ANALYSE ET IDENTIFICATION DU COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE

Cette partie est volontairement descriptive et présente les résultats des essais de frottement alternatif pour chaque type de composite, nécessaires à l'identification des réponses en frottement et des mécanismes de dégradation de surfaces. Après une brève introduction et un rappel sur les mécanismes d'accommodation de vitesses dans les systèmes tribologiques, l'étude a conduit à l'analyse des performances tribologiques des composites formés avec deux procédés d'élaboration différents.

1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude de la réponse tribologique des composites à base de matrices thermoplastiques suite à des essais de frottement réalisés sur un micro-tribomètre de type alterné. Les matrices thermoplastiques de l'étude ont été décrites au chapitre précédent, elles concernent principalement le PC et le PA. Deux types de lubrifiant solide leurs ont été incorporés à des fractions massiques variant de 2% jusqu'à 10%, le graphite et le MoS₂. L'addition de ces lubrifiants est effectuée à travers deux procédés différents, l'impact de la méthodologie d'élaboration sera ainsi analysé. Les tests de frottement ont été réalisés à l'aide du micro-tribomètre décrit au chapitre 2. Les conditions opératoires sont fixées à un effort normal de 5 N, une fréquence d'alternance de 1 Hz pour une course de \pm 1 mm. Les corps en contact sont, pour le corps mobile, une bille en acier 100Cr6 de diamètre 19mm et, pour le corps fixe, une éprouvette en matériau composite (polymère + charge). À l'issue de chaque test, des mesures du volume usé, ainsi que des observations topographiques et

profilométriques ont été effectués. Des observations microscopiques des faciès de frottement sont aussi réalisées, afin d'identifier les principaux mécanismes d'usure.

2. L'approche du troisième corps

Le concept de troisième corps s'intéresse au rôle des couches interfaciales de particules d'usure dans les mécanismes de dégradation (Godet, 1984). Les débris piégés dans le contact participent au transfert de charges, ils assurent, entre autre, la répartition des pressions de contact et permettent aussi de réduire la dégradation des premiers corps en contact par la constitution d'un film interfacial. Cette approche du troisième corps se base sur l'adaptation des concepts de la lubrification hydrodynamique au frottement à sec. Dans ce contexte et au niveau de ses études, Berthier a introduit un formalisme capable de préciser les mécanismes d'accommodation de vitesse ainsi que de décrire la notion de circuit tribologique permettant l'identification des différents flux de matière dans et en dehors du contact (Berthier, 1988). Le passage à l'expérimentation a confirmé le fondement des notions d'écoulement et de rhéologie du troisième corps dans ou hors du contact (Denape et *al.*, 2001; Descartes et *al.*, 2005). L'usure est gouvernée par trois phénomènes qui sont ; la création, la circulation et l'élimination des débris détachés. La notion du troisième corps est basée sur l'analyse du triplet tribologique des premiers corps et du circuit tribologique.

2.1. Le triplet tribologique

En effet, le triplet tribologique est constitué du mécanisme, des premiers corps et du troisième corps (Figure 3.1). Il permet la description des interactions entre les différents facteurs entourant le contact, c'est-à-dire le circuit représentant l'équilibre des forces extérieures dans le contact.



Figure 3.1 Triplet tribologique

— Le mécanisme est le système mécanique qui donne les conditions de fonctionnement du contact par la transmission des charges statiques ou dynamiques. Les éléments associés au mécanisme peuvent être divisés en deux catégories (Bill, 1982) : les conditions de contact (amplitude de déplacement, charge normale, fréquence, dureté et géométrie du contact) et les conditions environnementales (humidité, température et nature de l'atmosphère).

— Les premiers corps sont les corps délimitant le contact et par lesquels les efforts sont transmis. Ils supportent les sollicitations du mécanisme et répondent par des transformations superficielles ou volumiques. La résistance au déplacement est imposée par la variation des vitesses relatives des corps en contact. La réponse des premiers corps aux contraintes locales se traduit par deux types de comportement: soit des transformations microstructurales, soit un détachement de particules.

