UNIVERSITE DE MONTREAL

EFFET DU TEMPS DE VIEILLISSEMENT ET DE LA TEMPERATURE SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES JOINTS D'ETANCHEITE EN FEUILLE

par

François Deshaies
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE
ECOLE POLYTECHNIQUE

MEMOIRE PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION
DU GRADE DE MAITRISE ES SCIENCES APPLIQUEES (M.Sc.A)
avril 1990

c François Deshaies

National Library of Canada
Bibliothèque nationale du Canada

Canadian Theses Service
Service des thèses canadiennes

Ottawa, Canada
K1A 0N4

The author has granted an irrevocable non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of his/her thesis by any means and in any form or format, making this thesis available to interested persons.

L'auteur a accordé une licence irrévocable et non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de sa thèse de quelque manière et sous quelque forme que ce soit pour mettre des exemplaires de cette thèse à la disposition des personnes intéressées.

The author retains ownership of the copyright in his/her thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without his/her permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège sa thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

ISBN 0-315-58940-X

Canada

UNIVERSITE DE MONTREAL

ECOLE POLYTECHNIQUE

Ce mémoire intitulé:

Effet du temps de vieillissement et
de la température sur le comportement mécanique
des joints d'étancheité en feuille

Présenté par François DESHAIES en vue de l'obtention du grade de Maître ès Sciences Appliquées (M.Sc.A.), a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de:

M. Bohuslav FISA, Ph.D., président

M. André BAZERGUI, Ph.D.

M. Michel DERENNE, M.Sc.A.

SOMMAIRE

Un programme de tests à haute température a été effectué sur deux joints d'étanchéité plats différents, l'un en amiante-élastomère et l'autre en aramide-élastomère. Les essais ont été réalisés suivant la méthode expérimentale ATRS développée à l'Ecole Polytechnique de Montréal. Cette méthode consiste à déterminer les propriétés mécaniques (relaxation et contrainte de rupture) à différentes combinaisons de temps-température de spécimens représentatifs des matériaux utilisés. L'étude a porté principalement sur l'effet du temps de vieillissement et de la température sur la résistance en traction et la perte de poids de tels spécimens. Un modèle mathématique a été élaboré à partir d'une hypothèse stipulant que la résistance en traction pouvait être obtenue en juxtaposant les courbes de réticulations et de dégradation. La courbe de dégradation a été ensuite comparée avec la perte de poids. Les résultats ont démontré que la perte de poids accuse un retard sur la dégradation qui augmente avec la température. Le retard est aussi plus grand pour le joint sans amiante. L'influence de l'humidité et de la vitesse de chargement sur la résistance en traction sur différents matériaux de joint d'étanchéité avec ou sans amiante est aussi discutée.

ABSTRACT

A series of elevated temperature tests have been conducted on two different types of sheet gasket: asbestos-elastomer bound and aramid-elastomer bound. Those tests were performed according to an experimental method known, as the ATRS test, developed at Ecole Polytechnique of Montreal. Such method consists in determining the variation of the most relevant mechanical properties of different gasket materials when various aging time and elevated temperatures are experienced. These properties are the tensile strength and the relaxation. An other property recently introduced which has also potential is the weight loss of material. The influence of humidity and loading rate on tensile strength was analysed and discussed for two different materials with or without asbestos.

The mean purpose of the present work was to highlight the effect of aging time and temperature on the tensile strength and the weight loss of material. A mathematical model was developed to confirm the assumption that tensile strength can be obtained by superposing the cross-linking and the thermal degradation of the gasket material. This degradation was compared to the weight loss. The results pointed out that the weight loss is always delayed in time with respect to the degradation. This phenomenon increases with the temperature and is greater for non-asbestos gaskets.

REMERCIEMENTS

Les personnes qui suivent ont joué un rôle prépondérant dans l'avancement de mes travaux. Je me sens privilégié d'avoir eu une telle équipe comme encadrement, car ce mémoire n'est pas un travail strictement individuel, mais fait plutôt partie d'un travail collectif. Je tiens spécialement à remercier M. André Bazergui, mon directeur de recherche, pour ses éclaircissements et sa patience. Je lui suis aussi très reconnaissant pour l'aide financière a laquelle j'ai eu droit durant mes travaux. Je tiens finalement à mentionner mes amis et collègues, M. Michel Derenne pour son aide constante et ses encouragements répétés, ainsi que M. Luc Marchand pour sa coopération très appréciée.

TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE iv

ABSTRACT v

REMERCIEMENTS vi

LISTE DES SYMBOLES x

LISTE DES FIGURES xiii

LISTE DES TABLEAUX xvi

LISTE DES ANNEXES xviii

CHAPITRE I - INTRODUCTION 1

1.1 Brides boulonnées et joint d'étanchéité 1

1.2 Différents types de joints 2

1.3 Description des essais à haute température . . 4

1.4 Etudes sur le comportement des joints d'étanchéité 6

1.5 Dégradation thermique 8

1.6 Paramètres influençant la mesure de la résistance en traction 10

1.7 But de l'étude 11

CHAPITRE II - TEST ATRS 13

2.1 Définition 13

2.2 Paramètres de qualité Qp et d'exposition équivalente Ae 16

CHAPITRE III - INFLUENCE DES PARAMETRES EXPERIMENTAUX SUR LA CONTRAINTE DE RUPTURE 21

3.1 Description 21

3.2 Influence de la vitesse de chargement 23

3.2.1 Sur des matériaux non vieillis . . . 24

3.2.2 Sur des matériaux vieillis 25

3.3 Influence de l'humidité 27

3.4 Conclusion 36

CHAPITRE IV - DEGRADATION THERMIQUE ET RESISTANCE EN TRACTION 41

4.1 But de l'étude 41

4.2 Morphologie des matériaux 42

4.3 Chimie de la dégradation thermique 44

4.4 Résultats expérimentaux des tests ATRS sur les matériaux A8 ET N5 47

4.5 Contrainte de rupture en tension 50

4.5.1 Modèle mathématique proposé 50

4.5.2 Matériau A8 53

4.5.3 Matériau N5 56

4.5.4 Dégradation maximale 59

4.5.5 Interprétation des résultats 60

4.6 Perte de poids 63

4.6.1 Effet de l'humidité 64

4.6.2 Mise en équation de la perte de poids 64
4.6.3 Comparaison entre les coefficients reliés à la dégradation (%DT) et ceux reliés à la perte de poids 66
4.7 Conclusion sur la perte de poids et la dégradation 69

CHAPITRE V - CONCLUSION 71
5.1 Effet des paramètres expérimentaux sur la contrainte de rupture 71
5.2 Résultats expérimentaux des tests ATRS 71
5.3 Recommandations concernant les travaux futurs 73

BIBLIOGRAPHIE 114

ANNEXE A - DETAIL DES CALCULS DES DIFFERENTES VARIABLES ET RESULTATS DES TESTS ATRS 119

LISTE DES SYMBOLES

ATRS	(Aged/Tensile Relaxation Screen test) Essai de caractérisation mécanique à haute température développé pour les joints d'étanchéité à l'Ecole Polytechnique de Montréal
Qp	Paramètre de qualité global d'un joint d'étanchéité basé sur les propriétés mécaniques après vieillissement (Eq. 2.1)
Qr	Paramètre de qualité relié au pourcentage de charge conservée après un test ATRS (Eq. 2.1)
TSX	Contrainte de rupture en tension dans la direction perpendiculaire au fibres après un test ATRS
TLX	Force de rupture en tension après un test ATRS
Q_{tx}	Paramètre de qualité relié à la contrainte de rupture (Eq. 2.1)
Ae	Paramètre de vieillissement équivalent. Sert à combiner l'effet du temps et de la température pour exprimer la dégradation du joint (Eq. 2.2-2.3)
T_e	Température de vieillissement (Eq. 2.2-2.4)
T_o	Température sous laquelle les joints fibres-élastomère ne subissent aucune dégradation des propriétés mécaniques (Eq. 2.2-2.4)
H	Durée du vieillissement (heures) (Eq. 2.2-2.4)

Re	Paramètre de vieillissement de référence correspondant à un vieillissement de 1000 heures à 427°C (Eq. 2.2)
Aem	Paramètre de vieillissement modifié (Eq .2.4)
C	Propriété quelconque (Eq. 4.1)
n	Ordre de la réaction spécifique de décomposition (Eq. 4.1)
K	Fonction de propriété (Eq. 4.1 à 4.3)
A	Facteur de fréquence (Eq. 4.2-4.3)
R	Constante des gaz (Eq. 4.2-4.3)
E	Energie d'activation de l'équation (Eq. 4.2-4.3)
TSX_norm	Contrainte de rupture normalisée (Eq. 4.4-4.7)
TSX_init	Contrainte de rupture en tension d'un joint non vieilli (Eq. 4.4)
RT	Paramètre relié à la courbe de réticulations (Eq. 4.5)
DT	Paramètre relié à la courbe de dégradation thermique (Eq.4.6)
C_1	Asymptote de la courbe de réticulations (Eq. 4.5)
λ_1	Constante de temps de la courbe de réticulations (Eq. 4.5)
C_2	Asymptote de la courbe de dégradation (Eq. 4.6)
λ_2	Constante de temps de la courbe de dégradation (Eq.4.6)
DTmax	Dégradation thermique maximale (Eq. 4.8)
%DT	Pourcentage de dégradation thermique (Eq. 4.8)

C_2'	Asymptote du pourcentage de dégradation (Eq. 4.9)
W_p	Pourcentage de perte de poids (Eq. 4.10-4.11)
$W_{p\ max}$	Perte de poids maximale que peut avoir un matériau après vieillissement (Eq. 4.11)
C_{wp}	Asymptote de l'équation de la perte de poids (Eq.4.10-4.11)
C_{wp}'	Asymptote normalisée de l'équation de la perte de poids (Eq. 4.11)
λ_{wp}	Constante de temps de l'équation de la perte de poids (Eq. 4.10-4.11)
$\%W_{p\ max}$	Pourcentage de la perte de poids maximale (Eq. 4.11)

LISTE DES FIGURES

Figure 1 Contrainte de rupture vs Ae - Matériau A1 . . 75

Figure 2 Contrainte de rupture vs Ae - Matériau N1 . . 76

Figure 3 Relaxation vs Ae - Matériau A1 77

Figure 4 Relaxation vs Ae - Matériau N1 78

Figure 5 Contrainte de rupture vs Aem - Matériau A1 . . 79

Figure 6 Contrainte de rupture vs Aem - Matériau N1 . . 80

Figure 7 Relaxation vs Aem - Matériau A1 81

Figure 8 Relaxation vs Aem - Matériau N1 82

Figure 9 Qp vs Ae - Matériau A1 83

Figure 10 Qp vs Ae - Matériau N1 84

Figure 11 Qp vs Aem - Matériau A1 85

Figure 12 Qp vs Aem - Matériau N1 86

Figure 13 Qp vs Ae - Matériau A8 87

Figure 14 Qp vs Ae - Matériau N5 88

Figure 15 Contrainte de rupture vs temps de vieillissement Matériau A1 89

Figure 16 Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau N1 90

Figure 17 Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau A1 - Nouveau test 91

Figure 18 Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau N1 - Nouveau test 92

Figure 19 Contrainte de rupture normalisée vs temps de vieillissement - Matériau A8 93

Figure 20 Contrainte de rupture normalisée vs temps de vieillissement - Matériau N5 94
Figure 21 Courbes typiques de TSX en fonction du temps de vieillissement 95
Figure 22 Séparation de la courbe de contrainte de rupture en courbe de réticulations et de dégradation . 96
Figure 23 TSX_norm vs temps à 232°C - Matériau A8 . . . 97
Figure 24 TSX_norm vs temps à 316°C - Matériau A8 . . . 98
Figure 25 TSX_norm vs temps à 371°C - Matériau A8 . . . 99
Figure 26 TSX_norm vs temps à 316°C - Matériau N5 . . . 100
Figure 27 TSX_norm vs temps à 232°C - Matériau N5 . . . 101
Figure 28 TSX_norm vs temps à 371°C - Matériau N5 . . . 102
Figure 29 Dégradation maximale et TSX_norm 103
Figure 30 Pourcentage de dégradation thermique vs temps pour A8 104
Figure 31 Pourcentage de dégradation thermique vs temps pour N5 105
Figure 32 Asymptotes de dégradation thermique vs température 106
Figure 33 Constantes de temps de la courbe de dégradation vs température 107
Figure 34 Perte de poids vs temps pour A8 108
Figure 35 Perte de poids vs temps pour N5 109
Figure 36 Equations de la perte de poids vs temps - Matériau A8 110

Figure 37 Equations de la perte de poids vs temps Matériau N5 111

Figure 38 Pourcentage de dégradation thermique vs pourcentage de perte de poids maximale - Matériau A8 112

Figure 39 Pourcentage de dégradation thermique vs pourcentage de perte de poids maximale - Matériau N5 113

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3.1 Influence de la vitesse de chargement sur des matériaux non vieillis 24

Tableau 3.2 Influence de la vitesse de chargement sur un matériau amiante-élastomère (A8) vieilli à différentes températures 26

Tableau 3.3 Tests effectués pour étudier l'effet de l'humidité sur la contrainte de rupture en tension 29

Tableau 3.4 Effet de l'humidité sur deux matériaux sans amiante non vieillis 30

Tableau 3.5 Effet de l'humidité sur deux matériaux (aramide et amiante) non vieillis 32

Tableau 3.6 Effet de l'humidité sur les deux mêmes matériaux (A8 et N5) non vieillis, le 11 octobre 1989 33

Tableau 3.7 Effet de l'humidité sur un matériau aramide-élastomère, NB, vieilli à 316°C pendant 96 heures 35

Tableau 4.1 Programme de tests ATRS effectué 48

Tableau 4.2 Contrainte de rupture sur joints neufs . 49

Tableau 4.3 Paramètres des courbes de réticulation et de dégradation pour le matériau A8 . . . 56

Tableau 4.4 Paramètres des courbes de réticulation et de dégradation pour le matériau N5 . . . 59

Tableau 4.5 Paramètres relatifs aux pourcentages de dégradation 60

Tableau 4.6 Coefficients reliés à l'équation de perte de poids 65

Tableau 4.7 Pourcentages de perte de poids maximale . 66

Tableau 4.8 Ratios C'_{wp}/C'_2 67

Tableau 4.9 Ratios λ_{wp}/λ_2 69

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A Détail des calculs des différentes variables et résultats des tests ATRS . . 119

CHAPITRE I - INTRODUCTION

1.1 Brides boulonnées et joint d'étanchéité

Toute installation véhiculant un liquide ou un gaz nécessite l'assemblage d'éléments faciles à accoupler et à démonter, d'où le besoin d'utiliser les brides boulonnées. Les domaines d'application sont les échangeurs de chaleur, les réservoirs sous pression, les turbines, les générateurs de vapeur et toute la tuyauterie. Les utilisateurs de joints à brides boulonnées, ou joints statiques, sont l'industrie chimique, pétrochimique, les centrales nucléaires, thermiques, etc.

La fonction d'un joint d'étanchéité est d'empêcher une fuite de fluide sous pression entre deux éléments assemblés. Lorsque la pression de fluide est très grande, que sa température est élevée et que le fluide est toxique ou combustible, alors l'importance d'un joint adéquat est capitale. L'arrêt de la production pour remplacer un joint peut aussi entraîner des coûts exorbitants.

Vers 1980, des programmes de recherche d'importance ont débuté en Amérique du Nord et en Europe. Notons entre autres les travaux qui ont été commandités par le "Pressure Vessel Research Council" (PVRC) de New-York et par le "Materials

Technology Institute of the Chemical Process Industries" (MTI) de St-Louis et qui ont été réalisés à l'Ecole Polytechnique de Montréal, sous la supervision du professeur André Bazergui, du Groupe d'Analyse des Composants Mécaniques (GACM). Le but de ces différents programmes de recherche était d'analyser le comportement de joints d'étanchéité à température ambiante ainsi qu'à haute température, tout en simulant les conditions d'opération industrielles. La conception de nouvelles méthodes expérimentales a été nécessaire afin de réaliser les tests, car les normes existantes s'avéraient inefficaces pour évaluer correctement les propriétés des matériaux de remplacement d'amiante.

1.2 Différents types de joints

Quatre grandes classes couvrent la majorité des joints d'étanchéité que l'on retrouve sur le marché. Elles sont:

- les joints plats fibres-élastomère. Les élastomères courants sont le nitrile-butadiène (NBR), le styrène-butadiène (SBR) et l'éthylène-propylène-diène monomère (EPDM). Les fibres sont composées généralement d'amiante, d'aramide, de graphite, de verre, de cellulose ou de nylon. Plusieurs autres additifs peuvent aussi entrer dans la composition de ce type de joint;
- les joints plats constitués d'un matériau pur (ou à un

seul constituant de base). Exemples: PTFE, graphite expansé;

- le joint spiralé. Il est composé d'une lamelle métallique superposée à une feuille d'un matériau assurant l'étanchéité, toutes deux enroulées de façon à former plusieurs spires. Le matériau constituant la feuille peut être soit de l'amiante, du teflon, du graphite, du mica, ou autre;

- les joints métalloplastiques. Composés d'un noyau enveloppé d'une couche métallique. Le noyau est constitué le plus souvent de graphite, d'amiante ou de mica.

Tous les types de joints mentionnés dans ce mémoire sont des joints plats fibres-élastomère. Un numéro de code de 2 caractères est utilisé pour classifier ces joints: le premier caractère est soit A ou N. Le A indique que les fibres sont de l'amiante, et le N (Non-amiante) pour les fibres utilisées comme substitut d'amiante. Le second caractère est un chiffre ou une lettre permettant d'identifier le fabricant ou la série de joints utilisée. Exemples de code: A8, A1, N5, NB.

La plupart des fabricants de matériaux pour joints ont

décidé d'utiliser le Kevlar, fibre d'aramide fabriquée par DuPont, comme le meilleur remplaçant de l'amiante. C'est le cas pour tous les joints avec substitut d'amiante cités dans les chapitres subséquents (N1, N5, NB), sauf le matériau N7 qui utilise la fibre de verre.

1.3 Description des essais à haute température

Parmi les articles publiés ces dernières années sur les joints d'étanchéité, bien peu traitent du comportement à haute température et à long terme des propriétés mécaniques. En Europe la compagnie Klinger a mis au point une procédure nommée "Klinger Hot Compression Test" [1] qui consiste en un test de fluage à court terme à charge contrôlée. On augmente la température de 10°C par minute jusqu'à un seuil limite de fluage et ce, pour plusieurs niveaux de contraintes. On peut alors tracer la contrainte admissible en fonction de la température. Initialement, ce test était de nature strictement mécanique, mais a depuis été modifié et permet de mesurer la fuite sur le joint vieilli.

La norme ASTM F-38 [2] consiste en un test de relaxation. Le joint est placé entre deux plaques comprimées par une tige vissée. Le montage est soumis à une contrainte fixe (20 MPa), puis est chauffé à une température déterminée (100°C). La durée de chauffage est de 22 heures. La relaxa-

tion est mesurée en calculant la différence d'élongation de la tige vissée entre le début et la fin de la période de chauffage. Deux autres normes européennes sont aussi assez utilisées: le BS2815 [3] et le DIN 5291 [4]. Très semblables à la norme F-38, seuls la contrainte, la température et le temps de vieillissement sont différents. Ces trois dernières normes étant des essais à court terme (<100 heures) et ne comportant qu'un seul niveau de contrainte et une seule température de vieillissement, l'effet du vieillissement à long terme sur les propriétés mécaniques ne peut donc être évalué.

Suite à une étude démontrant que l'étanchéité des joints fibres-élastomère à haute température diminue avec le temps [5], il s'est donc avéré nécessaire de développer une nouvelle procédure permettant d'analyser l'effet du temps de vieillissement et de la température sur les propriétés mécaniques. En 1987, Payne et al. [6] ont développé le test ATRS (Aged Tensile/Relaxation Screen test) dans le cadre d'un projet de recherche sur les joints en feuille, financé par le MTI [7]. Ce test sert à mesurer la relaxation et la contrainte de rupture de spécimens de joints d'étanchéité vieillis.

Toujours durant le même projet de recherche, les auteurs ont aussi mis au point une nouvelle méthode d'essai, méthode

HOTT (Hot Operational Tightness Test), permettant de mesurer le taux de fuite à haute température sur des joints statiques.

1.4 Etudes sur le comportement des joints d'étanchéité

Les premières études entreprises sur les joints d'étanchéité furent d'étudier leur comportement à température ambiante. Parmi ces études, Bazergui et Marchand [8] ont publié en 1984 les résultats du programme "Milestone" subventionné par le PVRC. Quatre types de joints courants ont été testés. Certains paramètres pouvant influencer le taux de fuite ont été analysés dont la contrainte, la déformation et le fini de surface de la bride. Ce dernier s'est avéré avoir une influence assez faible sur la fuite. Un nouveau facteur d'étanchéité, Lp, combinant la pression et le taux de fuite, était aussi formulé.

Par la suite, l'étude des joints à haute température est devenue prépondérante. Plusieurs études ont été menées à l'Ecole Polytechnique. Voici les plus importantes.

En 1986 a débuté le programme d'essai pour le compte du Materials Institute of Technology [7]. Ce programme d'envergure a été réparti sur environ deux ans. Les méthodes

de caractérisation telles le ATRS, le HOTT et le FIRS (Fire Simulation Screen Test) ont été développées durant cette recherche. Parmi tous les joints testés, huit furent des joints plats fibres-élastomère. Se basant sur les résultats ATRS, de nouveaux paramètres Ae et Qp ont été introduits afin d'évaluer la qualité du joint d'après ses propriétés mécaniques, de même que sa température maximale d'utilisation Ts.

Des travaux sur des joints spiralés-graphite et métalloplastiques ont été réalisés pour la compagnie Exxon [9]. L'objectif était d'étudier l'étanchéité et le vieillissement à haute température (> 510°C). Les résultats sur les joints spiralés-graphite ont démontré que la fuite semblait liée avec le pourcentage de graphite restant après le vieillissement à haute température.

Au début de l'année 1989 a débuté un vaste programme d'essai pour la firme DuPont [10]. L'étude a porté sur l'étude de plusieurs joints élastomère-fibre ainsi que sur un joint plat en graphite.

Dix-sept types de matériaux, dont quinze à base de fibres-élastomère, ont fait l'objet de tests ATRS, à six combinaisons de temps-température. Parmi les joints fibres-élastomère, trois étaient à base de fibres d'amiante. Les

trois matériaux amiante-élastomère, d'après les résultats ATRS, ont obtenus les températures de service Ts les plus élevées par rapport à tous les autres matériaux avec substitut d'amiante.

1.5 Dégradation thermique

Dans la littérature, nous n'avons retrouvé aucun article traitant de la dégradation thermique de joints d'étanchéité, c'est-à-dire de l'effet du temps et de la température sur les propriétés physiques et mécaniques d'un composite élastomère-fibres d'amiante (ou d'aramide), telles que la résistance en rupture, le fluage-relaxation ou la perte de poids. Le joint d'étanchéité est le seul domaine d'application des élastomères où la température d'utilisation peut être aussi élevée que 400°C. C'est pourquoi les articles traitant de la dégradation thermique des élastomères et polymères se limitent généralement aux températures de 150°C et moins.

Dans la littérature, on peut retrouver les températures maximales pour l'amiante, l'aramide ainsi que l'élastomère nitrile-butadiène (NBR).

Pour le NBR, la température maximale sous laquelle le matériau semble protégé de la dégradation, en absence d'oxy-

gène, est de 160°C (320°F) [11]. On peut donc supposer que la température maximale sera inférieure à 160°C en présence d'oxygène.

La résistance de l'aramide à haute température est supérieure au NBR. En milieu inerte (azote), Penn et Larsen [12] n'ont noté aucune décomposition avant 489°C (912°F) tandis que dans l'air, la décomposition commence à 362°C (684°F) (fibre d'aramide Kevlar 49 DuPont).

L'amiante est une fibre très stable thermiquement. Le type d'amiante le plus couramment utilisé est la chrysotile. Celle-ci conserve sa résistance mécanique jusqu'à 500°C, où elle se met à chuter abruptement. A 550°C, la contrainte de rupture a déjà perdu près de 50% de sa valeur initiale [14].

Donc, que ce soit pour le matériau aramide-élastomère ou amiante-élastomère, la dégradation thermique et son effet sur les propriétés mécaniques est donc centrée sur l'élastomère NBR. Celui-ci sera totalement dégradé avant que les fibres ne soient affectées par le vieillissement.

En 1979, Pering, Farrell et Springer [16] ont publié un document traitant de la dégradation des propriétés d'un composite (matrice d'époxy et fibres de graphite) pour des très hautes températures (540 et 980°C). Ils ont trouvé un

modèle mathématique servant à prédire la dégradation de la résistance en tension à partir de résultats expérimentaux sur la perte de poids. La relation d'Arrhénius et le théorème de conservation d'énergie dans un élément de volume sont à la base de ce modèle. Notons que leur méthode a été assez concluante et a bien vérifié les résultats expérimentaux. Le point important de cette étude a été le fait qu'il semble exister une corrélation entre la contrainte de rupture en tension et la perte de poids du matériau utilisé. Selon leur méthode l'essai est de très courte durée, soit de 5 minutes ou moins. Nous verrons plus loin s'il existe bien une relation entre la perte de poids et la résistance en traction pour les matériaux d'étanchéité. Il semble donc que cette dernière puisse caractériser la dégradation thermique du matériau.

1.6 Paramètres influençant la mesure de la résistance en traction

Dans la littérature, on retrouve plusieurs travaux sur l'influence de l'humidité sur la contrainte de rupture des composites. Shen et Springer [17] ont étudié le phénomène sur un composite à matrice d'epoxy et fibres de graphite, pour le cas où l'orientation des fibres était de 0°, de 45° et de 90° (fibres perpendiculaires par rapport au sens de la longueur de l'échantillon). Le dernier cas nous intéresse

particulièrement, car tous les essais de traction ATRS sont faits sur des spécimens à orientation de 90°. Parmi leurs conclusions, ils ont constaté que l'humidité avait un effet négligeable sur les spécimens avec orientation de 0°, mais qu'elle pouvait réduire la contrainte de rupture de façon considérable, i.e. de 60 à 90 %, pour les spécimens avec orientation de 90°.

Il est connu depuis longtemps que la vitesse de déformation a une influence non négligeable sur la contrainte de rupture de polymères et de composites. Toutefois, nous n'avons retrouvé aucun article traitant de l'influence de la vitesse de chargement sur la résistance mécanique de composites élastomères NBR-fibres d'amiante ou d'aramide, dégradés thermiquement ou non.

1.7 But de l'étude

Ce travail est divisé en deux parties. Dans un premier temps, on étudiera l'influence des paramètres expérimentaux, soit la vitesse de chargement et l'humidité, sur la résistance en traction des matériaux pour joints. La raison de cette analyse est que l'essai de traction prévu dans la méthode ATRS n'est effectué de façon rigoureuse que depuis peu et il était important de connaître l'effet des paramètres ci-dessus mentionnés afin de juger de la validité

des résultats ATRS obtenus jusqu'alors.

La deuxième partie traitera de l'effet du temps et de la température sur la dégradation des propriétés mécaniques. Les propriétés qui nous intéressent sont la résistance en traction ainsi que la perte de poids. La procédure expérimentale utilisée sera la méthode ATRS. La perte de poids ne fait pas partie du test ATRS comme décrit en [7] et [6], mais le montage ATRS permet de faire cette mesure facilement. Comme la fuite semble être reliée à la dégradation du joint, on cherche la (les) propriété(s) mécanique(s) qui nous donnera(ont) le maximum d'informations sur la dégradation thermique du matériau. Jusqu'ici, les deux propriétés jugées les plus aptes à refléter la nature dégradable du joint sont la résistance en traction et la relaxation. C'est pourquoi le test ATRS fut créé. La relaxation ne sera pas traitée dans le présent ouvrage. On se concentrera donc sur la résistance en traction. De plus la perte de poids est très prometteuse et est largement utilisée dans le domaine de l'analyse thermique. Une étude comparative de ces deux propriétés en fonction du temps et de la température sera le sujet du chapite IV.

CHAPITRE II - LE TEST ATRS

2.1 Définition

L'appareil de mesure (Annexe A) comprend deux plaques comprimées par une longue tige filetée montée avec un assemblage de rondelles coniques (ou rondelles de type Belleville). Habituellement, trois épaisseurs de deux spécimens côte à côte sont mises sous contraintes. La contrainte initiale appliquée sur les échantillons est de 35 MPa. Les rondelles Belleville ont pour but de diminuer la rigidité de l'ensemble de façon à maintenir les éprouvettes en compression durant tout l'essai. Le montage ATRS simule donc une bride boulonnée réelle.

Un tel montage permet d'obtenir les valeurs de relaxation en fonction du vieillissement et, du même coup, de produire les échantillons nécessaires à l'essai de traction. Les montages ATRS standards ne peuvent être employés que jusqu'à 370°C (700°F), car, au-dessus de cette température, la tige filetée risquerait de fluer. Le vieillissement à haute température est effectué dans des fours électriques. De façon à avoir une évaluation rapide de la variation des propriétés mécaniques d'un matériau, plusieurs tests sont faits simultanément afin de couvrir une large gamme de températures et de temps.

La procédure ATRS a été mise au point et est utilisée à l'Ecole Polytechnique depuis environ quatre ans. Une importante banque de données a déjà été compilée. La forme des échantillons a changé. Au départ, ils étaient taillés selon la norme ASTM F152. Par la suite, pour question de commodité, la forme rectangulaire a été adoptée. La largeur est passée de 9,53 mm (3/8 po) à 12,7 mm (1/2 po), question d'uniformité, la largeur des joints ayant été soumis à des tests de fuite était aussi de 12,7 mm. Sauf exception, l'épaisseur des éprouvettes est de 1,59 mm (1/16 po).

Des six spécimens utilisés par montage, quatre sont trempés dans de la poudre de talc afin que ces derniers n'adhèrent pas aux plaques. Lorsqu'ils adhèrent, les spécimens sont souvent abimés lors du prélèvement ce qui peut diminuer de beaucoup la contrainte de rupture par rapport à ce qu'elle serait sur un joint intact. Or l'adhésion est un facteur important pour ceux qui utilisent les joints et c'est pourquoi les deux autres spécimens sont non enduits de talc. S'il n'y a pas d'adhésion, ou qu'elle est très mineure, on utilise alors les six éprouvettes, au lieu de quatre, pour l'essai de traction.

La méthode ATRS est la seule méthode de caractérisation mécanique à haute température et à long terme connue sur les joints en feuille. Elle a de plus été adaptée pour les

joints composites. Le détail des calculs des différentes variables, incluant la perte de poids, est fourni en appendice A.

2.2 Paramètres de qualité Qp et d'exposition équivalente Ae

En 1989, Payne et al [18] eurent l'idée d'utiliser les résultats fournis par les essais ATRS afin de caractériser la dégradation thermique des spécimens. Un paramètre de qualité mécanique fut proposé, basé sur la contrainte de rupture en tension ainsi que sur la relaxation. Le facteur Qp (Quality Parameter) est donné par la relation:

$$Qp = (Qtx)\ (Qr) \qquad (2.1)$$

$Qtx = TSX/6,9$

TSX = Contrainte de rupture, en MPa, après test ATRS, dans la direction perpendiculaire aux fibres.

