

Ecole Nationale Polytechnique
Département de Métallurgie

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Thèse de Magister

présentée par: A.RAZALI
Directeur de Thèse: N.MESRATI

Thème

**ETUDE DU COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE D'UN
REVÊTEMENT DE MOLYBDENE REALISE PAR PROJECTION
THERMIQUE SUR UN ACIER 25CD4**

Décembre 1998

Sera présentée le 13 -Décembre 1998

devant le jury:

Mr A. BALI.....	Président.....	Professeur.....	E.N.P
Mr M. E. DJEGHLAL.....	Examineur.....	Chargé de cours.....	E.N.P
Mr M. LARIBI.....	Examineur.....	Chargé de cours.....	E.N.P
Mr K. NECIB.....	Examineur.....	Docteur.....	E.M.P
Mr N. MESRATI.....	Directeur de thèse.....	Maître de conférences.....	E.N.P

ملخص: إن التأثيرات الخارجية التي تتعرض لها القطع الميكانيكية التي تعمل بالإحتكاك، تؤدي إلى تجريدها سطحيها وهذا بالتآكل. من أجل حماية هذا السطح، بدأ منذ مدة استخدام الغلافات الصلبة في عدة مجالات من الصناعة.

عملنا هذا، يخصص بالدرجة الأولى، دراسة التغيرات التي تطرأ على غلاف المولبدن الموضوع عن طريق الشعلة الحرارية، على صلب غير سباتكي (25CD4)، عند احتكاكه مع معدن أبحر (100C6)

أعطينا أكثر أهمية لمدي تأثير السرعة، الحمولة و التزييت على تحويلات معامل الإحتكاك. مختلف وسائل التشخيص، مكنتنا من التعرف على العناصر الموجودة في بقايا التآكل (الجسم الثالث)، و بهذا، يكون لنا فهم أحسن لمختلف الظواهر التي تكون في السطح عندما يكون الإتصال بين معدنين في حالة التحرك.

RESUME: Les sollicitations externes auxquelles sont soumises les pièces mécaniques travaillant en frottement, ont souvent entraîné des dégradations progressives de leur état de surface par abrasion. Le recours aux revêtements comme moyen de protection, tend à se généraliser dans plusieurs domaines industriels.

La présente étude, porte sur le comportement tribologique d'un revêtement de molybdène déposé par projection thermique sur un acier faiblement allié (25CD4).

On a donné plus d'importance à l'influence de la vitesse de glissement de la bille sur le revêtement, de la charge et de la lubrification, sur l'évolution du coefficient de frottement. Les différentes techniques de caractérisation utilisées ont permis de mettre en évidence les éléments constituant les débris d'usure (troisième corps) et donc une meilleure compréhension des phénomènes qui apparaissent en surface lors du contact entre deux métaux en mouvement.

ABSTRACT: To protect industrial parts against progressive wear, surface coating is commonly used.

Our study concerns the tribological behavior of a molybdenum coating realised by thermal projection on a « 25CD4 » low alloyed steel.

The influence of wear speed, charge and lubrication on wear coefficient are particularly studied. Other methods of investigation are equally used to characterise the constitution of the third body and to understand other contact phenomenas appearing on surface of the antagonists.

MOTS CLES: Projection thermique, tribologie, frottement-usure, troisièmes corps, 25CD4 et molybdène.

DEDICACES

A la mémoire du CHEIKH MOHAMED RAHOU.

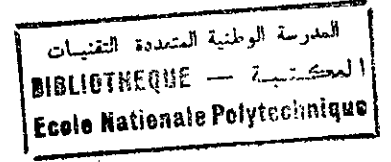
A la mémoire de mes grands parents

A ma mère et mon père

A mes frères et soeurs

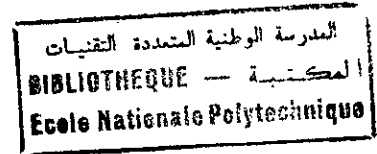
A tous mes ami(e)s

A tous ceux à qui je doit tous



Je dedie ce travail.

REMERCIEMENTS



Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, Monsieur NADIR MESRATI, pour avoir dirigé mes recherches durant ces quatre années, aussi pour son aide, ses critiques, ses conseils et ses suggestions sur le plan scientifique.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur D.TREHEUX, Directeur de l'UMR CNRS, Département d'Ingénierie et Fonctionnalisation des surfaces, de m'avoir accueilli dans son laboratoire à l'Ecole Centrale de Lyon.

Je suis honoré que Monsieur A.BALI ait accepté de présider mon jury.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Messieurs M.LARIBI, M.E.DJEGHLAL, K.NECIB et A.BOUKLI d'avoir accepté de participer au jury.

Mes remerciements vont également à A.KARASLIMANE, A.C.SEKKAL, K.ELLEUCH et FAOUZI qui ont rendu mon séjours à l'E.C.Lyon agréable.

Je ne saurais oublier de remercier Madame M.F.ELFASSI et Monsieur J.M.CRAFFT de m'avoir aidé dans la réalisation de certaines analyses.

Je remercie par ailleurs Monsieur N.BENRABIA ainsi que Monsieur S.ADDAMOU pour leurs disponibilités et de m'avoir supporté quand ils étaient sollicités.

Je remercie aussi Monsieur B.AMRAOUI de l'entreprise SONACOM ainsi que le personnel de l'entreprise Algérie Métallisation pour leurs aide concernant l'élaboration des échantillons.

Que tous les étudiants de la post graduation du département de Métallurgie, en particulier ma promotion, soient assurés de ma plus vive sympathie pour l'amitié et l'aide qu'ils m'ont témoigné pendant la durée de l'élaboration de cette thèse et à qui je souhaite une bonne continuation.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la finalisation de ce travail.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE

Chapitre I: FROTTEMENT ET USURE

I.2. Le frottement	4
I.2.a. Mécanismes du frottement	4
I.2.b. Les différents types de frottement	4
I.2.c. Données sur le coefficient de frottement	6
I.3. L'usure des matériaux	9
I.3.1. Classification des types d'usure	9
I.3.1.1. Usure par adhésion	10
I.3.1.2. Usure par abrasion	11
I.3.1.3. Usure par fatigue	12
I.3.1.4. Usure par corrosion	13
I.3.1.5. Usure par corrosion de contact.....	13
I.4. Approches globales du frottement et de l'usure	13
I.5. Notions et approches du troisième corps	16
I.6. Création et comportement du troisième corps	16
I.7. Facteurs influençant le frottement	19
I.7.1. Influence des propriétés mécaniques	19
I.7.2. Influence des propriétés de surface	19
I.7.3. Influence de la charge	20
I.7.4. Influence de la vitesse	21
Conclusion	24

Chapitre II: REALISATION DE MULTIMATERIAUX

II.1 Introduction	25
II.2. La projection à chaud	26
II.2.1. La projection à la flamme	28
II.2.2. La projection à la torche plasma atmosphérique.....	29
II.2.3. Propriétés d'emploi de la projection	31
II.2.4. Propriétés du métal projeté	31
II.2.5. Conditions de projection.....	32
Conclusion	37

Chapitre III: PROCEDURES EXPERIMENTALES ET RESULTATS

III.1. Matériaux étudiés	38
III.1.1. Le substrat	38
III.1.2. Le revêtement	40
III.2. Mise en oeuvre de la projection thermique	40
III.2.1. Préparation des échantillons	41
III.2.2. Conditions de projection	41
III.2.3. Métallisation	41
III.3. Morphologie et caractérisation du dépôt	43
III.4. Tests d'arrachement	45
III.5. Caractérisation tribologique	46
III.5.1. Dispositif expérimental	46
III.5.2. Conditions de l'essai	47
III.5.3. Evolution générale du coefficient de frottement.....	48
III.5.3.a. Evolution du coefficient de frottement à $F_n = 20N$	50
III.5.3.b. Evolution du coefficient de frottement à $F_n = 40N$	53
III.5.3.c. Influence de la lubrification sur le coefficient de frottement	56

III.6. Caractérisation de la trace d'usure	59
III.6.1. Analyse métallographique	58
III.6.2. Nature du troisième corps	63
III.7. Influence des tests d'usure sur la microdureté	66

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

INTRODUCTION

GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les aciers CDV ont souvent constitué une gamme de matériaux très utilisés dans l'industrie, du fait des propriétés mécaniques qu'ils présentent vis à vis des diverses sollicitations externes. Mais les conditions de travail des pièces, deviennent de plus en plus sévères surtout avec le développement de la construction mécanique, ce qui a créé une sorte de décalage entre les propriétés du matériau et celles souhaitées par le constructeur.

Parmi les problèmes auxquels sont confrontés les industriels, le frottement et l'usure des aciers occupent une grande partie, ce qui a amené les métallurgistes à chercher les solutions les plus adéquates.

Les revêtements ont souvent été adoptés comme solution aux problèmes tribologiques, du fait qu'ils apportent au métal de base des propriétés superficielles nettement supérieures permettant d'améliorer la résistance du matériau de base au frottement et à l'usure.

Il existe plusieurs types de revêtements utilisés dans ce domaine, parmi lesquels les dépôts céramiques, les dépôts métalliques, les dépôts plastiques ...etc. Le choix d'un type de dépôt dépend essentiellement des conditions de travail auxquelles sera confrontée la pièce.

Ces dépôts, peuvent être réalisés en utilisant plusieurs techniques, des plus anciennes aux plus récentes en passant par les dépôts par traitement thermo-chimique, les dépôts par projection thermique jusqu'aux dépôts laser et les dépôts plasma.

Parmi ces différentes techniques de traitements de surface, nous avons choisi la projection thermique, vue son large usage dans l'industrie algérienne et sa rentabilité technico-économique.

Le matériau de base étudié est un acier de construction faiblement allié de nuance 25CD4 utilisé dans la fabrication des arbres, engrenage, came ainsi que diverses pièces sollicitées en frottement.

L'expérience a montré que la durée de vie de ce matériau a été réduite par l'usure, il fallait donc y remédier par un dépôt métallique qui va permettre au même temps d'augmenter sa durée de vie et de récupérer les pièces endommagées, ce qui est économiquement très rentable. Parmi les dépôts, nous avons choisi le molybdène qui est souvent utilisé pour le rechargement des vilebrequins ainsi que le renforcement des fourchettes d'embrayage des camions pour son bon comportement au frottement. Aussi, ses bonnes propriétés d'adhérence sur l'acier permettent d'éviter le recours à une couche d'accrochage utilisée habituellement pour d'autres métaux.

Malgré sa large utilisation par les industriels, peu d'études ont été effectuées sur le comportement tribologique de ce type de revêtement. Comme le montre notre démarche bibliographique axée essentiellement sur les traitements de surface et les différentes techniques utilisées pour ce type de traitement, le frottement et l'usure ainsi que tous les phénomènes qui peuvent apparaître lors du contact entre deux surfaces.

L'étude expérimentale concernera la description du dispositif utilisé pour l'élaboration des échantillons, les moyens expérimentaux investis pour la caractérisation et l'interprétation des résultats obtenus. On présentera aussi l'appareil utilisé au cours de l'étude tribologique avec une synthèse des résultats obtenus suite aux tests réalisés sous différentes conditions opératoires.

Une conclusion générale regroupant les principaux résultats sanctionnera ce travail.

CHAPITRE I

FROTTEMENT
ET
USURE

CHAPITRE I: FROTTEMENT ET USURE

I.1 Introduction

Le frottement et l'usure de pièces mécaniques en contact sont gouvernés par la formation et le maintien d'un ensemble de couches intercalaires que l'on peut globalement regrouper dans la notion du 3ème corps (Godet 1971, Godet et Al 1980) [1]. Le troisième corps peut être formé artificiellement par dépôt ou réaction des pièces avec un environnement particulier. Il peut être créé au cours du frottement et sa formation pouvant être accélérée dans des conditions particulières comme celles rencontrées à hautes températures. Ainsi, les études récentes reposent sur une analyse globale de l'interface prenant en compte les phénomènes discrets en relation avec la physico-chimie de l'interface qui peut avoir un comportement mécanique propre.

La tribologie fait appel à la notion du système tribologique. Un tribo-système est défini comme un système contenant deux ou plusieurs surfaces en contact, soumises à un mouvement relatif. Il est contrôlé par trois catégories de paramètres liés:

- à la mécanique: force, vitesse, nature du contact, mode de mouvement,...
- aux matériaux: composition chimique, microstructure, module et limite d'élasticité, résistance à la rupture, ductilité, sensibilité à la vitesse de sollicitation, température de fusion,...
- à l'environnement: température, humidité, agressivité chimique,...

La tribologie est définie comme la science qui permet le mouvement, concerne, le frottement, la lubrification, l'usure et l'adhérence. Science faisant appel à la pluridisciplinarité, elle requiert des connaissances relatives aux surfaces, à la science des matériaux et à la mécanique.

Dans le cas de la lubrification en film épais, les approches mécaniques prédominent. Il n'en est pas de même en ce qui concerne la lubrification limite, le frottement sec et l'usure. Les contributions de Amontons 1666, Coulomb 1773 pour le frottement de Hertz 1896, Johnson 1985 pour la mécanique du contact sont aujourd'hui bien connues et ont été analysées afin de bien cerner leur limitation. Il est clair cependant qu'aucune prédiction de l'usure n'est possible que pour des cas particuliers et que les modèles proposés ne permettent pas d'extrapoler des taux d'usure d'un problème industriel à un autre [1]

1.2. Le frottement

Tout mouvement entre deux objets en contact est freiné par une résistance, cette résistance qui limite toutes les formes connues de mouvement est appelé frottement. On peut donner au frottement la définition suivante « force qui agit entre deux corps à leur surface de contact de façon à freiner le déplacement de l'un sur l'autre ».

1.2.a- Mécanismes du frottement

Le mécanisme de frottement métallique à été tout d'abord expliqué par bowden et Tabor [2] qui ont étudié d'une part, la surface de contact réelle entre deux solides chargés, et d'autre part le rôle du cisaillement et du labourage des jonctions de l'interface quand l'un des solides se déplace par rapport à l'autre. En effet, lorsque deux corps sont mis en contact, ils ne reposent en fait que sur les arêtes de leurs aspérités et la surface réelle de contact sera pour de faibles charges, très faibles par rapport à la surface apparente. Lorsque la charge s'accroît, les arêtes des aspérités peuvent subir des déformations élastiques, puis plastiques, qui amènent une augmentation de la surface réelle de contact (figure 1.1). La grandeur des ces surfaces a été mesurée expérimentalement par la méthode de conductibilité électrique [3].

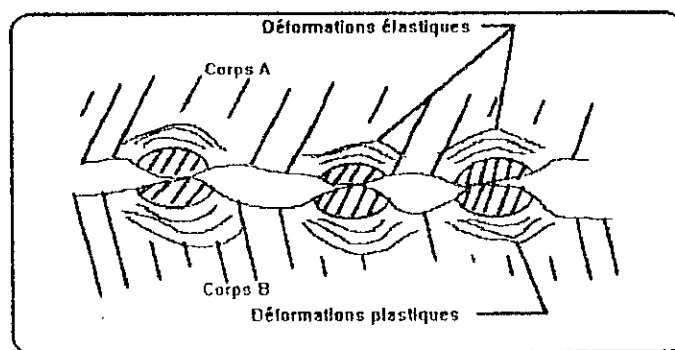


Figure 1.1: Déformation élastique et plastique lors d'un contact [3]

1.2.b Les différents types de frottement

On distingue deux grands types de frottement : le frottement par roulement et le frottement par glissement [4].

1.2.b.1 Frottement par roulement

On sait bien qu'il est plus facile de faire rouler un corps que de le faire glisser. Dans le cas du roulement, même si la vitesse relative des deux corps est importante, celle des parties en contact est pratiquement nulle.

Dans ce type de frottement, le coefficient de frottement est défini comme le rapport de la force F' appliquée au solide pour le faire rouler et de la charge normale W (figure 1.2.a).

$$\mu = F'/W \quad (1)$$

Les coefficients de frottement de roulement sont très faibles par rapport aux coefficients de frottement de glissement. Chaque fois que l'on veut réduire la force de frottement au minimum, on a intérêt à utiliser le roulement au lieu du glissement.

1.2.b.2 Frottement par glissement

Dans le glissement, contrairement au roulement, il y a une nette différence entre les vitesses des surfaces en contact. La distinction est d'autant plus importante entre le frottement lubrifié et le frottement sec (figure 1.2.b).

1.2.b.2.1 Frottement lubrifié

Il se caractérise par la présence d'un film fluide entre les surfaces en mouvement relatif. On distingue quatre régimes de lubrification qui sont illustrés dans la figure suivante:

- * lubrification hydrostatique
- * lubrification hydrodynamique
- * lubrification élastohydrodynamique
- * lubrification limite

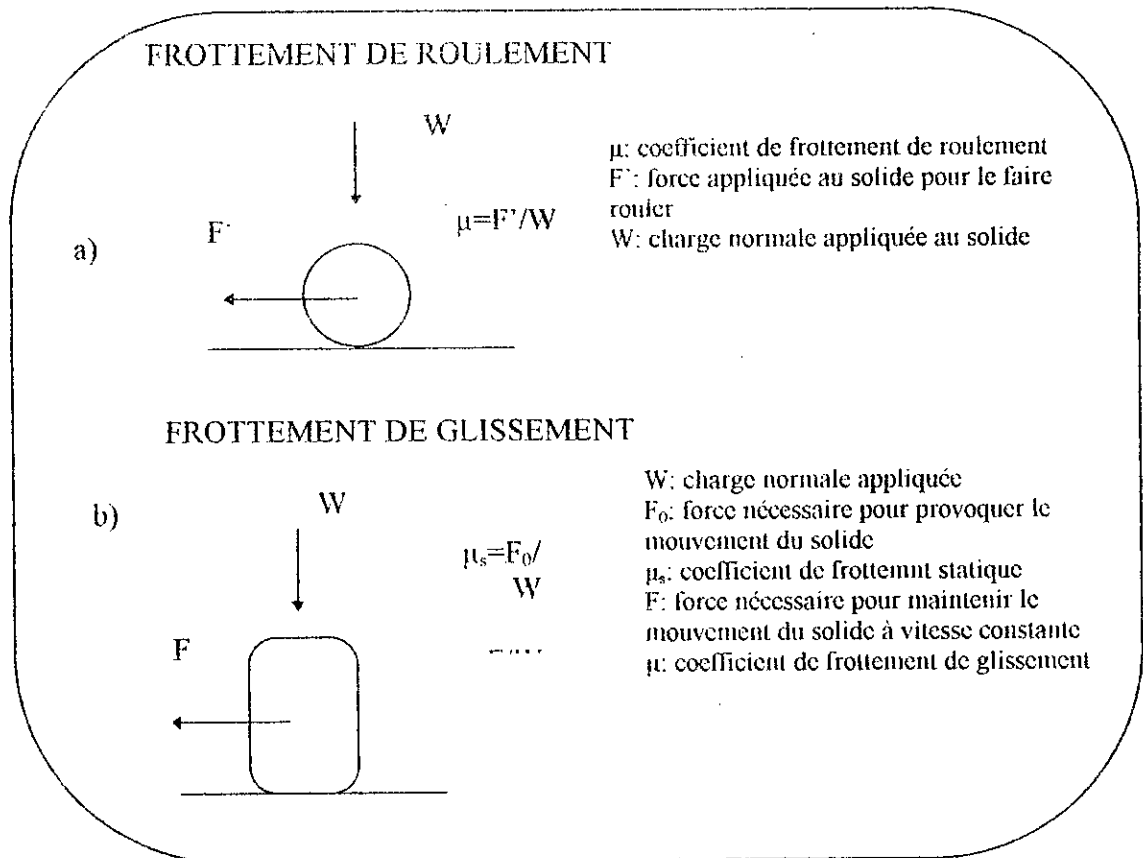


Figure I.2: Frottement lubrifié et frottement par glissement [4].

1.2.b.2.2 Frottement sec

Dans ce cas, aucun fluide n'intervient pour séparer les deux surfaces en contact.

1.2.c Données sur les coefficients de frottement [5]

Lorsque deux matériaux sont placés en contact, toute tentative pour faire glisser l'un sur l'autre se heurte à l'opposition d'une force de frottement (Figure I.3). La force F_s qui est juste suffisante pour provoquer le début du glissement relatif est reliée à la force P normale à la surface en contact par :

$$F_c = \mu_s \cdot P \tag{2}$$

Où μ_s est le coefficient de frottement statique.

Une fois le glissement démarré, la force limite de frottement décroît légèrement, et on peut écrire :

$$F_k = \mu_k \cdot P \quad (3)$$

Où $\mu_k (< \mu_s)$ est le coefficient de frottement dynamique

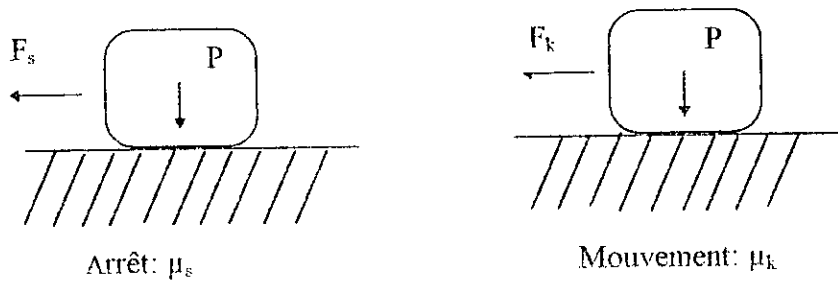


Figure I.3: Coefficient de frottement statique et dynamique

On sait donc qu'il est pratiquement impossible de faire glisser l'un sur l'autre deux surfaces métalliques soigneusement nettoyées sous vide. Toute force de cisaillement produit un accroissement de la plasticité aux jonctions, qui s'étendent rapidement. Ceci constitue un problème en ambiance spatiale, de même que dans les atmosphères comme H_2 qui enlèvent tout film superficiel sur le métal. La moindre trace d'oxygène ou de H_2O réduit énormément μ par apparition d'une couche d'oxyde qui empêche la formation de ces jonctions métalliques très étendues. On sait que tous les métaux sauf l'or ont une couche d'oxyde métallique, d'épaisseur variable, sur leur surface. Expérimentalement, on s'aperçoit que pour certains métaux, la jonction entre les couches d'oxyde formées au sommet des aspérités est plus faible en cisaillement que ne l'est le métal sous-jacent (figure I.4).

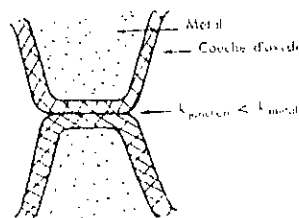


Figure I.4: Jonction entre couches d'oxyde formées au sommet des aspérités

Dans ce cas, le glissement des surfaces se produira dans la mince couche d'oxyde plutôt que dans le métal lui-même, ce qui conduit à une réduction de μ jusqu'à environ 0.5 à 1.5.

