

Figure.(I-1.10): Différents mécanismes d'usure (a)usure adhésive(b)usure abrasive(c)usure par fatigue(d)Décohésion de renfort. [65]

I-1-9 Approches quantitatives de l'usure et loi d'usure:

I-1-9-1 Comportement de l'interface dans un contact thermomécanique:

Les causes de l'usure dans un contact thermomécanique sont extrêmement variées et dépendent d'un ensemble complexe de paramètres. Les conditions de sollicitations mécaniques, thermiques et environnementales influent sur la prépondérance d'un mécanisme d'usure ainsi que sur la rigidité et la ténacité des surfaces frottées.

Par définition, la surface d'un corps est le lieu des points de contact de ce corps avec le milieu environnant. Elle correspond donc à une discontinuité dans l'aménagement périodique des atomes de celui-ci. En surface, le nombre de plus proches voisins est différent de ce qu'il est en volume. On parle aussi d'interface solide-gaz, solide-liquide, solide-solide. La notion d'état de surface comprend :

- L'état physico-chimique (nature, structure, texture des couches superficielles).
- L'état géométrique (ensemble des écarts géométriques de la surface réelle par rapport à la surface géométrique idéale).

I-1-9-2 **Loi d'usure:**

L'usure est influencée par un nombre élevé de facteurs et son évaluation conduit souvent à des résultats dispersés. La comparaison des résultats de l'usure obtenus avec différents paramètres est difficile de la comparée avec une référence. La résolution des problèmes frottement usure ne repose que sur des lois générales, souvent empiriques. Selon Kapsa[], les résultats d'expériences sont difficilement extrapolables d'une situation à une autre. Mais la possession de lois d'usure aide à prédire le comportement et la durée de vie d'un système. Plusieurs de ces équations sont fondées sur l'hypothèse qu'une propriété conventionnelle des matériaux. Le module de Young E, ou la dureté H, sera importante dans le processus d'évaluation de l'usure.

La compréhension et la formalisation de l'usure par abrasion de surfaces en frottement, a fait l'objet de nombreux travaux depuis une cinquantaine d'années. Archard en particulier, a beaucoup travaillé sur l'usure non lubrifiée des métaux et a développé une loi d'usure appréciable dans de nombreuses situations[77,78].

Archard a établi expérimentalement une relation (loi macroscopique d'usure) permettant d'estimer pour un contact pion/disque **Fig.(II-2.2)**, le volume de matière usée dans le cas d'un contact glissant à vitesse constante et pour des matériaux de duretés très différentes. A partir de cela, il a mesuré différentes usures de matériaux frottant à sec [70]. Il a considéré l'usure d'un frotteur rugueux contre un plan rugueux, en adoptant l'hypothèse suivante :

- L'amplitude des rugosités ne varie pas pendant le processus.
- L'aire réelle de contact reste toujours la même.

La loi d'usure établie par Archard pour déterminer le volume usé :

$V = K.F.S$	(I-1.8)
-------------	---------

V : volume usé en (mm³), K : coefficient d'usure (mm²/N), F_N : la charge normale appliquée au contact (N), S : distance parcourue en (mm).

C'est la formulation classique de la loi d'Archard, elle traduit la proportionnalité du volume d'usure avec la longueur de glissement et la force normale.

I-1-9-3 **Aspect thermique du contact:**

Génération de la chaleur au niveau du contact glissant, lors de l'application matériau fixe sur un matériau en rotation, l'effort tangent résultant de la pression de contact et du

coefficient de frottement propre au système, induit la dissipation de l'énergie cinétique du corps en mouvement sous forme de chaleur. La déformation plastique des aspérités, qui admet une chaleur générée au niveau de l'interface qui est égale à l'énergie dissipée.

Dans le cadre d'un contact glissant, le flux thermique traversant le pion est composé d'une partie de l'énergie générée par frottement et d'un transfert de chaleur par conduction à travers des débris et des aspérités formant une barrière thermique. La différence de température entre les surfaces et de la résistance thermique de contact glissant dont les propriétés sont fonction de la nature de l'interface. Le flux thermique dans le disque se calcule de manière similaire. Cette notion traduit des phénomènes à échelle microscopique de transfert de chaleur entre les surfaces par le biais d'un paramètre macroscopique comme représentée par la zone perturbée de la **Fig.(I-1.11)**.

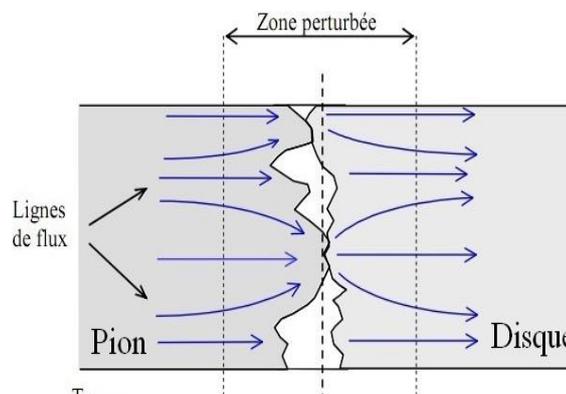


Figure.(I-1.11): Lignes de flux thermiques traversant le contact pion disque

I-1-9-4 **Procédure de calcul du taux d'usure:**

Le taux d'usure représente une donnée tribologique principale de prescription relative à la résistance d'usure d'un matériau candidat. Un système tribologique (tribosystème) peut être conçu en vue d'assurer une résistance contre l'usure, d'assurer des transitions d'usure douce vers une usure sévère de paramètres opérationnels susceptibles d'engendrer l'usure adhésive.