6,9 = Résistance de référence en MPa (1000 lb/po^2) basée sur les propriétés typiques des joints élastomère-amiante.

$$Qr = \left[\frac{\text{\% de charge conservée}}{75} \right]^2$$

% de charge conservée = 100 - %Relaxation

75 = pourcentage de charge conservée; valeur de référence basée sur les propriétés typiques d'un joint élastomère-amiante.

Comme on le dit plus haut, les valeurs de 6,9 MPa et de 25 % de relaxation utilisées comme référence ont été déterminées à partir de tests ATRS effectués sur des joints élastomère-amiante.

D'après la relation Qp (éq. 2.1), plus la charge conservée et la charge de rupture après vieillissement sont élevées, meilleure est la qualité du joint, et le risque de bris de joint pouvant occasionner une fuite incontrôlable est diminué. La charge conservée Qr a été élevée à la puissance 2 pour augmenter l'importance de la relaxation qui a un effet très important sur le taux de fuite.

Le paramètre de qualité Qp est, sans contredit, très intéressant pour caractériser les propriétés du joint à partir des résultats ATRS.

Une autre relation, nommée Ae pour "Equivalent Aged Exposure Parameter" a aussi été développée en collaboration avec Payne [7] [18]. Ce paramètre sert à combiner l'effet du temps et de la température pour exprimer le vieillissement du joint.

La relation Ae proposée est la suivante:

$$Ae = (T_e - T_o)\ H^c\ (100)/Re \qquad (2.2)$$

T_e = température d'exposition (°C)

T_o = température limite sous laquelle le joint ne subit aucune détérioration

H = temps de vieillissement (heures)

c = exposant affectant le temps

Re = Exposition de référence correspondant à un vieillissement de 1000 heures à 427°C (800°F).

Pour les joints avec matrice d'élastomère, il a été trouvé qu'en-dessous de 150°C aucune variation des propriétés ne semblait se produire. La température critique T_o a alors été fixée à 150°C. L'analyse statistique des résultats d'un grand nombre de tests [7] a montré que la valeur de c la plus adéquate était de 0,2. L'exposant étant inférieur à 1, l'effet du temps est donc inférieur à celui de la température.

Avec ces deux valeur connues, la relation Ae devient donc, et ce seulement pour les joints avec matrice d'élastomère:

$$Ae = (Te - 150)\ H^{0,2}\ (100)/1105 \qquad (2.3)$$

Le paramètre Ae paraît très prometteur car il permet de prédire le comportement mécanique du joint à long terme à partir d'essais à court terme.

Cette relation, par contre, n'est pas tout à fait idéale car l'effet du temps est toujours le même quelle que soit la température. Or il semblerait logique de penser que plus la température est élevée, moins le temps a d'influence. Il apparaît que l'exposant c devrait être fonction de la température.

Un autre paramètre de vieillissement, Aem a donc été proposé par Michel Derenne de l'Ecole Polytechnique de Montréal [19]:

$$Aem = (T_e - T_o)\ H^{k/(1.8T+32)} * 100/Rem \qquad (2.4)$$

Pour les joints avec matrice d'élastomère:

T_o = 150°C ; température limite sous laquelle le joint ne subit aucune détérioration

T_e = température d'exposition (°C)

Rem = 496 ; Exposition de référence correspondant à un vieillissement de 1000 heures à 427°C (800°F).

k = 60

On voit qu'ici l'effet du temps diminue à mesure que la température augmente, puisque l'exposant est inversement proportionnel à la température.

Les courbes montrant la contrainte de rupture et la relaxation pour les joints A1 et N1 sont montrées en fonction de Ae aux figures 1 à 4 et en fonction de Aem aux figures 5 à 8. On remarque bien la compression de Aem à 371°C (700°F) par rapport à Ae: pour un intervalle de temps variant de 24 à 1008 heures, Ae augmente de 42 et Aem de 24 seulement. Or les courbes des propriétés mécaniques versus Aem ne sont pas encore très continues. On peut voir aussi les courbes de Qp en fonction de Ae et Aem aux figures 9 à 12.

D'autres courbes, confirmant la présence d'une discontinuité dans la relation entre Qp et Ae, sont montrées aux figures 13 et 14 pour deux autres matériaux: un amiante-élastomère (A8) et un aramide-élastomère (N5). On voit que la relation Ae formulée par Payne et al [18], qui a l'avantage d'être très simple et facile d'utilisation, était

relativement adéquate pour deux matériaux avec matrice d'élastomère (A1 et N1) mais n'est pas aussi adéquate pour tous les matériaux de joint composés de la même matrice.

CHAPITRE III - INFLUENCE DES PARAMETRES EXPERIMENTAUX SUR LA CONTRAINTE DE RUPTURE

3.1 Description

Nous avons fait une première analyse concernant la contrainte de rupture à partir des résultats déjà obtenus sur A1 et N1 lors du programme de recherche MTI [7]. Les figures 15 et 16 montrent TSX en fonction du temps de vieillissement pour différentes températures.

Afin de vérifier la reproductibilité des résultats, nous avons refait les tests de 24 heures à 232°C (450°F). Les anciens et les nouveaux résultats sont donnés aux figures 17 et 18 pour les matériaux A1 et N1. On note que la contrainte de rupture des nouveaux tests est nettement plus basse que celle obtenue précédemment. Les facteurs pouvant expliquer cette différence sont:

a) l'inhomogénéité dans la composition du matériau d'un groupe d'essais à l'autre;
b) la possibilité que la température réelle lors du vieillissement ne soit pas la même que la température de contrôle des fours, qu'elle soit différente pour les différents fours, ou qu'elle fluctue dans le temps;

c) le fait que les essais de traction n'ont pas été faits par les mêmes personnes ni dans les mêmes conditions;

d) les grandes différences dans le niveau d'humidité relative lors de tests;

Les paragraphes qui suivent donnent des détails supplémentaires.

a) Quant au premier facteur, il est fort probable que la composition du joint ait changé, car l'intervalle de temps entre les deux groupes de tests est de plus d'un an. Le fabricant peut très bien avoir changé de fournisseur pour le caoutchouc synthétique qui, lui, peut apparaître dans plusieurs configurations possibles. Même chose pour les fibres; qu'elles soient d'aramide ou d'amiante, leurs propriétés peuvent varier d'un lot à l'autre. De plus rien ne prouve que le joint d'aujourd'hui a la même composition, et le même procédé de fabrication que ceux testés lors du programme MTI. Malheureusement, il nous est impossible de confirmer cette hypothèse, ni d'en évaluer l'impact sur la contrainte de rupture car il ne restait plus de matériau vierge à la fin du programme MTI.

b) Nous verrons au paragraphe 4.5.2 que la distribution de température dans les fours n'est pas uniforme selon que

les montages ATRS sont placés à l'avant ou à l'arrière du four. On a pu observer des écarts de température qui dans certains cas pouvaient aller jusqu'à 25°C dans un même four, ce qui pourrait affecter de façon importante la contrainte de rupture. Le chapitre IV traite plus spécifiquement de l'influence de la température sur la contrainte de rupture.

c) et d) Dans les paragraphes qui suivent, nous discuterons plus spécifiquement de l'influence de la vitesse du chargement ainsi que celle de l'humidité sur la contrainte de rupture de divers spécimens.

3.2 Influence de la vitesse de chargement

La méthode d'essai de traction du test ATRS n'a été standardisée que très récemment. Ce n'est que depuis moins d'un an que la charge est appliquée toujours à la même vitesse, soit 4,5 N/s (1 lb/s). Notons que cette exigence n'est pas facile à satisfaire parce que la machine d'essai est d'un vieux modèle à contrôle manuel. C'est pourquoi dans le passé, la vitesse de chargement aurait pu être différente d'un manipulateur à l'autre. De plus, lorsque la force de rupture dépasse 445 N (100 lbs), un changement d'échelle est alors requis: échelle de 0 à 4455 N plutôt que celle de 0 à 445 N. Par le passé, les manipulateurs n'ont pas modifié les ajustements et auraient utilisé une vitesse de chargement

pouvant aller jusqu'à 50 fois supérieure à celle utilisée lors des tests sur l'échelle 0 à 445 N. Nous avons donc entrepris une série d'essais pour évaluer l'effet de la vitesse de chargement.

3.2.1 Influence de la vitesse de chargement sur des matériaux non vieillis

Dans un premier temps, nous avons testé les mêmes deux matériaux de joint (A1 et N1). Le tableau 3.1 résume le programme d'essais et en donne les résultats.

Tableau 3.1 Influence de la vitesse de chargement sur des matériaux non vieillis

Vitesse de chargement		Matériau A1			Matériau N1		
(N/s)	(lb/s)	TSX (MPa)	TLX (N)	σ_{TLX} (N)	TSX (MPa)	TLX (N)	σ_{TLX} (N)
2,2	0,5	17,9	243	2,2	--	--	--
4,5	1	19,1	260	2,2	10,9	164	4,0
11,1	2,5	20,8	283	2,7	11,4	171	1,6
22,2	5	21,3	290	2,6	11,9	179	3,1

- σ_{TLX} = Ecart-type sur la force de rupture TLX
- Echelle 0 - 445 N (0 - 100 lbs)
- Dimension des éprouvettes: 127 x 9.53 mm (5 x 3/8 po) rectangulaires

- Section: Matériau A1 = 13,6 mm^2
  Matériau N1 = 15,0 mm^2
- 4 échantillons par essai
- joints neufs (non vieillis) et non séchés (conditions ambiantes)

Pour A1, une augmentation de la vitesse de chargement de 500 % a provoqué une augmentation de TSX de 10 %, tandis qu'elle n'a été que de 8 % pour N1.

Sur les joints non vieillis, les tests effectués sur grande échelle (0-445 N) n'ont pas été représentatifs. La vitesse de chargement est très variable et n'a pu être contrôlée. Par contre, les résultats obtenus se comparent très bien avec ceux réalisés sur petite échelle, ce qui n'est pas le cas, comme on va le voir au prochain essai, sur des joints vieillis.

3.2.2 Influence de la vitesse de chargement sur des matériaux vieillis

La question se posait ici de déterminer si la vitesse de chargement pouvait avoir une influence sur un joint ayant été dégradé thermiquement. Avant que ne soit adoptée la vitesse de chargement de 4,45 N/s (1 lb/s), les joints ayant une force de rupture dépassant les 445 N (100 lbs) ont été

étirés à une vitesse d'environ 50 fois trop grande (voir paragraphe 3.2). Un autre matériau amiante-élastomère typique (A8) a été soumis à cinq combinaisons de temps et de température (voir tableau 3.2).

Tableau 3.2 Influence de la vitesse de chargement sur un matériau amiante-élastomère (A8) vieilli à différentes températures

Temps de vieillis-sement (heures)	Tempé-rature (°C)	TLX @4,5 N/s (N)	TSX @4,5 N/s (MPa)	TLX @225 N/s (N)	TSX @225 N/s (MPa)	Variation sur TSX (%)
48	232	1589 1446 1504	78,4	1691	87,6	12%
96	232	1393 1393 1433	72,8	1713	88,7	22%
384	232	1420 1406 1411	73,2	1486	77,0	5%
12	316	1517 1406 1553	77,3	1767	91,5	18%
24	316	1513 1549 1540	79,5	1847	95,7	20%

- Spécimens 127 x 12,7 mm (5 x 1/2 po) rectangulaires
- 1 seul échantillon par essai pour les tests à 225 N/s (50 lb/s)

- 3 échantillons par essai pour les tests à 4,5 N/s (1 lb/s)
- joints non séchés (conditions ambiantes)

Une augmentation moyenne de la contrainte de rupture de l'ordre de 15 % a été notée. Il est ici important de mentionner que ces résultats ne tiennent compte que de joints ayant une force de rupture supérieure à 445 N (100 lbs) après vieillissement. Ceci ne s'applique principalement que dans le cas des joints amiante-élastomère. Dans le cas des joints aramide-élastomère, il est plutôt rare que la force de rupture dépasse les 445 N après un test ATRS. Alors l'échelle 0-4450 N n'est pas utilisée et il est impossible d'obtenir une vitesse de chargement 50 fois supérieure à la vitesse standardisée (4,45 N/s ou 1 lb/s).

3.3 Influence de l'humidité

Il est bien connu que l'humidité est un facteur prépondérant quant à la contrainte de rupture en tension des polymères. La norme ASTM F152 [20] exige, pour les joints non métalliques renforcés de fibres d'amiante ou de fibres inorganiques, un essai de traction normalisé comprenant une période de séchage au four à 100 ± 1°C pendant une heure, suivie d'un refroidissement à température ambiante durant lequel les spécimens sont placés dans un dessicateur.

A l'origine des essais ATRS, on n'a pas cru nécessaire d'utiliser la norme F152, car les spécimens étaient vieillis à haute température et que cette norme n'a pas été développée pour les joints ayant subi une dégradation thermique.

De plus, on ne croyait pas que la force de rupture en tension d'un joint dégradé serait affectée par l'humidité. En général l'humidité affecte de façon importante la force de rupture des polymères viscoélastiques. Or le vieillissement à haute température dégrade le polymère (ou élastomère) et celui-ci perd son comportement visqueux et devient fragile. C'est pourquoi, pour fins de commodité et de rapidité, la norme ASTM n'a jamais été appliquée lors des essais ATRS, et que l'on ne s'est pas soucié de l'effet de l'humidité. Pour faire le point sur ce qui précède, nous avons entrepris un certain nombre d'essais résumés au tableau 3.3.

Tableau 3.3 Tests effectués pour étudier l'effet de l'humidité sur la contrainte de rupture en tension

a)	Influence de l'humidité sur deux joints non vieillis (aramide-élastomère)
b)	Influence de l'humidité sur deux joints non vieillis (aramide-élastomère et amiante-élastomère)
c)	Même qu'en b) mais à une autre période de l'année
d)	Influence de l'humidité sur un matériau substitut d'amiante (aramide-élastomère) vieilli à haute température

a) Effet de l'humidité sur la contrainte de rupture des joints non vieillis (aramide-élastomère)

Dans un premier temps, deux matériaux différents élastomère-fibres d'aramide ont été testés. Les résultats sont présentés au tableau 3.4.

Tableau 3.4 Effet de l'humidité sur deux matériaux sans amiante non vieillis

Matériau		joints non séchés		joints secs	
		TLX (N)	TSX (MPa)	TLX (N)	TSX (MPa)
		166,9		197,1	
		169,1		202,9	
N1		160,2		201,6	
		160,2		--	
	moy.	164,1	11,1	200,5	13,5
		148,2		176,2	
		142,4		180,2	
N7		150,4		169,1	
		146,9		178,0	
		143,3		169,1	
		150,0		170,0	
	moy.	146,9	9,9	173,6	11,7

- Matériaux: N1 et N7
- Dimension des éprouvettes: 127 x 9.53 mm (5 x 3/8 po) rectangulaires
- Section des éprouvettes: 14,8 mm^2
- Vitesse de chargement: 4,45 N/s
- Echelle utilisée: 0-445 N (0-100 lbs)

- Procédure de séchage: Chauffer pendant deux heures à 100°C, laisser refroidir une nuit dans un dessicateur.
- Date des essais: joints non séchés: 24 juillet 1989
  joints séchés: 9 août 1989

L'augmentation de la force de rupture due au séchage est de 22 % pour N1 et de 18 % pour N7. Il peut être utile de noter que les essais sur les joints non séchés ont été effectués le 24 juillet 1989 durant une période chaude et humide.

b) Effet de l'humidité sur la contrainte de rupture sur des joints non vieillis (aramide-élastomère et amiante-élastomère)

Dans un second temps, deux autres matériaux ont été testés, soit un avec fibres d'amiante et l'autre avec fibres d'aramide (différent de ceux mentionnés en a) pour voir si le phénomène du paragraphe précédent se répète aussi pour le joint avec fibres d'amiante.

Tableau 3.5 Effet de l'humidité sur deux matériaux (aramide et amiante) non vieillis

Matériau		joints non séchés		joints secs	
		TLX (N)	TSX (MPa)	TLX (N)	TSX (MPa)
		204,7		307,9	
		214,9		318,2	
N5		214,9		318,6	
		215,4		318,2	
	moy.	212,5	10,6	315,5	15,8
		376,5		547*	
		385,8		578*	
A8		369,8		578*	
		372,0		552*	
	moy.	376,0	19,4	564	29,1

- Matériaux: A8 et N5
- Spécimens 127 x 12.7 mm (5 x 1/2 po) rectangulaires
- Vitesse de chargement: 4,45 N/s
- Echelle utilisée: 0-445 N (0-100 lbs)
- Procédure de séchage: La même qu'en a).

* échelle 0-4450 N (0-1000 lbs)

Pour ces deux matériaux, nous avons noté cette fois-ci une augmentation de la charge de rupture de 48 % pour N5 et de 50 % pour A8. Les tests sur les joints non séchés ont été faits de 26 juillet 1989.

D'autres tests de traction sur des joints non vieillis furent réalisés plus tard dans l'année 1989, soit le 11 octobre, afin de comparer l'effet de l'humidité sur la force de rupture selon le temps de l'année.

c) Autres essais de traction sur spécimens non vieillis sur les mêmes matériaux qu'en b) effectués à une autre période de l'année

Tableau 3.6 Effet de l'humidité sur les deux mêmes matériaux (A8 et N5) non vieillis, le 11 octobre 1989

	Matériau A8		Matériau N5	
	TLX (N)	TSX (MPa)	TLX (N)	TSX (MPa)
	409,4	21,5	247,9	12,2
	449,5	23,7	264,8	13,0
	449,5	23,7	255,9	12,6
	427,2	22,5	247,0	12,2
moy.	436,1	22,8	253,7	12,5

- Matériaux: A8 et N5
- Spécimens 127 x 12.7 mm (5 x 1/2 po) rectangulaires
- Vitesse de chargement: 4,45 N/s
- Echelle utilisée: 0-445 N (0-100 lbs)

Seulement à cause de la période de l'année, la force de rupture est passée de 376 N au 24/07/89 à 436 N au 11/10/89 pour A8, ce qui fait une augmentation de 16 %. Pour N5, l'augmentation a été de 19 %.

d) Effet de l'humidité sur un matériau aramide-élastomère vieilli à haute température.

Ici, on a comparé la force de rupture sur un matériau élastomère-fibres d'aramide vieilli avant et après séchage.

Tableau 3.7 Effet de l'humidité sur un matériau aramide-élastomère, NB, vieilli à 316°C pendant 96 heures

	joints non séchés		joints séchés	
	TLX (N)	TSX (MPa)	TLX (N)	TSX (MPa)
	194,5		295,9	
	216,3		259,0	
	210,0		309,7	
	198,9		304,4	
moy.	204,9	10,8	292,2	15,4

- Matériau: NB
- Spécimens 127 x 12,7 mm (5 x 1/2 po) rectangulaires
- Température de vieillissement: 316°C (600°F)
- Temps de vieillissement: 96 heures
- Vitesse de chargement: 4,45 N/s
- Echelle utilisée: 0-445 N (0-100 lbs)
- Procédure de séchage: La même qu'en a).
- Date des essais de traction: 20 août 1989

Même sur les joints ayant été dégradés thermiquement, l'humidité peut avoir une influence aussi importante que sur les joints non vieillis. Dans le cas du matériau NB, le séchage a fait augmenter la force de rupture de 43 %. Or il faudrait vérifier l'effet de l'humidité lorsque le

vieillissement (temps et température) est beaucoup plus important.

3.4 Conclusion

L'étude de l'influence des paramètres expérimentaux sur TSX a été entreprise dans le but de mieux définir l'essai de traction développé pour la procédure d'essai ATRS. Vu que deux séries de tests de traction effectués par deux manipulateurs différents sur des matériaux identiques et ayant subi le même vieillissement ont donné des résultats différents, il était important de faire le point sur l'impact de la vitesse de chargement et de l'humidité sur la variation de la contrainte de rupture sur des échantillons vieillis et non vieillis.

Le joint non vieilli a d'abord été testé. En augmentant la vitesse de chargement d'un facteur 5 par rapport à la vitesse de référence de 4,45 N/s (1 lb/s), c'est-à-dire le maximum que l'on peut obtenir sur l'échelle 0-445 N (0-100lbs), on a noté une augmentation dans la contrainte de rupture d'environ 10 % et ce pour deux matériaux aramide-élastomère différents.

La force de rupture d'un échantillon non vieilli ne dépassant très rarement les 445 N (100 lbs), aucun essai sur

la vitesse de chargement sur l'échelle 0-4450 N ne fut entrepris.

Pour le joint vieilli, la vitesse maximale de chargement testée a été obtenue sur l'échelle 0-4450 N, ce qui correspond à environ 50 fois la vitesse de référence, soit 225 N/s (50lb/s). On a obtenu, pour différentes combinaisons temps-température une moyenne de 15 % d'augmentation dans la force de rupture sur un matériau amiante-élastomère.

Le deuxième paramètre testé fut l'humidité. On a comparé la force de rupture entre les joints ayant été séchés dans un four puis entreposés dans un dessicateur et des joints ambiants (non séchés). Pour des spécimens non vieillis (joints neufs), le séchage a contribué à augmenter la force de rupture de 20 à 50 %, dépendamment de la période de l'année (ou du taux d'humidité dans l'air) et ce, pour des joints aramide-élastomère et amiante-élastomère.

Sur des joints vieillis aramide-élastomère, on a noté une augmentation de 43 % après un vieillissement de 4 jours à 316°C (600°F).

De façon générale, l'effet de l'humidité sur la résistance en traction est plus important que la vitesse de chargement.

Dans la cadre d'un projet de recherche comme celui-ci, où toutes les combinaisons de temps-température nous intéressent, il est important de contrôler la vitesse de chargement ainsi que l'humidité, qui influencent la force de rupture. Or l'objectif du projet MTI était différent. On visait à déterminer la température maximale d'utilisation d'un joint à long terme. Pour ce faire, on recherchait le paramètre Ae pour lequel Qp tombait au-dessous de 0,5, ce qui représente un fort vieillissement. En effet, il fut constaté que jusqu'à 371°C, le Qp d'un joint élastomère-amiante n'atteindra jamais 0,5 (fig. 9). On a donc exigé que les joints avec substitut d'amiante aient des performances au moins égales aux joints avec amiante. La contrainte de rupture nécessaire pour obtenir une valeur de Qp inférieure à 0,5 est d'environ 4 à 5 MPa. Le joint est alors très fortement dégradé. C'est pourquoi je ne crois pas que la vitesse de chargement ou l'humidité aurait pu avoir des conséquences sur les résultats du rapport MTI.

Toutefois, ici, la variable TSX a une toute autre importance, car elle est utilisée afin de caractériser la nature dégradable du matériau; elle demande donc une attention particulière.

En ce qui a trait aux résultats de la banque de données de l'Ecole Polytechnique, l'influence des paramètres

expérimentaux a affecté la résistance mécanique de la façon suivante:

- l'influence de la vitesse de chargement peut avoir eu un effet non négligeable (+10%) sur les joints amiante-élastomère, mais seulement lorsque la résistance de rupture après vieillissement dépassait les 445 N (100 lbs);
- sur tous les essais de traction effectués sur échelle 0-445 N (0-100 lbs), on peut affirmer que la vitesse de chargement fut de l'ordre de 4,45 N/s ± 50 % (1 ± 0,5 lb/s). Se basant sur le fait qu'un joint non vieilli (viscoélastique) est plus sensible à la vitesse de chargement qu'un joint vieilli (fragile), et que sur un joint non vieilli une augmentation de 500 % de la vitesse de chargement n'a affecté la contrainte de rupture que de 10 %, on peut alors présumer que les valeurs de TSX de la banque de données n'ont été que très peu influencées (< 5 %) par l'effet de la vitesse de chargement;
- concernant l'humidité, son impact sur les résultats de la banque de données est très difficile à évaluer. En effet, tous les tests de traction ont été effectués aux conditions ambiantes (sans séchage), à des périodes différentes, au cours de

plusieurs années pendant lesquelles le taux d'humidité a fluctué.

CHAPITRE IV - DEGRADATION THERMIQUE ET RESISTANCE EN TRACTION

4.1 But de l'étude

Le but recherché dans ce chapitre est de déterminer de quelle façon le vieillissement d'un matériau de joint à haute température peut affecter sa résistance mécanique en traction. En sachant que la haute température dégrade le joint, on peut supposer que, après un certain temps, sa contrainte de rupture diminuera, et que cette dernière pourra servir de critère d'évaluation de la nature dégradable du matériau.

Or, la perte de poids est un paramètre couramment utilisé pour quantifier la dégradation thermique d'un matériau. Depuis près d'un an, tous les essais ATRS effectués à l'Ecole Polytechnique ont été combinés à une mesure de la perte de poids. Notre banque de données contient toutefois des résultats de tests qui datent de 1986, période à laquelle le test ATRS se limitait aux seules mesures de relaxation et de contrainte de rupture.

Un nouveau programme d'essais ATRS fut entrepris, sur un matériau en amiante-élastomère, A8, et un autre en aramide-élastomère (substitut d'amiante), N5, dans le but de

comparer la résistance mécanique et la perte de poids. Trois températures et plusieurs temps de vieillissement ont été traités. Dans le cas où une certaine coïncidence entre les deux paramètres existerait, la perte de poids des premiers essais ATRS pourrait être évaluée. Aussi la perte de poids se veut un paramètre rapide à mesurer et plus reproductible que l'essai de traction.

Avant de discuter des résultats expérimentaux, il serait bon de jeter un coup d'oeil sur la morphologie des matériaux testés, ainsi que de traiter brièvement des réactions chimique durant la dégradation thermique.

4.2 Morphologie des matériaux

L'élastomère composant la matrice de A8 et de N5 est le nitrile-butadiène (NBR), qui est un copolymère de butadiène et d'acrylonitrile. Cet élastomère doit être renforcé pour fournir une bonne résistance mécanique. Sa particularité est surtout d'offrir une bonne résistance aux hydrocarbures aromatiques, aux huiles et essences minérales. Outre le copolymère butadiène-acrylonitrile, le NBR peut contenir plusieurs additifs servant de plastifiants, d'anti-oxydants, d'agents réticulants, de stabilisants, ou d'agents renforçants, tels le noir de carbone, le dioctylphtalate, l'oxyde de zinc, le soufre, etc. et ce, dans des

pourcentages variés [11]. Le NBR est classé d'après son pourcentage d'acrylonitrile. On peut le déterminer à partir d'une analyse thermique totale (analyse thermogravimétrique, thermogravimétrie différentielle, analyse thermique différentielle, et analyse de la température de transition vitreuse) [21] [22] [23].

L'analyse thermique complète, en plus de fournir le pourcentage d'acrylonitrile, donne aussi les pourcentages d'huiles et autres substances volatiles, de noir de carbone, et de cendres (incluant l'oxyde de zinc). Cependant, une telle analyse prend du temps et coûte cher et c'est pour cela qu'elle n'est pas faite habituellement sur le NBR composant nos matériaux car en plus du NBR, ceux-ci contiennent des fibres, qui à leur tour contiennent plusieurs constituants et impuretés. En général, donc, il nous est difficile de connaître la composition exacte des matériaux d'étanchéité; même le pourcentage exact de fibres nous est inconnu. De plus, même en connaissant la nature et la proportion des constituants des matériaux, l'effet de la dégradation thermique sur la résistance mécanique d'un composite élastomère-fibres est plus complexe qu'en étudiant la dégradation de chacune de ses composantes séparée.

Les manufacturiers ne donnent que quelques spécifications sur leur produit: le type d'élastomère (SBR,

NBR, EPDM), la nature des fibres (amiante, aramide, graphite, etc.) et, en général une liste de spécifications plus ou moins douteuses y inclus la température d'utilisation.

Pour les matériaux N5 et A8, les températures maximales d'utilisation proposées sont de 371°C (700°F) et de 400°C (750°F) respectivement. Alors que pour les joints à base d'amiante la température limite a été confirmée par de longues années d'utilisation, elle est tout à fait inadéquate pour les joints à base d'aramide. Les températures limites sont obtenues à partir de tests ASTM de courte durée [2] (voir aussi la section 1.3). Les tests ATRS dont il est question sont de longue durée et devraient donc donner des résultats plus représentatifs.

4.3 Chimie de la dégradation thermique

On peut facilement concevoir que la dégradation d'un composite élastomère-fibres peut être composée de trois étapes principales reliées à la dégradation de chacune des parties, soit:

- la matrice élastomérique elle-même;
- le liant ou l'interface élastomère-fibre;
- la fibre seule.

Il peut être possible aussi que la dégradation d'un des éléments du composite affecte un second (synergie).

Les réactions les plus importantes se produisant à haute température pour un polymère (ou élastomère), en présence d'oxygène, sont, d'une part, la scission des chaînes et, d'autre part, la réticulation [24][25]; ces deux réactions ont des effets opposés sur la résistance en traction.

En étudiant les propriétés mécaniques des matériaux d'étanchéité en fonction du temps, on constate d'abord une diminution de la résistance mécanique due à la scission initiale des chaînes moléculaires. On note ensuite une augmentation de la résistance due à la réticulation. Enfin la résistance mécanique diminue graduellement à mesure que la scission l'emporte sur la réticulation car les deux phénomènes se produisent simultanément [24].

Dans le cas des élastomères à base de butadiène, comme c'est le cas pour les matériaux qui nous intéressent ici (paragraphe 4.2), lors du vieillissement dans l'air, ce sont les réactions de réticulation qui prévalent initialement [23]. Pour d'autres types d'élastomères, par contre, c'est la scission des chaînes qui est la réaction initiale majeure.

Grâce à la relation d'Arrhénius bien connue dans le domaine des polymères [24], on peut exprimer la pente du logarithme d'une constante K en fonction de l'énergie d'activation de la réaction spécifique de décomposition [24].

$$\frac{dC}{dt} = - K C^n \tag{4.1}$$

où K est évalué d'après l'équation d'Arrhénius

$$K = A e^{-E/RT} \tag{4.2}$$

ou encore

$$\log K = \log A - \frac{E \log e}{R} \frac{1}{T} \tag{4.3}$$

C = propriété quelconque

K = constante de proportionnalité

n = ordre de la réaction

$\frac{E \log e}{R}$ = pente de la courbe du log K vs 1/T

T = température, en degrés Kelvin

E = énergie d'activation

e = 2,7183

R = constante des gaz

A = facteur de fréquence

Cette forme d'équation peut être très utile pour prédire le comportement d'une propriété mécanique en fonction du

temps et de la température. Cependant, pour être utilisée, on doit connaître l'ordre de la réaction spécifique de décomposition, n, l'énergie d'activation, E, et le facteur de fréquence, A. Ceux-ci ne peuvent être connus qu'en faisant un programme complet de tests expérimentaux. Cette méthode est utilisée par Luc Marchand, dans le cadre de son travail de doctorat, sur la perte de poids. La raison pour laquelle nous ne l'avons pas utilisée pour nos essais spécifiques est que, comme cité dans les paragraphes précédents, la résistance en traction en fonction du temps est composée de deux phénomènes distincts, la réticulation et la scission (ou dégradation), et ne peut donc être interprétée comme une fonction unique.