— Le troisième corps peut être représenté comme étant la zone qui marque une discontinuité de composition très proche de la surface (troisième corps au sens matériaux). Cette zone comprend des « écrans » de très faible épaisseur ainsi que des particules solides qui circulent dans le contact pour construire un film continu ou discontinu. Le troisième corps peut également être représenté comme étant l'épaisseur qui régit l'accommodation de la différence de vitesse entre les deux premiers corps. Ainsi, le troisième corps garantit la répartition des pressions et participe à la transmission du chargement entre les deux solides en contact. Il peut être piégé dans le contact ou bien expulsé du contact. Le troisième corps peut alimenter volontairement le contact (graisse, huile, lubrifiant solide,...) comme il peut être le produit de l'usure des deux matériaux en contact. Son épaisseur est de quelques micromètres.

2.2. Le circuit tribologique

Le circuit tribologique relie les différents débits d'écoulements du troisième corps dans un contact (Yantio Njankeu Sabeya, 2007): à savoir les débits sources (internes et externes), le débit interne et le débit externe (recirculation et usure) (Figure 3.2).

- Qⁱ_s représente le débit source interne et correspond au détachement des débris dû à des Transformations Tribologiques Superficielles (TTS), qui engendrent la formation d'un troisième corps naturel.

- Q^e_s représente le débit source externe qui est relatif à l'insertion d'un troisième corps artificiel (lubrifiant par exemple).

- Q_i est le débit interne de troisième corps qui est piégé dans la zone de contact et qui circule entre les premiers corps.

- Q_e correspond au débit externe représentant l'éjection du troisième corps hors du contact. Ce débit est réparti en un débit de recirculation Q_r et un débit d'usure Q_w.

- Q_r est le débit de recirculation résultant du recyclage des particules après circulation temporaire hors du contact.
- Q_w est le débit d'usure composé du troisième corps éjecté hors du contact. Le troisième corps éjecté ne participe plus à l'accommodation des vitesses : ce sont les débris d'usure.



Figure 3.2 Circuit tribologique d'un contact (Yantio Njankeu Sabeya, 2007)

3. Réponse tribologique des composites en PC directement injectés

Cette partie décrit l'effet de l'insertion de différents taux de graphite (Gr) ou de MoS_2 sur le comportement en frottement et en usure d'une matrice en PC. Les échantillons sont obtenus par le procédé de moulage par injection directe au Centre Sectoriel de Formation en Soudure et Plasturgie de Sousse (Tunisie). Toutes les éprouvettes sont de dimensions $10 \text{mm} \times 20 \text{mm} \times 3 \text{mm}$.

3.1. Frottement

Comme on l'a signalé au chapitre précédent, le comportement tribologique des composites en PC/lubrifiant solide est analysé à l'aide d'un micro-tribomètre à mouvement alternatif

développé au sein du thème Tribologie, Fonctionnalisation et Caractérisation des Surfaces (TFCS) du Département de Mécanique Appliquée de l'Institut Femto-ST. Un déplacement sinusoïdal est imposé à la fréquence de 1 Hz et avec une amplitude de ± 1 mm. L'effort normal appliqué est de 5 N ce qui engendre une pression de contact de 40 MPa. Ces conditions sont conservées durant tous les essais.

3.1.1. Frottement des composites PC/MoS₂

Sur la figure 3.3 sont reportées des courbes typiques qui donnent l'évolution du coefficient de frottement moyen avec le nombre de cycles à différents pourcentages massiques de MoS_2 ajoutés à la matrice en PC. Les différentes courbes de la figure 3.3 présentent des allures semblables. En effet, le coefficient de frottement progresse de façon continue en début d'essai jusqu'à atteindre une valeur maximale suite à laquelle il diminue progressivement. Il atteint un régime d'accommodation établi en se stabilisant après un nombre de cycles variable selon la quantité de MoS_2 . Le coefficient de frottement reste alors stable jusqu'au bout de l'essai (Delbé, 2008; Kagnaya, 2009). On peut constater que la valeur du pic de frottement des composites en PC diminue en fonction du taux de MoS_2 ajouté. Similairement, la valeur stabilisée du coefficient de frottement diminue en fonction du taux de MoS_2 .



Figure 3.3 Courbes typiques correspondant à l'évolution du coefficient de frottement moyen des composites en PC directement injectés en fonction du nombre de cycles à différents taux de MoS₂

La figure 3.4 présente la variation du coefficient de frottement à 10 000 cycles des composites en PC en fonction du taux massique de MoS_2 . La valeur du coefficient de frottement chute de 0,70 à 0,61 suite à l'addition de 2% en masse de MoS_2 , puis elle diminue linéairement en fonction de la fraction massique du MoS_2 . Elle atteint une valeur minimale égale à 0,54 à 10% en masse de MoS_2 . Il apparait qu'une amélioration appréciable en termes de frottement est obtenue suite à l'incorporation de ces particules de pouvoir lubrifiant à la matrice en PC (Ben Difallah et *al.*, 2012b; Zhang et *al.*, 2009; Chang et *al.*, 2005).



