature and time for which all three targeted output values are reached.

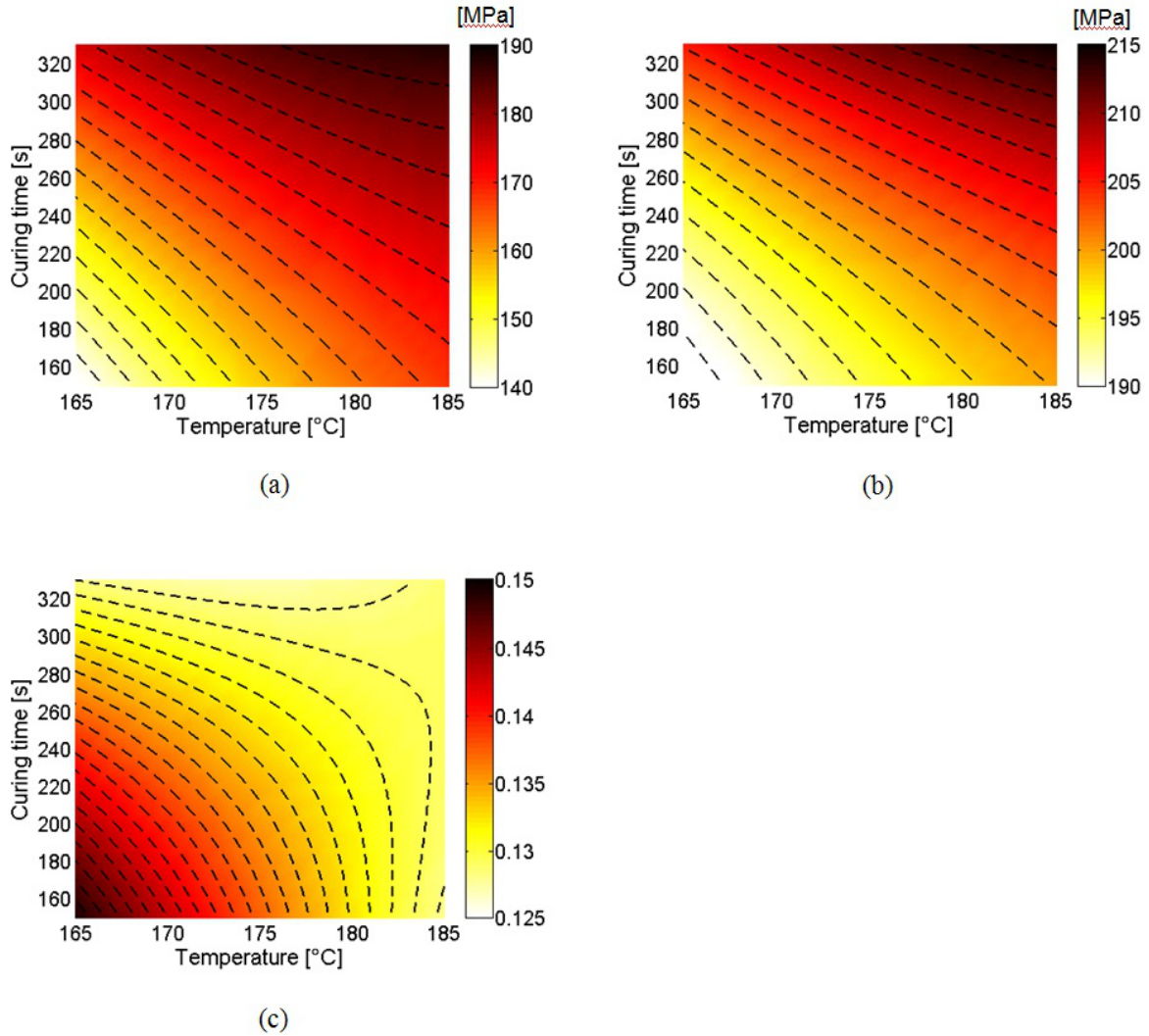


Figure 5.7 Surface of mechanical properties obtained from DOE2 results and as a function of curing temperature and time: (a) Static stiffness – (b) Dynamic stiffness for a 50hz excitation frequency – (c) Loss factor for a 50hz excitation frequency

As an example to illustrate how to find solutions points, a static stiffness of 168 N/mm, a dynamic stiffness of 202 N/mm and a loss factor of 0.133 were specified with no variability. Equations 5.2 obtained in section 5.5.1 are inverted in order to obtain three expressions of the curing time as a function of curing temperature, the variable of the equation, and each considered mechanical properties, a constant in this particular case, resulting into three curves that were drawn on Figure 5.9. The intersection of those curves gives the solution points. It is graphically observed that in this example, these values are satisfied for two possible sets of curing temperature and curing time: (175°C, 245s) and (179°C, 189s) respectively. It is interesting to see that increasing the curing temperature by only 4°C, this leads to a decrease of the curing time of nearly 1 minute. This aspect emphasizes the importance of temperature and calls for caution.

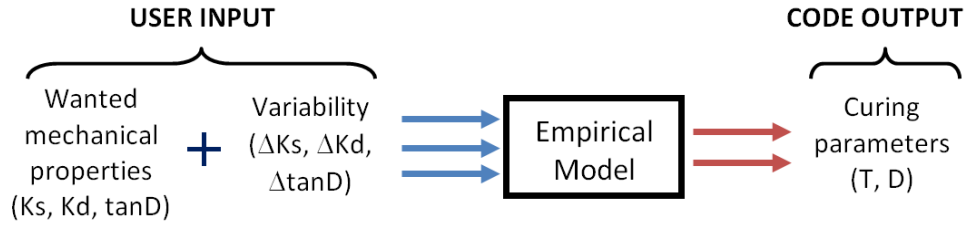


Figure 5.8 Scheme of the empirical model build from the DOE2 resulting statistical model

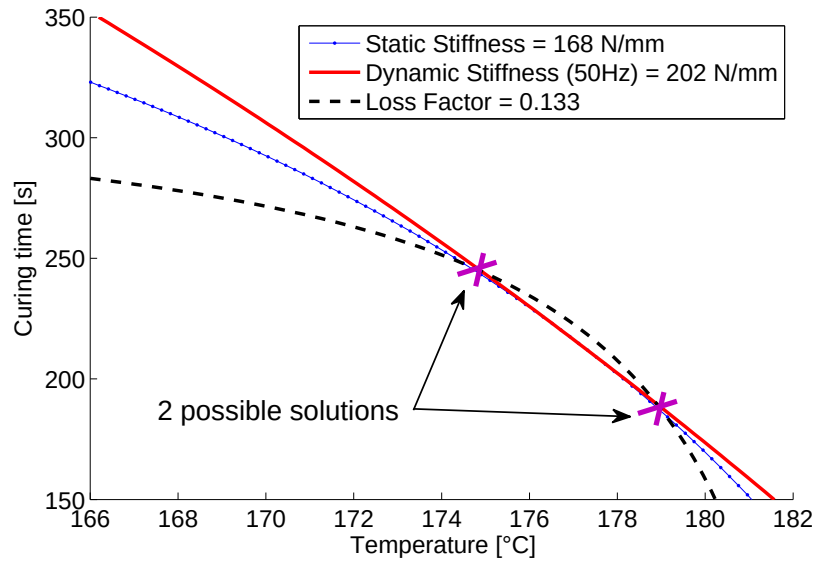


Figure 5.9 Example of possible solutions obtained for the optimization process on the three output variables

