

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

1/94

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT *Métallurgie*

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Etude, Réalisation et caractérisation d'un
SLURRY COATING appliqué aux
alliages ferreux.*

Proposé par :

M^r MESRATI, N

Etudié par :

MOHAMED Sadek

Aissat

Aissat

Mohamed Sadek

Dirigé par :

M^r MESRATI, N

PROMOTION

Juillet 1994

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT

Metallurgie

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

*Etude Realisation et Caracterisation
d'un SLURRY COATING appliqué
aux alliages ferreux.*

Proposé par :
M^r MESKATI. N

Etudié par :
MOHAND Souddek
Aïme

Dirigé par
M^r MESKATI. N

PROMOTION
Juillet 1994

AU NOM DE DIEU LE TOUT PUISSANT

DEDICACES

C'EST

A ma Mère, ma Mère, ma Mère ;
pour toute son Affection, son Amour, sa Tendresse ;

A mon Père qui m'a tout donné ;

A mes sœurs et frères pour leur soutien permanent ;

A ma grand - mère ;

A mes tantes et oncles ;

A tous mes amis ;

A celles et ceux qui me sont chers ;

QUE JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL .

EN HOMMAGE

A feu NASSIM ;

A la mémoire

DE MES GRANDS PARENTS ;
DE MES ANCÊTRES ;

Symboles de FOI , de COURAGE ET DE SAGESSE .

-REMERCIEMENTS-

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon promoteur
Mr N. MESRATI pour l'orientation générale de l'étude et l'enthousiasme constant
porté à notre travail .

je ne saurais présenter cette étude sans exprimer ma gratitude à tous les
enseignants du département de METALLURGIE .

Ma gratitude va également à Mr A . SARI, Mr B. DJERDJAR, Mr M. BRADAI
Melle L. HADDOUR , Mr M. KHEDAM, pour leur orientation constante .

Tous mes remerciements vont aussi aux responsables et techniciens du
laboratoire de recherche de l'E.R.M.A, à Messieurs MANSRI et OUADJAOUT de
l'U. D. T. S (HCR), Mr MAGNOUCHE responsable du laboratoire de métallurgie
(HCR), aux responsables du laboratoire de physique de la SNTF sans oublier, bien
sur, les responsables et techniciens du laboratoire de métallurgie à l'Ecole Nationale
Polytechnique d'Alger .

Qu'ils trouvent tous ici, l'expression de ma plus profonde gratitude .

sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
1ère Partie : Analyse bibliographique .	
CHAPITRE I : Les traitements de surface	3
I-1 : Introduction	
I-2 : Les différents traitements superficiels .	
I-2-1 : Les traitements avec transformation structurale (sans apport de matière) .	
I-2-1-1 : Procédés mécaniques	
I-2-1-2 : Procédés thermiques	
I-2-2 : Les traitements thermochimiques avec diffusion .	
I-2-2-1 : Généralités.	
I-2-2-2 : Les différents traitements thermochimiques	4
I-2-2-2-a : La cémentation .	
I-2-2-2-b : la nitruration et la nitrocarburation .	
I-2-2-2-c : La carbonuturation .	
I-2-2-3 : Traitements dérivés des traitements thermochimiques .	
I-2-2-3-a : Les traitements thermo-ioniques	5
I-2-2-3-b : Les dépôts chimiques à partir d'une phase vapeur (C.V.D)	
I-2-2-3-c : Les dépôts physiques à partir d'une phase vapeur (P.V.D)	
I-2-3 : Les revêtements .	
I-2-4 : Les traitements par conversion .	
I-2-5 : Les revêtements organiques .	
CHAPITRE II : Etude phénoménologique des réactions en surface	6
II-1 : Introduction .	
II-2 : Etude de la diffusion et des intractions interfaciales .	
II-2-1 : Les intractions Solide / Solide .	
II-2-1-1-a : Première loi de Fick	
II-2-1-1-b : Deuxième loi de Fick .	

II-2-1-1- c : Loi de DARKEN	7
II-2-1-1-d : Loi d' Arrhénius .	
II-2-1-2 : Principaux mode de la diffusion	8
II-2-2 : Les intractions Solide / Liquide .	
II-2-2-1 : Diffusion et réaction interfaciale dans le couple Solide / liquide	9
II-3 : Exploitation Des diagrammes d'équilibre	10
II-3-1 : généralités .	
II-3-2 : Relation couple de diffusion binaire - diagramme d'équilibre	11
II-3-3 : déplacement des interfaces micrographiques - loi de KIDSON	13
II-3-4 : Stabilité et instabilité des interfaces formées par diffusion .	
II-3-5 : Les évolutions de la couche de diffusion .	
CHAPITRE III : Etude de l'usure et du frottement des surfaces métalliques	15
III-1 : Introduction .	
III-2 : Les différents types de frottements .	
III-2-1 : Le frottement par roulement .	
III-2-2 : Le frottement par glissement .	
III-3 : Les Modes de frottement .	
III-3-1 : Le frottement lubrifié .	
III-3-2 : Le frottement sec .	
III-4 : L'usure des surfaces métalliques .	
III-4-1 : Définition et généralités .	
III-4-2 : Modes de dégradation des surfaces	16
III-4-2-1 : L'usure abrasive .	
III-4-2-2 : l'usure adhésive .	
III-4-2-3 : L'usure par fatigue .	
III-4-2-4 : L'usure par corrosion de contact (fretting) .	
III-4-2-5 : Autres types d'usure	18
III-5 : Le tribosystème - notion du troisième corps .	
III-5-1 : Introduction .	
III-5-2 : Définition du tribosystème .	
III-5-3 : Notion du 3ème corps .	
III-5-4 : Comportement et rôle du troisième corps .	
III-6 : Approche thermodynamique du frottement et de l'usure	18

ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE IV : Techniques expérimentales .

IV-1 : Introduction	23
IV-2 : Composition chimique de l'alliage brut .	
IV-3 : Dimensions des échantillons .	
IV-4 : Préparation des échantillons .	
IV-4-1 : Rugosification	24
IV-4-2 : Nettoyage - dégraissage .	
IV-5 : Conduite du traitement - Exploitation pratique des diagrammes d'équilibre	24
IV-5-1 : Choix des suspensions	
IV-5-1-1 : Système Cu - Sn - Ni .	
IV-5-1-2 : Système Ag - Sn - In .	
IV-5-2 : Composition et mode de déposition de la suspension	29
IV-5-3 : Cycle thermique .	
IV-6 : Equipements et appareillages utilisés.	
IV-7 : Présentation des essais	31
CHAPITRE V : Analyses physico-chimique, métallurgique et mécanique du matériau traité	32
V-1 : Analyse micrographique .	
V-1-1 : couple Cu - Sn - Ni / XC10 .	
V-1-1-1 : Constatations et remarques	46
V-1-2 : couple Ag - Sn - In / XC10 .	
V-1-2-1 : Constatations et remarques	56
V-2 : Analyse par diffraction des rayons X	57
V-2-1 : Introduction .	
V-2-2 : Analyse de la surface de l'alliage brut (XC10) .	
V-2-3 : Analyse du couple Cu - Sn - Ni / XC10 : (traité à 550°C pendant 3h, sous vide)	59
V-2-3-a : sans la couche externe (résidus) :	
V-2-3-b : avec la couche externe (résidus) .	
V-2-4 : Analyse du couple Cu - Sn - Ni / XC10 : (traité à 800°C pendant 3h, sous vide) sans couche externe (résidus)	61
V-2-5 : Conclusion .	
V-3 : Caractérisation tribologique	63
V-3-1 : Introduction .	
V-3-2 : Description de l'appareillage .	
V-3-3 : Mode opératoire .	
V-3-4 : résultats de l'étude .	

V-3-5 : Correspondance moment résistant total - coefficient de frottement .	
V-3-6 : Présentation des résultats .	64
V-3-7 : Essais de microduretés - Evolution de la dureté du substrat .	73
V-3-8 : Observations et interprétations des résultats .	78
V-3-8-a : Couples Cu - Sn - Ni / XC10 .	
V-3-8-b Couples Ag - Sn - In / XC10 .	
V-3-9 : Conclusion .	79
VI- CONCLUSION GENERALE .	80

INTRODUCTION GENERALE

Quelle que soit sa vocation (traitements techniques , traitements d'anti - corrosion ou de finition) , le traitement des surfaces métalliques connaît un essor de plus en plus marqué dans le monde , prélude aux enjeux économiques de l'an 2000 . La compétitivité dans ce domaine passe inéluctablement par le regroupement des connaissances depuis l'amont (à l'échelle des laboratoires) jusqu'à l'aval (à l'échelle du contrôle qualité dans l'entreprise) . L'effort nécessaire est amorcé . Celui qui reste à accomplir est encore grand , tant pour la connaissance des procédés de mise en oeuvre que pour la maîtrise des systèmes qui accompagnent ou la gestion des produits qui les alimentent .

Aujourd'hui , un visiteur clairvoyant de l'entreprise Algérienne constate avec beaucoup de regrets , de désolation et d'amertume que nos parcs d'engins et nos ateliers de maintenance ne sont plus que des cimetières de ferrailles , plus grave encore , que les chaînes de production , même , sont totalement handicapées , immobilisées faute de pièces de rechange , de maintenance et de récupération .

Si l'ajustement structurel , l'assainissement des entreprises nationales sont des bouffées d'oxygène , voire des lueurs d'espoir pour notre économie , ça ne serait qu'illusoire et chimérique de parler de progrès et de compétitivité sans recherche appliquée , tributaire d'une certaine relation UNIVERSITE - INDUSTRIE .

Dans cet ordre d'idées , nous avons tenu à donner pour notre présent travail une connotation de " recherche appliquée " .

En effet , tout au long de ce modeste travail de recherche , nous nous sommes assignés comme objectifs :

- 1°- Appliquer et optimiser un Slurry - Coating sur un alliage ferreux .
- 2°- Améliorer , le plus possible , les caractéristiques tribologiques du matériau de base .
- 3°- Rendre ce traitement applicable sur site industriel et surtout économiquement compétitif par rapport aux traitements classiques connus de tous d'où , permettre une récupération des pièces mises au rebut prématuré .

Pour ce faire , nous avons jugé judicieux de diviser ce travail en , essentiellement , deux grandes parties :

La première comporte une analyse bibliographique dans laquelle nous survolerons d'abord les différents traitements de surface puis nous présenterons une étude phénoménologique des interactions solide / solide , liquide / solide , liquide / liquide avant de clore par une étude de l'usure des surfaces métalliques .

La deuxième partie sera consacrée à l'étude expérimentale du traitement thermo chimique " Slurry - Coating " ainsi que sa caractérisation Physico - Chimique et mécanique .

Elle comporte le détail du mode opératoire suivi d'une étude micrographique mettant en valeur le phénomène de diffusion et les contrastes interfaciaux obtenus au cours des différents traitements superficiels réalisés , le tout sera cloturé par une analyse tribologique du matériau traité .

A la fin de cette recherche , nous présenterons nos conclusions et quelques recommandations et alternatives à même d'améliorer ce traitement ultérieurement .

1^{ère} partie

ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : Les traitements de surface .

I)-1-Introduction : Les sollicitations complexes auxquelles sont soumis les matériaux imposent bien souvent des caractéristiques particulières en surface incompatibles avec les propriétés volumiques réclamées par ailleurs . Ainsi une pièce peut être amenée à présenter globalement une bonne tenacité , une bonne résistance statique ou dynamique , tout en offrant des propriétés superficielles spécifiques : résistance à l'usure et au frottement , système de contraintes de compression favorable à la tenue des pièces en service contre la fatigue . Cela se fait par un traitement superficiel approprié en arrêtant un choix judicieux du type de traitement superficiel et du procédé permettant sa réalisation ; tout deux tributaires , respectivement , du type de sollicitations mécaniques et de la conjonction technico - économique .

I)-2-Les différents traitements superficiels : Il est possible de considérer cinq grandes catégories de traitements [1] .

- Les traitements superficiels avec transformation structurale(sans apport de matière) ;
- Les traitements thermochimiques avec diffusion ;
- Les revêtements (ou dépôts) ;
- Les traitements par conversion ;
- Les revêtements organiques .

I)-2-1- Les traitements avec transformation structurale(sans apport de matière) :

Ils ont comme but de provoquer une transformation structurale de la couche superficielle , sans apport de matière , et ce , généralement , pour durcir la couche extérieure et y provoquer des contraintes de compression favorables à la tenue contre la fatigue . Cela s'obtient par , essentiellement , deux procédés :

I)-2-1-1- Procédés mécaniques : La transformation recherchée s'obtient par un processus purement mécanique de grenailage et martelage galetage .

I)-2-1-2- Procédés thermiques : Dans ce cas , on parvient à transformer la couche superficielle par simple trempe superficielle avec ou sans fusion en utilisant respectivement , l'arc électrique , plasma arc transféré , laser , ou chalumeau , chauffage par induction .

I)-2-2- Les traitements thermochimiques avec diffusion .

I)-2-2-1-Généralités : On donne la nom de traitement thermochimique à la saturation superficielle en tel ou tel élément par diffusion à l'état atomique à partir d'un milieu extérieur porté à une température élevée [2].

Le ciment (à l'état liquide , solide ou gazeux) dans lequel baigne la pièce apporte les éléments actifs qui y diffusent et forment les phases superficielles prévues à la température du traitement par les diagrammes d'équilibre des éléments en présence .

Un traitement thermochimique compte trois stades élémentaires :

- a- processus dont le siège est le milieu extérieur et qui , assurent le dégagement de l'élément diffusant à l'état atomique ;
- b-contact des atomes diffusant avec la surface du matériau à cimenter et formation de liaisons chimiques intermédiaires .
- c-pénétration de l'élément saturant en profondeur .

Nous ferons remarqué que d'après Y . ADDA , J . PHILIBERT [3] et P . GUIRALDENG [4] et pour un système binaire , les phases se forment en couches monophasées successives sans zones biphasées intermédiaires .

D)-2-2-2-: Les différents traitements thermochimiques :

Il existe de nombreux types de traitements thermochimiques ayant pour but d'améliorer la résistance des pièces à la fatigue , à l'usure , au frottement , au grippage à la corrosion ... etc . Nous nous contenterons de rappeler , très succinctement , les principes et les effets métallurgiques de quatre de ces traitements importants .

D)-2-2-2-a: La cémentation : Elle s'applique généralement , sur les produits ferreux portés à l'état austénitique pour obtenir un enrichissement superficiel en carbone. La cémentation est suivie d'un durcissement par trempe immédiate ou ultérieure . ce traitement final permet de durcir la surface traitée et de créer des contraintes de compression .

D)-2-2-2-b: La Nitruration et la Nitrocarburation :

D'après la norme NFA 02 - 010 la nitruration est un " traitement thermochimique auquel est soumis un produit ferreux pour obtenir un enrichissement superficiel en azote " , [5] .

En pratique , on a remarqué que le carbone favorise la formation des nitrures , ce qui est mis à profit , en associant le carbone à l'azote comme élément réactif par adition d'un agent carboné dans le milieu nitruré : Il s'agit alors d'un traitement de nitrocarburation .

L'azote , fixé à la surface du métal traité , diffuse en phase ferritique et forme avec le fer et les éléments d'alliage de l'acier à traiter des zones de GUINIER - PRESTON provoquant , ainsi , un durcissement de la couche superficielle , (de 850 à 1300 HV) .

D)-2-2-2-c : La carbonitruration : C'est un traitement thermochimique du produit ferreux à l'état austénitique pour obtenir un enrichissement superficiel en carbone et azote . Cette opération est généralement suivie d'un durcissement par trempe .

La pièce traitée trouve sa dureté superficielle augmentée .

D)-2-2-3- Traitements dérivés des traitements thermochimiques :

Le manque de souplesse , la lenteur des traitements thermochimiques ou bien encore les températures élevées imposées ont orienté les recherches vers deux types de traitements dérivés dans l'esprit initial , mais plus performants :

- Les traitements thermo-ioniques (ou par bombardement ionique) .
- Les Traitements physique ou chimique en phase vapeur (PVD , CVD) .

D)-2-2-3-a : Les traitements thermo - ioniques : Ils sont récents , (une quinzaine d'années) . ce sont une application des propriétés de la décharge électrique luminescente qui est obtenue dans un gaz raréfié entre deux électrodes où l'on applique une différence de potentiel . Les ions actifs formés par ionisation du gaz sont accélérés sur les pièces placées au potentiel cathodique . Il y a adsorption superficielle puis diffusion des éléments actifs . il est possible de contrôler l'épaisseur de la couche de diffusion en maîtrisant la composition du gaz , la température et la pression dans le réacteur .

D)-2-2-3-b : Les dépôts chimiques à partir d'une phase vapeur (C.V.D) :

Ce procédé consiste à mettre un composé volatil du matériau à déposer en contact , soit avec un gaz au voisinage de la surface à recouvrir , soit avec la surface en question , de façon à provoquer une réaction chimique donnant au moins un produit solide [6] .

Selon l'environnement de la pièce , on distingue les procédés C.V.D statiques et dynamiques . D'autres procédés C.V.D d'importance pas des moindres sont adoptés , entre autres , les C.V.D assistés plasma, les C.V.D assistés laser .

D)-2-2-3 - c : Les dépôts physiques à partir d'une phase vapeur (P.V.D) :

Ces techniques peuvent se définir comme l'ensemble des procédés qui conduisent à la condensation d'une vapeur produite par évaporation ou pulvérisation cathodique . Les différentes catégories de dépôts physiques en phase vapeur se distinguent essentiellement par le mode de production de la vapeur , l'état électronique du substrat et la nature du gaz constituant l'environnement .

D)-2-3- Les revêtements : Ce sont des traitements conduisant généralement , à des couches épaisses .on citera , essentiellement , les quatres grandes catégories .

- Les revêtements par projection ; soit à la flamme , au plasma ou par le canon à détonation .
- Les revêtements par voie humide comme l'électrolyse .
- Les revêtements au trempé (bain fondu) comme c'est le cas de la galvanisation l'étamage , l'aluminage et le plombage .
- Les revêtements par voie sèche en occurrence C.V.D et P.V.D .

D)-2-4 - Les traitements par conversion : Comme c'est le cas de la phosphatation , la chromatisation et l'anodisation [12] .

D)-2-5 - Les revêtements organiques : Les revêtements organiques extérieures jouent un double rôle . Le plus important est la protection du support contre la corrosion et l'érosion . Le second est d'ordre esthétique et vise à améliorer l'aspect de la surface , en particulier par sa couleur [7] .

CHAPITRE II : Etude phénoménologique des réactions en surface

II)-1: **Introduction** : Les traitements thermochimiques par diffusion sont tributaires des différentes interactions entre les phases présentes dans le système .

Pour bien comprendre cela , il nous sera fort indispensable d'élucider ces interactions.

II)-2: **Etude de la diffusion et des interactions interfaciales** :

Les réactions interfaciales pourront résumées en :

- 1- interaction Solide / Solide .
- 2- interaction Liquide / Solide .
- 3- interaction Liquide / Liquide .

II)-2-1: **Les interactions Solide / Solide** :

La diffusion à l'état solide commande ces interactions . C'est un processus lent . cette lenteur se trouve accentuée pour des températures de traitement de plus en plus basses .

Sur le plan physique , la diffusion dans les solides est sensiblement ralentie par la présence d'inclusions , de carbures , de pores et aussi par l'existence d'une couche amorphe ou mal cristallisée .

Les bases théoriques des phénomènes de diffusion ont été établies en 1855 par Fick : elles expriment , au même titre qu'un flux de chaleur ou qu'une densité de courant électrique , un flux d'atomes dans une direction donnée du cristal .

II)-2-1-1: **Lois de la diffusion** :

II)-2-1-1-a: Première loi de Fick : Le flux d'atomes passant à travers une surface unité dans une direction X perpendiculaire à cette surface est donné par :

$$J = -D \frac{dc}{dx} \quad ; \text{ avec :}$$

$\frac{dc}{dx}$: gradient de concentration dans la direction X .

D

: coefficient de diffusion .

Cette équation s'applique en régime permanent . Elle exprime en outre , l'évolution d'un ensemble hétérogène d'atomes mal répartis dans l'espace vers un état d'équilibre plus stable (ensemble homogène) .

II)- 2-1-1-b: Deuxième loi de Fick : Elle s'applique en régime transitoire $\left(\frac{dc}{dt} \neq 0 \right)$

et exprime la variation de la concentration en fonction du temps [13] .

Elle est obtenue à partir de la première loi de Fick en considérant la vitesse de croissance d'un nombre d'atomes $\frac{dc}{dt}$ dans un volume unitaire de l'échantillon .

$$\frac{dc_x}{dt} = -\frac{dj_x}{dx} = D_x \frac{d^2c}{dx^2}$$

II)-2-1-1-c : **Loi de DARKEN** : L'expérience de DARKEN (diffusion du carbone entre deux échantillons en acier à teneurs initiales égales en cet élément mais différentes en Silicium) ajoutée à l'anomalie de diffusion des traceurs dans les solutions homogènes , poussèrent celui - ci à remettre en cause le fondement des lois de Fick . Il proposa alors une autre approche : un composé commence à diffuser dès que son énergie libre partielle molaire (e . l . p . m) n'est pas partout égale dans le système .

Il aboutit à la loi :

$$J_A = - M_A \cdot d \frac{\bar{G}_A}{dx} , [17] .$$

M_A : mobilité des atomes A.

\bar{G}_A : énergie libre partielle molaire par atome de A.

II)-2-1-1-d: **Loi d' Arrhénius**: Le coefficient de diffusion D est caractéristique d'une mobilité à une température définie. Ce phénomène se modifie avec la température dans le même sens que la concentration en défauts et l'entropie du système. Il obéit par conséquent, comme tous les phénomènes activés thermiquement, à une relation exponentielle du type équation de BOLTZMANN.

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{Q}{Rt} \right) , [13] .$$

Q : énergie d'activation du phénomène.

R : constante des gaz parfaits.

T : température absolue de diffusion.

D₀ : facteur de fréquence.

II)-2-1-2: **Principaux modes de la diffusion**: Dans un solide polycristallin et sur l'ensemble de l'échelle des températures, plusieurs phénomènes peuvent exister:

-à basses températures (loin de la température de fusion T_f) il ne peut exister de mouvement atomique que dans les zones les plus libres du cristal, c'est-à-dire en surface où les liaisons sont coupées. On parle alors de diffusion superficielle . La relation d'arrhénius s'écrit:

$$D_s = D_{0s} \exp \left(- \frac{Q_s}{RT} \right)$$

-à températures moyennes (0.3 à 0.5 T_f) . La diffusion atteint les zones les plus perturbées du polycristal, c'est-à-dire les joints de grains.

On parle ici de diffusion intergranulaire, à laquelle on peut rattacher la nouvelle loi d'Arrhénius:

$$D_j = D_{0j} \exp\left(-\frac{Q_j}{RT}\right)$$

La précipitation intergranulaire, intervenant lors des traitements thermiques de revenu, est inhérente à ce mode de diffusion.

-à hautes température ($0.75 T_f$ à T_f) la croissance exponentielle du nombre de défauts stimule la diffusion dans le volume des grains. On parle dans ce cas de diffusion en volume. La loi d'Arrhénius devient :

$$D_v = D_{0v} \exp\left(-\frac{Q_v}{RT}\right)$$

Ce mode de diffusion correspond aux traitements d'homogénéisation .

Remarque: ces trois modes de diffusion ne sont évidemment pas séparés les uns des autres mais peuvent coexister simultanément à des températures intermédiaires ce qui est source de difficultés pratiques pour déterminer les coefficients de diffusion intrinsèques D_s , D_j , et D_v .

II-2-2 Les interactions Liquide / solide: En général, un métal liquide peut soit détériorer le métal solide causant ainsi sa corrosion, ou bien former des couches protectrices avec celui-ci contre la corrosion, l'abrasion, l'usure, etc...

Plusieurs théories ont été élaborées, concernant les interactions liquide/solide. Il serait fort intéressant de suivre l'acheminement de celles-ci jusqu'à nos jours.

-Entre 1950 et 1960 BUGACOV, aux termes d'une synthèse des travaux effectués avant lui, et sous la lumière des résultats de ses études, avança que la formation d'un composé défini ne pouvait résulter que d'un phénomène de dissolution. Il distingua deux cas:

1- Il peut y avoir réaction chimique directe d'où formation de phases nouvelles réduisant ainsi toute dissolution ultérieure du métal solide .

2- En absence d'une réaction chimique directe, il y aura cristallisation d'une nouvelle phase à partir du liquide couvrant ainsi, une dissolution accompagnée au début d'un gradient de concentration dans le liquide puis saturation de celui-ci.

-Aux termes d'autres études plus récentes, Rostoker et Col ont surtout mis l'accent sur le caractère corrosif des métaux liquides en particulier sous l'accent de contraintes externes, et ont distingué ainsi plusieurs modes d'action d'un liquide sur un solide tributaires de l'essence même des interactions à savoir, dissolution simple ou accompagnée de formation de couches intermédiaires, diffusion ou pénétration intergranulaire.

-Plus récemment, CAMERON proposa une autre approche basée essentiellement sur la question d'équilibre interfaciale.

Il ressort de cette étude que l'apparition des phases est successive. Il néglige ainsi la possibilité d'une formation simultanée de toutes les phases

-D'autres chercheurs, par le biais de leurs travaux, ont apporté de nouveaux éléments de réflexion dans ce domaine.

C'est par exemple le cas de SIRCA qui a mis en évidence le rôle des différences de structures dans la diffusion. Il avait conclu que les différences de structures favorisent d'une part la diffusion intergranulaire du cuivre liquide dans le fer α et d'autre part la diffusion en volume dans le fer γ .

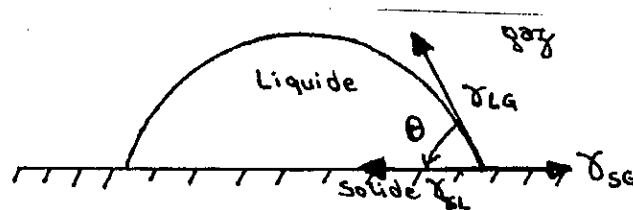
Jusqu'à présent, le problème des mécanismes de formation d'une phase donnée dans un couple de diffusion solide /liquide semble être encore mal analysé puisqu'aucune des théories ci-précédemment énoncées n'est rigoureusement applicable.

II-2-2-1 Diffusion et réaction interfaciale dans le couple solide/liquide

En plus des conditions de traitement, de la nature du solide et celle du liquide, des différentes activités et affinités des éléments constitutifs des antagonistes du couple de diffusion, le mouillage constitue un paramètre très significatif puisqu'il conditionne le contact interfacial qui est lui même le siège du transfert de matière.

Un bon mouillage correspond à un angle θ faible. (Théoriquement $< 90^\circ$, pratiquement $< 30^\circ$) ce qui correspond en outre à une énergie d'adhésion E_{ad} forte.

avec $E_{ad} = \gamma_{sg} + \gamma_{lg} - \gamma_{sl}$
La relation de YOUNG-DUPREE



L'équation de la vitesse de diffusion, sous forme simplifiée, déduite directement du bilan à l'interface lors de la diffusion s'écrit:

$$V = L^* \cdot A \quad \text{Avec :}$$

V: vitesse de diffusion;

A: l'affinité de diffusion qui concerne le fluide;

L: dénominateur constant traduisant les effets simultanés de la nature de la nature de l'espèce diffusante et de l'épaisseur de la couche de diffusion.

II-2-3: Les interactions liquide /liquide.

Les premières théories de la diffusion à l'état liquide ont consisté à envisager le déplacement de sphères dures (ions) à travers un fluide visqueux. Le solvant est alors assimilé à un milieu, continu n'agissant pas avec les particules, ou les ions qui diffusent.

L'équation de Stokes-Einstein (1905) relie le coefficient de diffusion D_i à la viscosité η du solvant, à la température T et à la dimension r de la particule qui diffuse:

$$D_i = \frac{KT}{6 \pi r \eta} \quad ; \quad [13] \quad \text{avec } K: \text{ Constante de Boltzmann.}$$

Cette relation a été modifiée par Sutherland (1905) pour tenir compte de la différence de taille entre les particules du solvant et celles du soluté:

$$D_r = \frac{KT}{6\pi\eta r} \left[1 + \frac{2\pi}{3} \frac{r}{\lambda} \right] ;$$

Avec λ Coefficient phénoménologique dit de glissement entre la particule qui diffuse et le milieu.

-Eyring a plus récemment (1960) développé un calcul à partir d'un modèle quasi cristallin du liquide: la diffusion résulte alors du déplacement des atomes d'une position d'équilibre à une autre, et elle fait donc intervenir comme pour l'état solide, des énergies d'activation correspondant au passage classique de barrière de potentiel.

-Swalin, au contraire propose une théorie basée sur un mécanisme de fluctuations statistiques mieux adaptées que les précédentes: un atome, considéré comme une sphère dure est en mouvement dans le volume libre laissé par ses plus proches voisins jusqu'à ce qu'une fluctuation locale lui permette de s'échapper. Son modèle permet de prévoir une augmentation de l'énergie d'activation avec la température.

II-2-3-1-Loi de diffusion - Loi d'ARRHENIUS Dans le couple liquide /liquide

Les lois de diffusion dans le couple liquide /liquide présentent beaucoup d'anomalies. La loi d'Arrhénius y est relativement mal vérifiée montrant ainsi qu'un milieu liquide reste mal défini.

Aujourd'hui, on est amenés à décrire un liquide comme étant un mélange d'atomes quasi-solides (Oscillateurs) et d'atomes quasi gazeux (translateurs), où des vibrations de faibles amplitudes seraient interrompues occasionnellement par des déplacements plus grands [13].

II-3-Exploitation des diagrammes d'équilibre:

II-3-1-Généralités: Considérons une matrice A à laquelle on ajoute par diffusion des concentrations de plus en plus élevées d'un autre élément B. Cela est réalisé très simplement par chauffage, après soudage ou placage sous pression, de deux échantillons initialement pure de type A et B, ou par simple déposition d'une poudre métallique fixée par un agent liant sur la surface d'un échantillon (similaire à notre étude). On forme ainsi ce que l'on appelle un couple de diffusion.

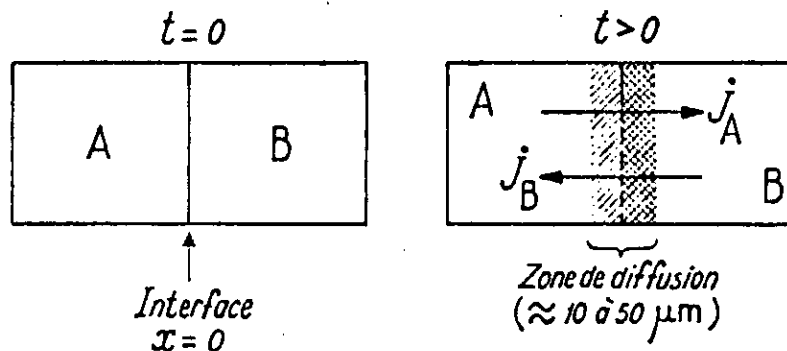


Fig 1: Couple de diffusion formé par deux métaux purs A et B avant la diffusion ($t=0$) et pendant la diffusion ($t>0$).

Au cours du temps et, en fonction de la température il y aura interpénétration des antagonistes du couple dans la zone de jonction de part et d'autre de l'interface initiale $X=0$, donc formation de solutions solides ou de composés intermétalliques étalés en concentrations suivant l'axe normal au plan de soudure (Fig.1).

L'étalement des concentrations en fonction du temps et de la température va dépendre de la forme prise par le diagramme d'équilibre A-B.

II-3-2: Relation couple de diffusion binaire-Diagramme d'équilibre.