Lorsque deux métaux se glissent l'un sur l'autre (par exemple plomb sur plomb), les jonctions sont faibles mais la surface est grande de sorte que μ est grand (0.5 à 1.5). Dans le cas de deux métaux durs (par exemple acier sur acier), les jonctions sont petites mais fortes, ce qui produit aussi un frottement important. De nombreux coussinets de paliers sont faits d'une couche mince de métal mou entre deux métaux durs, pour obtenir des jonctions faibles de surface réduite. Les coussinets de métal blanc par exemple sont constitués d'alliages mous de plomb ou d'étain maintenus dans une matrice de phase plus dure. Les coussinets en bronze comportent des particules molles de plomb (qui s'étalent pour former un film lubrifiant) renforcées par une matrice de bronze et les paliers poreux imprégnés de polymères sont faits de cuivre incomplètement frittés dont les pores sont remplis sous pression. Ces types de coussinets ne sont pas conçus pour fonctionner à sec mais en cas de panne de lubrification, le constituant mou produit un coefficient de frottement de 0.1 à 0.5 qui peut être assez faible pour éviter un échauffement catastrophique et un grippage. Quand un métal glisse sur un polymère massif, le frottement est là encore causé par des jonctions adhésives. Mais toute déformation plastique, tend à orienter les chaînes polymériques parallèlement à la surface de glissement et dans cette orientation elles se cisailent et μ devient faible (0.05 à 0.2) [5]. A titre d'exemple, le tableau 1 regroupe des coefficients de frottement de quelques métaux.

Matériau	μ
Métaux parfaitement propres dans le vide	$\mu > 5$
Métaux propres dans l'air	0.8-2
Métaux propre dans l'air humide	0.5-1.5
Acier sur métaux pour paliers (par ex. Plomb, Bronze)	0.1-0.5
Acier sur céramiques (par ex. saphir, diamant, glace)	0.05-1.0
Céramiques sur céramiques (par ex. carbure sur carbures)	0.05-0.5
Polymères sur polymères	0.05-1.0
Métaux et céramiques sur polymères (PE, PTFE, PVC)	0.04-0.4
Lubrification de surface des métaux	0.05-0.2
Lubrification pour hautes températures (MoS ₂ , Graphite)	0.05-0.2
Lubrification hydrodynamique	0.001-0.005

Tableau I.1: Coefficients de frottement de différents matériaux.

1.3 L'usure des métaux

Elle peut se définir comme la perte progressive du matériau à sa surface, lorsqu'il est soumis au frottement. Elle peut être évaluée de plusieurs manières:

- quantité de matière perdue par unité de distance parcourue;
- quantité de matière perdue par unité de temps;
- quantité de matière perdue par tour ou oscillation [4]

L'usure est un phénomène complexe, vu le nombre de paramètres qui interviennent en même temps si bien qu'il est impossible d'isoler un paramètre pour l'étudier à part. C'est en outre un phénomène qui fait intervenir à la fois la mécanique et les propriétés du matériau.

1.3.1 Classification des types d'usure

Les détériorations de surfaces frottantes peuvent être classées en quatre types fondamentaux [4]

- 1- l'usure adhésive
- 2- l'usure abrasive
- 3- l'usure corrosive
- 4- l'usure par fatigue

A ces types d'usure s'ajoutent des formes secondaires: l'usure par délamination, usure par cavitation, usure d'origine électrique...etc (Tableau I.2).

TYPES FONDAMENTAUX D'USURE	
Usure adhésive	Par contact métal-métal, microsoudures, transfert métallique et cisaillement des jonctions par frottement
a) sévère	formation de gros fragments d'usure métallique
b) modérée	formation de très petits fragments d'oxydes
Usure abrasive	rayure d'une surface par aspérités dures ou par des particules véhiculées par un fluide. Si ces particules sont très petites: érosion/abrasion
Usure corrosive	attaque chimique suivie par l'enlèvement des produits de réaction par action mécanique (frottement)
Usure par fatigue	enlèvement des particules détachées par fatigue mécanique superficielle produites par accumulation de contraintes cylindriques
TYPES SECONDAIRES D'USURE	
Usure sous petits débattements (fretting mécanique corrosion)	Types secondaires d'usure enlèvement de matière entre deux surfaces soumises à des vibrations mécaniques formation de cavités par éclatement (ou implosion de bulles de gaz ou de vapeur incluses dans un fluide)
Erosion par cavitation	érosion par étincelles
Usures d'origine électrique	attaque électrolytique
a) piquage électrique	
b) corrosion galvanique	

Tableau I.2: Classification des types d'usures.

1.3.1 Usure par adhésion

Lorsque deux surfaces sont placées en contact, elles ne se touchent qu'aux sommets de leurs aspérités. Il y a création d'un certain nombre de microcontacts en jonctions superficielles. La surface réelle de contact est beaucoup plus faible que la surface géométrique définie. D'après la théorie développée par Bowden et Tabor [2], la force de frottement est la force nécessaire au cisaillement des jonctions superficielles. Une jonction ne se cisaille pas à l'interface originelle, mais à l'intérieur d'un des deux matériaux et conduit au transfert d'un fragment de matériaux. Si sous l'effet du frottement, ce fragment transféré se détache de la surface, il forme une particule d'usure. Le nombre de microcontacts créés entre les corps en contact dépend des propriétés superficielles des matériaux et des conditions de frottement.

Les plus influents sont l'état de surface des matériaux, leurs duretés respectives et la charge appliquée. Les principaux paramètres gouvernant l'adhésion sont la nature des matériaux en contact, l'état structural et physique des surfaces et la nature du milieu [4].

Par exemple, dans le cas où l'adhésion entre les atomes A et les atomes B est assez bonne, la figure I.5, montre comment des fragments d'usure sont arrachés du métal A le plus mou.

Si les matériaux A et B sont les mêmes, l'usure se produit des deux cotés. La taille du fragment arraché d'une aspérité donnée, dépend de la distance entre la jonction et l'endroit où le cisaillement se produit. Si la zone durcie par écrouissage s'étend loin dans l'aspérité, on aura tendance à arracher de grosses particules A l'inverse, cette tendance sera réduite si la section des aspérité croit depuis la zone de contact [5]

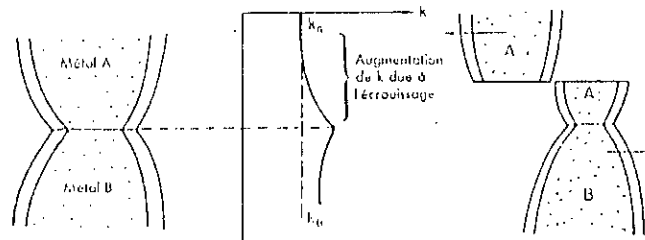


Figure I.5: Usure adhésive [1]

1.3.1.2 Usure par abrasion

L'usure par abrasion se définit comme la perte progressive de matière du matériau à sa surface par action mécanique d'un abrasif [6.7].

Les particules produites par l'usure adhésive se détachent fréquemment de leurs aspérités pendant la poursuite du glissement des deux surfaces.

La présence d'O₂ étant souvent souhaitée dans les lubrifiants (pour contribuer à entretenir la couche d'oxyde entre les deux métaux en frottement), les fragments détachés peuvent s'oxyder et devenir de petites particules dures d'oxydes qui abrasent les surfaces comme le ferait du papier verre.

Par exemple, la figure I.6, montre comment un matériau dur peut « labourer » des copeaux d'usure dans un matériau mou, produisant ainsi une usure abrasive intense. Bien sûr, l'usure abrasive n'est pas le seul fait des particules d'origine indigène. Mais peut être produite

1.3.1.4 Usure par corrosion

Ce type d'usure est dû à une réaction des surfaces de frottement avec une ambiance qui crée un produit de réaction évacué ultérieurement par le frottement. Dans certains cas, le produit de réaction peut avoir une meilleure résistance mécanique que le substrat et favoriser la tenue à l'usure. La couche obtenue peut de plus passiver le matériau et stopper au moins provisoirement l'attaque [4].

1.3.1.5 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 (vibration).

Elle se caractérise par une coloration de surfaces frottantes suivie par la formation de débris d'usure.

1.4 Approche globale du frottement et de l'usure

L'étude des processus apparaissant lors du frottement et de l'usure doit prendre en compte deux remarques préliminaires :

- Les diverses grandeurs visant à quantifier un essai tribologique (résistance à l'usure, coefficient de frottement) ne sont pas des caractéristiques intrinsèques d'un matériau mais résultent de la combinaison de plusieurs phénomènes intervenant lorsque deux matériaux sont mis en contact sous certaines conditions.

- Les interactions mises en jeu lors d'un essai tribologique peuvent se définir en termes de transfert de masse et d'énergie.

La première remarque, montre la nécessité d'avoir recours à la notion de système. Le tribosystème (IV) constitué de deux objets, les corps 1 et 2 et d'un milieu intermédiaire (l'interface 3) est un système ouvert au sein duquel ont lieu un certain nombre d'échanges. La figure I.8, illustre un tel système où sont pris en compte les transferts de masse.

Dans cet exemple, les objets 1 et 2 sont considérés comme formés d'un volume et de couches superficielles créés par le frottement (par exemple des couches d'oxydes). Outre l'éjection des débris hors du contact (voie IV), trois flux principaux régissent les différents comportements:

La formation de particules d'usure (voie I) (sans s'occuper ici du mode de formation de ces débris), le gain du poids dû à un transfert de matière de l'interface vers les objets 1 et 2 (voie II) et enfin le transfert direct du corps 1 au corps 2 (voie III).

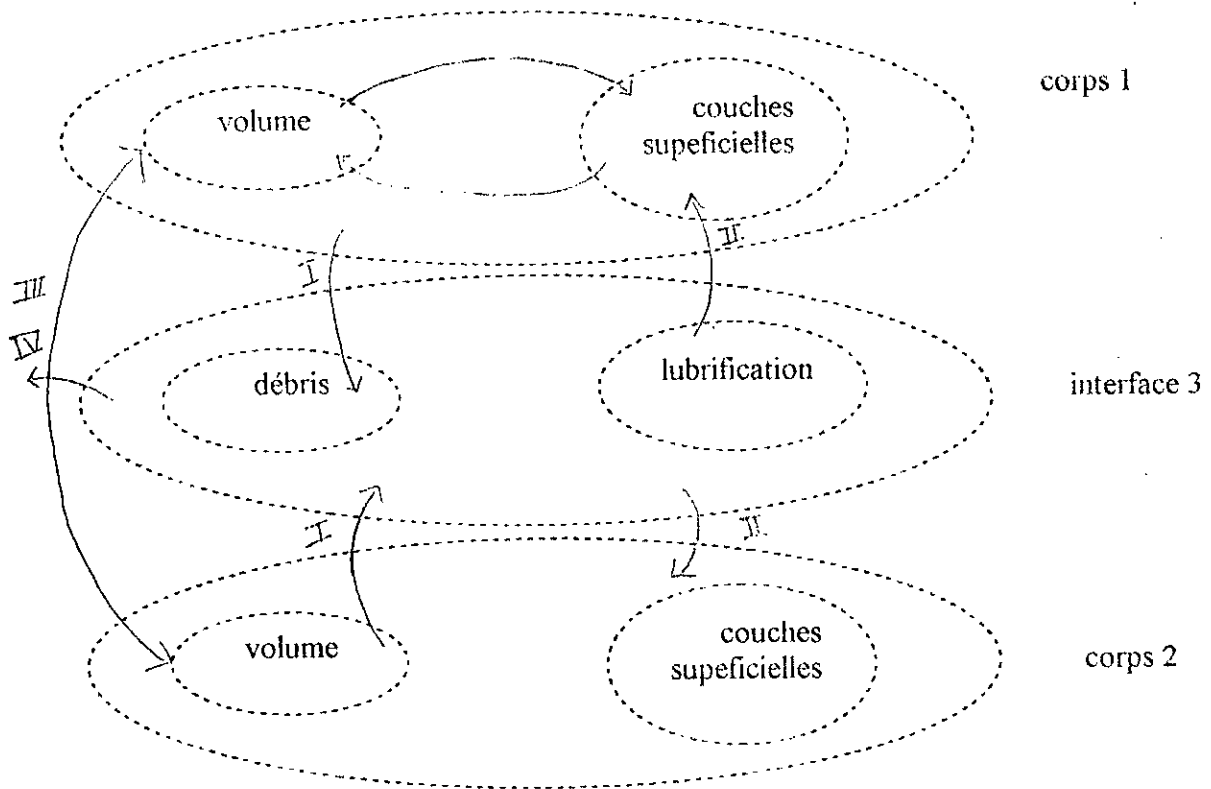


Figure I.8: Echange de matière au sein du tribosystème

L'usure d'un objet peut alors s'écrire:

$$W = -W_I + W_{II} + -W_{III} \quad (4)$$

Le signe + correspondant à un gain de matière, le signe - à une perte.

L'application de ce type d'analyse à des cas d'usure particulière, notamment les problèmes d'usure par oxydation, permet d'aboutir à des conclusions assez générales telles que

la comparaison du taux d'oxydation et des quantités de transfert ou de lier l'usure, le taux d'oxydation et le transfert [8].

Cette approche est cependant vite limitée. Il est alors indispensable de faire intervenir les notions de transfert d'énergie basées sur l'observation suivante: durant un processus tribologique, l'énergie introduite dans le tribosystème (input) est supérieure à celle transmise (output). La différence étant l'énergie de frottement qui intervient dans les trois parties du système (corps 1 et 2 et contact 3). Celle-ci peut être divisée en plusieurs termes correspondant à différents modes d'absorption de l'énergie par les matériaux.

La figure I.9, représente le tribosystème considéré sous cet angle énergétique.

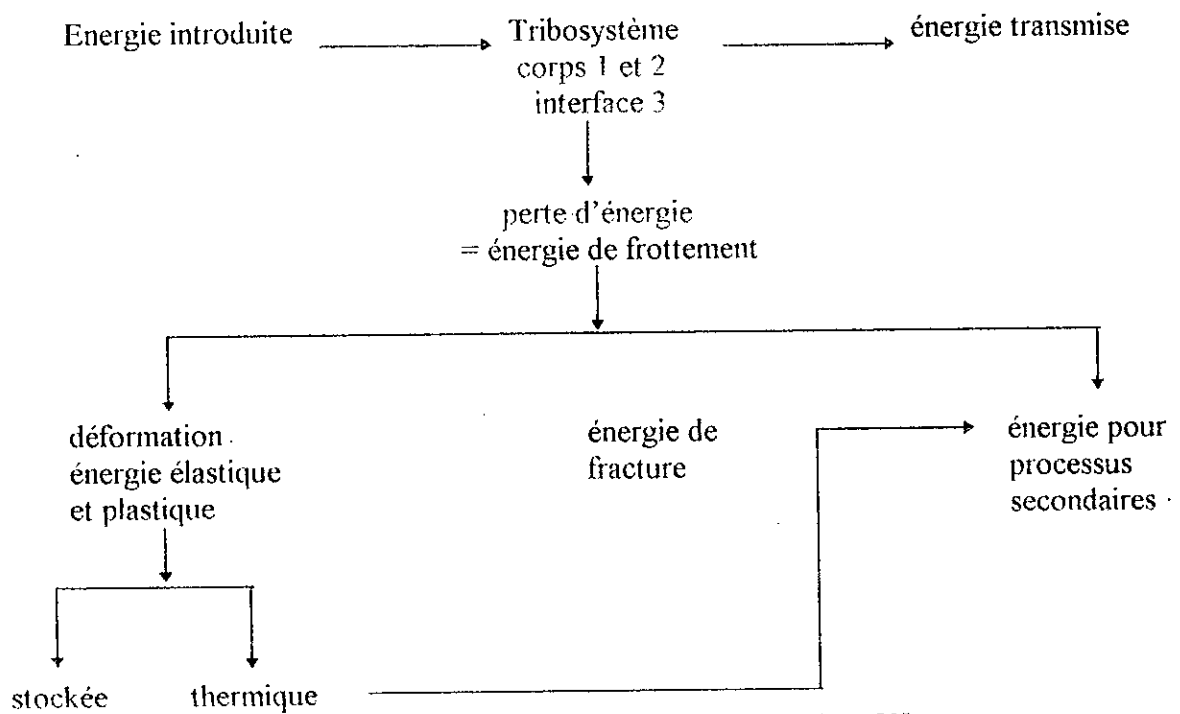


Figure I.9: Flux énergétique dans le tribosystème [8]

Pour les métaux, le terme principale de l'énergie de frottement est l'énergie de déformation plastique stockée dans le matériau sous forme de dislocation et/ou qui apparaît finalement sous forme de chaleur. L'énergie fracture est celle nécessaire pour créer de nouvelles surfaces et générer des particules d'usure. Les processus secondaires sont nombreux et d'importance divers: réactions chimiques, transformations structurales, introduction de contraintes, triboémission et triboluminescence, bruit et vibration...etc. Ils dépendent souvent de l'effet thermique et peuvent avoir des conséquences notables sur l'énergie totale absorbée et sur sa répartition au sein du système.

Bien qu'une analyse quantitative des distributions d'énergie soit souvent impossible, des informations intéressantes peuvent être déduites de considérations quantitatives. Ainsi, le bon comportement d'un acier trempé contenant de l'austénite résiduelle peut s'expliquer par le fait que la transformation de l'austénite en martensite nécessite de l'énergie qui n'est plus alors disponible pour produire des particules d'usure.

Finalement, cette analyse montre que si l'énergie totale absorbée doit être diminuée, la minimisation doit surtout porter sur la part liée aux processus de fracture.

1.5 Notion et approche du troisième corps

Le concept de troisième corps a été introduit pour la première fois par Godet et Al [9-14], vu le rôle important que semble jouer les débris d'usure et le transfert.

Les débris d'usure qui s'accumulent à l'arrière du contact forment un écran qui sépare les deux surfaces. En d'autres termes, les particules d'usure piégées à l'intérieur du contact forment un troisième corps qui diminue l'interaction entre les deux antagonistes et les protège au moins partiellement contre l'usure.

Cette notion de film de transfert capable de se former entre les deux corps en contact pendant le frottement, peut s'appliquer aussi bien dans le cas des métaux, des polymères que pour les céramiques [15,16].

Ces films (troisième corps), se présentent comme un écran fixe dans le contact statique et comme écran dynamique dans les contacts mobiles. L'expérience, montre que le passage de l'écran statique au dynamique est quasi instantané et qu'il suffit le plus souvent d'un déplacement très faible pour détruire l'écran statique et le redistribuer dans le contact pour le transformer en écran dynamique [17].

1.6 Création et comportement du troisième corps

La création des débris d'usure, débute quand le matériau n'accommode plus les déformations. Cette aptitude peut être fortement modifiée au cours du temps pour les matériaux métalliques, par contre dans le cas des céramiques, ce phénomène est beaucoup moins sensible [17].

Play [13] a établi un modèle bidimensionnel où la formation des débris d'usure s'effectue par remplissage des creux, formés par rugosité de la surface qui sont vides au départ par les débris arrachés aux surfaces (figure I.10). Les premières particules (ou débris) se détachant des massifs sont piégées dans le contact. En effet, une particule d'usure, au moment de sa formation mesure nettement moins que le micron. Par ailleurs, la dimension minimale d'un contact est rarement inférieure à $100\mu\text{m}$. La particule détachée est donc piégée à l'intérieure du contact [18].

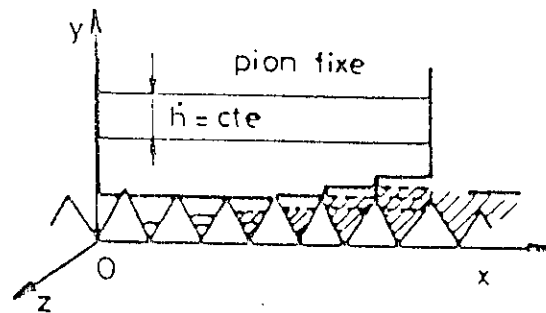


Figure I.9: Formation des troisièmes corps

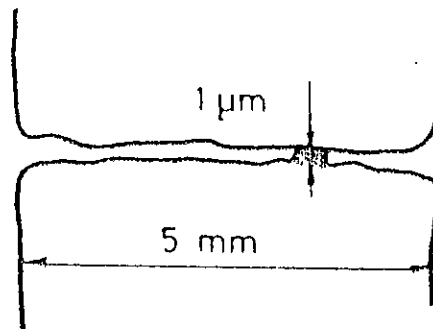


Figure I.10: Echelle de contact (taille relative des particules d'usure)

Ces particules sont ensuite broyées [19], pour former un lit de poudre qui sépare les premiers corps du contact.

Plusieurs travaux [20-21] indiquent que le frottement et l'usure sont gouvernés, après un stade d'incubation, par le comportement du film interfacial (3^{ème}). Celui-ci dépend de beaucoup de paramètres (vitesse, charge, environnement...etc.).

Pour mieux comprendre les phénomènes interactifs entre les trois corps, généralement complexes, nous proposons le schéma simplifié de la figure I.11.a et I.11.b. On note deux comportements extrêmes importants:

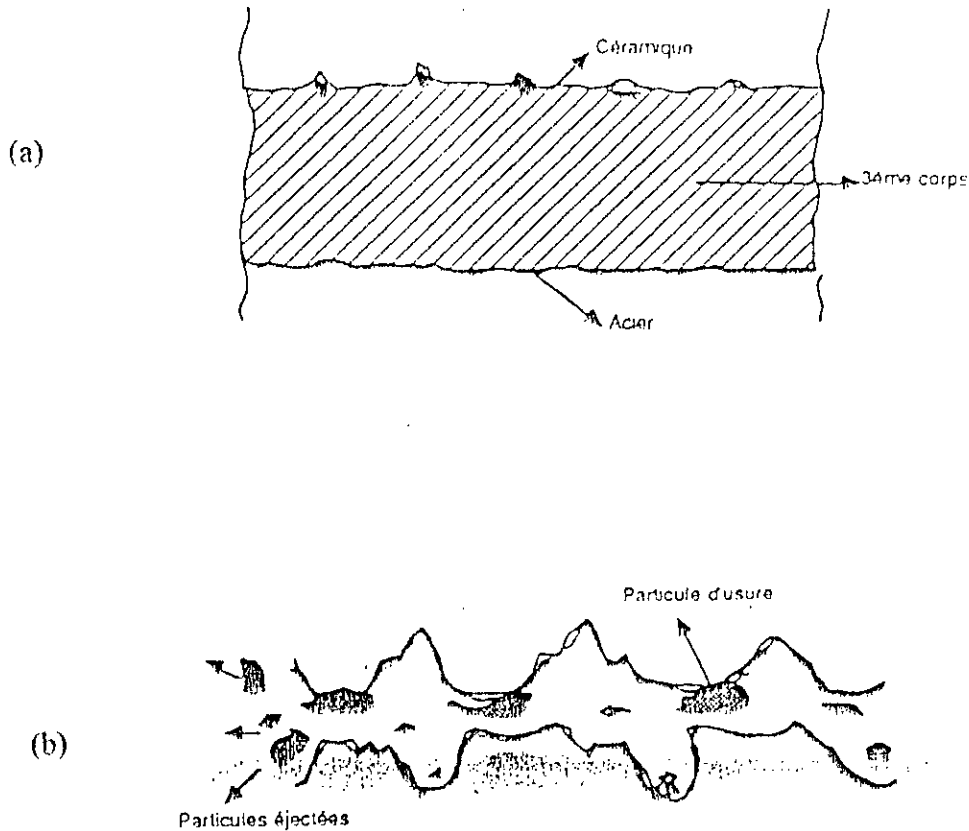


Figure I.11: a) schéma d'usure caractérisée par la présence du 3^{ème} corps

b) schéma d'usure caractérisée par l'absence du 3^{ème} corps

- Le cas a est caractérisé par la présence et la stabilité du 3^{ème} corps adhérent à l'un des antagonistes. Lors du frottement, le cisaillement se fait au niveau de l'interface la plus faible (ici l'interface métal/oxyde de fer). L'éjection de débris hors du contact est très limitée, l'usure est donc faible.