Table 5.7 Variability ranges used for input and output variables of the empirical model

Variables	Lower bound	Upper bound
Curing Temperature (T)	165°C	185°C
Curing Time (D)	150s	330s
Static Stiffness (K_s)	140MPa	180MPa
Dynamic Stiffness (K_d)	180MPa	210MPa
Loss factor ($\tan\delta$)	0.125	0.150

Seven triplets of input variables ($K_s, K_d, \tan\delta$) were chosen (see Table 5.8) in order to create a map of the solutions presented on Figure 5.10. In order to keep a clear understanding of the graphics, only solutions corresponding to variability below 1% were represented in

Figure 5.10(a). Figure 5.10(b), meanwhile, presents only 3 triplets but for all considered variabilities from 0.1% to 3%. As well as expanding with an increase in variability, it appears that each surface of possible solutions extends itself diagonally. In that way, a part cured at a high curing time and a low curing temperature leads to similar properties than a part cured at high temperature but short curing time. It is reassuring to recognize this known behavior commonly used today to reduce rubber parts production times [62]. This observation confirms the realistic representation of the curing process provided by the model.

Another point of interest is that for a given variability, the surface of possible solutions for a given triplet is expanding as both curing parameters increase. In order to confirm this preliminary observation and to compare the effect of variability, the density of possible solutions was evaluated using the following formula:

$$Density = 100 \cdot \frac{\text{Number of possible solutions for a given } (K_s, K_d, \tan \delta) \text{ set}}{\text{Total number of (T,D) couples in the variability space}} \quad (5.8)$$

Table 5.8 Mechanical properties of chosen triplets

Triplet	K_s [N/mm]	K_d [N/mm]	$\tan \delta$
1	146	191	0.145
2	151	193	0.142
3	157	196	0.139
4	166	199	0.134
5	172	203	0.131
6	178	207	0.130
7	184	211	0.129

Densities found for the 7 triplets in Table 5.8 with all variabilities are presented in Table 5.9, which clearly shows that the density of solutions tends to increase with higher curing conditions. This means that, higher are the curing parameters, lower is the observed variability in final mounts properties, leading thus to a more robust process. A decrease can be observed for the last points with higher variability (shaded cells of Table 5.10). This can be explained by the map of solutions extending outside the experimental space. From the quadratic model (DOE2) coefficients obtained in Table 5.5, it appears that the main linear coefficients are prevalent over the quadratic and interaction coefficients. Therefore, it is expected that a linear model would present similar behavior than the quadratic model. In order to verify this aspect, a linear analysis was performed with the same results from DOE2 and linear equations were obtained. Figure 5.11 presents the shape of the solutions map obtained with the linear analysis. It is quite similar to the quadratic map, despite the loss of the curvature effect.

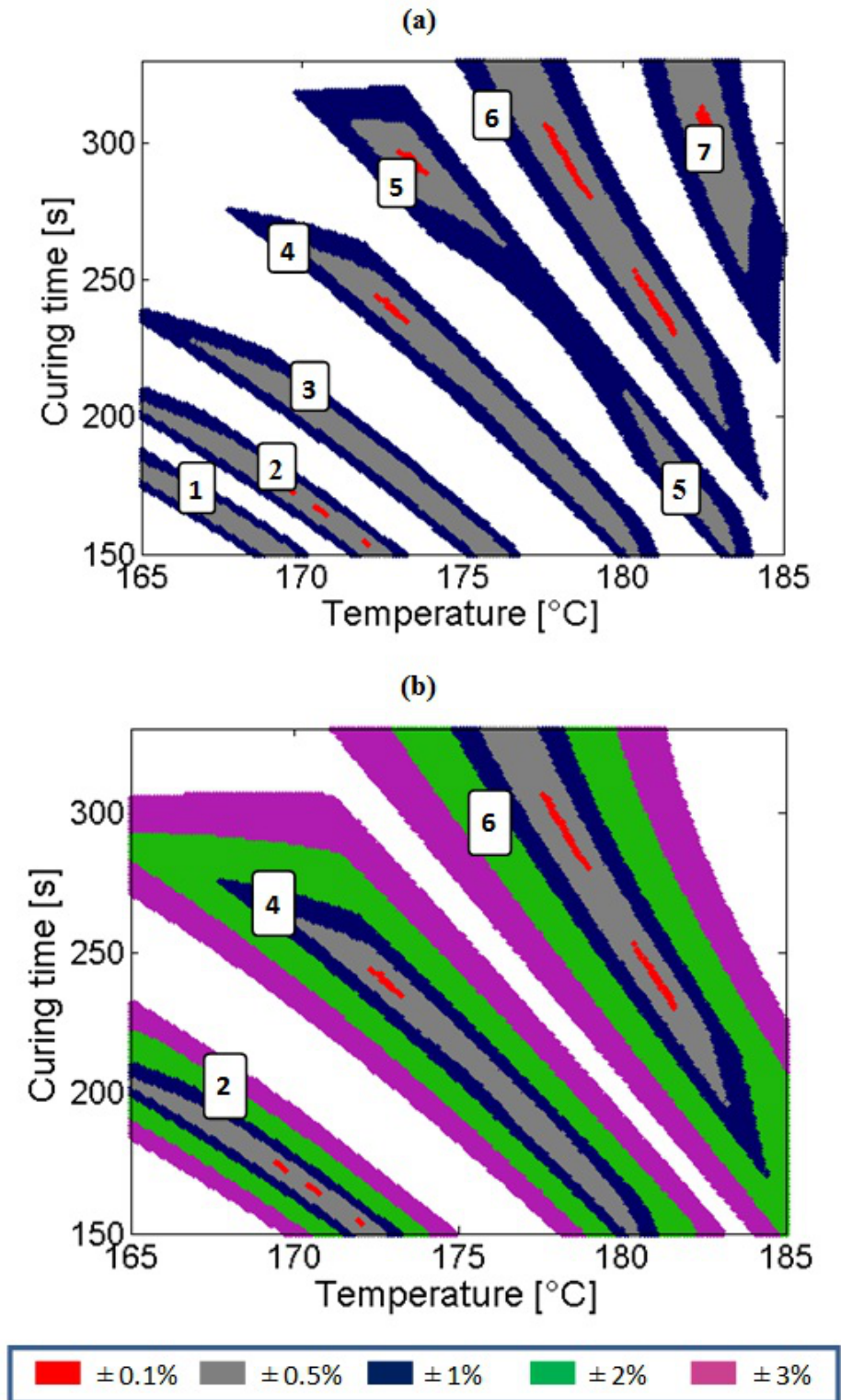


Figure 5.10 Surface of solutions density obtained with the quadratic model from DOE 2 in terms of curing time and temperature: (a) Comparison of 7 solutions - (b) Comparison of 3 solutions