On distingue généralement deux cas:

A- Les deux éléments A et B sont totalement solubles à l'état solide (Cu et Ni par exemple (fig 2.a):

Tout traitement thermique en condition isotherme du couple A-B conduit à deux gradients de concentration complémentaires de 0 à 100 %, ayant une allure monotone. Toutefois, les deux métaux de base n'ayant pas forcément des coefficients de diffusion identiques, malgré leurs parenté proche (au niveau rayon ionique, structure cristalline, etc...), il est normal que l'un des deux envahisse plus rapidement la partie opposée du couple. ($J_A > J_B$): il s'ensuit que les deux gradients ne sont pas centrés sur l'interface initiale $x=0$, mais déportés vers l'élément qui diffuse le moins vite (fig .2.b)

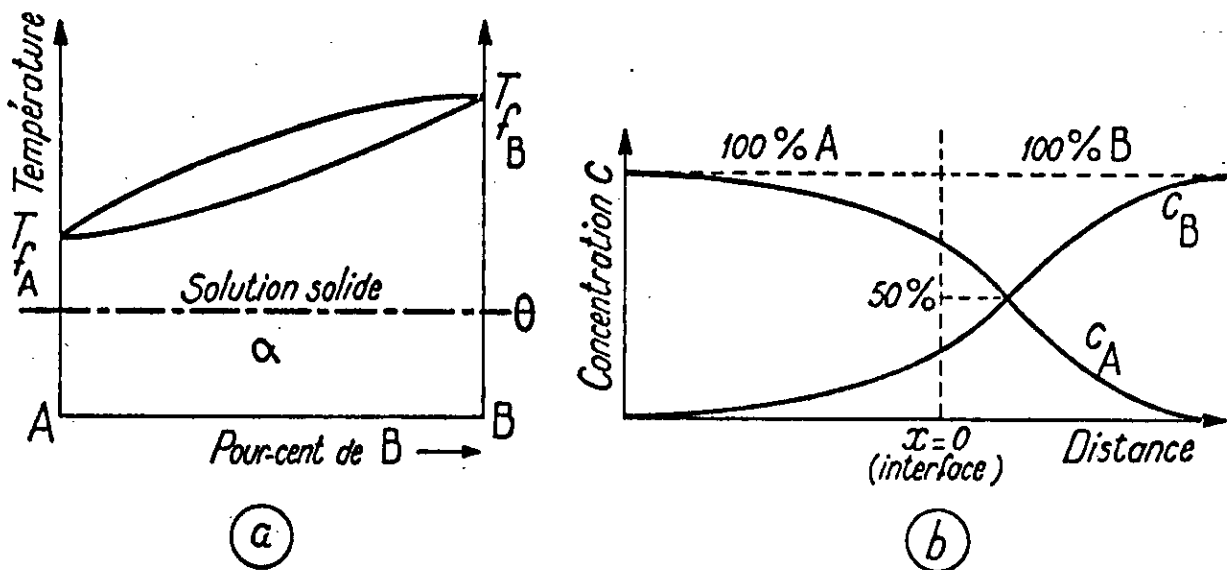


Fig-2: gradients de diffusion entre deux métaux totalement soluble à l'état solide.

Si les deux coefficients D_A et D_B sont identiques, on aura un aplatissement progressif des gradients de concentration au cours du temps. (Fig.3)

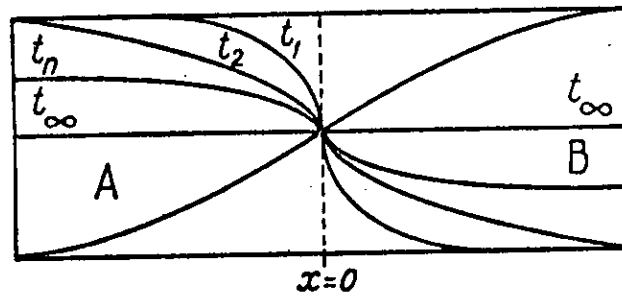


Figure.3: Evolution, en fonction du temps, des gradients de concentration pour deux métaux A et B totalement solubles avec l'hypothèse $D_A = D_B$.

B- Les deux éléments sont partiellement solubles, appartenant à un diagramme donnant un ou plusieurs domaines biphasés.

Tout traitement de diffusion effectué en condition isotherme à l'état solide donne comme précédemment un gradient de concentration correspondant à la phase α du côté de A et un gradient de concentration correspondant à la phase β du côté de B (fig.4.a). toutefois, lorsque la diffusion a été suffisante pour atteindre les limites de solubilité C_α et C_β , elle ne peut se poursuivre qu'en formant, entre les deux phases α et β , la phase intermédiaire $A_x B_y$. Notons qu'il n'apparaît pas, au cours de ce processus, de domaine biphasé $\alpha + A_x B_y$ ou $A_x B_y + \beta$ (fig.4.b), ces derniers se trouvant ramenés à deux interfaces micrographiques dans le couple de diffusion. En effet la variance $V = C + 2 - Q$ (le nombre C de constituant indépendant A et B étant ici égale à 2) se ramène à température et pression constantes à $V = C - Q$; la seule variable indépendante du système est alors l'axe des X.

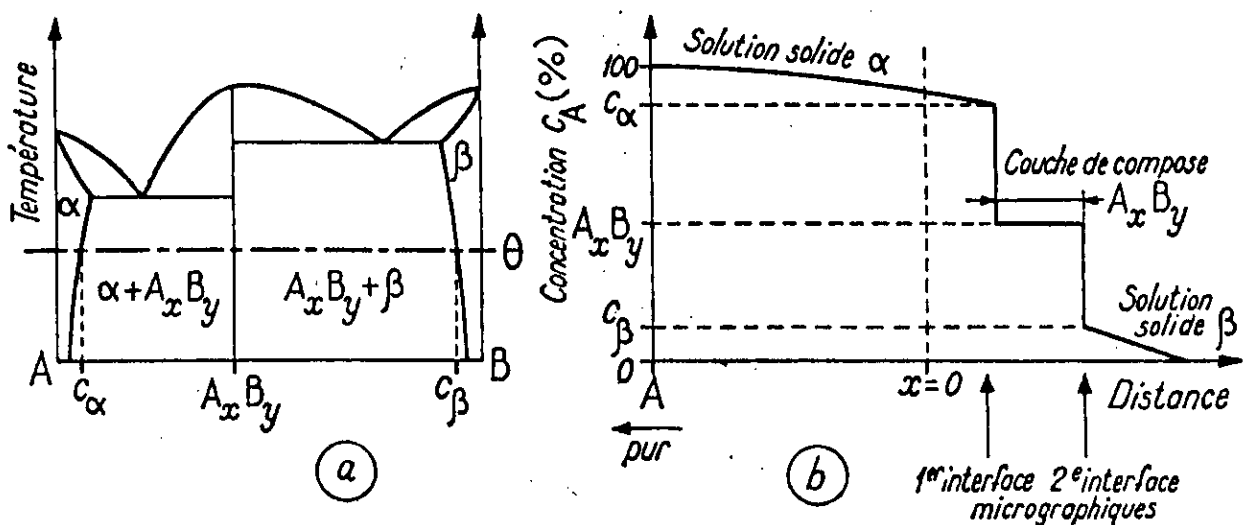


Fig.4: Gradient de diffusion entre deux métaux A et B non totalement solubles et conduisant à la formation d'un composé défini $A_x B_y$.

En appliquant cette règle à l'un des domaines biphasés ($Q=2$), il vient: $V=0$.
 Ce qui signifie que tout domaine biphasé ne peut se développer suivant l'axe des X.
 Ainsi, au cours du temps, le couple de diffusion A-B se trouve remplacé progressivement par un ensemble de couches de phase α , composé défini Ax By, phase β se situant entre les deux parties A et B initiales et donnant une vue développée du diagramme binaire à la température considérée. Au niveau du gradient de concentration les domaines biphasés conduisent à des discontinuités brutales de concentration au niveau des deux interfaces limitant la largeur du composé intermédiaire prévu par le diagramme. La formation et la croissance du composé centrale se produisent par apport d'atomes A et B à travers les deux interfaces correspondant à C_{α}^* et C_{β}^* , et à partir des deux gradients des solutions solides primaires α et β qui l'alimentent.

II-3-3: Déplacements des interfaces micrographiques -loi de KIDSON:

Plusieurs chercheurs ont essayé d'élucider la croissance des couches de diffusion et le déplacement des interfaces micrographiques. Nous en citerons G. Blaise, R.J. Toronto, Treheux [14] [15].

Cependant l'étude reconnue la plus rigoureuse reste celle de Kidson [16] dont les principaux résultats sont:

1- l'épaisseur d'une phase intermédiaire est donnée par :

$$W_j = B_j \sqrt{t} \quad ; \quad \text{avec :}$$

t: temps.

B_j : fonction des coefficients de diffusion, limites de solubilités et des gradients de concentration.

remarque: Physiquement, si l'équilibre des concentrations est bien réalisé aux interfaces, B_j ne peut être que positif. Cependant il peut être voisin de zéro, ce qui explique que certaines phases prévues par le diagramme d'équilibre n'apparaissent pas dans un couple de diffusion, tout au moins pour des temps compatibles avec les expériences.

2- en toute rigueur, la variation de l'épaisseur d'une phase à temps constant, en fonction de la température, ne peut suivre une loi d'Arrhénius que sous certaines conditions.

3- l'épaisseur d'une couche de diffusion peut croître ou bien décroître lorsque la température croît ou même présenter un maximum.

II-3-4: Stabilité et instabilité des interfaces formées par diffusion.

La formation micrographique d'une interface par diffusion, limitant deux phases et est rarement dans un état d'équilibre stable puisqu'elle est le siège continu d'un transfert d'atome, dans un système qui est lui-même hors d'équilibre. Il est en outre, difficile de contrôler si les compositions chimiques dans une interface sont bien celle de l'équilibre thermodynamique.

II-3-5: Les évolutions de la couche de diffusion.

- L'évolution de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du temps est décrite, généralement par une allure parabolique comme indiqué sur la figure 5, ci-après, et ce à température constante ($T = \text{Constante}$).

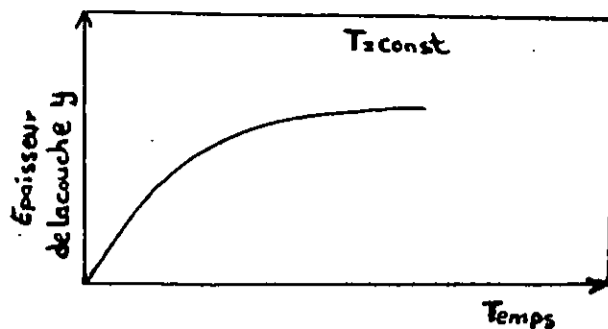


Fig.5: Evolution de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction du temps .

- Pour un temps constant, l'évolution de la couche de diffusion en fonction de la température est traduite par la figure suivante;

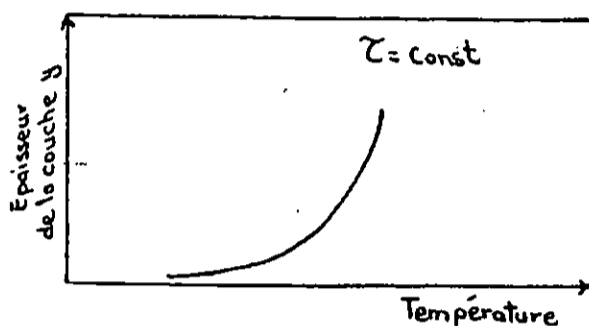


Fig.6: Evolution de l'épaisseur de la couche de diffusion en fonction de la température.

- A une température constante et pour un temps bien défini , l'évolution du profil de concentration en élément diffusant suivant l'axe couche de diffusion-métal de base est traduite par la figure.7, ci-après [2]:

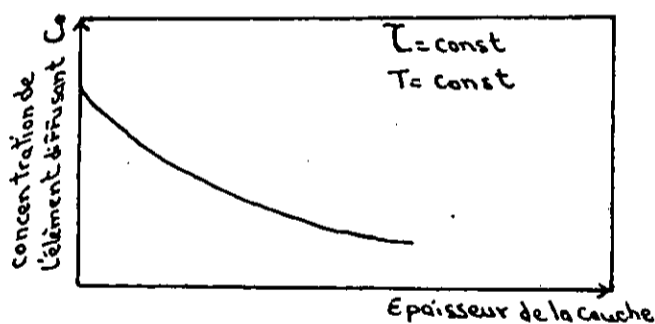


Fig.7: Evolution de la concentration en élément diffusant dans la couche de diffusion.

III)-4: L'usure des surfaces métalliques :

III)-4 1: Définition et généralités :

La dégradation des surfaces par usure est l'un des problèmes industriels les plus usuels , en dehors de la fatigue et de la corrosion .

il s'agit d'un phénomène rarement catastrophique , à l'exception du grippage , mais qui se traduit par une augmentation des pertes par frottement ou par une dégradation de la surface des pièces antagonistes .

Il est , toutefois , bon de souligner que 30% des avaries dans le domaine de l'industrie mécanique sont constituées par des cas d'usure . cependant , l'usure peut être définie comme étant la perte progressive du matériau à sa surface , lorsqu'il est soumis au frottement . La résolution de ce problème devra passer obligatoirement par une expertise métallurgique du phénomène de dégradation , ce dernier , tributaire du mode de dégradation .

III)-4-2: Modes de dégradation des surfaces :

Présenter et analyser les mécanismes d'usure nécessitent de bien comprendre quels sont les véritables mécanismes fondamentaux ? et par conséquent de savoir correctement classer les différents phénomènes .

A l'heure actuelle , il semble qu'une dizaine de types d'usure soient reconnus : adhésion , délamination , abrasion , fretting , érosion , usure par impact , par fatigue , usure corrosive , par diffusion et électrique [10] .

Nous nous contenterons de développer les plus connues .

III)-4-2-1: L'usure abrasive :

Lorsque deux surfaces sont en contact et en mouvement relatif , les grains durs et en relief de l'une , pénètrent dans l'autre avec formation de sillons par déplacement de matière et création de microcopeaux c'est l'abrasion dite à deux corps ; il arrive aussi que des particules étrangères ou issues des surfaces elles-mêmes restent emprisonnées dans le contact ; c'est l'abrasion dite à trois corps .

Pour améliorer la résistance à l'usure par abrasion , un traitement de surface aura essentiellement comme finalités :

- d'augmenter la dureté superficielle sur des profondeurs importantes ;
- éviter la génération de particules d'oxydes en surface en renforçant la résistance de cette dernière à la corrosion ;
- apporter un maximum de phases dures dans une matrice de dureté minimale .

Homis tout cela , on devra assurer une bonne étanchéité des surfaces , un choix judicieux des matériaux , une bonne lubrification et prévoir des sculptures en creux pour piéger les éventuels débris .

III)-4-2-2: L'usure adhésive :

Lorsque les aspérités de deux surfaces viennent en contact , elles adhèrent fortement et forment des jonctions .

La continuation du déplacement les rompt à leur niveau le plus faible . ce mécanisme crée donc un transfert du matériau le plus mou vers la surface la plus dure . c'est un phénomène purement superficiel dont l'origine est à rechercher au niveau des liaisons entre atomes des surfaces , interactions à courte distance qu'il est possible de chiffrer en utilisant les résultats de la physique du solide [10] .

Sur la plan métallurgique , les paramètres qui influent sur l'usure par adhésion sont les suivants :

- la limite d'élasticité ;
- la résistance à l'oxydation ;
- la présence de phases dures (qui par leur faible affinité avec la surface antagoniste sont des points de " non adhésion ") ;

- la taille des grains (les joints de grains sont également des zones de rupture des ponts d'adhésion) ;
- la structure cristallographique : les matériaux hexagonaux , par exemple , sont plus aptes au frottement ;
- les affinités chimiques des éléments des surfaces antagonistes .

pour réduire le processus d'usure par adhésion, un traitement de surface aura essentiellement pour finalité:

- de limiter l'affinité chimique avec la surface antagoniste;
- augmenter la limite d'élasticité du substrat;
- apporter en surface des éléments de structure cristallographique favorable pour les problèmes de frottement;
- interposer entre les deux matériaux antagonistes un film lubrifiant à faible résistance [11].

III)-4-2-3: L'usure par fatigue:

La fatigue des surfaces est introduite essentiellement par le frottement de roulement ou de roulement glissement sous fortes charges répétées, entraînant des contraintes de traction superficielle ou des contraintes hertziennes, conduisant à des micro déformations plastiques et à des ruptures localisées par fatigue. En fonction des conditions de lubrification et de la microgéométrie des surfaces en contact, les déformations peuvent avoir lieu :

- en surface : siège de contraintes de traction ou de compression maximales: c'est l'apparition de piqûres (pitting) ou l'écaillage de la surface ;
- en profondeur : à partir du point de cisaillement maximum : c'est la fracture interne des matériaux .

Des fissures de surface peuvent également se produire avec des matériaux fragiles soumis à des gradients importants de température (fatigue thermique) .

Parmi les paramètres influençant l'usure par fatigue , on trouve :

- La rugosité et la vitesse de glissement des surfaces ;
- La dureté et la microstructure du matériau .

Comme remède à ce type d'usure , et hormis la maîtrise des paramètres cités ci - avant (travail de prévention) , le traitement des surfaces contre la fatigue devra assurer , entre autre ;

- une bonne lubrification ;
- une bonne métallurgie des surfaces : bonne dureté , bonne homogénéité de la surface etc

III)-4-2-4: L'usure par corrosion de contact (fretting) :

L'usure par fretting intervient entre surfaces fortement chargées subissant des déplacements tangentiels oscillatoires de faible amplitude et de fréquence élevée .

Elle se caractérise par une coloration des surfaces frottantes suivie par la formation de débris d'usure , parmi les paramètres influençant le fretting , on trouve principalement ceux qui caractérisent le mouvement vibratoire (nombre de cycles , amplitude du mouvement , ...) , les paramètres d'environnement , la charge appliquée et les paramètres caractérisant l'état de surface du matériau .

En plus du contrôle de ces paramètres , la réduction de ce phénomène est conditionnée par :

- un apport d'éléments durs et nobles en surface ;
- l'utilisation d'un lubrifiant avec des additifs appropriés (détergent à réserve de basicité , anti - corrosifs et anti - oxydants) .

III)-4-2-5: Autres types d'usure :

Le tableau 1 ci - après , résume très succinctement quelques types secondaires d'usure [9] .

-usure d'origine électrique ou électrochimique a-piquage électrique b-corrosion galvanique	.Erosion par étincelles .Attaque électrolytique
-cavitation	formation de cavités par implosion de bulles de gaz ou de vapeur .

Tableau - 1 - : Types secondaires d'usure .

III-5: Le tribosystème - notion du troisième corps :

III-5-1: Introduction :

Les diverses grandeurs visant à quantifier un essai tribologique ne sont pas des caractéristiques intrinsèques d'un matériau mais résultent de la combinaison de plusieurs phénomènes intervenant lorsque les matériaux sont mis en contact sous certaines conditions . Cette remarque montre la nécessité d'avoir recours à la notion de système tribologique [10] .

III-5-2: Définition du tribosystème :

Le tribosystème est composé de trois corps . Le premier et le second sont les antagonistes , le troisième est l'interface entre ce premier et ce deuxième corps .

-Tout au long de notre étude du frottement et de l'usure , nous avons souligné le rôle important que jouent les débris d'usure et les lubrifiants . Il serait, par conséquent , utile d'introduire la notion du " 3^{ème} corps " .

III)-5-3: Notion du 3^{ème} corps :

Le troisième corps (third body) symbolise tout ce qui se trouve entre les deux surfaces frottantes . Il se présente comme un écran fixe dans le contact statique et un écran dynamique dans le contact mobile . toutefois , le passage de l'écran statique à l'écran dynamique est quasi instantané .Il suffit souvent d'un déplacement très faible .

III)-5-4: Comportement et rôle du troisième corps :

Le " third body " peut jouer deux rôles diamétralement opposés . D'un côté , il peut lubrifier le contact et , de ce fait , minimiser l'usure , d'un autre il peut l'accélérer comme c'est le cas des débris d'usure très durs , (oxyde par exemple) .

Cependant , le comportement du "third body " au cours du frottement dépend de plusieurs paramètres :

- sa dureté ;
- son maintien à la surface (adhérence) ;
- sa rhéologie liée particulièrement à l'aptitude des débris à s'agglomérer entre eux .

III)-6: Approche thermodynamique du frottement et de l'usure :

Les notions de systèmes et de transfert de masse et d'énergie citées

précédemment font penser aux fondements de la thermodynamique . cette idée se trouve renforcée par la remarque suivante :

Les processus d'usure ont pour action principal de redistribuer la matière d'un état initial vers un état final moins ordonné . la notion d'entropie apparaît donc logiquement [10] .

L'approche thermodynamique se heurte à un problème majeur inhérent à la nature du processus d'usure . en effet les processus mis en jeu sont irréversibles et souvent fortement hors d'équilibre . Il faudra donc faire appel à la thermodynamique des processus irréversibles .

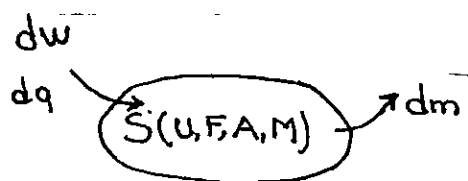
La façon la plus simple d'aborder le problème est de considérer le système thermodynamique comme constitué d'un seul corps . Cela revient à supposer que l'usure se produit principalement (uniquement) dans un seul des deux corps antagonistes . Ce système reçoit de l'énergie mécanique et thermique et perd de la matière .

Deux postulats sont nécessaires pour poursuivre l'analyse :

a- Les processus se produisant dans le système, sont tels que la production d'entropie ne peut pas être négative : $\sigma > 0$ de plus l'entropie est maximale à l'équilibre .

b- L'entropie du système dépend des variables thermodynamiques U énergie interne, F gradient de déformation, A surface et M masse de l'objet .

$$S = S (U, F, A, M) .$$



Le système thermodynamique à 1 corps

L'étude de ce problème nécessite d'envisager une succession d'états d'équilibre pour lesquels les valeurs des variables thermodynamiques sont celles obtenues lors du processus réel d'usure .

La condition sur la production d'entropie peut alors s'écrire :

$$\frac{dS_e}{dt} - \frac{dq}{T} + S_m \frac{dm}{dT} > 0 ; \text{ avec :}$$

S_e : l'entropie à l'équilibre ,

T : température ;

S_m : l'entropie spécifique de la matière quittant le système .

d'après (b) : $S_e = \frac{1}{T_e} (dU - b_e dF - \gamma_e dA - u_e dM) ; \text{ avec :}$

$$\left(\frac{dS_e}{dU} \right)_{F,A,M} = \frac{1}{T_e} , \quad \left(\frac{dS_e}{dF} \right)_{U,A,M} = \frac{-b_e}{T_e} ; \text{ } b_e: \text{ tenseur de contraintes}$$

$$\left(\frac{dS_e}{dA} \right)_{U,F,M} = \frac{\gamma_e}{T_e} ; \quad \gamma_e \text{ est l'énergie de surface .}$$

$$\left(\frac{dS_e}{dM} \right)_{U,F,M} = \frac{\mu_e}{T_e} ; \quad \mu_e \text{ est le potentiel chimique .}$$

La conservation de l'énergie lors du processus s'écrit :

$$dU = -dw + dq$$

$$dU = +dq + b dF - b_m \cdot dF_m - \gamma dA - \gamma_m dA_m + \mu dM - \mu_m dm - U_m dm .$$

L'indice "m" se rapportant à la matière quittant le système .

La condition sur la production d'entropie s'écrit alors :

$$\int_{-\infty}^t \left\{ \left(\frac{1}{T_e} - \frac{1}{T} \right) \dot{q} + \frac{1}{T_e} \left[(b - b_e) \dot{F} - b_m \dot{F}_m - (\gamma + \gamma_e) \dot{A} - \gamma_m \dot{A}_m + (\mu - \mu_e) \dot{M} - \mu_m \dot{m} \right] - (U_m T_e S_m) \dot{m} \right\} dt > 0$$

des simplifications sont nécessaires pour se ramener à une expression linéaire . on peut considérer un régime permanent d'usure (conservation de la masse $m=M$, état d'équilibre arbitraire $\gamma_e = 0$, $\mu_e = 0$, $\gamma_m = U_m - T_e S_m$) :

$$\text{On obtient : } \left(\frac{1}{T_e} - \frac{1}{T} \right) \dot{Q} + \frac{1}{T_e} \left[\dot{E} - \gamma \dot{A} - 2 \gamma_m \dot{A}_m - (\mu_m - \mu) \dot{m} \right] > 0$$

$$\text{avec } \dot{E} = (b - b_e) \dot{F} - b_m \dot{F}_m ; [10] .$$

En ne considérant que le deuxième terme de cette expression , on peut en conclure que l'usure ne se produit que si l'énergie mécanique accumulée dans la matière qui deviendra une particule d'usure est supérieur à l'énergie de surface et du potentiel chimique de cette particule . Cette expression permet également de montrer que la dissipation de l'énergie mécanique et la formation de débris d'usure se produisent selon une voie qui minimise la surface de ces débris .

Une façon plus fondamentale mais aussi plus complexe d'envisager le problème du frottement et de l'usure, est de définir un nouveau système thermodynamique constitué de deux corps et de leur interface .

Le formalisme est alors proche de celui décrit précédemment avec une écriture plus lourde due à l'existence des sous systèmes .

Les principaux résultats peuvent se resumer de la façon suivante :

Les variables thermodynamiques (déformation , température , potentiels chimiques...) décrivant deux corps tendent à devenir égales lors de l'interaction de ces corps et ce mécanisme dissipe de l'énergie . Le flux d'entropie vers un des objets , dû à cette dissipation , n'est pas arbitraire mais est défini par les processus créateurs d'entropie dans cet objet : ce sont donc ces processus qui déterminent ses interactions avec l'extérieur . Par ailleurs , les différents mécanismes de dissipation : thermique, mécanique, sont couplés : des augmentations de contraintes et de déformations entraînent respectivement des augmentations de températures et de flux de chaleur .

Enfin les propriétés du matériau : écrouissabilité, conduction thermique, capacité calorifique vont influencer sur le signe de la production d'entropie. En particulier si cette production est négative, on pourra aboutir à des situations instables où l'apport supplémentaire d'énergie aboutira à l'apparition de structures dissipatives spatiales ou temporelles (réorientation, recristallisation, cellules de dislocation ...) .

Cette analyse, tributaire de la thermodynamique des processus irréversibles, théorie elle - même inachevée, est très théorique et difficilement exploitable .

Néanmoins un certain nombre de raisons nous semble justifier l'intérêt que l'on doit porter à cette approche thermodynamique :

-ce modèle souligne l'extrême importance des phénomènes de transfert d'énergie, trop souvent négligés par ailleurs. c'est le seul qui puisse intégrer aussi facilement tous les aspects du problème : mécanique, thermique, chimique, diffusionnel, etc ...

2^{ème} Partie

ETUDE EXPERIMENTALE

IV)-1: Introduction:

Les aciers constituent un matériau de base dont l'industrie mécanique et métallurgique, entre autre, ne pourraient s'en passer.

Toutefois, le développement, technologique impose un choix de matériaux de plus en plus performants possédant des propriétés superficielles et volumiques , parfois même , contradictoires .

Après presque un siècle de totale dominance , les aciers se trouvent aujourd'hui concurrenciés par d'autres matériaux en plein essor , citons l'exemple des céramiques composites , polymères etc ces derniers présentent , certe , l'avantage de la légèreté et de l'abondance mais ne pourront jamais se substituer aux aciers dans certains domaines stratégiques comme l'industrie lourde , le nucléaire etc

Dans cette étude expérimentale , nous allons essayé de perfectionner et améliorer les propriétés de surface d'un acier au carbone en occurrence XC10 , et ce par la voie d'un Slurry -Coating . nous rechercherons :

- une bonne dureté superficielle .
- une bonne tenue à l'usure et au frottement .
- une bonne adhérence .
- une continuité et une homogénéité et du dépôt et de la couche de diffusion .

V)-2: Composition chimique de l'alliage brut :

L'acier au carbone , sujet de nos traitements , nous a été dispensé par l'entreprise de rénovation du matériel aéronautique d'Alger (E.R.M.A) .

L'analyse spectrochimique révèle la composition suivante tab 2:

Eléments	Fe	C	Mn	Si
Composition chimique (% at)	99.17	0.049	0.504	0.143

Tableau - 2 - Analyse spectrochimique de l'alliage XC10

IV)-3: dimension des échantillons : on dispose de deux catégories :

-Les échantillons parallépipèdes : Longueur L = 25mm
Largeur l = 20mm
Epaisseur e = 5mm

-Les échantillons cylindriques : Diamètre \varnothing = 20mm
épaisseur e = 5mm

IV)-4: Préparation des échantillons :

Avant toute chose on a fait subir pour tout les échantillons un traitement de normalisation , celui - ci comporte un maintien à 850°C pendant 45min puis une trempe à l'huile le tout suivi d'un revenu à 550°C pendant 40min et un refroidissement à l'air .

IV)-4-1: rugosification :

Tous les échantillons ont été polis au papier abrasif 120 puis finis au 320 . cet état final est dicté par l'impératif d'adhérence . en effet , cet état de surface permettra sans doute un bon contact interfacial favorisant ainsi la diffusion ultérieure et donnera ainsi un bon ancrage du dépôt sur la surface à traiter .

IV)-4-2: Nettoyage - dégraissage :

une fois le polissage finalisé , chaque échantillon passe , avant traitement , par un cycle de nettoyage - séchage et ce successivement dans l'alcool éthylique ou méthylique et le trichloréthylène , à plusieurs reprises jusqu'à s'assurer de la propreté de la surface finale .

En effet , ce nettoyage débarrasse la surface de toutes les impuretés organiques (l'huile d'usinage , ...) .

Le dégraissage , ainsi effectué , agit par dissolution des corps gras par saponification et émulsification puis défloculation des savons .

Notons enfin que sans cela , les graisses altéreront le contact interfacial en jouant un rôle de barrière pour la diffusion et se retrouveront emprisonnées dans des poches à hautes températures créant ainsi des pores .

IV)-5: Conduite du traitement - Exploitation pratique des diagrammes d'équilibre

IV)-5-1: Choix des suspensions :

A la lumière des diagrammes d'équilibre , de l'étude phénoménologique des réactions interfaciales (Chap . II) et en connaissance des propriétés intrinsèques de chaque élément chimique , nous avons arrêté notre choix des suspensions . celles - ci sont au nombre de deux .