Figure 3.4 Variation du coefficient de frottement à 10 000 cycles des composites en PC avec le taux massique de MoS₂

3.1.2. Frottement des composites PC/Gr

Dans ce paragraphe, l'étude sera focalisée sur l'effet de l'insertion des particules de graphite sur le comportement en frottement du PC. L'évolution du coefficient de frottement des composites à 2% et 4% en masse de graphite ressemble à celle du PC, sauf que la valeur du pic du coefficient de frottement est moindre que celle obtenue avec le PC (Figure 3.5). Le coefficient de frottement se stabilise en fin d'essai à des valeurs très proches de celle du PC. Par ailleurs, à 7% en masse de graphite, le coefficient de frottement du composite présente des instabilités au bout des 6 000 premiers cycles, sa valeur se stabilisant en fin d'essai, pour un coefficient de frottement plus élevé que celui du PC. Similairement, dans le cas des composites à 10% de graphite, le coefficient de frottement fluctue de manière plus prononcée. Les origines des fluctuations ne sont pas identifiées avec certitude. Elles pourraient être expliquées de deux manières ; soit par une instabilité des deux corps en contact (phénomènes de stick-slip), soit par la modification de la topographie du troisième corps à l'interface de contact (Berthier, 2005).



Figure 3.5 Courbes typiques correspondantes à l'évolution du coefficient de frottement moyen des composites en PC directement injectés en fonction du nombre de cycles à différents taux de graphite

La figure 3.6 présente la variation du coefficient de frottement à 10 000 cycles des composites en PC en fonction du taux massique de graphite. Le coefficient de frottement des composites en PC reste aux alentours de la valeur de 0,7 obtenue dans le cas du PC seul. Le graphite à des fractions massiques variables ne contribue pas à l'amélioration du comportement en frottement du PC.



Figure 3.6 Variation du coefficient de frottement à 10 000 cycles des composites en PC avec le taux massique de graphite

Su et *al.* ont étudié l'influence de trois types de lubrifiants solides, à savoir le graphite, le MoS_2 et le PTFE, sur le comportement en frottement et en usure des composites sandwiches de type Nomex (Su et *al.*, 2006). Les études ont montré qu'un taux de 10% en volume de graphite ou de MoS_2 est non bénéfique au comportement tribologique des composites Nomex.

3.2. Usure

Dans ce paragraphe vont être décrits les phénomènes d'usure du PC ainsi que celui des composites PC/lubrifiant solide. Des relevés topographiques 3D et profilométriques 2D sont effectués à l'aide du microscope Infinitefocus Alicona. Cet appareillage permet des mesures de forme et de rugosité ainsi que la quantification du volume usé. A la fin de chaque essai, l'échantillon plan est nettoyé à l'éthanol dans un bain à ultrasons afin d'éliminer les particules d'usure non adhérentes. Le volume d'usure est calculé comme suit :

$$V_{use} = (V) - (V^{+})$$
 (1)

Avec : V^+ et V^- le volume des reliefs et le volume des creux respectivement (Figure 3.7).



Figure 3.7 Volume des reliefs V^+ et volume des creux V

Les mécanismes d'usure seront analysés en se basant sur des observations au microscope électronique à balayage des deux corps en contact.

3.2.1. Usure des composites PC/MoS₂

Le tableau 3.1 met en évidence la différence entre les micrographies optiques et les relevés topographiques des pistes usées sur les échantillons composites en PC à différentes quantités de MoS_2 . De plus, les profils transversaux de l'usure relevés approximativement au milieu de la piste usée sont aussi exposés.