L'étude qui suit résulte d'un programme de tests ATRS visant à analyser la contrainte de rupture en tension en fonction du temps et de la température. Deux matériaux ont été testés, soit l'élastomère-fibres d'amiante (A8) et l'élastomère-fibres d'aramide (N5).

4.4 Résultats expérimentaux des tests ATRS sur les matériaux A8 et N5

Une large gamme de combinaisons temps-température fut nécessaire afin de mettre en relief la dégradation progressive des propriétés des deux matériaux en question. La durée

des tests a varié de 6 heures à 42 jours et ce, à trois différentes températures. Le tableau 4.1 montre les vieillissements (combinaisons temps-températures) imposés à chacun des matériaux.

Tableau 4.1 Programme de tests ATRS effectué

Temp. (°C)	Matériau	Temps (heures) 6	12	24	48	96	135	144	240	384	1008
232	A8		x	x	x	x		x		x	
	N5		x	x	x	x		x		x	x
316	A8	x	x	x	x	x	x		x	x	x
	N5	x	x	x	x	x	x		x	x	x
371	A8	x	x	x	x	x			x	x	x
	N5	x	x	x	x	x			x		

Pour pouvoir comparer la variation de TSX des deux matériaux, nous utiliserons un TSX normalisé (contrainte de rupture du joint vieilli divisée par celle du même joint non vieilli). Cette nouvelle variable, TSX_norm, s'écrit donc:

$$TSX_norm = \frac{TSX}{TSX_init} \tag{4.4}$$

TSX = contrainte de rupture du joint vieilli

TSX_init = contrainte de rupture du joint neuf (non vieilli)

L'humidité, comme on l'a vu au chapitre III, pose quelques problèmes car les essais de traction ATRS, par le passé, n'ont jamais été faits sur des joints séchés. Nous avons donc décidé de ne pas sécher les deux matériaux en cours afin de garder une certaine continuité avec la méthode ATRS jusqu'alors utilisée. La valeur de TSX_init doit elle aussi être obtenue à partir d'un essai sur un joint non séché. Etant donné que la période de l'année influence la résistance en traction d'un joint non séché, nous avons décidé, à titre de compromis, de prendre la moyenne des résultats donnés au tableau 4.2.

Tableau 4.2 Contrainte de rupture sur joints neufs

Matériau	Date	TSX_init (MPa)	TSX_init (lb/po^2)
N5	26/08/89	10,5	1520
N5	11/10/89	12,4	1800
A8	26/08/89	19,7	2865
A8	11/10/89	22,7	3300

Les valeurs moyennes retenues pour TSX_init sont de 11,7 MPa (1700 lb/po^2) pour N5 et de 21,4 MPa (3100 lb/po^2) pour A8.

4.5 Contrainte de rupture en tension

Les figures 19 et 20 illustrent la contrainte de rupture normalisée TSX_norm en fonction du temps de vieillissement pour nos trois températures de vieillissement. L'allure des courbes est montrée d'une façon générale à la figure 21. Un comportement très caractéristique ressort de ces graphiques: la contrainte de rupture augmente d'abord assez rapidement pour ensuite diminuer d'une façon plus lente. Plus la température est élevée, plus l'augmentation et la diminution sont rapides. Les essais effectués pour le programme MTI [7] sur les matériaux A1 et N1 confirment cette tendance (voir figures 15 et 16).

On peut expliquer la partie augmentation par le fait que de nouvelles réticulations se créent et que, arrivé à un certain point, la scission des chaînes prend le dessus sur les réticulations. Alors TSX commence à diminuer.

4.5.1 Modèle mathématique proposé

Il pourrait être très intéressant d'isoler la partie "augmentation" de TSX de la partie "diminution". La valeur TSX_norm pourrait alors s'écrire comme la somme de deux termes. Se basant sur l'idée que la réticulation ne peut augmenter la contrainte de rupture indéfiniment pour une

température donnée et que la dégradation doit cesser lorsqu'il n'y a plus de liens à briser, un modèle avec asymptote semble le plus approprié.

On voit à la figure 22 qu'une courbe typique de TSX_norm en fonction du temps, pour une température donnée, peut être obtenue en additionnant deux courbes exponentielles, l'une étant positive et l'autre négative. Appelons "paramètre de réticulations" la courbe qui augmente la valeur de la contrainte de rupture et "paramètre de dégradation" la courbe qui donne une diminution de TSX, comme suit:

$$RT = C_1 \ (1 - e^{-\lambda_1 t}) \tag{4.5}$$

$$DT = C_2 \ (1 - e^{-\lambda_2 t}) \tag{4.6}$$

$$TSX_norm = 1 + RT - DT \tag{4.7}$$

où

DT = paramètre de dégradation

RT = paramètre de réticulation

C_1 = asymptote de réticulation

λ_1 = constante de temps de la courbe de réticulation

C_2 = asymptote de dégradation

λ_2 = constante de temps de la courbe de dégradation

t = temps de vieillissement (heures)

Il est à noter que pour chacun des matériaux, et à chaque température, nous avons un système à quatre inconnues (C_1, λ_1, C_2, λ_2). Plusieurs hypothèses seront donc nécessaires pour simplifier l'utilisation des équations.

La séparation de TSX_norm en deux comportements distincts a pour but de faire ressortir la nature dégradable du matériau qui, seule, nous intéresse. L'effet de réticulation, par exemple, n'occasionne aucune perte de poids. En réussissant à isoler les courbes de dégradation, on pourrait ensuite vérifier si elles concordent avec la perte de poids.

La perte de poids étant un paramètre plus rapide à mesurer, plus reproductible et plus précis que la contrainte de rupture, on pourrait alors remplacer cette dernière par le pourcentage de perte de poids dans le paramètre de qualité Qp (équation 2.1).

Nous déterminerons maintenant les constantes des équations (4.5) et (4.6) pour les deux matériaux.

4.5.2 Matériau A8

i) Température = 232°C (450°F)

Ici la dégradation thermique est très faible. On peut le voir par la pente descendante entre les temps de 150 et 400 heures (figure 19). On peut alors affirmer que l'allure de TSX_norm entre 0 et 150 heures dépend seulement de l'allure de la courbe de réticulations. On trouve:

$$RT = 2,8\ (1 - e^{-0,048t})$$

$$DT = 0,3\ (1 - e^{-0,0036t})$$

La figure 23 illustre les deux courbes ainsi trouvées, ainsi que la contrainte de rupture normalisée TSX_norm calculées d'après les deux premières. Les points expérimentaux sont aussi montrés.

Afin d'obtenir plus de précision sur ces résultats, il aurait été souhaitable d'avoir plus de points expérimentaux aux environs de 250, 700 et 1000 heures.

ii) Température = 316°C (600°F)

Déjà, après un vieillissement de six heures, la contrainte de rupture a atteint son maximum. La courbe de réti-

culation peut alors être considérée comme une fonction échelon (λ >>). La courbe de dégradation peut alors être facilement déduite. Les équations de réticulations et de dégradation sont:

$$RT = 2,8\ (1 - e^{-6t})$$

$$DT = 2,5\ (1 - e^{-0,0070t})$$

Ces courbes sont montrées à la figure 24. Le point à 1008 heures n'a pas été considéré dans la solution des équations. Il est probable que ce point expérimental ne corresponde pas à une température de 316°C. En effet, la température à l'intérieur des fours n'est pas tout à fait homogène: elle est de 15 à 25°C supérieure à l'arrière du four qu'à l'avant. Cet écart de température à l'intérieur des fours avait été observé lors du programme MTI [7]. Puisque les montages vieillis à 1008 heures étaient placés à l'arrière du four de façon à avoir un accès facile pour les montages vieillis à plus court terme, tout nous porte à croire que la température se situait entre 330 et 340°C pour ces montages (au lieu de 316°C). Puisque la zone de température située entre 316 et 371°C (600 et 700°F) est importante du point de vue de la transition dans le domaine de la dégradation, nous n'avons pas cru bon de retenir le point expérimental correspondant au vieillissement de 1008 heures à 316°C.

On remarque que l'asymptote des réticulations est la même pour les températures de 232 et 316°C. Seule la rapidité de la réaction a été affectée, comme le démontre la constante de temps λ_1.

iii) Température = 371°C (700°F)

D'après les résultats obtenus (figure 25), il ne semble, à priori, y avoir aucune réticulation. A 232°C, la réticulation se serait terminée vers les 100 heures, tandis qu'elle a nécessité environ 12 heures à 316°C. Or à 371°C, en supposant que la réticulation existe, et il n'y a aucune raison qui prouve qu'elle n'existe pas, elle doit se produire dans un laps de temps très court, soit moins de six heures. A ce temps, la dégradation a pris le dessus sur la réticulation et c'est la raison pour laquelle les résultats n'indiquent aucune réticulation apparente.

De façon à trouver les paramètres C_1 et λ_1, on a besoin d'indices ou d'hypothèses supplémentaires. L'asymptote C_1 étant similaire à 232 et 316°C, il est plausible qu'elle soit la même aussi à 371°C. Connaissant RT, DT peut être ensuite déterminé graphiquement. On obtient

$$RT = 2,8\ (1 - e^{-20t})$$

$$DT = 3,4\ (1 - e^{-0,10t})$$

La figure 25 illustre ces résultats.

Le tableau 4.3 résume ce qui a été dit plus haut concernant le matériau A8.

Tableau 4.3 Paramètres des courbes de réticulation et de dégradation pour le matériau A8

Température		Réticulation		Dégradation	
°C	°F	C_1	λ_1	C_2	λ_2
232	450	2,8	-0,048	0,3	-0,0036
316	600	2,8	-6	2,5	-0,0070
371	700	2,8	-20	3,4	-0,10

4.5.3 Matériau N5

i) Température = 316°C (600°F)

Ici, la solution est assez simple, par le fait que la courbe de réticulation, figure 26, peut encore être approchée par une fonction échelon, c'est-à-dire indépendante du temps (λ_2 très grand). La courbe de TSX_norm peut donc se résumer à une translation verticale de la courbe de dégradation. Ne considérant pas le point à 1008 heures pour les raisons énumérées précédemment, nous avons trouvé (figure 26):

$$RT = 1,1\ (1 - e^{-0,90t})$$

$$DT = 1,5\ (1 - e^{-0,03t})$$

ii) Température = 232°C (450°F)

A cette température, il a été très difficile d'isoler les deux courbes désirées par le fait que pour la première fois, aucune des deux courbes (réticulations et dégradation) n'est indépendante du temps (figure 27). Afin de trouver une seule solution, nous avons dû imposer une contrainte supplémentaire: on se rappelle que pour le joint avec fibres d'amiante A8, les asymptotes de réticulations C_1 à 232 et 316°C étaient identiques. Or, le matériau N5 étant constitué du même élastomère, l'éventualité que le même phénomène se reproduise est fort probable.

Hypothèses de départ:

i) $C_1 = 1,1$

ii) à $T = \infty$, TSX_norm $\approx 0,85$

alors

$$1 + C_1 - C_2 = 0,85$$

d'où $C_2 = 1,25$

On a fait varier λ_1 et λ_2 jusqu'à ce que l'erreur entre la courbe TSX_norm ainsi calculée et certains points expérimentaux choisis (96, 144, 384 et 1008 heures) soit minimale.

La solution obtenue a été:

$$RT = 1,10\ (1 - e^{-0,020t})$$

$$DT = 1,25\ (1 - e^{-0,0036t})$$

La figure 27 illustre ces équations.

iii) Température = 371°C (700°F)

Encore ici, aucune réticulation n'est visible, comme on peut le constater à la figure 20. Comme pour le joint amiante-élastomère A8 à 371°C, l'hypothèse que l'asymptote de réticulations C_1 est la même pour toutes les températures sera considérée. Sachant ceci, la courbe de dégradation trouvée est (figure 28):

$$DT = 2,1\ (1 - e^{-0,10t})$$

$$RT = 1,1\ (1 - e^{-20t})$$

Le tableau 4.4 résume la situation en ce qui concerne le matériau N5.

Tableau 4.4 Paramètres des courbes de réticulation et de dégradation pour le matériau N5

Température °C	°F	Réticulation C_1	λ_1	Dégradation C_2	λ_2
232	450	1,1	-0,020	1,25	-0,0036
316	600	1,1	-0,90	1,5	-0,03
371	700	1,1	-20	2,1	-0,10

4.5.4 Dégradation maximale

Afin de pouvoir comparer les asymptotes de dégradation C_2 entre les deux matériaux, il faudrait diviser celles-ci par la dégradation maximale de chaque matériau.

La dégradation atteint sa valeur maximale lorsque la contrainte TSX (ou TSX_norm) devient nulle. L'aymptote de dégradation C_2 est alors égale à $1 + C_1$ (voir figure 29).

Introduisons un nouveau paramètre, le pourcentage de dégradation, %DT, défini comme suit:

$$\%DT = \frac{DT}{DTmax} * 100 = \frac{DT}{1+C_1} * 100 = \frac{100\ C_2}{1+C_1} (1 - e^{-\lambda_2 t}) \qquad (4.8)$$

$$\%DT = C_2' (1 - e^{-\lambda_2 t}) \qquad (4.9)$$

C_2' = asymptote du pourcentage de dégradation

C_2 = asymptote de dégradation

C_1 = asymptote de réticulation

DT = paramètre de dégradation thermique (éq. 4.6)

DTmax = dégradation thermique maximale ($1+C_1$)

Reprenons les tableaux 4.3 et 4.4 avec les nouvelles valeurs des pourcentages de dégradation:

Tableau 4.5 Paramètres relatifs aux pourcentages de dégradation (équation 4.9)

Température		A8		N5	
(°C)	(°F)	C_2'	λ_2	C_2'	λ_2
232	450	8	-0,0036	60	-0,0036
316	600	67	-0,0070	70	-0,029
371	700	91	-0,10	100	-0,25

Les graphiques 30 et 31 illustrent les courbes de dégradation maximale pour les différentes températures.

4.5.5 Interprétation des résultats

Matériau A8:

On remarque qu'à 232°C, la dégradation maximale ne dépassera jamais les environs de 10 %. A 316°C, on atteint près de 70 % tandis qu'à 371°C, la dégradation maximale atteint les 90 %. Le temps de réponse de la dégradation est environ la moitié à 316°C qu'à 232°C. A 371°C, la dégradation maximale est atteinte 15 fois plus vite qu'à 316°C. On peut comparer les courbes de dégradation thermique trouvées en fonction du temps pour les trois températures à la figure 30, qui donne aussi les équations de dégradation thermique pour ce matériau.

Matériau N5 (comparaison avec A8):

Tel que montré à la figure 31, la dégradation à 232°C est beaucoup plus forte que pour le joint avec fibres d'amiante, A8. Elle atteint jusqu'à 60 % de la dégradation maximale, soit de 6 à 8 fois plus que le A8. La fibre d'aramide étant beaucoup plus coûteuse que la fibre d'amiante (de 40 à 50 fois), on l'utilise généralement en concentrations beaucoup moindres dans la composition des joints. A 232°C, les fibres d'aramide et d'amiante n'étant elles-mêmes que très peu affectées par la dégradation thermique, on peut supposer que

seul le caoutchouc se détériore. Donc, moins il y a de fibres, moins il y a d'agents qui contribuent à retarder la propagation de la détérioration thermique de l'élastomère. Ceci pourrait expliquer en partie la plus grande dégradation du joint N5.

A 316°C, alors que le pourcentage de dégradation du N5 est sensiblement le même que celui du A8, la vitesse de la réaction, elle, est quatre fois supérieure pour N5.

A 371°C, l'asymptote de dégradation atteint la valeur maximale de 100 % pour le joint N5. Alors que ce n'est pas le cas pour le matériau A8 à cette température.

La figure 31 résume les équations de dégradation thermique trouvées pour le matériau N5.

A la figure 32 sont représentées les asymptotes du pourcentage de dégradation C_2' en fonction de la température pour les deux matériaux. Se basant sur cette figure, la température pouvant amener une dégradation de 100 % pour le matériau A8 est de l'ordre de 400-425°C (750-800°F). On remarque aussi une augmentation rapide de C_2' entre 316 et 371°C pour N5, tendance que l'on ne retrouve pas pour l'autre matériau.

La figure 33 montre l'évolution du paramètre λ_2, constante de temps de la réaction de dégradation, en fonction de la température pour les deux matériaux. La vitesse de la réaction de dégradation λ_2 est identique à celle pour le joint A8, sauf à 316°C.

4.6 Perte de poids

Les figures 34 et 35 montrent les pourcentages de perte de poids pour A8 et N5 en fonction du temps de vieillissement. On peut y voir une tendance asymptotique assez nette à 371°C. Comme pour les courbes de réticulation et de dégradation, le modèle asymptotique

$$W_p = C_{wp} \left(1 - e^{-\lambda_{wp} t}\right) \qquad (4.10)$$

sera employé afin de caractériser la perte de poids en fonction du temps.

Ce qui suit est la mise en équation des courbes de perte de poids en fonction du temps pour les différentes températures. Précédant ceci, on a étudié quelle influence l'humidité pouvait avoir sur la mesure de la perte de poids.

4.6.1 Effet de l'humidité

Afin de connaître l'effet de l'humidité sur la perte de poids, une série de joints non vieillis ont été séchés et pesés avant et après séchage. En moyenne, les deux matériaux contenaient 0,7 % de leur poids en eau au moment des essais. Lors du programme d'essai, les joints ayant subi un vieillissement à court terme (deux jours et moins) ont été séchés avant enfournement, de façon à éliminer l'effet de l'humidité sur la mesure de perte de poids. Pour les plus longs vieillissements, le poids d'eau est négligeable sur la perte de poids totale.

4.6.2 Mise en équation de la perte de poids

Par interpolation graphique, on a obtenu les coefficients relatifs à la perte de poids, équation 4.10. Ils sont donnés au tableau 4.6 (figures 36 et 37):

Tableau 4.6 Coefficients reliés à l'équation de perte de poids (équation 4.10)

Température		A8		N5	
(°C)	(°F)	C_{wp}	λ_{wp}	C_{wp}	λ_{wp}
232	450	3	-0,0040	11	-0,0015
316	600	10	-0,0050	18	-0,0020
371	700	15	-0,025	26	-0,019

Afin de pouvoir comparer la perte de poids des deux matériaux, il était nécessaire de connaître leur perte de poids maximale. Pour ce faire, on a placé des spécimens des deux matériaux dans un four à 800°C (1500°F); après quatre heures le matériau A8 avait perdu 27 % de son poids alors que N5 avait 34 %. On peut alors réécrire l'équation 4.10:

$$\frac{W_p}{W_{p\,max}} = \frac{C_{wp}}{W_{p\,max}} \left(1 - e^{-\lambda_{wp} t}\right)$$

$$= C'_{wp} \left(1 - e^{-\lambda_{wp} t}\right) \qquad (4.11)$$

C_{wp} = asymptote de la perte de poids

λ_{wp} = constante de temps de l'équation de perte de poids

$W_{p\,max}$ = perte de poids maximale

C'_{wp} = asymptote normalisée de l'équation de la perte de poids

Le tableau 4.7 donne les nouveaux coefficients relatifs à l'équation 4.11.

Tableau 4.7 Pourcentages de perte de poids maximale

Température		A8		N5	
°C	°F	C'_{wp}	λ_{wp}	C'_{wp}	λ_{wp}
232	450	11	-0,0040	32	-0,0015
316	600	37	-0,0050	53	-0,0020
371	700	56	-0,025	76	-0,019

On remarque que, pour une même température, l'asymptote de perte de poids est supérieure pour le joint aramide-élastomère N5, mais sa constante de temps est toutefois plus faible que celle du joint A8.

4.6.3 Comparaison entre les coefficients reliés à la dégradation (%DT) et ceux reliés à la perte de poids

Afin de comparer si la température et le temps de vieillissement ont le même effet sur la perte de poids et le

paramètre de dégradation DT, leurs asymptotes et constantes de temps respectives seront comparées.

Le tableau 4.8 permet de comparer les asymptotes de perte de poids C'_{wp} avec celles de dégradation C'_2.

Tableau 4.8 Ratios C'_{wp}/C'_2

Température		C'_{wp}/C'_2	
(°C)	(°F)	A8	N5
232	450	1,38	0,53
316	600	0,55	0,76
371	700	0,61	0,76

Ce tableauindique que, pour les deux matériaux, l'asymptote de perte de poids maximale C'_{wp} est toujours inférieure à l'asymptote de dégradation maximale C'_2, sauf à 232°C pour A8. Cette différence apparente de comportement peut être due à l'absence d'un essai à long terme (environ 1000 heures) de dégradation à 232°C. Un tel essai aurait permis d'améliorer la précision dans la détermination du coefficient C'_2.

A 371°C, pour N5, un pourcentage de dégradation de 100 % n'a donné que 76 % de la perte de poids maximale. Le fait que C'_{wp} soit pratiquement toujours inférieur à C'_2 est que la perte de poids maximale $W_{p\ max}$ a été mesurée à 800°C. Or, on

peut prévoir que la perte de poids atteindra un premier plateau, $W'_{p\,max}$, a une température bien en-deça de 800°C, et qu'en continuant à augmenter la température, on atteigne un second plateau, celui que nous avons appelé $W_{p\,max}$. Le premier plateau pourrait s'expliquer la dégradation complète de l'élastomère, et le second plateau par la décomposition des fibres, qui débute à une température beaucoup supérieure.

Pering, Farrell et Springer [16] ont constaté ces deux plateaux sur un composite à matrice d'époxy et ont choisi le premier de ceux-ci $W'_{p\,max}$ au lieu du second comme paramètre de dégradation maximale, se basant sur le critère que le matériau a déjà perdu presque la totalité de sa résistance lorsque le premier plateau est atteint.

En considérant $W'_{p\,max}$ comme paramètre de dégradation maximale, les asymptotes de perte de poids C'_{wp} seraient alors supérieures à celles du tableau 4.7, et peut-être trouverions-nous un rapport C'_{wp}/C'_2 près de 1.

Le tableau 4.9 permet de comparer les coefficients λ_{wp} et λ_2:

Tableau 4.9 Ratios λ_{wp}/λ_2

Température		λ_{wp}/λ_2	
°C	°F	A8	N5
232	450	1,11	0,42
316	600	0,71	0,069
371	700	0,25	0,019

On note que, d'une façon générale, plus la température augmente, plus le coefficient λ_{wp} est faible par rapport à λ_2. Il y a ainsi un "retard" croissant entre la perte de poids et la dégradation à mesure que la température augmente. Ce "retard" est plus marqué pour le joint aramide-élastomère N5: à 316 et 371°C, il est d'environ 10 fois plus grand que pour le matériau A8. Les figures 38 et 39 illustrent la relation entre la perte de poids et la dégradation (%DT).

4.7 Conclusion sur la perte de poids et la dégradation

Le paramètre de dégradation thermique DT, qui est trouvé à partir de la résistance en tension, et la perte de poids, ne se comportent pas de façon identique, même si le même modèle mathématique semble régir ces deux paramètres.

Les asymptotes C_2' et C_{wp}', pour les mêmes températures, sont différents. Mais ceci peut être dû à un mauvais choix du paramètre de perte de poids maximale $W_{p\ max}$ (voir section 4.4.3).

Les vitesses de réaction du paramètre de perte de poids sont plus lentes que celles pour le paramètre de dégradation DT. La perte de poids est donc en retard sur la dégradation DT. On peut alors dire que le vieillissement à haute température a un effet plus rapide sur la contrainte de rupture que sur la perte de poids. Le retard est aussi très sensible à la nature du matériau, et augmente avec la température.

CHAPITRE V - CONCLUSION

5.1 Effet des paramètres expérimentaux sur la contrainte de rupture

L'étude de l'influence des paramètres expérimentaux a été entreprise dans le but de mettre en évidence leur importance sur la qualité des résultats expérimentaux obtenus avec la procédure ATRS.

Que ce soit pour des matériaux aramide-élastomère ou amiante-élastomère, sur des joints neufs ou vieillis, nous avons trouvé que l'humidité, d'abord, et la vitesse de chargement, ensuite, ont un effet important sur la contrainte de rupture de ce type de matériaux de joints d'étanchéité.

C'est pour cette raison que nous recommandons le séchage systématique des éprouvettes avant l'essai de traction et nous recommandons aussi que celui-ci soit fait à vitesse contrôlée.

5.2 Résultats expérimentaux des tests ATRS

Le but de ce mémoire était de vérifier si la contrainte de rupture se comportait comme la perte de poids, en fonction du temps de vieillissement et de la température, à la suite

de tests ATRS. Dans le cas positif, et ce n'est pas tout à fait le cas, j'aurais suggéré d'utiliser la perte de poids au lieu de la contrainte de rupture, comme paramètre visant à caractériser la nature dégradable du matériau. Or, même si la contrainte de rupture ne peut s'exprimer de façon linéaire avec la perte de poids, à moins d'introduire des paramètres de retard (qui sont fonction du matériau et de la température), la perte de poids se veut le meilleur paramètre de dégradation pour les raisons suivantes:

- la perte de poids est le paramètre le plus utilisé pour quantifier la dégradation thermique des polymères, élastomères, composites, etc. Elle est aussi à la base de la thermogravimétrie, méthode d'analyse thermique très répandue;

- la mesure de la perte de poids est très rapide et précise, donc très reproductible. Elle est très peu influencée par l'humidité, contrairement à l'essai de traction;

- la perte de poids n'est pas influencée par l'effet des réticulations. On n'a donc pas besoin d'isoler les courbes de réticulations et de dégradation pour étudier la perte de poids;

- quoique nous n'ayons traité dans ce mémoire que des matériaux fibres-élastomère, il est intéressant de noter qu'une bonne proportion de joints d'étanchéité sont de type "composite" (joints spiralés ou métalloplastiques). D'autres joints plats sont munis d'une lamelle métallique intérieure de renforcement (très répandue sur les joints en graphite expansé) servant à donner de la rigidité au matériau. Or les essais de traction sur ces échantillons sont faussés à cause de la lamelle. Cependant, la perte de poids s'applique très bien à tous ces types de joints.

Toutes ces raisons confèrent à la perte de poids une place importante dans l'évaluation des joints d'étanchéité.

La perte de poids devrait donc être rajoutée à la procédure ATRS.

5.3 Recommandations concernant les travaux futurs

Quelques points concernant cette étude auraient besoin d'une vérification afin de confirmer les hypothèses mentionnées:

1) L'effet des réticulations sur la contrainte de rupture (RT) a été supposé identique pour toutes

les températures, y compris à 371°C. Il serait donc intéressant de faire des tests à très court terme (de 1/2 à 5 heures)

2) Le manque de points expérimentaux a nécessité interpolations et extrapolations, surtout entre 16 jours et 42 jours.

3) Refaire d'autres essais expérimentaux avec de nouvelles températures afin de vérifier la tendance des courbes sur les figures 32 et 33.

A partir des résultats obtenus, on pourrait aussi entreprendre une analyse de la perte de poids en fonction de la relaxation. Peut-être avons-nous une relation linéaire entre ces deux paramètres?

A partir de la perte de poids, développer un paramètre de vieillissement (temps-température) plus précis pouvant remplacer Ae ou Aem.