IV)-5-1-1: Système Cu-Sn-Ni :

Ce système dont les éléments constitutifs fondent , respectivement , à 1083°C , 232°C , 1453°C , confère , entre autres , la possibilité de formation de trois composés essentiels :

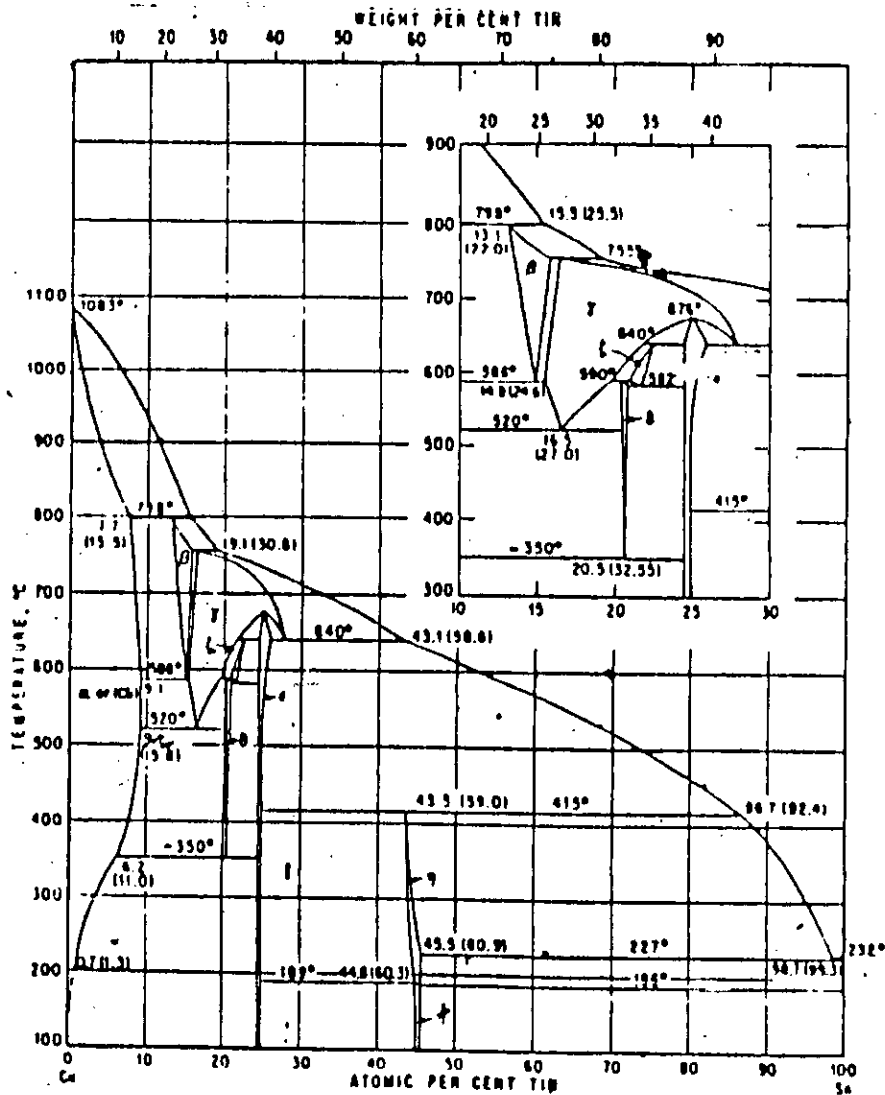
-Les composés (Cu-Sn) définis plus communément comme étant des bronzes . ces derniers , connus pour leurs hautes performances tribologiques (très bonne résistance à l'usure) confèrent une bonne tenue à la corrosion et de bonnes propriétés d'antifriction .

-Les alliages de ce système forment des composés électioniques du type : phase β ($Cu_5 Sn$) , phase δ ($Cu_{31} Sn_{18}$) et phase ϵ ($Cu_3 Sn$) ainsi que la phase γ , solution solide à base de combinaison chimique dont la nature n'est pas bien cernée .

Le système Cu-Sn présente plusieurs transformations péritectiques et deux transformations de type entectoïde . vers 590°C , les cristaux de la phase β subissent une décomposition entectoïde avec formation des phases α et γ et à 520°C , les cristaux de la solution solide δ se décomposent en phases α et δ .

A la température d'environ 350°C et dans les conditions réelles de refroidissement , le bronze se compose de phase α et $Cu_{31} Sn_{18}$ (fig .8) .

Remarque : L'intervalle de température de cristallisation des bronzes à l'étain est très grand ; il en résulte une tendance à la ségrégation (formation d'une porosité dispersée dans le cas d'un refroidissement accéléré . Les bronzes ont une structure dendritique bien marquée .



% en masse
 L-----γ 15.3 - 25.5 % Sn 640°C

fig 8 : diagramme d'équilibre Cu - Sn

-Les composés Cu - Ni appelés Cupronickels .
 Le Nickel améliore les propriétés mécaniques , la tenue à la corrosion tout en diminuant la ségrégation , ce qui justifie en partie leur utilisation dans l'orfèvrerie et la fabrication des pièces de monnaie .

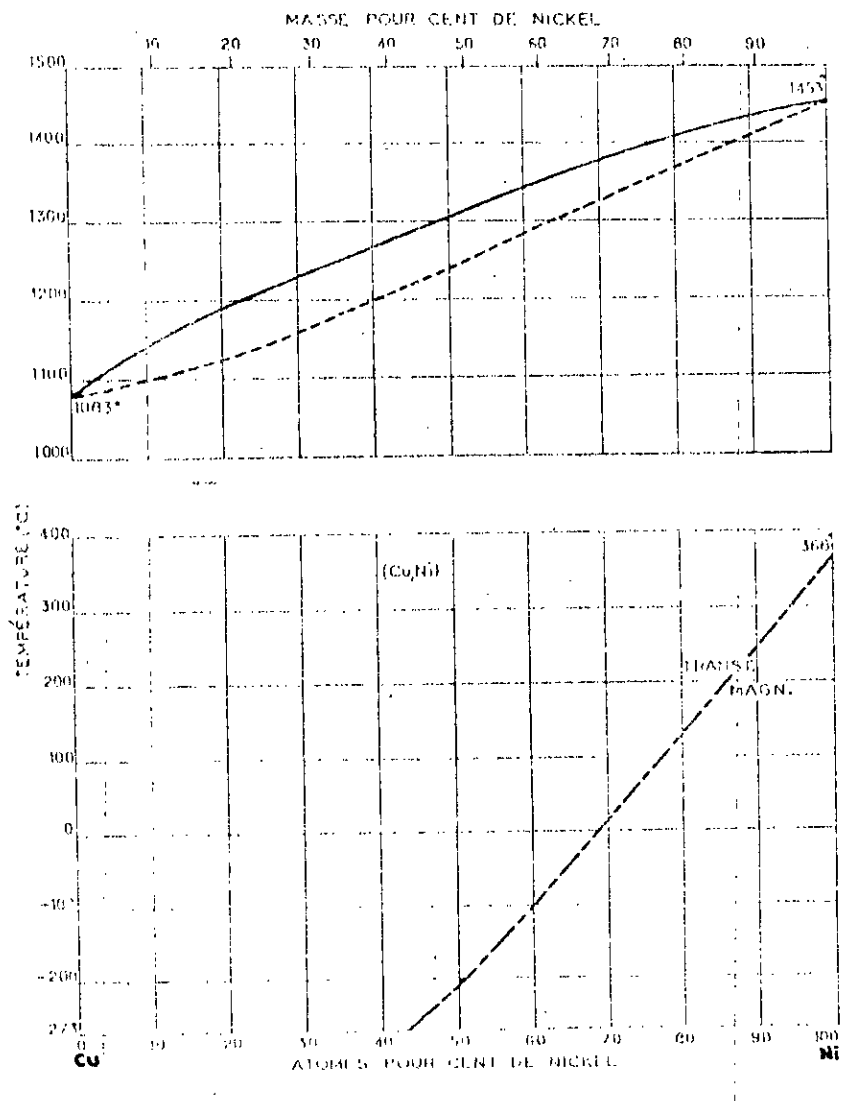


fig 9 : diagramme d'équilibre Cu - Ni

Le cuivre et le nickel sont totalement solubles à l'état solide . Le paramètre cristallin des solutions solides présente un minimum à 34 atomes % de nickel .

La structure des phases est cubiques à faces centrées (C.F.C).

Les Composés Ni - Sn : Ils associent deux éléments ; l'un à haut point de fusion , l'autre à bas point . ceci permet , d'après leur diagramme d'équilibre (fig 10) , d'avoir des phases à points de fusion assez bas .

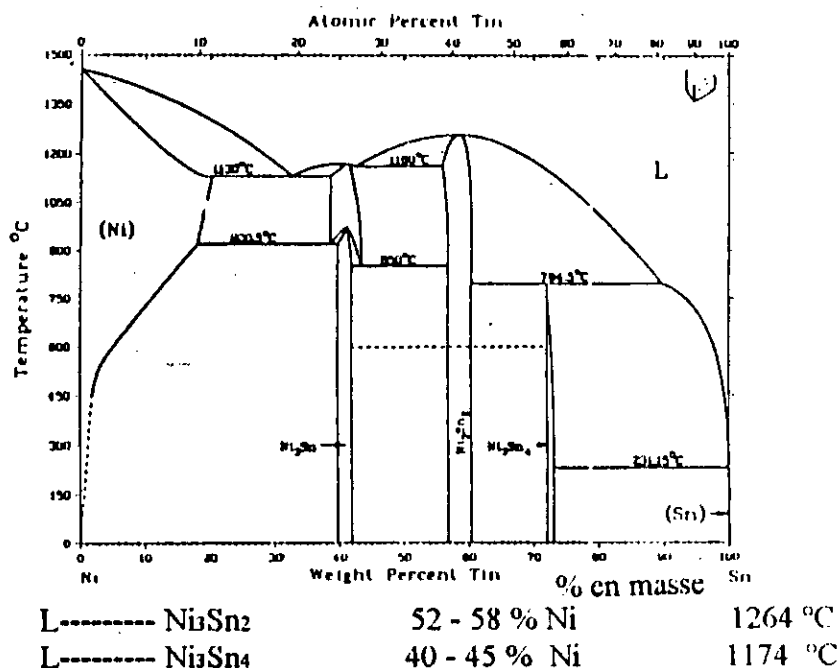


fig 10 : Diagramme d'équilibre Ni - Sn .

Remarque :

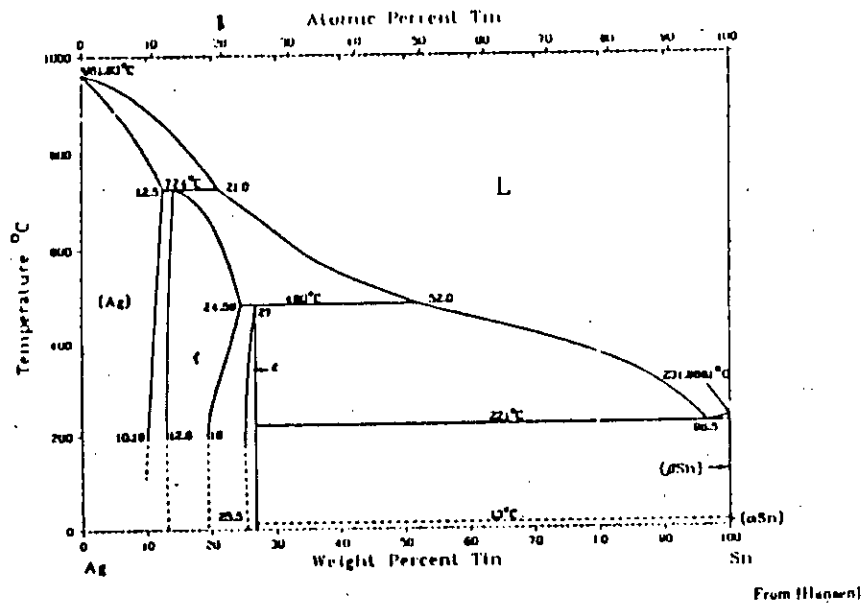
Hormis l'étain : les éléments constitutifs du système Cu - Sn - Ni sont à hauts points de fusion ce qui nous rapproche beaucoup plus de l'état d'interactions Solide - solide pour notre température de travail (630°C) .

IV)-5-1-2: Système Ag - Sn - In :

à l'inverse du système précédent , ce système dont les éléments constitutifs fondent respectivement à 960°C , 232°C , 156°C , nous rapproche beaucoup plus de l'état d'interaction Liquide - Solide .

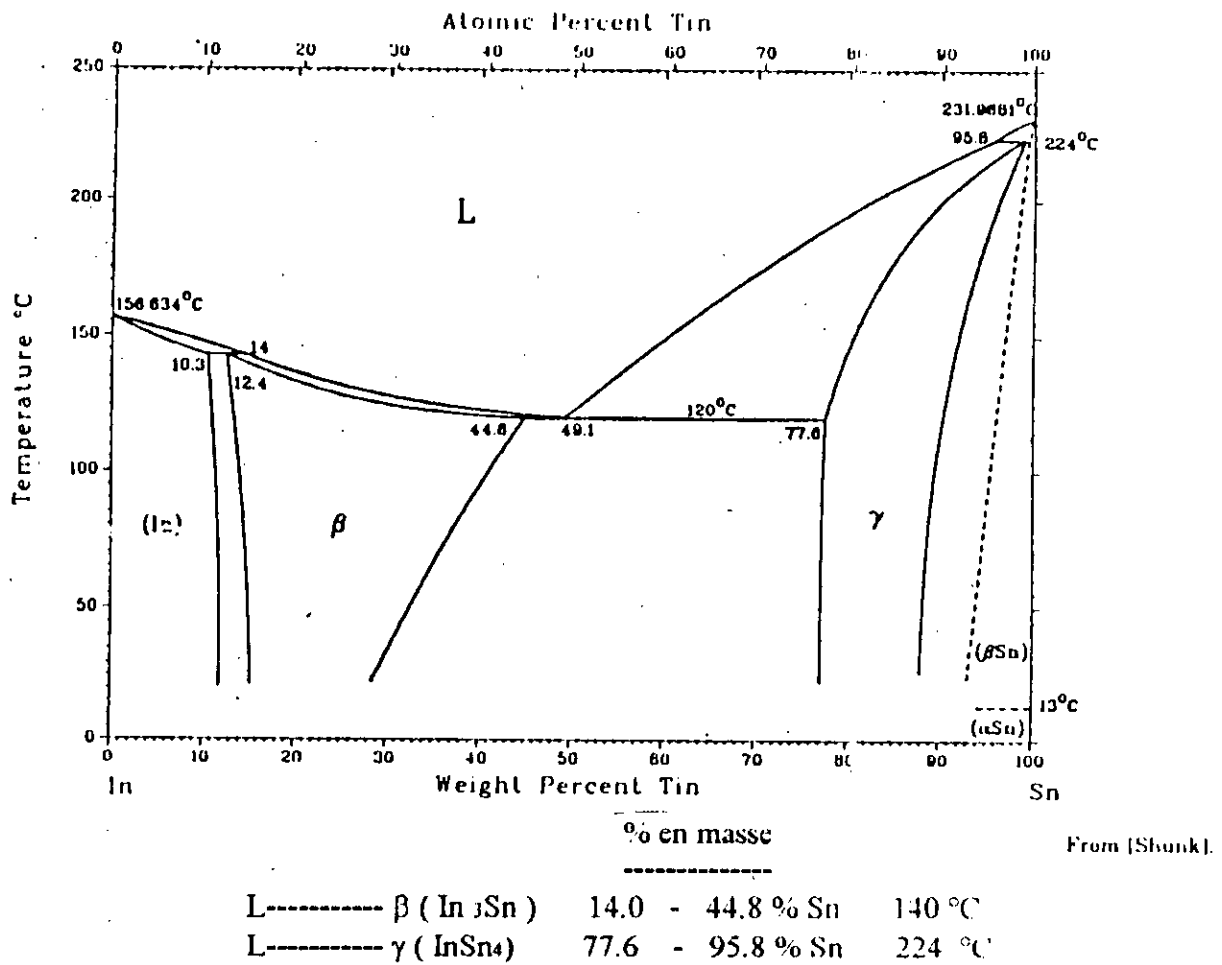
Les figures 11 , 12 présentent les diagrammes d'équilibre Ag - Sn , Sn - In ainsi que les températures de formation des composés binaires .

Nous manquerons pas de remarquer les températures de formations relativement basses des composés dans le diagramme Sn - In .



	% en masse		
L + Ag ----- ε	27% Sn		480°C
L + Ag ----- ζ	12.5 - 24.58 % Sn		724°C

fig 11 : diagramme d'équilibre Ag - Sn .



L----- β (In)Sn)	14.0 - 44.8 % Sn	140 °C
L----- γ (InSn)	77.6 - 95.8 % Sn	224 °C

fig . 12 : Diagramme d'équilibre Sn - In

Remarque :

Les deux systèmes ci - précédemment cités ont donnés des résultats fort intéressants sur les alliages d'aluminium [18] .

IV)-5-2: Composition et mode de déposition de la suspension :

La composition en masse des poudres à déposer est la suivante :

Cu - Sn - Ni : respectivement 50% , 30% , 20% ; en masse .

Ag - Sn - In : respectivement 40% , 40% , 20% ; en masse .

leur diamètre va jusqu'à 1 mm

10

on mélange la poudre relative à chaque traitement avec un agent liant (diluant + vernis cellulosique ou vénilique) .

Après la préparation des échantillons (chap IV-4) , on dépose la suspension obtenue à l'aide d'un pinceau sur la surface à traiter . un temps de 20mn suffit pour sécher à l'air Le dépôt .

IV)-5-3: Cycle thermique :

Après s'être assuré du bon contact interfacial et de l'homogénéité de la couche déposée , l'échantillon est introduit dans un tube en pyrex (pour lequel la température de fusion est de 780°C) et le tout est relié à une pompe à vide . Un vide dynamique est réalisé pendant 10 à 15 mn ce qui nous permet d'atteindre une valeur de 10^{-4} - 10^{-5} TORR .

Entre temps , le four tubulaire de traitement est porté à 630°C . cette température permet , d'après notre analyse bibliographique d'apporter des phases en surface .

Remarquons qu'une température plus grande permettrait surement de meilleurs résultats mais des limitations techniques (indisponibilité des tubes en quartz ou en silice) nous ont limité dans ce choix .

Après chaque traitement , on laisse les échantillons se refroidir toujours sous vide (qui atteint 10^6 TORR au moment de l'introduction du tube dans le four) et ce à l'air normale sous la température de l'ambiance .

IV)-6: Équipement et appareillage utilisés :

Toutes les expériences se sont déroulées dans le laboratoire du département de METALLURGIE au sein de L'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER .

Les équipement et appareillages sont ceux du laboratoire des traitements de surface . Ils comportent (fig 13) :

-Une pompe à vide qui assure un vide de 10^{-3} à 10^{-5} TORR c'est à dire vides primaire et secondaire .

-Un four tubulaire verticale (ou horizontale) permettant d'atteindre une température maximale de 1200°C .

-un bloc de puissance .

-Un lecteur du vide

-Un régulateur de température relié d'un côté au bloc de puissance et d'un autre muni d'un thermocouple .

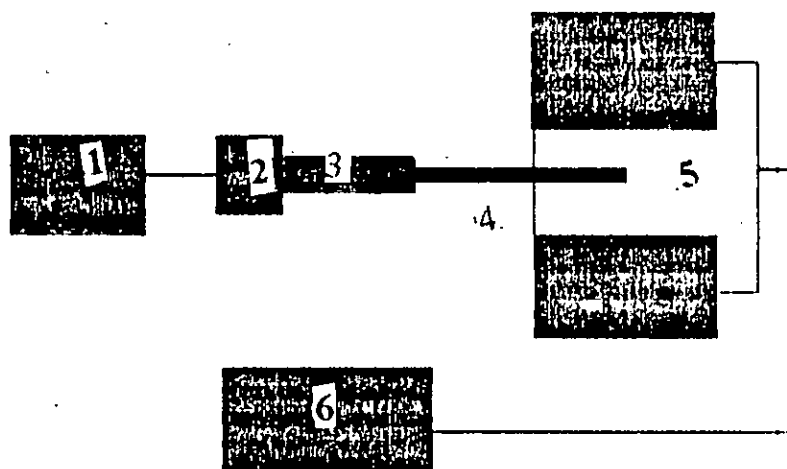


fig.13 : Dispositif utilisé .

- | | |
|-------------------------|-----------------------------------|
| (1) : Pompe sous vide; | (2) : Régulateur du vide; |
| (3) : Tuyau de liaison; | (4) : Tube en quartz ou en pyrex; |
| (5) : Four tubulaire; | (6) : Régulateur de température. |

IV-Présentation des essais :

Le tableau ci-après résume tout les essais effectués ainsi que les conditions des différents traitements.

Type de dépôt	Température de traitement	Temps de traitement	Valeur du vide
CU-Sn-Ni	630 °C	1h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	3h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	550 °C	3h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	800 °C	3h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	6h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	9h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	12h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	15h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	18h	10^{-6}
CU-Sn-Ni	630 °C	21h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	1h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	3h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	6h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	9h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	12h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	15h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	18h	10^{-6}
Ag-Sn-In	630 °C	21h	10^{-6}

Tab.3: Essais effectués.

V)-Analyses physico - chimique, métallurgique et mécanique du matériau traité

Dans ce présent chapitre, nous allons présenter une analyse micrographique, une analyse par diffraction des rayons X et une caractérisation tribologique couplée aux profils des microduretés de chaque traitement .

Pour être méthodique, nous allons procéder couple par couple .

V)-1: Analyse micrographique : C'est la méthode la plus classique et la plus élémentaire qu'on utilise, au premier lieu, pour mettre en évidence les contrastes interfaciaux .

Pour cela, la majeure partie de nos photos ont été prises au niveau de l'interface dépôt - substrat après avoir effectué un polissage très poussé au niveau de la face perpendiculaire à la surface traitée .

On notera que notre analyse micrographique comporte des photos M.E.B, des photos optiques avec et sans attaque et quelques autres photos en lumière polarisée .

Les figures numérotées 14 à 38 sont relative au couple Cu - Sn - Ni / XC10 et celles numérotées de 39 à 56 sont celles du couple Ag - Sn - In / XC10 .

V)-1-1: Couple Cu - Sn - Ni / XC10 :

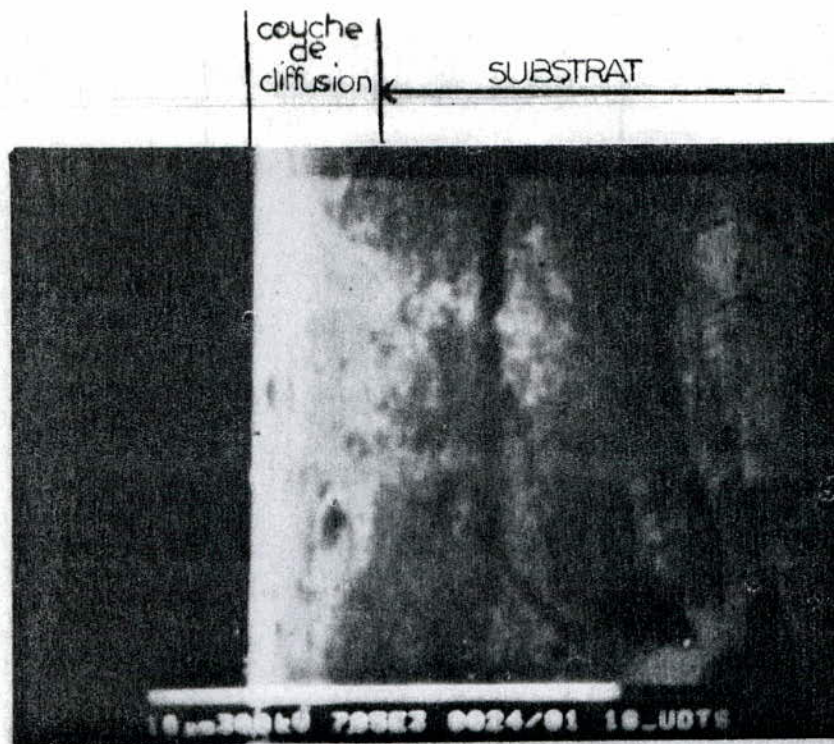


Fig 14: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 1H). Photo M.E.B

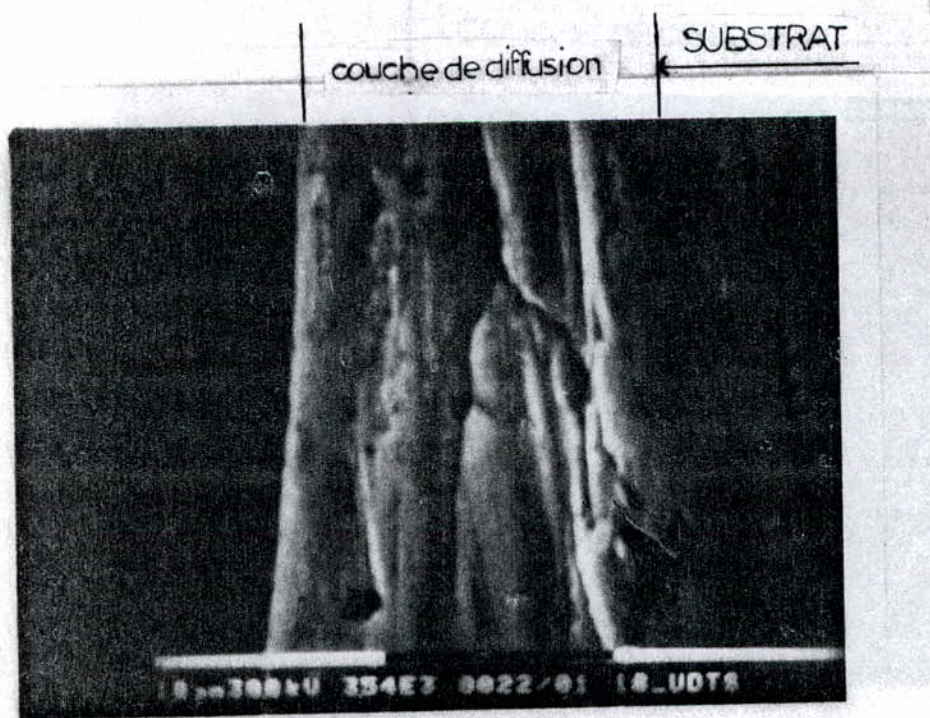


Fig 15: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 3H). Photo M.E.B

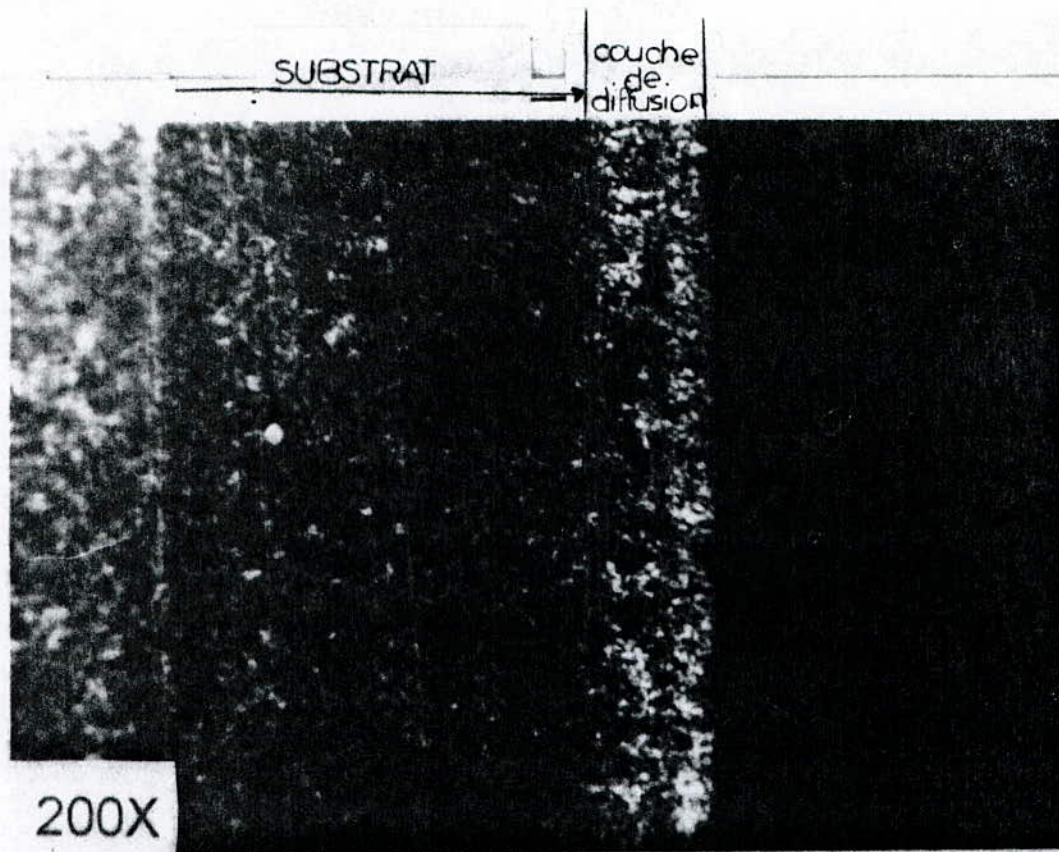


Fig 18: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 550°C, pendant 3h). Photo optique avec attaque chimique.

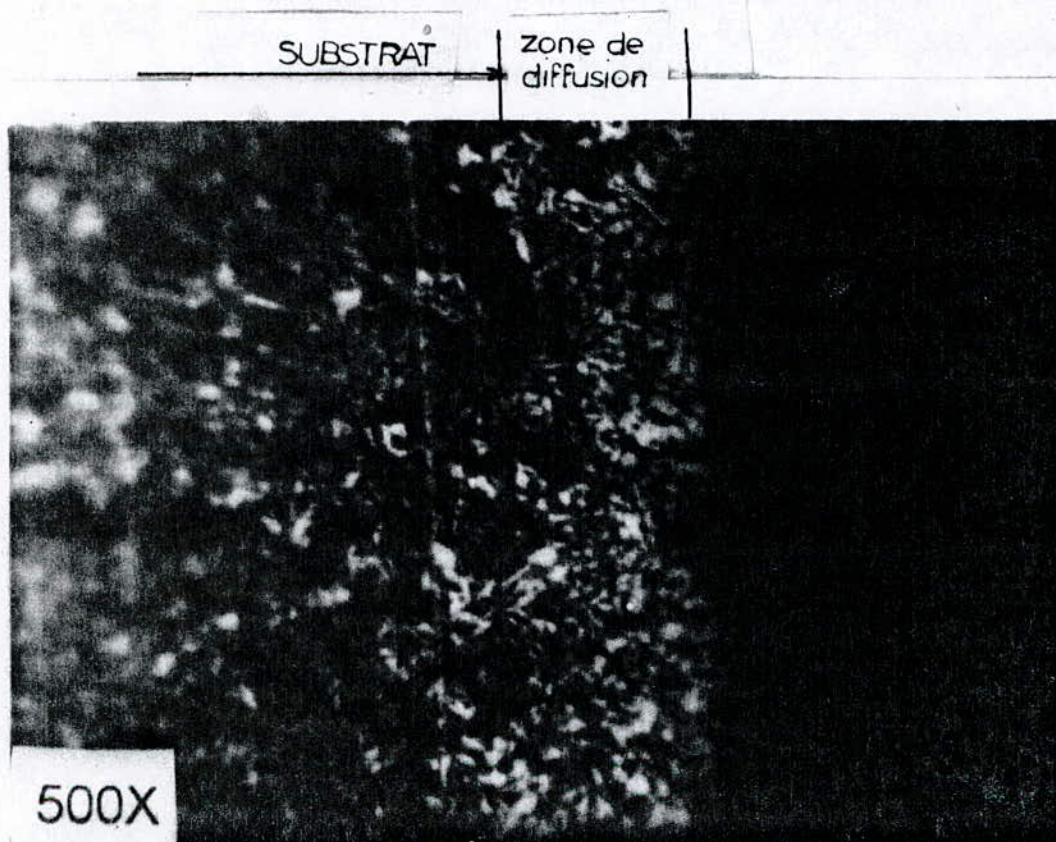


Fig 19: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 550°C, pendant 3h). Photo optique avec attaque chimique.