Tableau 3.1. Micrographies optiques, topographies 3D et profils 2D des pistes d'usure surles échantillons en composites PC/MoS2

Échantillon	Micrographie optique	Topographie 3D de la piste	Profil 2D de la piste
composite	de la piste d'usure	d'usure	d'usure
PC net	500 μm		10 5 0 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 10 1



La micrographie optique du faciès de frottement du PC montre que la trace d'usure est non uniforme en largeur. Les débris d'usure semblent adhérents sur la piste d'usure. Des fissurations sont également observables. L'examen du profil topographique montre bien que la matière usée dépasse la surface de référence de l'échantillon en PC. Ceci est clair à partir des pics d'aspérités de matière adhérente à l'intérieur de la zone de contact entre la bille en acier au chrome et le polymère. Le profil transversal de la piste usée confirme la persistance des particules d'usure pouvant ainsi créer un relief positif. La micrographie optique du PC à 2% massique de MoS₂ montre la présence de stries sur le faciès de frottement du composite ainsi que l'agglomération de particules d'usure adhérentes sur le contour de la piste d'usure. La matière frottée semble être poussée vers l'extrémité de la piste de frottement. La topographie 3D de la zone de contact de l'échantillon PC+2%MoS₂ montre bien que le nombre de pics d'aspérités de matière diminue considérablement par rapport au PC net favorisant l'apparition d'une zone légérement creusée sous l'effet des cycles de frottement répétitifs. Les pics de matière usée forment bien un contour aux alentour de la piste d'usure, ils s'agglomèrent aussi à l'extrémité de la piste de frottement. Le profil transversal d'usure montre bien le relief négatif au milieu de la piste de frottement. Les mêmes constations peuvent être dégagées dans le cas des composites à 4% et 7% en masse de MoS₂. Le profil d'usure semble être moins important en profondeur. À 10% de MoS₂, les rayures sont remarquables sur le faciès de frottement avec l'agglomération des particules d'usure au contour et sur les extrémités de la trace. Ceci est bien clair sur la topographie 3D de l'échantillon. Le profil transversal de l'usure est moins important en largeur et en profondeur que les autres échantillons.



Figure 3.8 Evolution du volume usé (mm³) des composites PC/MoS₂ en fonction du taux massique de MoS₂ après 10 000 cycles de frottement par glissement

La figure 3.8 illustre la variation du volume usé en fonction du taux massique de MoS_2 après 10 000 cycles de frottement par glissment. Le volume d'usure du PC est bien inférieur à celui du PC à 2% de MoS_2 . Il augmente d'une valeur de 4×10^{-3} mm³ à une valeur de $5,15\times10^{-3}$ mm³ suite à l'addition de 2% en masse de MoS_2 . Ce résultat est prévisible vu la présence d'un nombre important de particules adhérentes tout le long de la piste usée de l'échantillon en PC contrairement au cas du composite à 2% en masse de MoS_2 là ou l'ensemble des particules adhérentes disparait le long de la piste d'usure en formant un contour adhérent. A partir de 4% en masse, le taux d'usure décroit progressivement. D'après le graphe, c'est le composite à 10% en masse de MoS_2 qui résiste le mieux à l'usure. Il atteind une valeur minimale égale $2,21\times10^{-3}$ mm³.

Afin d'apporter des explications pour ces tendances, nous avons conduit des examens optiques et micrographiques de la trace d'usure suite à 10 000 cycles de frottement par glissement sur un échantillon en PC ainsi que sur un échantillon composite en PC à 10% de MoS_2 . La figure 3.9 met en évidence la différence entre les profils usés des deux échantillons en se basant sur des observations au microscope optique à balayage de la partie centrale des pistes usées. Ces micrographies MOB valident les résultats déjà observés sur le tableau 3.1. Visuellement, on observe un changement d'aspect de la piste de frottement: passage d'un « aspect patiné » (figure 3.9-a) dans le cas du PC net à un aspect « piste d'usure » dans le cas du PC à 10% massique de MoS_2 (figure 3.9-b). Cet aspect patiné du PC est lié à la présence de débris d'usure à l'intérieur de la trace. Ces débris persistent sous la forme d'amas de fines particules (zones vertes), lesquels adhèrent fortement sur la piste. La piste d'usure du composite PC à 10% de MoS_2 présente de fines rayures.