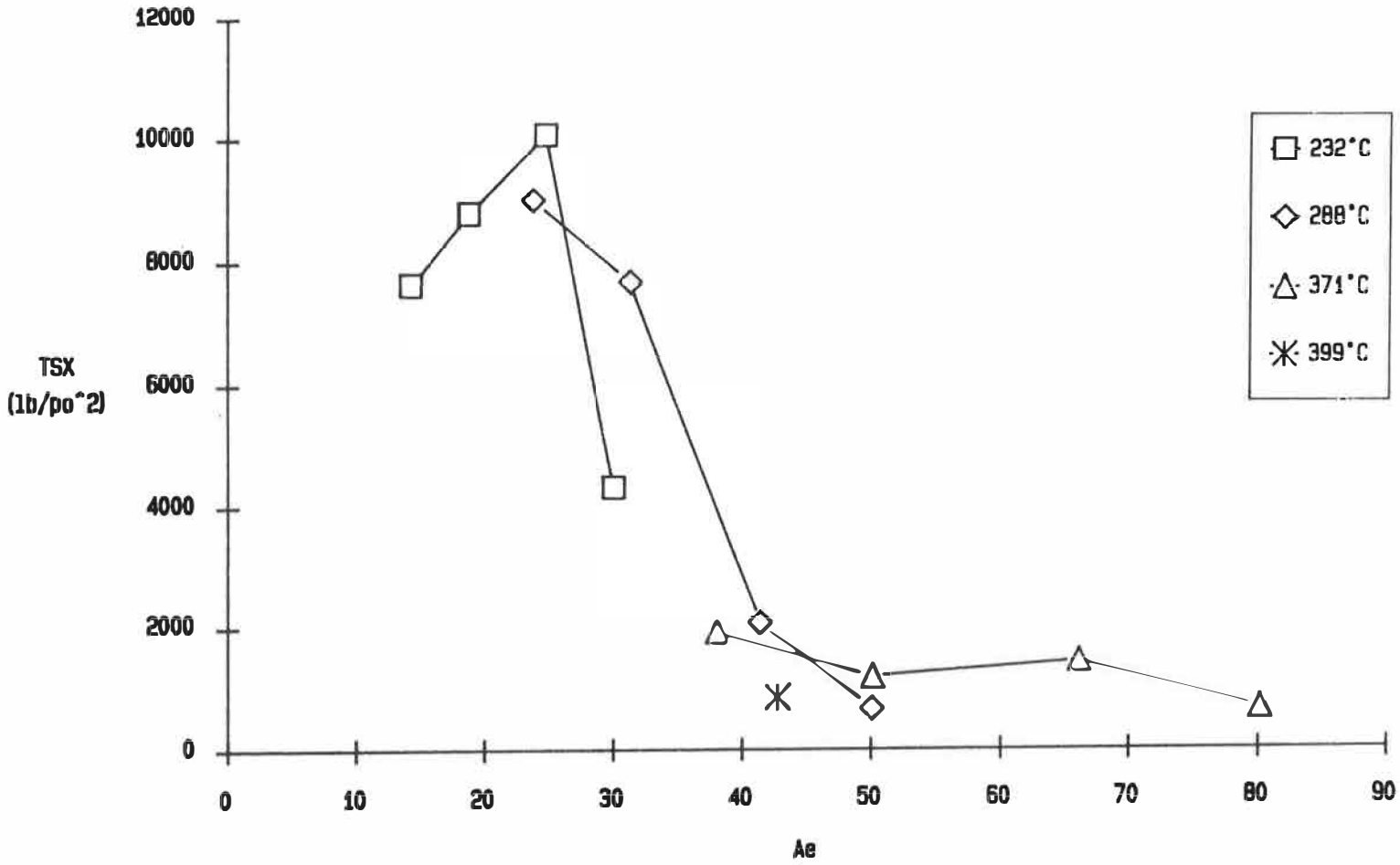

Figure 1: Contrainte de rupture vs Ae - Matériau A1

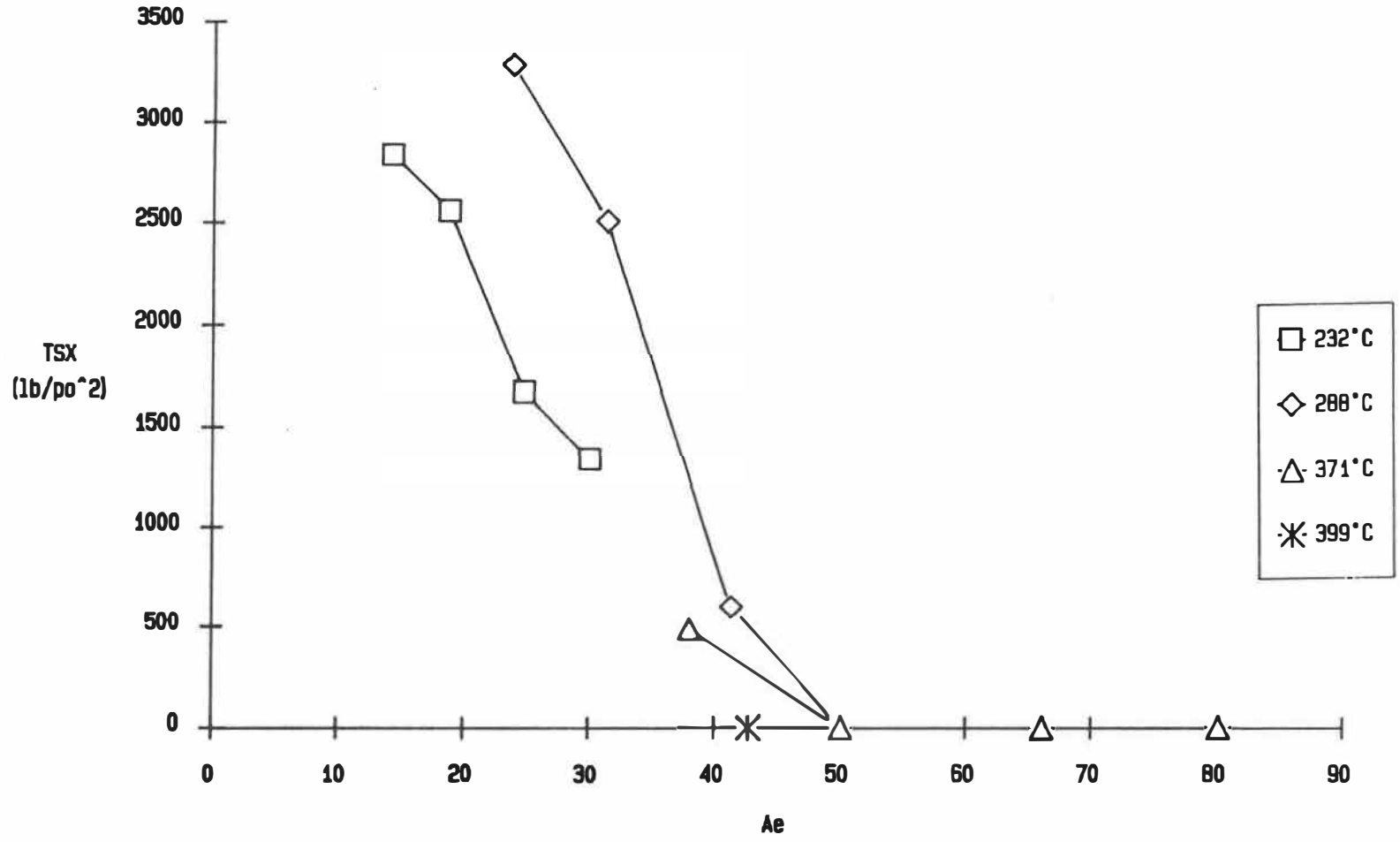

Figure 2: Contrainte de rupture vs Ae - Matériau N1

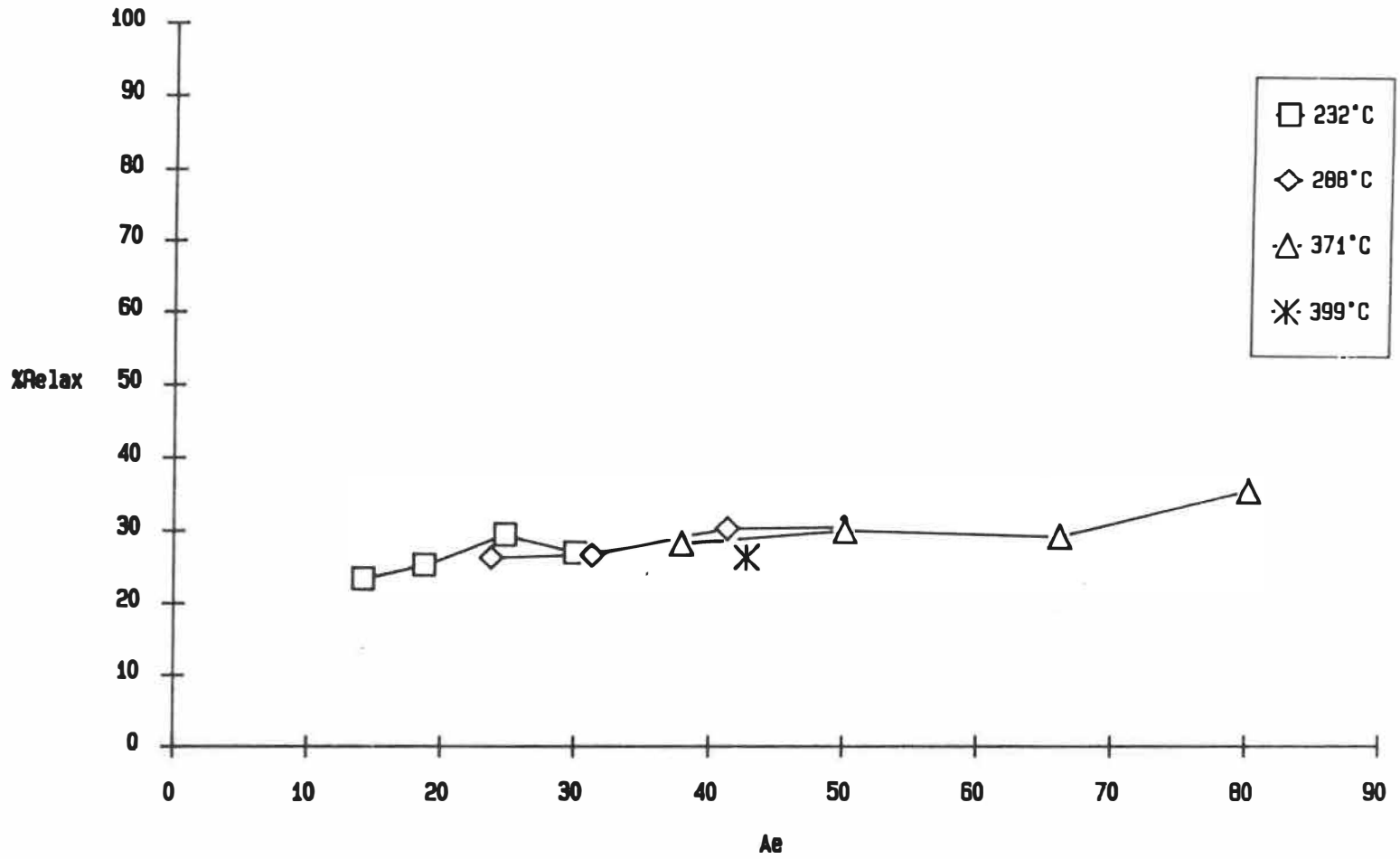

Figure 3: Relaxation vs Ae - Matériau A1

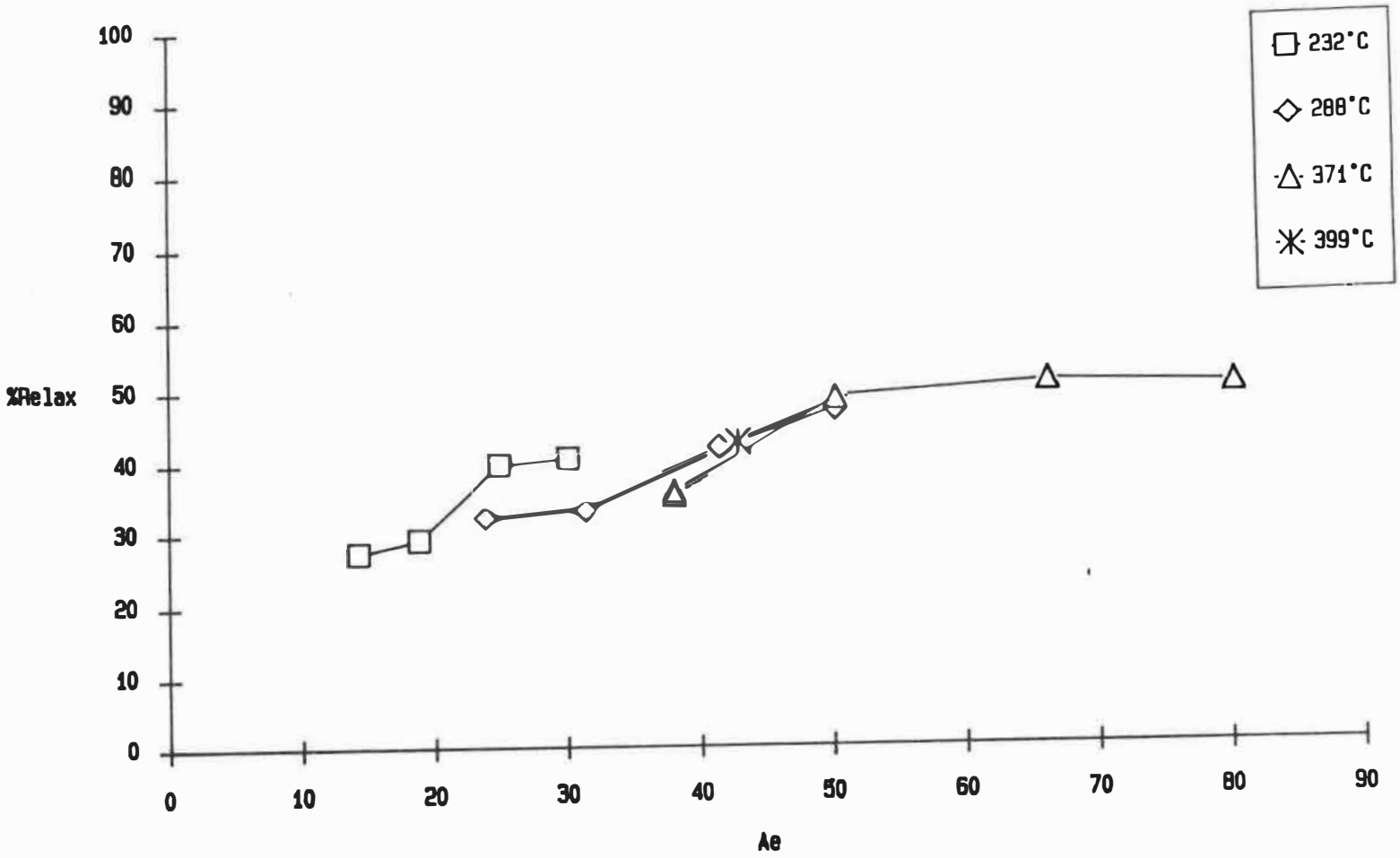

Figure 4: Relaxation vs Ae - Matériau N1

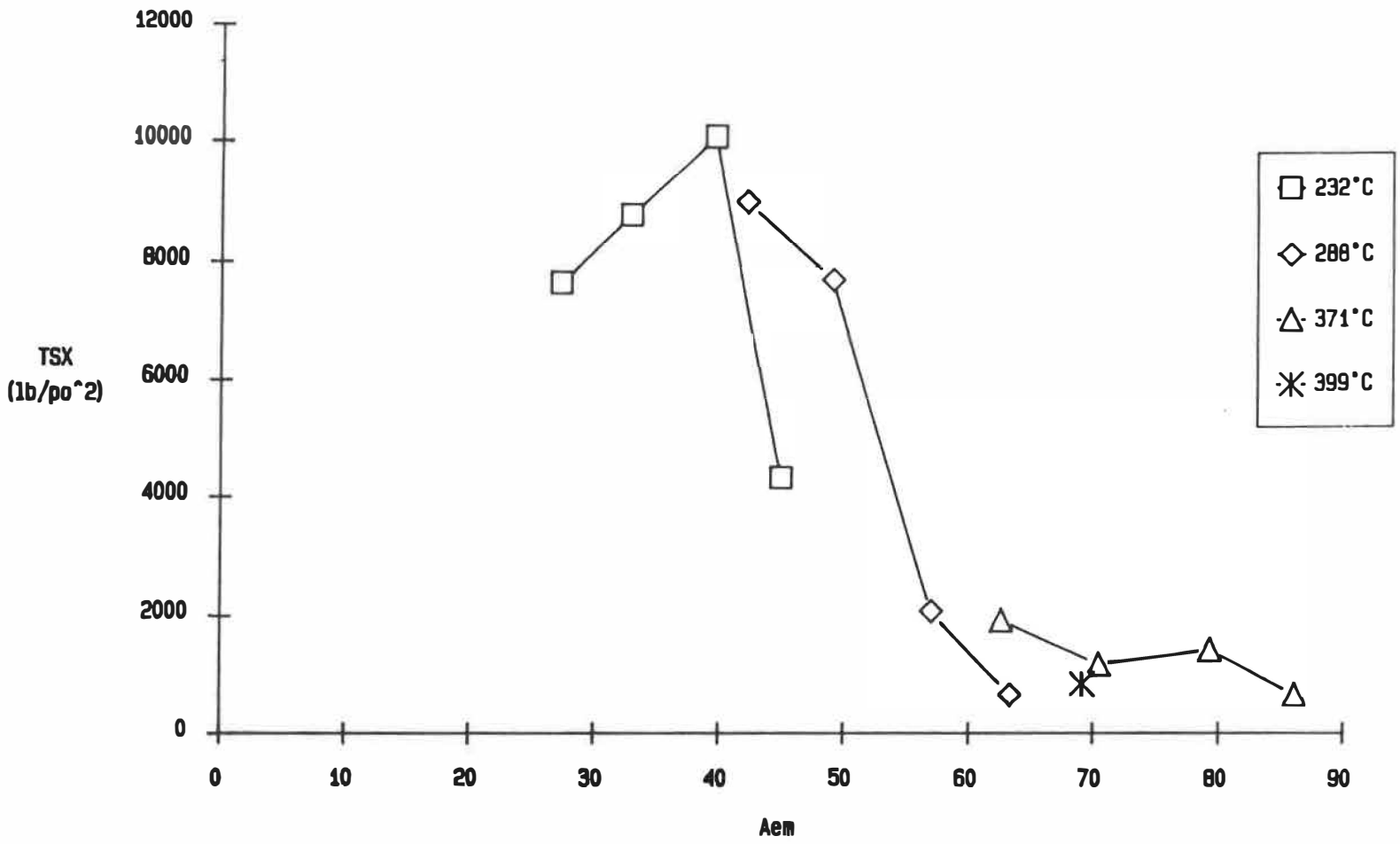

Figure 5: Contrainte de rupture vs Aem - Matériau A1

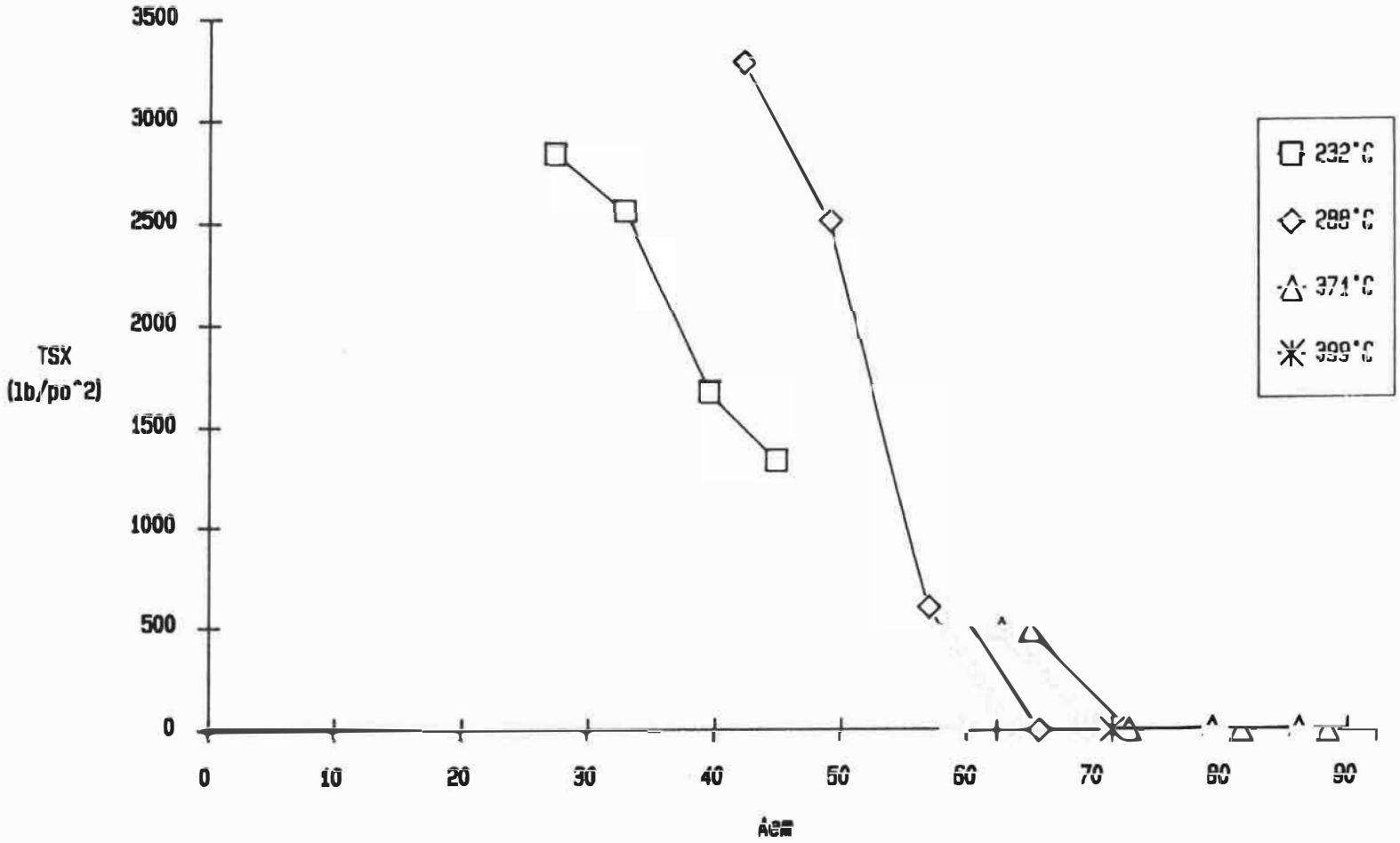

Figure 6: Contrainte de rupture vs Aem - Matériau N1

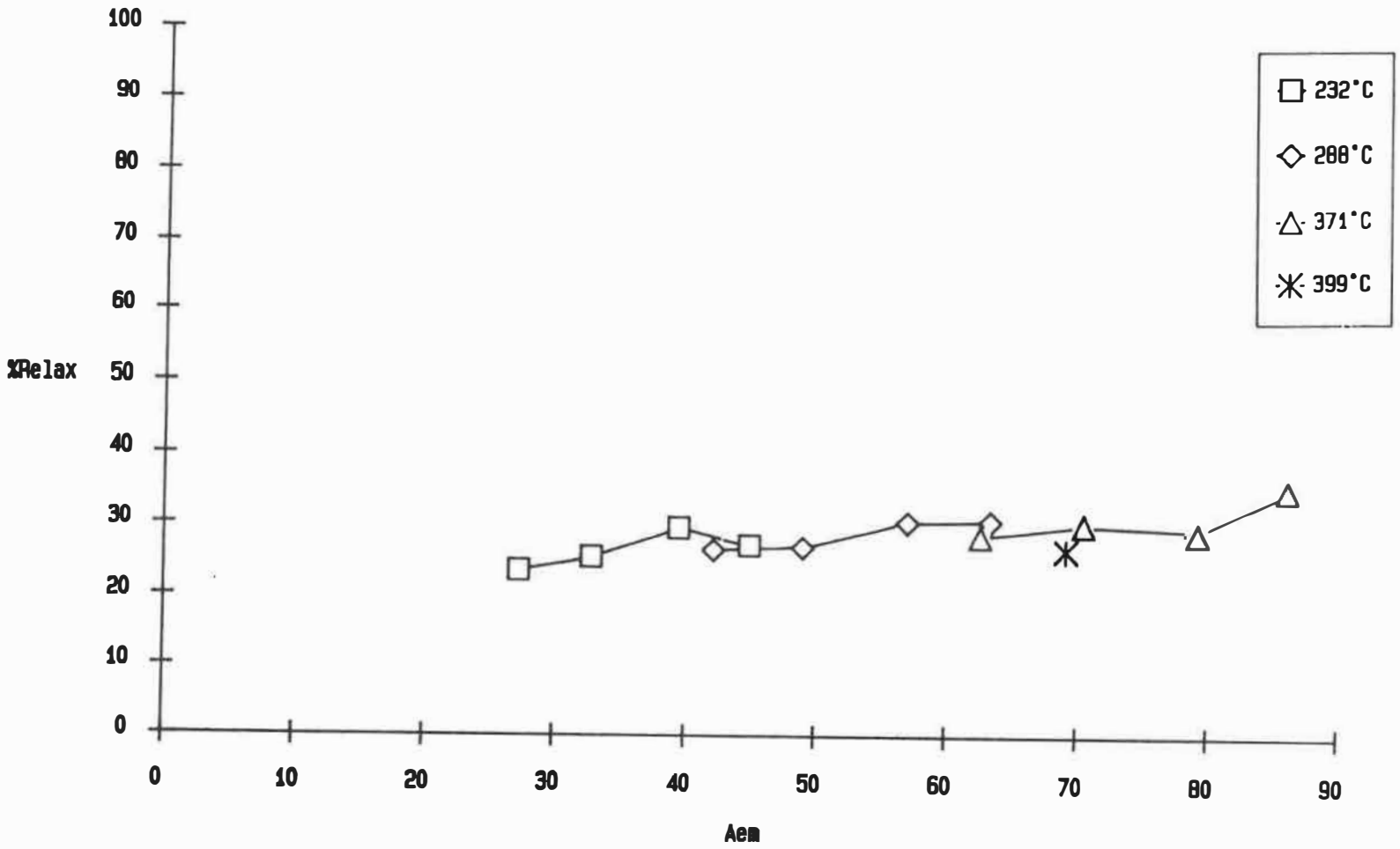

Figure 7: Relaxation vs Aem - Matériau A1

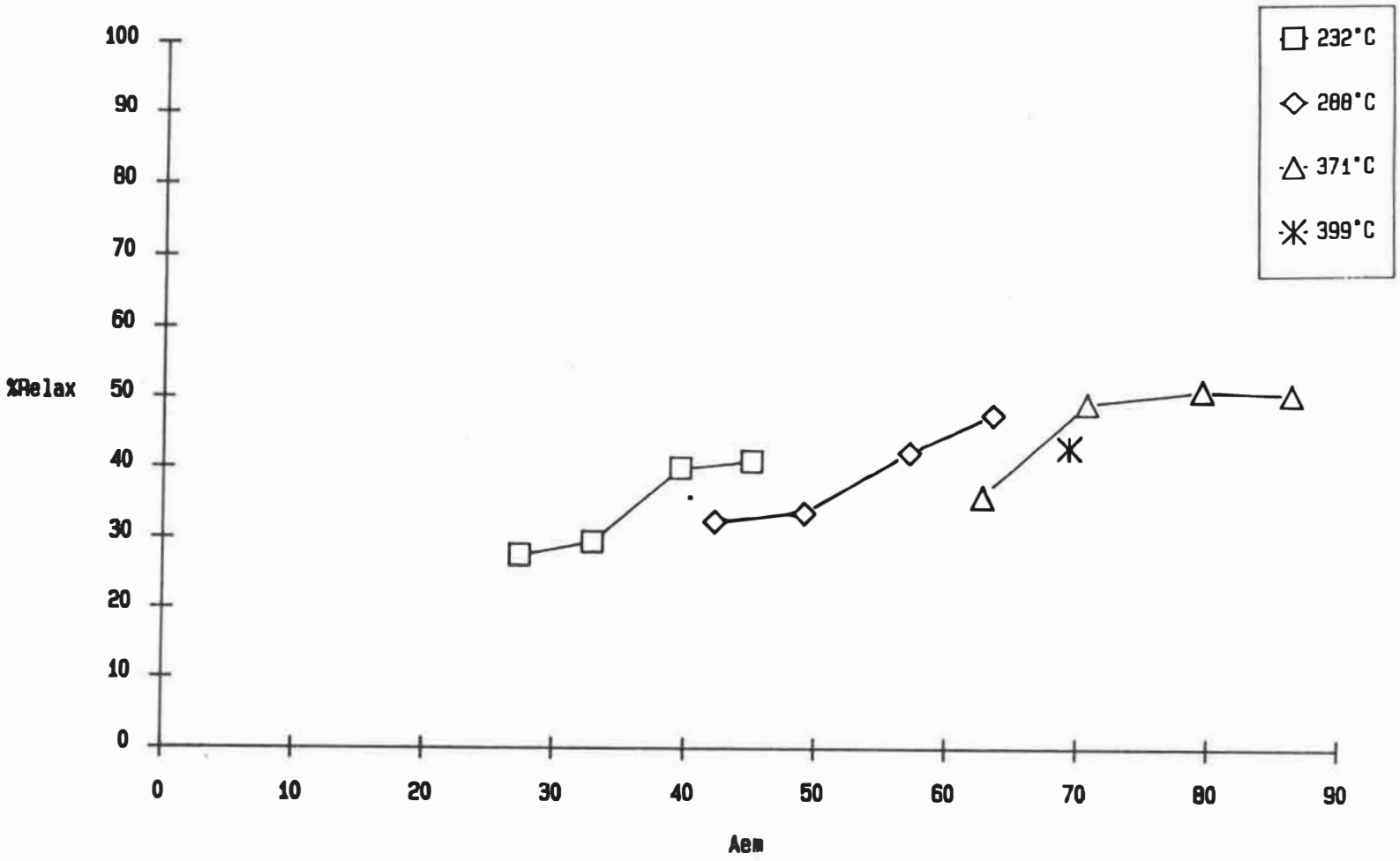

Figure 8: Relaxation vs Aem - Matériau N1

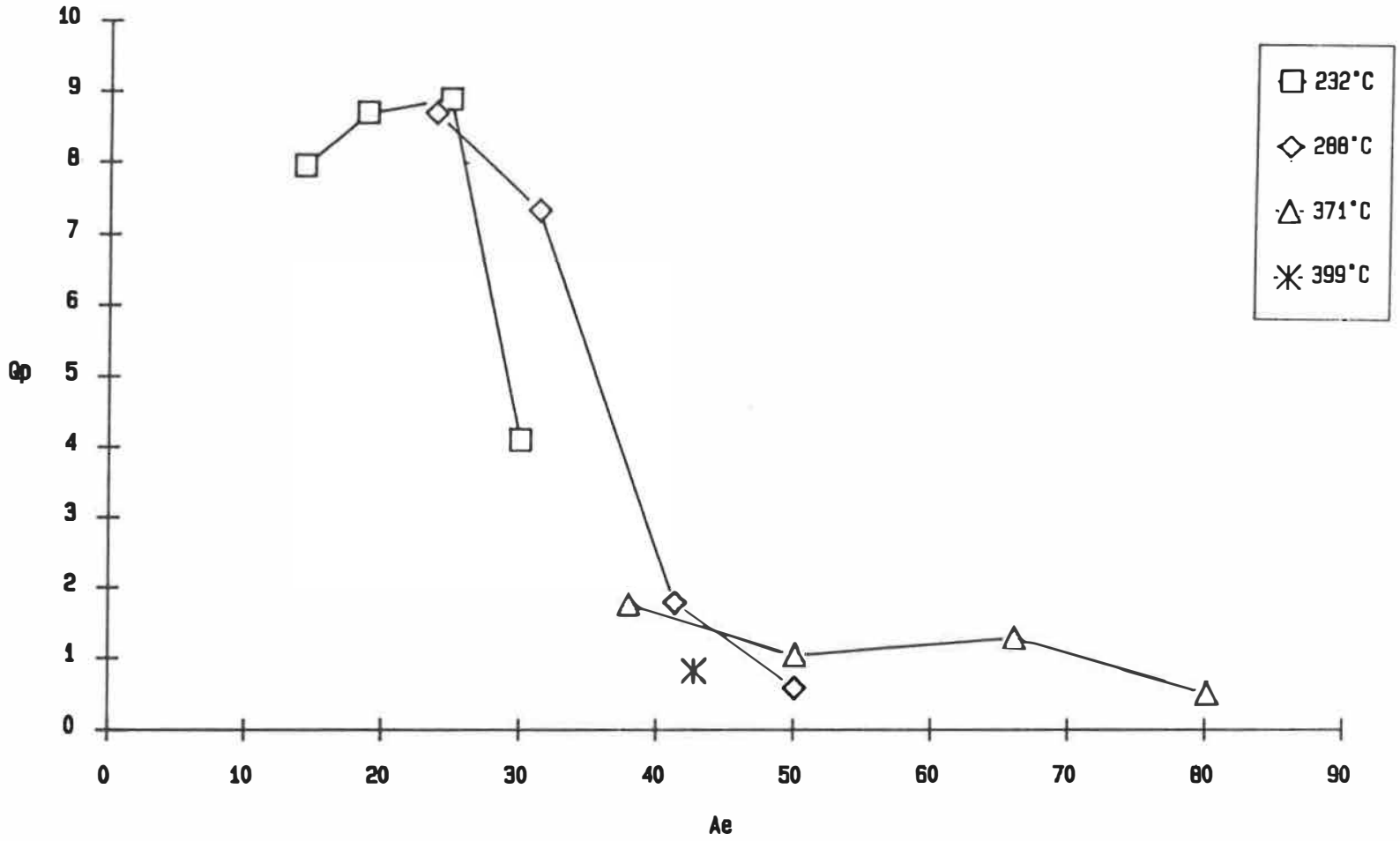