- Le cas b rencontré surtout à vitesse et à charge élevée (cas des céramiques) est caractérisé par l'absence presque totale du film protecteur stable dans le contact. Celui-ci, cause d'une part une usure de la céramique par fracture et d'autre part, arrachement de grains. Elle se comporte alors vis à vis du métal comme un outil de coupe par des arrêtes vives et par les particules abrasives de céramiques libérées [22].

1.7 Facteurs influençant le frottement

1.7.1 Influence des propriétés mécaniques

D'après certains auteurs [17], les paramètres les plus importants qui influent sur le frottement sont la ténacité et la dureté. L'influence de ces deux facteurs dépend du type de contraintes appliquées à la surface du matériau.

En effet, lorsque la contrainte de cisaillement à l'interface est prédominante (exemple usure adhésive et usure abrasive) la dureté est généralement le facteur le plus important. Dans le cas où la pression normale est plus élevée (exemple: érosion par cavitation), l'effet de la ténacité est plus important [17].

1.7.2 Influence des propriétés de surface:

1.7.2.1 Contamination

C'est l'un des paramètres les plus importants du frottement, de nombreux auteurs ont étudié les conséquences, mais il est généralement extrêmement difficile de se libérer de toute contamination superficielle. Cette contamination affectant au total quelques dizaines d'Angström sur la surface est liée à la nature du milieu ambiant. Bien que les gaz neutres puissent avoir une influence sur les propriétés physico-chimiques [2,23,25] de la surface, l'influence la plus marquée est celle de l'oxygène [26]. Si cette couche d'oxyde est suffisamment résistante et épaisse, elle peut, en empêchant le contact métallique des deux surfaces antagonistes, modifier considérablement le coefficient de frottement. Dans la plus part des cas, la présence d'un film d'oxyde abaisse le coefficient de frottement pour des charges n'entraînant pas la rupture du film.

Lorsque la nature du film d'oxyde intervient, du fait d'une augmentation de la charge, les particules d'oxydes libérées peuvent se comporter de deux manières différentes en fonction des duretés relatives du métal et de l'oxyde: il y aura effet d'abrasion, si l'oxyde est plus dur que le métal, mais si l'oxyde est plus mou que le métal, il peut y avoir lubrification. A titre d'exemple, Trabelsi [28] note la présence des oxydes Fe_2O_3 et Fe_3O_4 lors de frottement de l'alumine contre l'acier à l'air. Il est à noter que la formation du Fe_3O_4 ou du FeO aboutit

souvent à un coefficient de frottement assez bas (<0.3) alors qu'avec du Fe_2O_3 , on trouve une valeur plus élevée de l'ordre de 0.8 [29]. Dans tous les cas de figure, cet oxyde permet de diminuer les taux d'usure et ce d'autant, qu'il est présent en quantités importantes (figure I.12)[30]

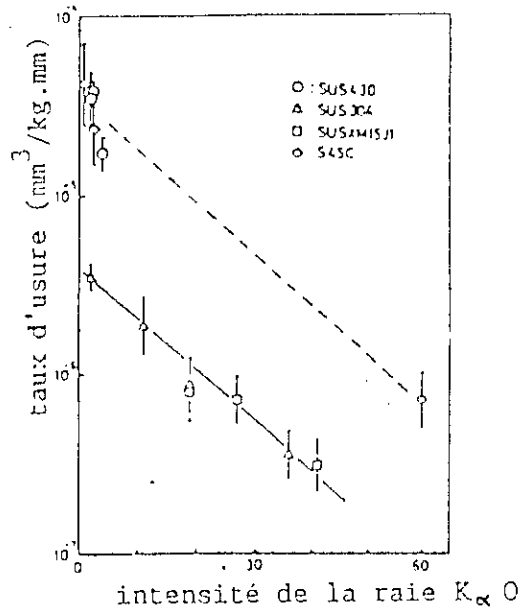


Figure I.12: Relation entre taux d'usure et quantité d'oxyde Fe_2O_3 [30]

1.7.2 Influence de l'état de surface

Selon Robinowicz [31], l'influence de la topologie des surfaces (rugosité) n'intervient que dans les cas extrêmes, l'état poli tend à augmenter le coefficient de frottement à cause de l'accroissement de l'aire de contact réelle, de même l'état fortement rugueux conduit à des coefficients de frottement élevés. Cette fois à cause des aspérités de très grandes amplitudes qu'il faut surmonter pour que le déplacement se produise.

1.7.3 Influence de la charge

Certains chercheurs ont montré l'existence d'une charge critique au delà de laquelle le frottement est élevé (figure I.13).

De son côté, Chateaud [32] a observé une usure très prononcée au delà de la charge critique provoquée par les contraintes de traction-compression. Cette usure résulterait de l'amorçage des fissures puis leur propagation conduirait rapidement à la rupture.

Dahmani [30] explique que le déplacement s'accompagne par le changement dans la taille et la nature des particules transférées. Leur apparition est due à la destruction des surfaces par l'augmentation des contraintes ou à leur transformation sous l'effet des échauffements superficiels. D'après ces auteurs, ce constat est du éventuellement à l'existence d'une charge critique au delà de laquelle l'usure est sévère, bien que les matériaux en présence sont de nature différente.

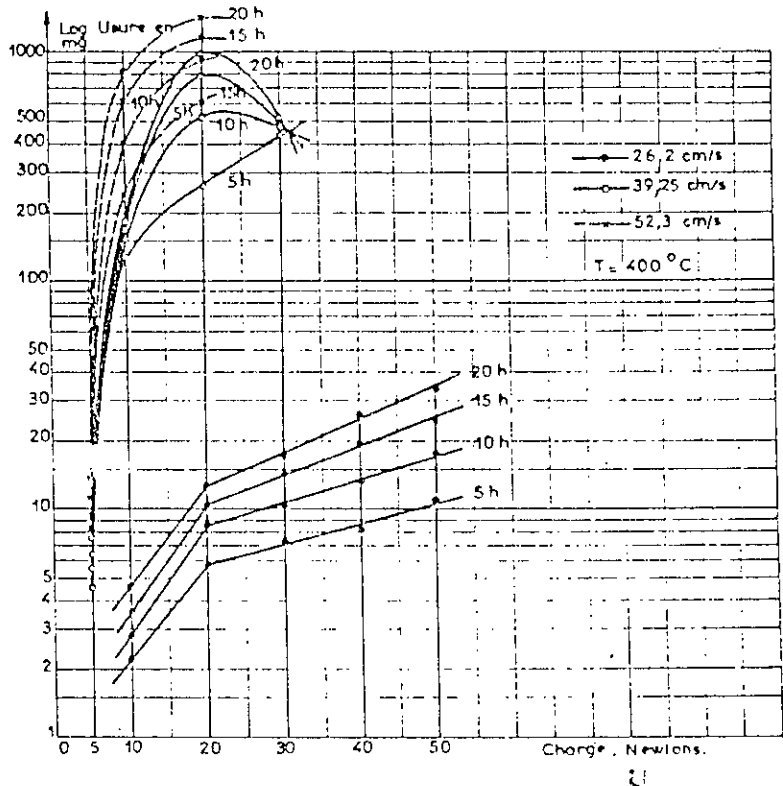


Figure 1.13: Usure de l'inconel contre l'alumine en fonction de la charge [30]

1.7.4 Influence de la vitesse

L'amélioration des propriétés des matériaux, permet le développement des machines plus performantes. Ce qui demande aux matériaux de répondre à des conditions de service de plus en plus sévères.

Dans ce cadre, intervient l'augmentation des vitesses de frottement des machines. L'influence de la vitesse sur le frottement a été étudiée par plusieurs auteurs [12,17], ces derniers ont constaté que celle-ci influe principalement sur la température superficielle qui en

augmentant crée des points chauds. Ceci accroît la réactivité des surfaces et des débris d'usure vis à vis du milieu environnant et favorise l'oxydation. L'élévation de la température en surface produit aussi des ramollissements et des fusions de zones superficielles.

Denape [33] a constaté en étudiant l'influence de la vitesse de glissement (0.4 -1m/s) d'un galet rotatif sur une céramique que pour des vitesses faibles, comme aux vitesses élevées, le lit de poudre n'a pas été capable d'établir une séparation efficace des surfaces frottantes en raison de leur rapide élimination hors contact, ce qui a provoqué une usure sévère des surfaces. Aux vitesses intermédiaires, une importante accumulation de particules d'usures a pu s'établir dans le contact. Ce phénomène, se traduit par un coefficient de frottement élevé (figure I.14). Une portance satisfaisante a pu ainsi se maintenir et diminuer l'usure de manière remarquable.

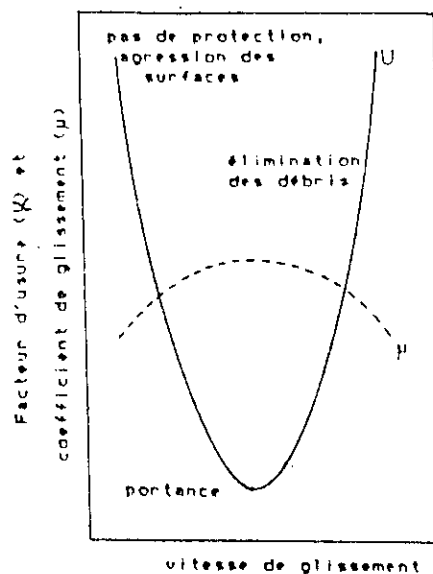


Figure J.15: Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse [34]

Aux vitesses très élevées, les travaux sont principalement consacrés aux matériaux pour l'armement [17].

Les travaux de Boche et Al [35] ont été réalisés sur un tribomètre cylindre-plan à grande vitesse. La figure J.15, montre l'usure d'un acier faiblement allié en fonction de la vitesse. La courbe passe par un minimum, l'explication est probablement d'origine thermique. A basse température (faible vitesse), on est en présence d'un régime d'usure presque classique,

la quantité de chaleur fournie à l'éprouvette permet la fusion en surface . Il y a alors lubrification, ce qui est favorable à la tenue de l'éprouvette. Au delà, trop de calories sont apportées, le matériau perd ses caractéristiques et fond sur une plus grande épaisseur.

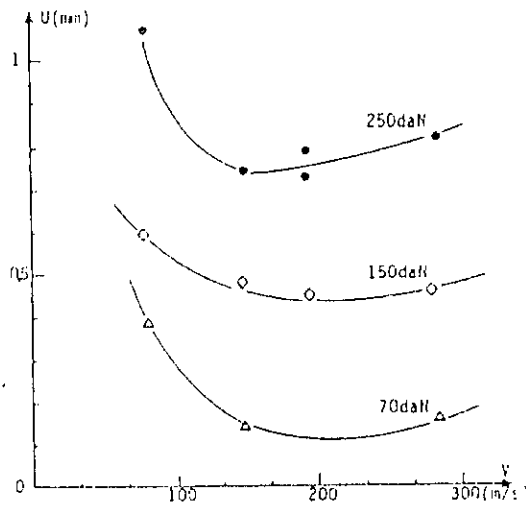


Figure I.15: Usure d'éprouvettes en acier 35NCD16 en fonction de la vitesse [35]

Berriche [17], explique l'influence de la vitesse par le phénomène de portance du troisième corps. En effet, pour des vitesses relativement élevées (800 tr/mn), le troisième corps est systématiquement mis hors de contact, ce qui empêche la séparation des surfaces en contact et par conséquent l'établissement d'une portance. Par contre, pour des vitesses relativement moyennes, le troisième corps a pu être établi sur toute la surface en créant une portance diminuant l'interaction entre les deux surfaces et donc l'usure.

Haddour [22] de sa part a constaté pour un couple Bronze/(35CD4/75E/55E-65E) réalisé sur un tribomètre plan, une forte usure à grande vitesse (40 tr/mn) avec une absence de débris à la surface des échantillons. Par contre, à petite vitesse (20 tr/min) il y a présence de débris en contact d'où une faible usure.

Conclusion

On retiendra de ce chapitre que le frottement et l'usure sont des phénomènes qui apparaissent lors d'un contact entre deux surfaces métalliques, cela conduit à l'apparition d'un paramètre très important appelé par les tribologues, la notion du troisième corps. Celui-ci peut être créé lors d'un frottement entre deux métaux mis en contact ou bien artificiellement par dépôt ou réaction des pièces avec un environnement particulier.

La tribologie (frottement-usure) est gouvernée par trois paramètres principaux:

- la mécanique: force, vitesse, mode de contact,...etc.
- les matériaux en contact: composition chimique, microstructure, module et limite d'élasticité, résistance à la rupture, ductilité, sensibilité à la vitesse de sollicitation, température de fusion,...etc.
- l'environnement: température, humidité et agressivité chimique.

CHAPITRE II

REALISATION

DES

MULTIMATERIAUX

CHAPITRE II: REALISATION DE MULTIMATERIAUX

II.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 en température, tout en offrant des propriétés de surface bien particulières: résistance à l'usure, au frottement, à la corrosion...etc. Dans ce contexte, la présence d'un dépôt en surface permet bien souvent de réaliser un bon compromis. Ceci a conduit depuis fort longtemps, au développement de nouvelles techniques de traitement de surfaces.

Il existe une très large gamme de traitements traditionnels ou de nouvelles générations. Le spectre des traitements s'étant des traitements chimiques, thermo-chimiques ou thermiques et microstructurales: cémentation, implantation ionique, faisceau de haute énergie, aux dépôts protecteurs (revêtements électrolytiques et chimiques, dépôts chimiques et physiques en phase vapeur, dépôts projetés), en passant par la formation d'alliages précédés d'un dépôt ou encore aux traitements mécaniques (martelage, grenailage...etc.).

Devant une aussi large palette, l'opérateur est confronté à divers choix:

- le choix du revêtement: composition et fonction à accomplir (tableau II.1).
- le choix du procédé permettant le traitement (tableau II.2).

Le choix du type de revêtement se fait en fonction du type de sollicitations mécaniques (statiques, dynamiques, température,...etc.) et en fonction de l'environnement et des impératifs techniques (agressivité du milieu...) auxquelles doit être soumis le matériau.

Le choix du procédé se fait en tenant compte d'une conjoncture purement technico-économique.

Il est possible de considérer cinq grands groupes de traitement de surface (figure II.1):

- les traitements superficiels avec transformation structurale (sans apport de matière)
- les traitements par conversion
- les revêtements (ou dépôts)
- les revêtement organiques

Fonction à remplir	Revêtement
Réduction de l'usure	carbure de titane, nitrure
Réduction de frottement	Téflon, MOS_2
Augmenter le frottement	titane, dépôt d'abrasif
Améliorer la lubrification	cuivre, plomb
Augmenter la température ou la capacité de charge	électroless nickel
prévenir l'adhésion	lame d'argent ou d'or
Imbed particules « Saturation par des particules »	indium, plomb
Réduire l'usure corrosive	lame de chrome ou diffusion de chrome
Retenir le lubrifiant	phosphatation, nylon
Remplacer la surface	trempe superficielle
Réduire la rugosité des surfaces	lame d'argent
Prévenir l'érosion par abrasion	les alliages de cobalt, molybden
Prévenir l'érosion par goutte	polyuréthane, Néoprène

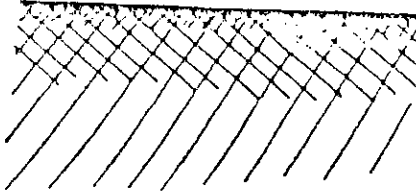
Tableau II.1: Choix d'un dépôt en fonction de sa composition et de sa fonction à accomplir [22]

Procédés	Fonction
Trempe superficielle	remplacer la surface
traitement de surface	modifier la surface
dépôt à faible force de cisaillement	

Tableau II.2: classification des procédés de traitement [22]

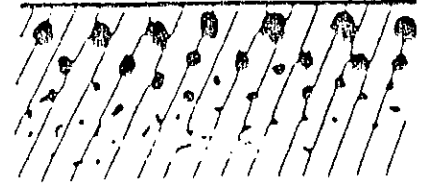
Traitement par transformation structurale

Il n'y a pas de matériau d'apport: la structure métallurgique superficielle du substrat est modifiée.



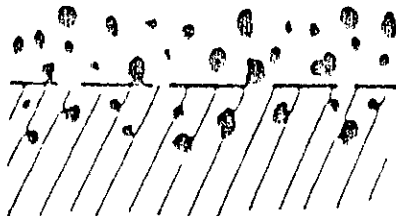
Traitement par diffusion

Le matériau d'apport diffuse dans le substrat et réagit ou non avec lui



Traitement par conversion

Le matériau d'apport réagit superficiellement avec le substrat.



Révêtement

Le matériau d'apport ne réagit pas avec le substrat et n'y diffuse pas ou peu.

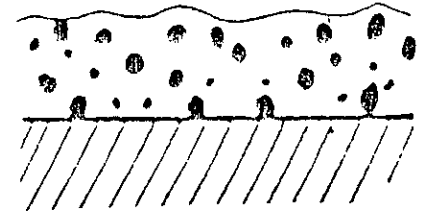


Figure II.1: Classification des traitements de surface.[37]

Dans notre étude, parmi les traitements que nous avons cité et pour la réalisation de nos échantillons, on s'est intéressé à la projection thermique à cause de sa large utilisation dans l'industrie des surfaces et surtout sa disponibilité [37].

II.2 La projection à chaud

Les projections à chaud sont des procédés particuliers de dépôts où des particules solides sont injectées dans un gaz à haute température. Elles y sont chauffées, fondues, accélérées et projetées à grande vitesse sur le substrat où elles forment un dépôt de gouttelettes étalées.

Le processus est dit « froid », c'est à dire, que le substrat est chauffé à des températures très inférieures à celles atteintes par les particules projetées.

Les particules subissent des transformations physiques, elles sont fondues, puis refroidies à des vitesses de refroidissement élevées. Le revêtement est construit particule par particule et a une structure lamellaire (figure II.2).

Les propriétés du revêtement dépendent du métal de départ, des microstructures obtenues, des contraintes résiduelles produites lors de la projection et de la porosité du dépôt. Plusieurs procédés de projection à chaud sont actuellement utilisés.

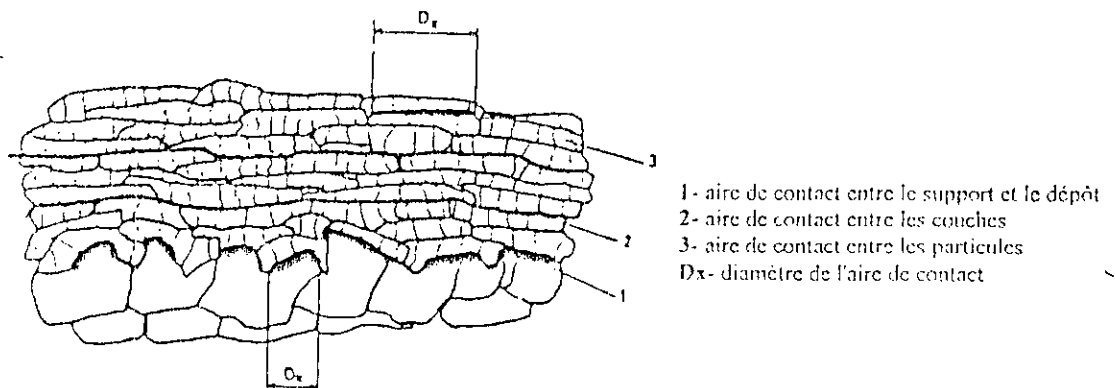


Figure.II.3: Edification d'un revêtement [37].

II.2.1 la projection à la flamme

C'est en 1909 que le Docteur schoop, Ingénieur suisse de Zurich, aperçut les traces de plomb laissées à l'impact d'une balle sur un mur, et eut l'idée de faire un revêtement par la projection de métal fondu. Si le plomb adhérait, ceci était dû à sa fusion instantanée au contact du mur. La force vive du corps lancé se transformant en chaleur mais ce phénomène ne pouvait s'obtenir avec des métaux à point de fusion plus élevé d'où l'idée de fondre le métal avant de le projeter à cet état de fusion sur les pièces à métalliser [36].

En principe, le mot flamme désigne un mélange gazeux en cours de combustion. La réaction chimique rapide entre carburant et camburant se manifeste souvent par une flamme dont la température dépend des gaz de combustion utilisés. Les trois mélanges les plus couramment employés sont:

- Hydrogène-oxygène 2600°C
- acétylène-oxygène 3000°C (utilisé dans notre étude pour la projection du Molybdène)
- cyanogène-oxygène 4700°C.

Le matériau est introduit sous forme de poudre ou de fil dans la flamme où il est pulvérisé et projeté par de l'air comprimé sur le substrat avec une vitesse d'environ 15m/s (figure II.3).

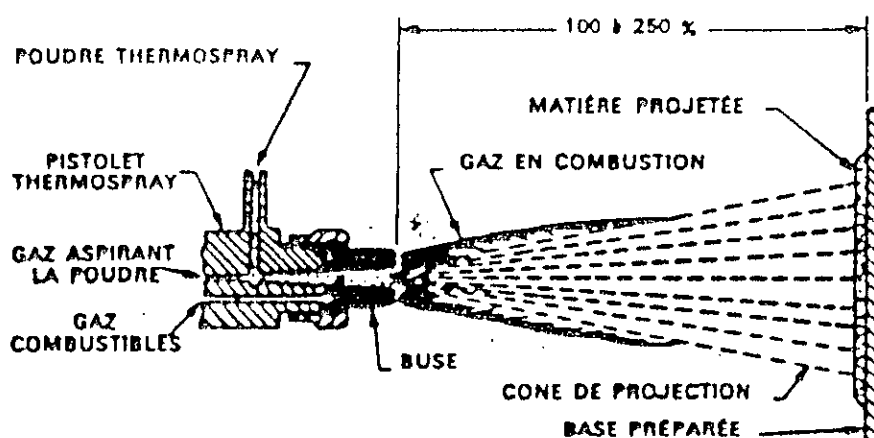


Figure II.3: Schéma de fonctionnement du pistolet de projection à la flamme

En théorie, on peut projeter tous les matériaux dont les points de fusion sont inférieurs à la température de la flamme. En pratique, on ne peut pas projeter un matériau plus réfractaire que la Zircone (2715°C) avec une flamme oxyacétylénique. En effet, même si les particules sont fondues, leur énergie cinétique étant inférieure à celle des particules projetées par d'autres méthodes (pistolet plasma), elles ne parviennent pas à recouvrir les rugosités du substrat ou de la couche précédemment projetée et solidifiée par conséquent, le revêtement est très poreux.

Les principaux avantages de cette méthode de projection sont:

- rapidité de l'opération
- amélioration des propriétés de surface
- facilité de mise en œuvre et son faible coût.

II.2.2 La projection à la torche plasma atmosphérique

Le principe de cette technique est similaire à la projection à la flamme, sauf que le métal est fondu grâce à un gaz plasmagène allumé par un arc électrique. Le métal est projeté à très grande vitesse (figure II.4).

Les gaz plasmagènes utilisés sont:

- l'argon: c'est l'un des gaz les plus utilisés, pur ou en mélange. Inerte chimiquement, son rôle est de protéger les poudres et le substrat contre l'oxydation due à l'air ambiant.
- l'hydrogène: son emploi en mélange se traduit par une augmentation de la tension de l'arc par suite conduit à une énergie plus élevée de la colonne de plasma.

Le mélange argon-hydrogène permet d'obtenir des tensions 2 à 3 fois supérieures à celle obtenue avec l'argon.