La valeur de la pression à une vitesse de glissement décrit une limite entre l'usure douce et sévère. Elle s'apparente ainsi à la limite d'utilisation des matériaux au dessus de laquelle le matériau connaît un changement de mécanisme d'usure, qui peut aller jusqu'au grippage. Le volume usé (V) ou la hauteur usée (h) sont en fonction de la distance de glissement (S), du chargement normal appliqué (F_N) et de la dureté du matériau le moins dure (H). Fouvry et al. ont développé la loi de l'usure d'Archard dans le quel un coefficient de frottement(I-1.9) [79,80].

$$\frac{\Delta h}{\Delta t} = k \cdot \frac{F}{A} \cdot v$$

(I-1.9)

I-1-9-5 **Méthodologie de la prédiction d'usure:**

La méthodologie de la prédiction de l'usure, considérant une loi d'usure de différents type semi-analytique ou empirique dans des conditions de glissement total qui sont les conditions les plus critiques en termes d'usure. La prédiction de l'usure nécessite d'injecté dans une loi les données suivantes:

- Les géométries de contact, propriétés des matériaux des deux corps en contact
- Le cycle, force normal, Coefficient de l'usure, Vitesse de glissement, Température de contact.

✓ **Influence de la force normale appliquée F_N et la force de frottement:**

La force normale est un paramètre qui détermine le taux d'usure, ainsi que les conditions de contact, le rayon de contact et la pression de contact. Une force de contact plus élevée favorise une plus grande aire de contact avec une pression plus importante. Il est démontré que les paramètres de contact de chargement jouent un rôle important sur la prédiction de l'usure. La pression moyenne apparaît comme un facteur clé modifiant la cinétique d'usure, plus la pression moyenne est élevée, plus le taux d'usure est important. D'un point de vue de l'usure mécanique, il est préférable que la force de contact soit la plus faible possible, toutefois une faible force normale favorise le régime de frottement en glissement total, et donc la création de particules d'usure.

La force de frottement est la résultante d'une force nécessaire au cisaillement des jonctions formées aux aspérités de contact et d'une force dont l'amplitude dépend de la déformation de la piste de frottement[81].

✓ **Influence du comportement thermique:**

Le comportement de l'interface étant fortement influencé par les conditions thermiques, une revue des techniques expérimentales et numériques permettant d'accéder à la température de contact et à l'énergie dissipée est développée. Pour identifier les flux thermiques et essayer de prendre en compte les effets de conduction et de frottement, les zones de contact ont été décomposées en 3 zones .Cela permet d'identifier le flux pour chaque zone.

I-1-10 **Techniques d'analyses du frottement de l'usure des surfaces des cermets après tests d'usure:**

I-1-10-1 **Démarche d'analyse du frottement de l'usure:**

La démarche des analyses micromécaniques des interfaces est basée sur la thermodynamique des processus irréversibles. Les théories considèrent l'usure comme un phénomène dissipatif, afin d'établir, dans un cadre théorique cohérent, un critère d'évolution du mécanisme de détachement des particules. En se plaçant dans le cas le plus général, ils appliquent les lois connues de la mécanique (conservation de la masse et de la quantité de mouvement, énergie cinétique, 1er et 2nd principe de la thermodynamique) à un ensemble constitué de deux corps en contact et perdant de la matière, afin de dégager un critère d'évolution de l'usure, critère associé à une frontière mobile le front d'usure.

I-1-10-2 **Analyse des surfaces par profilométrie:**

L'analyse permet de balayer la surface à mesurer à l'aide d'un palpeur physique en enregistrant ses variations de hauteur c'est un contact entre le palpeur et la surface **Fig.(I-1.12(a))**. Obtention d'un profil **Fig.(I-1.12(b))** en une seule fois contrairement aux méthodes précédentes, qui nécessitent l'acquisition point par point.

Pour obtenir le volume usé des plans, sphères, cylindres, nous avons utilisé un profilomètre interférométrique, qui permet de fournir rapidement des mesures précises de la topographie 3D sur une profondeur comprise entre 0.1 nanomètre et 10 millimètres. Les possibilités de balayage étendues rendent ce système idéal pour les échantillons de grandes dimensions. Les axes motorisés XYZ couplés à la possibilité d'inclinaison de l'axe Z permet une analyse très facile des échantillons et des traces d'usure. Le logiciel d'analyse permet de multiples fonctionnalités et en particulier la mesure des volumes d'usure sur des plans mais aussi sur des sphères ou des cylindres.