Figure 9: Qp vs Ae - Matériau A1

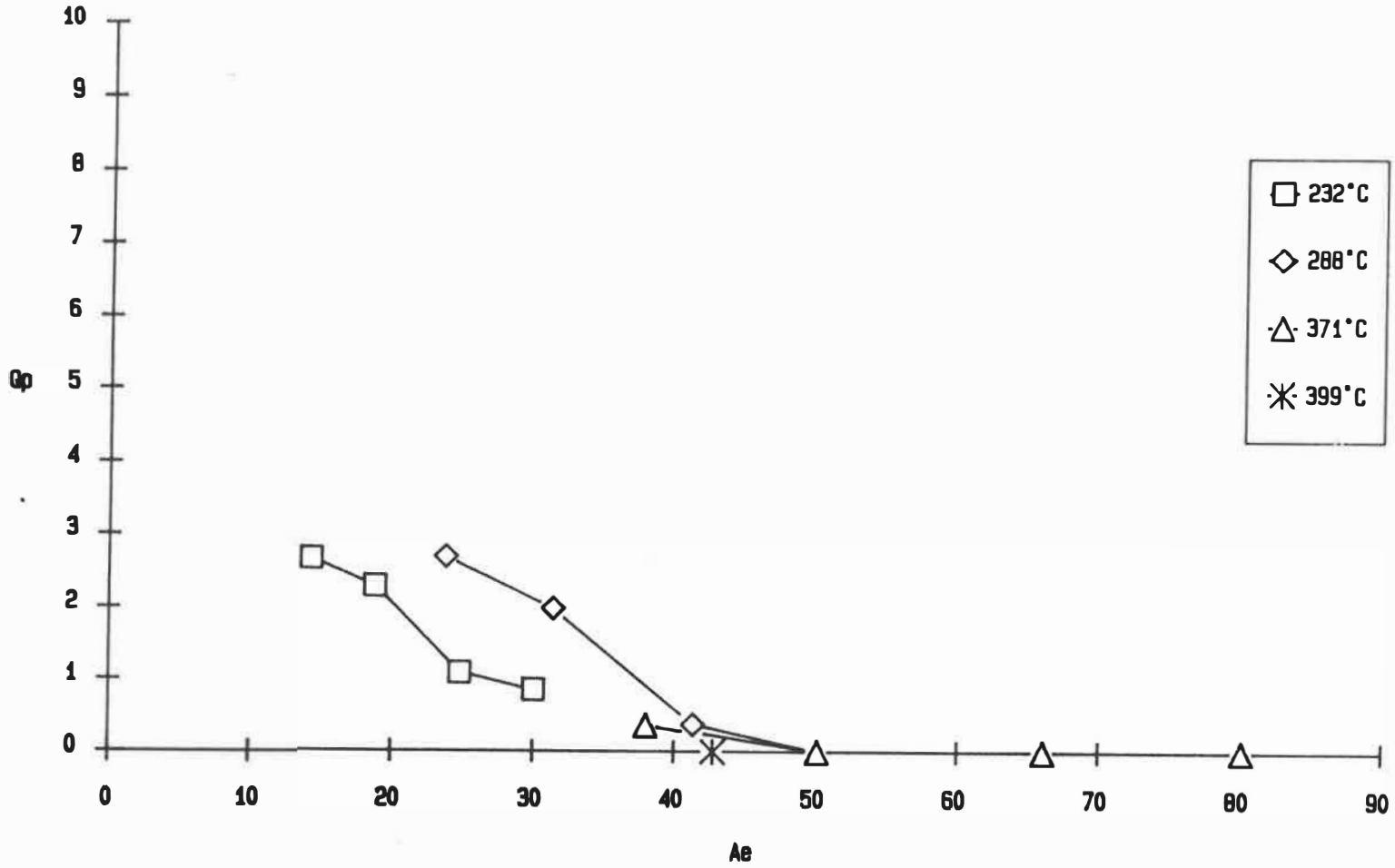

Figure 10: Qp vs Ae - Matériau N1

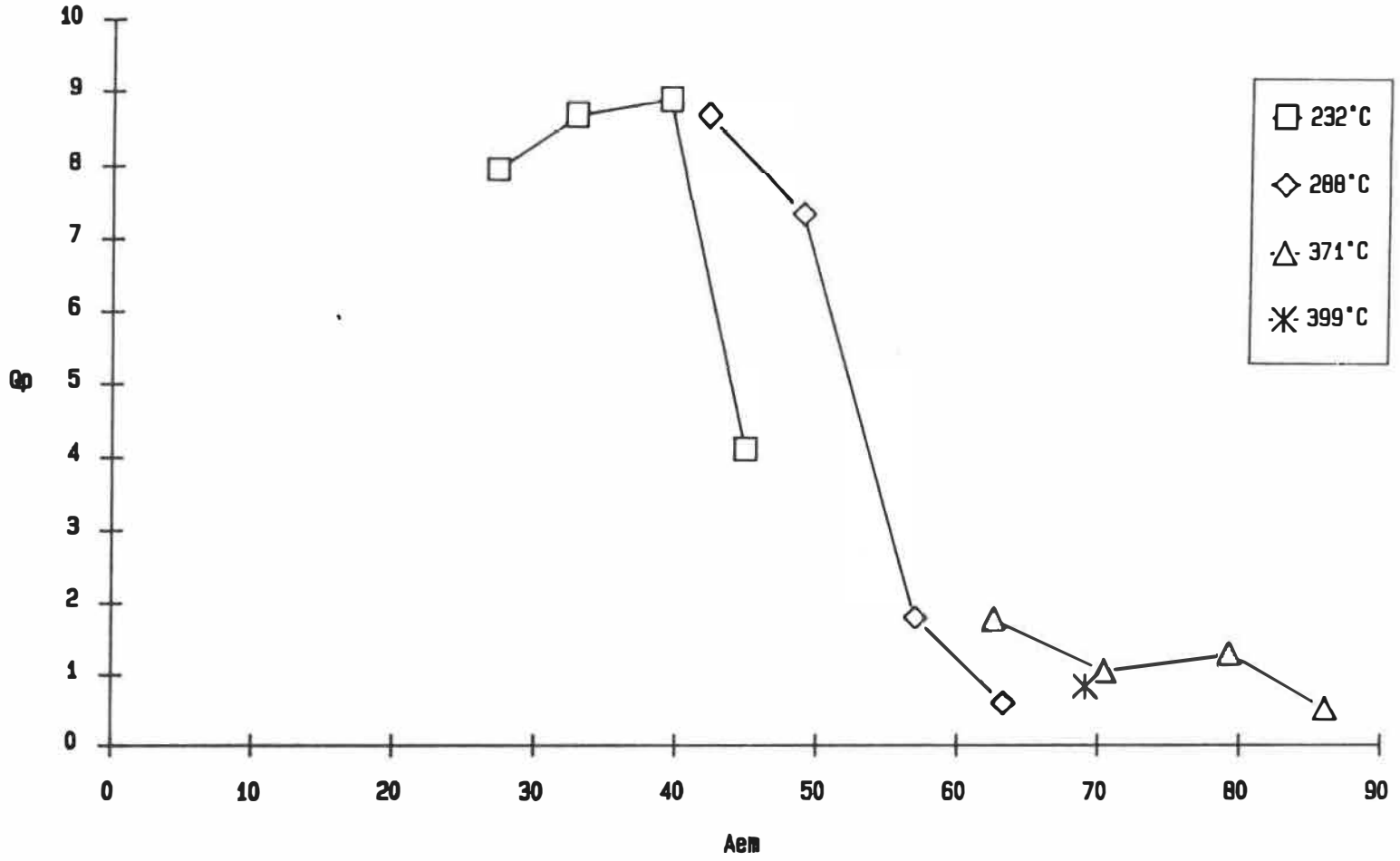

Figure 11: Qp vs Aem - Matériau A1

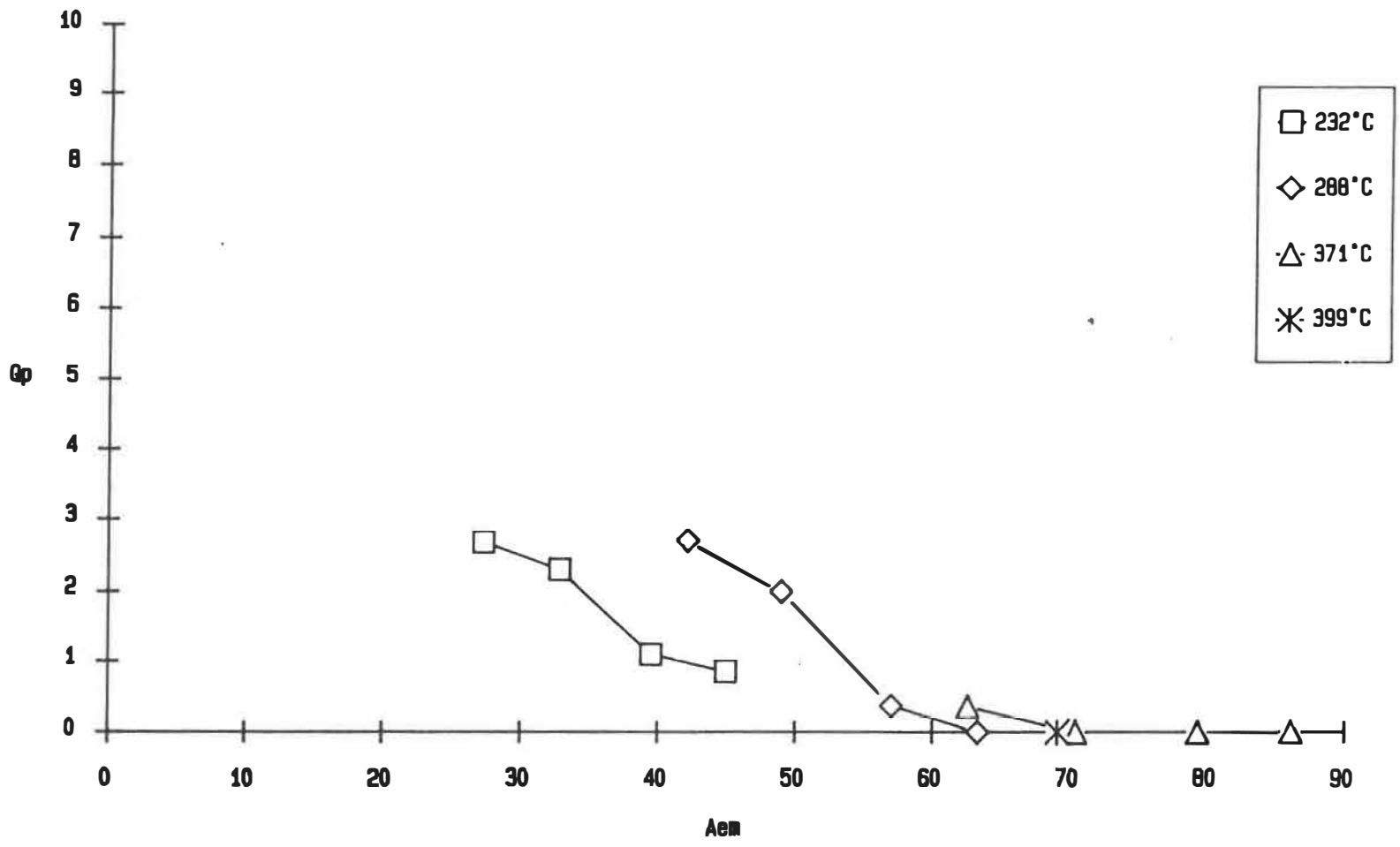

Figure 12: Qp vs Aem - Matériau N1

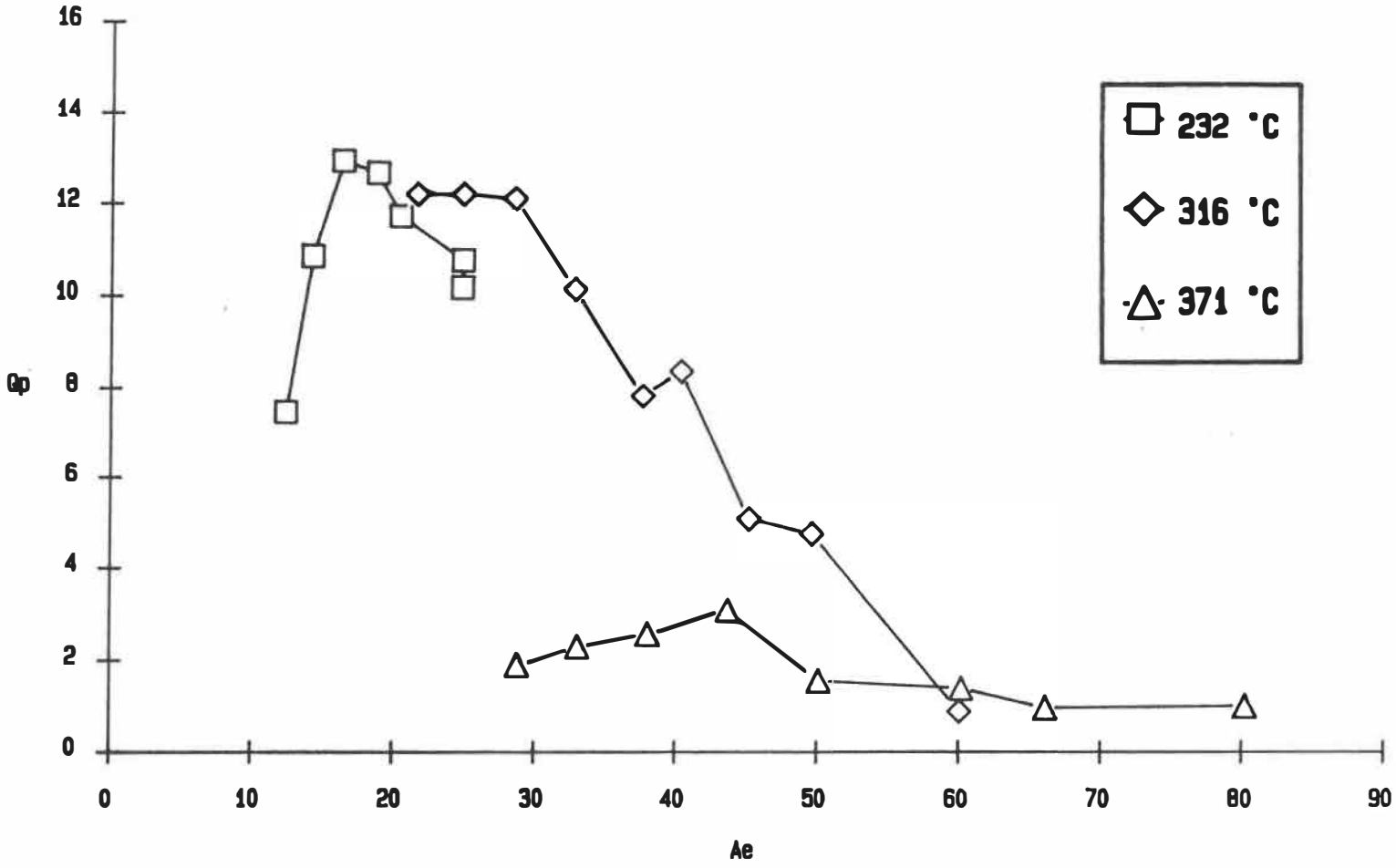

Figure 13: Qp vs Ae - Matériau A8

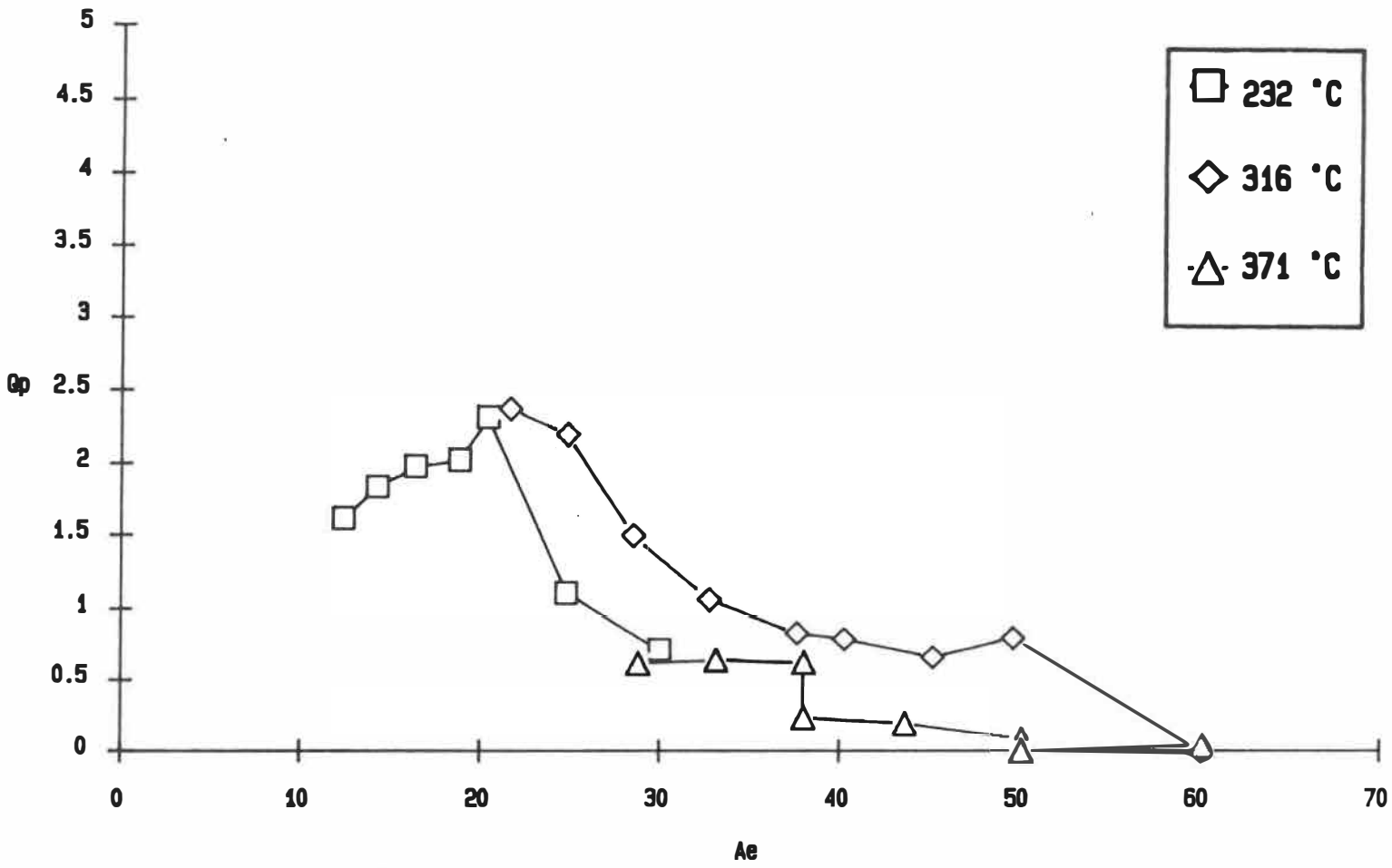

Figure 14: Qp vs Ae - Matériau N5

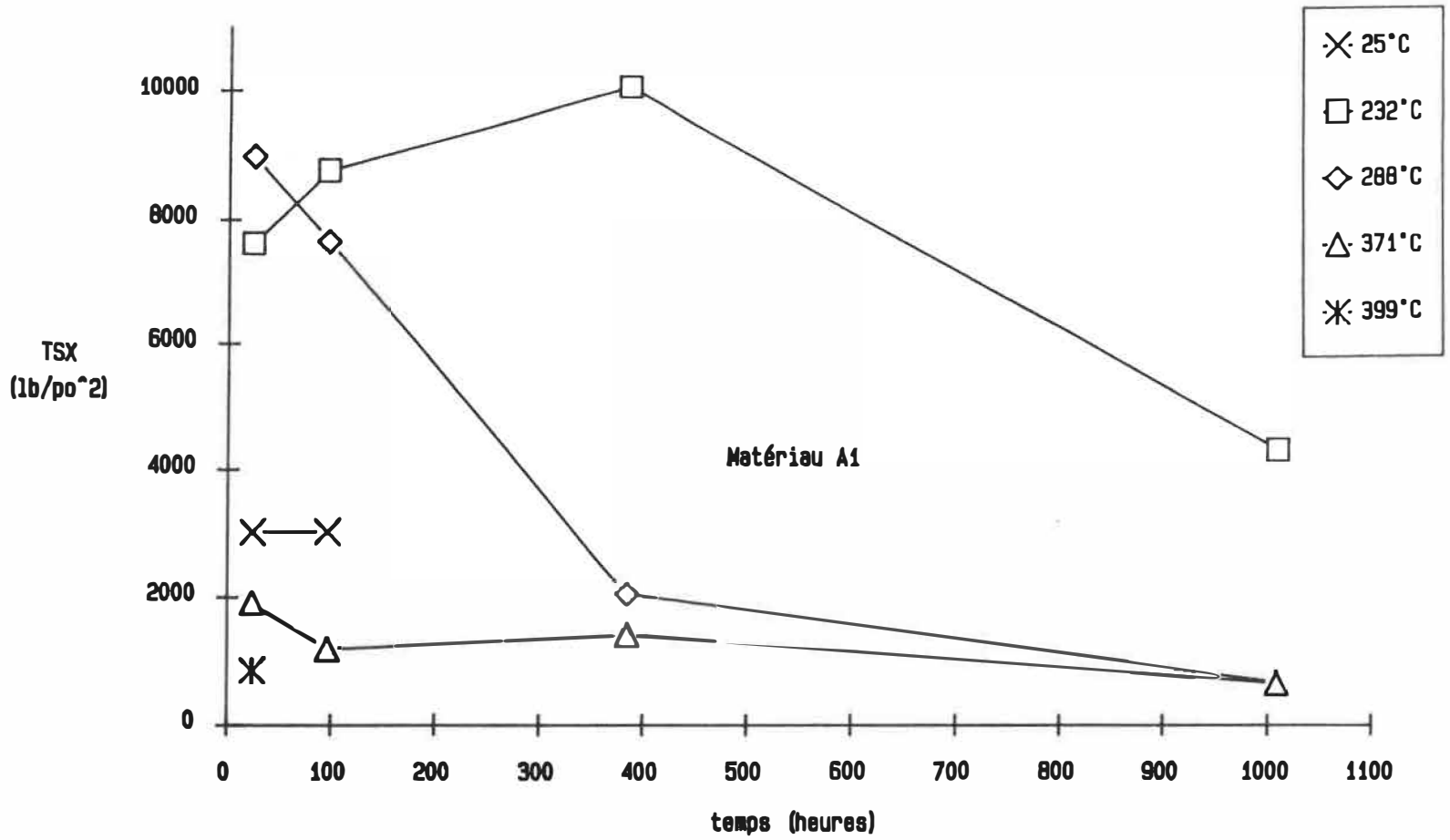

Figure 15: Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau A1

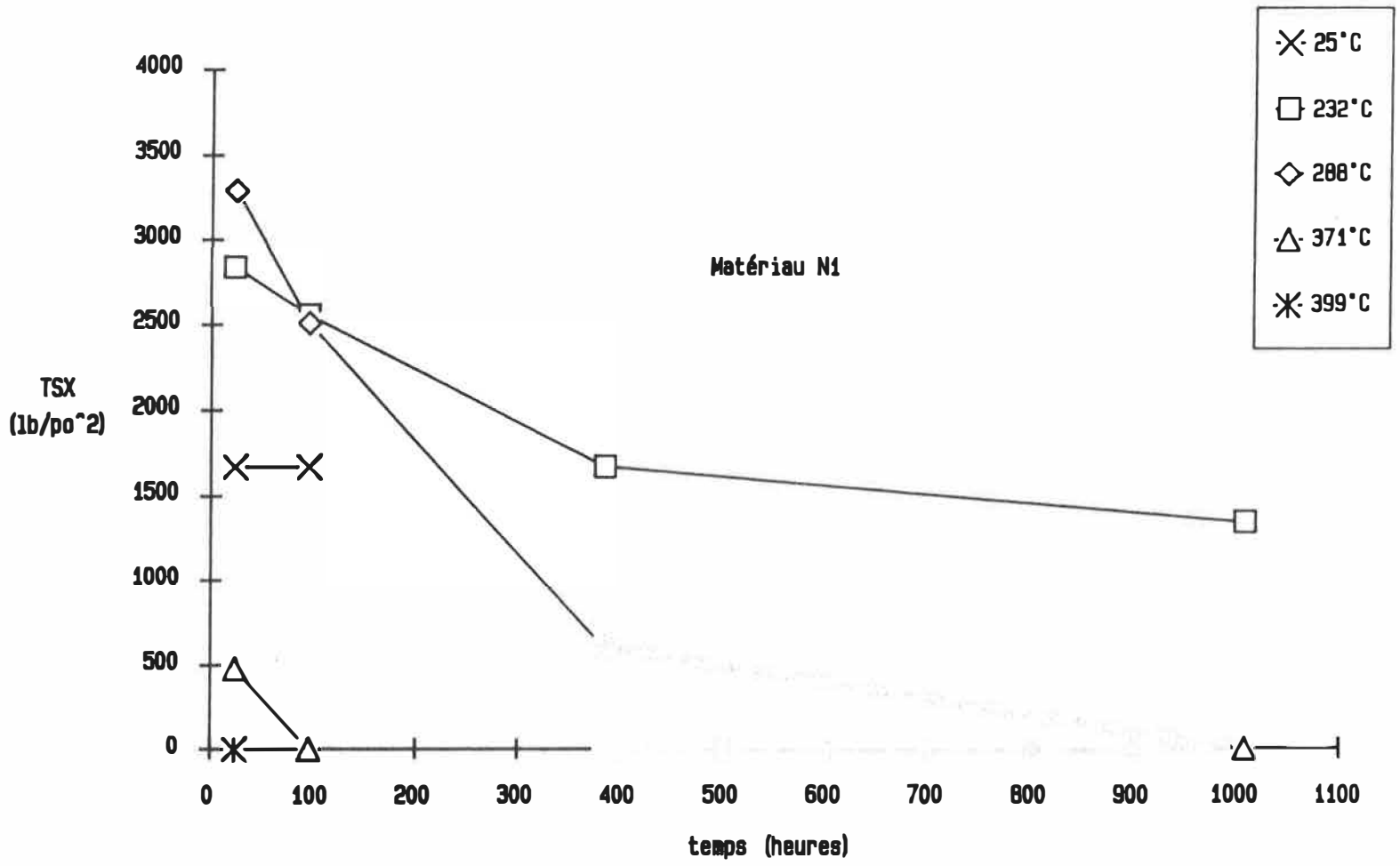

Figure 16: Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau N1

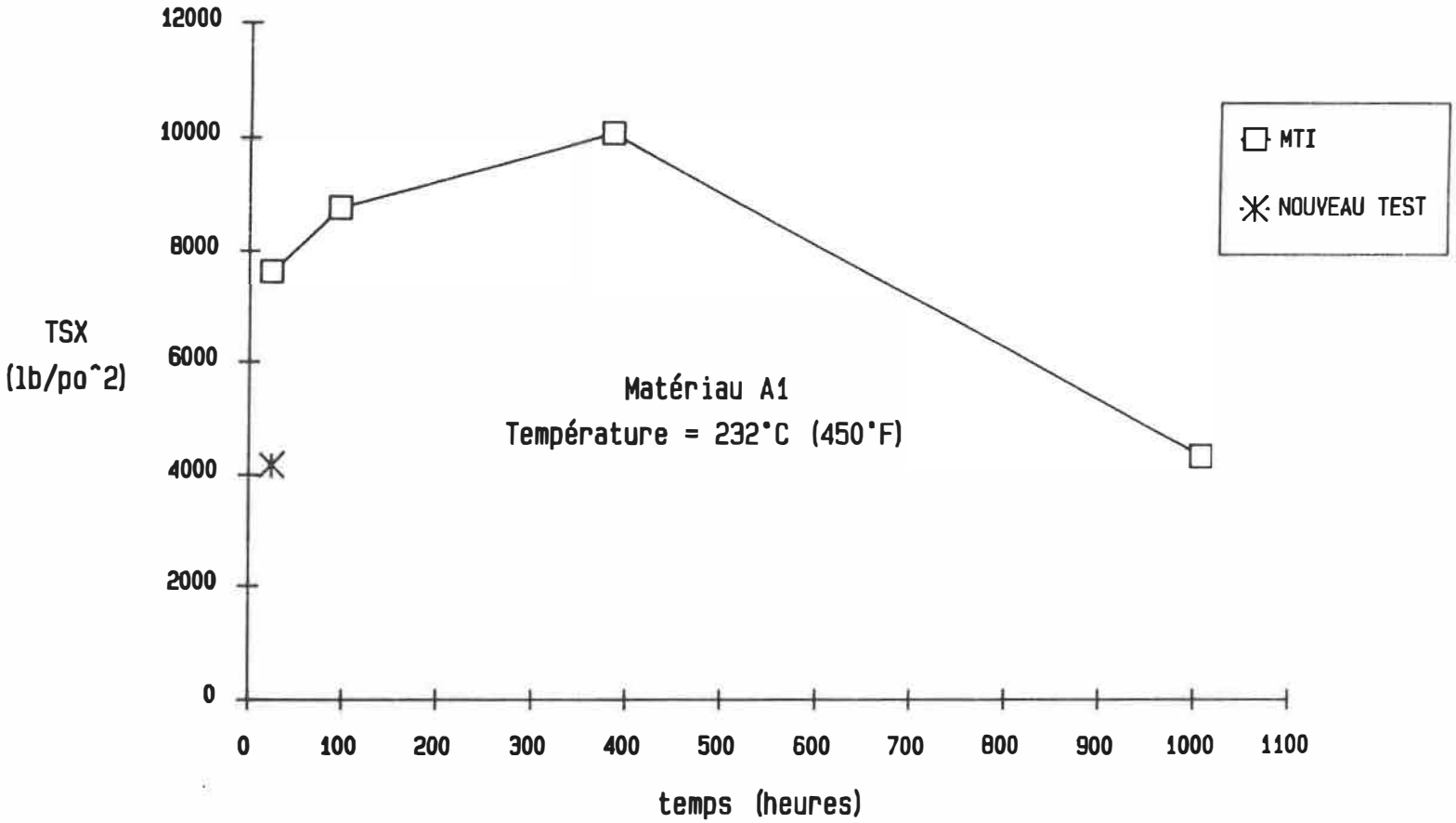

Figure 17: Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau A1 - Nouveau test