- l'hélium: il donne des températures de plasma très élevées avec une enthalpie moindre, d'où une énergie plus faible
- l'azote: il est utilisé pour la projection des carbures de tungstène, des nitrures et surtout pour des poudres fines risquant une décomposition partielle ou totale.

Les revêtements réalisés par cette technique ont des caractéristiques très supérieures à ceux obtenus par projection à la flamme: adhérence sur le substrat augmentée de 20%, porosité plus faible et faible oxydation des projetas métalliques [37-39]. Ces améliorations permettent au plasma des applications dans des domaines très exigeant, telque l'aéronautique, l'aérospatial, le biomédical...etc.

L'énergie développée au sein du plasma est transmise aux particules de poudre injectée dans la colonne, elles y sont fondues, portées à grande vitesse et projetées sur le substrat à revêtir. Cette technique, permet de projeter des matériaux à grand point de fusion.

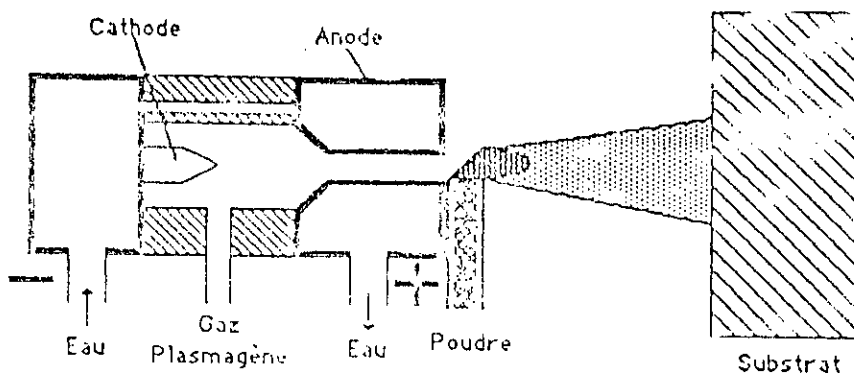


Figure I.4: Diagramme schématique d'une torche plasma

II.3 Propriétés d'emploi de la projection

La grande variété des matériaux projetables confère à la projection thermique un large domaine d'utilisation:

- amélioration des propriétés mécaniques des surfaces (frottement-usure...),
- résolution de problèmes de corrosion (en industrie chimique, en milieu atmosphérique...),
- résolution de problèmes d'isolation ou de conduction (électrique, thermique...).

Dans la plus part des cas, le revêtement assure plusieurs fonctions à la fois. Par exemple, une bonne conductibilité thermique ou une bonne résistance au frottement devra être associée à une bonne résistance à la corrosion.

Le choix du revêtement et de la technique de projection résultent de l'analyse des sollicitations auxquelles est soumise la pièce.

II.4 Propriétés du métal projeté

Le revêtement obtenu est d'une nature particulière, intermédiaire entre le métal fritté et le métal laminé. Les dépôts sont cristallins, composés de cristaux fins et de grosseur régulière. La densité du métal projeté est inférieure à celle du métal servant à la projection thermique, elle est d'environ 10% plus faible que celle du métal laminé, cela provient du fait que les particules projetées, tout en s'écrasant les unes sur les autres, peuvent laisser entre elles quelque vides. Le métal projeté est très résistant à la compression et sa dureté est beaucoup plus élevée que celle du métal de départ. Il est assez fragile avec un allongement presque nul et résiste mal à la traction.

La structure du métal projeté, présente l'aspect de gouttelettes rondes soudées les unes aux autres, elle se présente sous forme de stratification.

La résistivité électrique est en général supérieure à celle des métaux laminés. Par suite de sa porosité et sa faculté d'absorber l'huile, le métal projeté a des propriétés d'autolubrification et de résistance au grippage.

II.5 Conditions de projection

II.5.1 Influence de la distance de projection

Comme la projection se fait à l'air, les particules projetées commencent à refroidir et ralentir du fait de leur collision avec les molécules d'air, c'est ce qui rend la distance de projection un paramètre important à considérer.

Si la distance de projection est très courte, les particules ne vont pas être fondues complètement et en plus, le substrat peut être surchauffé par suite du contact avec la flamme, ce qui peut provoquer des contraintes thermiques dans le revêtement dont le résultat est le décollement de celui-ci. Par contre, si la distance est trop grande, la particule se solidifie avant l'impact et rebondit hors de la cible, ce qui nuit à la qualité du dépôt.

La distance de projection a une influence sur la dureté et la rugosité du dépôt (figure II.6, II.7) [40].

On remarque que pour une distance de 175 mm, la rugosité est minimale et la dureté Vickers est maximale. Ceci laisse supposer que pour cette distance, la densité du dépôt est maximale.

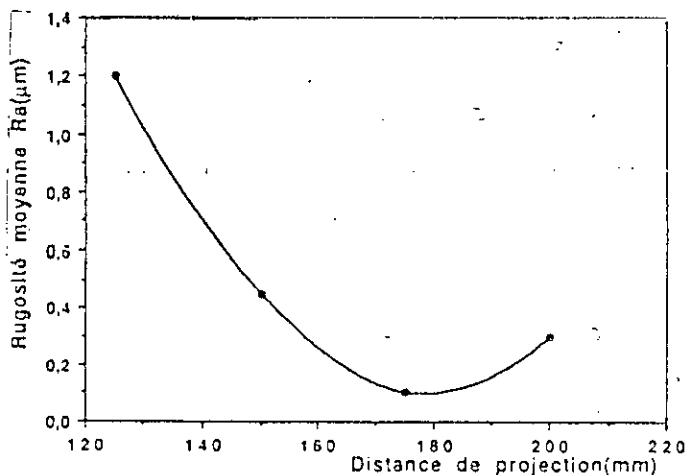


Figure.II.6: Variation de la rugosité de la surface du dépôt de Mo en fonction de la distance de projection après polissage [37].

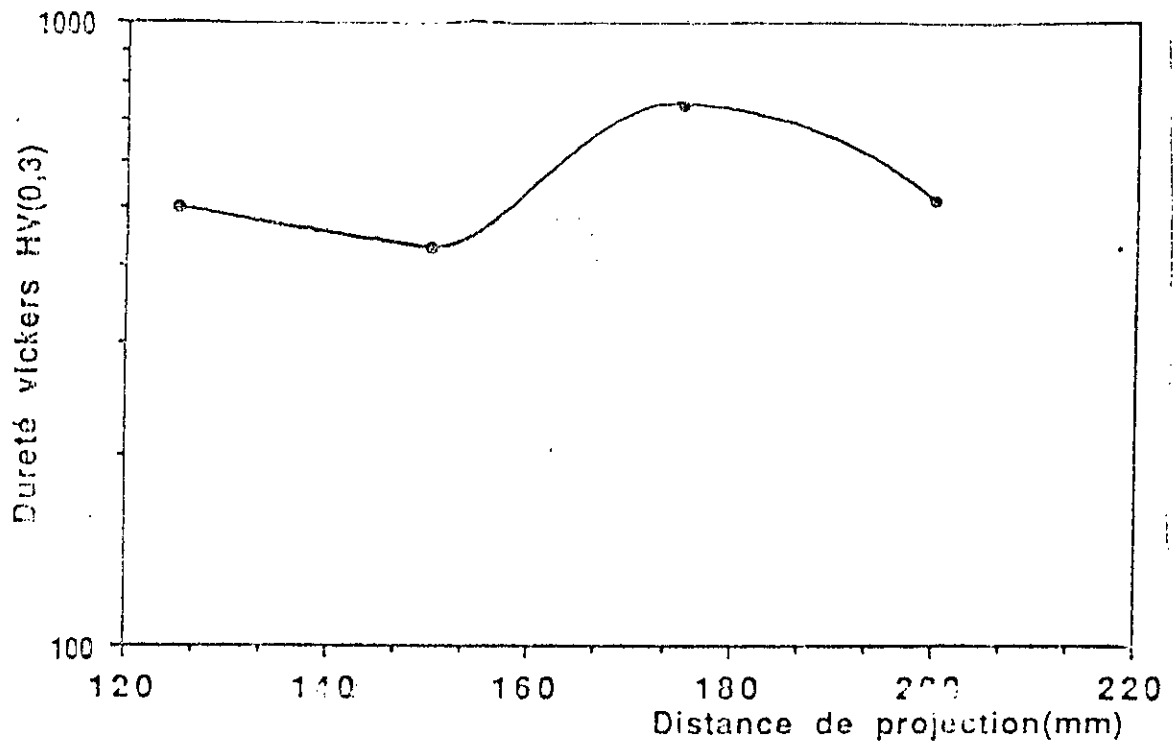


Figure II.7: Variation de la dureté du dépôt de Mo en fonction de la distance de projection[37]

II.5.2 Influence du débit de la poudre

Les poudres passent plus de temps dans la flamme, ce qui entraîne une augmentation du pourcentage d'oxyde dans le revêtement (figure II.8). D'autre part, l'épaisseur du dépôt croît avec le débit de poudre (figure II.9). Les particules injectées avec un fort débit ne sont que partiellement fondues, il en résulte un manque d'adhérence sur le substrat (figure II.10). L'augmentation du débit de poudre, entraîne ainsi la diminution de la contrainte de rupture qui s'explique d'une part par la mauvaise fusion des particules et d'autre part par la décroissance de la teneur en oxyde.

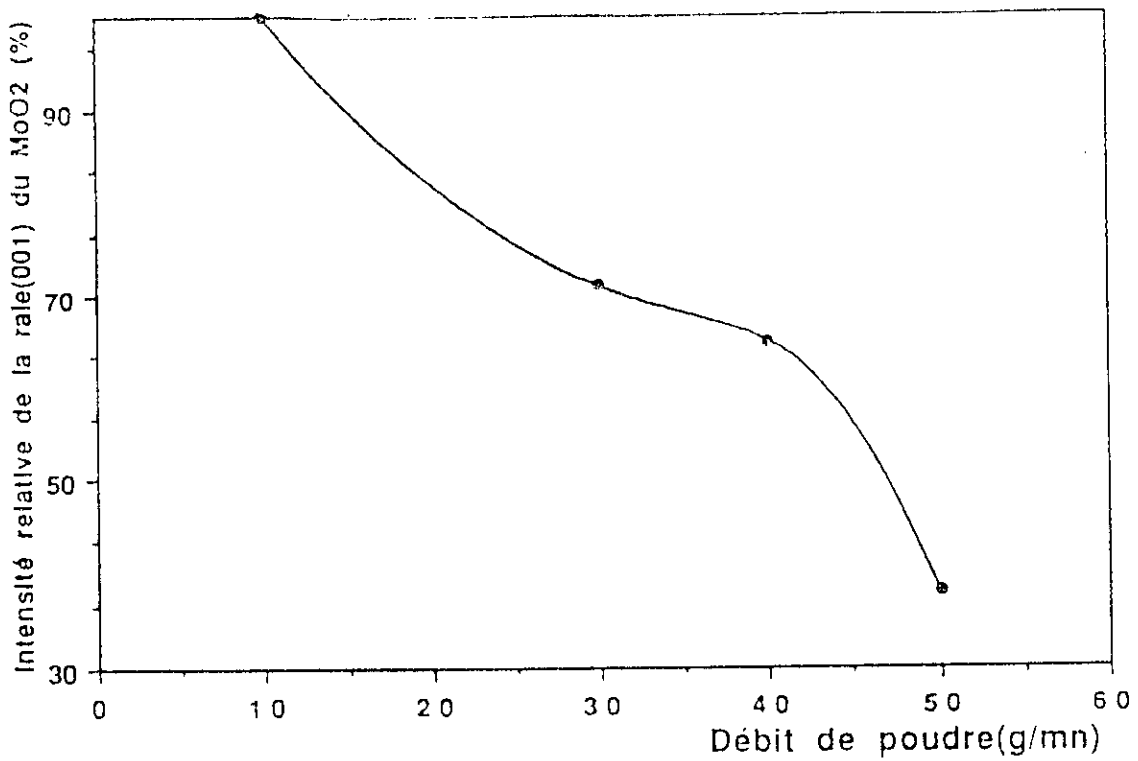


Figure II.8: Variation de l'intensité de la raie la plus intense du dioxyde de molybdène en fonction du débit de poudre

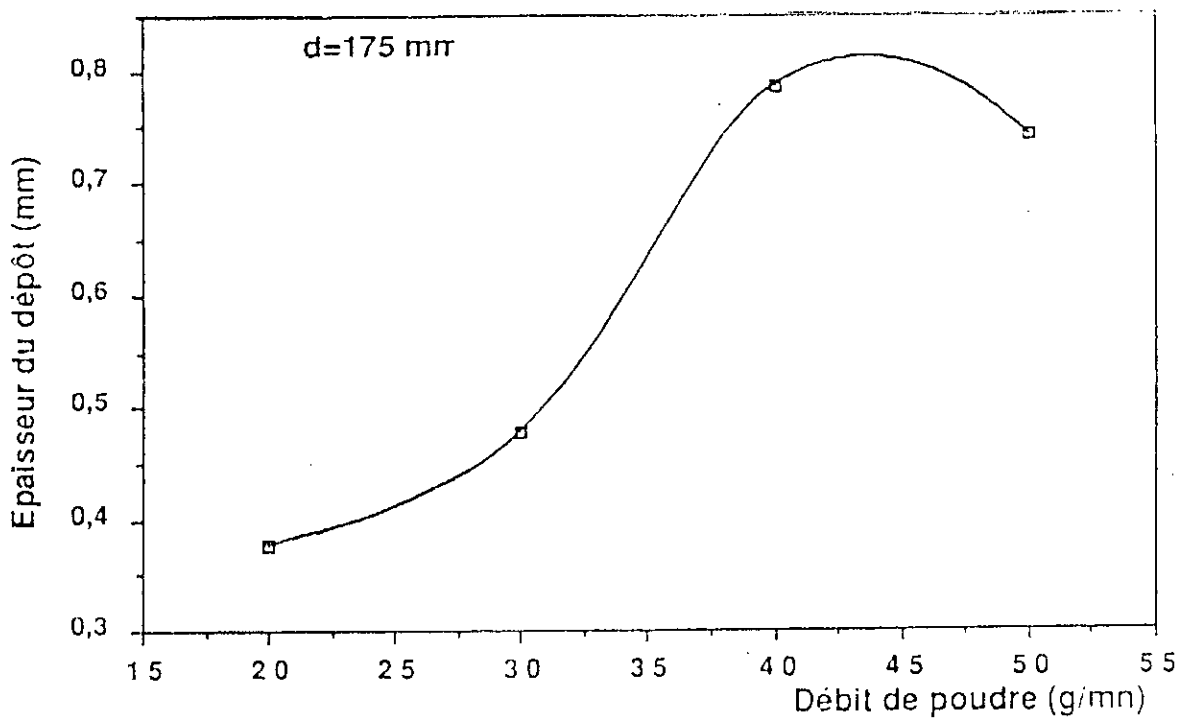


Figure II.9: Variation de l'épaisseur du dépôt de molybdène en fonction du débit de poudre

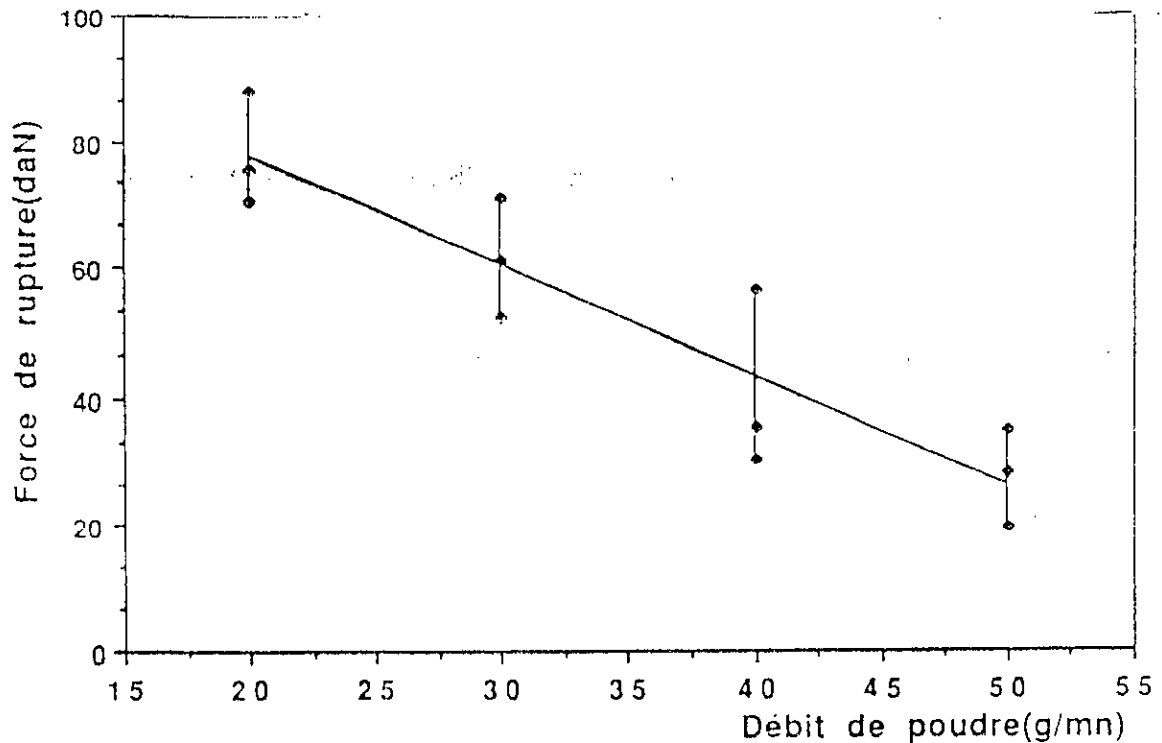


Figure II.10: Variation de la force d'accrochage du dépôt de molybdène en fonction du débit de poudre

II.5.3 Porosité

Pratiquement, toutes les particules ont la même direction moyenne lors de leur impact sur le substrat et l'on a donc un effet d'ombre entraînant des porosités (figure II.11a).

Les particules liquides, peuvent cependant composer en partie les irrégularités de la surface, mais pas complètement, les trous étroits ne peuvent être remplis entièrement (figure II.11.b). Les vallées à la surface du substrat où des lamelles peuvent inclure de l'air ou du gaz (figure II.11.c) entraînant ainsi la création de pores ou des défauts d'adhérence. Cependant, les particules peuvent éclater lors de l'écrasement (figure II.11.d) et la présence de phases volatiles peut augmenter considérablement la porosité.

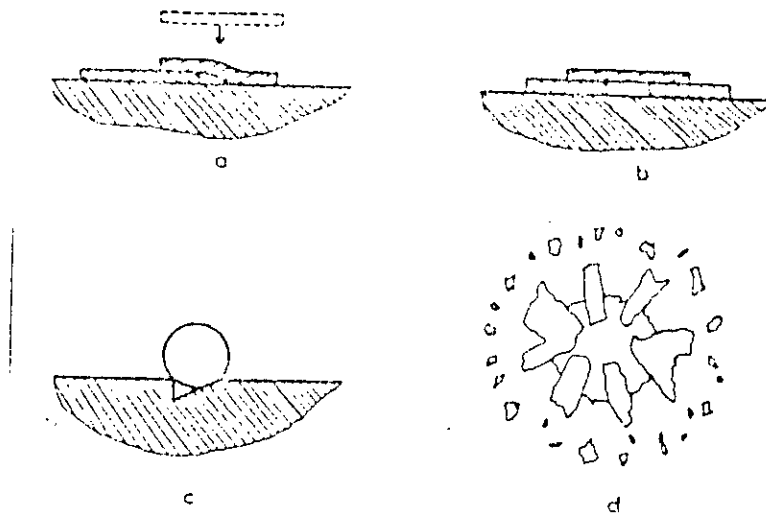


Figure.II.11 : Présentation des différents cas d'apparition de la porosité

Paradoxalement, c'est à la porosité qu'on doit les plus importantes applications des revêtements. C'est le cas des céramiques utilisées pour isoler les parties métalliques exposées aux fortes températures dans les turbines à gaz et différents types de moteurs. La porosité, augmente le pouvoir isolant des céramiques, sachant que les pores ne fragilisent pas le matériau mais au contraire peuvent le renforcer en entraînant la propagation de fissures qui se forment inévitablement lorsque des forces agissent sur le matériau.

II.5.4 Adhérence des dépôts

Le problème de l'adhérence des dépôts projetés thermiquement est l'un des points essentiels à résoudre pour obtenir des résultats fiables dans des conditions d'utilisation sévères. Celui-ci est très complexe car il fait intervenir de nombreux paramètres allant de la préparation initiale des surfaces à la maîtrise de la physico-chimie des matériaux à assembler, sans oublier les conditions de projection et même les points de traitement thermique. L'ensemble de ces problèmes est plus renforcé par des difficultés rencontrées pour la caractérisation de cette adhérence.

Pratiquement, on retiendra les conclusions suivantes :

- au moment de l'impact, la particule doit être liquide et sa vitesse doit être la plus élevée possible.
- le substrat doit être très propre et le dépôt doit être effectué au plus tard dans les 20mn qui suivent le sablage [37].
- la surface doit être rugueuse afin de faciliter l'adhérence mécanique et d'augmenter la surface de contact ainsi que l'énergie de surface par déformation plastique.
- l'adhérence se trouve diminuée si les particules s'évaporent
- les contraintes résiduelles entre le dépôt et le substrat peuvent entraîner le décollement du dépôt au refroidissement.

CHAPITRE III

**PROCEDURES
EXPERIMENTALES
ET RESULTATS**

CHAPITRE III

PROCEDURES EXPERIMENTALES ET RESULTATS

III.1 Matériaux étudiés

III.1.1 Le substrat

Compte tenu de l'objectif de notre étude à savoir la réalisation d'un dépôt sur un matériaux travaillant en frottement et usure (afin d'améliorer ses propriétés tribologiques), nous avons opté pour l'acier 25CD4 pour sa disponibilité et sa nuance qui est proche de celle utilisée en construction mécanique et notamment pour les pièces frottantes [41].

Les éprouvettes sont tirées d'un barreau cylindrique qui, après avoir été rectifié au tour parallèle jusqu'à un diamètre de 25 mm a été découpé en deux types d'échantillons de dimensions différentes suivant les besoins de l'étude:

- disques de 25 mm de diamètre et 5 mm d'épaisseur (fig II.a) réservés pour effectuer les tests d'arrachement
- Parallélépipède de dimension 20x15x5 mm³ (figII.b) destinés pour l'étude tribologique.

L'analyse d'un échantillon de cet acier réalisé par un spectromètre type DV4 a donné la composition chimique suivante (tableau III.1)

éléments	% atomique	éléments	% atomique	éléments	% atomique
Fe	97.04	C	0.267	MN	0.724
Mo	0.189	S	< 0.001	Si	0.259
Cr	1.013	Cu	0.216	Ni	0.159
V	0.0060	P	0.004	w	0.010
Co	0.022	Ti	0.0022	Sn	0.022
Al	0.0077	Nb	0.007	Pb	< 0.00011
AS	0.0403	B	0.0003	Zn	< 0.005

Tableau III.1: Composition chimique de l'acier 25CD4.

Par la suite, on a fait subir à notre matériau une trempe à l'huile à 850°C suivie d'un revenu à 550°C pendant 2 heures. L'acier présente les caractéristiques suivantes (tableau III-2)

E Kgf / mm ²	R Kgf / mm ²	A %	K
90	105	10	5
	130		

Tableau III.2: Caractéristiques mécaniques de l'acier 25CD4 après trempe à 850°C et revenu à 550°C.