Table 5.9 Solutions density evolution in terms of curing time and temperature – DOE 2 quadratic model

	Point	$\pm 0.1\%$	$\pm 0.5\%$	$\pm 1\%$	$\pm 2\%$	$\pm 3\%$
Increase of curing parameters 	1	0.0	0.8	1.7	3.5	5.2
	2	0.0	1.4	3.1	6.5	9.9
	3	0.0	2.0	4.9	11.0	17.0
	4	0.0	2.9	7.3	18.1	29.7
	5	0.1	2.2	9.7	24.7	36.9
	6	0.2	4.3	9.6	20.9	31.1
	7	0.1	2.4	6.3	12.4	17.3

Table 5.10 Solutions density evolution in terms of curing time and temperature – DOE 2 linear model

	Point	$\pm 0.1\%$	$\pm 0.5\%$	$\pm 1\%$	$\pm 2\%$	$\pm 3\%$
Increase of curing parameters 	1	0.0	1.0	2.1	4.3	6.4
	2	0.1	1.1	3.1	7.3	11.4
	3	0.1	1.9	4.7	11.3	17.8
	4	0.0	2.0	7.4	18.4	29.1
	5	0.0	1.1	5.2	21.4	35.4
	6	0.0	3.6	10.5	20.8	30.6
	7	0.1	2.8	5.6	11.1	16.3

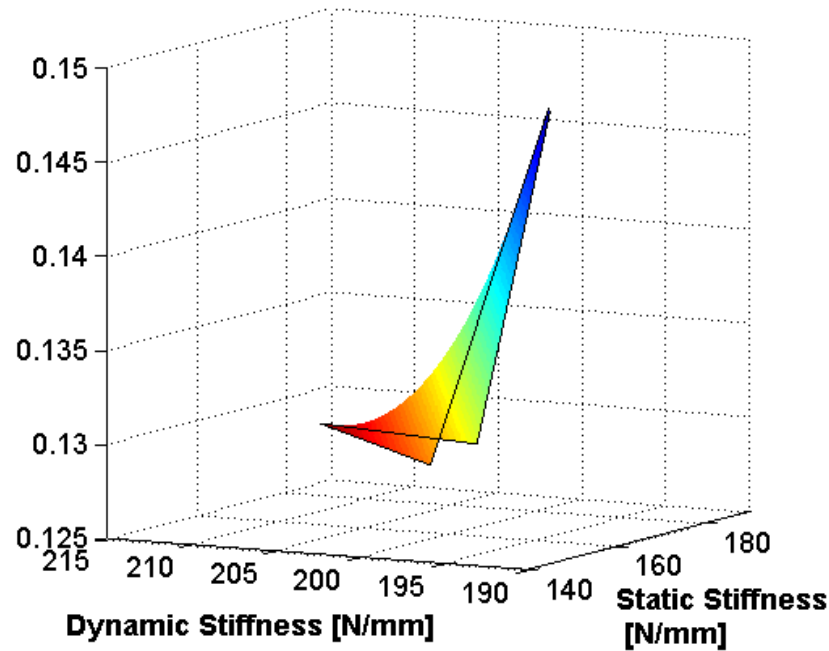


Figure 5.11 Solutions map of mechanical properties (stiffness and loss factor) obtained with the linearized DOE2

Solutions densities were reevaluated for the linear model using the same solution triplets from Table 5.8. Maps of solutions are presented on Figure 5.11 for different variabilities. It can be observed that the linear model of DOE2 (see Figure 5.12) shows very similar results to its quadratic model counterpart (see Figure 5.10).

A linear model of the output variables appears then to be sufficient to achieve an optimization of the input variables given customer specifications. It is interesting to see that this result corroborates with observations made with the injection molding process of plastic parts. Output variables are indeed different and are not only related to temperature and time, but also speed and pressure, but most response to process change present a similar linear behaviour [33].