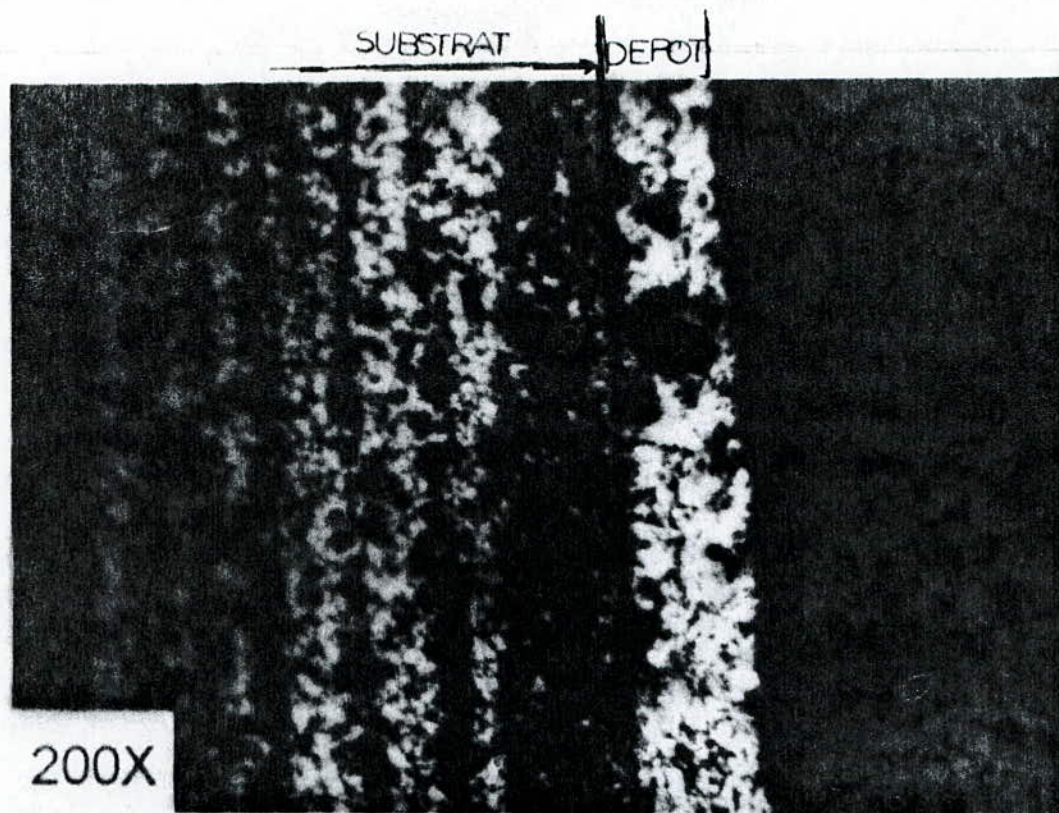


Fig 20: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 800°C, pendant 3H). Photo optique avec attaque.

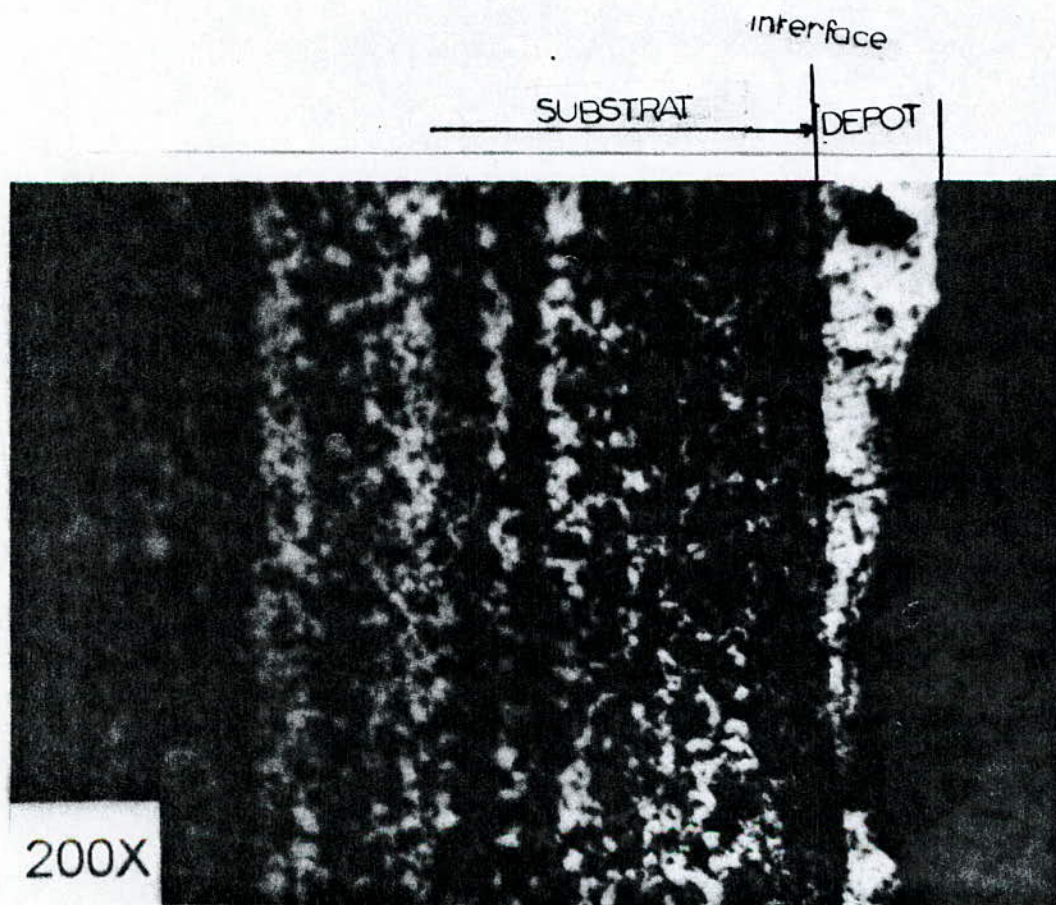


Fig 21: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 800°C, pendant 3H). Photo optique avec attaque chimique.

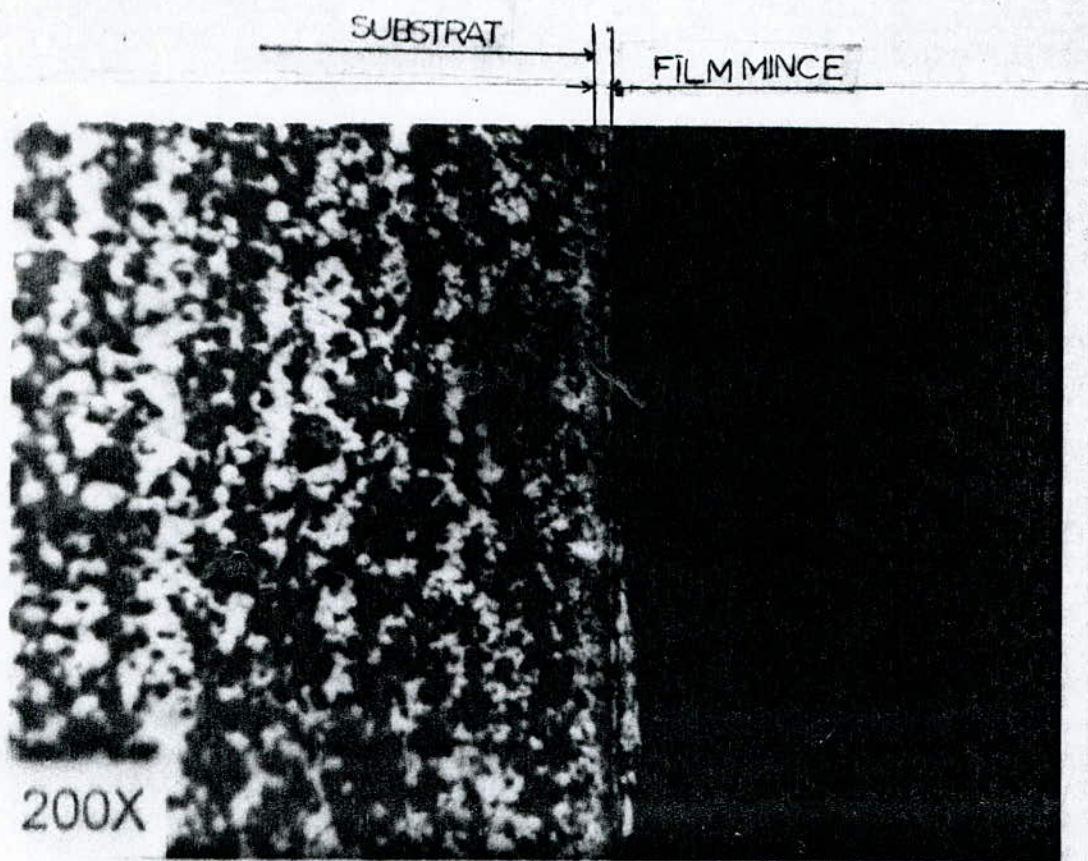


Fig 22: Photo optique prise avec attaque chimique sur le côté non traité de l'échantillon porté à 800°C pendant 3H.

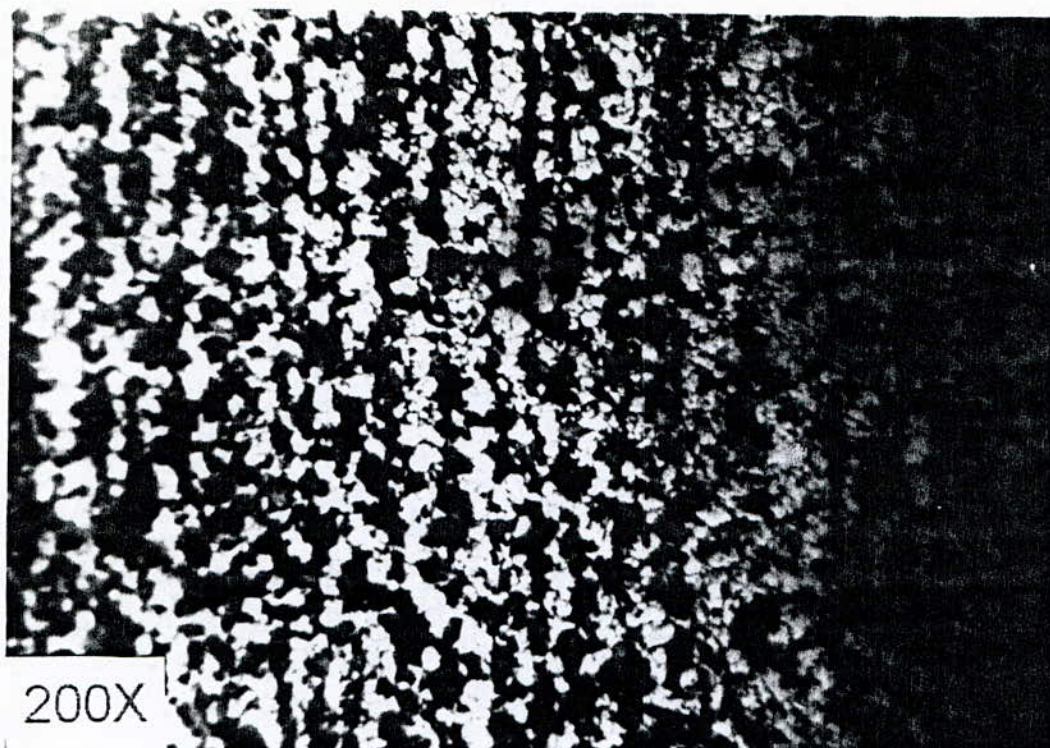


Fig 23: Photo optique avec attaque chimique du substrat traité pendant 3H à 800)c.



Fig 24: Morphologie du dépôt obtenu pour un traitement de 3H à 800°C.

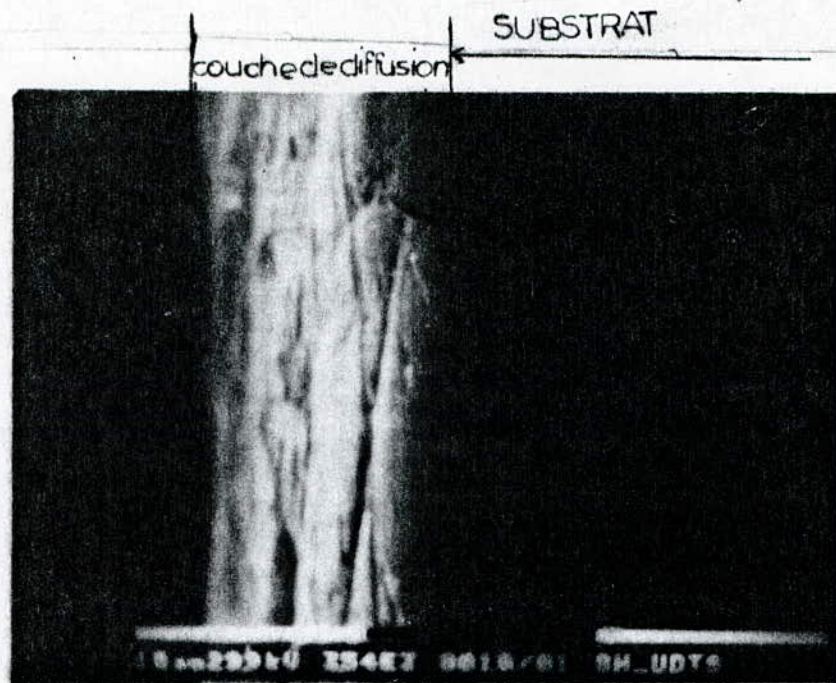


Fig 25: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 6H). photo M.E.B

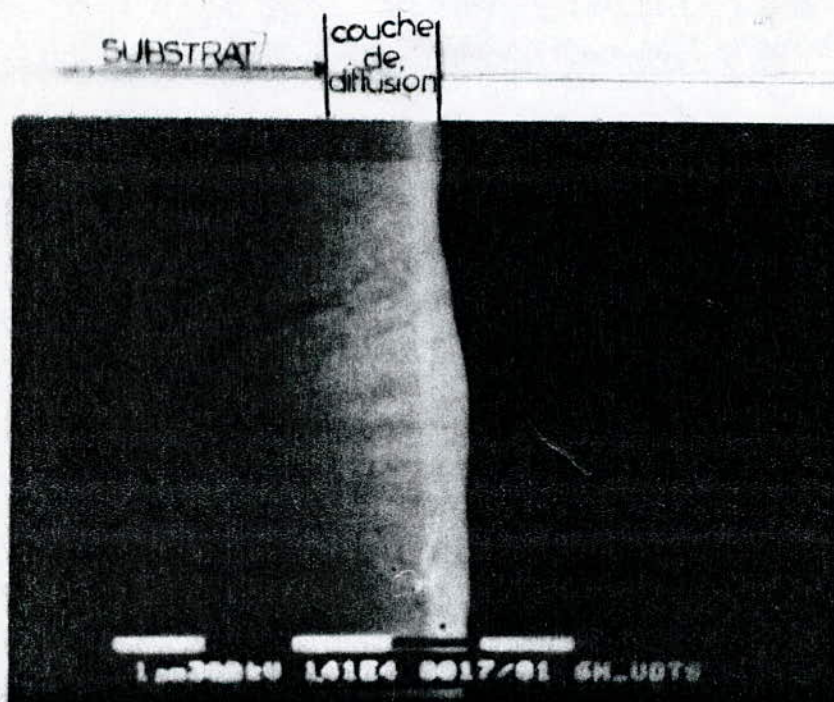


Fig 26: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 6H). photo M.E.B

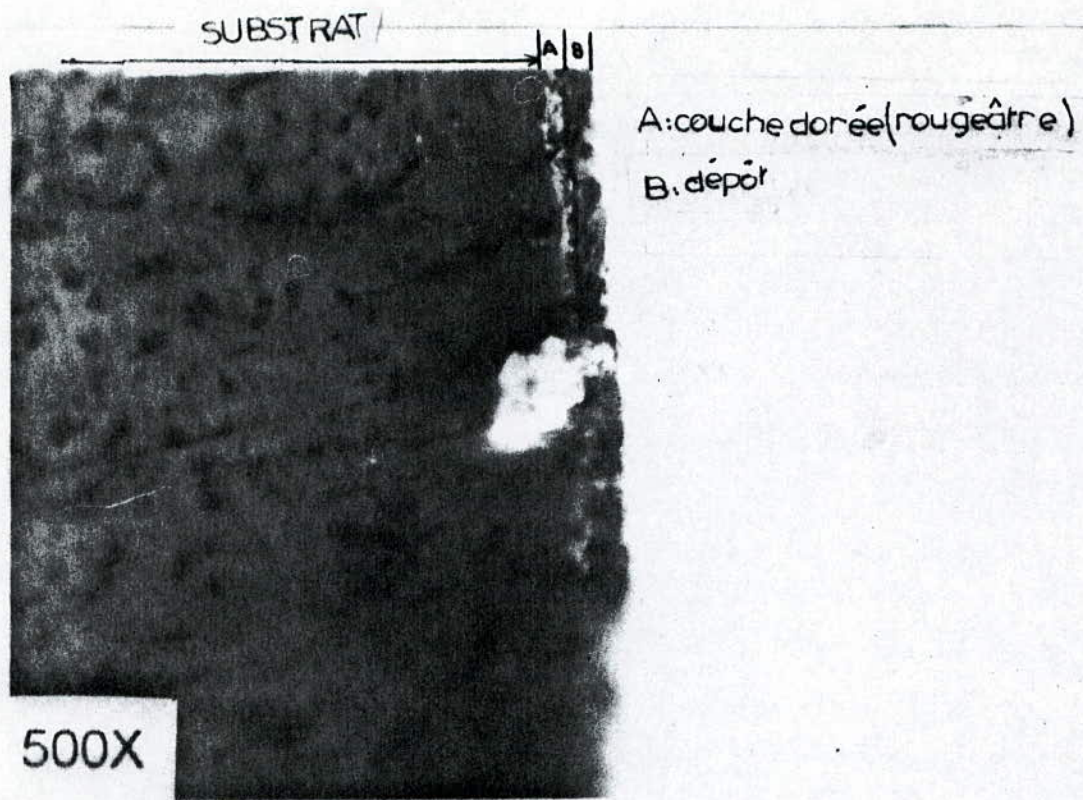


Fig 27: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 9H). Photo optique en lumière polarisée.



Fig 28: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 9H). Photo optique avec attaque chimique

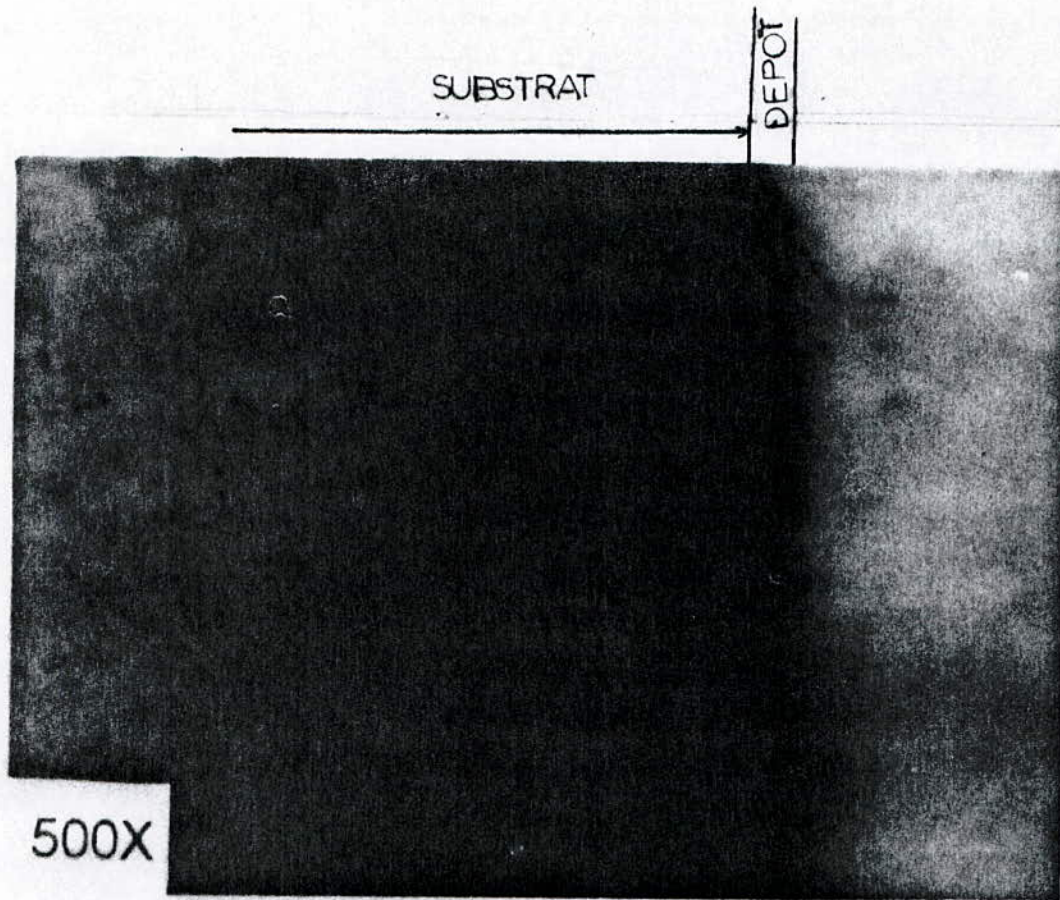


Fig 29: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 12H). Photo optique en lumière polarisée.

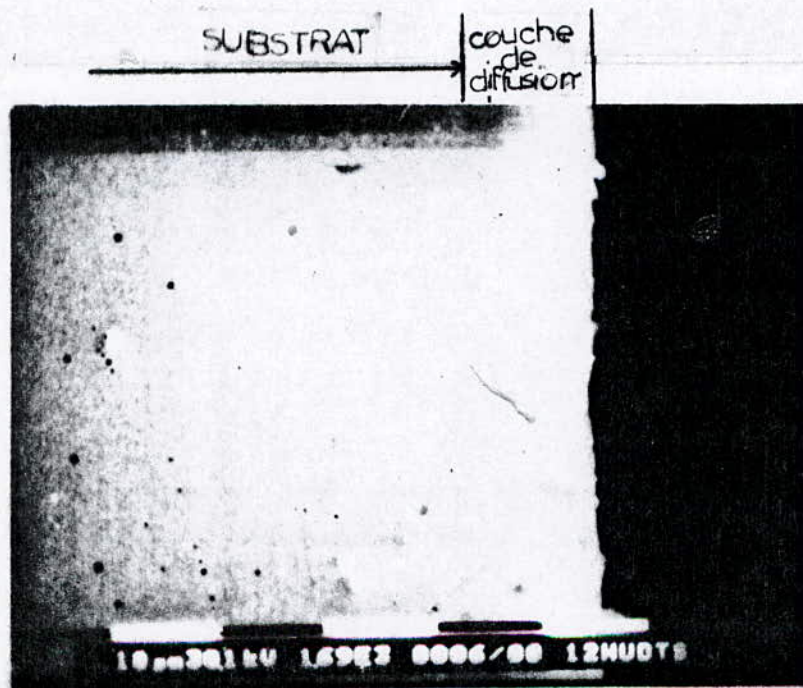


Fig 30: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 12H). Photo M.E.B.



Fig 31: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 15H). Photo optique avec attaque chimique.

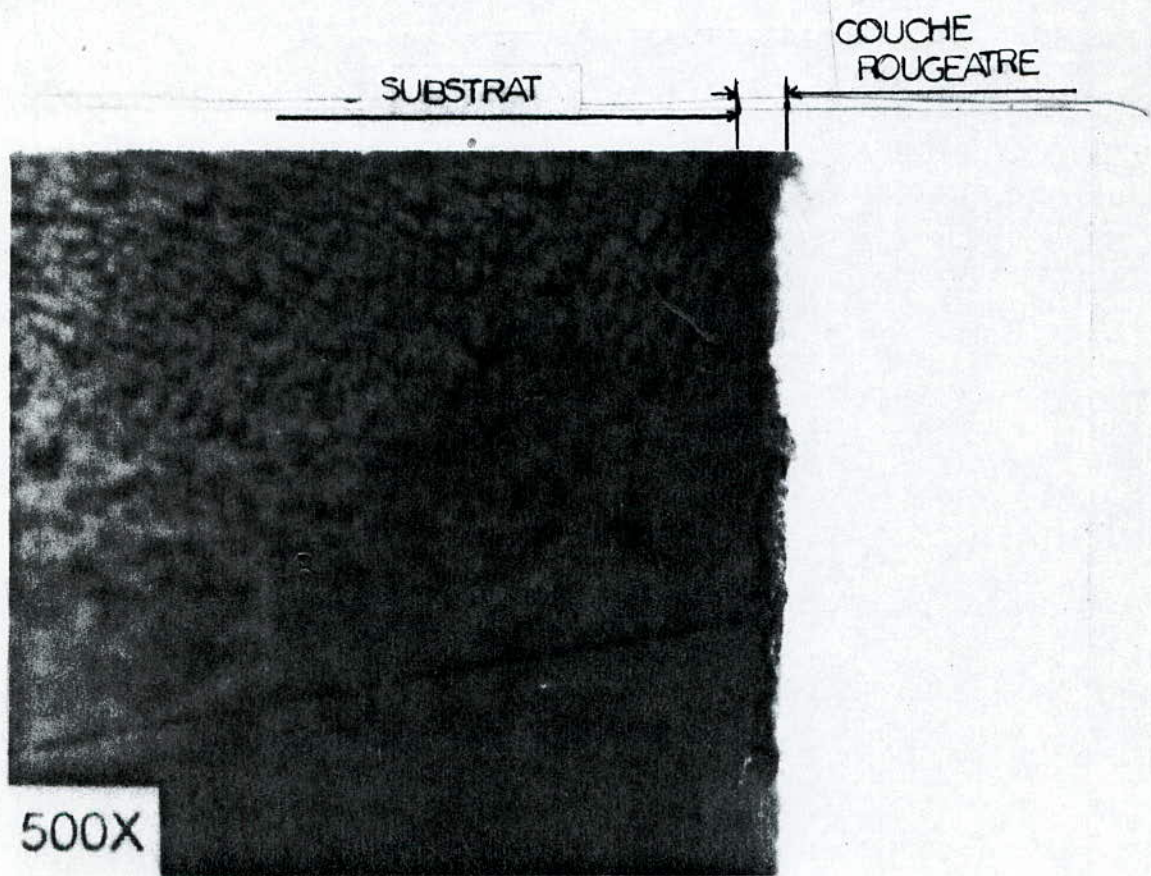


Fig 32: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 15H). photo optique en lumière polarisée.



Fig 33: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 15H). Photo M.E.B.

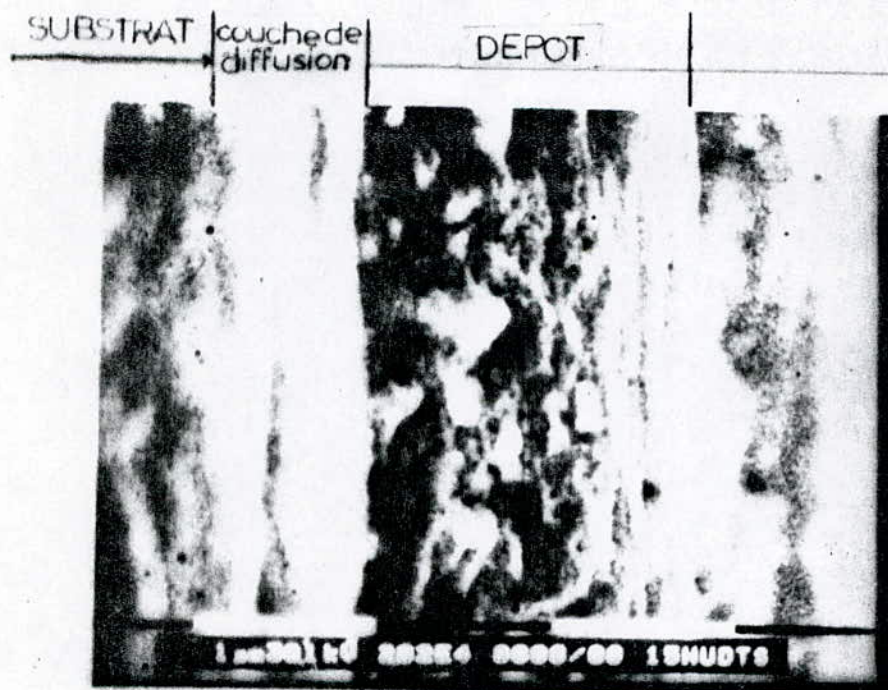


Fig 34: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 15H). photo M.E.B.

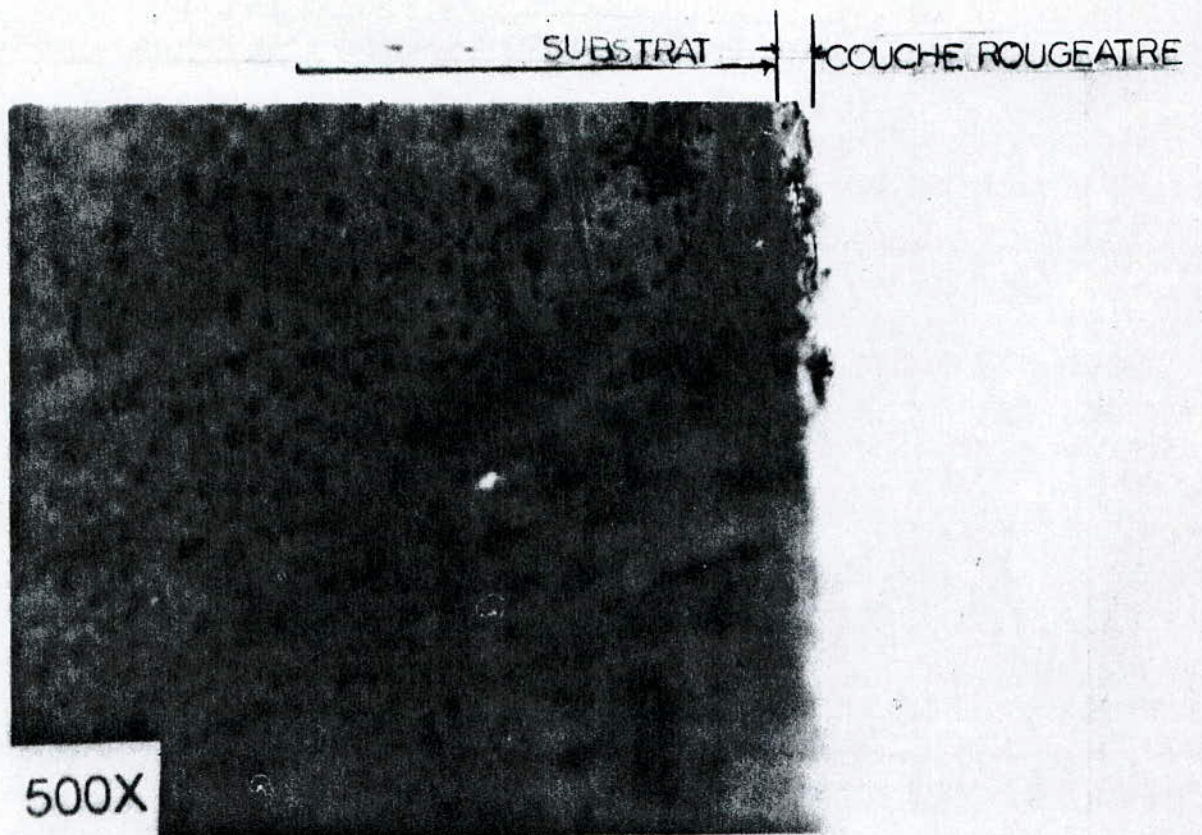


Fig 35: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 18H). Photo optique en lumière polarisée.