L'analyse métallographique de cet acier est illustrée sur la figure III.2. Nous remarquons la structure typique de trempe et revenu, elle est aciculaire et fait rappeler les aiguilles de la phase martensitique. On constate aussi les fins grains d'austénite.

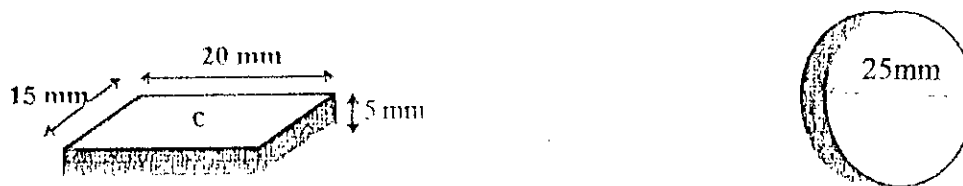


Figure III.1: Formes des échantillons

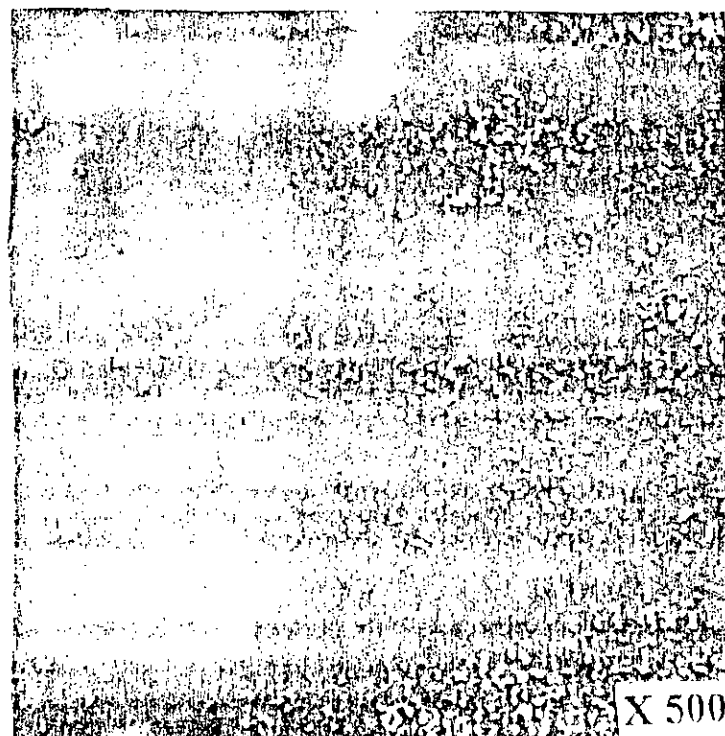


Figure III.2: Microstructure du substrat après traitement thermique

III.1.2 Le revêtement

Comme matériau de dépôt, nous avons choisi le molybdène pour son utilisation par des entreprises algériennes sur des pièces travaillant en frottement et usure.

L'analyse des fils de Mo (avant dépôt) par la méthode de fluorescence X a donné la composition chimique suivante (tableau III.3):

Eléments	% massique	Indice d'erreur
Mo	98.84	0.06
Si	0.19	0.01
K	0.124	0.01
Ca	0.35	0.02
Ti	0.014	0.001
Cr	0.031	0.004
Fe	0.057	0.007
Ge	0.005	0.002
Nb	0.036	0.014
Mg	0.1	0.02
Au	0.008	0.004
Hg	0.21	0.01

Tableau III.3: Composition chimique du fil de Molybdène.

III.2 Mise en œuvre de la projection thermique

Avant de procéder à la projection thermique du Molybdène sur le substrat, celui-ci doit être préparé avec beaucoup de précaution car c'est une étape déterminante quant à la qualité de l'adhérence du dépôt.

III.2.1 Préparation des échantillons

Après avoir découpé et traité les échantillons, ces derniers sont polis jusqu'au papier 1000 puis on leur a fait subir une rugosification en utilisant le grenailage afin d'augmenter l'aire de contact et augmenter ainsi l'adhérence. Ensuite, les échantillons sont nettoyés par une solution de trichlorohéthylène pour éliminer les impuretés (huiles et graisses) se trouvant en surface susceptibles de modifier la qualité du dépôt.

III.3.2 Conditions de projection

Nous avons utilisé les conditions de projection regroupées dans le tableau III.4

Pression d'oxygène	1,6 bar
Pression acétylène	1 bar
Pression de l'air comprimé	4 bars
Vitesse du fil métallique	0.064 m/s

Tableau III.4 : Conditions de projection

Au cours du dépôt, quatre passes correspondent à $2/10^{\text{ème}}$ de mm d'épaisseur. La distance entre le pistolet et l'échantillon est de 15 cm.

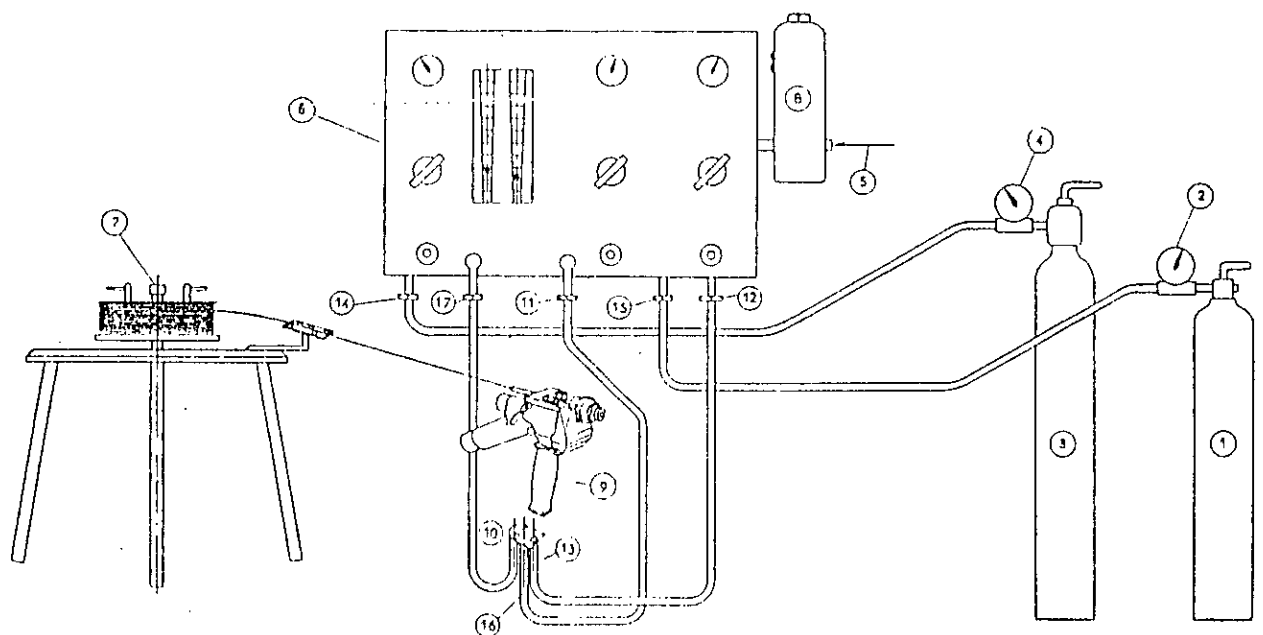
III.3.2 Métallisation

La plupart des dépôts métalliques sont réalisés après la projection d'une couche d'accrochage, nécessaire pour une bonne adhérence. Par contre le molybdène on le dépose sans avoir recours à cette couche car l'expérience a prouvé que le molybdène est un élément très adhérent sur les aciers [36,42].

Le schéma de principe de la projection thermique du molybdène représenté par la figure III.3, montre un chalumeau oxy-acétylénique combiné avec une buse électrique amenant l'air comprimé nécessaire à la pulvérisation, constitue l'organe de fusion et de projection du

métal. Au chalumeau est associé un triple robinet qui l'alimente en gaz carburant et combustible et en air de projection. Un bloc mécanisme assure l'entraînement du fil, serré entre deux molettes. Un moteur le plus souvent à air, quelques fois électrique, entraîne le mécanisme.

Le pistolet ainsi défini est relié à un appareillage de mesure et de contrôle des pressions et débits de gaz rassemblé sur un tableau. A ce tableau arrivent ordinairement l'air épuré et les gaz déjà détendus en un premier stade à la sortie des bouteilles.



- | | |
|---|--|
| 1. Bouteille d'acétylène ou propane | 6. Tableau de réglage. |
| 2. Monodétendeur d'acétylène ou propane | 7. Tourniquet support de fil et son redresseur |
| 3. Bouteille d'oxygène | 8. Epurateur d'air |
| 4. Monodétendeur d'oxygène | 9. Pistolet métalliseur |
| 5. Arrivée d'air venant du compresseur | |

Figure III.3: Schéma de principe du dispositif de projection.

III.4 Morphologie et caractérisation du dépôt

L'examen des coupes perpendiculaires à la surface du dépôt, met en évidence la structure lamellaire classique de ce dernier (figure III.4)

On note la bonne adhérence du molybdène sur l'acier. En effet, la figure III.5, montre que l'interface Mo/25CD4 est exempte de défauts macroscopiques (décohésion interfaciale) à l'exception de quelques porosités qui ne peuvent être décelées qu'à fort grossissement.

La diffraction X de la surface des revêtements, révèle outre le molybdène la présence du dioxyde de molybdène (MoO_2) dans le dépôt (figure III.6). Ces résultats concordent bien avec la bibliographie [36] concernant la bonne adhérence du molybdène sur l'acier. Les mêmes observations ont été relevées par Ajrhourh [37] qui a réalisé un dépôt de Molybdène sur le graphite.

En revanche, le dioxyde MoO_2 demeure autour des particules du molybdène (figure III.7) comme l'indique l'analyse aux rayons X (figure III.6) où l'on constate les pics caractéristiques du MoO_2 ainsi que le pique du molybdène.

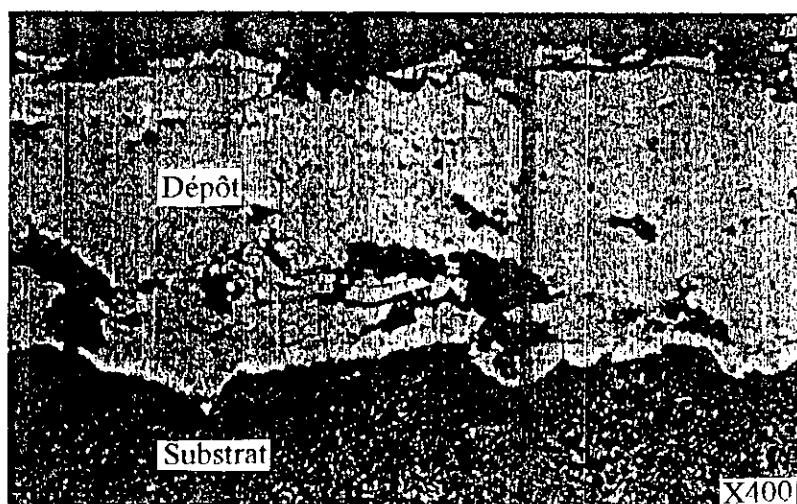


Figure III.4: Dépôt de Molybdène sur l'acier 25CD4

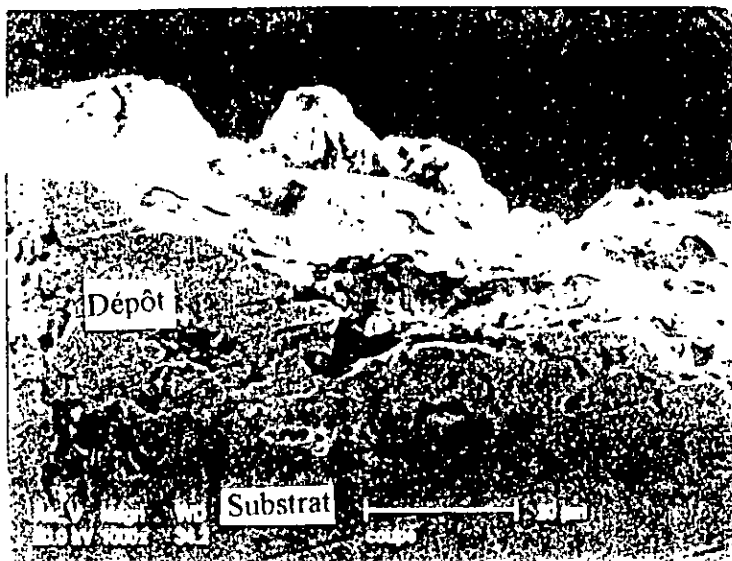


Figure III.5: Micrographie électronique de l'interface Mo/25CD4.

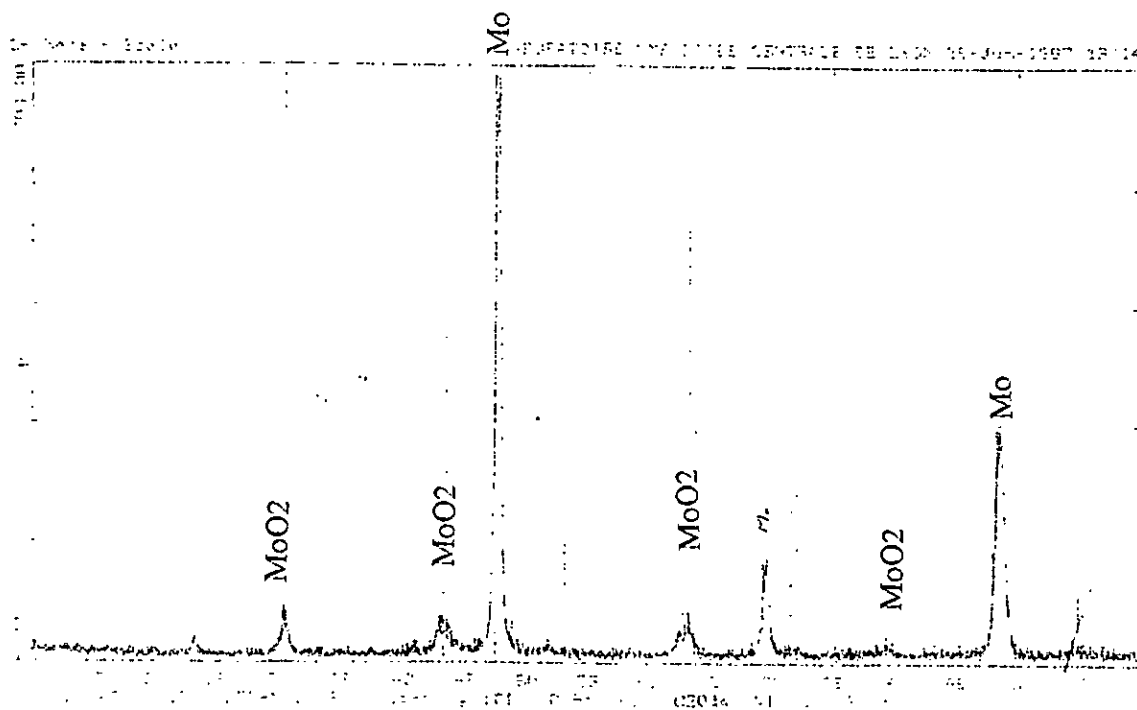


Figure III.6: Spectre de diffraction X d'un dépôt de Molybdène

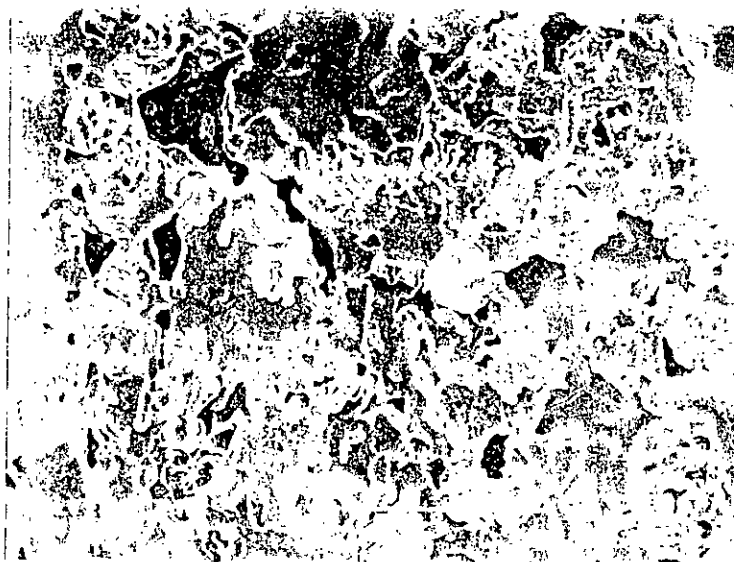


Figure III.7: Micrographie électronique de la morphologie du revêtement de Molybdène

III.5 Tests d'arrachement

Pour caractériser la qualité de l'accrochage du Mo sur l'acier 25CD4, nous avons utilisé un essai consistant à effectuer une séparation revêtement/métal de base par arrachement du dépôt perpendiculairement au substrat (figure III.8).

La technique consiste à coller les deux surfaces par une résine synthétique à prise rapide (tree bond). L'équipement est un appareil de traction. L'observation de la localisation de la rupture (à l'interface revêtement/substrat) fournit une indication sur le degré d'adhérence du dépôt sur le métal de base.

L'essai nous permet également d'estimer la contrainte de rupture nécessaire pour l'arrachement du dépôt. Cette contrainte est calculée à partir du rapport de la force appliquée par unité de surface décollée $\sigma = F / S$. Afin d'avoir une valeur plus crédible, on a calculé la moyenne des contraintes après plusieurs essais sur différents échantillons. $\sigma = 0.72 \text{ daN/mm}^2$. Les échantillons utilisés sont de forme d'un disque de 25 mm de diamètre et d'épaisseur $e=5\text{mm}$ (figure III.1.a).

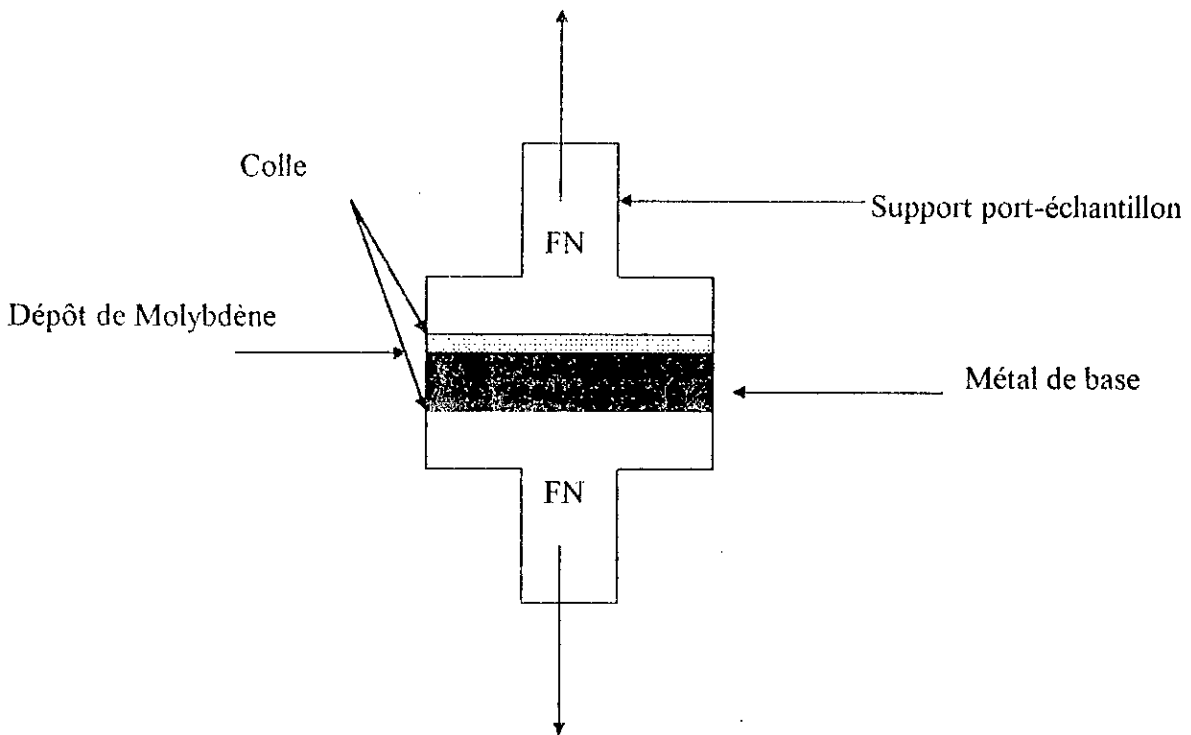


Figure III.8: Représentation schématique du test d'arrachement

III.6 Caractérisation tribologique

Avant d'effectuer les essais tribologiques, les échantillons ont été rectifiés afin d'avoir leurs surfaces parfaitement planes et répondre aux exigences du tribomètre.

II.6.1 Dispositif expérimental

Le tribomètre d'essai est de type bille/plan (figure III.9), assisté par un ordinateur qui collecte les impulsions (transmises par des détecteurs) et les transforme sous forme de graphe. On enregistre en plus de la variation du coefficient de frottement, la dérivée de la force normale instantanée par rapport à la force tangentielle. L'usure se traduit par des émissions sonores acoustiques et des fluctuations dans les courbes représentant la force tangentielle.

Le coefficient de frottement μ est le rapport de la force tangentielle instantanée à la force normale initiale.

L'appareil est recouvert d'une enceinte parfaitement fermée qui permet des essais sous atmosphère contrôlée.

Le couple de frottement soumis aux tests est constitué d'une bille (fixe) en acier 100C6 de dureté moyenne (65HRC) et de 10 mm de diamètre et des échantillons en acier 25CD4 de forme parallélépipédique (de dimension 15x10x5) revêtus d'une couche de Molybdène (figure III.1.b).

La pression exercée par la bille est de 20 à 40 N. Le débattement est de 4 mm de part et d'autre de l'antagoniste et le nombre de cycle a été fixé à 1000.

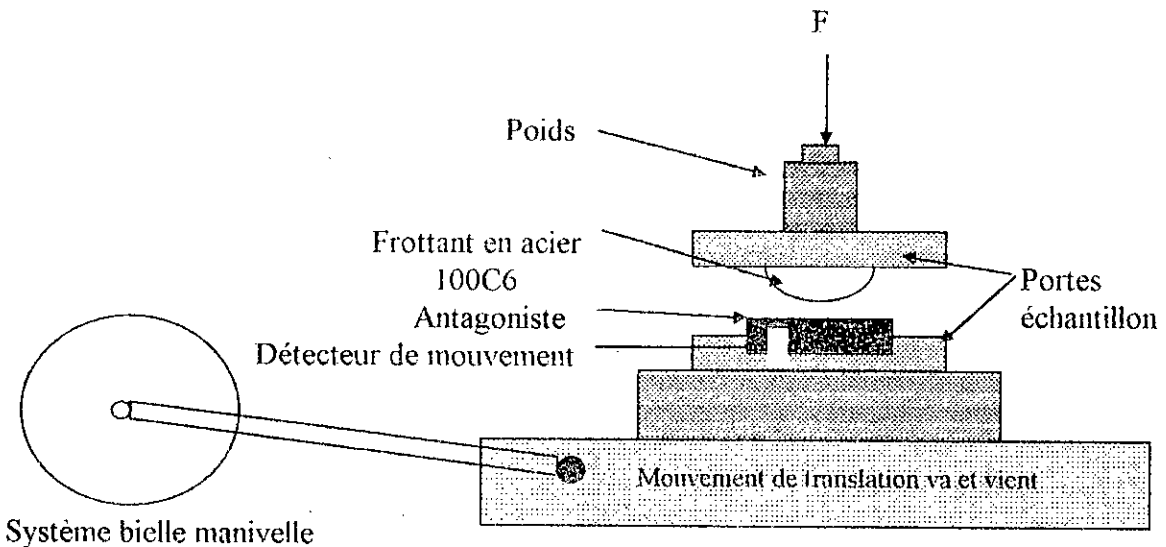


Figure III.9: Schéma du tribomètre bille / plan

II.6.2 Conditions de l'essai

Les essais tribologiques ont été réalisés à des vitesses de 20, 40, et 60 tours/s sous deux charges différentes ($F_{n1} = 20 \text{ N}$ et $F_{n2} = 40 \text{ N}$) à sec et avec lubrification. Le temps de frottement varie de 30 mn à 1 heure selon les vitesses.