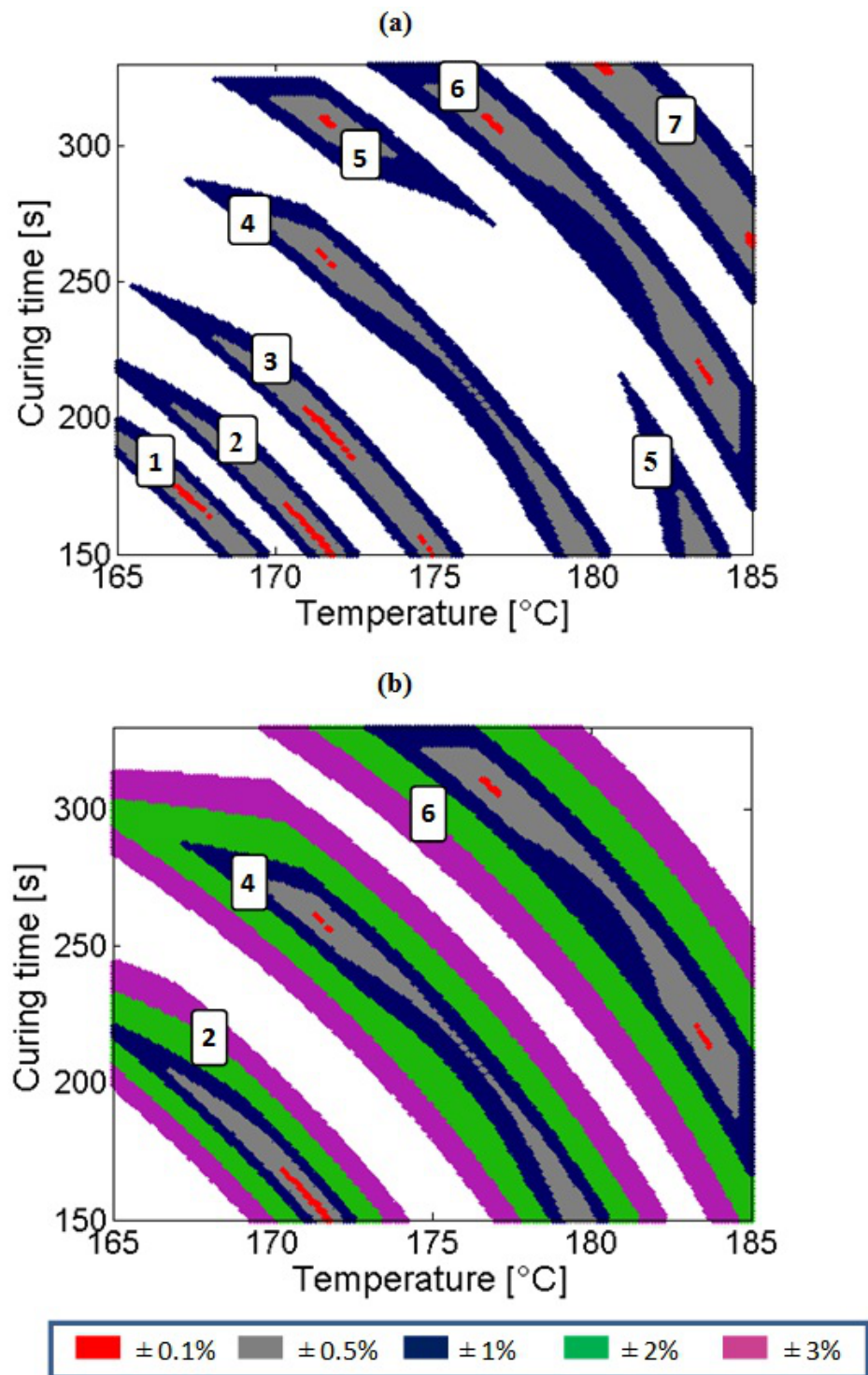


Figure 5.12 Surface of solutions density obtained with DOE 2 (linear model) in terms of curing time and temperature: (a) 7 solutions – (b) 3 solutions

5.7 Conclusion

The influence of manufacturing input parameters on the final engine mount mechanical properties was investigated using designs of experiments. A quadratic model of the isolator mechanical properties was established and used as a means to evaluate molding input parameters from a given product specification. The following main results were obtained:

- Unlike pressure-related parameters, temperature-related parameters were shown to have great effect on product properties.
- The model might be approximated by a more simple linear formulation, which may lead to simplifications in the optimal molding parameters calculation
- The variability of wanted mechanical properties decreases as curing parameters increase
- In order to obtain a more robust process, improvements in the formulation of rubber mixture with higher curing parameters could be seen as a mean to reduce the variability of wanted properties.

Molding parameters (time and temperature) can be used in developing a model allowing for cost-reducing production cycle of future isolators made of polychloroprene rubber. However, variations of noise parameters such as part extraction time after mold opening may greatly affect the final product properties. Mold design improvements and better timing rules should be initiated in order to maintain noise factors as constant as possible.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by SoucyBaron Inc. and the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada. Thanks are due to Daniel Dufresne for his assistance in the molding of isolators specimens, and Alain Raymond for his help with specimens testing.

CHAPITRE 6

DISCUSSION GÉNÉRALE

L'étude de l'ensemble du procédé de fabrication d'isolateurs de vibration a révélé certains aspects pouvant être préjudiciables à la bonne uniformité des propriétés mécaniques.

Les paramètres reliés à la température se sont avérés bien plus influents que d'autres paramètres tels que la pression d'injection par exemple, qui est pourtant un paramètre important dans le procédé de moulage par injection de pièces plastiques [59]. Le peu d'effet des paramètres de pression démontrent donc que l'organisation des chaînes entre elles dans l'élastomère a peu d'importance. Effectivement, les élastomères sont des polymères amorphes ayant une structure moléculaire désordonnée. Une sollicitation mécanique permet d'ordonner les chaînes qui s'allongent dans la direction de la sollicitation. La réponse à la déformation dépend alors uniquement de la longueur des chaînes et du taux de réticulation, qui eux sont fonction des paramètres de vulcanisation.

La littérature a révélé que la méthode de détermination des raideurs était assez imprecise pour des cycles hystérésis de contrainte-déformation non linéaires. En effet, l'application de la méthode des sécantes implique un choix subjectif de points pour la détermination de la pente du cycle. La valeur de la raideur dépend donc du positionnement des points sélectionnés et peut causer une imprécision sur le résultat. Une méthode différente de mesure de la raideur, non basée sur le cycle de contrainte-déformation, mais plutôt sur des mesures des fréquences de résonance à l'aide d'un système {masse + isolateur + marteau + accéléromètre} pourrait être une solution.

L'homogénéité du mélange a été vérifiée avec des résultats présentant une variabilité pouvant atteindre 9%. Les nombreuses étapes (calandrage du mélange brut, moulage, découpe et manipulations des éprouvettes) impliquées dans la préparation des éprouvettes peuvent induire une augmentation de la variabilité des résultats finaux. Un test permettant de tester directement le mélange brut sans étapes intermédiaires aurait pu réduire cette variabilité et rendre les résultats plus précis. Par exemple, des essais de balayage en déformation [12] réalisés à l'aide d'un rhéomètre permettent de mesurer le module de cisaillement et donc les propriétés mécaniques d'un échantillon de mélange cru pour différents angles de déformation. L'inconvénient de cette méthode est la durée assez longue du test (environ 30min par rapport à un test de traction d'une durée de 2 minutes). En effet, chaque test comporte 3 sous-essais,

un premier sous-essai effectuant la vulcanisation du mélange, suivi de deux sous-essais de balayage en déformation. Le premier permet l'amollissement du matériau et le second une mesure du module. Le nombre possible d'échantillons est donc fortement restreint sur une même journée de test et nécessite un compromis sur le nombre total de test à effectuer. Par ailleurs, cette étude a porté sur deux lots de mélange ayant approximativement le même âge par rapport à leur date de préparation. Selon le type de mélange, la durée de vie d'utilisation d'un mélange peut être de 3 semaines à 3 mois avant que le vieillissement naturel du caoutchouc interfère avec sa capacité à être travaillé et transformé. Il aurait été intéressant d'effectuer une comparaison entre un mélange en début de vie, avec un mélange en fin de vie afin de connaître l'écart possible induit par le vieillissement du mélange cru. En effet, le caoutchouc voit ses propriétés mécaniques changer au cours du temps en fonction de l'environnement où il se trouve [23, 17].