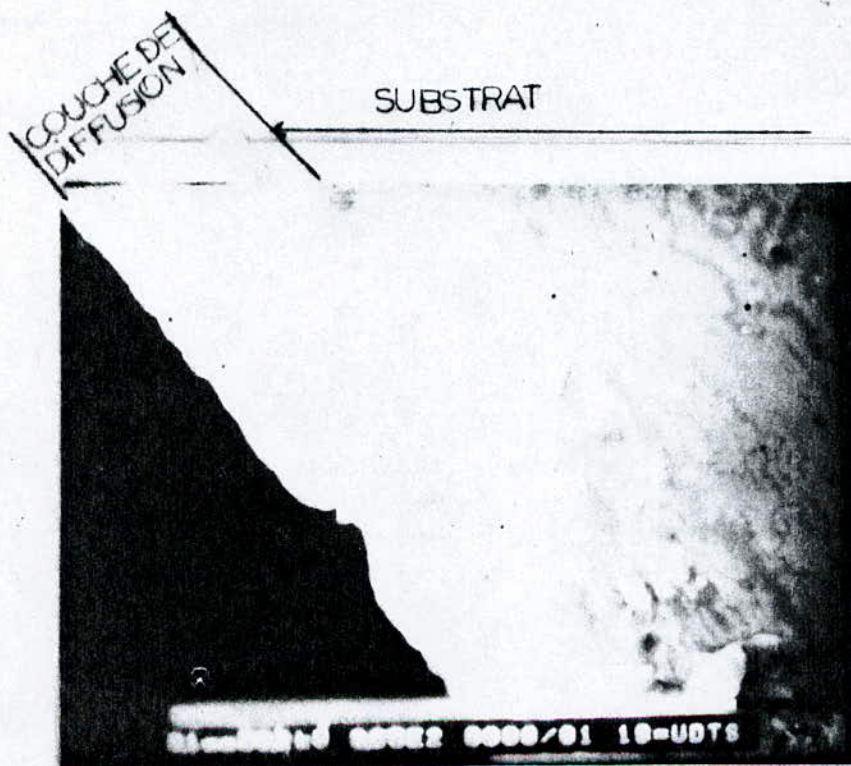


Fig 36: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 18H). Photo M.E.B.



Fig 37: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 21H). Photo M.E.B.

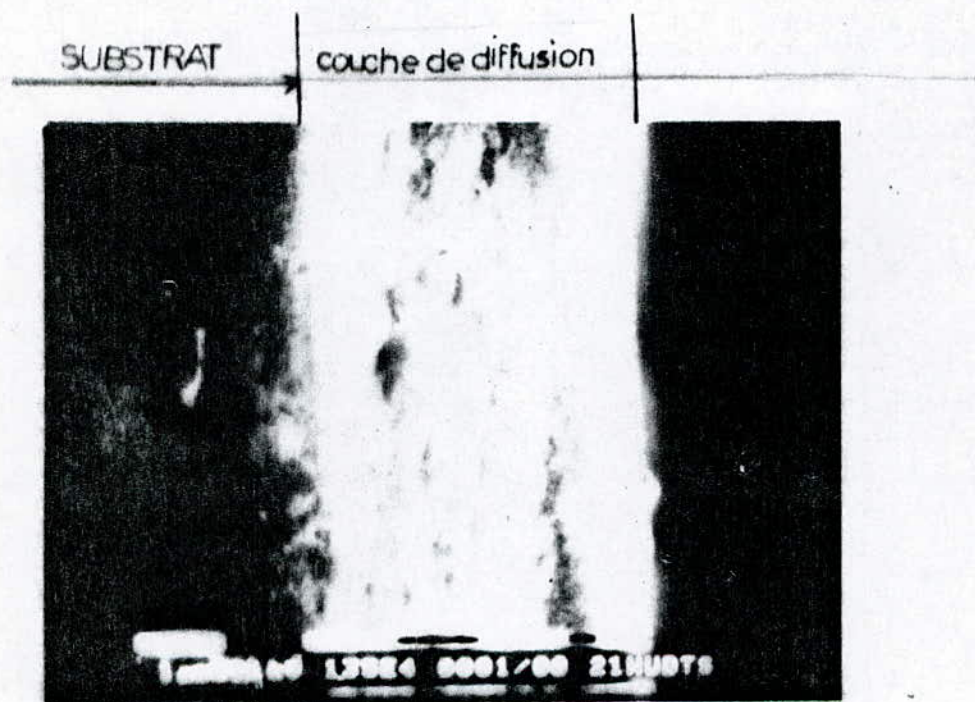


Fig 38: Interface du couple Cu-Sn-Ni/XC10 (traité à 630°C, pendant 21H). Photo M.E.B.

V)-1-1-1: Constatations et remarques : Pratiquement toutes les photos relatives au couple Cu - Sn - Ni / XC10 présentent un contraste interfacial caractérisé par une couche de diffusion en claire.

Pour le traitement d' une heure (fig.14), la couche de diffusion borde tout le long de l'échantillon et présente une certaine non - uniformité en épaisseur .

-Le traitement de 3h à 630°C présente plutôt un contraste morphologique indiquant des plages grises séparées par des limites plus sombres (fig.15, 16, 17) .

-Le traitement de 3h à 550°C fait apparaître un dépôt très fin sombre suivi d'une couche de diffusion très claire dont les grains sont plutôt basaltiques (fig.18, 19) .

-Le traitement de 3h à 800°C montre un dépôt clair largement plus épais mais non uniformément réparti (fig.20, 21) .

-Sur l'autre rive non traitée du même échantillon (fig.22) ce film clair réapparaît mais y est largement plus mince (négligeable) .

-La figure 24 prise sur le dépôt lui même montre un contraste morphologique type plage homogène - particules non fondues .

-Les figures 25 et 26 font ressortir une blancheur à l'interface pour le traitement de 6h à 630°C .

-Les photos relatives au traitement de 9h à 630°C font ressortir d'un côté un dépôt sombre (fig.28) et d'un autre, en lumière polarisée (fig.27) une autre couche vers l'intérieur de couleur dorée sous forme de film discontinu . Cette couleur peut être indicative d'une présence de cuivre . Le même phénomène est observable sur la figure relative au traitement de 12h à 630°C avec une discontinuité accentuée pour la couche dorée (fig.29) .

Cette couche réapparaît pour le traitement de 15h avec une épaisseur plus grande et une plus grande continuité (fig.32) pour ce même traitement (15h), le dépôt comporte des particules sphériques probablement des poudres non fondues (fig.34) .

Les figures 35, 36 caractérisant le contraste interfacial du traitement de 18h montrent la présence du dépôt et d'une interface .

- Les figures 37, 38 montrent la couche de diffusion obtenue pour un traitement de 21h .

-Il ressort que pour les traitements effectués la diffusion à bel et bien eu lieu .

Les traitements de petites durées jusqu'à 6h à 630°C sont caractérisés par l'apparition seule d'une couche de diffusion ,et le dépôt extérieur n'y est pas adhérent (sauf à 800°C).

Les traitements de moyenne durée 9h-18h présentent et un dépôt adhérent et une couche de diffusion.

Les traitements à longues durées (21h) présentent des couches de diffusion épaisses .

Les photos optiques prises avec attaques confirment, presque toutes, la forme basaltique des grains des couches de diffusion chose prévue par LAKHTINE [2] .

En effet, les germes qui poussent au niveau de l'interface dans la direction de la diffusion trouvent ainsi leur morphologie orientée en forme d'une pénétration basaltique .

V)-1-2: Couple Ag - Sn - In /XC10 :

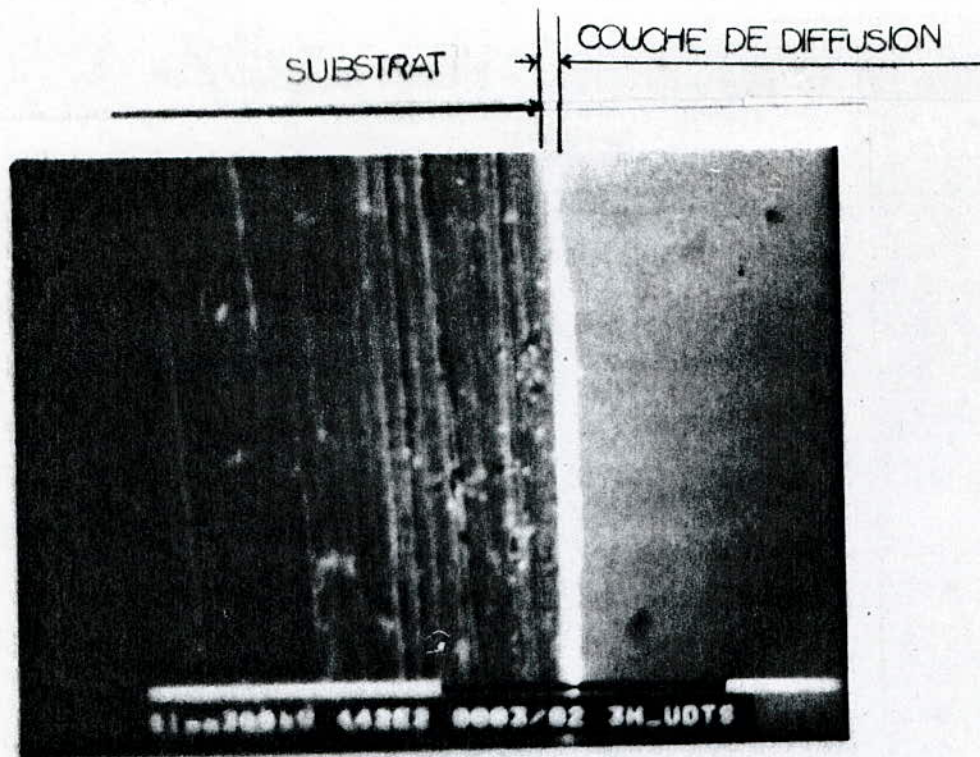


Fig.39: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 3H). Photo M.E.B

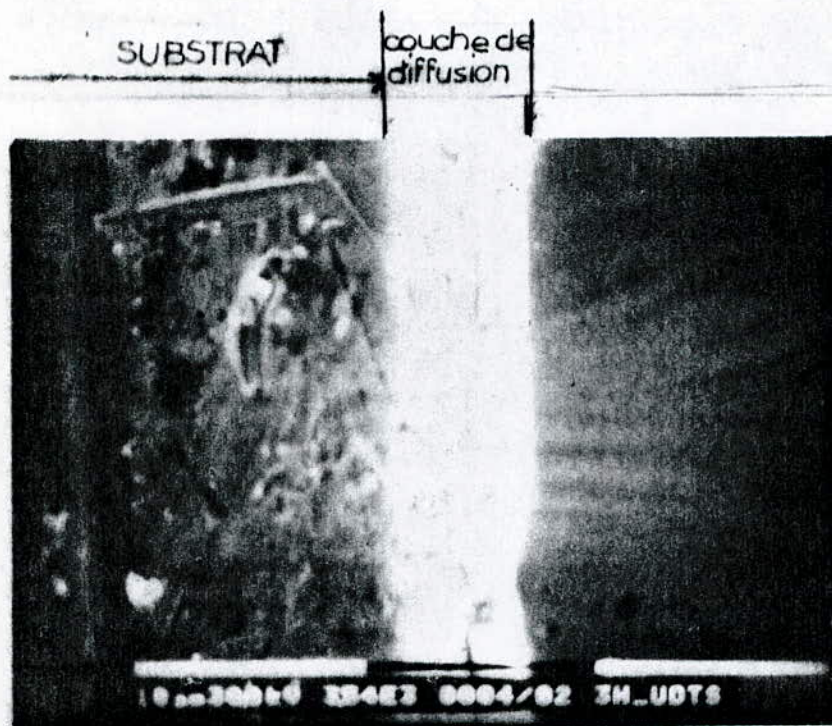


Fig.40: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 3H). Photo M.E.B

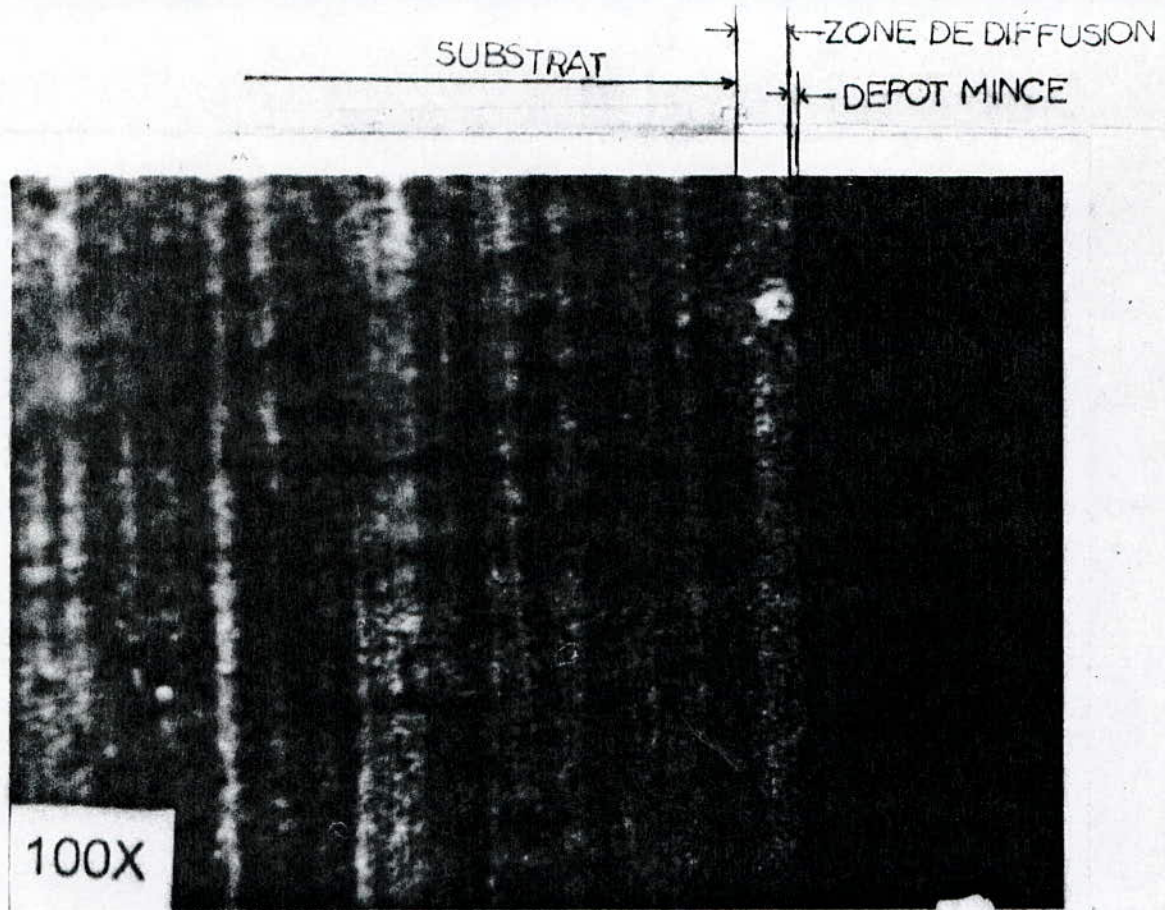


Fig 41: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 3H). Photo optique avec attaque chimique

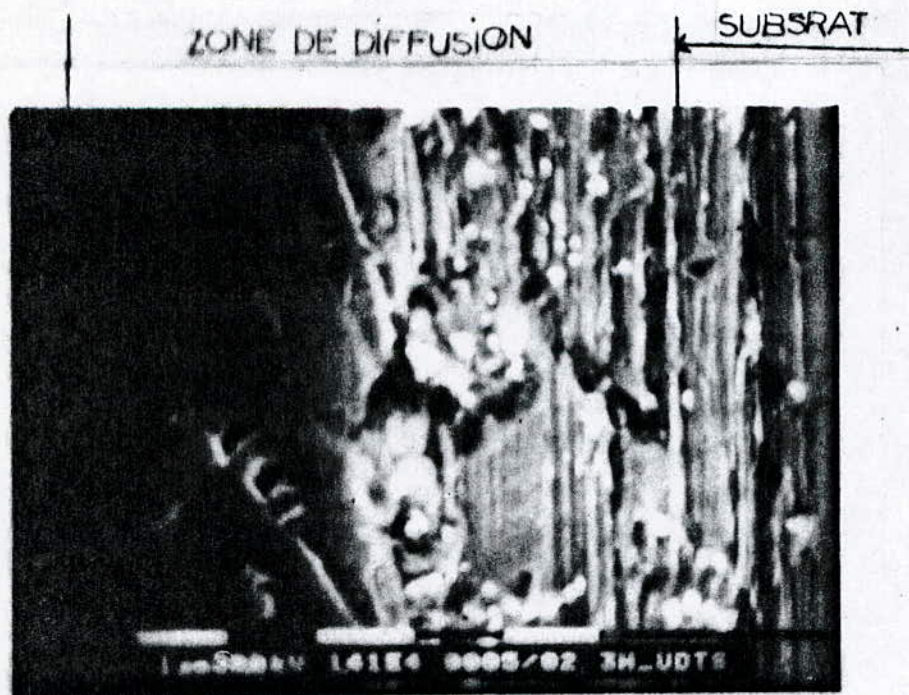


Fig 42: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 3H). Photo M.E.B

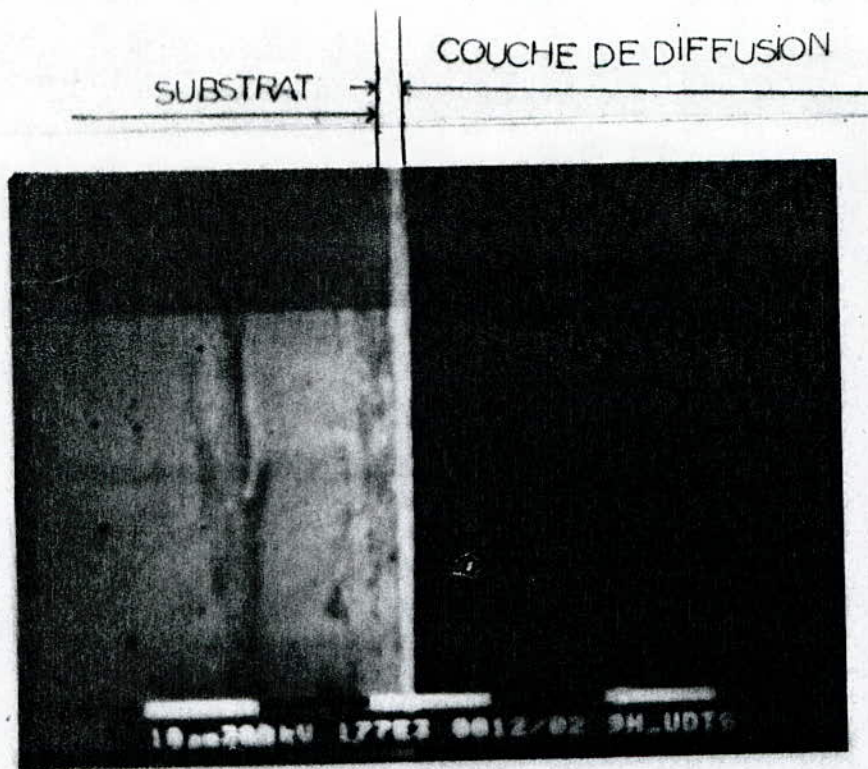


Fig 43: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 6H). Photo M.E.B

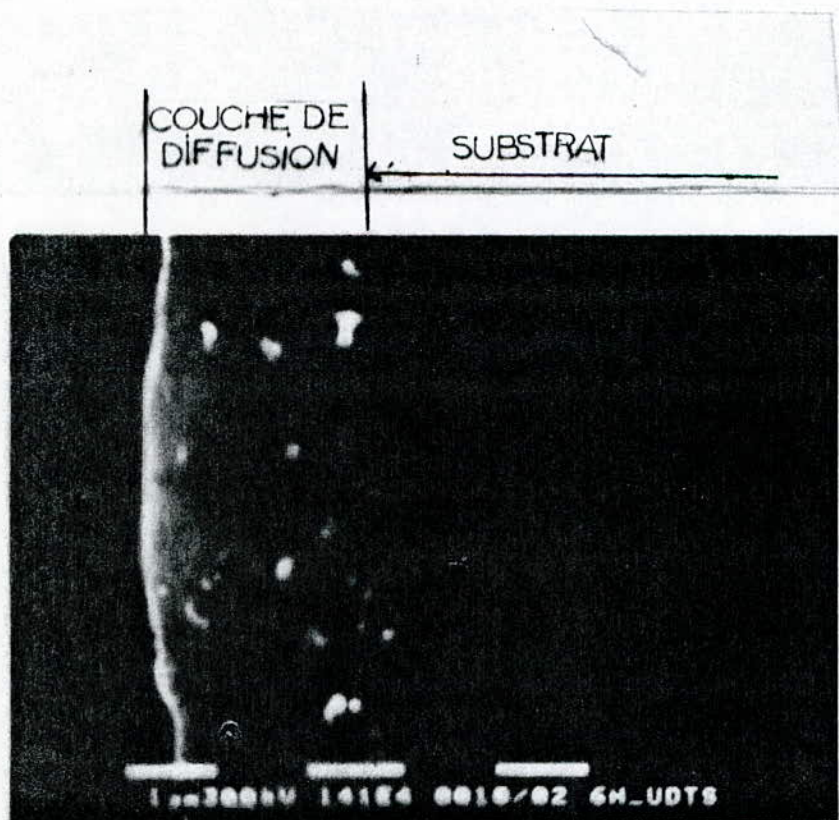


Fig 44: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 6H). Photo M.E.B

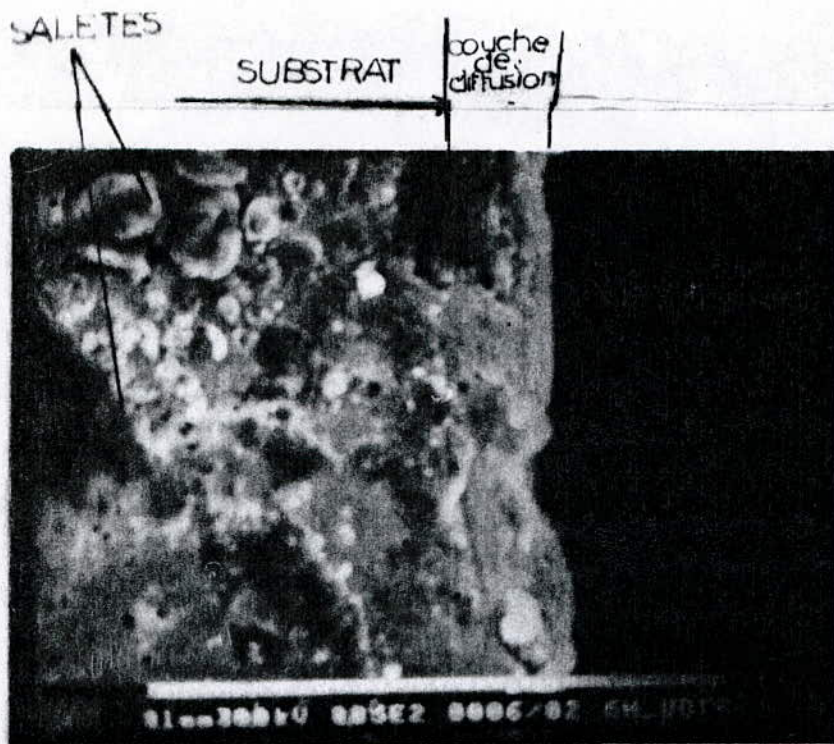


Fig 45: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 6H). Photo M.E.B

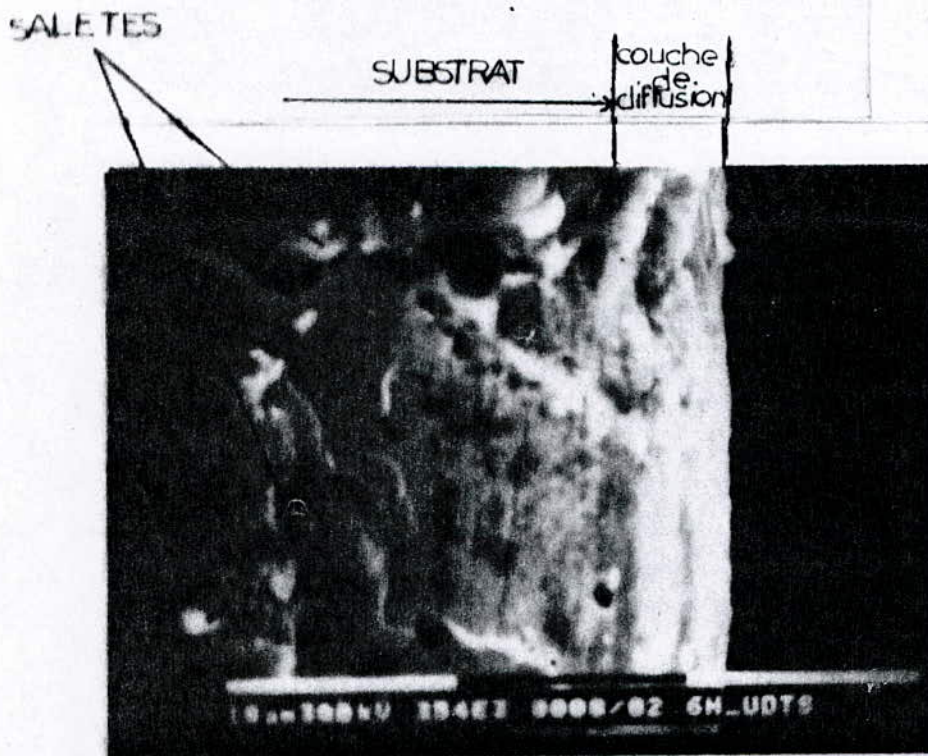


Fig 46: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 6H). Photo M.E.B

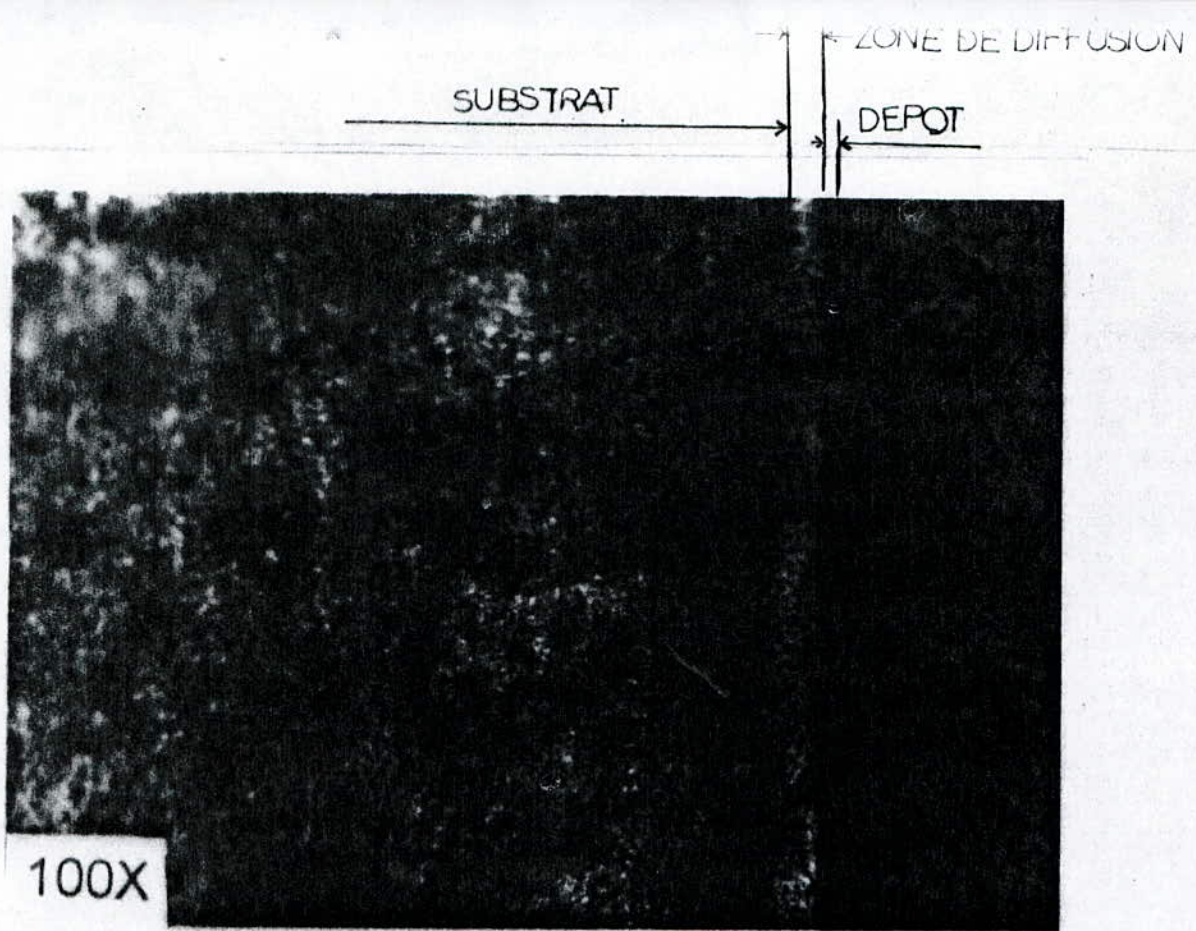


Fig 47: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 9H). Photo optique avec attaque chimique

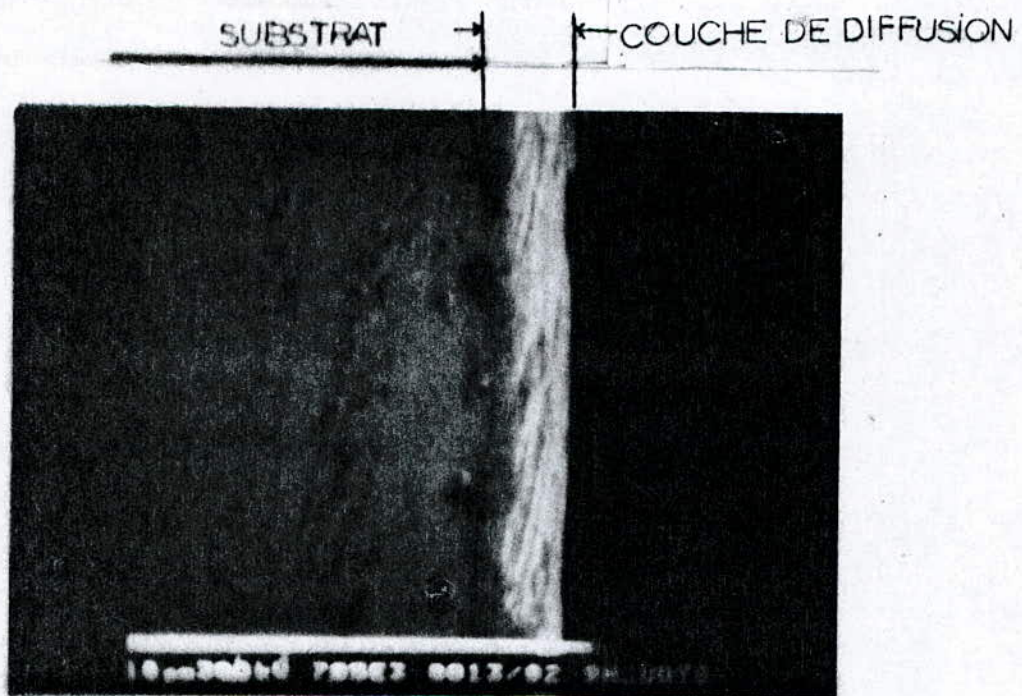


Fig 48: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 9H). Photo M.E.B

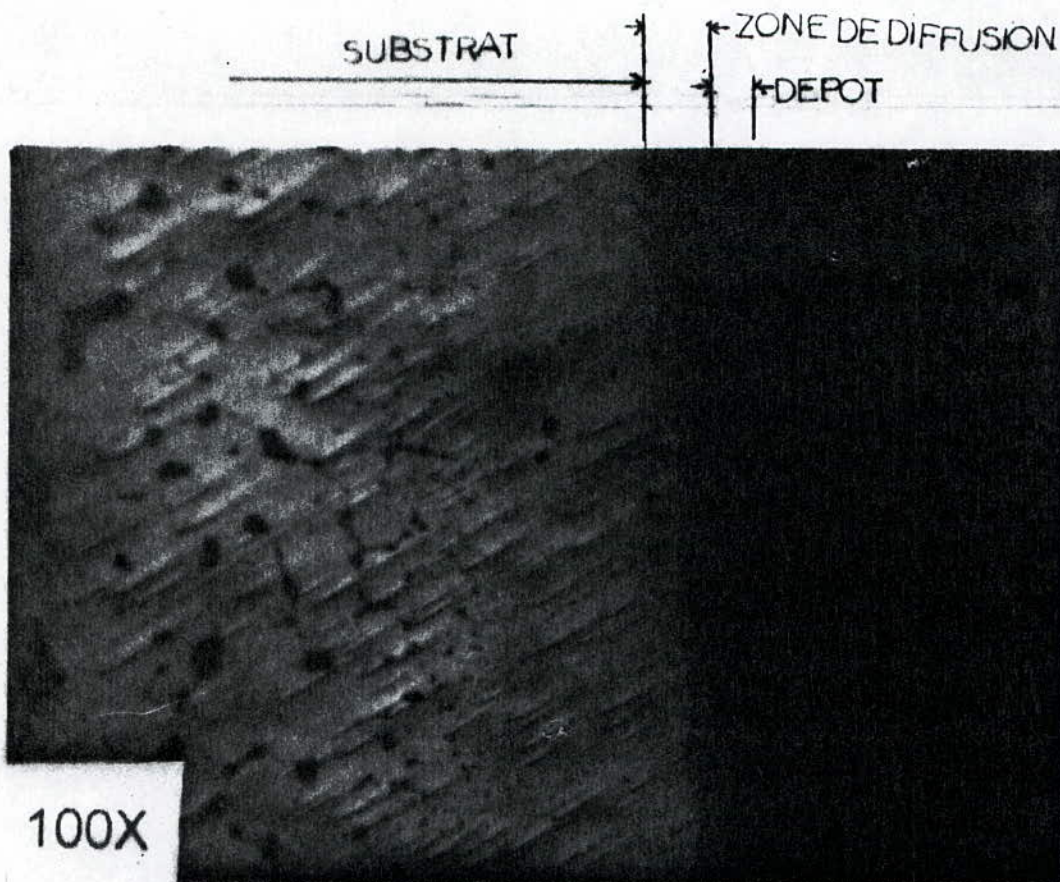


Fig 49: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 12H). Photo optique avec attaque chimique, en lumière polarisée.