Avant les tests de frottement, nous avons mesuré la rugosité moyenne de toutes les éprouvettes grâce à un rugosimètre mécanique à palpeur type pethen C5D.

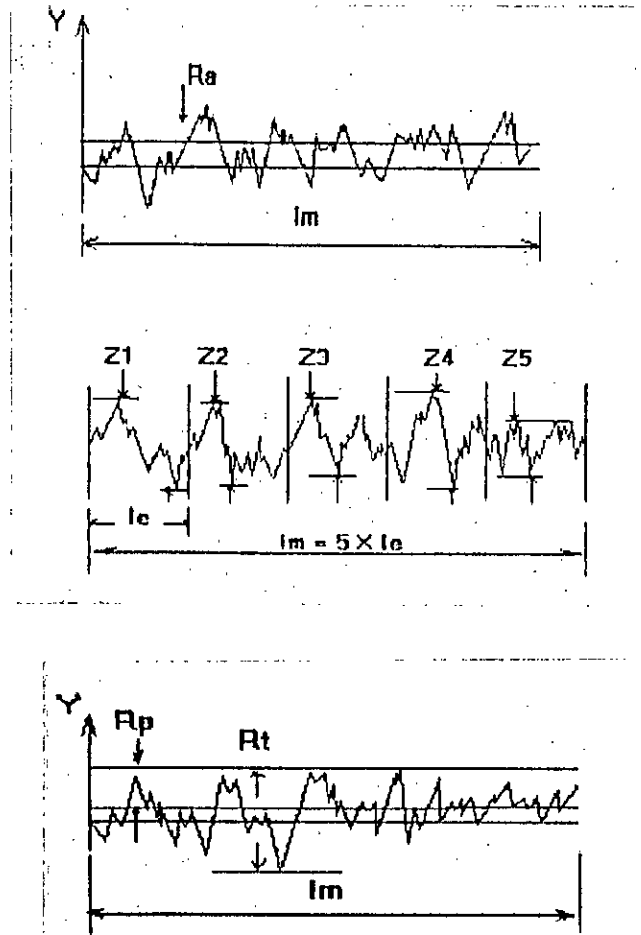
- La rugosité moyenne R_a est la moyenne arithmétique de tous les écarts du profil de rugosité par rapport à la ligne moyenne

$$(1/l_m) \int |y| dx. \quad (5)$$

- La rugosité maximale R_{max} : c'est la plus forte des rugosités Z détectées sur les 5 longueurs partielles d'évaluation l_e de la longueur totale l_m .

$$R_{max} = Z_u \quad (6)$$

- La capacité d'aplanissement R_p (M): c'est l'écart vertical entre le point le plus haut et la ligne moyenne du profil de rugosité R sur la longueur totale d'évaluation.



La valeur de la rugosité moyenne R_a varie de 4.6 à 7.6 pour les échantillons avec dépôt et de 0.1 à 0.2, pour ceux qui sont sans dépôt

III.6.3 Evolution générale du coefficient de frottement

L'évolution du coefficient de frottement enregistré lors des essais, présente une instabilité durant toutes les expériences (figure III.10) et elle est pratiquement la même pour tous les échantillons.

Selon la figure III.10 qui représente l'évolution générale du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue, l'allure de la courbe présente 3 périodes. On observe tout d'abord une courte période (A-B) où le coefficient de frottement croît rapidement, ce qui correspond à un frottement entre les pics (aspérités) des deux antagonistes et à leur accommodation. Cette période est également appelée par les tribologues période de rodage.

Ensuite, vient la deuxième période (B-C) dans laquelle le coefficient de frottement se stabilise vers une valeur constante, ceci est lié à l'établissement du troisième corps formé à partir des particules qui se détachent de l'un ou des deux antagonistes. La troisième période est caractérisée par la présence d'instabilités transitoires (point C, D et E) dont la fréquence dépend de la nature de l'échantillon. Ces instabilités sont en relation avec le maintien ou l'éjection des débris dans le contact.

Ainsi, les échantillons ayant une faible fréquence de pics, présentent une résistance à l'usure élevée, c'est le cas où ces débris restent emprisonnés dans le contact (création du troisième corps).

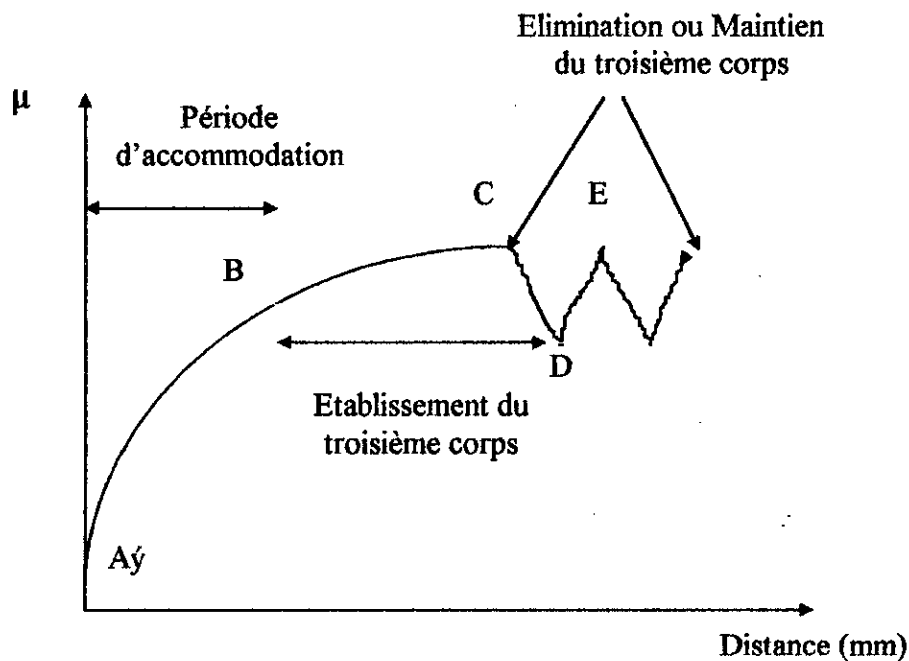


Figure III.10 : Evolution générale du coefficient de frottement en fonction de la distance

III.5.3.a Evolution du coefficient de frottement pour $F_n = 20\text{ N}$

Dans le cas où la vitesse $v=20\text{tr/mn}$, la courbe de la figure III.11, montre la présence d'un large domaine au début de l'essai jusqu'à environ 300 cycles où le coefficient de frottement est instable, ce qui caractérise la période du rodage jusqu'à ce que μ atteigne la valeur de 0.5. A ce stade, commence une deuxième période où le coefficient de frottement reste stable jusqu'à 800 cycles. Après, on a une dernière période pour laquelle μ a une valeur moyenne de 0.53. Ce cas correspond à l'éjection des débris d'usure hors du contact.

A la vitesse $v = 40\text{ tr/mn}$, la courbe de la figure III.12, comporte un premier domaine plus court par rapport au précédent ($v = 20\text{ tr/min}$) où le coefficient de frottement présente des instabilités transitoires. A partir de 100 cycles, μ commence à se stabiliser vers une valeur de 0.55 jusqu'à 700 cycles, ensuite nous avons la troisième période où μ atteint la valeur de 0.63.

Pour $v = 60\text{ tr/mn}$, la figure III.13 présente également trois domaines avec une première période qui s'étend jusqu'à 50 cycles. Dans la deuxième étape (450 cycles) le coefficient de frottement est égale à 0.6 puis s'élève jusqu'à atteindre une valeur comprise entre 0.61 et 0.7. Pour la même force normale $F_n = 20\text{ daN}$ et pour les différentes vitesses, la courbe est toujours composée de trois parties dont la première se rétrécit avec l'augmentation de la vitesse. Cela est dû aux faibles vitesses pour lesquelles les aspérités des deux antagonistes demandent beaucoup plus de temps pour s'accommoder entre elles, ce qui fait que le domaine soit plus large.

On remarque également que le coefficient de frottement augmente avec la vitesse (figure III.14).

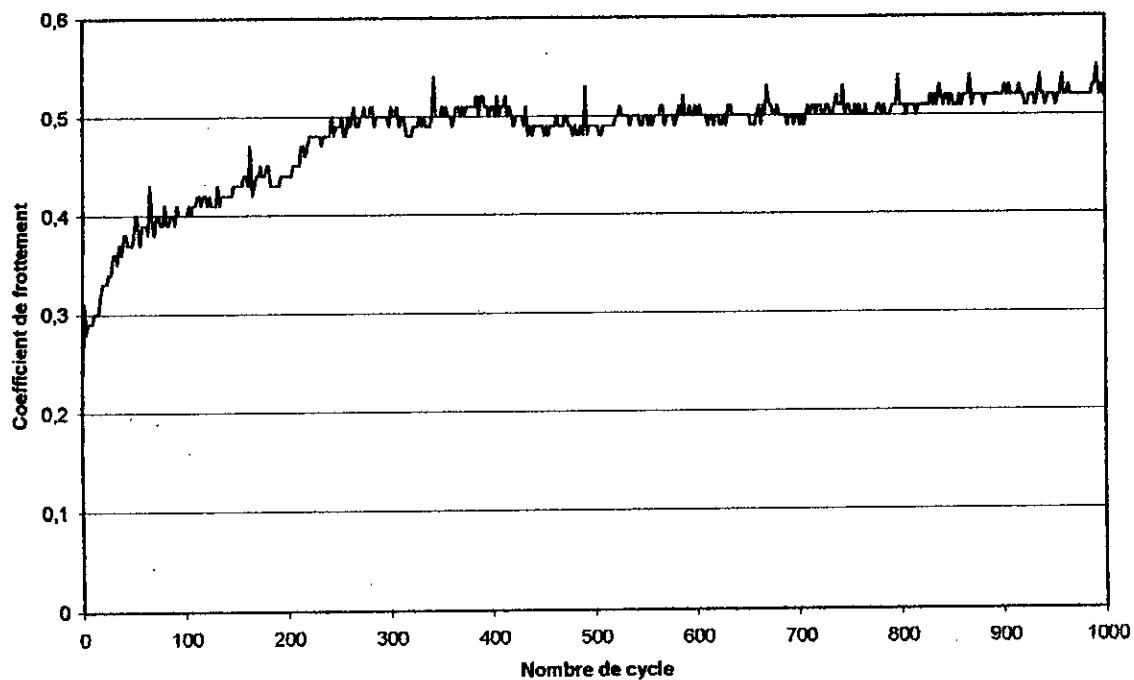


Figure III.11: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 20$ tr/mn et pour $F_n = 20$ N

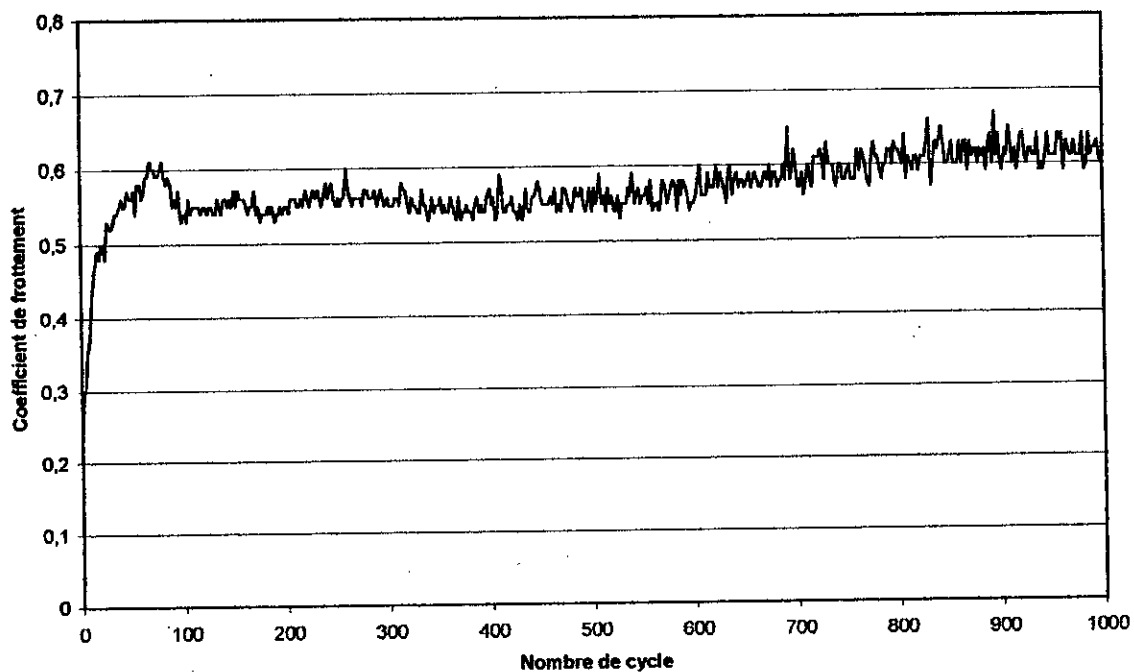


Figure III.12: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 40$ tr/mn et pour $F_n = 20$ N

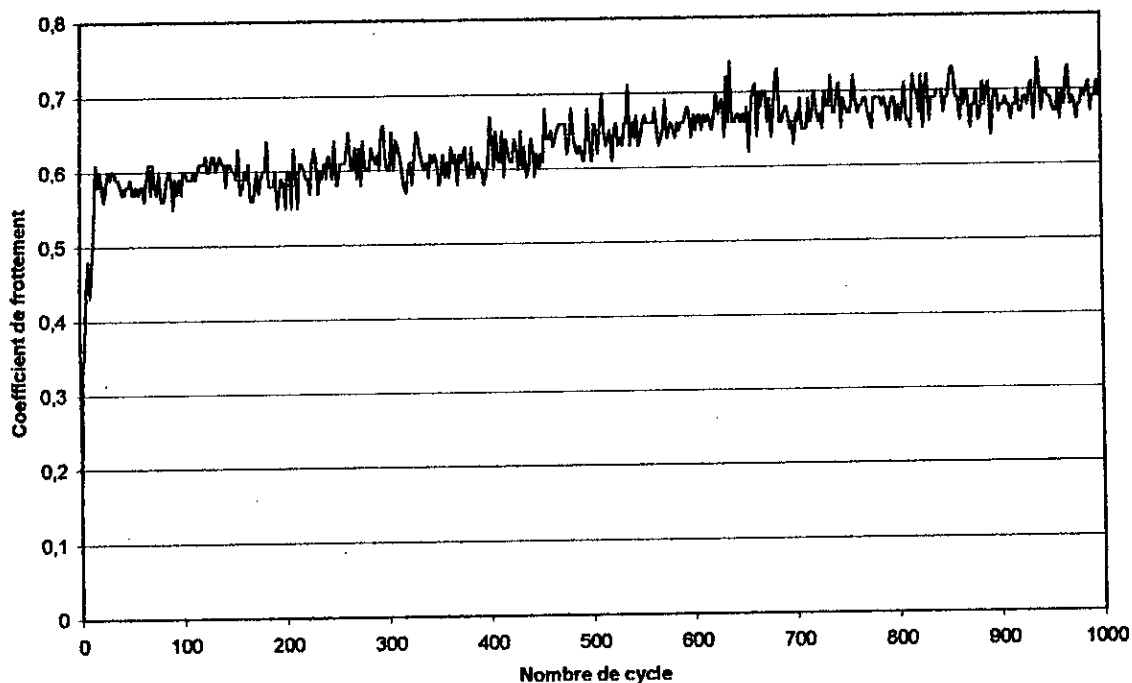


Figure III.13: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre cycle à $V = 60$ tr/mn et pour $F_n = 20$ N

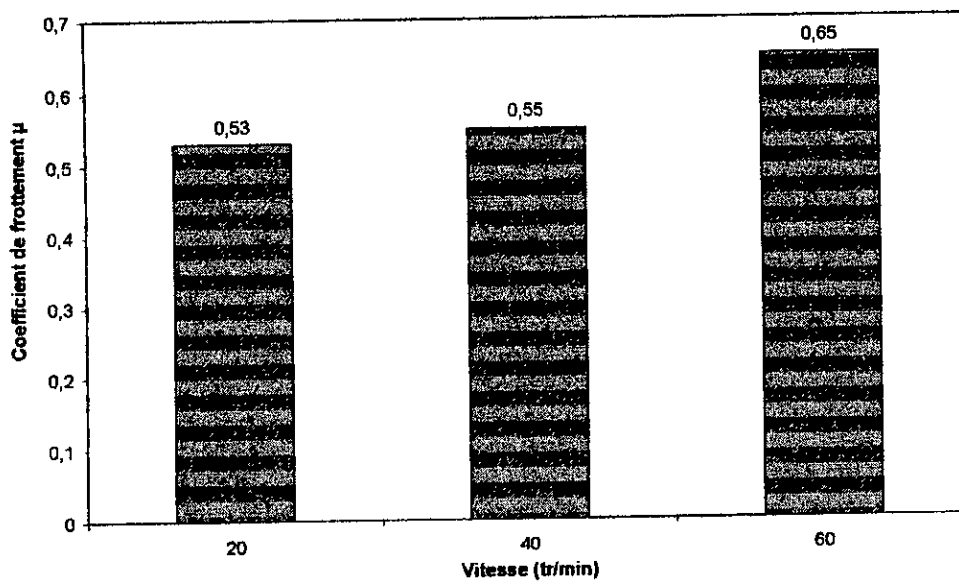


Figure III.14: Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour $F_n = 20$

III.5.3.b Evolution du coefficient de frottement pour $F_n = 40\text{ N}$

Nous avons refait les mêmes essais aux mêmes vitesses 20, 40, et 60 tr/mn mais à une charge normale $F_n = 40\text{ N}$ afin de voir l'influence de la charge sur le coefficient de frottement.

La figure III.15, montre que si la vitesse $v = 20\text{ tr/mn}$, la courbe présente un premier domaine jusqu'à 250 cycles où le coefficient de frottement atteint une valeur moyenne égale à 0.53. Le deuxième domaine s'étend jusqu'à 600 cycles pour lequel le coefficient de frottement atteint une valeur de 0.56. Ensuite, à partir de la troisième période, μ augmente jusqu'à une valeur maximum de 0.64.

A la vitesse $v = 40\text{ tr/mn}$, la courbe de la figure III.16, présente un rétrécissement de la première période et μ atteint une valeur de 0.6 pendant la deuxième étape. A partir de 400 cycles, le coefficient de frottement commence à augmenter jusqu'à une valeur maximale égale à 0.68.

Dans le cas où $v = 60\text{ tr/mn}$, la figure III.17, présente une première période encore plus courte jusqu'à 50 cycles où commence la deuxième période au cours de laquelle μ est compris entre 0.63 et 0.7. A partir de 550 cycles, on entame la dernière période où le coefficient de frottement atteint une valeur égale à 0.72.

Dans ces conditions aussi, on note l'existence des trois domaines et l'influence de la vitesse et de la charge (figure III.18). Pour une charge plus grande ($F_n = 40\text{ N}$), le coefficient de frottement augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 0.72.

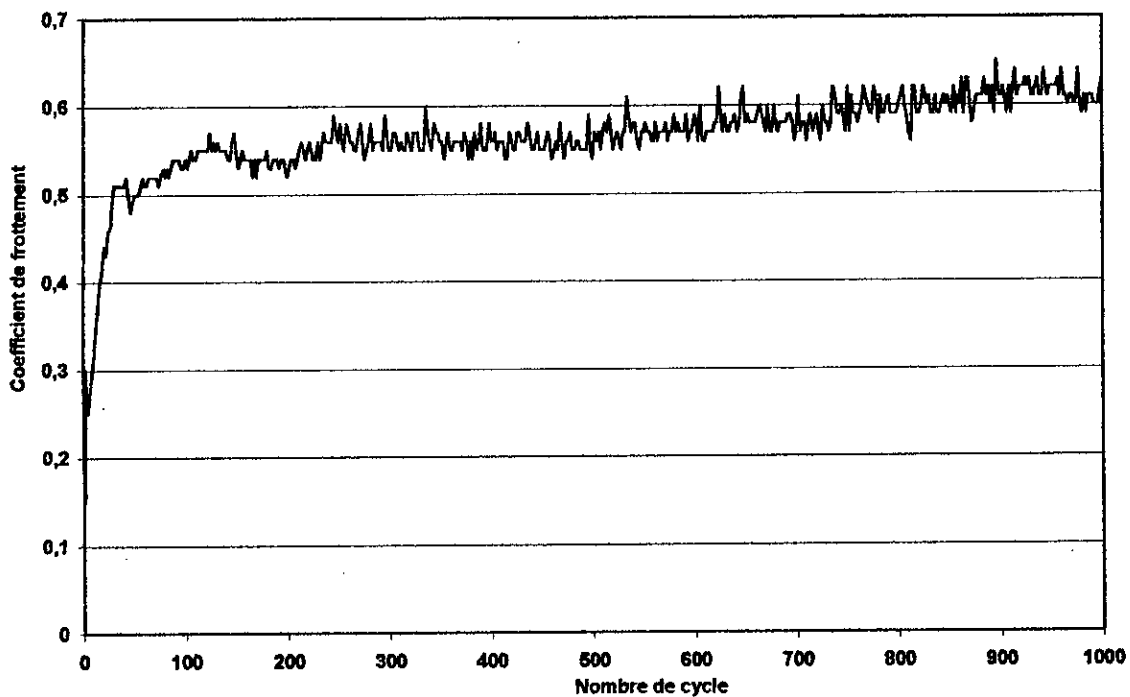


Figure III.15: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 20$ tr/mn et pour $F_n = 40$ N

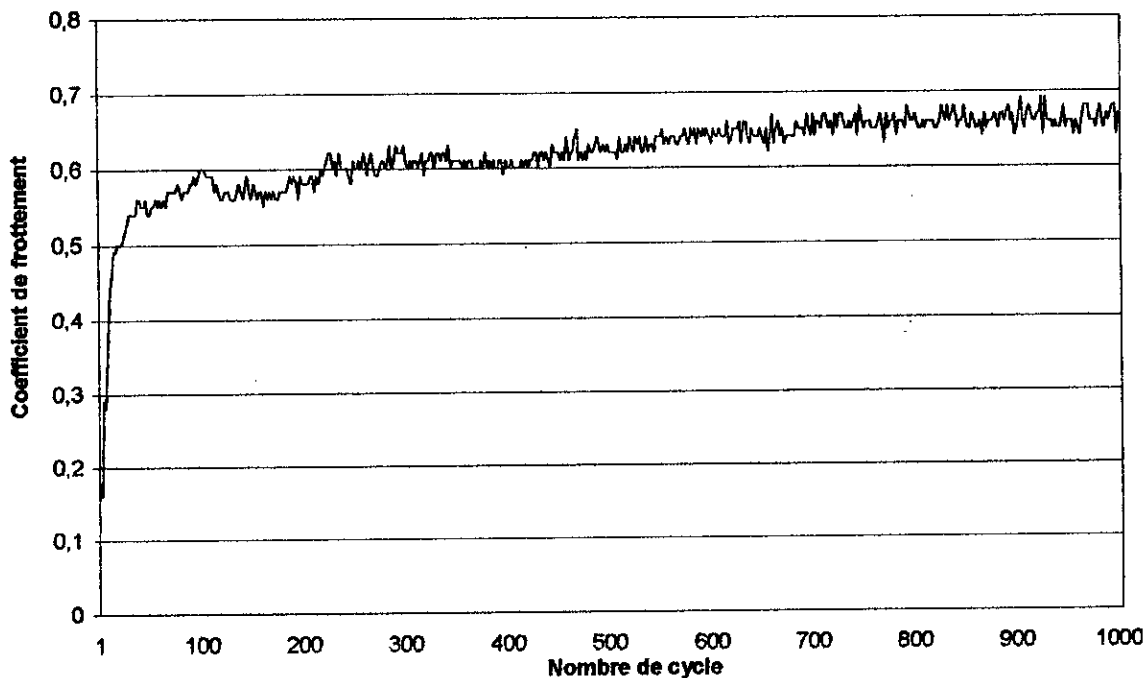


Figure III.16: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 40$ tr/mn et pour $F_n = 40$ N.