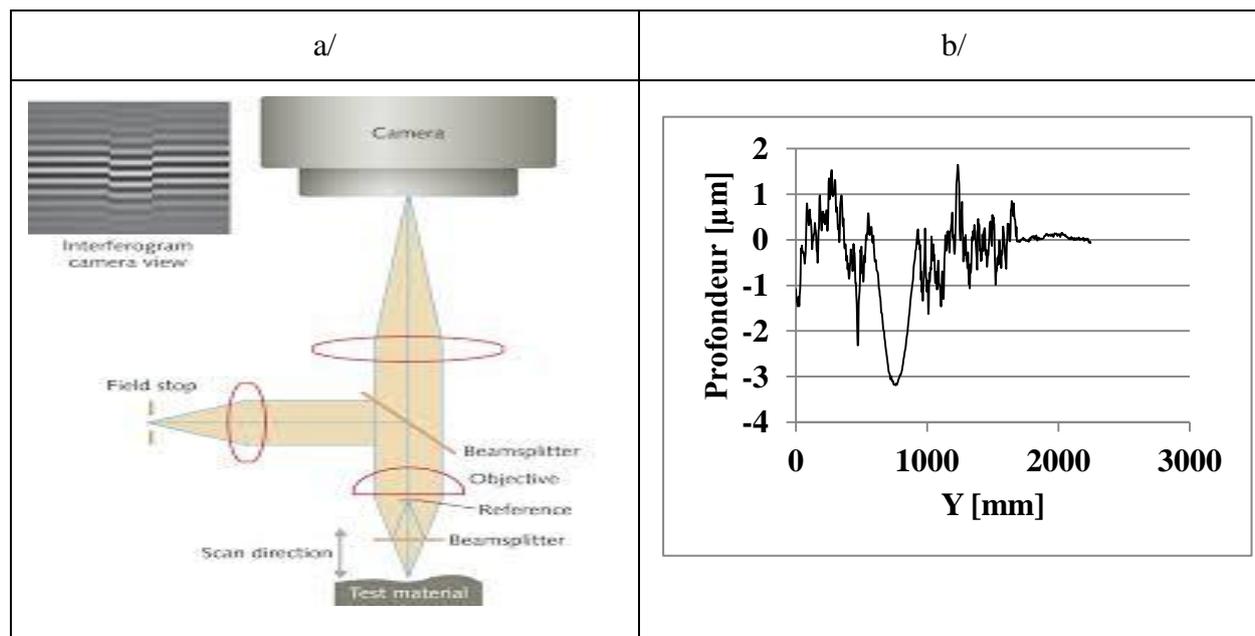


Figure.(I-1.12): a/ Profil-mètre d'analyse de surface b/ Profil d'usure affiché par le profil-mètre.

I-1-10-3 Caractérisation des surfaces usées:

Les surfaces frottées plan bille, ont été observées par microscopie optique et microscopie électronique à Balayage (MEB) couplée à un analyseur EDX. Le microscope optique permet de visualiser la couleur de l'oxyde formé sur l'échantillon et sur la bille.

Le MEB est utilisé pour une analyse topographique et chimique. Les analyses chimiques ont été effectuées en différents endroits de la trace d'usure et en dehors de la trace.

Pour quantifier le volume usé du système, on applique la procédure suivante :

Sur chaque trace, on détermine le volume situé en dessous du plan de base soit V_- et le volume situé au dessus du plan de base soit V_+ . Le volume V_- est associé à la quantité de matière enlevée de la surface frottée alors que le V_+ peut être associé au transfert sur l'interface. Le volume usé total est donc exprimé par model mathématique en détermine le volume total sur le plan V_{tplan} et sur le contre corps V_{tcc} ici la sphère ou le cylindre. L'usure par frottement peut amener différents problèmes de pertes de côtes entraînant des modifications géométriques, des pertes de résistance des matériaux comme une diminution de la résistance à la fatigue,...etc.

Selon la direction du mouvement relatif, on distingue quatre grands modes de frottement **Fig.(I-1.13)** :

- Le frottement tangential lorsque le mouvement des corps en contact est tangential et rectiligne.

- Le frottement radial lorsque l'effort normal change de sens, et où les deux corps considérés restent en contact permanent.
- Le frottement rotationnel qui peut être assimilé à un roulement oscillatoire d'un corps sur l'autre.
- Le frottement en torsion (ou pivotement) où les surfaces des premiers corps en contact sont sollicitées en torsion.

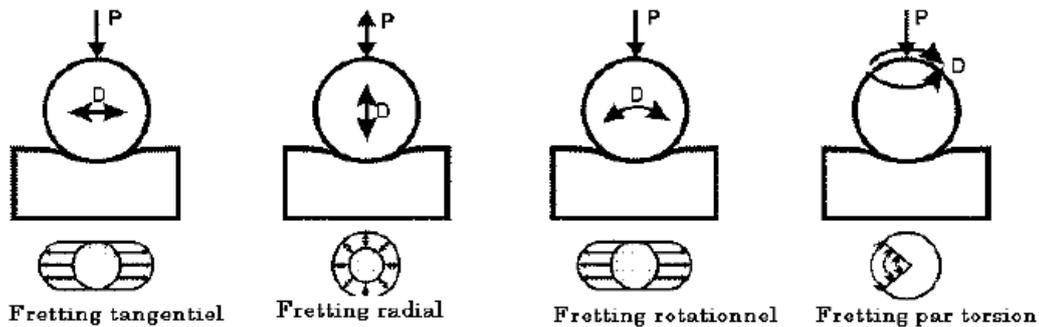


Figure.(I-1.13) : Modes de frottements : tangential, radial, rotationnel, torsion.