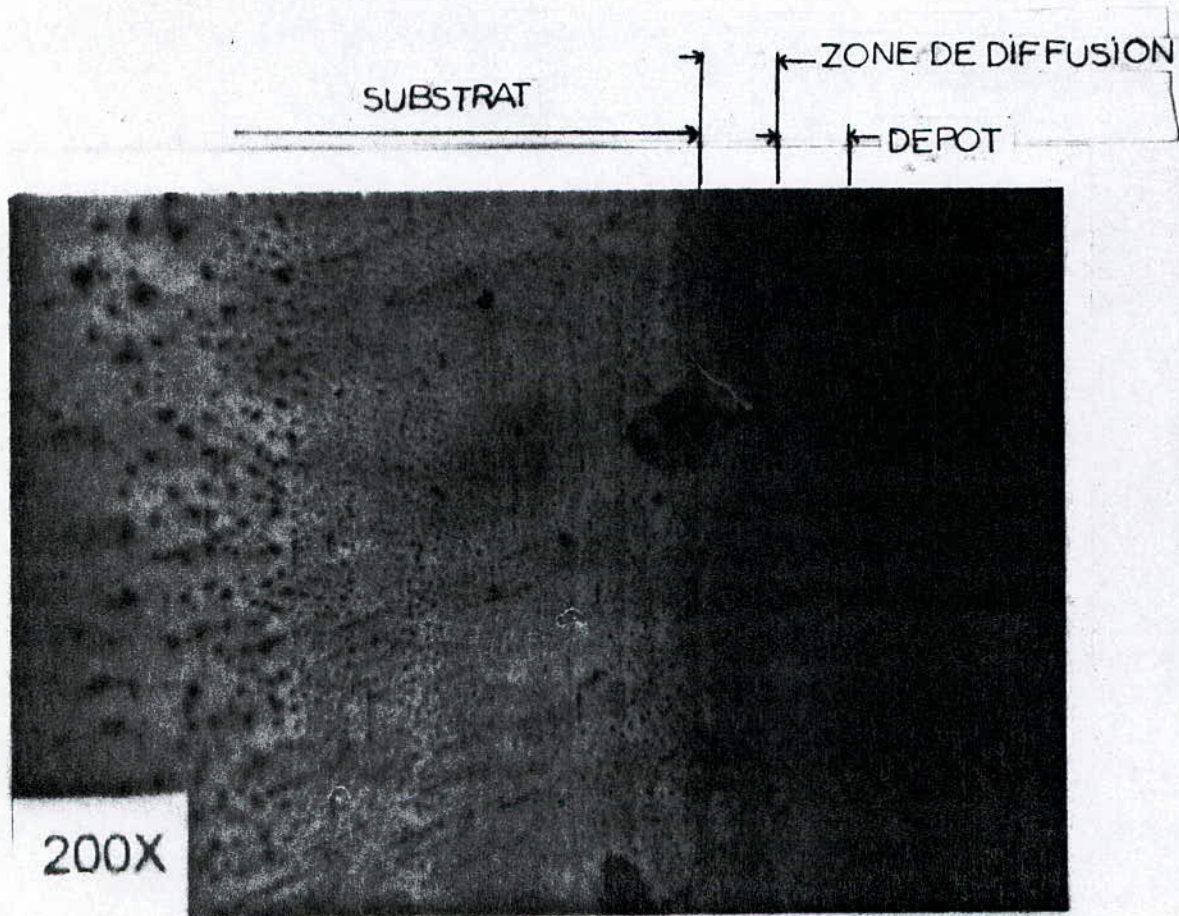


Fig 50: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 12H). Photo optique avec attaque chimique, en lumière polarisée.

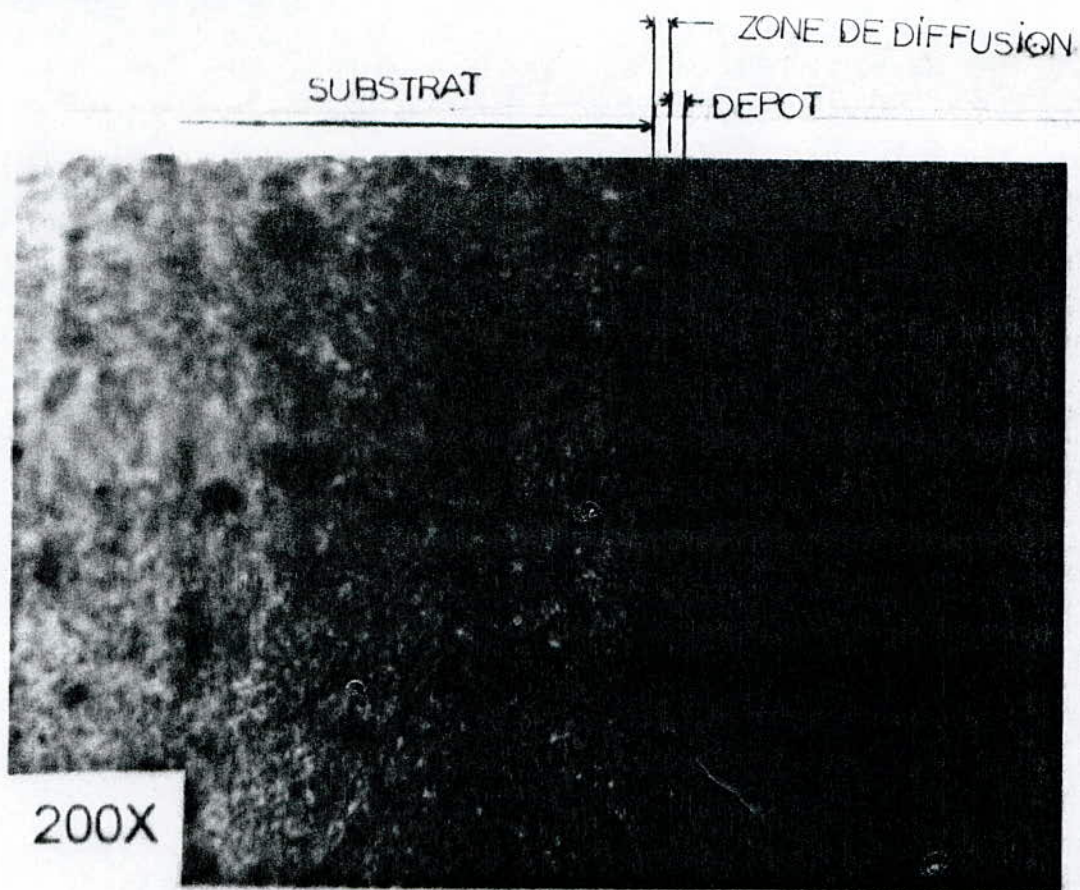


Fig 51: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 15H). Photo optique avec attaque chimique.

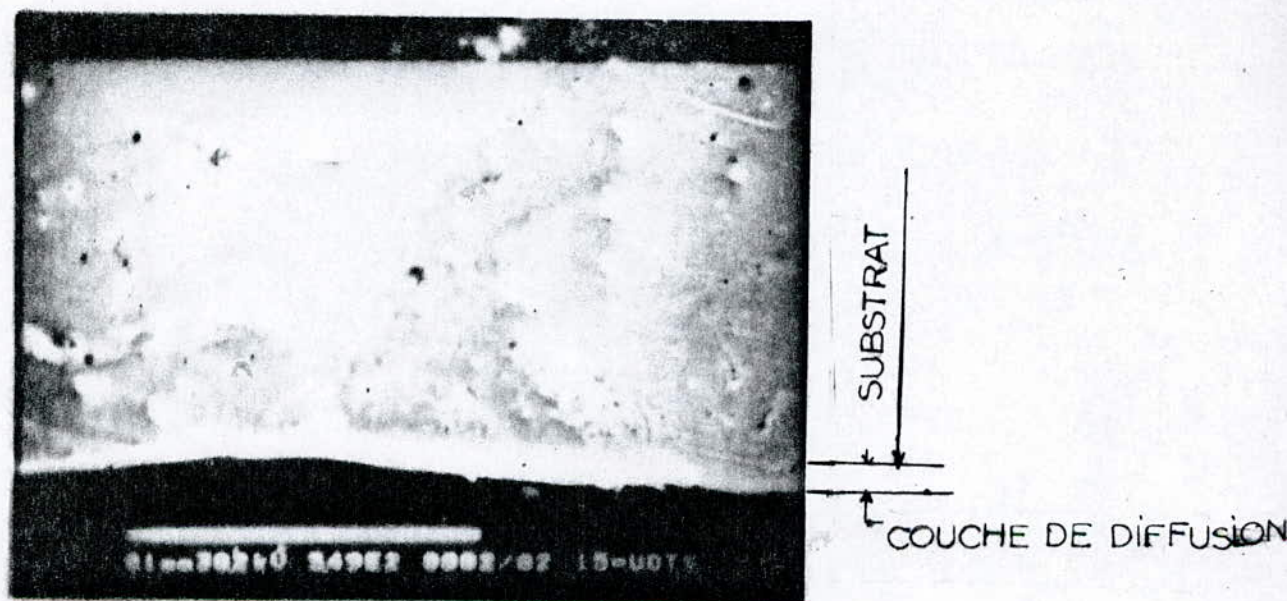


Fig 52: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10; (traité à 630°C, pendant 15H). photo M.E.D.

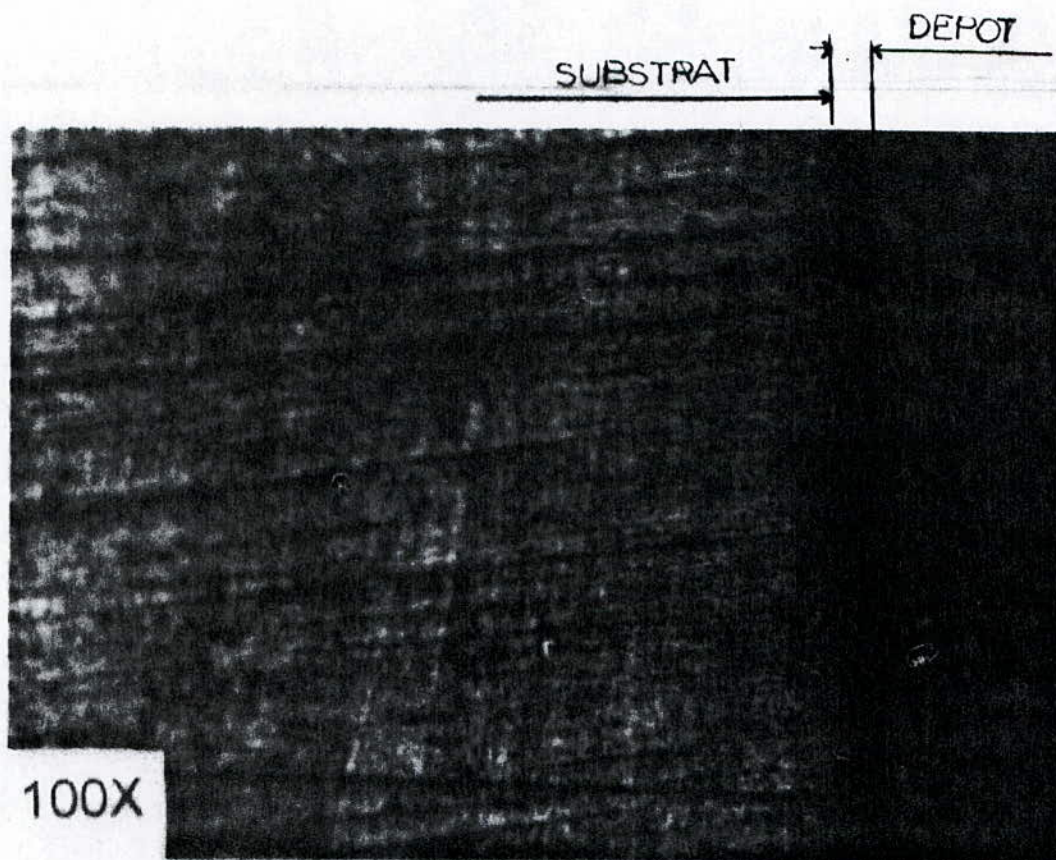


Fig 53: Interface du couple Ag-Sn-In/XCl₁₀: (traité à 630°C, pendant 18H). photo optique avec attaque chimique

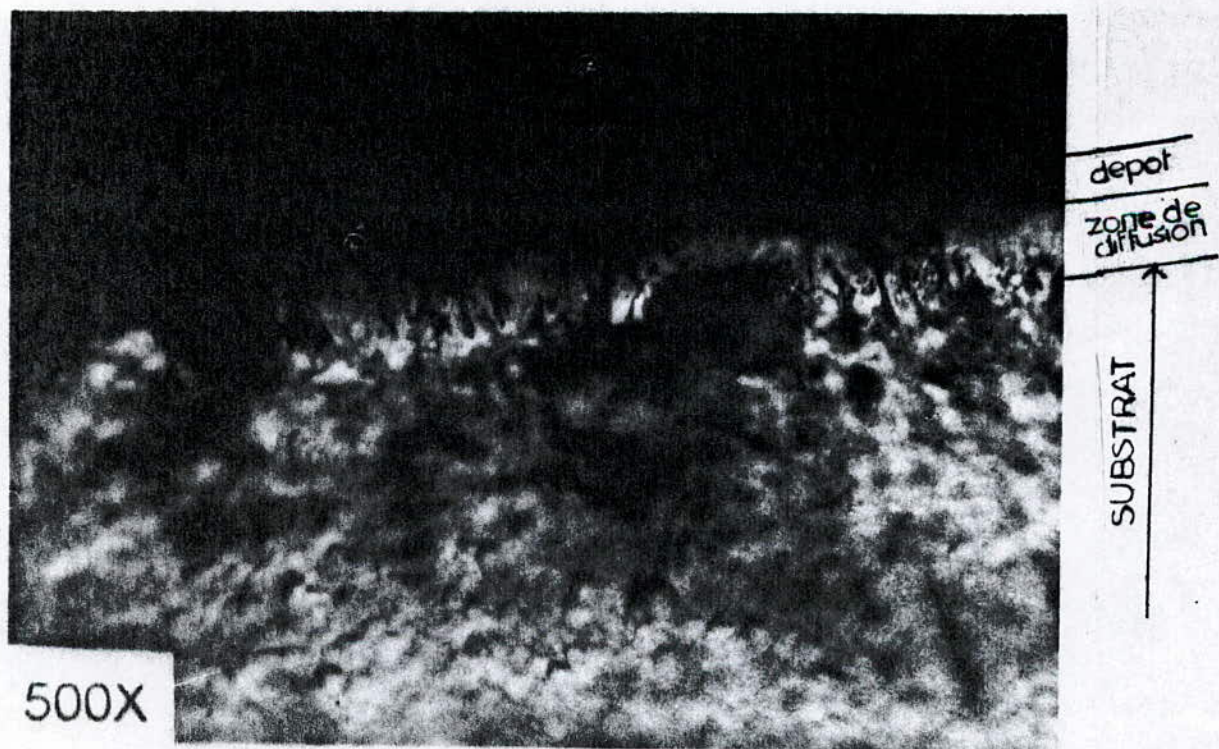


Fig 54: Interface du couple Ag-Sn-In/XCl₁₀: (traité à 630°C, pendant 18H). photo optique avec attaque chimique

SUBSTRAT

COUCHE DE
DIFFUSION

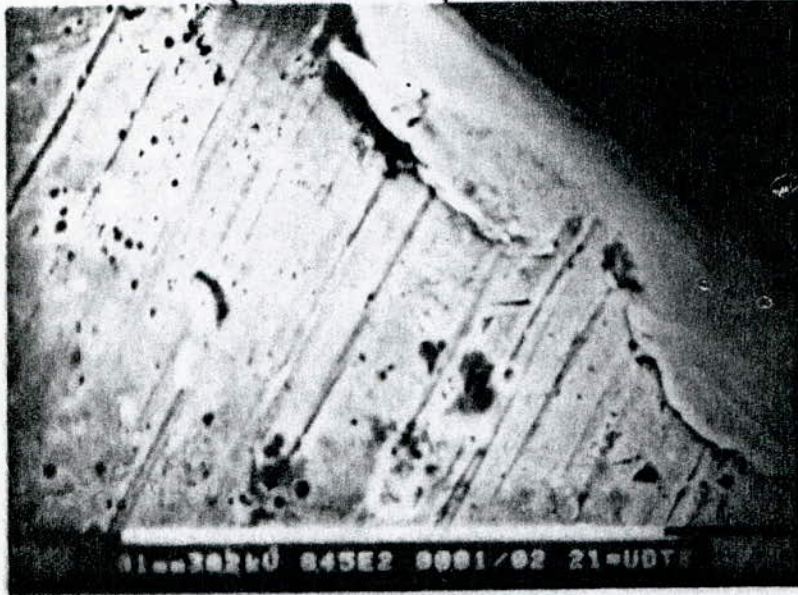


Fig 55: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 21H). Photo M.E.B

SUBSTRAT

COUCHE DE
DIFFUSION



Fig 56: Interface du couple Ag-Sn-In/XC10: (traité à 630°C, pendant 21H). Photo M.E.B

V)-1-2-1: Constatations et remarques :

La majorité des traitements conduisent à la formation d'une couche de diffusion mais se soldent par un dépôt non adhérent .

Les figures 39, 40, 41 mettent en évidence l'existence d'une couche de diffusion pour le traitement de 3h .

Cependant la figure 42 prise au niveau de la couche de diffusion même avec un grossissement de 14100 montre l'apparition de dendrites caractérisant ainsi la cristallisation d'une nouvelle phase .

Les figures 43, 44, 45, 46 relatives au traitements de 6h indiquent l'existence d'une couche de diffusion et la présence de quelques précipités disposés au niveau de l'interface avec le substrat .

Les figures 47, 48, nous montrent que pour un traitement de 9h la couche de diffusion est très homogène .

Le traitement de 12h nous donne un contraste morphologique jamais observé au cours des autres traitements (fig 49, 50) .

En effet, sous une lumière polarisée et sans attaque chimique et pour un grossissement de 100 la couche externe est caractérisée par une blancheur marquée d'agregats de plus en plus grossiers en allant vers le coeur de l'échantillon c'est à dire suivant le front du refroidissement .

Les figures 51 et 52 relatives au traitement de 15h et les figures 53, 54 au traitement de 18h montrent, hormis la couche de diffusion, un dépôt adhérent contrairement au traitements précédents de ce couple . La forme basaltique est apparente sur la figure 54 .

Les figures 55, 56 du traitement de 21h montrent l'existence d'une interface séparant la couche de diffusion et de substrat .

— A la lumière de toutes les observations faites on pourra dire que le couple Ag - Sn - In / XC10 se solde certe généralement par un dépôt non adhérent mais présente l'avantage de l'uniformité des couches de diffusion obtenues .

V)-2:Analyse par diffraction des rayons X :

V)-2-1:Introduction :

Cette analyse se veut beaucoup plus confirmative. En effet, pour enlever tous les doutes quant à la nature diffusionnelle des contrastes observés (couche de diffusion) nous allons exposer, ci-après, deux diffractogrammes :

L'un du couple Cu - Sn - Ni / XC10 (traité à 550°C, pendant 3h), l'autre du couple Cu - Sn - Ni / XC10 (traité à 800 °C, pendant 3 h). On essayera, aussi, de caractériser la couche externe finale c'est à dire le résidu de la suspension et de détecter les éventuelles oxydations.

V-2-2: Analyse de la surface de l'alliage brut (XC10) :

Etant donnée la nature de notre traitement, et vu que les transformations visées ne concernent, en grande partie, que la couche superficielle, l'analyse par diffraction des rayons X de la surface de l'alliage brut s'avère importante à plus d'un titre.

D'une part, elle permet de détecter les éléments qui existent en surface, et qui, de ce fait, contribuent aux différentes interactions au cours des traitements, ultérieurs et d'autre part, elle nous caractérise un état de référence auquel on aura à comparer les autres diagrammes de diffraction des rayons X obtenus au cours de l'analyse des surfaces traitées à 550° et 800°C.

Le diagramme de diffraction obtenu (fig.57) fait ressortir les pics caractéristiques du fer.

Remarque : Toutefois, et ayant toujours en tête l'historique de l'échantillon brut, il faudrait s'attendre à l'apparition du carbone à partir d'une certaine profondeur. Son absence sur le diagramme de diffraction relatif à l'ultime couche extérieure est due à la décarburation de cette dernière suite au traitement de normalisation.

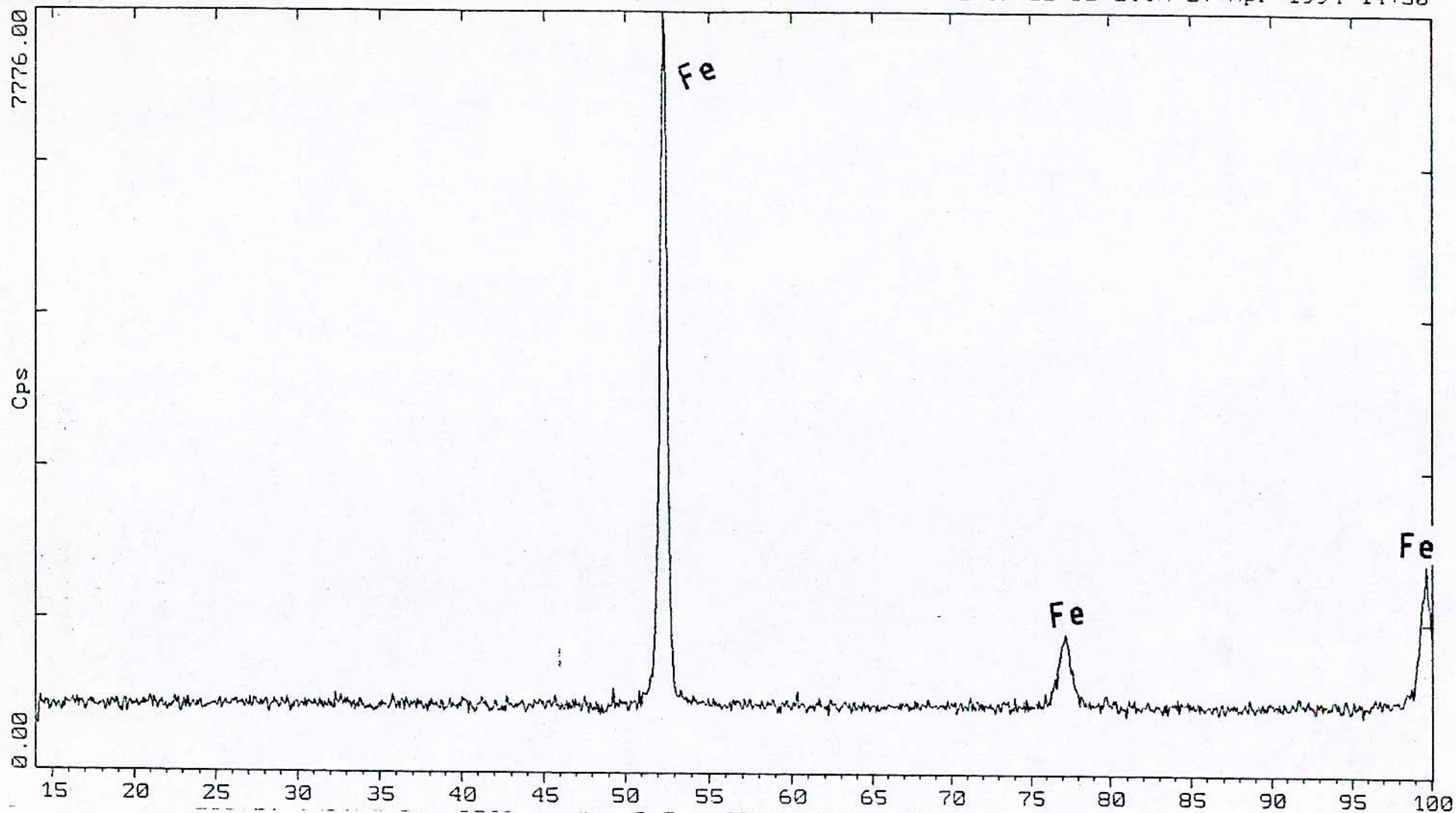


Fig.57: Diffractogramme de la surface de l'échantillon brut XC10

V)-2-3: Analyse du couple Cu - Sn - Ni / XC10 : (traité à 550°C, pendant 3h, sous vide)

V)-2-3-a: Sans la couche externe (résidus) :

L'analyse du diffractogramme obtenu (fig.58.A), nous révèle l'apparition des composés intermédiaires FeNi, Fe Sn₃, Fe₃ Sn₂.

Le premier composé de type FeNi est connu sous le nom de Kamacite . Il n'apparaît pas sur le diagramme d'équilibre binaire Fe - Ni .

Le second de type Fe Sn₃ est une phase qui n'apparaît pas sur les diagrammes d'équilibre bien que nos conditions de refroidissement soient celles de l'équilibre .

D'après D.TREHEUX [15], la présence du carbone dans la matrice perturbe fortement la formation et la croissance du composé Fe Sn₂, ce qui à notre sens, pourrait probablement amener la formation de Fe Sn₃ .

Le composé de type Fe₃ Sn₂ est stable au dessous de 806°C [15] . Il se présente en couche très fine dont la croissance est pratiquement nulle surtout en présence de Fe Sn .

Remarque : L'apparition des composés Fe Ni et Fe Sn₃ n'est certe, pas prévue par les diagrammes d'équilibre binaires, mais les diagrammes ternaires, voire même quaternaires, devront en principe les faire apparaître, compte tenu du fait qu'on est en condition d'équilibre au cours de notre refroidissement lent .

V)-2-3-b: avec la couche externe (résidus) :

Le diffractogramme obtenu met en évidence la présence des composés intermédiaires suivants : Fe₃ Sn₂, (Fe, Ni), Ni₄ Sn , CuO, et révèle aussi la présence d'étain (Sn) .

Le premier composé (Fe₃ Sn₂) défini précédemment semble le plus prédominant . cela s'explique par la diffusion, relativement la plus rapide, de l'étain et ce malgré son rayon atomique grossier .

Le composé (Fe, Ni) est du type Fe Ni₃ et ce d'après le diagramme d'équilibre Fe - Ni . Le nickel diffuse donc à cette température (550°C) et ce malgré son état solide . Une deuxième possibilité est que le fer a rejoint la couche extérieure par résorption .

Le troisième composé type Ni₄ Sn, est localisé certainement dans la couche externe donc on a une diffusion in - situ (dans la suspension elle même) .

La présence de l'oxyde de cuivre témoigne d'une oxydation qui a affecté la suspension avant ou au cours du traitement .

V)-2-4 : Analyse du couple Cu - Sn - Ni / XC10 : (traité à 800°C, pendant 3h, sous vide) sans couche externe (résidus)

Le diffractogramme relatif à ce couple (fig.59) fait ressortir la présence des composés intermédiaires de type $Fe_3 Sn_2$, Ni Sn, CuO .

Le composé type $Fe_3 Sn_2$ présente les mêmes aspects que celui obtenu dans le couple Cu - Sn - Ni / XC10 à 550 °C pour les mêmes conditions opératoires (temps, vide) . A noter que vu la température assez élevée, ce couple présente une structure plus grossière .

Le composé CuO ressort d'une oxydation du cuivre .En effet, et malgré le vide poussé (10^{-6} TORR), il en reste toujours de l'oxygène dans le milieu du traitement qui proviendrait soit des poudres elles mêmes ou des surfaces extérieures des échantillons à savoir un oxygène résiduel (adsorbé) .

La présence seule de l'oxyde de cuivre s'explique d'une part par le taux élevé du cuivre par rapport à la poudre (50%) et d'autre part par les différences d'affinité pour l'oxygène à 800°C . Tout ça nous permet d'expliquer en partie l'absence, parmi les composés formés, des bronzes (Cu, Sn) et des cupronickels (Cu, Ni) .

Le composé Ni Sn traduit très bien la possibilité de formation d'un composé à partir de deux éléments à haut et bas points de fusion et ce, à températures intermédiaires .

V)-2-5:Conclusion: Ayant montré par cette technique la nature même des composés formés, aucun doute n'est plus permis sur la nature diffusionnelle des contrastes observés.

Toutefois notons l'existence d'oxydes dans le résidus provenant de l'oxygène résiduel ou d'une oxydation préalable partielle des poudres utilisées dans la suspension.