Un modèle thermique d'un moule de production a été construit. La distribution symétrique des températures fournies par le modèle s'est montrée imprécise par rapport à la réalité. Une modélisation plus précise des conditions aux limites thermiques de convection appliquées et propre à chaque face externe du moule serait donc requise pour améliorer la bonne représentativité du modèle. En outre, le modèle créé ne prend pas en compte la présence de matière dans les cavités. Or un transfert de chaleur se produit entre les parois chaudes de la cavité et le caoutchouc plus froid. Il serait donc attendu que la température dans la cavité soit plus basse en réalité. Comme l'acier dont est constitué le moule a une conductivité thermique beaucoup plus élevée que celle du caoutchouc, la baisse de température dans la cavité dépend également de la taille de la pièce moulée [62]. Une modélisation plus précise des échanges thermiques au sein des cavités pourrait être envisagé. Par ailleurs, des prises de mesures additionnelles de la température en d'autres points du moule auraient été appropriées pour avoir une idée plus précise de la température au sein des cavités, mais étaient difficilement applicables avec l'équipement actuel disponible. En effet, un moule de production est limité dans sa capacité à être instrumenté. Une instrumentation précise requerrait la fabrication d'un moule prototype mais engendrerait un coût élevé, la modification d'un moule de production n'étant pas envisageable pour des besoins expérimentaux.

La comparaison d'un refroidissement en conditions normales de production avec un refroidissement à l'air a montré une variabilité des propriétés mécaniques de 6 à 8% plus importante entre les pièces lors de cycles de cuisson successifs. Un refroidissement préalable à l'air ambiant serait donc préconisé avant tout emballage. Des travaux [2, 31] ont montré que le degré de polymérisation augmentait lors d'un refroidissement à l'air. Par ailleurs d'autres travaux [32] ont étudié l'influence de deux températures de refroidissements à l'air sur le module et le

coefficient de perte. Une augmentation de 44% pour le module élastique et une baisse de 61% pour le coefficient de perte ont été obtenues avec des pièces refroidies à 125°C par rapport à des pièces refroidies à 13°C. Il est vrai qu'il s'agit de cas plus extrêmes comparés à notre étude, d'autant plus que la forme et le type de mélange utilisés sont différents, mais cela met en relief l'impact important de l'environnement de refroidissement. Un aspect intéressant de ce résultat est l'utilisation qui peut en découler. En effet, il est tout à fait possible de réduire le temps de cuisson, et laisser la vulcanisation se poursuivre après extraction du moule en plaçant les pièces dans un environnement inhibant un refroidissement rapide. Ceci requiert un contrôle adéquat des températures appliquées, mais permet de gagner en temps de productivité.

Une optimisation des paramètres de moulage par injection a été effectuée à partir de la méthodologie des plans d'expérience. Un plan permettant d'évaluer efficacement les effets d'interaction entre les paramètres aurait pu être envisagée lors de la réalisation de la première phase de tamisage. Cela aurait permis de confirmer l'existence ou non d'effets conjoints avec des paramètres de faible effet principal, et ainsi peut-être ajouter de la précision au modèle final. En outre, la validation de la phase deux a été réalisée à partir des résultats du même DOE. La réalisation de DOE complémentaires aurait permis une évaluation de la reproductibilité du modèle. Ce procédé est cependant coûteux car il requiert l'occupation supplémentaire d'équipements de production et de la perte de matière. La relation linéaire entre les propriétés mécaniques et les paramètres de moulage a été vérifiée et concorde avec les observations faites pour le procédé de moulage de pièces plastiques [33]. De ce fait, il serait à l'avenir plus judicieux d'effectuer plusieurs DOE, en choisissant des plans linéaires plus simples, moins coûteux en temps et en pièces.

Il a été observé que pour un mélange d'élastomère à base de Polychloroprène, la variabilité des propriétés mécaniques diminuait avec un état de cuisson plus élevé. La généralisation de cette observation est néanmoins questionnable selon le type de caoutchouc utilisé. En effet, après avoir atteint un deuxième point d'inflexion, la courbe de vulcanisation du Polychloroprène présente un comportement spécifique intitulé "marching modulus". Lors d'une augmentation du temps de cuisson, le phénomène de réticulation continue à très faible vitesse, et le module continue d'augmenter sans atteindre de pallier. En comparant avec le caoutchouc naturel, qui est également utilisé comme isolateur vibratoire, celui-ci présente un comportement opposé. Lorsque les paramètres de cuisson atteignent un certain seuil, ses propriétés mécaniques présentent un renversement de tendance, et le module diminue.

Grâce au modèle obtenu dans le chapitre 5 pour l'isolateur étudié, il est possible d'évaluer les paramètres de cuisson correspondants et permettant d'atteindre les requis de spécification du client. Ces requis ne concernent que la raideur statique (160 N/mm) et la raideur dynamique (195 N/mm) auxquelles une variabilité de $\pm 3\text{N/mm}$ (moins de $\pm 2\%$) est appliquée. Les bornes de la plage de variation sont tracées pour chacune des raideurs à la Figure 6.1. Les solutions du problème d'optimisation se trouvent alors dans la zone hachurée, à l'intersection des deux plages. En l'occurrence, cette zone est délimitée par un temps de cuisson situé entre 252 et 292s à une température de 165°C (limite A), et entre 175°C et 177.5°C à 150s (limite B). Il est intéressant de constater de nouveau la relation d'équivalence suivante : les mêmes propriétés mécaniques sont obtenues à un temps de cuisson plus long pour une température de cuisson basse, et un temps de cuisson plus court pour une température plus élevée. En outre, pour un temps de cuisson plus élevé et une température basse (zone limite A), l'erreur autorisée est de 40s sur le temps de cuisson et de 5°C sur la température, afin de maintenir la variabilité prescrite sur les raideurs. Inversement, pour une température de cuisson élevée et un temps court, l'erreur autorisée est de l'ordre de 2.5°C sur la température et de 32s sur le temps de cuisson (Cf. tableau 6.1). Ainsi, pour une même variabilité des propriétés mécaniques, l'erreur permise dans la zone A est 1.25 fois plus grande pour le temps de cuisson et 2 fois plus grande pour la température que dans la zone B. Pour cette raison, il est recommandé, afin d'obtenir le produit le plus robuste, d'appliquer le plus grand temps de cuisson et la plus basse température de cuisson, c'est-à-dire, dans cet exemple, 275s et 165°C. Or en général, dans l'industrie, la finalité s'attache plutôt à réduire les temps de production. La préférence va vers la réduction des temps de cuisson, résultant dans la production de pièces moins robustes. Effectivement, pour la production de l'isolateur étudié, les paramètres de cuisson appliqués par le fabricant sont un temps de cuisson de 180s et une température de 175°C (point rouge sur la Figure 6.1). Ce point de cuisson est contenu à l'intérieur de la bande de solutions optimisées de la Figure 6.1 pour la variabilité des raideurs prescrite. Il est cependant situé près de la limite de la plage de solutions. Durant la production, la moindre erreur menant à une température ou un temps de cuisson plus élevés résultera en une pièce dont les propriétés seront hors tolérances. D'autre part, si la tolérance spécifiée devient plus serrée (diminution de $\pm 3\text{N/mm}$ à $\pm 2\text{N/mm}$ par exemple), la bande devient plus étroite, et le point de cuisson du fabricant sort de la bande. Le fabricant a donc avantage à viser un point à l'intérieur de la zone de solutions optimisées, le plus loin possible des frontières de celle-ci.