Dans un contact tribologique ces quatre modes de frottements peuvent intervenir simultanément et interagir les uns par rapport aux autres, l'intérêt d'une telle décomposition est alors de pouvoir les considérer individuellement pour mieux les appréhender[82,83].

I-1-10-4 La prédisposition des matériaux pour créer des débris d'usure:

Ce premier stade correspond à l'aptitude des matériaux constituant les premiers corps à accommoder les vitesses et les déformations locales imposées. En effet, cette faculté d'accommodation va déterminer la vitesse de détachement et la quantité des débris. Pour un même matériau, la profondeur des dégradations va dépendre de la durée de cette première étape.

Dans un frottement par petits débats, plusieurs situations peuvent se présenter en fonction de la géométrie de contact et de l'effort normal ou tangential. En effet, sous l'action de l'effort tangential des zones de déformations superficielles intenses peuvent apparaître, et sous l'action de l'effort normal des fissures peuvent se propager dans les zones de cisaillements. Dans cette première étape, il faut aussi prendre en compte le rôle des couches superficielles de « polluants » que l'on trouve en surface des premiers corps, ainsi que des couches adsorbées qui contribuent à la prédisposition des matériaux à créer des débris [83-85].

✓ **La création et l'évolution de ces débris:**

La création de débris en condition de frottement peut être très particulière, elle suppose souvent l'existence d'une zone « source » difficilement mesurable. Néanmoins, des études ont montré que cette zone était le siège de nombreuses modifications tribologiques, physico-chimiques, mécaniques, ou encore thermiques qui sont à l'origine du détachement des particules et de la création de débris au sein du contact.

Ces débris vont alors jouer un rôle similaire aux débris que l'on peut trouver lors d'autres types de frottement que le frottement, néanmoins dans une sollicitation de frottement les débris séjournent toujours un certain temps dans le contact, ils ne sont jamais directement évacués en débris d'usure. Ils sont en effet dans un premier temps capturés et piégés dans le contact, ils vont alors continuer à se déformer plastiquement et à être broyés. Leur taille moyenne va en général diminuer et ils vont se fragmenter augmentant ainsi leur surface spécifique et les rendant encore plus sensibles à l'environnement. Comme dans de nombreux cas de frottement sec, et c'est la même chose en petits débattements, les débris durant la période où ils restent piégés dans le contact peuvent jouer un rôle de « lubrifiant » et de protection entre les surfaces des premiers corps.

✓ **Le comportement du lit de débris:**

Les particules dans le contact jouent un rôle de protection des surfaces des premiers corps, mais sous certaines conditions, elles peuvent également avoir un effet inverse des particules détachées très dures et très rigides peuvent avoir tendance à labourer les surfaces des premiers corps et à augmenter l'abrasion. Ces particules ont également un rôle de portance entre les deux premiers corps dans les contacts par petits débattements. De plus, la séparation des premiers corps due au lit de débris peut être totale ou partielle.

Ces différents comportements du lit de débris sont dus au fait que les particules détachées peuvent varier en taille, en composition et donc en comportement mécanique pendant qu'elles sont dans le contact avant d'en être éliminées définitivement et d'être considérées comme des particules d'usure. Ces débris peuvent, lorsqu'ils sont dans le contact, se fixer dans les creux, aux sommets des aspérités, créer des ponts entre les aspérités, être réduits sous forme de poudre, ou encore jouer un rôle de portance comme il a été évoqué auparavant lorsqu'ils bouchent puis débordent des volumes libres entre les creux et les sommets des surfaces. Ce piégeage étant gouverné par l'aptitude du troisième corps à adhérer aux surfaces des premiers corps, à former des intercalaires continues et cohésifs. Les

piégeages sont également dépendant de l'aptitude du lit de débris à rester cohérent en présence d'un champ vibratoire.

Chacun de ces processus a sa propre cinétique mais ils interagissent fortement les uns avec les autres. Une liste des différents dommages identifiés sur les surfaces soumises à des sollicitations de frottement a été établie : piqures, oxydes, débris, rayures, transfert, déformation plastique, fissuration en sous couches, cratères, fissure s'amorçant sous diverse formes en surface.

L'usure par frottement de la même manière que tous les autres types d'usure par frottement sec n'est pas une propriété des matériaux. Elle découle et dépend de nombreux autres paramètres. Il faut en effet pour pouvoir étudier ce phénomène d'usure par petits débattements, prendre en compte comme dans tout contact sec l'environnement chimique, la géométrie du contact, l'environnement vibratoire (qui peut être la source même des frottements par petits débattements), le compactage des débris, la corrosion, les mécanismes de transfert, le couplage des aspects mécaniques, thermodynamiques et physico-chimiques.

Une liste de plus de cinquante paramètres plus ou moins interdépendants, influençant la résistance au frottement a été établie par Beard en 1982[84-86]. Des études ont notamment été faites sur l'influence des débattements, la température de contact, etc.

I-1-10-5 **Types de régimes de frottement:**

En ce qui concerne les différents régimes de frottements, les sources bibliographiques établissent que lors d'un frottement sous petits débattements on peut classiquement en mettre en évidence trois différents régimes d'un contact de deux solides[86-89] :

✓ **Le régime de collage:**

Lors de cette phase, l'interface entre les deux solides en contact accommode les déplacements par déformations élastiques. Le domaine de collage est maintenu par des aspérités fermées qui peuvent se partager plastiquement dans la direction des micromouvements et rompre ainsi le collage. Le collage total génère une destruction plus ou moins importante des matériaux.