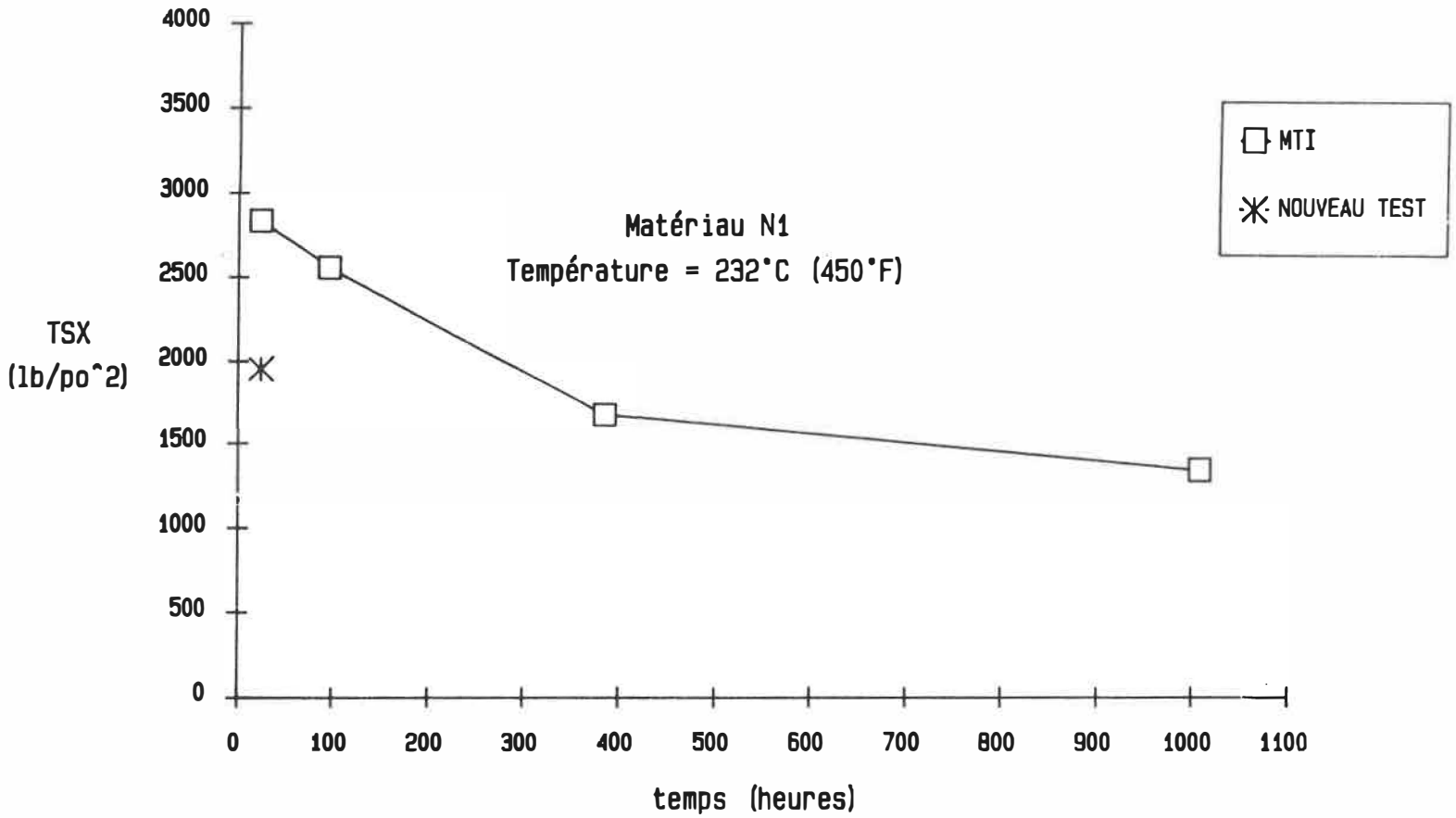

Figure 18: Contrainte de rupture vs temps de vieillissement - Matériau N1 - Nouveau test

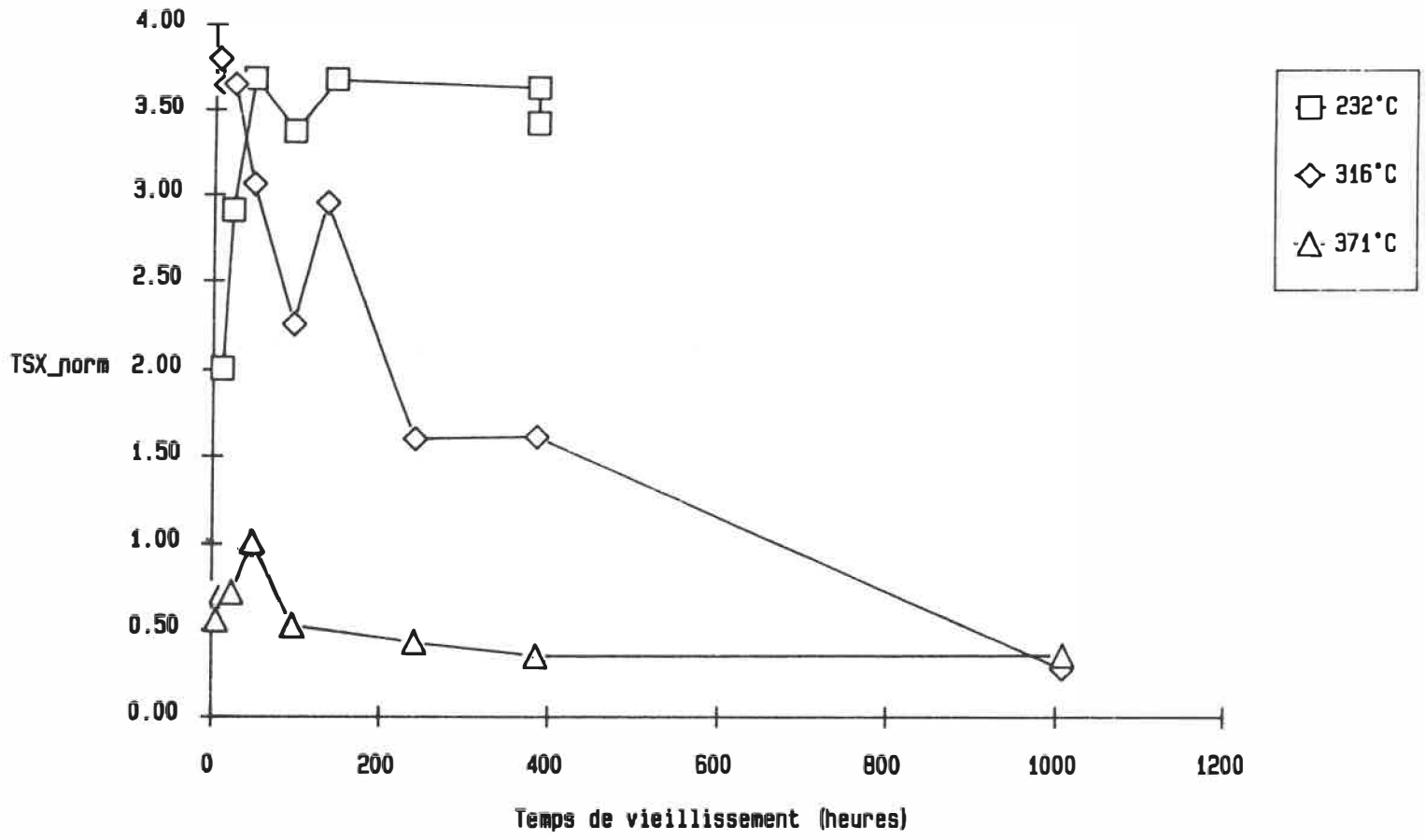

Figure 19: Contrainte de rupture normalisée vs temps de vieillissement - Matériau A8

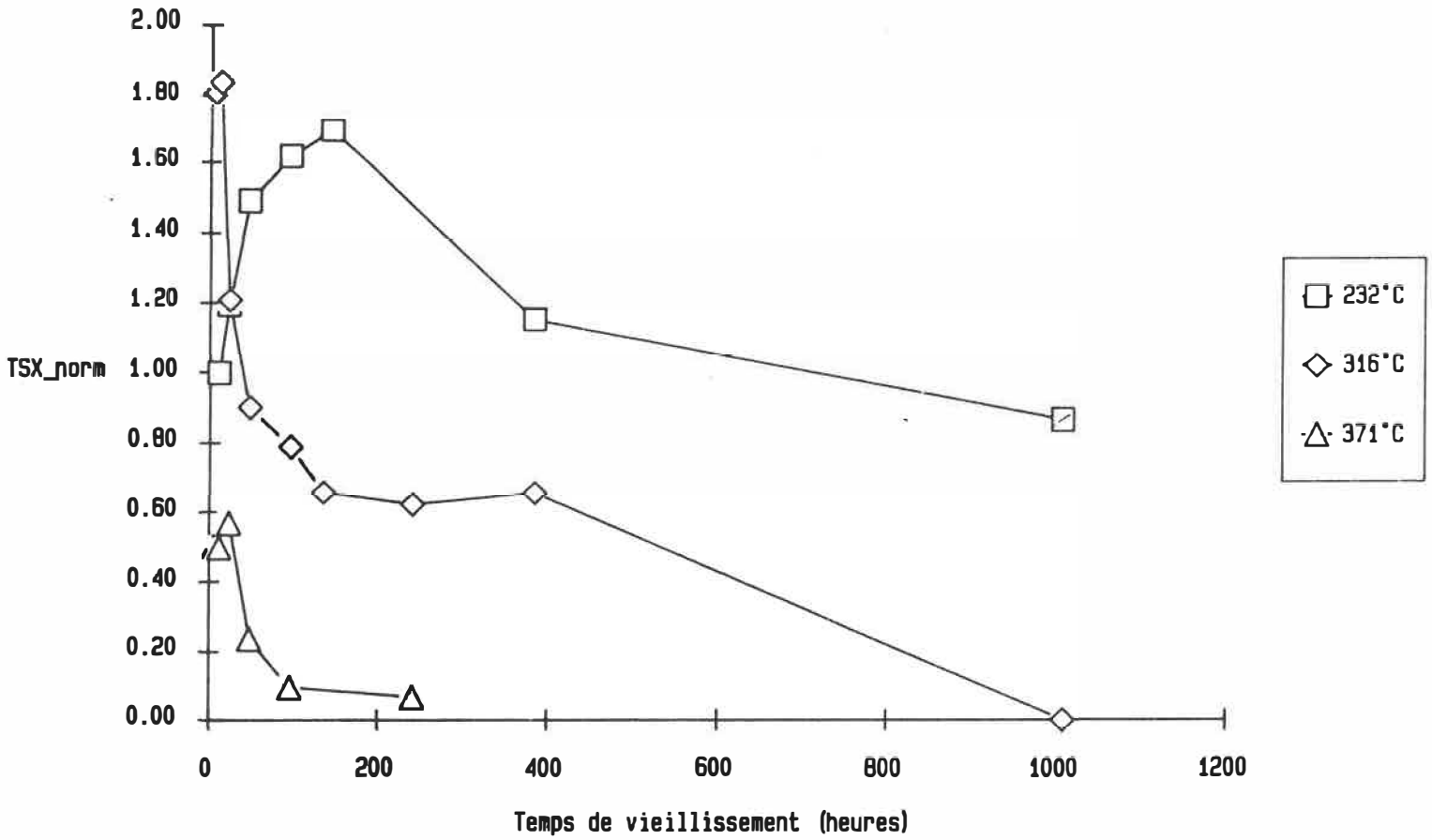

Figure 20: Contrainte de rupture normalisée vs temps de vieillissement = Matériau N5

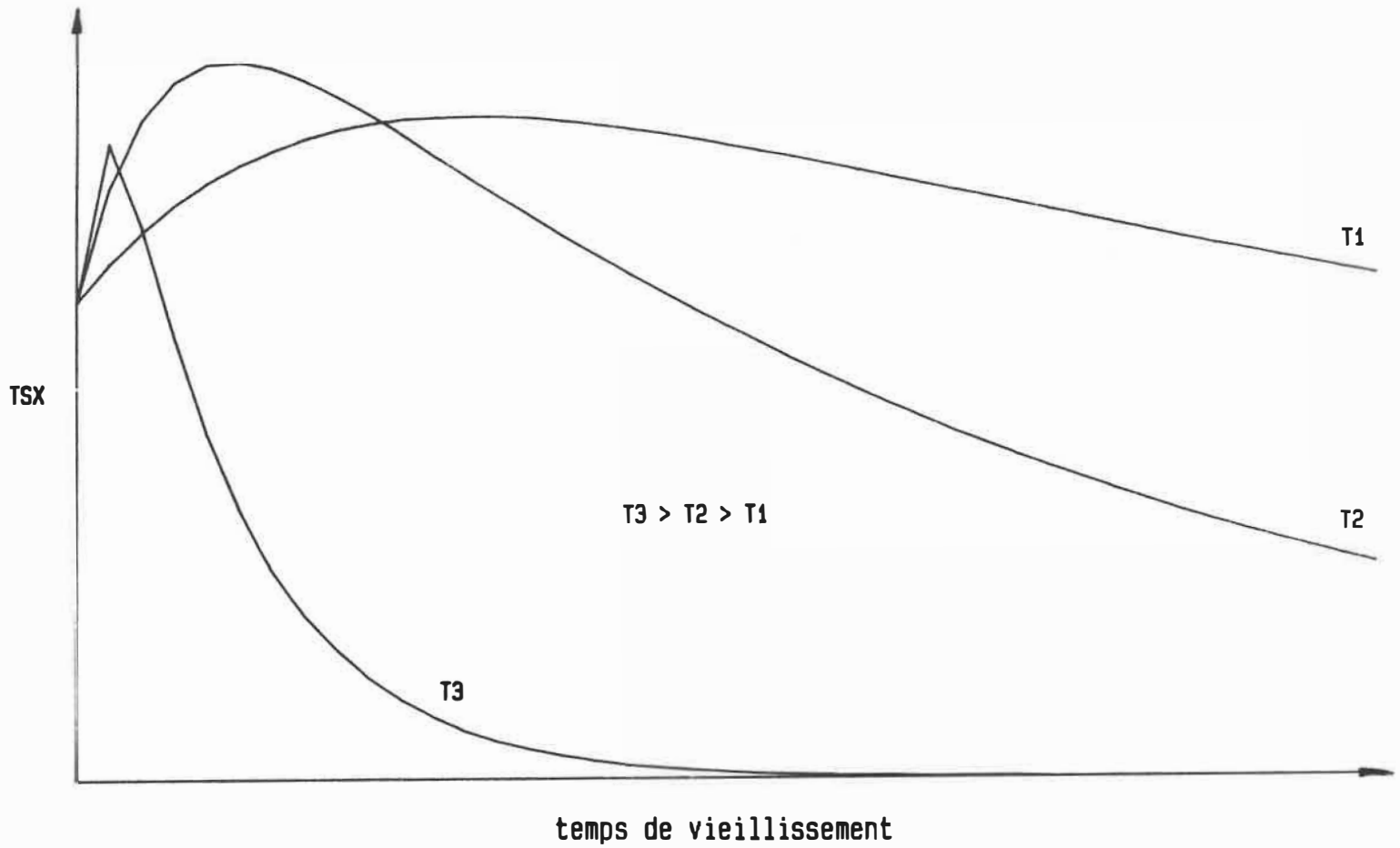

Figure 21: Courbes typiques de TSX en fonction du temps de vieillissement

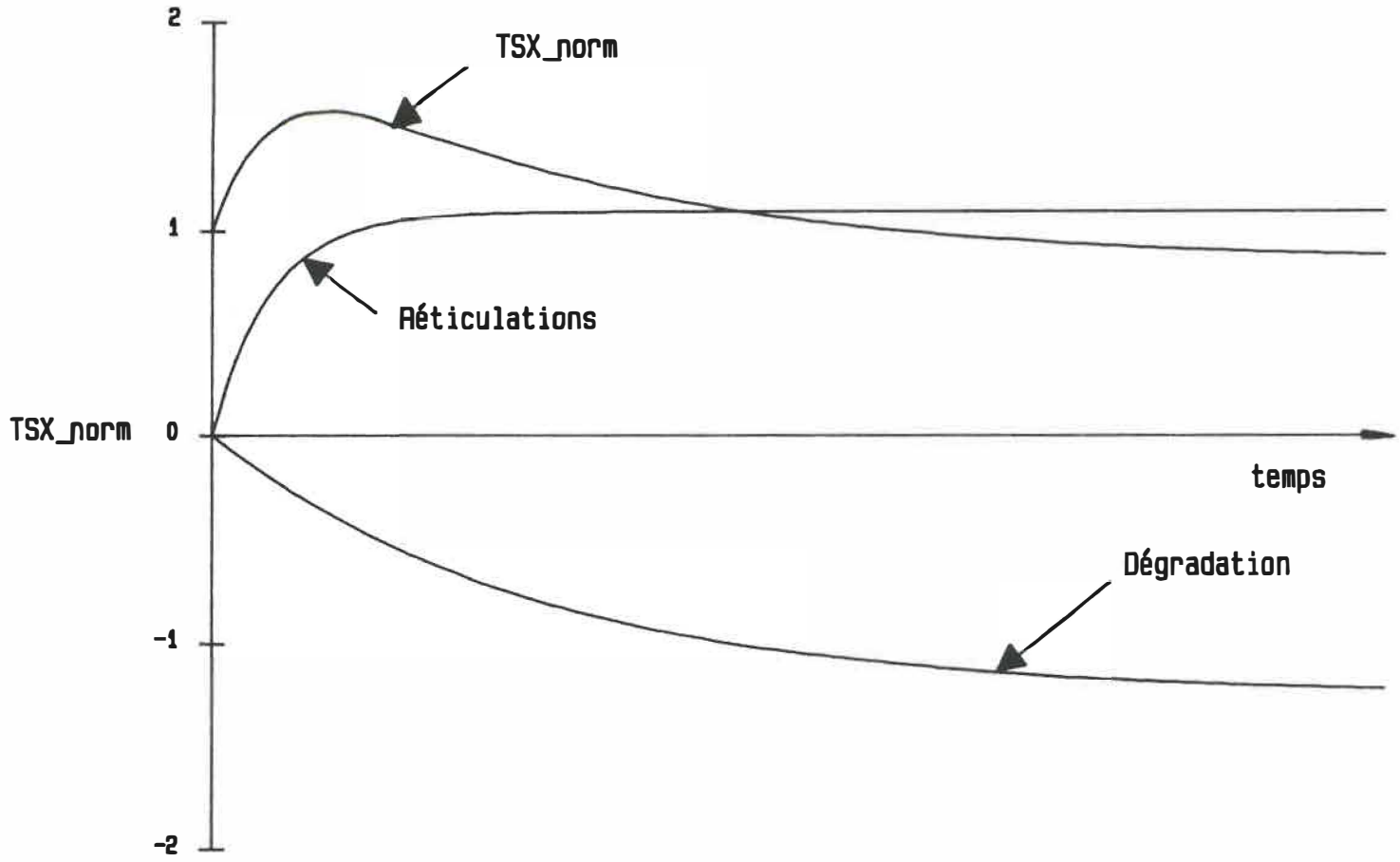

Figure 22: Séparation de la courbe de contrainte de rupture en courbe de réticulations et de dégradation