Tableau 6.1 Erreurs permises sur la température et le temps de cuisson entre les zones limites A et B

Écart permissible	Zone A	Zone B	Écart
Température [°C]	5°C	2.5°C	2.5°C
Temps [s]	40s	32s	8s

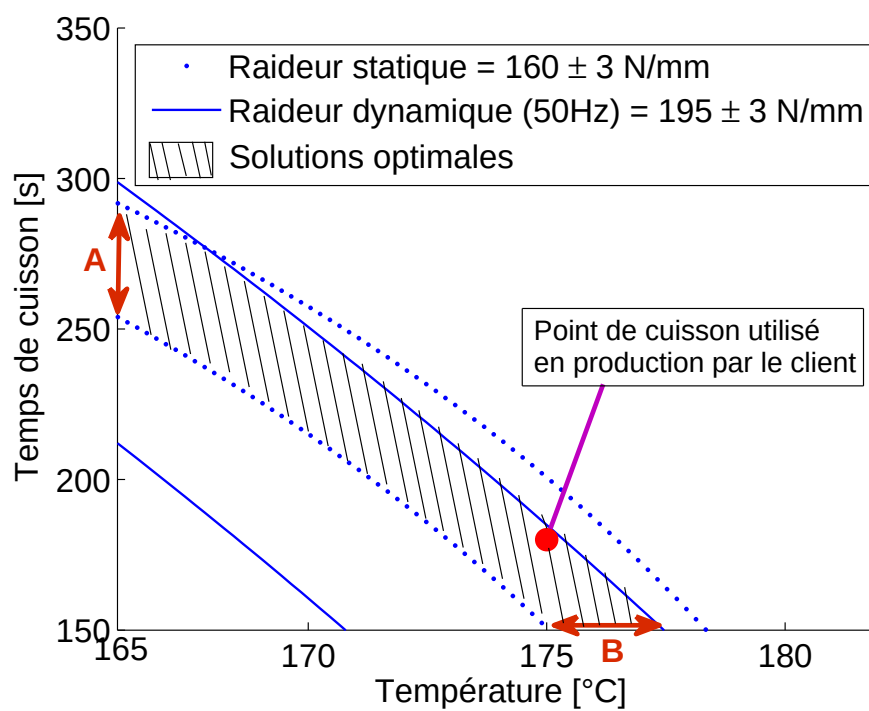


Figure 6.1 Paramètres de cuisson optimisés permettant d'atteindre les requis du client

CHAPITRE 7

CONCLUSION

Synthèse des travaux

Le but de l'étude était d'analyser l'influence des paramètres de fabrication sur les propriétés mécaniques des isolateurs de vibrations. L'étude a été divisée en deux parties :

1. L'influence de l'homogénéité du mélange, de la distribution de la température du moule et du mode de refroidissement des pièces
2. L'optimisation des paramètres de fabrication pour obtenir des propriétés les plus uniformes possible.

Des tests de traction ont permis d'analyser l'homogénéité du mélange cuit. Les échantillons testés ont été prélevés à différentes positions d'un même mélange et à différents temps. L'homogénéité du mélange a été vérifiée, et les résultats ont montré que des paramètres de cuisson plus élevés diminuaient l'impact de variations dans la formulation chimique du mélange.

Un modèle thermique par éléments finis d'un moule d'isolateurs a été développé et a permis d'acquérir une première notion de la distribution de température dans les cavités d'un moule de production. La validation expérimentale a été réalisée à l'aide de mesures expérimentales provenant d'une seule position dans le moule.

Une comparaison avec les mesures expérimentales montrent que le modèle donne une très bonne idée de la distribution de la température que ce soit à l'ouverture ou à la fermeture du moule. L'évolution de la température du moule fermé après plusieurs cycles de cuisson a aussi été analysée. Il en ressort que la température du moule se stabilise après un certain nombre de cycles ce qui a une influence sur la cuisson des pièces. Ce modèle a finalement permis de mettre en lumière la nécessité d'automatiser le processus d'extraction des pièces entre l'ouverture et la fermeture du moule.

L'étude de deux modes de refroidissement, à savoir le refroidissement à température ambiante et le refroidissement en boîtes de livraison a été effectuée. Il a été démontré qu'un refroidissement en boîte directement après moulage était inadapté pour des isolateurs de vibration. En effet une variation de l'ordre de 7% du module d'Young a été observée.

La réalisation de plans d'expérience a permis d'établir que les paramètres reliés à la température apposaient un effet largement prédominant sur les propriétés mécaniques des isolateurs. Et curieusement, les paramètres de pression montrent peu d'influence. Or, ils sont

responsables de l'écoulement du mélange élastomère dans le moule et ses cavités, et donc de l'agencement des chaînes macromoléculaires dans le matériau.

Le modèle quadratique développé a montré que des paramètres de cuisson plus élevés engendraient un produit plus robuste avec une variabilité moindre des propriétés mécaniques. Un état de cuisson plus élevé implique un nombre de ponts de jonction plus grand et donc une plus grande raideur du matériau cuit. Ce résultat concorde par ailleurs avec les observations faites lors de l'étude d'homogénéité du mélange.

Les paramètres de bruit liés à la température du matériau (temps d'extraction des pièces après cuisson) ont un effet préjudiciable sur les propriétés finales des isolateurs. Cela motive une plus grande automatisation du procédé de moulage avec, par exemple, dans un premier temps, l'utilisation d'extracteurs automatiques. Une automatisation complète du processus reste aujourd'hui tout de même difficile en raison du manque de rentabilité induit par le faible nombre de pièces produites.

Recommandations

L'étude réalisée dans ce mémoire a produit des résultats avec des applications intéressantes pour l'industrie.