✓ **Le régime mixte:**

Dans ce type de régime le cycle prend une forme elliptique globale (contact hertzienne), mais il peut évoluer au cours des cycles et prendre des formes complexes lorsque l'on s'intéresse à son évolution dans le temps. Généralement, ce type de régime est caractérisé par des bûches de frottement (couches superposés) de formes complexes et irrégulières qui finissent par prendre une forme elliptique (voir quasi rectangulaire) après un certain nombre de cycles. C'est l'étape intermédiaire entre le collage et le glissement total, et sûrement la plus complexe et celle qui produit le plus de dommages.

✓ **Le régime de glissement total:**

A ce stade le cycle prend et conserve une forme rectangulaire, mais le coefficient de frottement peut avoir des variations importantes. L'énergie dissipée dans le contact par frottement est représentée par l'aire du cycle et peut permettre de quantifier la durabilité des contacts selon certains auteurs[90-91].

Ces différents régimes permettent d'élaborer des cartes de frottement ou des cartes de réponses des matériaux permettant de définir à partir de quelles conditions un couple de matériaux passe du collage, au régime mixte et ensuite au régime de glissement total et quelles sont les dégradations associées (amorçage de fissure, débris, etc.). Visuellement ces différents régimes se retrouvent sur les faciès d'usure des pièces en contact.

I-1-10-6 **Processus de vieillissement d'un matériaux frottant:**

La notion de vieillissement des composants dans les installations soumises à des frottements (usure), leurs durées de vie est liées par trois facteurs principaux :

- L'usure normale et vieillissement des composants dépendent en particulier de leurs âge, conditions de fonctionnement et des actions de maintenance dont ils font l'objet.
- Le niveau de sûreté, qui doit rester en permanence conforme au référentiel des exigences de sûreté auquel la centrale est soumise et qui est susceptible d'évoluer en fonction de nouvelles réglementations.
- La compétitivité qui doit demeurer satisfaisante vis-à-vis de celle des autres moyens de production.

Le vieillissement peut être mieux maîtrisé en connaissant bien ses mécanismes. Ceux-ci peuvent être classés en deux grandes catégories :

- Evolution des propriétés des matériaux (perte des caractéristiques physiques, mécaniques, électriques).
- Dégradation des structures (fatigue, corrosion, usure).

I-2 Préparation et caractérisation des cermets :

I-2-1 Métallurgie des poudres:

La métallurgie des poudres peut être caractérisée par les trois mots clés suivants : poudre, pression et température. Les différents modes de fabrication sur laquelle elle repose, permettent l'obtention de pièces poreuses ou non, de formes, dimensions et masses variées. Les techniques employées successivement au cours de l'élaboration d'un composant peuvent se résumer de la façon suivante[92-94]:

- Elaboration de la poudre.
- Densification et mise en forme.
- Frittage.
- Caractérisation de la dureté et la micro-dureté.

I-2-2 Elaboration de la poudre:

Les poudres utilisées ne sont pas des produits naturels au sens où elles ne sont pas issues directement du milieu naturel. Elles sont produites suivant différentes méthodes dont chacune se distingue par les propriétés conférées non seulement à la poudre en terme de granulométrie, microstructure, coulabilité, compressibilité, mais également à la pièce finale. Ces méthodes peuvent être dissociées en deux classes différentes : les méthodes mécaniques et chimiques.

I-2-2-1 La poudre WC-Co:

La poudre WC-Co est une poudre à base de carbure de tungstène elle constitue une base pour la fabrication des outils de coupe et des pièces d'usure. C'est un matériau extra fin puisque la taille des grains est inférieure à 1 μm . De ce fait, le matériau présente une très mauvaise coulabilité, particulièrement gênante lors du remplissage automatique industriel des matrices. Le mélange est alors transformé sous forme de granules **Fig.(I-2.1)** qui présente une micrographie. Ces granules, de forme sphérique, ont un diamètre qui varie de 40 à 220 μm , avec une valeur moyenne d'environ 200 μm . La cohésion des constituants, carbure de tungstène WC et cobalt Co, est assurée par un liant organique, généralement du polyéthylène glycol (PEG). La masse volumique apparente ρ du matériau est de 3.20 g/cm^3 tandis que la masse volumique théorique est $\rho_{\text{th}} = 14.40 \text{ g}/\text{cm}^3$ [25,27].

La poudre WC-Co "Micrograin tungstene carbide grade" : C'est un mélange de poudres de carbure de tungstène et de cobalt largement utilisé industriellement notamment pour la fabrication d'outils de coupe et de pièces d'usure.