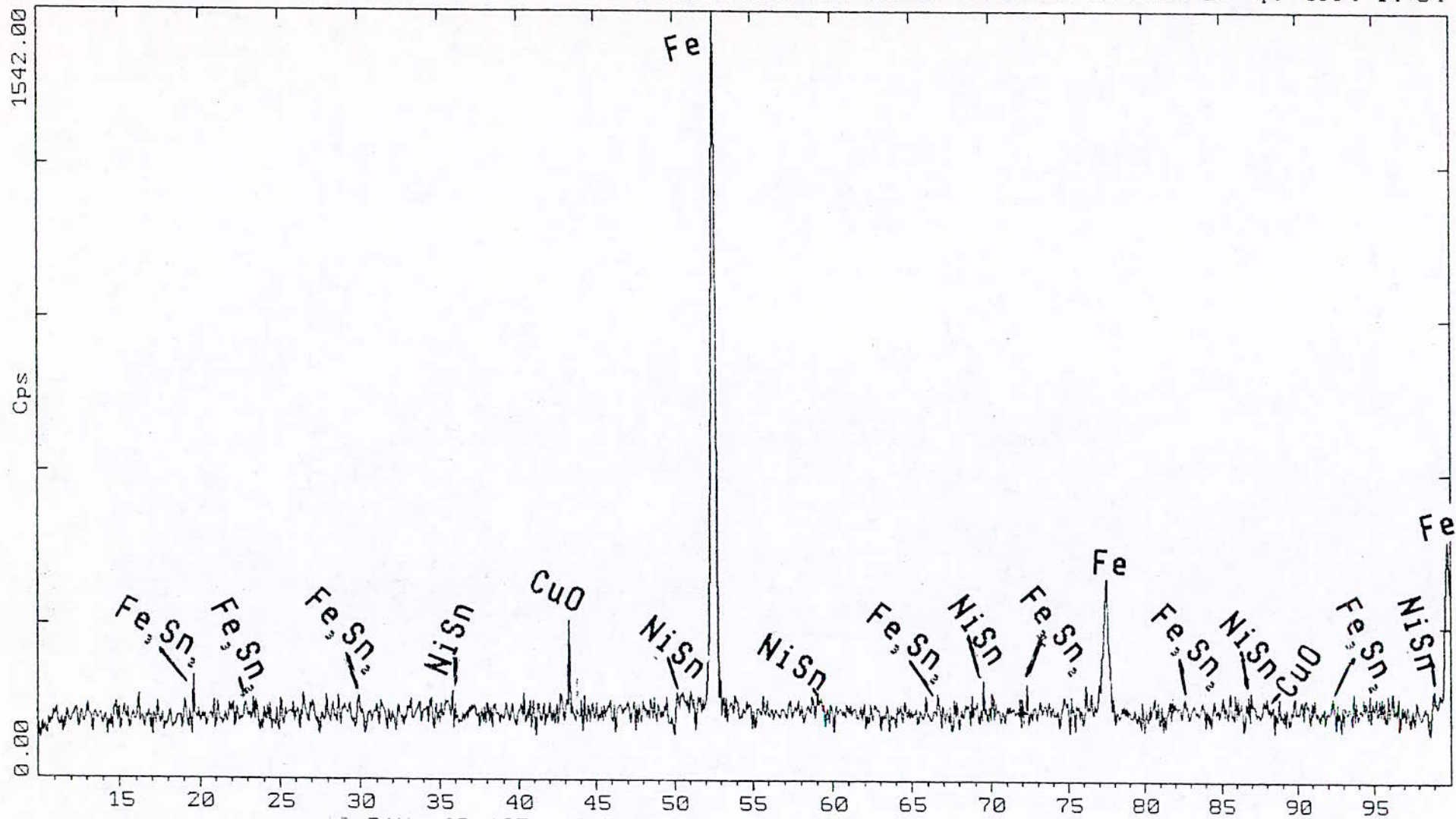


Fig. 59: Diffractogramme de la surface du couple Cu-Sn-Ni/XClO traité à 800°C. pendant 3H).

V)-3:Caractérisation tribologique:

V)-3-1:Introduction:

Jusqu'à nos jours, différentes approches ont été proposées pour expliquer les phénomènes d'usure et les paramètres qui les régissent.

Cependant, le sens physique donné à l'usure, ses évolutions et les conclusions à en tirer diffèrent. Selon la nature de l'approche, elle-même.

Nous en citerons, parmi les approches les plus connues, l'approche physique (déformation des aspérités au contact) de Green [21,22], l'approche mécanique étudiée par Suh et Sin [10] etc... .

Quoique intéressantes, ces différentes approches restent limitées quant à leurs applications car elles font souvent appel à des paramètres de l'expérience qui sont difficiles à quantifier. De plus, elles s'intéressent, chacune à un seul type de phénomènes, or l'usure résulte, en général, d'un mélange de plusieurs mécanismes.

Pour cela, l'approche énergétique est reconnue la plus rigoureuse jusqu'à présent [24], car elle prend compte simultanément de tous les paramètres qui rentrent en jeu dans le phénomène d'usure.

Il ressort de cette approche, d'après Jahamir [24]:

1-Un certain parallélisme entre le taux d'usure et le coefficient de frottement.

2-Une linéarité entre le coefficient de frottement et la dureté et ceci pour des conditions de vitesse et de charge optimales à savoir une petite vitesse et une charge suffisante suivant la nature des matériaux et l'agressivité des surfaces.

Dans cette étude, nous nous baserons sur ces résultats de Jahamir pour interpréter les évolutions des coefficients de frottement au cours de nos essais tribologiques, tout en prenant en considération plusieurs autres paramètres tels que la grosseur des grains, la présence de films lubrifiants, la nature et l'agressivité des surfaces, les éventuels échauffements etc

V)-3-2: Description de l'appareillage :

L'appareillage utilisé est composé d'un frictio - analyseur relié à un compteur électrique permettant de fixer la vitesse et le sens de rotation de la piste ainsi que le couple de frottement ou le couple résistant total . ce compteur est lui même relié à une table traçante à conception modulaire alimentée par une source de courant alternatif 115 volts 50 périodes monophasé .

Le frictio-analyseur est un tribomètre qui permet la mesure précise de l'évolution du couple résistant total en fonction du temps et des conditions opératoires .

Il est d'une simplicité remarquable et doté d'une transmission hydrostatique permettant ainsi une mesure nette et précise, sans interférence du phénomène vibratoire parasite, du couple résistant total et de ses évolutions . l'axe de rotation de la piste est suspendu sur un coussinet d'air, ce qui oblige l'utilisateur à assurer une pression maximale de 3 bars . Cette piste est cylindrique en acier XC48 trempé et revenu, à dureté superficielle HR 15 N de 95.5 et de dimensions 40mm de diamètre et 15mm d'épaisseur .

V)-3-3: Mode opératoire :

L'échantillon à caractériser est monté sur le porte échantillons et ramené au contact de la piste à l'aide d'un bras pivotant, celui - ci, pourvu d'une tige servant à placer la charge voulue . La charge est de 1.2kg c'est à dire presque 12N . Elle est maintenue constante pour tous les essais . Cet ordre de grandeur était dicté par la

documentation [19] d'une part, et d'autre part, par la finesse des couches formées en surface.

La vitesse de rotation de la piste a été fixée à 1500 tr/mn soit 30m/min . Cette valeur, relativement importante, était dictée par le soucis de rompre les éventuels films d'oxydes qui se formeraient en surface [24] .

Pour s'assurer de la reproductivité des phénomènes, on a pris le soin d'utiliser pour chaque expérience 2 à 3 échantillons, selon la dispersion des résultats .

La durée de chaque essai n'est pas forcément fixée d'avance. On s'efforcera de suivre les variations des courbes jusqu'à obtention d'une stabilité ou d'une monotonie dans les allures . ceci s'est fait généralement au bout de 20 à 30 minutes .

Les essais se sont déroulés sans lubrification pour permettre un échauffement des échantillons chose qui nous rapprochera au maximum du cas pratique du travail des pièces en frottement .

Le régime adopté est un régime ouvert c'est à dire caractérisé par un contact ouvert sans emprisonnement des débris (contact cylindre - plan) pour éviter l'influence majeure du troisième corps (third - body) .

V)-3-4: Résultats de l'étude :

Notre étude reste semi - quantitative vu que les valeurs des coefficients de frottement dépendent beaucoup de l'état de surface des antagonistes, de la nature du contact et aussi de la charge appliquée et de la vitesse à un degré moindre .

Elle se veut beaucoup plus comparative, visant ainsi à conclure sur les performances tribologiques relatives du matériau soumis aux différents traitements .

En outre, les courbes obtenues donnent l'évolution du couple résistant total en fonction du temps . Pour remonter à l'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps, une conversion couple résistant total - coefficient de frottement est inévitable .

V)-3-5: Correspondance moment résistant total - coefficient de frottement :

Le couple résistant total M_t est donné par :

$$M_t = M_i + M_F ;$$

avec : M_i : Couple de frottement initial .

M_F : Moment de frottement .

d'où $M_F = M_t - M_i$.

Or : $M_F = F . N_a . r$ avec F : Coefficient de frottement
 N_a : réaction
 r : rayon de la piste .

On obtient :

$$F = (M_t - M_i) / N_a . r$$

V)-3-6: Présentation des résultats :

La figure 60 présente l'évolution du couple résistant total en fonction du temps pour l'échantillon brut (non traité) .

Les figures 61, 63, 64, 65, 66, 67, 68 présentent quant à elles, les évolutions des couples résistants totaux en fonction du temps pour les échantillons traités en Cu - Sn - Ni et pour des durées de traitement 3h, 6h, 9h, 12h, 15h, 18h, et 21h .

Les figures 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75 présentent quant à elles, les évolutions des couples résistants totaux en fonction du temps pour les échantillons traités en Ag - Sn - In et pour des durées de traitement 3h, 6h, 9h, 12h, 15h, 18h, et 21h .

la figure 62 donne l'évolution du couple résistant total en fonction du temps pour l'échantillon traité en Cu - Sn - Ni, 3h à 800°C .

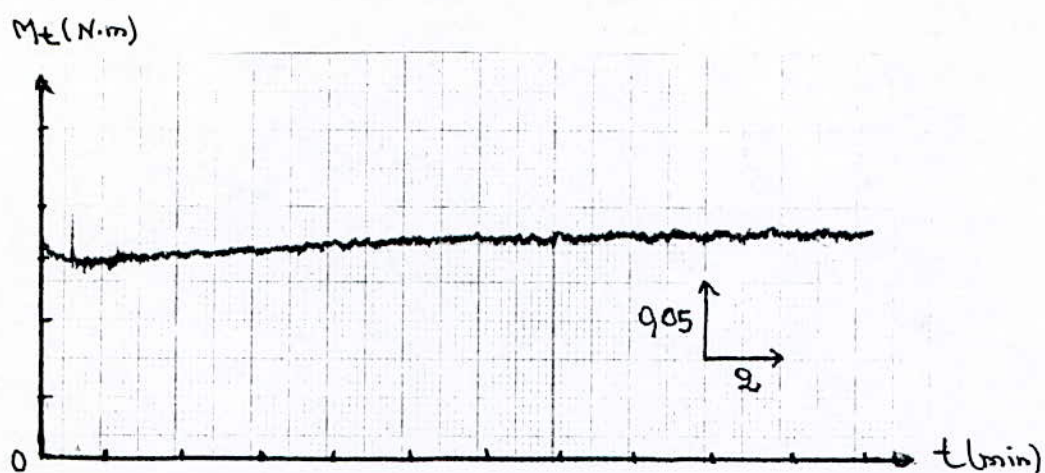


Fig.60: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour l'échantillon brut.

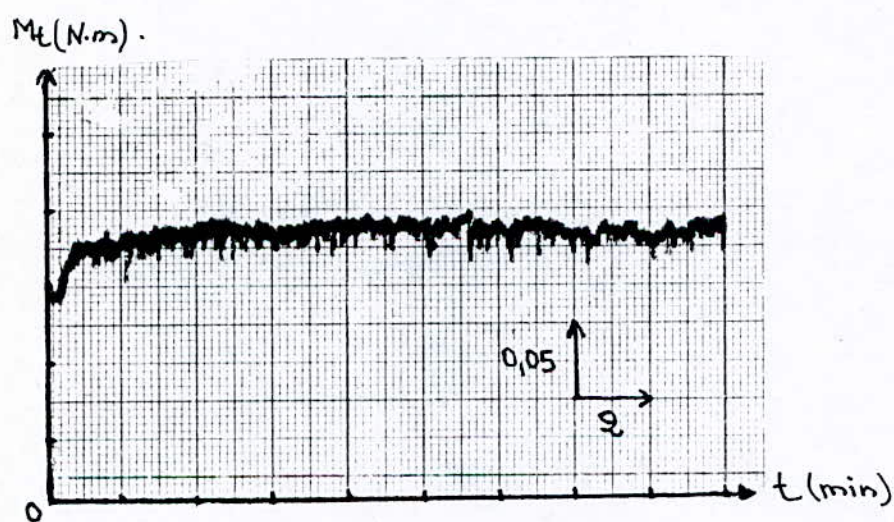
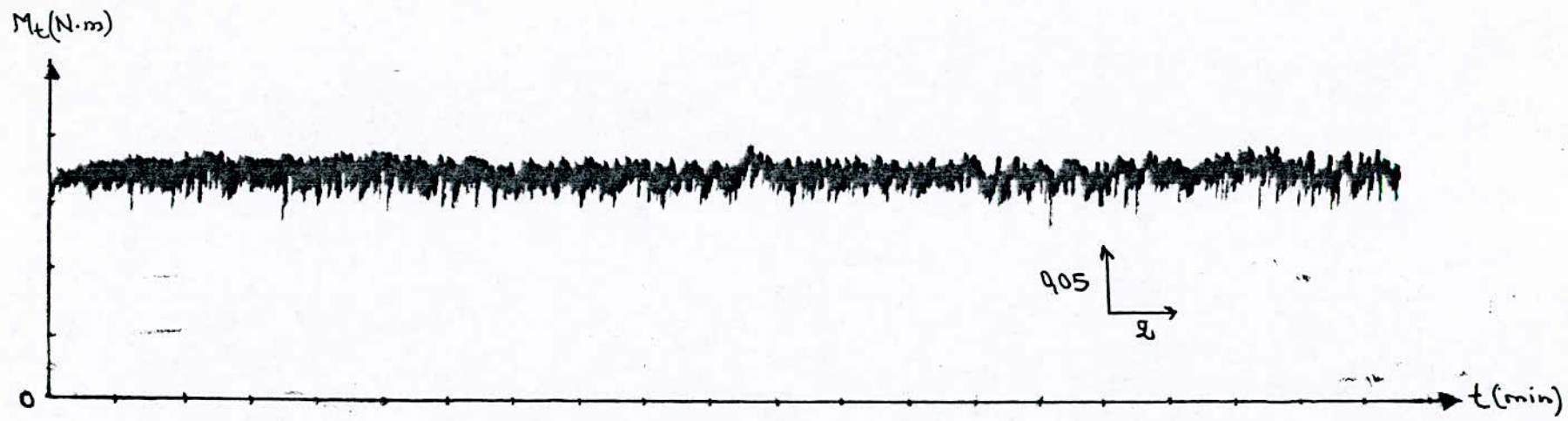


Fig.61: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 3H.



Fig•62: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 800°C. pendant 3H.;

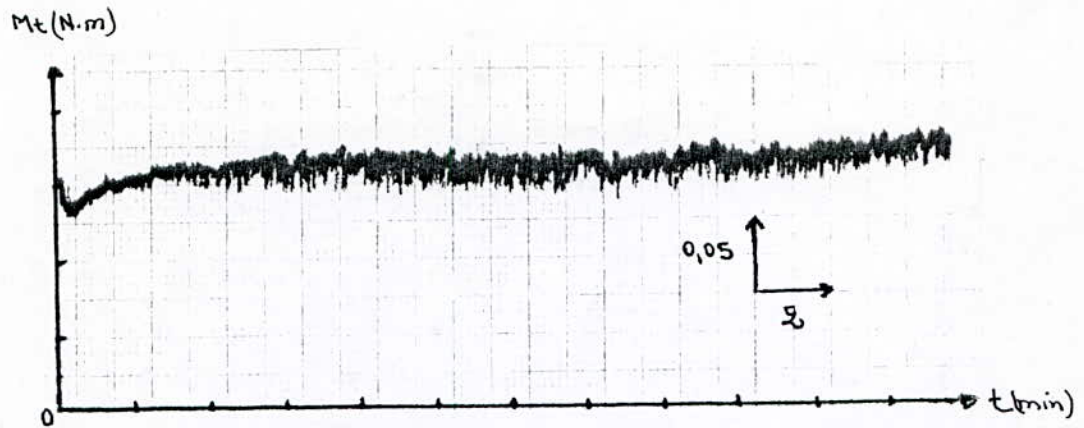


Fig.63: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 6H.

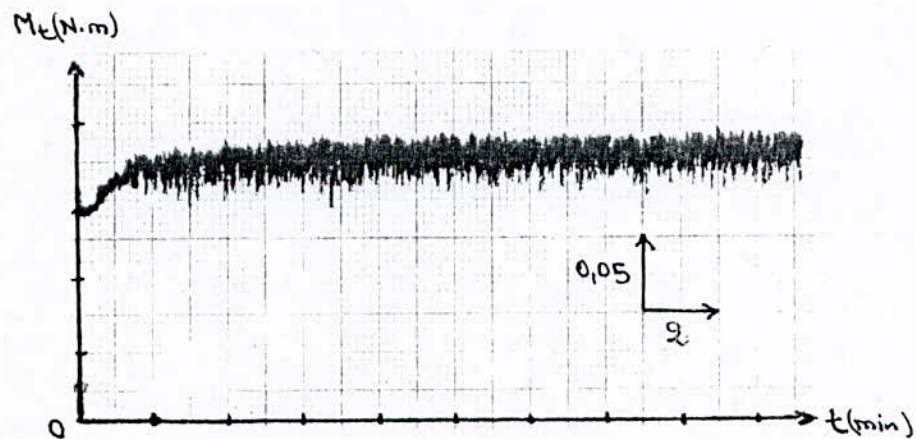


Fig.64: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 9H.

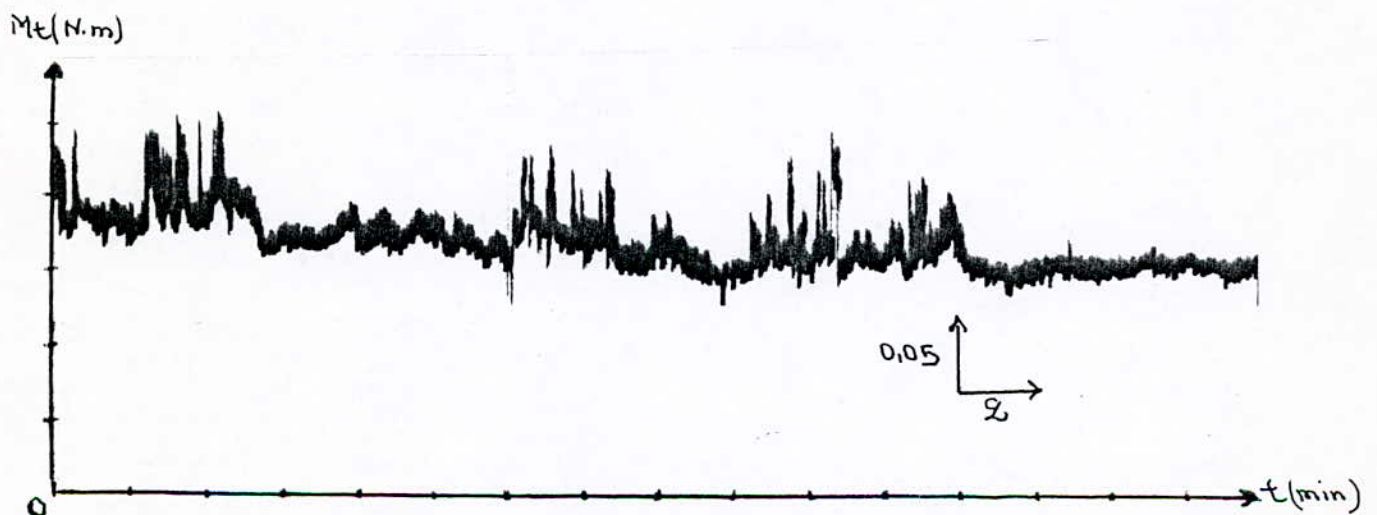


Fig.65: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 12H.

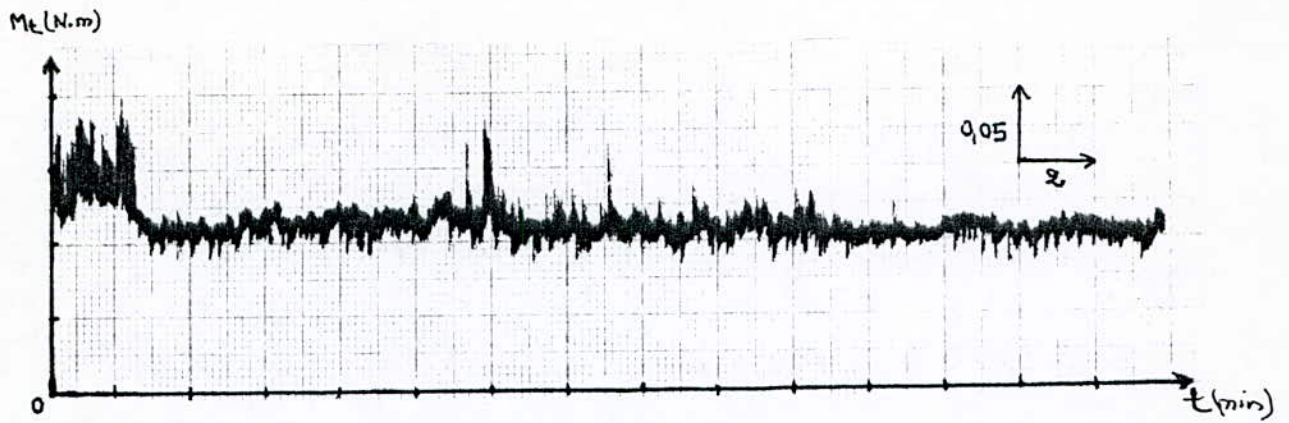


Fig.66: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 15H.

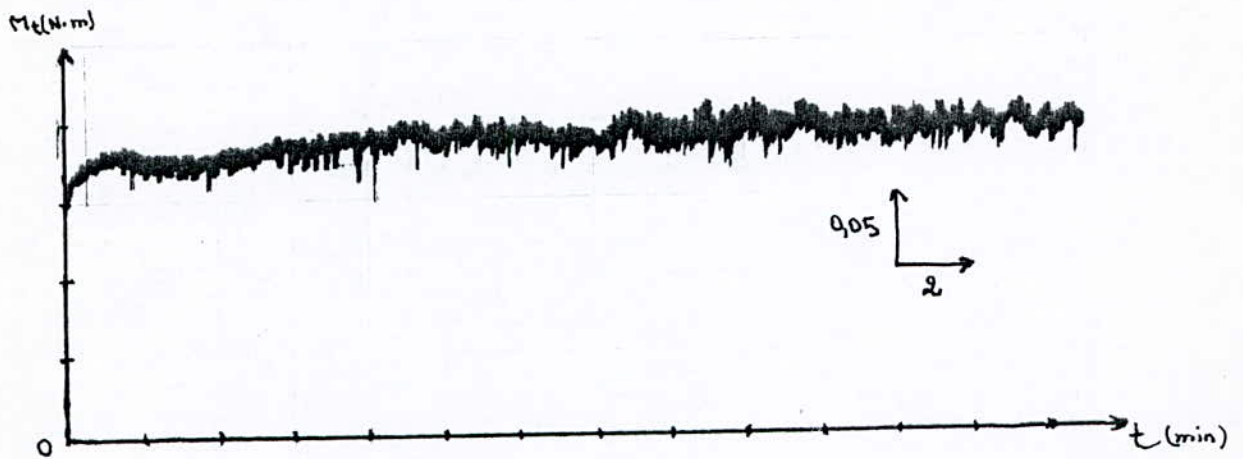


Fig.67: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 18H.

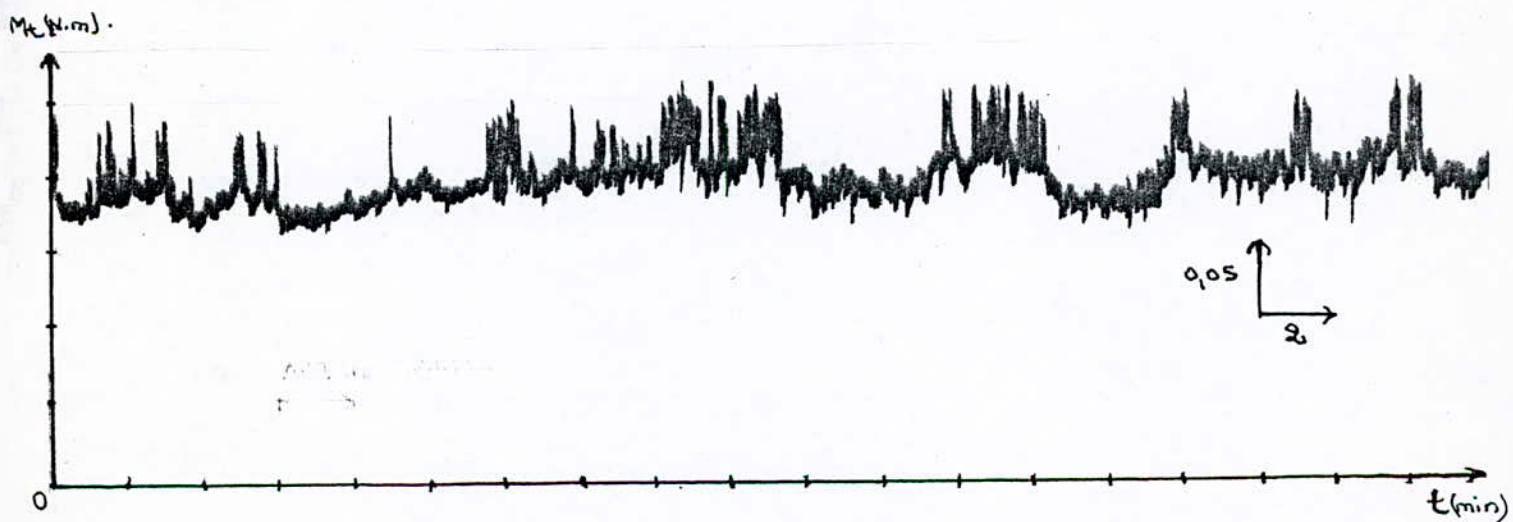


Fig.68: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Cu-Sn-Ni/XC10 traité à 630°C, pendant 21H.

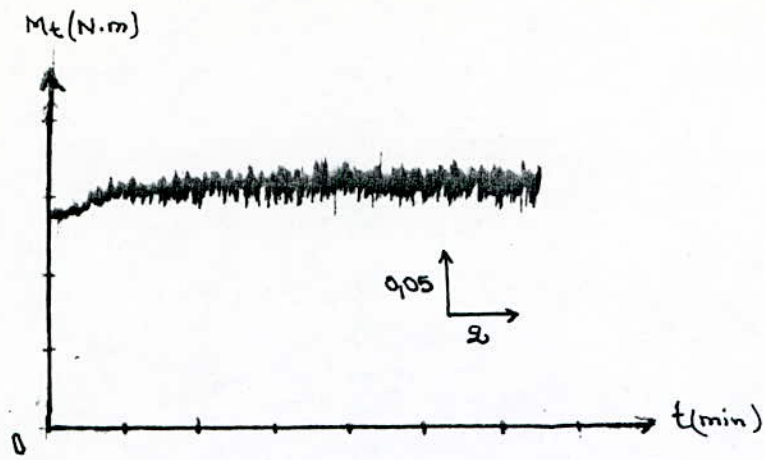


Fig.69: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 3H.

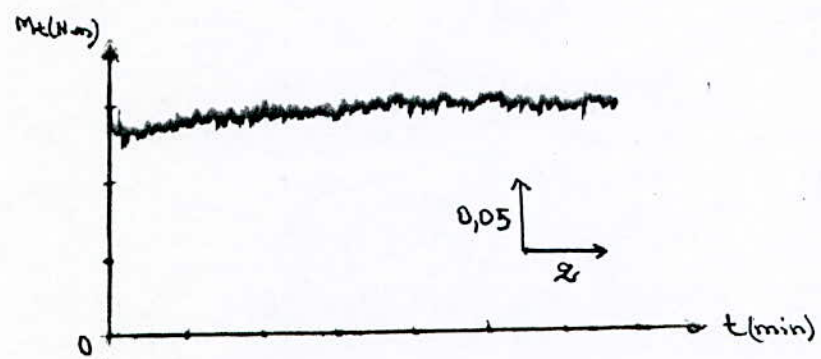


Fig.70: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 6H.

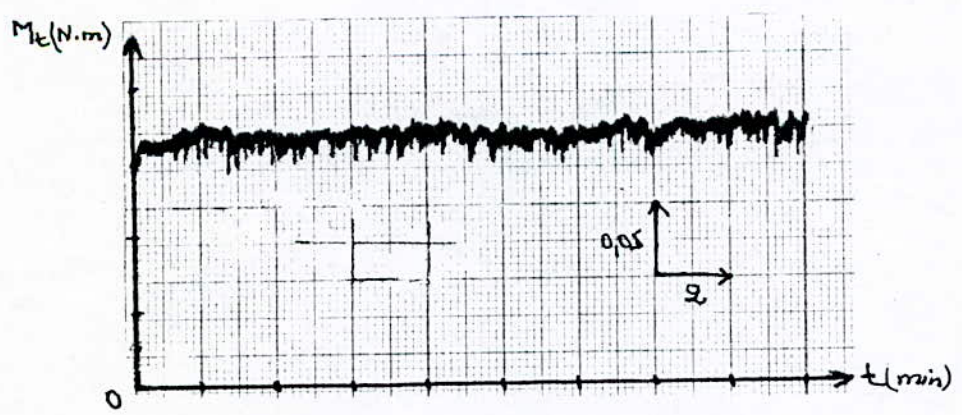


Fig.71: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 9H.

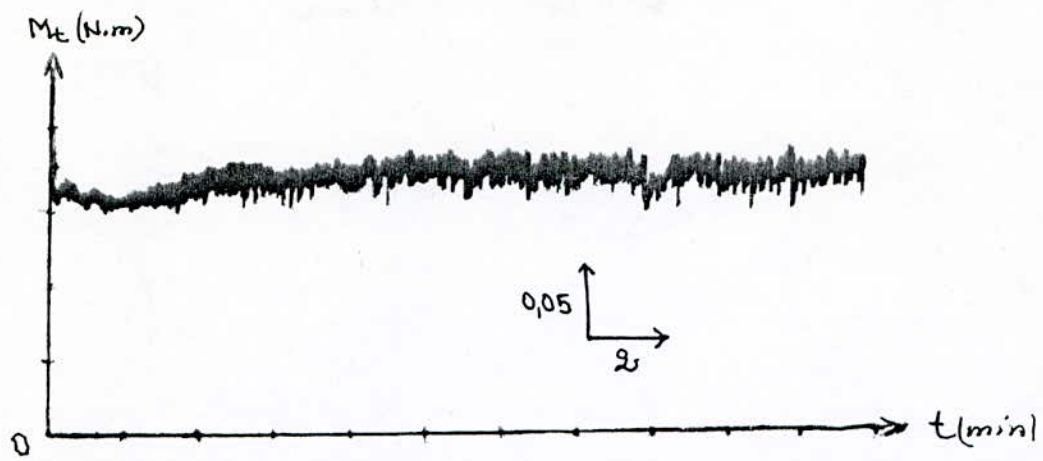


Fig.72: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 12H.

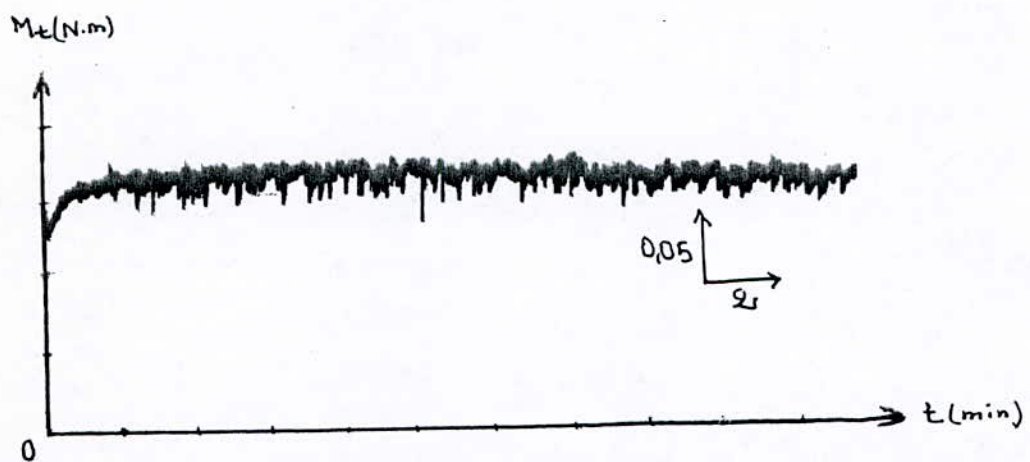


Fig.73: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 15H.