Des recommandations futures pour la suite du projet de recherche peuvent être faites :

- Afin d'améliorer la méthode d'analyse du niveau d'homogénéité, une combinaison de tests de traction et rhéologique doit être envisagée.
- Les conditions aux frontières du modèle par éléments finis doivent être affinées afin de mieux représenter la distribution de température dans le moule de production.
- La validation de la distribution de température peut aussi être améliorée, soit par la conception d'un moule prototype, soit en ajoutant d'autres points de mesures dans les moules existants.
- Des études visant un meilleur contrôle de la température et du temps de cuisson ainsi que de la durée de refroidissement des pièces pourraient contribuer à améliorer le temps de production.

Les recommandations industrielles suivantes sont également proposées :

- Procéder à quelques cycles d'ouverture/fermeture du moule avant de lancer la production de pièces permettraient d'atteindre une température de cuisson stabilisée.
- Appliquer systématiquement un refroidissement à l'air ambiant après moulage permettra de réduire la variation des propriétés mécaniques des pièces moulées.
- L'effet de post-cuisson en boîte pourrait être exploité pour diminuer les temps de production.

- Au niveau de la production, une automatisation des processus d'ouverture et de fermeture du moule à l'aide d'extracteurs automatiques par exemple, permettrait d'uniformiser la durée de l'opération et contribuerait à maintenir une température plus stable au sein du moule.
- Une adaptation de la formulation chimique du Polychloroprène pour des conditions de cuisson plus élevées pourraient être envisagée afin de réduire la variabilité des propriétés mécaniques.

RÉFÉRENCES

- [1] Ansys academic research, release 13.0 ed., 2011.
- [2] M. Abdul and J. M. Vergnaud. Vulcanization progress in rubber sheets during cooling in motionless air after extraction from the mould. *Thermochimica Acta*, vol. 76 :pp. 161—170, 1984.
- [3] M. J. Anderson and P. J. Whitcomb. Rethink design of experiments. *Chemical Processing*, vol. 69 :pp. 26–33, 2006.
- [4] A. O. Andrisano, F. Gherardini, F. Leali, M. Pellicciari, and A. Vergnano. Design Of Simulation Experiments Method for Injection Molding Process Optimization. In *Proceedings of the IMProVe 2011*, pages pp. 476–486, 2011.
- [5] A. Arrillaga, A. M. Zaldua, and A. S. Farid. Evaluation of Injection-Molding Simulation Tools to Model the Cure Kinetics of Rubbers. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 123 :pp. 1437–1454, February 2012.
- [6] R. M. Association. *The RMA Rubber Handbook for Molded, Extruded, Lathe Cut and Cellular Products, 6th. ed.* The Rubber Manufacturers Association, Inc., 2005.
- [7] ASTM D2000-06, Standard Classification System for Rubber Products in Automotive Applications. Standard, ASTM International, 2006.
- [8] ASTM D395-03, Standard Test Methods for Rubber Property—Compression Set. Standard, ASTM International, 2008.
- [9] ASTM D412-06a, Standard Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers—Tension. Standard, ASTM International, 2013.
- [10] ASTM D5289-12, Standard Test Method for Rubber Property—Vulcanization Using Rotorless Cure Meters. Standard, ASTM International, 2012.
- [11] ASTM D5992-96, Standard Guide for Dynamic Testing of Vulcanized Rubber and Rubber-Like Materials Using Vibratory Methods. Standard, ASTM International, 2011.
- [12] ASTM D6601-12, Standard Test Method for Rubber Properties—Measurement of Cure and After-Cure Dynamic Properties Using a Rotorless Shear Rheometer. Standard, ASTM International, 2012.
- [13] J. S. Bergstrom and M. C. Boyce. Mechanical behavior of particle filled elastomers. *Rubber Chemistry and Technology*, vol. 72 :pp. 633–656, 1999.
- [14] F. Borzenski. Advancements in mixing technologies - Part 2. *Rubber World*, vol. 235 :pp. 16–17, 2007.

- [15] F. Borzenski. Advancements in mixing technologies - Part 3. *Rubber World*, vol. 235 :pp. 20–21, 2007.
- [16] R. P. Brown. *Physical testing of rubber, 4th ed.* New York : Springer, 2006.
- [17] R.P. Brown, T. Butler, and S.W. Hawley. *Ageing of Rubber*. Rapra Technology Limited, 2001.
- [18] J. Chamberland-Lauzon. *Modelisation et optimisation d'isolateurs non-lineaires en elastomeres*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, Montreal (Canada), 2011.
- [19] A. Cheymol. *Mise en oeuvre des élastomères. 1.* Hermes science : Lavoisier, 2006.
- [20] A. Cheymol. *Mise en oeuvre des élastomères. 2.* Hermes science : Lavoisier, 2006.
- [21] K. T. Chiang and F. P. Chang. Analysis of shrinkage and warpage in an injection-molded part with a thin shell feature using the response surface methodology. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 35 :pp. 468–479, December 2007.
- [22] D. E. Coleman and D. C. Montgomery. A Systematic Approach to Planning for a Designed Industrial Experiment. *Technometrics*, vol. 35(no. 1) :pp. 01–27, February 1993.
- [23] P. Combette and I. Ernoult. *Physique des polymères. I, Structure, Fabrication, Emploi.* Presses internationales Polytechnique, 2005.
- [24] P. Combette and I. Ernoult. *Physique des polymères. II, Propriétés mécaniques.* Presses internationales Polytechnique, 2005.
- [25] J. R. Davis. *Tensile testing, 2nd ed.* Materials Park, Ohio : ASM International, 2004.
- [26] E. Haberstroh and C. Linhart. Batch variations and their effects on the elastomer-processing illustrated on the model of the injection moulding process. *Journal of Polymer Engineering*, vol. 24 :pp. 325–341, 2004.
- [27] ISO 23529 :2010, Rubber – General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods. Standard, International Organization for Standardization, Geneva, CH, 2010.
- [28] K. Joong Jae and K. Heon Young. Shape design of an engine mount by a method of parameter optimization. *Computers and Structures*, vol. 65 :pp. 725–731, 1997.
- [29] P. S. Johnson. *Rubber Processing An Introduction.* CARL HANSER VERLAG, 2001.
- [30] S. Kamaruddin, Z. A. Khan, and S. H. Foong. Application of Taguchi Method in the Optimization of Injection Moulding Parameters. *International Journal of Engineering and Technology*, vol. 2 :pp. 574–580, 2010.
- [31] A. Khouider, J. Bouzon, and J. M. Vergnaud. Effect of cure enthalpy on cure progress during the cooling period in motionless air. *Thermochimica Acta*, vol. 102 :pp. 83—92, 1986.