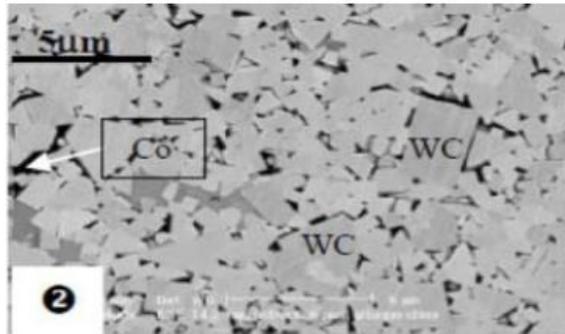


Figure.(I-2.1): Microstructure de la poudre comprimé WC et Co

I-2-2-2 La poudre TiC:

Structure cristalline du carbure de titane cristallise, dans le système cubique à faces centrées (CFC), le paramètre de leur maille proche ($a = 0.4328 \mu\text{m}$). Dans la maille, les atomes de titane forment un réseau cubique à faces centrées, alors que les atomes de carbone ou d'azote sont localisés dans les interstices octaédriques. Bien que le TiC soit classé comme matériau à liaison métallique, il a aussi un degré de liaison covalente et de liaison ionique. La structure covalente (entre les atomes métal-carbone et métal-métal) résulte de l'interaction entre l'état 2p du carbone et l'état d du métal, et aussi de l'interaction entre les atomes métalliques. La nature ionique résulte du transfert d'électrons du métal vers le carbone. La dureté élevée est expliquée par le caractère covalent, par contre, les conductivités électriques et thermiques sont liées au caractère métallique de la liaison. Ce comportement est expliqué par la présence de lacunes de carbone dans le réseau. La valeur maximale du paramètre « a » de TiC, est obtenue pour un rapport C/Ti $\approx 0,85$ et non pour TiC stœchiométrique. Le carbone est un élément stabilisant de la phase α du titane. Sa solubilité maximale dans la phase hexagonale de titane, est très faible (d'environ 1,6% at) à une température inférieure à 920°C et la solubilité dans la phase β de titane est inférieure à 0,7% at. à une température inférieure à 1670°C [95].

I-2-2-3 Caractéristiques et propriétés des TiC:

✓ Caractéristiques atomiques du carbone et du titane:

Il est à noter que l'électronégativité d'un élément n'est pas une valeur fixe car elle dépend de l'état de covalence et que le rayon atomique de C et Ti peut aussi varier, car la taille est associée à une fonction d'onde et à son état d'hybridation.

Les facteurs qui déterminent la nature d'un composé sont les caractéristiques atomiques jouant un rôle important dans la formation d'un carbure, parmi ces facteurs nous citons:

- La différence d'électronégativité entre un élément et un autre : il est à noter que pour la formation du carbure de titane, cette différence est importante.
- La taille respective des atomes : le carbone possède un rayon atomique très petit, lorsque la différence de taille est grande, la formation d'un composé interstitiel est favorisée et lorsque cette différence est faible, la formation d'un composé covalent est présente (par exemple SiC).
- La nature de la liaison chimique de ces atomes est d'une grande différence en électronégativité favorisant une liaison ionique, alors qu'une faible différence favorise la liaison covalente.

✓ Propriétés et caractéristiques du carbone et du titane(TiC) :

Le TiC possède une énergie de liaison et un caractère réfractaire relativement élevé. Ces propriétés, telles que le point de fusion, la dureté, la résistivité électrique, sont fortement liées à cette énergie de liaison. Etant donné le large domaine de composition et la présence de défauts cristallins dans les réseaux, il existe une grande diversité des valeurs trouvées dans la littérature concernant les propriétés du carbure de titane. Une autre raison de cette diversité provient de l'effet des impuretés, comme par exemple la présence d'oxygène, qui a tendance à noircir le matériau selon la proportion présente [96-100]. Le **Tab.(I-2.1)** comporte un résumé des propriétés de TiC.

Tableau.(I-2.1): Propriétés thermomécaniques du TiC.

Caractéristiques et propriétés	TiC
Structure cristallin	CFC de type NaCl $a=0.4328\text{nm}$
Masse moléculaire	59.91 (g/mol)
Densité	4.91
Points de fusion	3067 ($^{\circ}\text{C}$)
Chaleur spécifique c_p	33.8 (j/mol.K)
Conductivité thermique	21K (w/m. $^{\circ}\text{C}$)
Coefficient de dilatation thermique	$7.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$
Dureté de Vickers	28-35 (GPa)
Module d'élasticité	410-150 (GPa)
Coefficient de poisson	0.3
Résistance à l'oxydation	A l'aire 800 $^{\circ}\text{C}$

I-2-3 Le processus de préparation de la poudre avant le frittage:

- **Le broyage** : Repose sur la fragmentation d'un matériau solide sous l'effet de chocs répétés. Des éléments étrangers tels que des billes sont généralement utilisés afin d'accroître l'intensité du broyage sous l'effet des impacts, de la pression et des frottements mutuels. Le broyage peut être réalisé à sec ou par voie humide.
- **L'atomisation** : Consiste à désintégrer et solidifier un métal liquide sous l'effet d'un gaz, d'un liquide sous pression, ou d'ultrasons. Le degré de dispersion, de forme et de structure des particules de poudre peuvent varier en changeant l'énergie mise en jeu, la température, la viscosité, la tension de surface et les conditions de refroidissements de l'alliage liquide. Les méthodes chimiques sont beaucoup plus nombreuses et variées. On peut citer comme exemple :
 - **La réduction** : Le procédé utilise principalement le carbone et l'hydrogène comme milieu réducteur. Une partie des poudres est réduite par l'intermédiaire d'un agent réducteur solide, subit diverses opérations de séchage, séparation magnétique, recuit. Néanmoins, le procédé d'atomisation tend aujourd'hui à supplanter ce procédé : nous verrons que la poudre, étudiée dans ce manuscrit, est une poudre atomisée.
 - **L'électrolyse** : Une solution aqueuse d'un sel de métal est réservée à la production de poudres très pures (fer, cuivre, nickel par exemple). Son utilisation est également limitée par son coût relativement élevé.