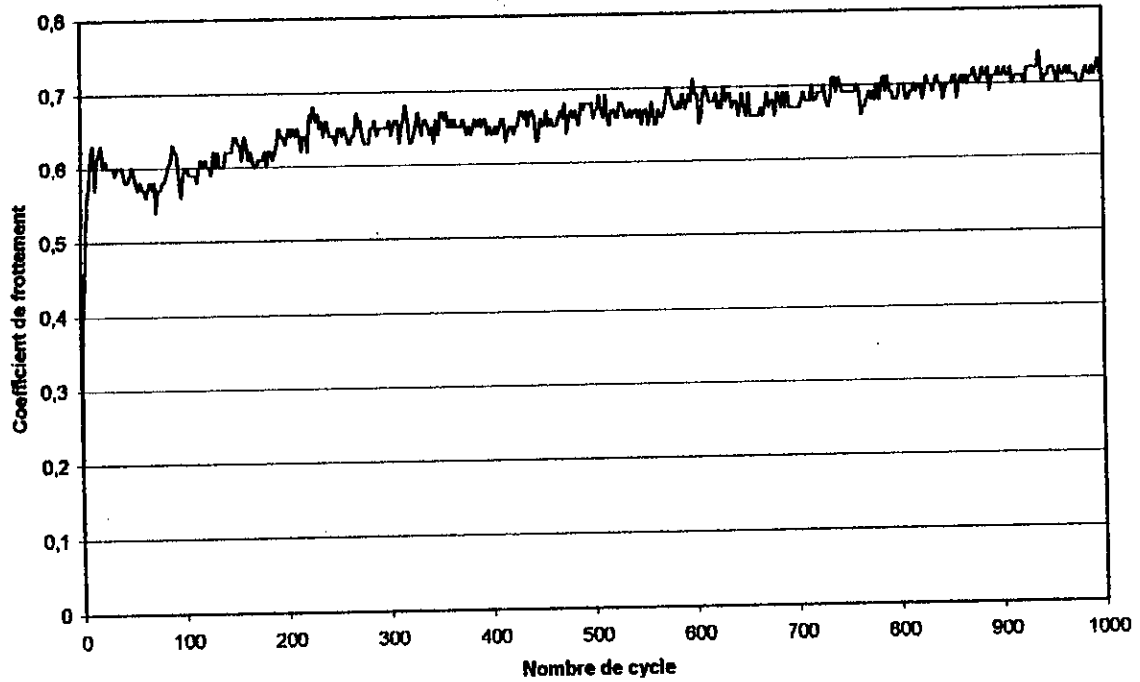


Figure III.17: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $V = 60$ tr/mn et pour $F_n = 40$ N.

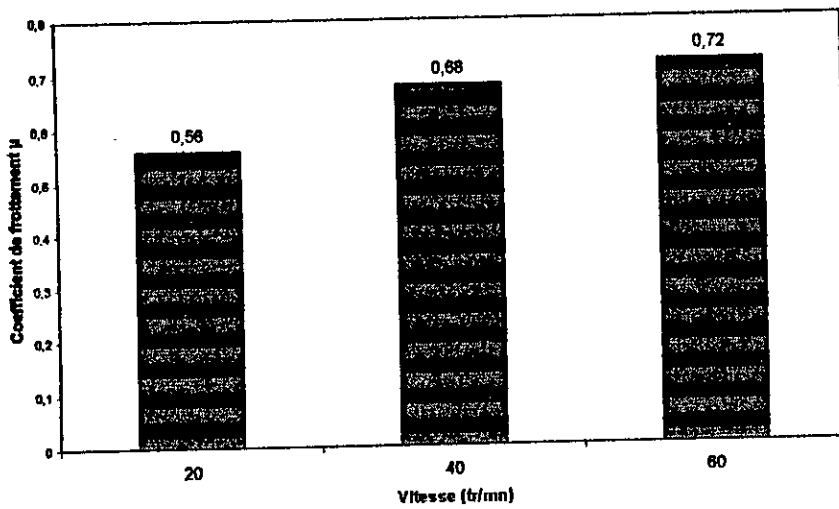


Figure III.18: Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour $F_n = 40$ N

III.5.3.C Influence de la lubrification sur le coefficient de frottement

Le rôle principale de la lubrification est de réduire le coefficient de frottement. Dans notre cas, nous avons opté pour l'huile d'indice 40 qu'on utilise habituellement dans les moteurs d'automobiles qu'on a déposée sur les échantillons pendant les essais à l'aide d'une burette.

Les graphes obtenus sont illustrés par les figures III.19, 20 et 21.

On remarque dans la figure III.22 que le coefficient de frottement diminue ($\mu = 0.15$) avec l'augmentation de la vitesse car le lubrifiant facilite le déplacement entre les aspérités des deux antagonistes.

Enfin, on constate une faible empreinte sur les billes et que la trace d'usure sur le molybdène est très légère (figure III.27).

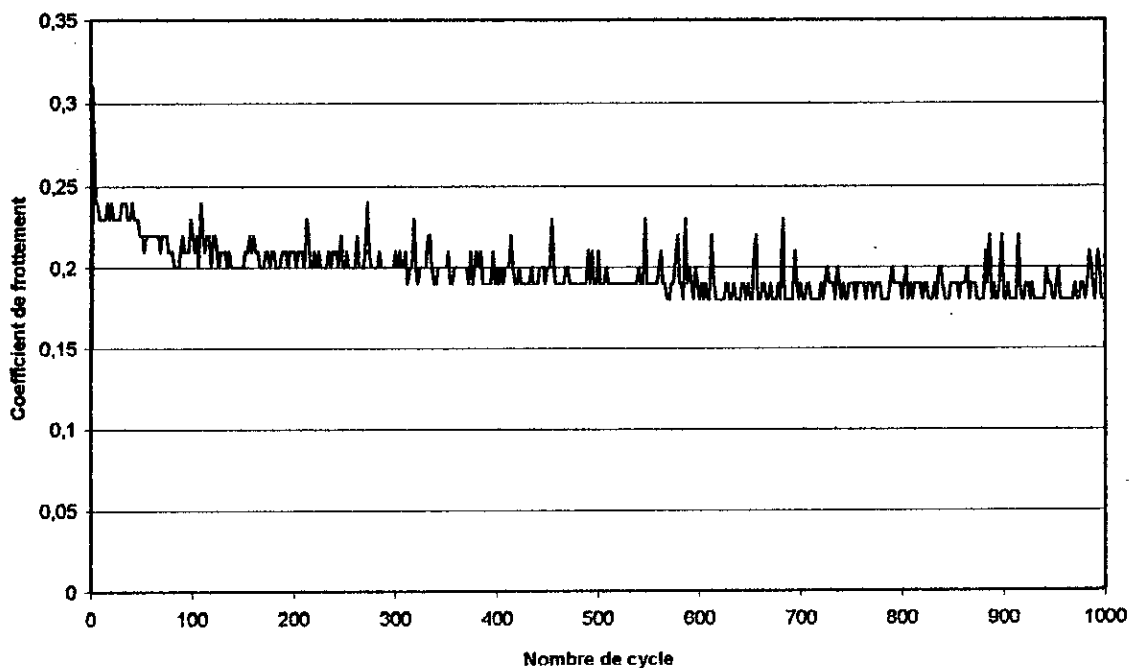


Figure III.19: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $v = 40$ tr/mn pour $F_n = 20$ N (avec lubrification).

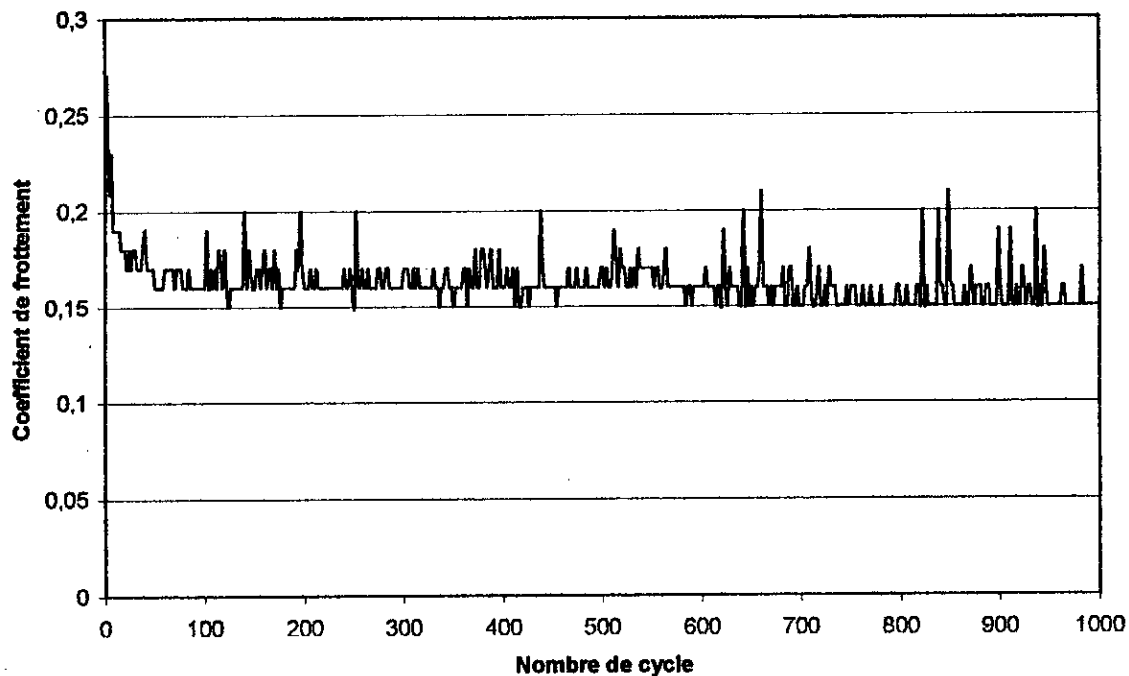


Figure III.20: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $v = 40$ tr/mn pour $F_n = 20$ N (avec lubrification).

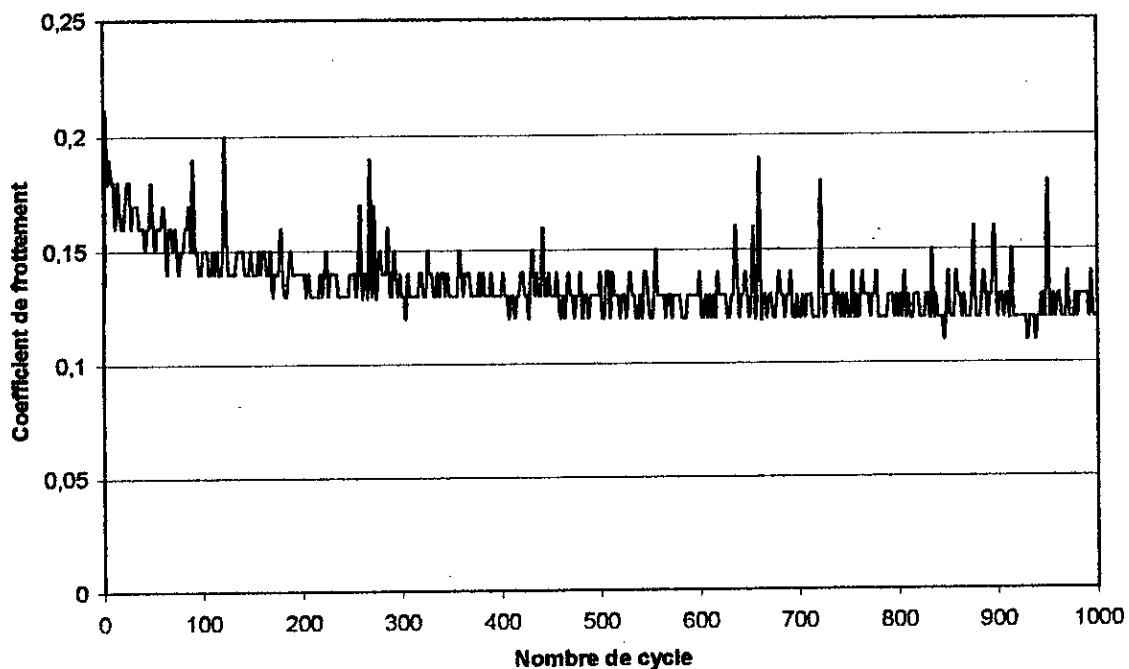


Figure III.21: Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle à $v = 60$ tr/mn pour $F_n = 20$ N (avec lubrification).

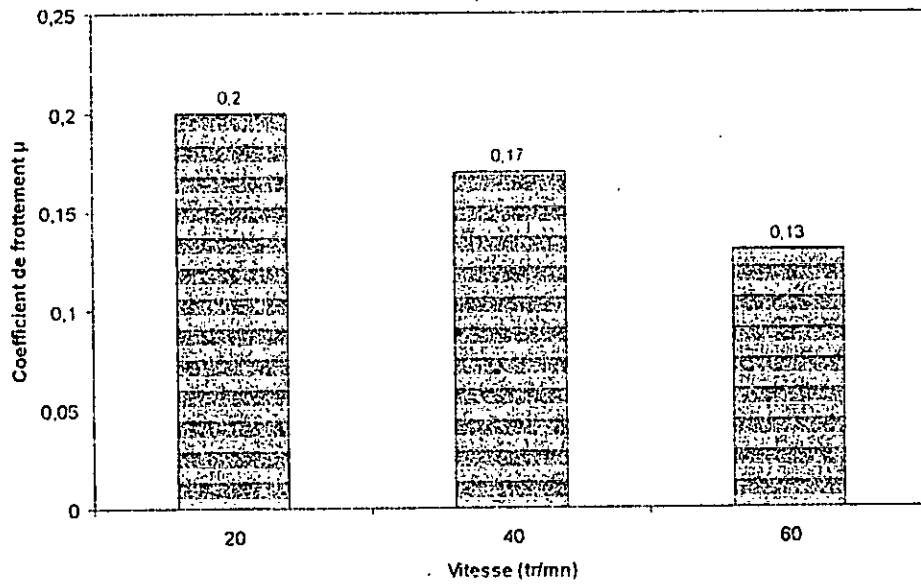


Figure III.22: Evolution du coefficient de frottement en fonction de la vitesse pour $F_n = 20$ N (avec lubrification)

III.6 Caractérisation de la trace d'usure

Afin de faire une meilleure interprétation des courbes de frottement, nous avons caractérisé les traces d'usure par observation au microscope optique. Pour les microstructures fines, les analyses physico-chimiques semi-quantitatives des différentes zones apparues sur les échantillons testés sont faites grâce au microscope électronique à balayage (M.E.B) couplé à un analyseur.

III.6.1 Analyse métallographique

La photo de la figure III.23, montre que la trace d'usure (cas des échantillons ayant subis les tests de frottement sans lubrification) se présente sous forme de plaquettes striées parallèlement au sens de frottement avec la présence de débris qui recouvrent l'empreinte de frottement.

Les débris restent piégés dans le contact en adhérant à la surface du bimatérial. Ainsi, on aura une meilleure protection contre l'usure, sachant qu'il n'y aura plus de frottement entre la bille et le dépôt mais entre la bille et les débris (3ème corps).

A fort grossissement, la trace apparaît constituée de deux zones dont l'une de couleur sombre striée qui se trouve au centre du contact. Cette zone représente les débris emprisonnés dans le contact. La deuxième zone qui se situe à l'extrémité de l'empreinte de couleur claire représente les débris éjectés hors de contact (figure III.24).

Par contre, pour les échantillons traités avec lubrification, la figure III.25 montre que la trace est presque inexistante à part quelques rayures qui se trouvent aux sommets des aspérités du dépôt. Dans ce cas, l'huile joue le rôle de troisième corps séparant les deux antagonistes.

Une observation en Microscope Electronique à Balayage et en électrons rétrodiffusés (figure III.26) montre la surface du dépôt avant le test de frottement. Celle-ci apparaît sous forme de gouttelettes étalées et soudées entre elles, par contre après le test, on note la présence de creux qui représentent probablement les débris emprisonnés dans le contact. On

relève aussi une deuxième région plus élevée que la première et qui représente les débris éjectés hors de contact. Nous avons donc une abrasion en surface (figure III.27).

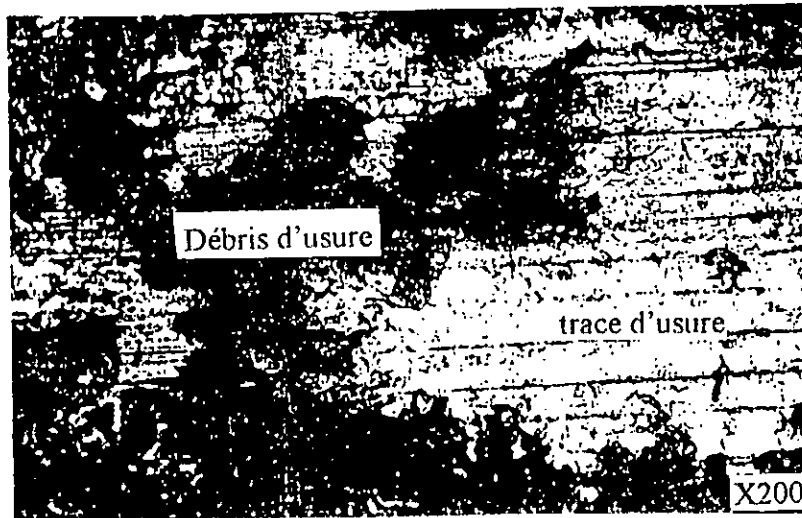


Figure III.23: Trace d'usure après le test de frottement sans lubrification.

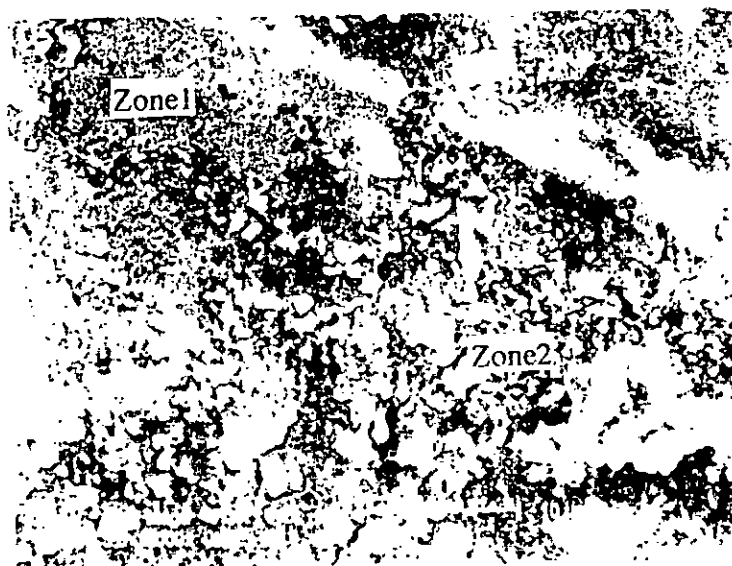


Figure III.24: Observation au M.E.B des différentes zones de la trace d'usure.



Figure III.25: Trace d'usure après frottement du dépôt avec lubrification.

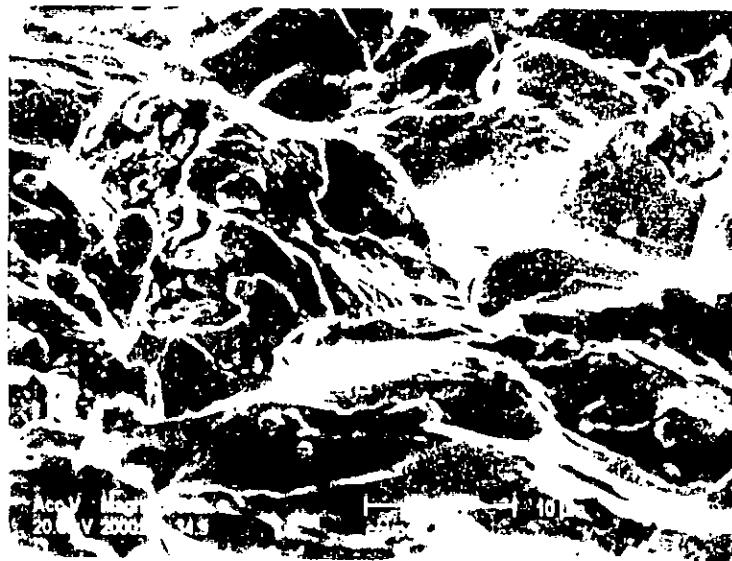


Figure III.26: Observation en électrons rétrodiffusés de la surface du dépôt de molybdène avant les tests de frottement



Figure III.27: Observation en électrons rétrodiffusés de la surface du dépôt de molybdène après les tests de frottement

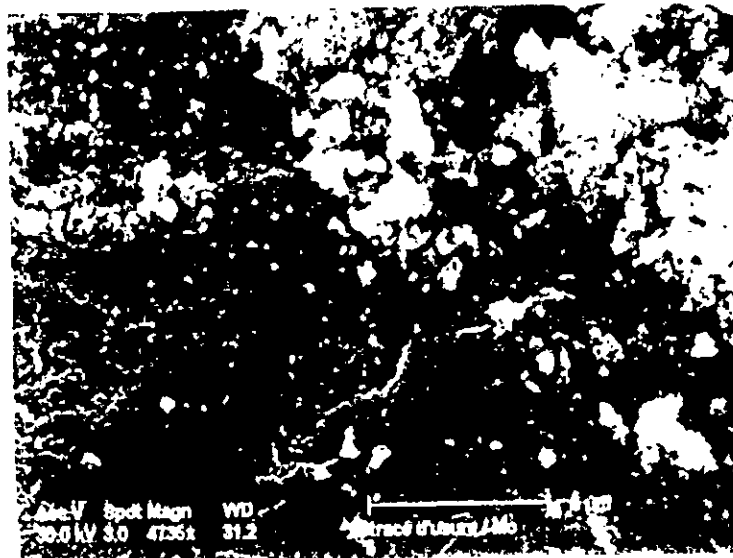


Figure III.28: Micrographie électronique d'une fissure sur le troisième corps

III.6.2 Nature du troisième corps

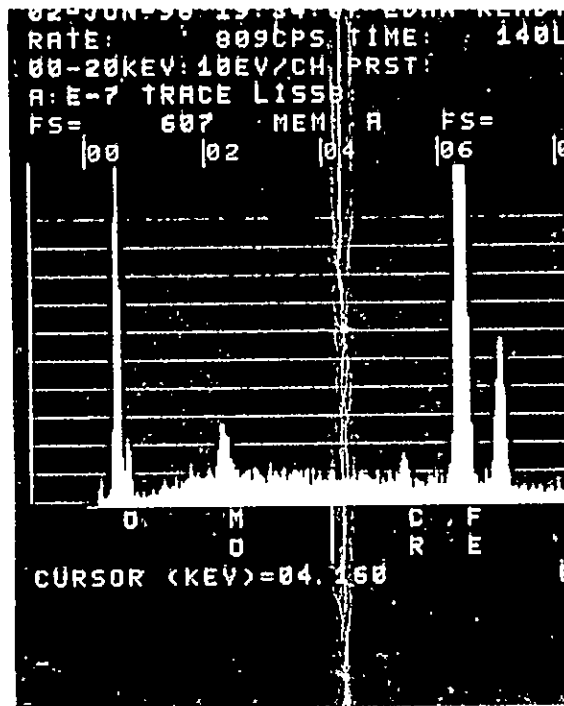
Nous avons montré que les troisièmes corps se forment à l'interface à partir des débris piégés dans le contact. Ces derniers s'oxydent rapidement sous l'effet de l'accroissement de la température et la réactivité avec le milieu ambiant.