- [32] A. Khouider and J. M. Vergnaud. Increase in the state of cure in vulcanizates after removal from the mold. *Journal of Polymer Engineering*, vol. 8(no. 1–2) :pp. 19—37, 1988.
- [33] S. Kulkarni. *Robust process development and scientific molding theory and practice*. Cincinnati : Hanser Publishers, 2010.
- [34] A. El Labban, P. Mousseau, J. L. Bailleul, and R. Deterre. Optimization of thick rubber part curing cycles. *Inverse Problems in Science and Engineering*, vol. 18 :pp. 313–340, 2010.
- [35] J. P. Lahey and R. G. Launsby. *Experimental design for injection molding*. Colorado Springs, CO : Launsby Consulting, 1998.
- [36] M. Lavoie. *Caracterisation et modelisation d'un vehicule tout terrain et de ses tampons d'ancrages faits d'elastomeres*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, Montreal (Canada), 2010.
- [37] I. S. Lee and S. C. Kim. Optimal design of engine mount rubber considering stiffness and fatigue strength. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D (Journal of Automobile Engineering)*, vol. 221 :pp. 823–835, 2007.
- [38] W. S. Lee and S. K. Youn. Topology optimization of rubber isolators considering static and dynamic behaviours. *Structural and Multidisciplinary Optimization*, vol. 27 :pp. 284—294, 2004.
- [39] A. Limper, H. Keuter, and J. Breuer. The influence of raw material parameter variations in the mixing room : Carbon black fines content - Part II. *Kautschuk Gummi Kunststoffe*, vol. 58 :pp. 90–97, March 2005.
- [40] A. Limper, H. Keuter, and C. Ruter. The influence of raw material parameter variations in the mixing room : Carbon black fines content - Part I. *Kautschuk Gummi Kunststoffe*, vol. 56 :pp. 250–257, March 2003.
- [41] G. Y. Lin, B. F. Gao, and C. S. Wang. Effects of particle size on the rubber mixing process and mechanical properties of compound. *Progress in Polymer Processing*, vol. 501 :pp. 274–278, 2012.
- [42] E. Martin, J. Morris, and S. Lane. Monitoring process manufacturing performance. *IEEE Control Systems Magazine*, vol. 22 :pp. 26–39, 2002.
- [43] U. Masberg, A. Potthoff, R. Eisenhuber, and G. Kain. The selfoptimizing injection-moulding machine. *Kautschuk+Gummi Kunststoffe*, pages 372–376, July/August 2006.
- [44] D. J. Mead. *Passive vibration control*. Toronto : Wiley, 1998.
- [45] G. Menges and P. Barth. Automation in Injection Molding of Elastomers. *Kautschuk+Gummi Kunststoffe*, vol. 39(no. 1) :pages 43–46, 1986.

- [46] J. Menough. Tech Service - Let's do it right. *Rubber World*, vol. 24 :pp. 12–13, 44, September 1990.
- [47] G. A. Milliken and D. E. Johnson. *Analysis of messy data Volume 1, Designed experiments, 2nd ed.* Boca Raton : CRC Press, 2009.
- [48] M. Mitsch, W. Mack, and A. Falkner. On the scattering of test data and the significance of the standard coefficients 'dynamic stiffness' and ' loss angle' for hydraulic engine mounts. *Vehicule System Dynamics*, vol. 48(no. 3) :pp. 387–403, March 2010.
- [49] D. C. Montgomery. Experimental Design for Product and Process Design and Development. *The Statistician*, vol. 48(no. 2) :pp. 159–177, 1999.
- [50] D. C. Montgomery. *Design and analysis of experiments.* Wiley, 2009.
- [51] D. C. Montgomery, C. L. Jennings, and M. E. Pfund. *Managing, controlling and improving quality.* Wiley, 2010.
- [52] R. H. Myers, D. C. Montgomery, and C. M. AndersonCook. *Response surface methodology : process and product optimization using designed experiments, 3rd ed.* Hoboken, N.J. : John Wiley, 2009.
- [53] J. Nocedal and S. J. Wright. *Numerical optimization, 2nd ed.* New York : Springer, 2006.
- [54] B. ozcelik and T. Erzurumlu. Determination of effecting dimensional parameters on warpage of thin shell plastic parts using integrated response surface method and genetic algorithm. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, vol. 32 :pp. 1085–1094, April 2005.
- [55] A. G. Piersol, T. L. Paez, and C. M. Harris. *Harris' shock and vibration handbook, 6th ed.* New York : McGraw-Hill, 2010.
- [56] S. Rajalingam. Split-Plot Designs : What, Why, and How. *Journal of Quality Technology*, vol. 41 :pp. 340–361, October 2009.
- [57] S. Rajalingam. Robust Part Quality by Controlling the Injection Moulding Process with 2(4) Fraction Factorial Design : A Case Study. *Manufacturing Science and Technology*, vol. 383–390 :pp. 1032–1038, 2012.
- [58] C. S. Ramachandran, V. Balasubramanian, and P. V. Ananthapadmanabhan. Multiobjective Optimization of Atmospheric Plasma Spray Process Parameters to Deposit Yttria-Stabilized Zirconia Coatings Using Response Surface Methodology. *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 20(no. 3) :pp. 590–607, March 2011.
- [59] B. Sanschagrin. Process Control of Injection Molding. *Polymer Engineering and Science*, vol. 23 :pp. 431–438, 1983.

- [60] M. Sjöberg. *On dynamic properties of rubber isolators*. PhD thesis, Kungliga Tekniska Hogskolan (Sweden), 2003.
- [61] N. S. Subramanian, J. G. DiPinto, , and A. E. Hirsch. Dynamic Properties of Polychloroprene Synthetic Elastomer. *Plastics and Rubber Processing and Applications*, vol. 1 :pp. 293–302, 1981.
- [62] J. M. Vergnaud and I. D. Rosca. *Rubber curing and properties*. CRC Press, 2009.
- [63] G. G. Vining, S. M. Kowalski, and D. C. Montgomery. Response surface designs within a split-plot structure. *Journal of Quality Technology*, vol. 37 :pp. 115–129, April 2005.
- [64] J. Wu and W. B. Shangguan. Robust optimization design method for powertrain mounting systems based on Six Sigma quality control criteria. *International Journal of Automotive Technology*, vol. 11 :pp. 651–658, 2007.
- [65] A. J. Yadav, S. V. Dravid, and V. D. Rajput. Taguchi Technique in Optimization of Injection Molding Process Parameters for Manufacturing Plastic Parts. In *Proceedings of the NCNTE-2012, Third Biennial National Conference on Nascent Technologies*, 2012.
- [66] F. L. Yezley. Neoprene as spring material. *American Society of Mechanical Engineers – Advance Papers, New York*, page pp. 6, 1939.
- [67] T. P. Yin and R. Pariser. Dynamic mechanical properties of several elastomers and their potentialities in vibration control applications. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 8 :pp. 2427–2443, 1964.