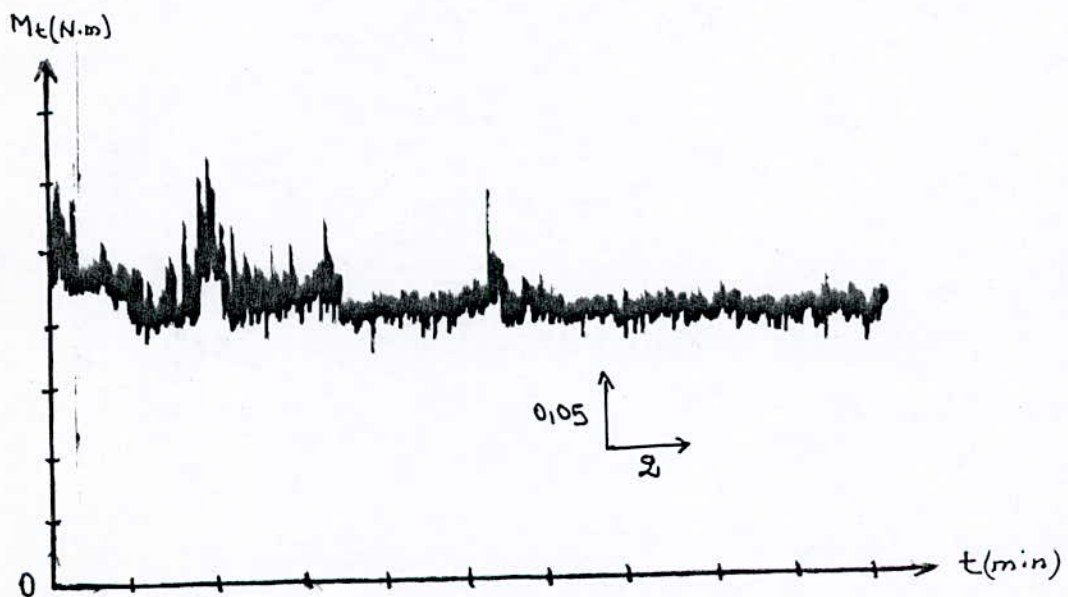


Fig.74: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 18H.

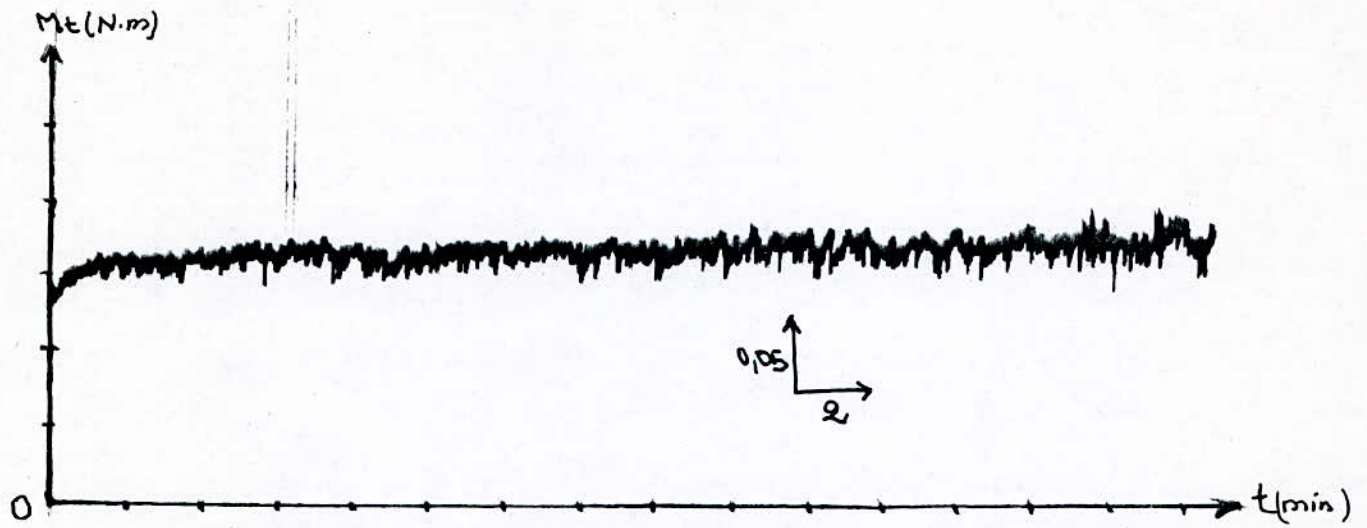


Fig.75: Evolution du moment résistant total en fonction du temps pour le-couple Ag-Sn-In/XC10 traité à 630°C, pendant 21H.

V)-3-7: Essais de Microduretés et évolution de la dureté du substrat :

Pour pouvoir donner un sens physique à toutes les évolutions des courbes tribologiques enregistrées, la mesure de la dureté finale de la matrice et les profils des microduretés relatifs à chaque couple (au niveau de l'interface) y sont d'une importance primordiale .

La figure 76 indique une chute de dureté du substrat au cours du prolongement du temps de traitement . cela explique par un grossissement des grains de plus en plus accentué pour des temps de traitement de plus en plus longs . (fig 77 et 78) .

Les essais de filiation de microduretés au niveau de l'interface de chaque échantillon, donnent les évolutions enregistrées sur les figures 79, 80 .

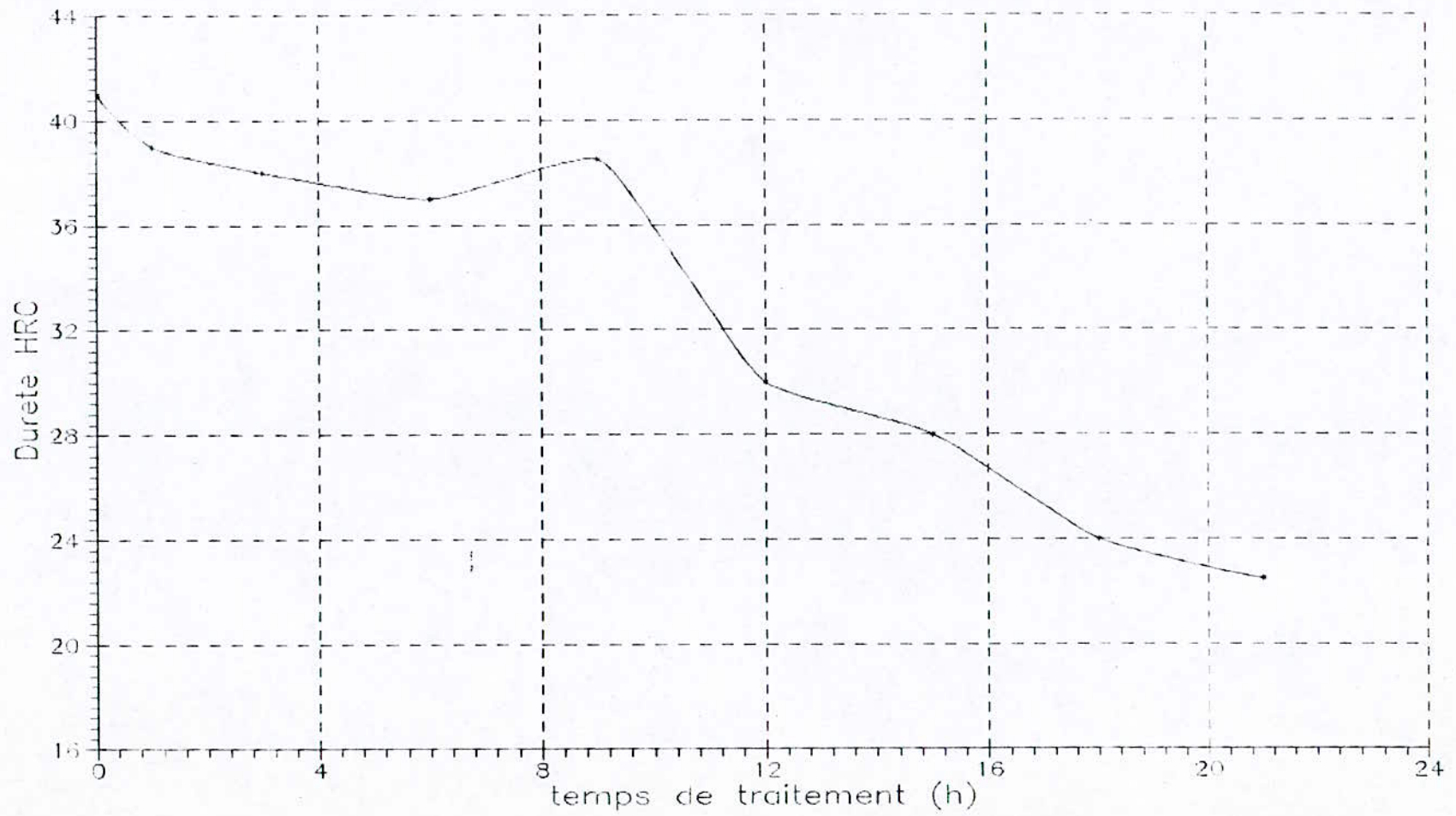


Fig.76 :Evolution de la durete du substrat en fonction du temps de traitement.

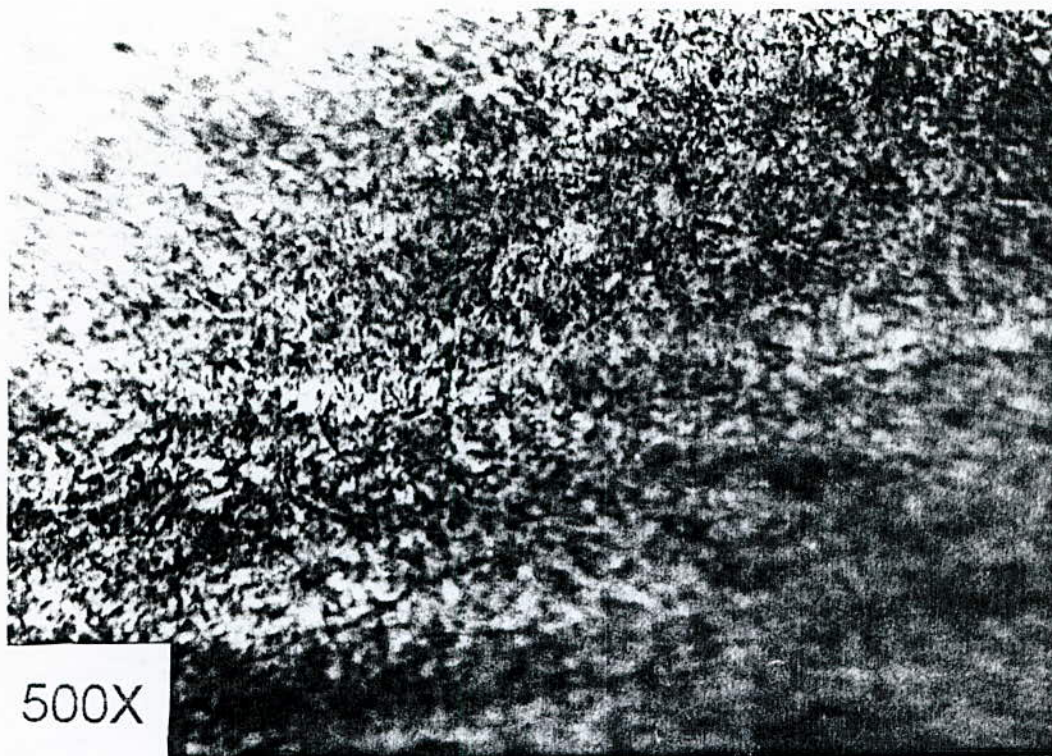


Fig. 77: Structure du substrat après un maintien de 6h à 630°C
Photo optique avec attaque chimique

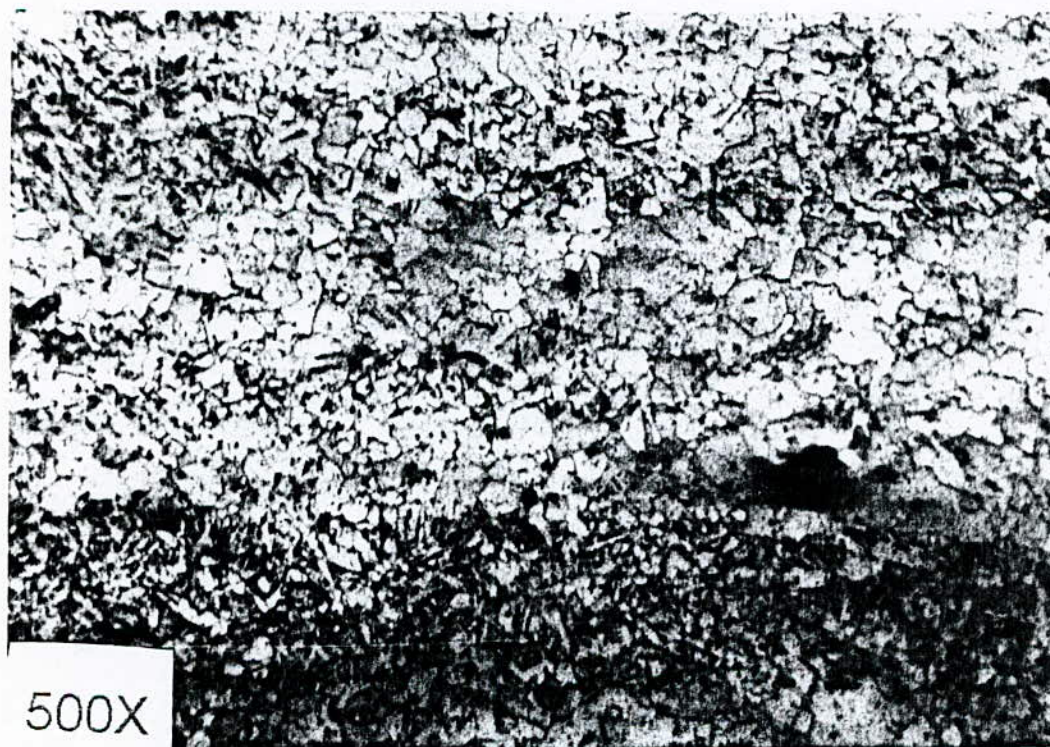


Fig. 78: Structure du substrat après un maintien de 15h à 630°C.
Photo optique avec attaque chimique

Système Cu-Sn-Ni

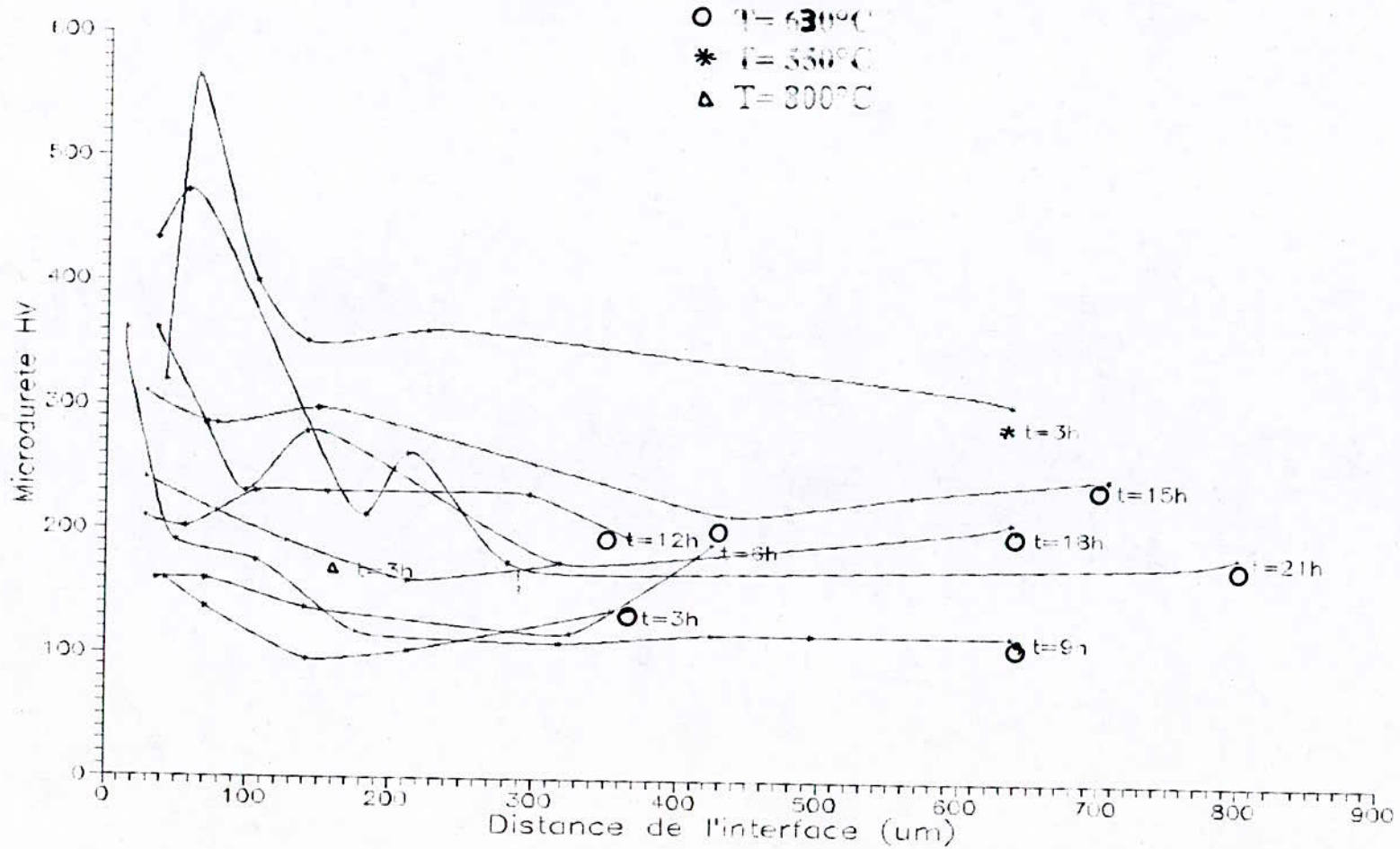


Fig.79 : Evolution de la microdurete HV en fonction de la température et du temps de traitement.

" "
 Systeme Ag-Cu-In "

$T = 630^{\circ}\text{C}$

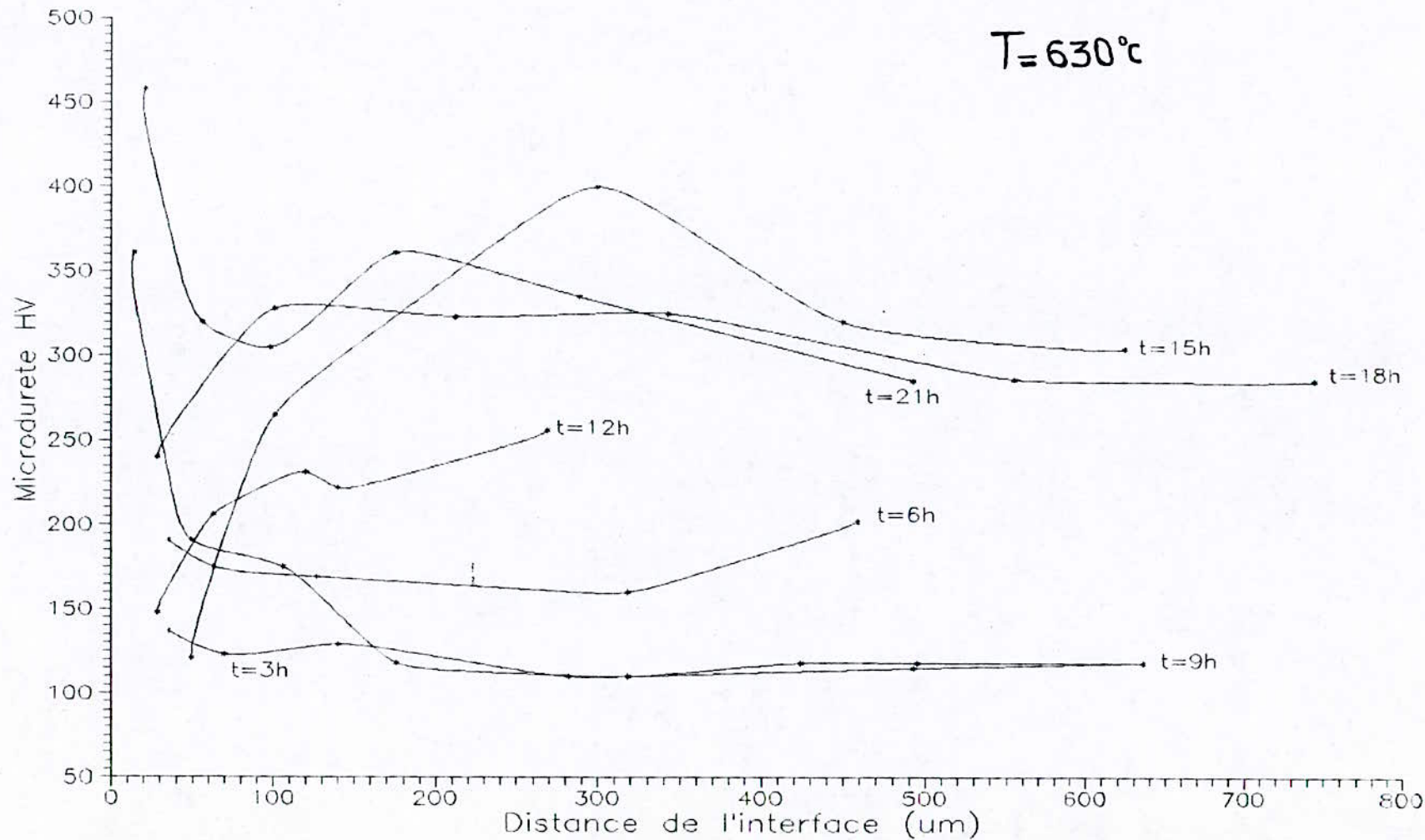


Fig.80 : Evolution de la microdurete HV en fonction du temps de traitement.

V)-3-8: Observations et interprétation des résultats :

La courbe enregistrée concernant l'échantillon brut (fig.60) montre une certaine constance du moment résistant total, et donc du coefficient du frottement, au cours de l'essai . Ceci était prévisible vu que l'échantillon brut était homogène sur le plan microstructural (pas de couche formée) .

La petite fluctuation apparente au début de la mesure est dûe, à notre avis, à la présence d'une fine couche superficielle d'oxyde .

V)-3-8-a: Couples Cu - Sn - Ni / XC10 :

Ces courbes relatives aux traitements de 3h, 6h, 9h, 18h et 21h respectivement les figures 61, 63, 64, 67, 68 présentent une évolution parabolique . Cela dénote une usure constante de la surface traitée . Toutefois le moment résistant total est minimale au cours de la première période (au départ) ce qui reflète un abaissement du coefficient de frottement indiquant ainsi une bonne résistance à l'usure (relativement) de la surface par rapport au volume . Ceci est d'ailleurs confirmé par les profils de microduretés correspondant à ces essais, où l'on observe un durcissement de la couche externe (vers la surface) .

Les courbes relatives aux traitements de 12 et 15 heures (fig.65 et 66) présentent, quant à elles, une allure hyperbolique .

Le profil des microduretés au niveau de l'interface créée par le traitement de 12h fait ressortir un adoucissement de la surface externe traitée chose qui explique l'altération de son comportement envers l'usure se traduisant par un haut couple résistant total, par rapport au volume, et donc par un coefficient de frottement plus élevé .

Le traitement de 15h, quant à lui, donne un léger durcissement de la couche sujette à la diffusion, par rapport au volume . malgré cela, sa résistance à l'usure est altérée (fig.66) . Il faudrait rechercher la cause de cette anomalie dans la nature intrinsèque des phases formées en surface à savoir leur résistance à l'échauffement, leur nature cristallographique et aussi leur adhérence et leur morphologie . ceci peut aussi être inhérent au grossissement du grain qui a affecté la microstructure .

Le traitement de 800°C pendant 3h rejoint le groupe des traitements 3h, 6h, 9h, 18h, 21h à 630 °C par son évolution parabolique (fig-62) .

V)-3-8-b: Couples Ag - Sn - In / XC10 :

Les courbes correspondant aux traitements de 3h, 6h, 9h, 12h, 15h, et 21h présentent une allure parabolique . celles relatives aux traitements de 3h,6h, 9h, et 21h sont en parfaite concordance avec les profils des microduretés .

Les anomalies présentées par le comportement tribologique des échantillons traités pendant 12 et 15 heures sont inhérentes, entre autres, aux propriétés physico-chimiques des phases présentes en surface, aux fluctuations des conditions opératoires (pression variante, vibration du frictio - analyseur ...) et peut être même, aux propriétés intrinsèques du multimatériau obtenu .

La courbe relative à l'échantillon traité pendant 18h présente une allure hyperbolique Cela dénote un adoucissement de la surface traité chose confirmée par le profil des microduretés .

V)-3-9: Conclusion :

Comme principal conclusion de cette caractérisation, nous dirons que les traitements effectués confèrent en grande majorité, une meilleur tenue à l'usure en provoquant un durcissement superficiel appréciable .

CONCLUSION GENERALE

Le slurry - coating fait désormais partie des outils industriels de lutte contre l'usure et un certain nombre d'applications commencent à apparaître dans des domaines divers . Son application aux alliages légers devrait encore multiplier ses possibilités .

La compréhension des mécanismes fondamentaux soutenant son action apparaît donc indispensable si l'on veut optimiser la méthode . C'est ce que nous avons tenté de réaliser dans cette étude, pour le cas particulier des alliages ferreux .

La première étape de cette démarche est l'analyse micrographique des contrastes interfaciaux obtenus après chaque traitement . Celle - ci révèle pour les couples Cu - Sn - Ni / XC10 et Ag - Sn - In / XC10 l'existence d'une couche de diffusion d'une dizaine de microns présentant une meilleure continuité dans le deuxième cas (Ag - Sn - In / XC10) . Cependant, les couples Cu - Sn - In / XC10 relatifs aux temps de 9h, 12h, 15h et 18h présentent au niveau de l'interface une morphologie fort intéressante déjà observée sur les alliages d'Aluminium [18] . Elle est déjà constituée de lamelles à orientation préférentielle formant ainsi des strates séparées par des couches formées essentiellement de Ni₄Sn . La couleur dorée (rougeâtre) de ces lamelles nous laisse supposer qu'elles sont composées, essentiellement, de cuivre ce qu'il faudrait vérifier par d'autres analyses plus poussées .

pour confirmer la nature diffusionnelle des couches obtenues et prévoir le phénomène de décarburation et autres, des analyses par diffraction des rayons X de deux échantillons traités, respectivement, à 550°C et 800°C (une température moindre et une autre plus grande que celle du traitement) montrent la présence de composés formés en surface (dans le dépôt et dans la couche de diffusion) qui traduisent l'effet favorable de Sn et In (élément à bas point de fusion) quant à la formation de composés constitués d'un deuxième élément à haut point de fusion (Cu, Ni ...) .

Toutefois, on a mis en évidence l'existence de traces d'oxydation probablement, inhérentes à la qualité initiale des poudres et à l'existence d'un oxygène résiduel .

En fin de parcours, la caractérisation tribologique couplée aux mesures des microduretés révèle en surface un comportement, très souvent, amélioré du matériau traité . Dans le cas du système Cu - Sn - Ni, les performances sont meilleures pour les traitements de 3h, 6h, 9h, 18h, et 21h alors que dans le système Ag - Sn - Ni, elles le sont pour les traitements de 3h, 6h, 9h, 12h, 15h, et 21h .

En guise d'évaluation économique, nous avons montré dans ce travail de recherche appliquée qu'en plus de sa simplicité, ce procédé confère au matériau traité une amélioration des propriétés tribologiques et de dureté superficielle chose qui ouvre grande la porte à la maintenance et à la récupération des pièces mises au rebut prématuré .

En dépit des résultats obtenus, cette étude pourrait être complétée et améliorée par l'ajustement de la composition des suspensions et une optimisation du temps de maintien suivant la température de travail .

- BIBLIOGRAPHIE -

- [1] A.B. VANNES, D.TRECHEUX
Traitements de surface et revêtements (E.C.LYON).
- [2] LAKHTINE
métallographie et traitement thermique des métaux
(Ed MIR, 1978)
- [3] Y.ADDA, J.PHILIBERT
La diffusion dans les solides (presse universitaire de france)
(Tome I, 1966)
- [4] P.GUIRALDENG
(scripta met, vol 8, p.p 363-366, 1974)
- [5] A.CONSTANT, C.HENRY, J.C.CHARBONNIER
Principes de base des traitements thermiques, thermomécaniques et
thermochimiques des aciers.
(PYC edition, pp 310-340, 1992).
- [6] AUDISIO
Dépôt chimique à partir d'une phase gazeuse
(technique de l'ingénieur, M 1660).
- [7] GALVAND - ORGANO
traitements de surface N°=533, (Octobre 1989).
- [8] MARTIN et C.BORD
guide de pratique des matériaux plastiques autolubrifiants
(IRCHA - CETIM).
- [9] G.COLIN
Les mécanismes d'usure et de frottement
revue des traitements thermiques (N°=208, pp 79-86, 1987)
- [10] SERGE FAYEULLE
modification des mécanismes d'usure par implantation d'ions dans
les aciers
(thèse de doctorat, LYON I, 1987)
- [11] I.F.P, Paris technique
Les lubrifiants moteur : perte par usure et frottement (page 138
1979).
- [12] J.P.BOSH
Caractérisation tribologique de 15 traitements de surface pour les
alliages d'aluminium.
(CMCM, 1987).

- [13] PIERRE GUIRALDENG
Diffusion dans les métaux (E.C.LYON).
- [14] R.J.TORNT0, G.BLAISE
acta.MET.
- [15] D.TRECHEUX
Thèse de doctorat (ORSAY 1973)
- [16] J.KIDSON
J.MAT.NUCL (1961)
- [17] BURKE
La cinétique des changements de phase dans les métaux
(Ed Masonet cie université de SWASAN, 1968).
- [18] B.DJERDJAR
Etude et réalisation d'un traitement de surface des alliages
légers à base d'aluminium-silicium par Slurry-Coating
(thèse de Magister, ENP 1993).
- [19] YUCEF BERRICHE
Frottement et usure du composite Aluminalon (Al_2O_3 -Aion)
influence de dispersion d'ajouts de BN, Y_2O_3 , SiC.
(Thèse de doctorat E.C.Lyon 1990)
- [20] H.CLAIRE and E.CRAWELL
Thermal spray coating, metal hand book
(vol 5, ninth edition page 361, 1982)
- [21] N.CLAUSSEN, J.STEEB, R.F.PABST,
Ceram, Bull.Vol.56, pp 559-562, (1977).
- [22] R.W.RICE
Ceram métal.systems, the Am.ceram.Soc.Edit 661-70 pp 493-508
(1981)
- [23] P.F.BEHRTRA
"Mechanism of wear in ceram materials", the international conf. on
wear of materials pp 194-201 (1983)
- [24] D.JAHAMIR, P.F.BECKER
ceram.Eng.Sci.Proc.1,7-8(B), pp 634-643 (1980).
- [25] R.LEFEVRE
graissage et tribotechnique
(IF.Petrol, Tome 1, 1975)