Pour une meilleure compréhension du processus, nous avons procédé à une analyse par E.D.A.X. Cette méthode est extrêmement sensible, la surface analysée est de l'ordre de $1\mu\text{m}^2$ et la profondeur de quelques microns.

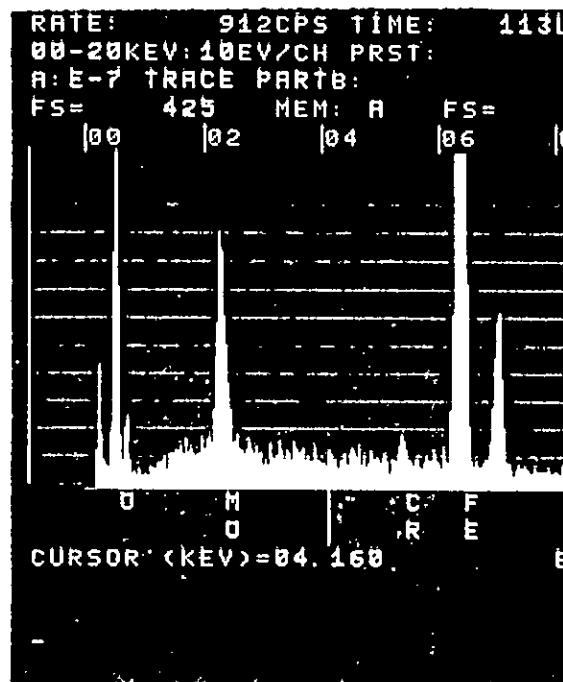
Le spectre de la figure III.29 caractérisant respectivement la zone lisse (figure III.29.a) et la zone rugueuse (figure III.29.b), montre la présence d'une grande concentration en Fe qui provient sans doute du frottant 100C6. On a également la présence d'une petite concentration de molybdène provenant du dépôt, une proportion plus élevée d'oxygène ainsi qu'une très faible quantité de Cr déposé sans doute à partir de la bille en acier.

L'analyse de la deuxième zone qui représente la partie rugueuse de la trace (débris éjectés hors du contact) montre la présence des mêmes éléments trouvés dans la première zone avec une concentration atomique en Molybdène plus élevée (figure III.29.b). L'analyse en profondeur loin de la trace a décelé quelques traces du Fer (figure III.30, point D) qui a pu diffuser à travers les fissures du dépôt. Cette dernière a montré aussi la présence de quelques impuretés du silicium, du carbone et de l'or.

La présence de l'oxygène et du fer sur la trace peut éventuellement former un oxyde de Fer capable de diminuer le coefficient de frottement. La présence du fer nous permet de confirmer le transfert de matière de la bille vers le dépôt.



(a)



(b)

Figure III.29: Analyse par E.DA.X de la trace d'usure, a: zone lisse, b: zone rugueuse.

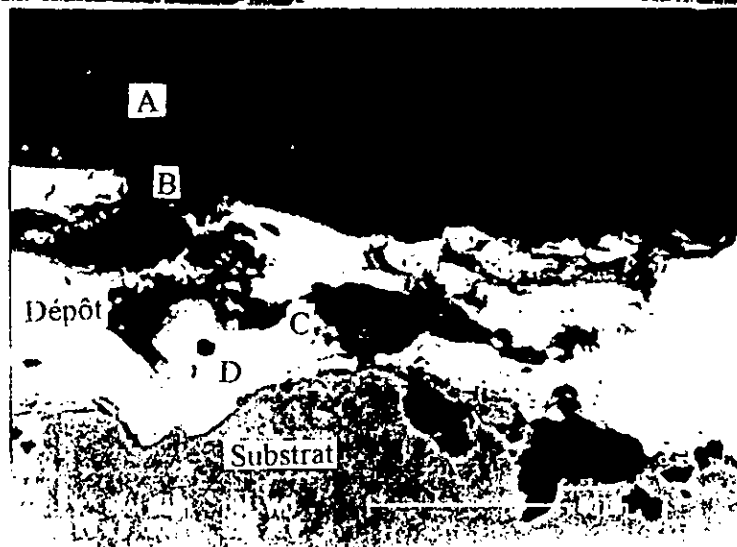
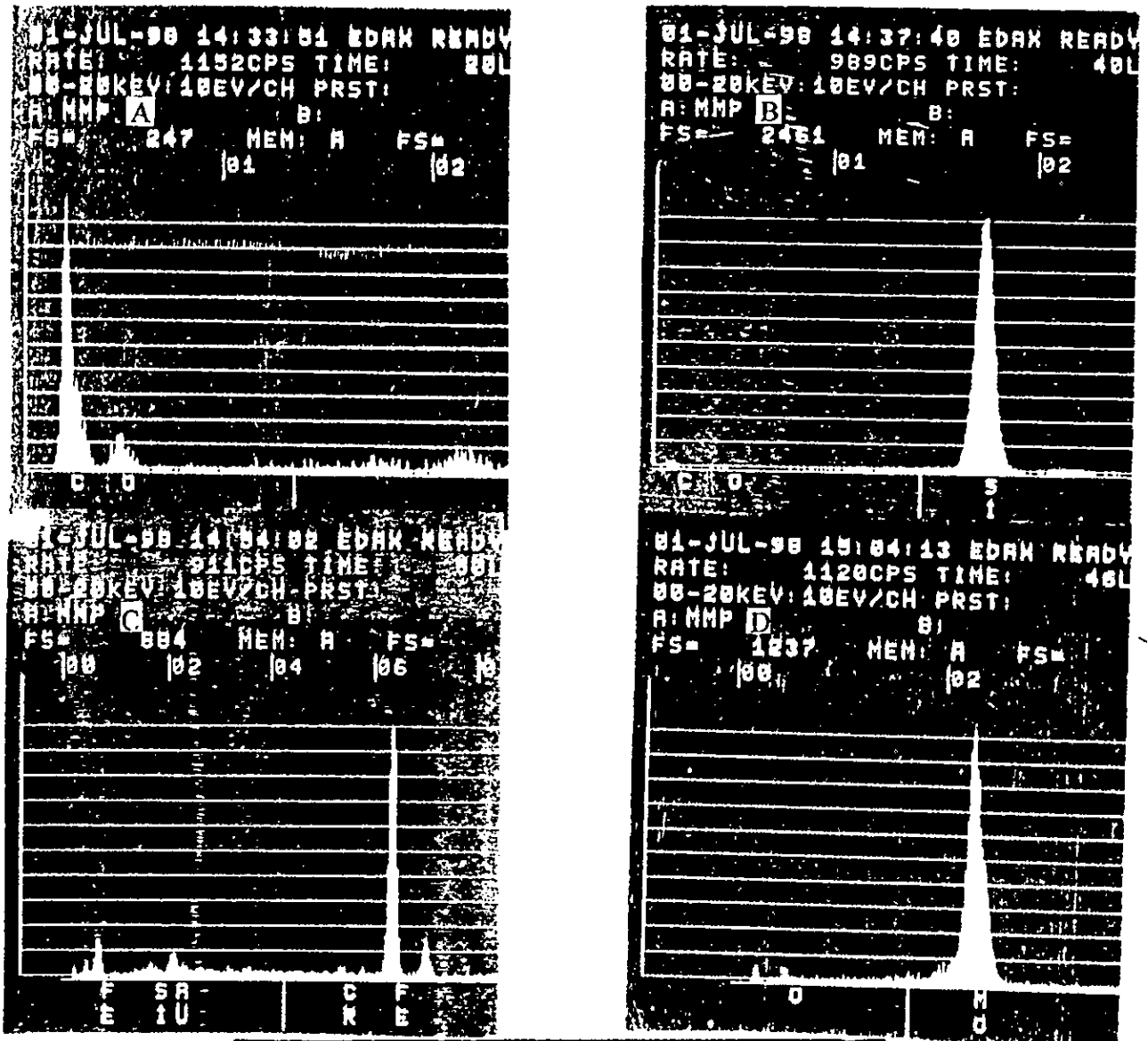


Figure III.30: Analyse par E.D.A.X de l'interface Mo/25CD4 sur la trace d'usure.

III.7 Influence des tests d'usure sur la microdureté

Les essais de microdureté réalisés sur des échantillons traités dans différentes conditions, nous ont montré l'influence des tests tribologiques sur les propriétés mécaniques des bimatériaux élaborés.

La figure III.31, illustre la filiation de la microdureté des échantillons avant et après les tests de frottement pour $F_n = 20 \text{ N}$.

Nous remarquons une augmentation de la microdureté après les essais de frottement. La plus faible valeur a été obtenue pour les échantillons non traités. Côté substrat, la valeur de la microdureté est très homogène et reste constante pour tous les échantillons (aux environs de 390HV).

L'élévation de la microdureté en surface peut s'expliquer par la présence du phénomène d'écrouissage causé par des contraintes créées par la bille.

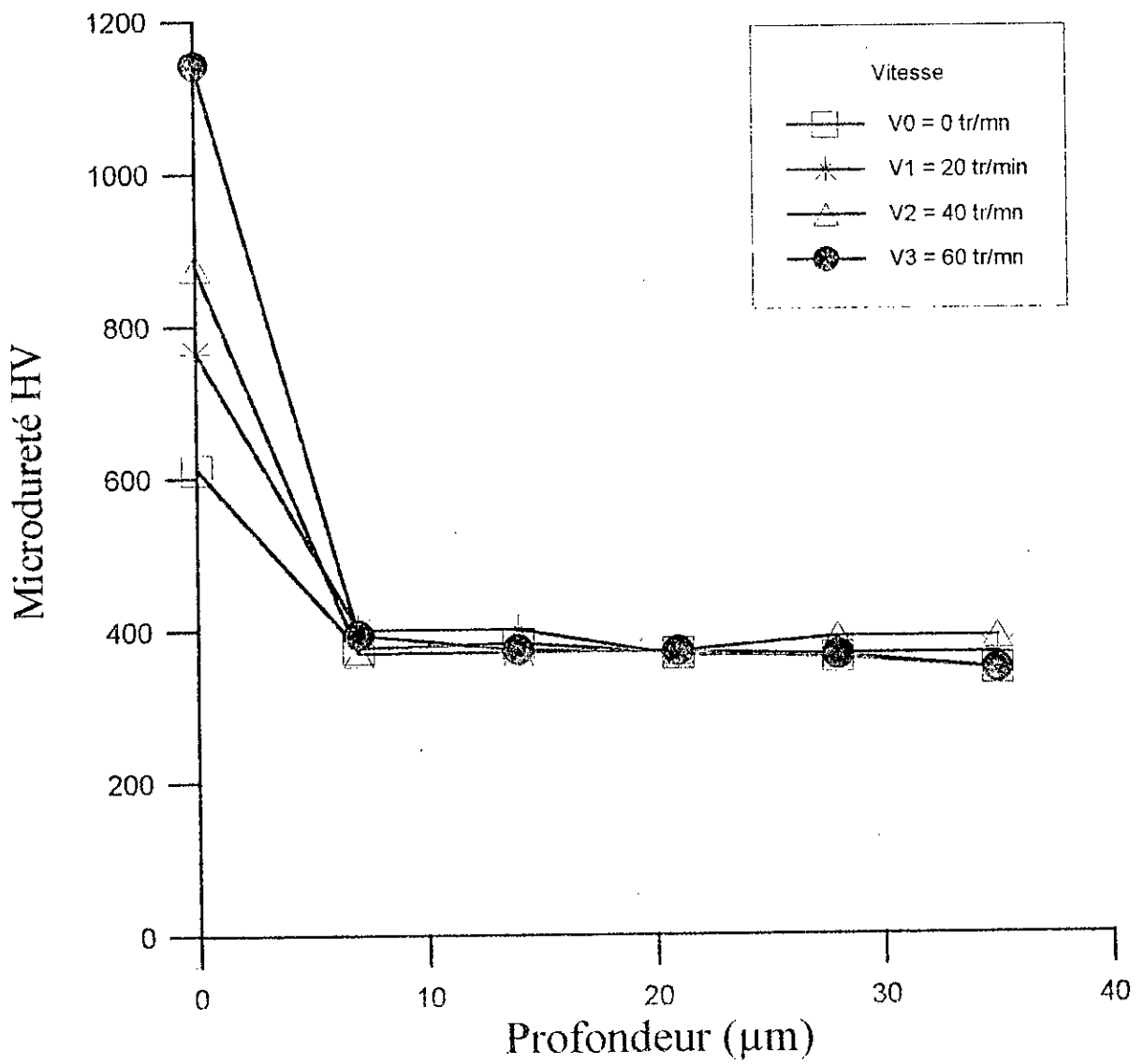


Figure III.31: Filiation de la microdureté avant et après les tests de frottement.

**CONCLUSION
GENERALE**

CONCLUSION GENERALE

L'intérêt d'un revêtement est de conférer à la pièce des propriétés superficielles capables de répondre aux exigences industrielles. Ainsi, la pièce peut présenter des propriétés de protection surtout contre la corrosion et l'usure. Nous avons étudié un revêtement de molybdène sur un acier 25CD4, réalisé par projection thermique.

Parmi les problèmes souvent rencontrés lors de la réalisation d'un revêtement, figure son adhérence sur le substrat. Cet inconvénient peut être surmonté par la mise en œuvre d'une couche préliminaire sur le substrat appelée sous couche d'accrochage qui permettra d'assurer la liaison entre les antagonistes.

Notre étude a montré que la présence de la sous couche d'accrochage n'est pas indispensable car le molybdène est très adhérent sur l'acier comme le montre nos différentes analyses de l'interface ainsi que les tests d'arrachement qui nous ont permis d'estimer la valeur de la contrainte maximale nécessaire pour l'arrachement du dépôt ($\sigma = 0.72 \text{ daN/mm}^2$).

L'étude du comportement tribologique du revêtement a mis en évidence des courbes $\mu = f(N)$ présentant un comportement tribologique important. En effet, la courbe de frottement présente trois paliers dont le premier correspond à la période de rodage, le deuxième et le troisième palier sont relatifs à l'élimination ou le piégeage des débris d'usure. On constate que μ augmente avec l'augmentation de la charge et de la vitesse.

La lubrification joue le rôle du troisième corps en séparant les deux surfaces en contact ce qui entraîne la diminution du coefficient de frottement ($\mu = 0.15$). Dans ce cas, la trace est presque inexistante.

L'analyse par E.D.A.X de la trace a mis en évidence l'existence d'un oxyde de fer pouvant constituer un élément protecteur en abaissant le coefficient de frottement [8]. Cette caractérisation nous a permis de confirmer le transfert de matière de la bille vers le dépôt.

Les différentes expériences portant sur l'influence de la vitesse, la charge normale et de la lubrification sur le coefficient de frottement nous incitent à retenir qu'un bon système tribologique est capable de sacrifier sa surface pour sauver son volume. En formant des débris et de les maintenir dans le contact pour créer une séparation entre les deux antagonistes.

En guise de recommandations, nous proposons une étude portant sur l'influence des traitements thermiques (sous vide) sur le comportement tribologique et l'adhérence du couple Mo / 25CD4.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] G.Zambelli, Leo Vincent. Matériaux et contacts. Presses Polytechniques et universitaires Romandes Lausanne 1998
- [2] F.P.Bowden, D.Tabor. Friction and lubrication of solids. Clarendon Press Oxford, 1958.
- [3] J.J.Caubet. Théorie et pratique industrielle du frottement. Edition Dunod 1964.
- [4] A Jouan. Aspect des surfaces frottantes suivant les modes de dégradation et d'usure. Traitement thermique 208. pp.87-95, 1987
- [5] M.F.Ashby, D.R.H.Jones. Matériaux: propriétés et applications. Edition Dunod, Paris 1996
- [6] B RIGAUT et J.C.PAVY Moyens d'essais d'abrasion, rapport d'étude CETIM, Juin 1984.
- [7] G.COLIN. Les mécanismes de l'usure et du frottement. Traitement thermique 208, pp.79-81, 1987.
- [8] D.TREHEUX, S.FAYEULLE. Aspects fondamentaux de l'usure. Le vide, les couches minces, 46. p.409, 1987.
- [9] T.Sasada. Future direction of research in wear and resistant wear materials. New directions in lubrication, materials wear and surface interactions, Noyes publication 1985.
- [10] M.Godet. the third body approach: a mechanical view of wear. Wear, 100, pp.437-452, 1984
- [11] M.Godet. Extrapolation in tribology. Wear, 77, pp.29-44, 1982.
- [12] J.K.Lancaster, D.Play, M.Godet, A.P Verall et R.Wghorne, « Third body formation and wear of PTFE fibre based dry bearings. J.Lub. Techno, 102 (2), pp.236-246, 1980.
- [13] D.Play. Portance et transport des troisièmes corps en frottement sec. Thèse Docteur Ingénieur, INSA/Lyon, 1979
- [14] Y.Bertier. Effet du comportement du troisième corps sur l'usure des paliers en mouvements alternatifs. Thèse Docteur Ingénieur, INSA/Lyon, 1982.
- [15] Y.Bertier, C.Colombie, M.Godet, G.Lofficial, L.Vincent. L'usure par petits débattements: corrosion de contact. frittage. Eurotrib. volume II. Edité par la société française de tribologie, 1985.
- [16] J.A.Petit, E.Papa, D.Plan, « Formation des troisièmes corps à haute température: identification et comportement ». Ibid. sec.501-109, (Tome II).
- [17] Y.Berriche. Frottement et usure du composite Aluminalon (Al_2O_3 -AlON). Influence de dispersion d'ajouts de BN, Y_2O_3 , SiC. Thèse Docteur Ingénieur, E.C.Lyon, 1990.

- [18] M.Godet. Mécanique de la tribologie: application aux céramiques. L'industrie céramique N° 808, 9, pp.565- 568, 1986.
- [19] W.A.Glaeser. ASLE, preprint 83 LC 3B1, ASLE-ASME, Conférence Washington, 1982
- [20] P.Blanchard. Usure induite en petits débattements: transformation tribologique superficielle d'alliage de Titane. Thèse Docteur Ingénieur, E.C.Lyon, 1991.
- [21] J.Blouet, R.Gras, P.Seige, R.Coutel. Contribution à l'étude des transformations superficielles des métaux et alliages dues aux frottements. Rapport de recherche I.S.M.C.M, DGRS.
- [22] L.Haddour. Comportement au frottement d'un multimatériau type 35CD4/75E/55E-65E réalisé par projection thermique. Thèse de Magister E.N.P.Alger, 1995.
- [23] R.T.Foley, M.B.Peterson, C.Zapf. The delimitation theory of wear. Trans. ASME. 6, p. 29, 1963.
- [24] D.H.Buckley. Definition and effect chemical properties of surfaces in friction, lubrication and wear. Proc.Intt.Conf. On fundamentals of tribology, M.I.T. Press, pp.75-199, 1980
- [25] A.Heurtel, P.Guiraldenq. Corrosion industrie. Métaux, 566, p.344, 1972.
- [26] J.J.Caubet. Les traitements de surface contre l'usure. Dunod Paris 1968.
- [27] E.Rabinowicz. Friction and wear of materials. John Wiley 2and sons, New york 1965.
- [28] R.Trabelsi. Influence d'un renforcement par dispersoïdes sur les mécanismes d'usure du couple alumine/acier, approches macroscopiques et structurales. Thèse Docteur Ingénieur. E.C.Lyon, 1988.
- [29] Y.Mizutani. In fundamentals of tribology . Eds N.P Suh, N.Saka (MIT Press, Cambridge, Mass), pp 233-236. 1980.
- [30] N.Dahmani. Etude du comportement de l'interface métal/polymère en usure induite en petits débattements. Thèse Docteur Ingénieur. E.C Lyon, 1990.
- [31] E.Rabinowicz. Friction and wear of materials. Edited bay John. Melley and saus, New York, 1965.
- [32] G.Chateaud. Frottement-usure de quelques verres métalliques de type ferreux.. Thèse Docteur Ingénieur. E.C.Lyon, 1984.
- [33] J.J.Burwell,. Wear and lubrication. Wear, vol.1, n°2, pp.119-141,1957.
- [34] J.Denape. Comportement mécanique en frottement et usure à température ambiante de céramiques à usage thermomécanique. Thèse de doctorat, ENSM. Paris, 1986.

- [35] J.P.Bosch, G.Farges. Frottement à grande vitesse Eurotrib., Volume IV, 5-1, édité par la société française de tribologie, 1985.
- [36] Société nouvelle de métallisation. La métallisation en mécanique. 4ème édition paris.
- [37] H.Adjrrouh. Adhérence et réactivité des multimatériaux à base de graphite. Thèse Docteur Ingénieur. E.C.Lyon 1992.
- [38] N.Mesrati, D.Nguyen, D.Treheux. Rôle du zinc et de l'argent sur l'adhérence de la zirconie projetée sur un alliage d'aluminium-silicium 12%. Revue de métallurgie-CIT/Science et Génie des matériaux, N°12, pp.1673-1980, 1993.
- [39] N.Mesrati, D.Boukroun, M.Laribi, D.Nguyen, D.Treheux. Comportement en frottement-usure de l'acier 30NCD16 traité par chromage dur. Algerian journal of technology, international, vol 13, N°1, série A 1997.
- [40] A.Vardell.P.Fauchais, M.Vardell, l'actualité chimique, p 69, 1981.
- [41] P.Chafnon, A.Tronche, P.Fauri. Frottement des dépôts d'alumine projetée par plasma. 1986.
- [42] N.Mesrati. Réalisation et analyse de l'adhérence dans des multimatériaux type Al(Si)-ZrO₂ et graphite-métal ou céramique.Thèse Docteur Ingénieur. E.C.Lyon 1991.