- **Séchage des poudres** : Un processus effectué pour éliminer l'humidité contenue dans les poudres sous formes de molécules simples (O_2) ou composées (H_2O) adsorbées à la surface des particules de poudres. Pour cela il subit le séchage selon les conditions suivantes :
 - Température de séchage $150^{\circ}C \div 200^{\circ}C$
 - Temps de séchage 6 heures.

La méthode par plasma permet de produire des poudres ultrafines. Les particules de poudres sont produites sous l'action d'un jet d'argon ionisé à très haute température, $4500^{\circ}C$ à $5000^{\circ}C$.

I-2-4 Procédure de frittage, tests de dureté et caractérisation des échantillons (cermets):

I-2-4-1 Techniques de préparation de la poudre et de l'échantillon avant frittage:

La technique de préparation de l'échantillon à partir des mélanges de poudres de départ, destinée à l'élaboration de la céramique (WC-Co-TiC) a été réalisée selon les opérations suivantes :

- **préparation de la poudre** : calcul du poids massique de la composition WC, Co, TiC pour les quatre échantillons en fonction de leurs pourcentages massiques.
- **Pesée** : La pesée des poudres WC, Co, et TiC est effectuée par une balance électrique de type OHUMS. Ces mesures sont effectuées selon le pourcentage massique des échantillons et ses géométries.
- **Broyage** : Le broyage a pour but la réduction des agglomérats formés lors de la synthèse à différentes distributions granulométriques. Le temps de broyage de 22 à 24 heures à une vitesse 60 tr/min, permet l'obtention d'une distribution granulométrique moyenne dans un milieu humide d'alcool C_2H_5OH .
- **Séchage des poudres** : Séchage des poudres dans un four pour un temps de 20 à 40 min à une température de $100^{\circ}C$.
- **Mélange** : Les mélanges de poudres ont été réalisés à l'aide d'une colle pour assurer une bonne homogénéisation des poudres et surtout une bonne répartition des fines particules.
- **Tamissage** : Le mélange broyé est tamisé à travers des tamis avec des mailles de 500 μm , 400 μm , 315 μm , 200 μm , 160 μm , 125 μm , 100 μm , 63 μm , 50 μm , 32 μm .

L'opération de tamisage faite par vibration dans un tamiseur, suivant les conditions : une fréquence $f = 60$ Hz et un temps $t = (30, 45)$ min.

- **Compactage à froid** : Dans la pratique la plus courante, on comprime la poudre par compression uni-axiale à froid par une presse hydraulique de valeur de pressage adapté selon plusieurs paramètres, pour notre cas 15 MPa afin d'obtenir un compactage ayant une cohésion suffisante (densité de l'ordre de 45-50%). On vise la mise en contact des particules et la création des interfaces particule, nécessaires aux réactions.
- **Étuvage** : L'opération d'étuvage c'est un procédé de vaporisation de la colle se trouvant dans les échantillons dans un four pendant une durée de 3 à 4 Heurs.
- **Calcination** : Les poudres d'oxydes sont calcinées dans un four à 800°C pendant une durée de 2heures à 4heures.
- **Pressage à froid** : La mise en forme de nos poudres céramiques obtenues par combustion se fait par pressage à froid dans le but de limiter la porosité pendant la densification au frittage à chaud. Le cycle de pressage se résume en une montée contrôlée en pression (MPa).
- **Synthèse** : La synthèse des poudres est réalisée à l'air libre. Les échantillons sont disposés sur un support réfractaire dans une position permettant le chauffage de l'agglomérat et l'amorçage.

I-2-4-2 Opération de frittage:

Le frittage est une opération importante au cours de laquelle le matériau acquiert les propriétés physiques et mécaniques requises. Dans notre cas, il sera simplement vu comme un procédé permettant de transformer un corps dispersé en un solide métallique. L'opération de frittage consiste à chauffer la pièce à une température telle que les grains de poudre se soudent entre eux :

- Par des déplacements d'atomes à l'état solide (diffusion de matière à l'état solide) : on parle dans ce cas de frittage en phase solide.
- Par une sorte de brasage lorsque la température de fusion d'un des constituants a été dépassée de telle sorte qu'une phase liquide apparaisse : on parle alors frittage avec phase liquide. Le frittage est réalisé industriellement dans des fours dont la conception est déterminée par le matériau, la forme, la taille et la quantité de pièces mais aussi la température de frittage, la durée du traitement thermique.

- Un lubrifiant utilisé lors de la compression uni axiale est éliminé sous une atmosphère généralement oxydante. Cette opération doit être réalisée avec soin car les produits carbonés qui se forment lors de la décomposition constituent des obstacles sérieux au soudage des grains.