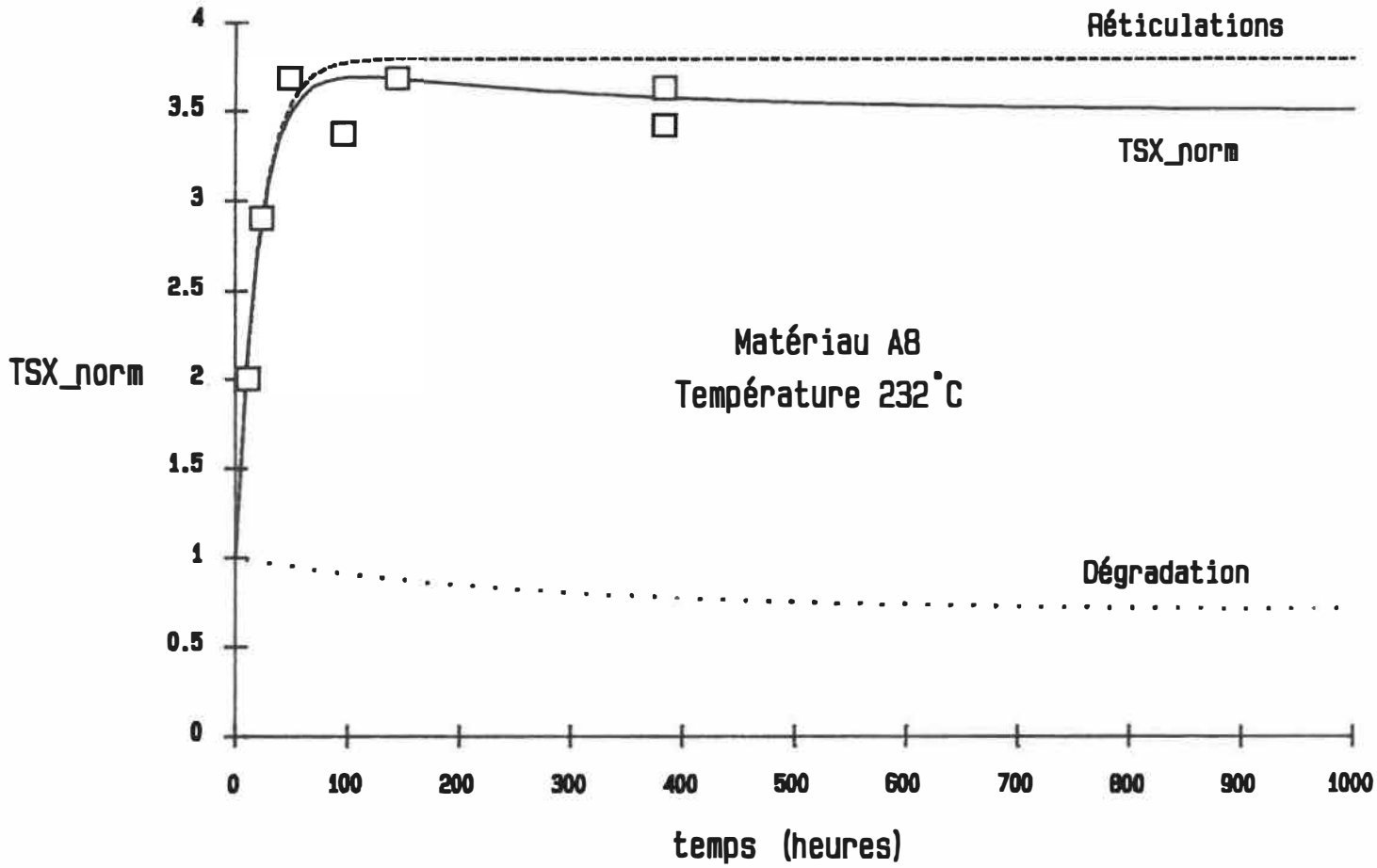

Figure 23: TSX_norm vs temps à 232°C - Matériau A8

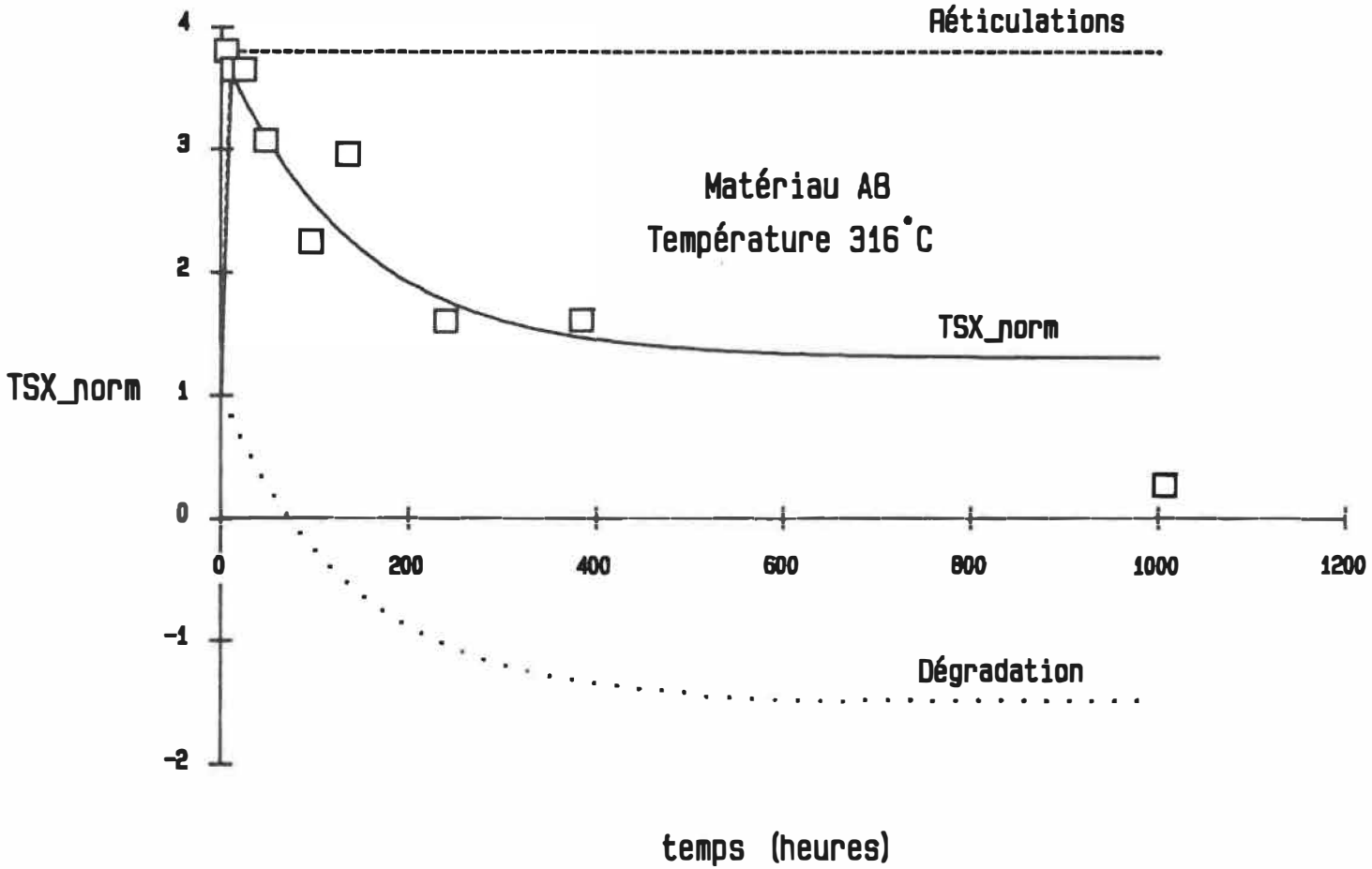

Figure 24: TSX_norm vs temps à 316°C - Matériau A8

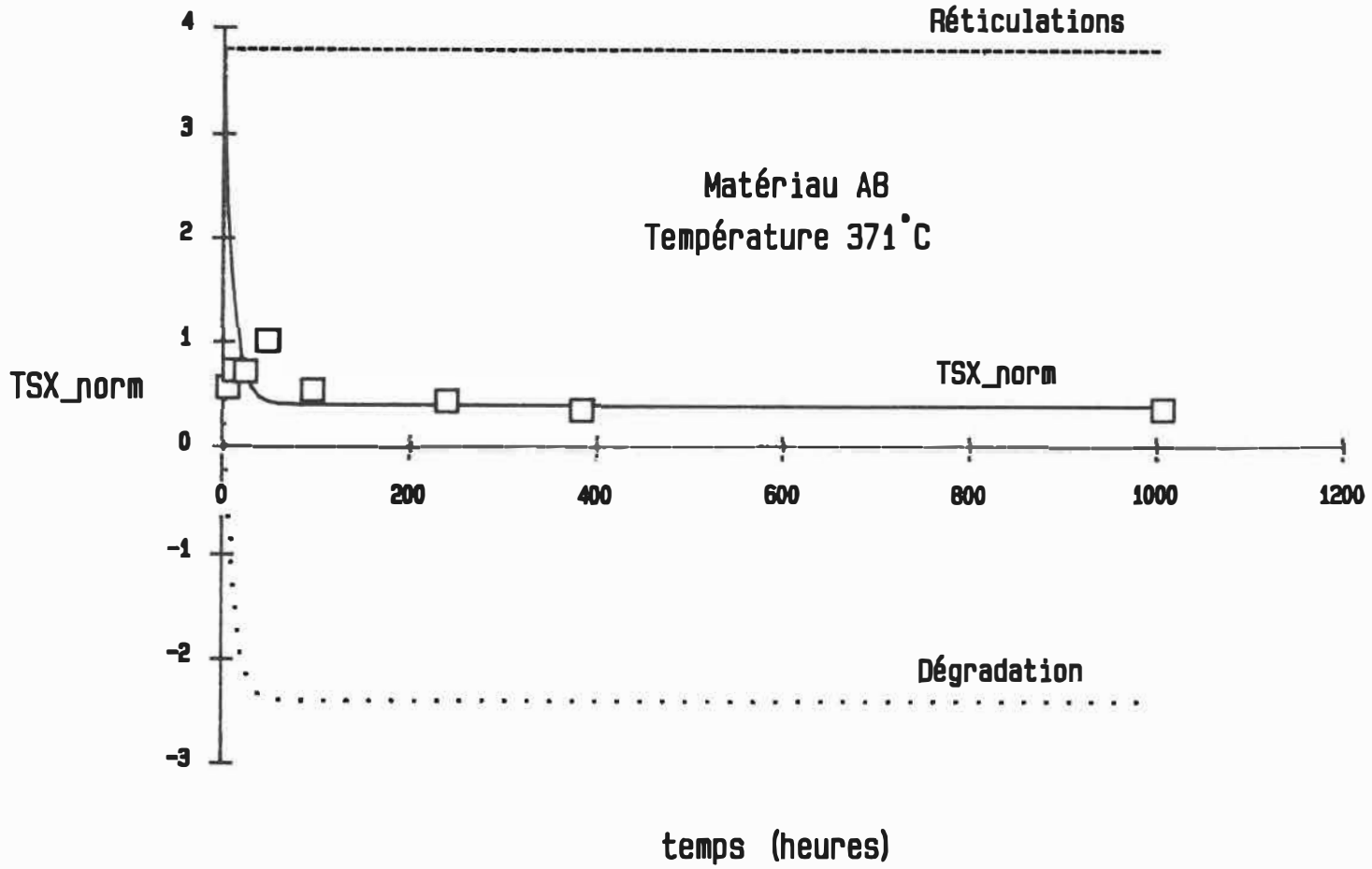

Figure 25: TSX_norm vs temps à 371°C - Matériau A8

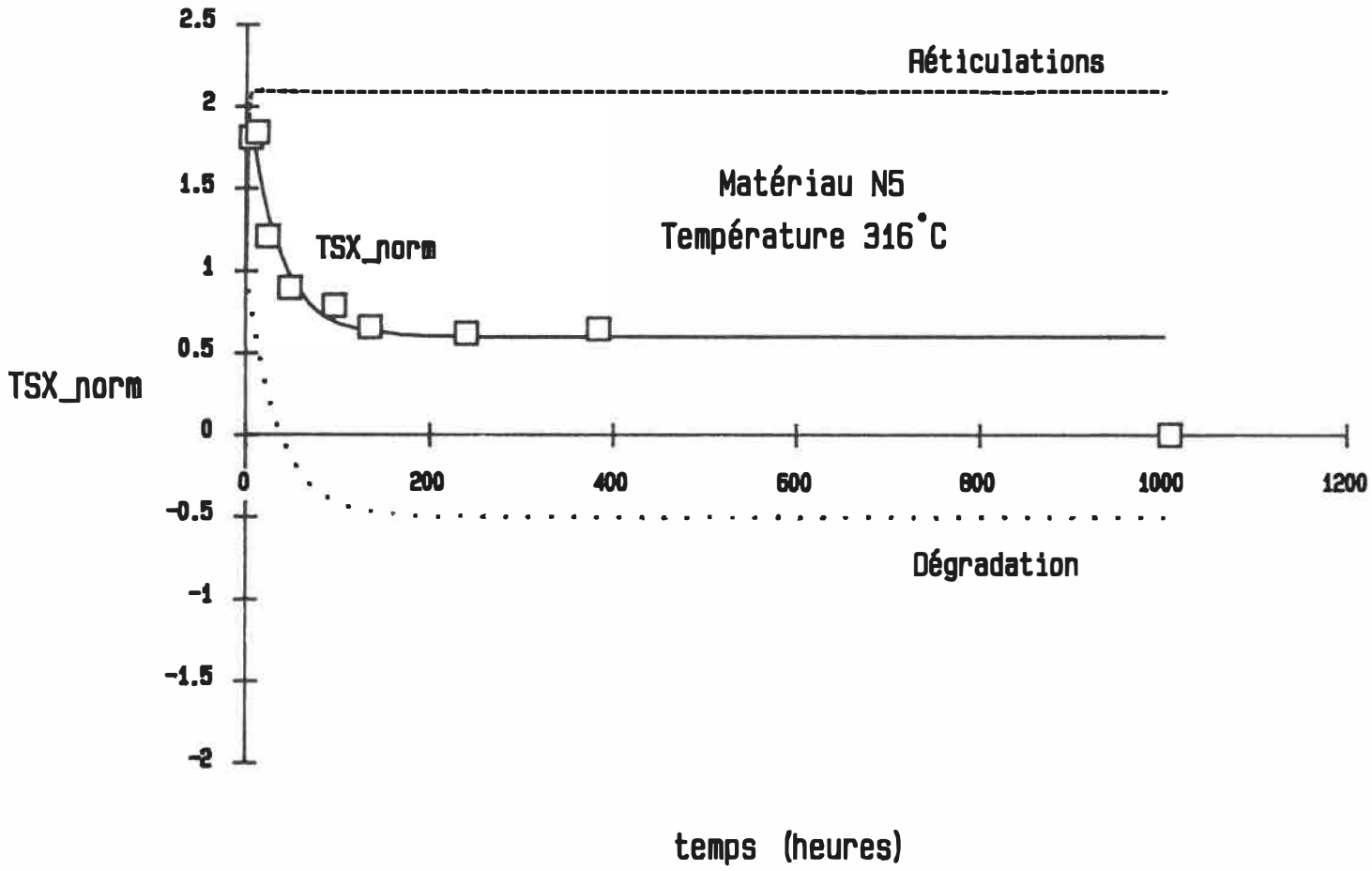

Figure 26: TSX_norm vs temps à 316°C - Matériau N5

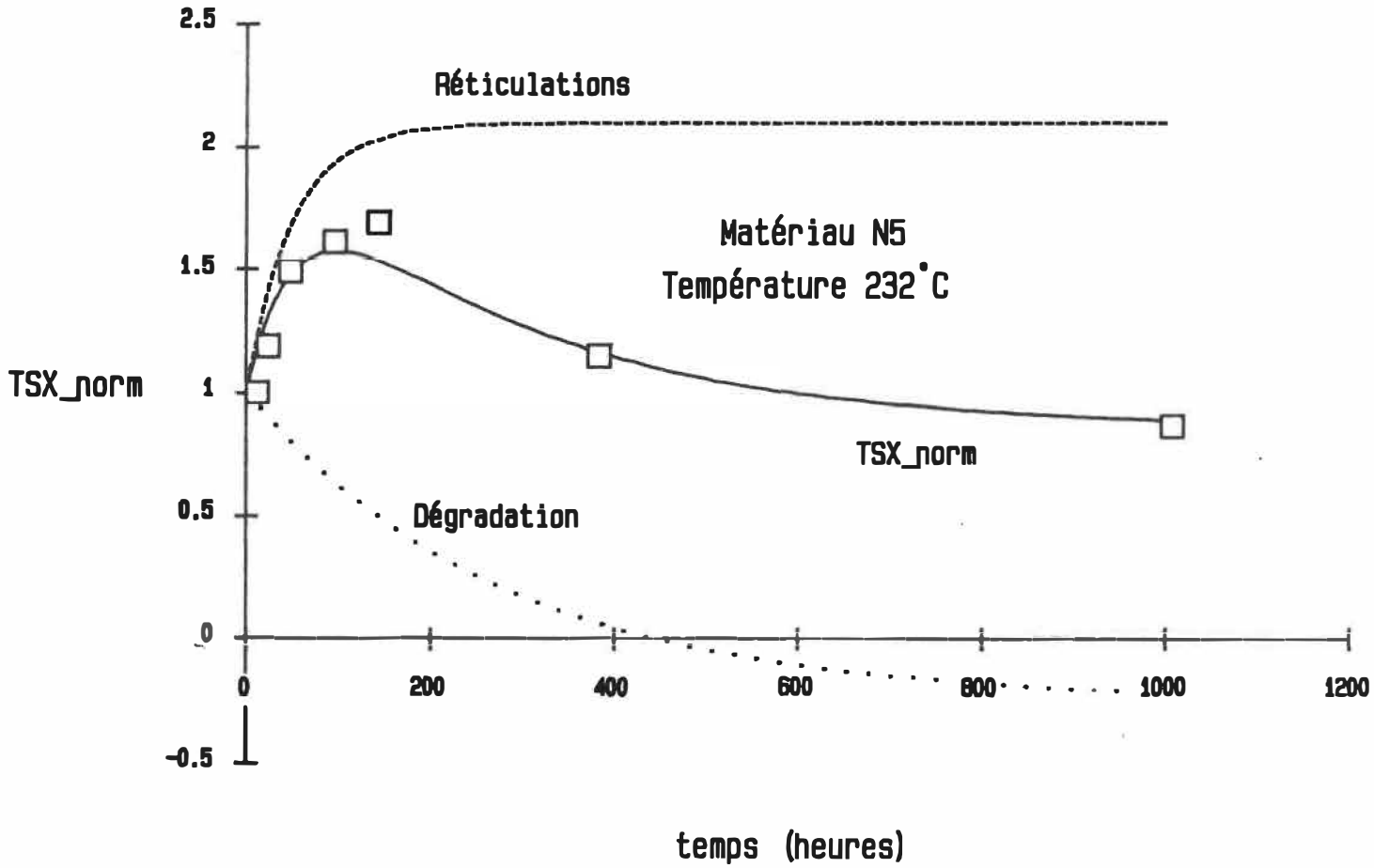

Figure 27: TSX_norm vs temps à 232°C - Matériau N5

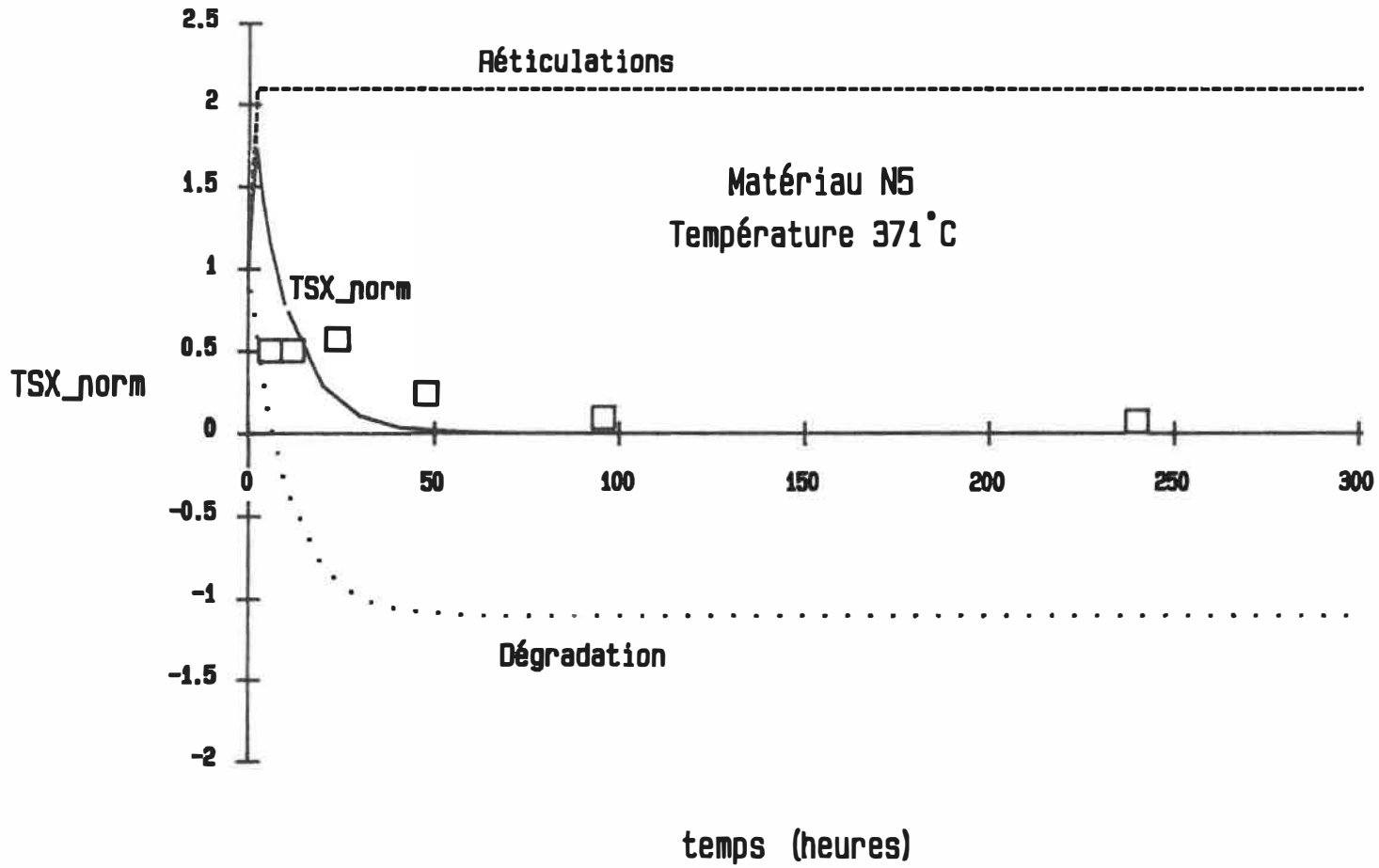

Figure 28: TSX_norm vs temps à 371°C - Matériau N5

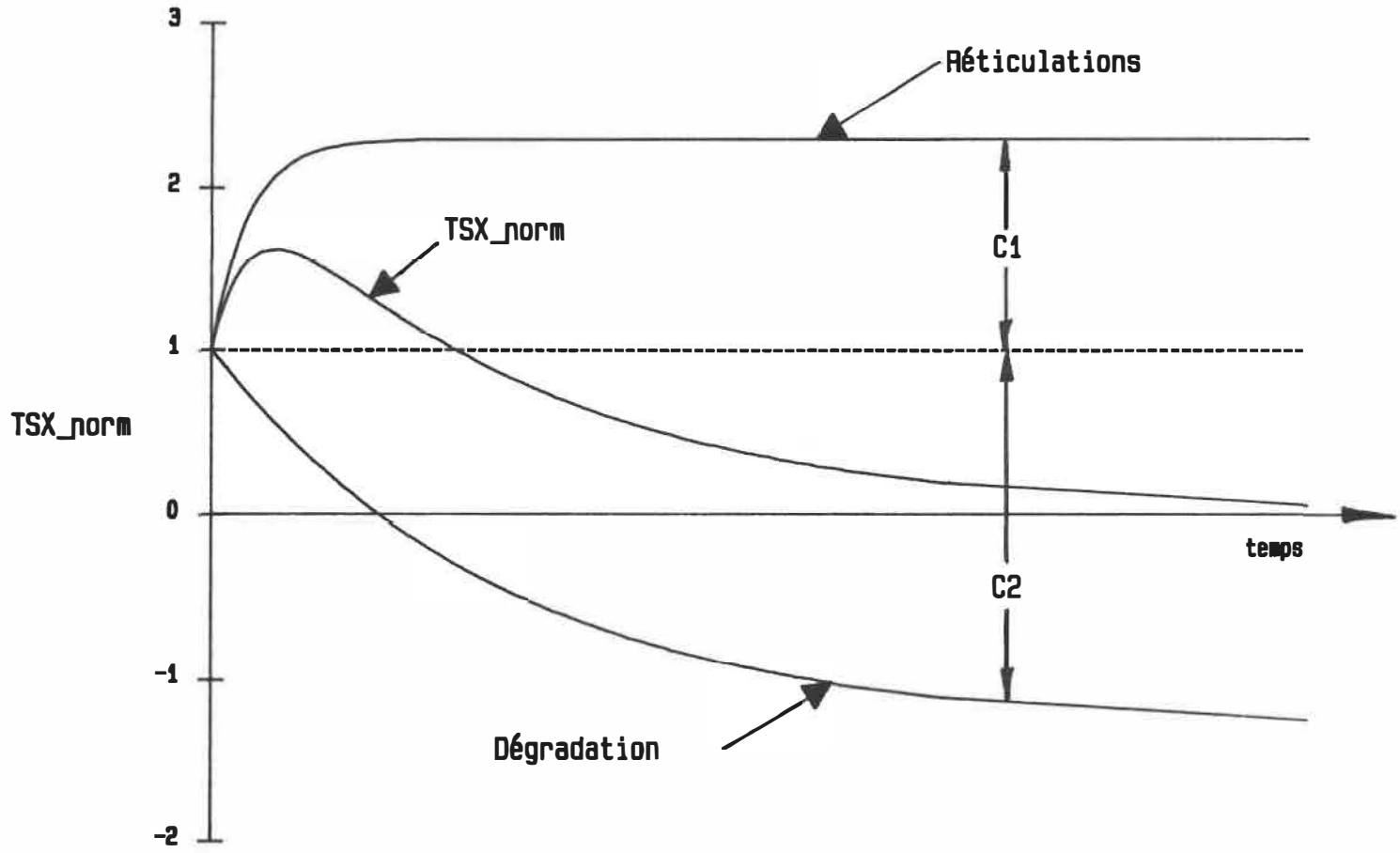

Figure 29: Dégradation maximale et TSX_norm

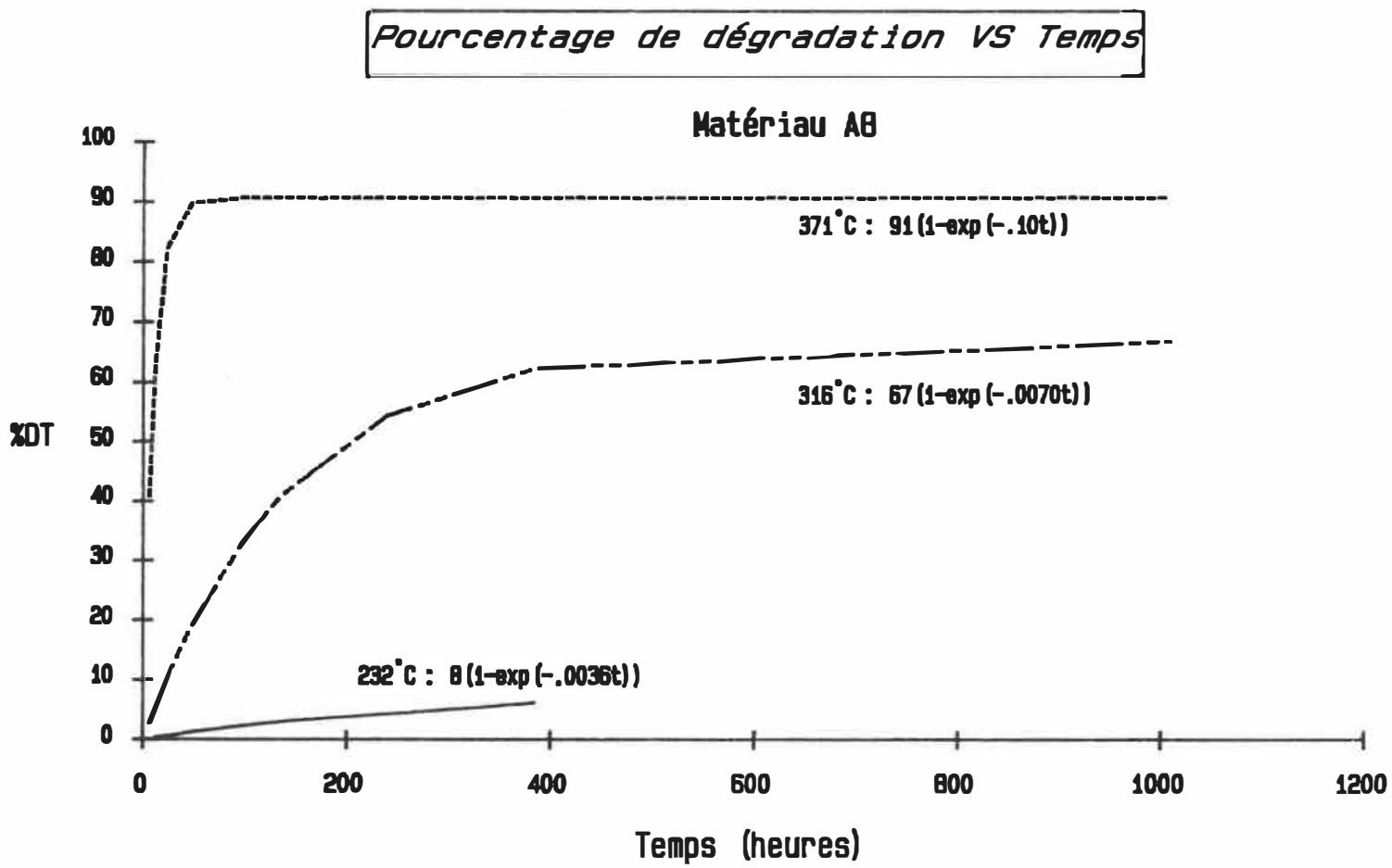

Figure 30: Pourcentage de dégradation thermique vs temps pour A8

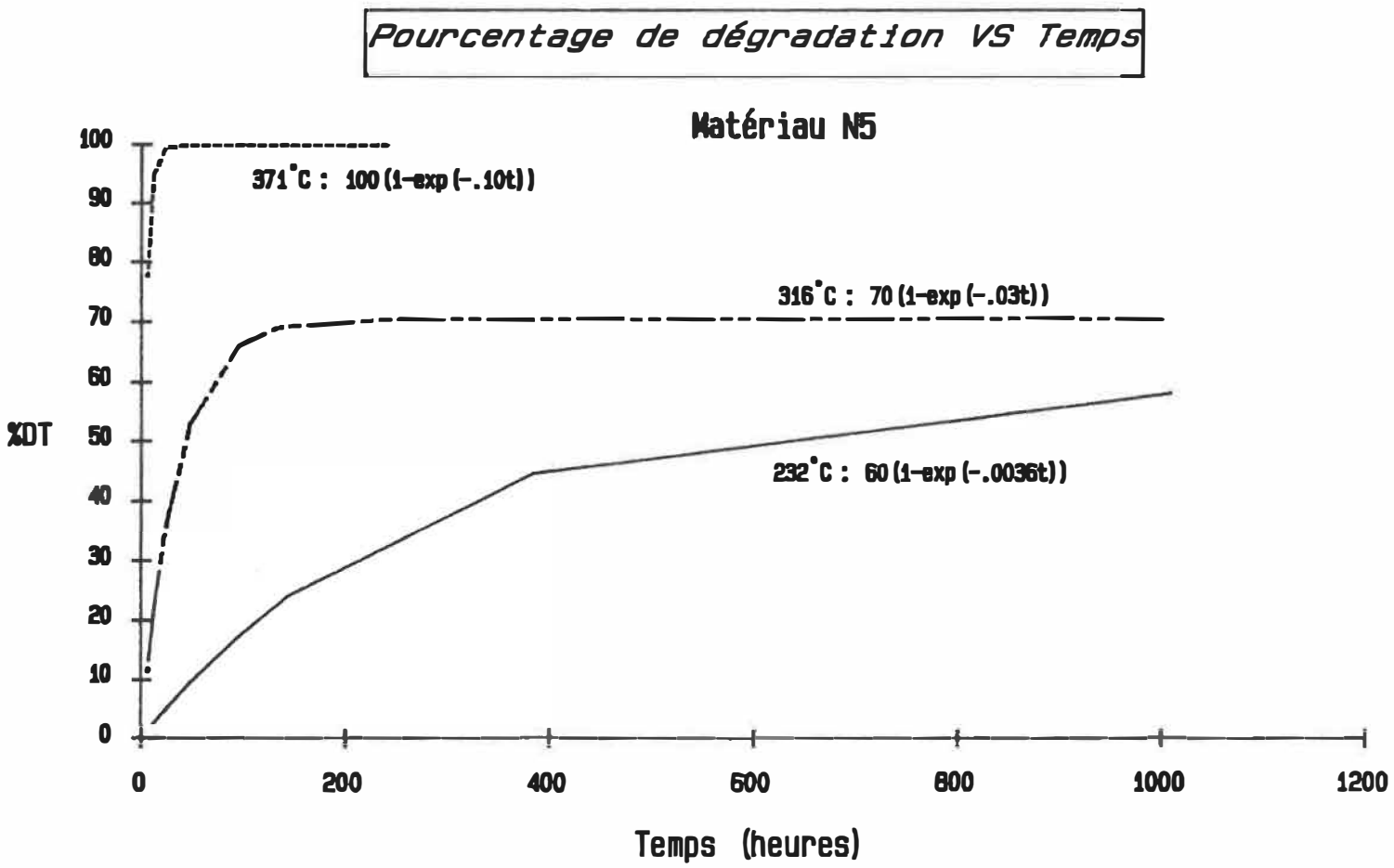

Figure 31: Pourcentage de dégradation thermique vs temps pour N5

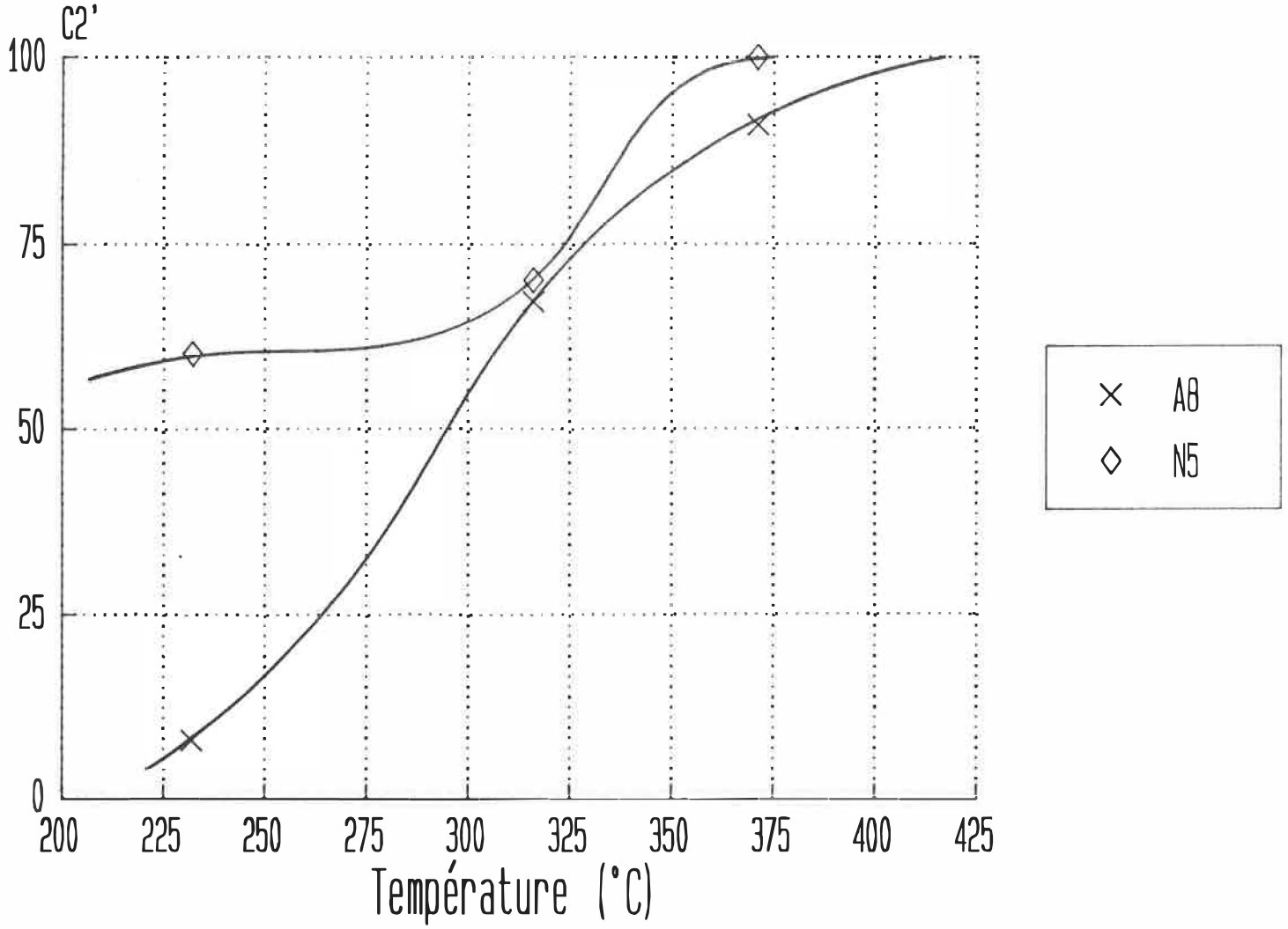

Figure 32: Asymptotes de dégradation thermique vs température

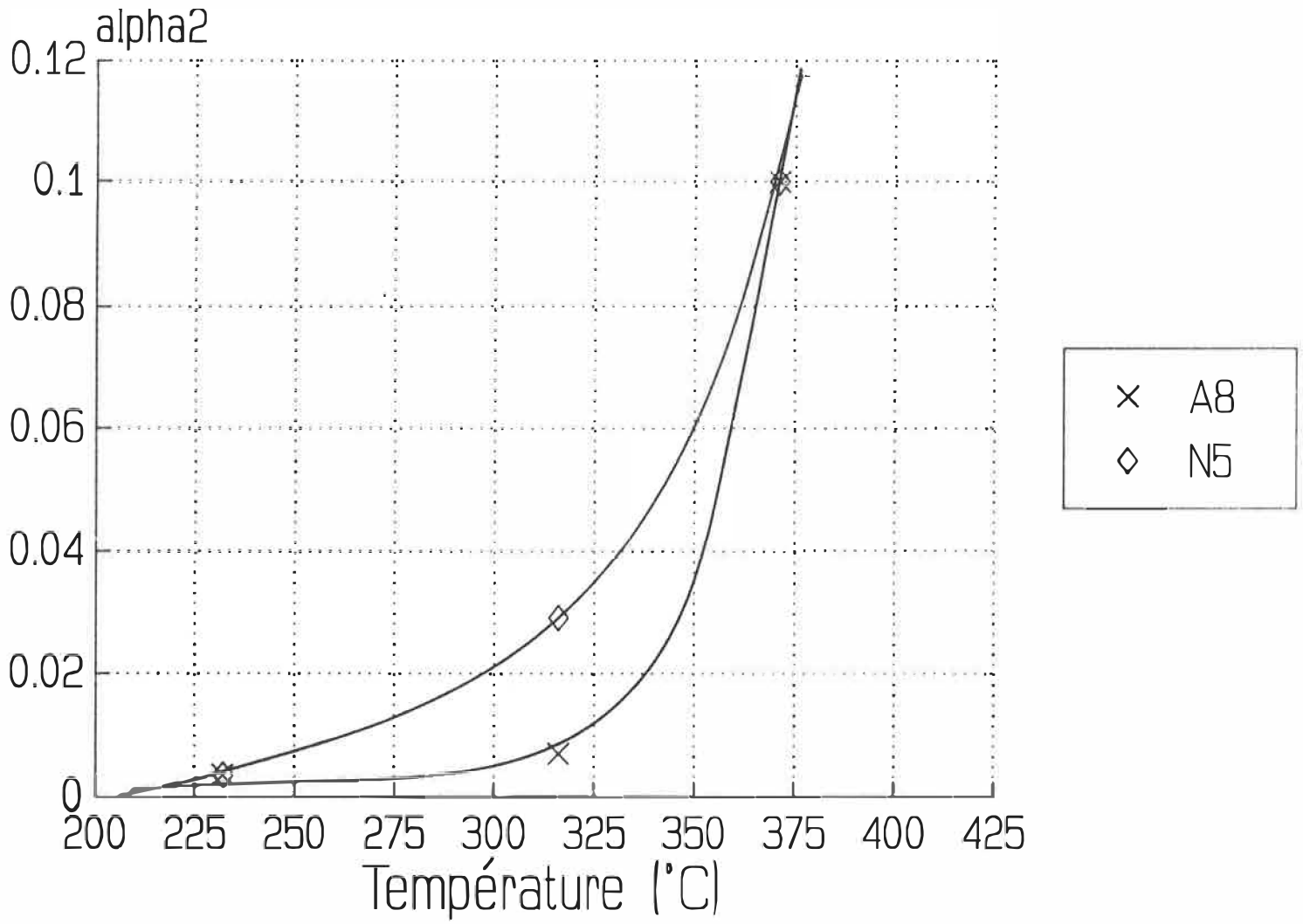

Figure 33: Constantes de temps de la courbe de dégradation vs température

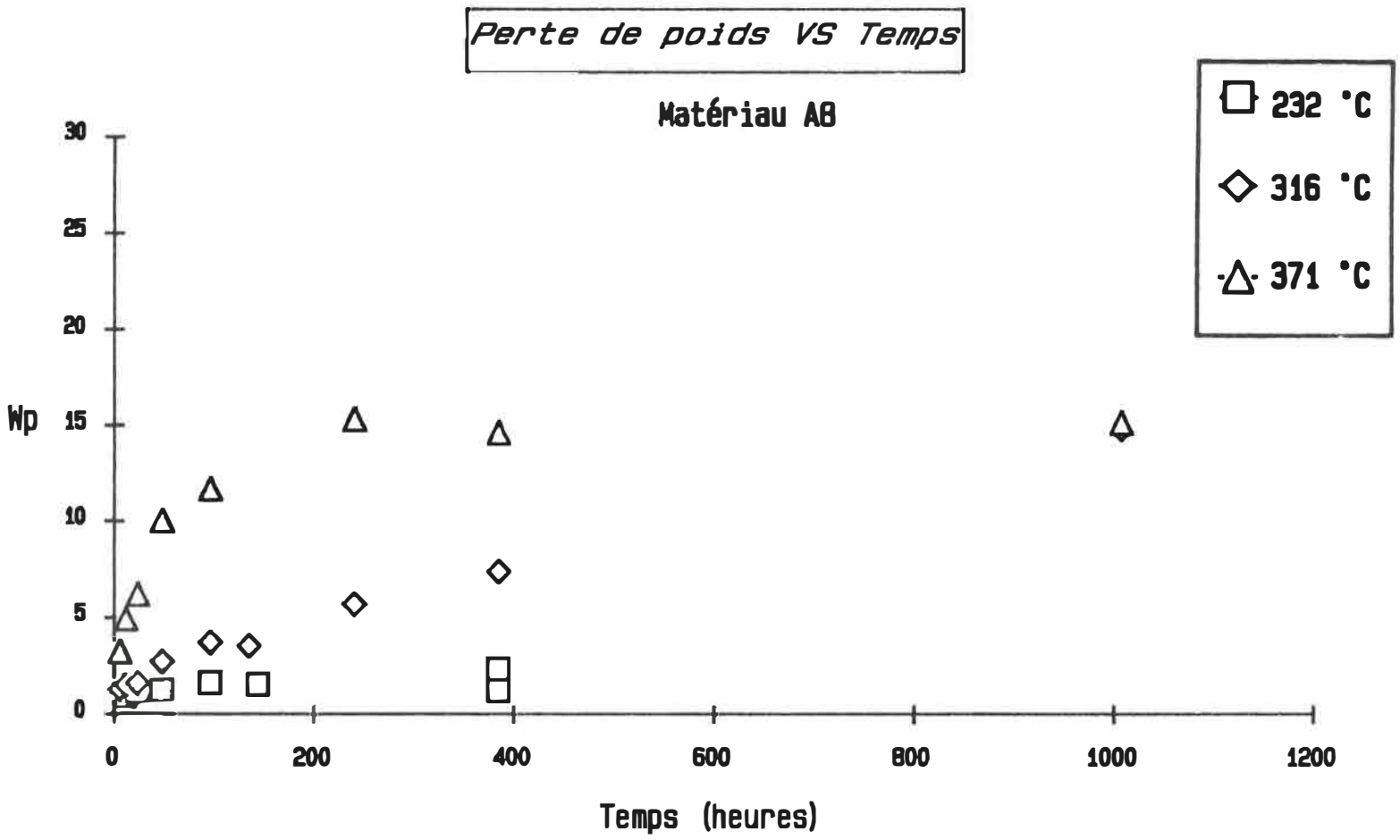

Figure 34: Perte de poids vs temps pour A8

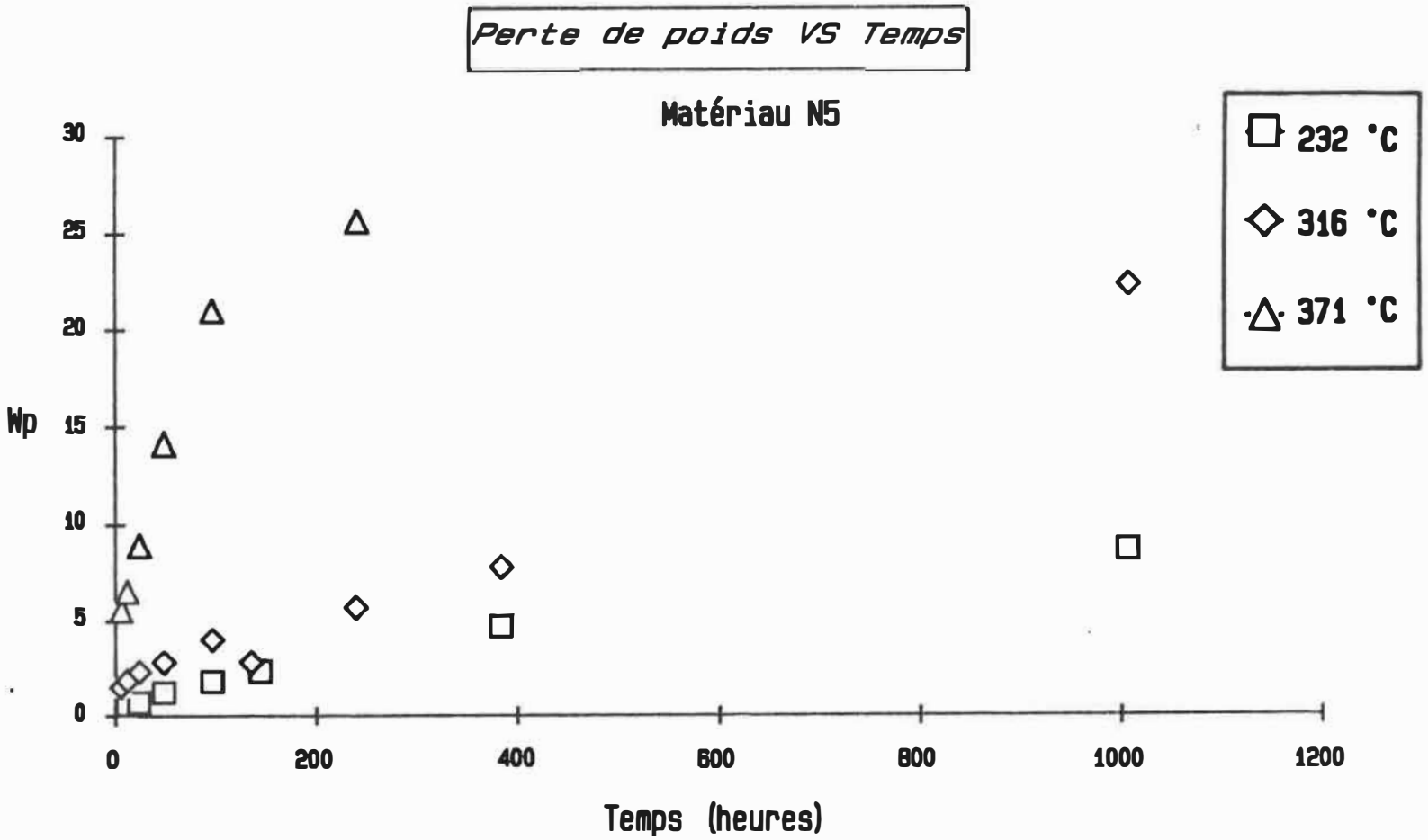

Figure 35: Perte de poids vs temps pour N5

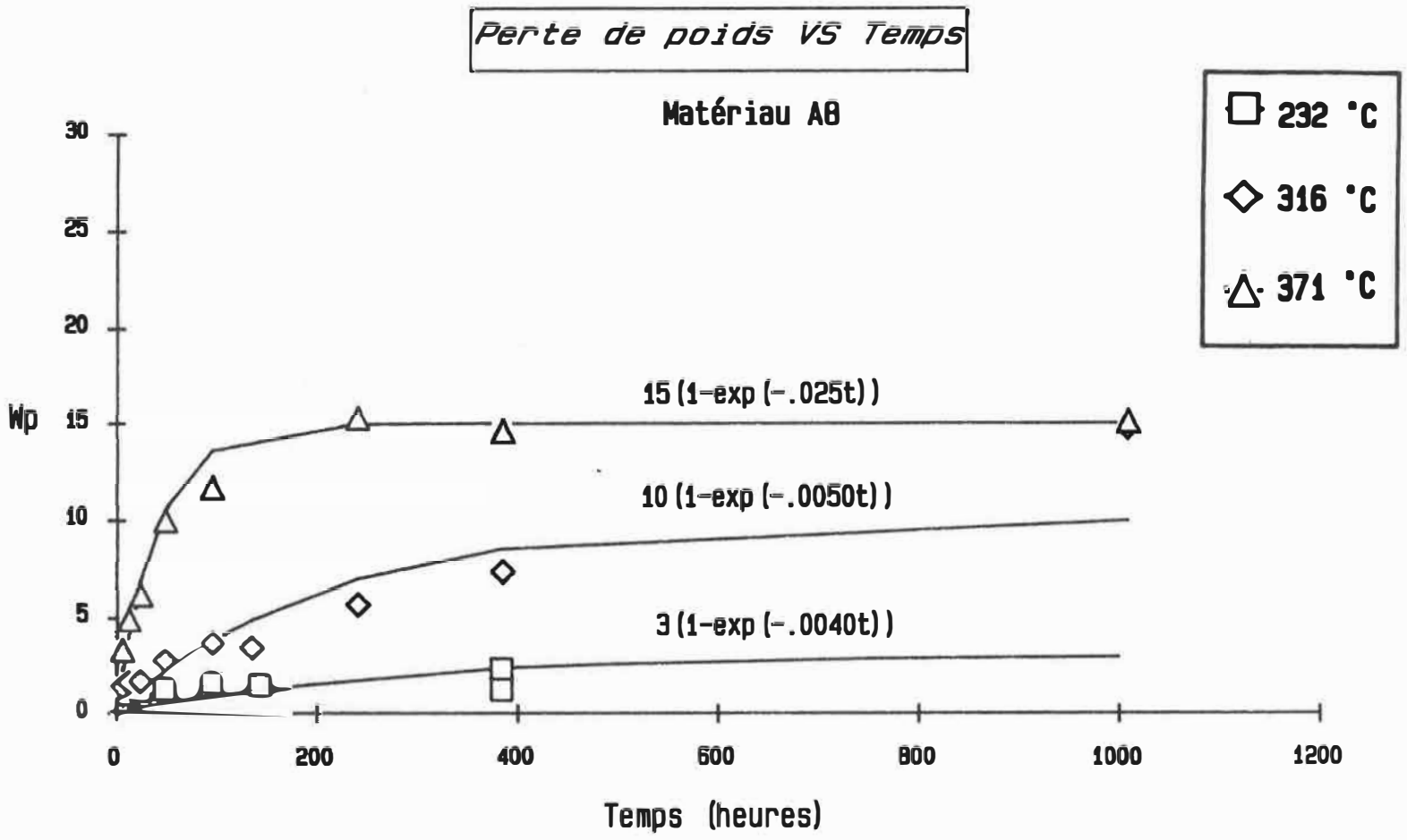

Figure 36: Equations de la perte de poids vs temps - Matériau A8

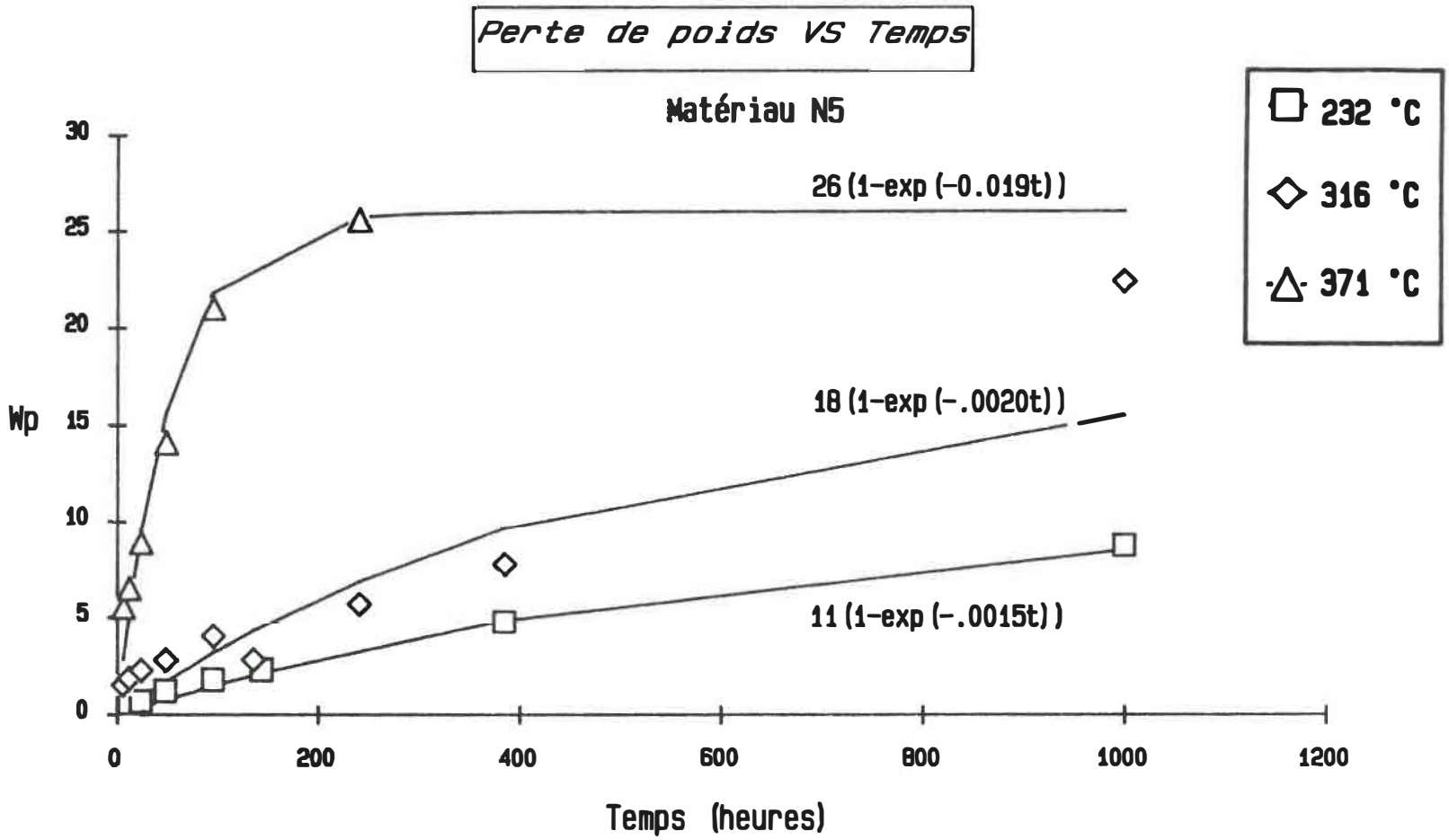

Figure 37: Equations de la perte de poids vs temps Matériau N5

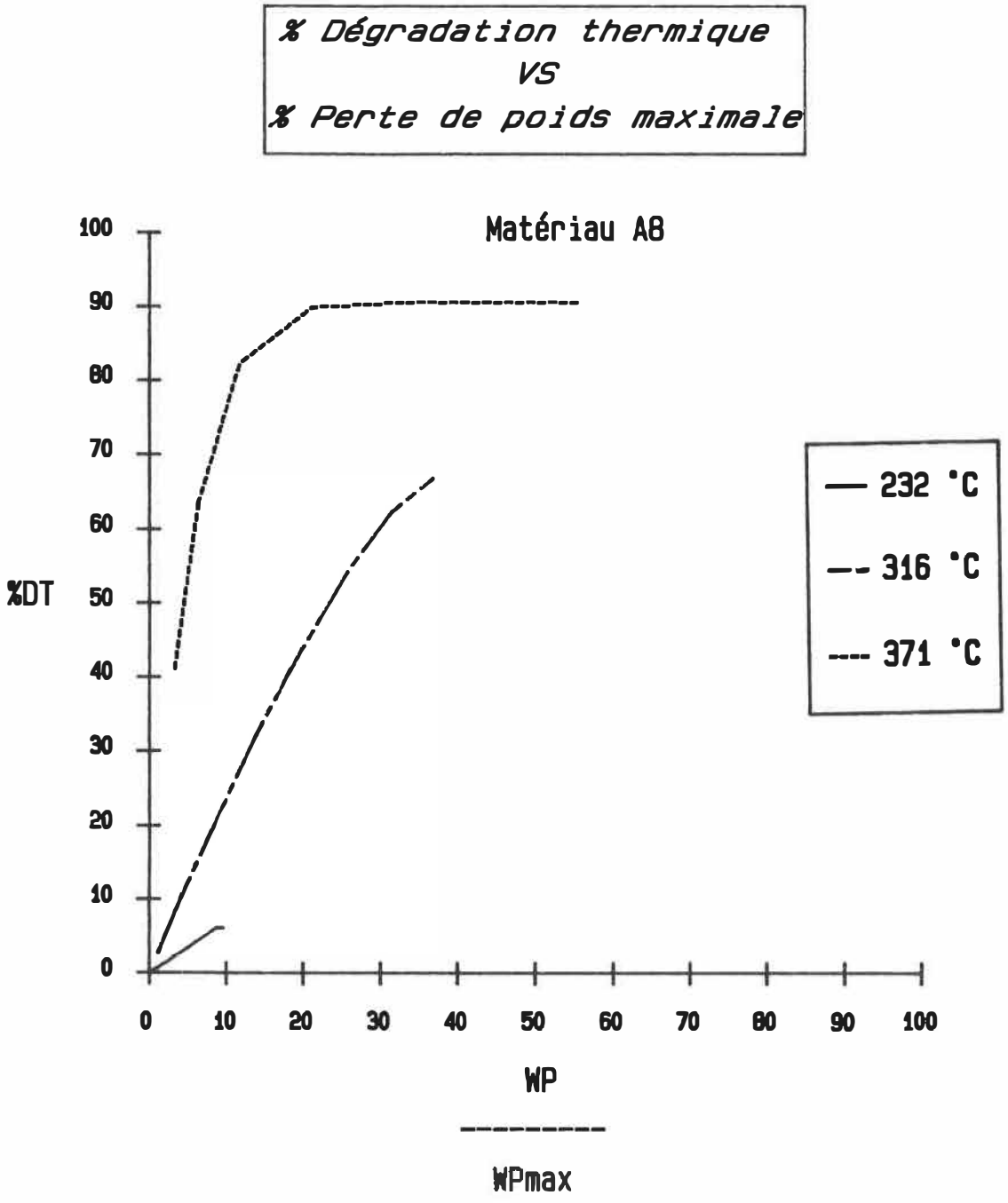

Figure 38: Pourcentage de dégradation thermique vs pourcentage de perte de poids maximale - Matériau A8

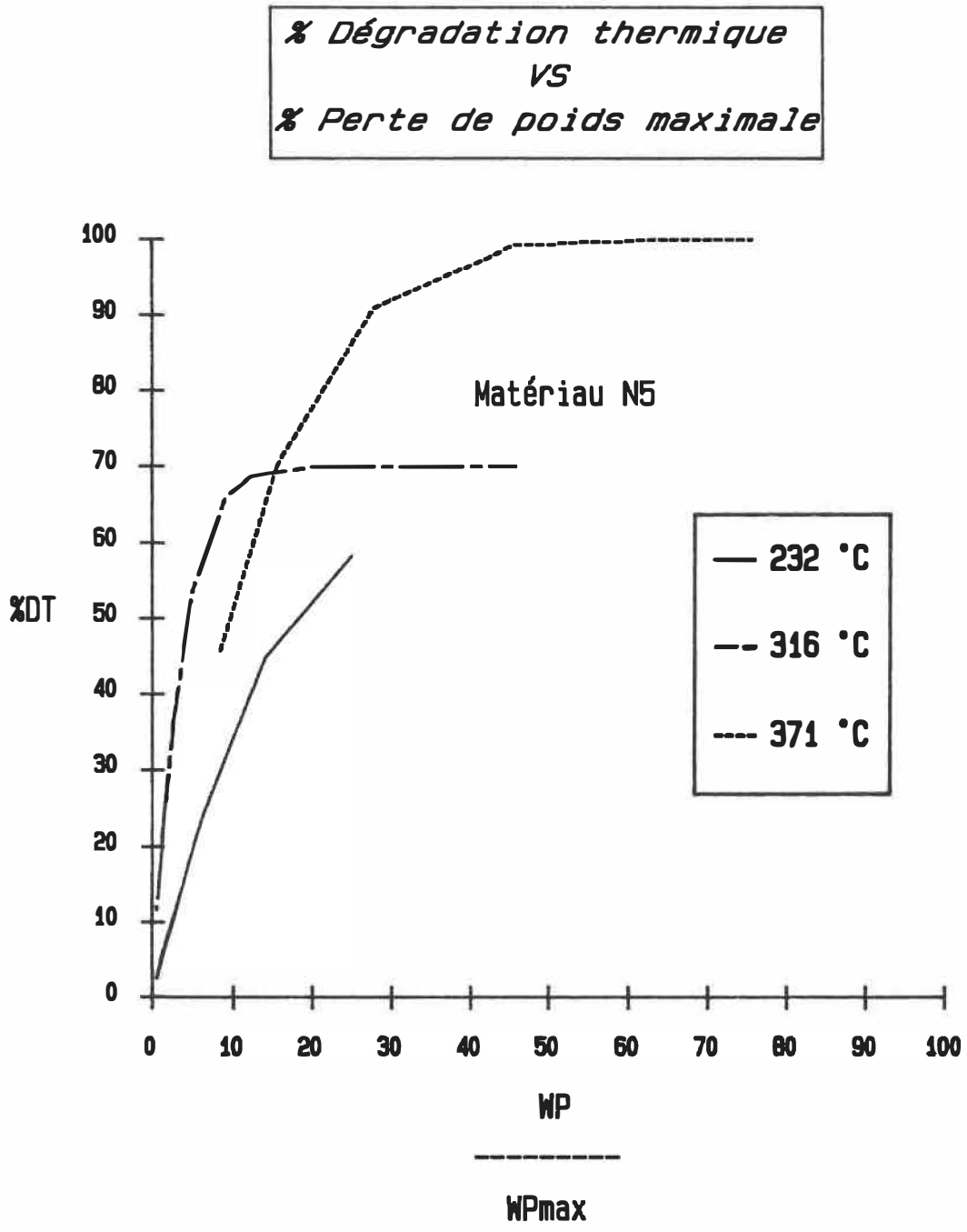

Figure 39: Pourcentage de dégradation thermique vs pourcentage de perte de poids maximale - Matériau N5

BIBLIOGRAPHIE

[1] E.M. Sauter, "Current and Future Materials - Methods of Evaluating some of their functional properties", Transcription écrite d'un exposé oral fait au Fluid Sealing, janvier 1982.

[2] ASTM F 38, "Standard Test Methods for Creep Relaxation of a Gasket Material", ASTM Standards on Gaskets, ASTM, Philadelphie, octobre 1984.

[3] British Standard BS2815, "Specifications for Compressed Asbestos Fibre Jointing", British Standards Institution, Londres, novembre 1973.

[4] DIN 5291, "The Testing of Asbestos and Asbestos Products, Pressure-Stand Testing of It-Gasket Plates (It-Plates)", German Standards, mars 1957.

[5] T.C. Chivers, R.P. Hunt, "Sealing of Gas Leakage from Static Seals", Proc. 8th Fluid Sealing Conference, Durham, Angleterre, BHRA, septembre 1978.

[6] J.R. Payne, M. Derenne, A. Bazergui, "A Device for Screening Sheet Gasket Materials at Elevated Temperature", Proc. 11th Fluid Sealing Conference,

Cannes, Ed. B.S. Nau, BHRA, pp. 662-673, avril 1987.

[7] J.R. Payne, et al, "Elevated Temperature Tests for Asbestos-Free Gasket Materials", MTI Project No 47, Final Report, Materials Technology Institute of the Chemical Process industries, 1988, 400 p.

[8] A. Bazergui, L. Marchand, "PVRC Milestone Gasket Tests, First Results", Welding Research Council Bulletin, N.Y., février 1984, pp. 1-36.

[9] J. Payne Associates, "Elevated Temperatures Gasket Qualification - Phase III", rapport préparé pour Exxon Research & Engineering Co., travail expérimental effectué à la section de Mécanique Appliquée de l'Ecole Polytechnique.

[10] M. Derenne, A. Bazergui, Performance Testing of Non Asbestos Sheet Gaskets, rapport préparé pour E.I. DuPont de Nemours & Company, Ecole Polytechnique de Montréal, 1989, rapport non publié.

[11] J.R. Dunn, D.C. Coulthard, H.A. Pfisterer, "Advances in Nitrile Rubber Technology", Rubber Chemistry and Technology, vol. 51, septembre-octobre 1978, pp. 389-405.

[12] L. Penn, F. Larsen, Physicochemical Properties of Kevlar 49 Giber, Journal of Applied Polymer Science, vol. 23, pp. 59-73, 1979.

[13] E.G. Chatzi, J.L. Koenig, "Morphology and Structure of Kevlar Fibers - A Review", Polymers and Plastics Technology Engineering, no 26, 1987, pp. 229-270.

[14] J. Zussman, "The Mineralogy of Asbestos", Asbestos Volume 1 - Properties, Applications, and Hazards, John Wiley & Sons, 1979, pp. 45-65.

[15] A.A. Hodgson, "Chemistry and Physics of Asbestos", Asbestos Volume 1 - Properties, Applications, and Hazards, John Wiley & Sons, 1979, pp. 67-114.

[16] G.A. Pering, P.V. Farrell, G.S. Springer, "Degradation of Tensile and Shear Properties of Composites Exposed to Fire or High Temperature", Journal of Composite Materials, vol. 14, janvier 1980, pp. 54-68.

[17] C.-H. Shen, G.S. Springer, "Effects of Moisture and Temperature on the Tensile Strenght of Composite Materials", Journal of Composite Materials, vol. 11, janvier 1977, pp. 2-16.

[18] J.R. Payne, M. Derenne, A. Bazergui, "Estimating Elevated Temperature Gasket Performance with ATRS tests, à être publié pour ASTM - SAE Gasket Symposium, 1989.

[19] M. Derenne, rapport non publié, 1988.

[20] ASTM F 152, "Standard Methods of Tension Testing of Nonmetallic Gasket Materials", ASTM Standards on Gaskets, ASTM, Philadelphie, octobre 1984.

[21] A.K. Sircar, T.G. Lamond, "Total Thermal Analysis of NBR Vulcanizates", Rubber Chemistry and Technology, vol. 5, septembre-octobre 1978, pp. 647-654.

[22] D.W. Brazier, "Applications of Thermal Analysis Procedure in the Study of Elastomers and Elastomer Systems", Rubber Chemistry and Technology, vol. 53, 1979, pp. 437-511.

[23] L. Slusarki, "Thermal Stability of Elastomers", Journal of Thermal Analysis, vol. 29, 1984, pp. 905-911.

[24] A.H. Frazer, "High Temperature Resistant Polymers", Polymer Reviews, John Wiley & Sons, 1986.

[25] V.T. Kagiya, K. Takemoto, M. Kagiwara, "Elementary Reactions in Polymer Degradation", Long-Term Properties of Polymers and Polymeric Materials, Journal of Applied Polymer Science : Applied Polymer Symposium 35, John Wiley & Sons Inc., 1979.

ANNEXE A DETAIL DES CALCULS DES DIFFERENTES VARIABLES ET RESULTATS DES TESTS ATRS

Détail des calculs

La contrainte de rupture (TSX), le pourcentage de relaxation (%Relax) et la perte de poids (Wp) sont calculés d'après les équations suivantes:

$$TSX = \frac{TLX}{Ag}$$

TLX = force de rupture en tension dans la direction perpendiculaire aux fibres

Ag = section du spécimen

$$\%Relax = 100 \left[1 - \frac{(L2 - L02)}{(L1-L01)} \right]$$

L01 = longueur du boulon non chargé avant vieillissement

L1 = longueur du boulon chargé avant vieillissement

L2 = longueur du boulon chargé après vieillissement

L02 = longueur du boulon non chargé après vieillissement

$$Wp = \frac{WT1 - WT2}{WTS - WTP} * 100$$

WTP = poids des plaques métalliques seules

WTS = poids des plaques et des spécimens non enduits de talc

WT1 = poids des plaques et des spécimens enduits de talc avant vieillissement

WT2 = poids des plaques et des spécimens enduits de talc après vieillissement

Résultats des tests ATRS

Matériau	Temp. (°F)	Temps (heures)	%Relax (%)	TSX (lbs)	Wp (%)
A8	450	12	17.9	6212	0.9
A8	450	24	17.7	9000	1.1
A8	450	48	20.3	11421	1.2
A8	450	96	17.5	10449	1.6
A8	450	144	24.1	11403	1.5
A8	450	384	26.7	11249	2.3
A8	450	384	26.6	10593	2.1
A8	600	6	23.8	11795	1.3
A8	600	12	22.2	11311	1.5
A8	600	24	22.5	11327	1.6
A8	600	48	22.5	9482	2.7
A8	600	96	20.7	6983	3.7
A8	600	135	28.4	9154	3.5
A8	600	240	24.1	4950	5.7
A8	600	384	26.9	4990	7.4
A8	600	1008	24.4	850	14.8
A8	700	6	22.1	1736	3.2
A8	700	12	23.7	2222	4.9
A8	700	24	19.2	2216	6.2
A8	700	48	25.3	3126	10.0
A8	700	96	27.3	1631	11.7
A8	700	240	24.0	1331	15.3
A8	700	384	29.9	1079	14.6
A8	700	1008	28.8	1102	15.1

Matériau	Temp. (°F)	Temps (heures)	%Relax (%)	TSX (lbs)	Wp (%)
N5	450	12	26.9	1694	0.6
N5	450	24	28.8	2026	0.7
N5	450	48	33.8	2531	1.2
N5	450	96	35.8	2745	1.8
N5	450	144	32.9	2876	2.3
N5	450	384	43.8	1951	4.7
N5	450	384	47.8	1457	8.7
N5	600	6	34.2	3069	1.5
N5	600	12	37.2	3125	1.9
N5	600	24	36.1	2051	2.3
N5	600	48	37.7	1529	2.8
N5	600	96	41.3	1343	4.0
N5	600	135	37.1	1117	3.8
N5	600	240	41.0	1052	5.7
N5	600	384	36.8	1109	7.8
N5	600	1008	51.9	0	22.4
N5	700	6	36.3	851	5.5
N5	700	12	35.0	846	6.5
N5	700	24	40.0	961	8.9
N5	700	48	48.7	400	14.1
N5	700	96	46.2	160	21.0
N5	700	240	59.5	114	25.6

Schéma du montage

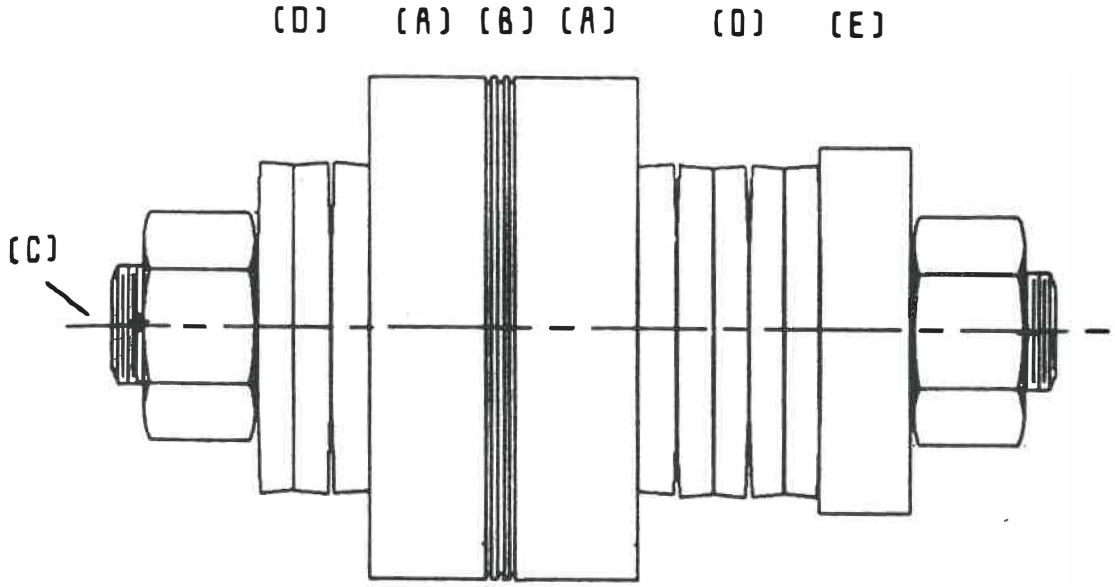

Figure 40: Montage ATRS: (A) plaques de compression; (B) spécimens; (C) boulon de chargement; (D) rondelles Belleville; (E) anneau de chargement

Description de l'instrumentation

- machine de traction: Tinius Olsen

  précision sur échelle 0-445 N (0-100 lbs) : 0,1 lb
  précision sur échelle 0-4450 N (0-1000 lbs) : 1 lb

- micromètre électronique: Mitutoyo Digi-Matic Series 350

  précision: 0,0001 po (0,0025 mm)

- balance électronique: Sartorius

  précision: 0,01 g

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL
3 9334 00290903 2