I-2-4-3 **Processus du frittage dans le four:**

- Les échenillons sont préchauffés jusqu'à la température exigée dite de frittage (phase de montée en température), la température de frittage est maintenue pendant une durée variable de quelques minutes à plusieurs heures suivant le matériau considéré.
- Un refroidissement lent s'opère dans un premier temps, suivi par un refroidissement rapide. Le maintien d'une atmosphère adaptée est l'un des paramètres importants contrôlant le succès du frittage des pièces de poudres métalliques. Le milieu dans le four sous vide afin d'éviter toute oxydation des pièces, accompagné par un gaz (argon) sous pression dans l'enceinte du four pour éliminer (oxygène) et les oxydes entre les particules des pièces frittées. Dans la plupart des cas, le frittage entraîne une augmentation de la densité du matériau. A cette densification correspond un retrait global de la pièce généralement anisotrope, dont la maîtrise constitue un enjeu économique important. D'autre part, les hétérogénéités de densités induites à la compression peuvent fissurer les pièces [101-103].

I-2-4-4 **Caractérisation des échantillons après frittage:**

Des essais de caractérisations de la "dureté" des échantillons sont menés en mesurant la pression de contact pendant l'enfoncement d'un indenteur (pyramidal, conique ou sphérique). La dureté des surfaces est mesurée après l'élaboration des échantillons après frittage. Ces essais sont faciles à mettre en œuvre, puisqu'ils ne nécessitent qu'un polissage et peuvent être réalisés sur des échantillons de petites tailles. Les essais de dureté peuvent porter sur des échelles millimétriques ou nanométriques, selon le dispositif expérimental utilisé. Les essais classiques sont peu coûteux et selon les applications ils peuvent être considérés comme non destructifs. Cependant, contrairement aux essais de frottements les essais de dureté sont d'une interprétation beaucoup plus délicate et ne permettent pas d'accéder directement aux paramètres de la loi de comportement d'un matériau mais nécessitent une analyse inverse. Ces mesures sont indispensables afin de connaître la dureté superficielle moyenne des échantillons (cermets), et les comparer avec les valeurs aux normes de duretés en (SI).

Une caractérisation de la micro dureté consiste à utiliser des indenteurs de taille submillimétrique. Les empreintes ne couvrent alors qu'un à quelques grains, et les résultats présentent une dispersion significative, ce qui nécessite de multiplier les mesures **Fig.(I-2.2)**.

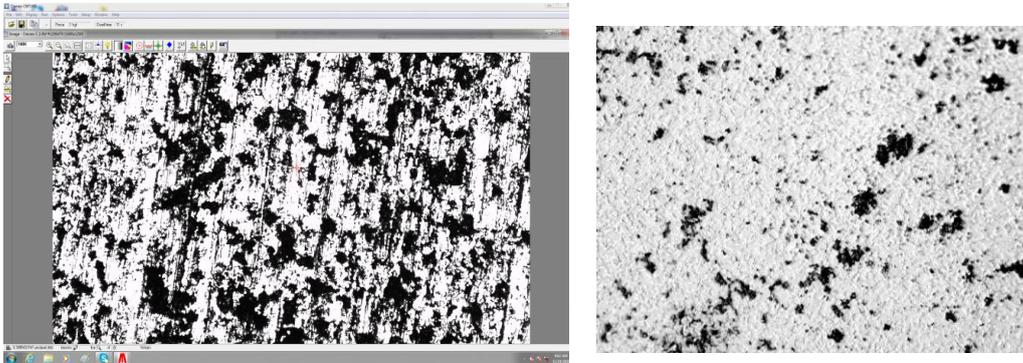


Figure.(I-2.2): Micro dureté d'un échantillon WC-Co-TiC

I-2-5 Objectif et protocole des tests de frottement:

I-2-5-1 Objectif des tests de frottements:

Des tests de frottements ont été effectués sur les différentes nuances (cermets), par un tribomètre (pin on disc) à haute température dans des conditions thermomécaniques sévères. Ces tests ont pour objectif la détermination des coefficients de frottements et le volume de la matière enlevé en fonction des différents paramètres $V = f(T^{\circ}, V_g, F)$. Ces tests permettent aussi de:

- Suivre l'évolution des coefficients de frottements en fonction des paramètres c'est à dire en variant les paramètres thermomécaniques pour les différentes nuances (charge, température, vitesse de glissement, cycle).
- Analyser par MEB/EDX la microstructure de chaque piste usée.

I-2-5-2 Protocole des tests de frottements:

Une gamme de tests de frottements pour chaque nuance, testée par un tribomètre à haute température toute en variant les paramètres thermomécaniques. Le protocole des tests de frottements, a pour objectif de programmer des tests de frottements pour différents paramètres sévères aux (conditions industriels) durant un cycle très long. Pour chaque cycle des tests de frottements, on adapte la charge, la température de contact et la vitesse de glissement dans le but de mesurer le volume usé ou le taux d'usure (matière enlevée), et le coefficient de frottements en fonction des différents paramètres thermomécaniques.

Une comparaison entre le taux d'usure et les nuances sous un régime thermomécanique sévère permet de:

- Mesurer l'influence de la température et la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement et la nuance.
- Mesurer l'influence de la température en fonction du volume (matière enlevée) pour chaque nuance.
- Analyser les pistes d'usure par profilemètre.
- Analyser les différentes résolutions de la microstructure par MEB/EDX.
- Comparer le volume d'usure entre les différentes nuances
- Comparer le volume d'usure en fonction des différents paramètres (vitesse de glissement, température de contact)