Figure 3.9 Profilométries optiques 3D des traces d'usure du PC net (a) et du PC à 10% de MoS₂(b) après 10 000 cycles de frottement

L'examen au microscope électronique à balayage montre une largeur non uniforme de la piste d'usure du PC net (Figure 3.10-a). Les débris d'usure couvrent le faciès de frottement sous la forme d'un agglomérat adhérent (Scott, 2002). Un plus fort grossissement révèle que les triboparticules ont été écrasés suite aux cycles de glissement répétitifs, puis réintégrés à la surface de frottement sous forme d'une couche bien adhérente (Figure 3.10-b). Des déformations plastiques sévères et de larges fissures apparaissent à la surface de la piste (Arribas et *al.*, 2009). Le faciès de frottement de la bille en acier 100Cr6 est quasiment non endommagé et marqué par la présence de quelques particules détachées (Figure 3.10-c, 3.10d), mais la plupart des triboparticules adhèrent à la trace d'usure de l'échantillon en polycarbonate d'ou l'apparition de couches compactes et consolidées (Jiang et *al.*, 1998). À ce propos, Carrión et ses collègues montrent que le polycarbonate présente une mauvaise performance tribologique caractérisée par des endommagements sévères de la piste de frottement avec la production d'un grand nombre de triboparticules dans un mécanisme d'usure adhésif abrasif (Carriòn et *al.*, 2008).



Figure 3.10 *Piste d'usure et détail de la piste d'usure de l'échantillon en PC net (a) et (b), faciès d'usure et détail du faciès d'usure de la bille en 100Cr6 (c) et (d), 10 000 cycles.*

L'examen au microscope électronique de la piste d'usure du composite en PC à 10% de MoS₂ révèle une largeur uniforme du faciès de frottement avec la présence de fines stries peu profondes (Figure 3.11-a). Un plus fort grossissement montre que les débris d'usure s'accumulent à l'extrémité de la piste de frottement sous forme d'une couche moins épaisse et moins adhérente que celle observée dans le cas du polycarbonate (Figure 3.11-b). Le faciès de frottement de la bille en acier au chrome montre l'existence d'une large proportion de débris d'usure transférés (Figure 3.11-c) sous forme d'un film de transfert épais et très peu cohérent traversé par des stries d'abrasion (Figure 3.11-d). L'incorporation des particules de MoS₂ semble favoriser la composante abrasive de l'usure (Arribas et al., 2009; Carriòn et al., 2007; Pettarin et al., 2010). Plusieurs études ont été focalisées sur le rôle important joué par les triboparticules engendrées par les processus d'usure (Zum Gahr, 1998; Bourithis et al., 2002). Selon leur nature physico-chimique, leur taille et leur forme, les triboparticules du troisième corps peuvent provoquer une usure abrasive plus ou moins sévère qui se manifeste par l'apparition de rayures et de sillons sur le faciès de frottement. Le polycarbonate est caractérisé par une mauvaise performance tribologique. Un grand nombre de triboparticules détachées dans un mécanisme d'usure abrasif séjournant entre la bille et le polymère et adhèrent par la suite à la piste de frottement sur l'échantillon en PC (Carriòn et al., 2008). Une usure adhésive sévère et des déformations plastiques incontrôlées apparaissent à l'issu des cycles de frottement répétitif. Au Contraire, l'incorporation de particules de MoS₂ semble changer le mécanisme d'usure du PC vers une usure à dominante abrasive suite à la diminution du nombre de triboparticules adhérentes à la surface frottée du composite ainsi que la présence de fines rayures. Pettarin et al. montrent que les particules de MoS₂ contribuent à augmenter la dissipation de chaleur de plusieurs polymères, notamment l'UHMWPE, ce qui conduit à diminuer la température à l'interface de contact d'où l'amélioration de la résistance à l'usure (Pettarin et al., 2010).



Figure 3.11 Piste d'usure et détail de la piste d'usure de l'échantillon composite en PC à 10% de MoS₂ (a) et (b), faciès d'usure et détail du faciès d'usure de la bille en 100Cr6 (c) et (d), 10 000 cycles.

3.2.2. Usure des composites PC/Gr

La même démarche que celle suivie dans le cas des composites PC/MoS₂ sera reprise dans le cas des composites PC/Gr afin d'aider à la compréhension des phénomènes d'usure mis en jeu. La micrographie du PC à 2% de graphite ressemble à celle du PC net avec les mêmes mécanismes d'usure illustrés par la présence de déformations plastiques accentuées et de triboparticules adhérentes (Tableau 3.2). En contre partie, on constate que le faciès de frottement du PC à 4% de graphite comporte des stries d'abrasion parallèles à la direction de glissement. À travers les observations optiques, il apparait que plus le taux de graphite est élevé, plus les stries sont abondantes. Les relevés topographiques des pistes d'usure des composites PC/Gr montrent la disparition progressive des particules adhérentes à fur et à mesure que le taux de graphite incorporé est augmenté. Les profils transversaux de la surface frottée des composites confirment les résultats de la topographie 3D. On constate la perte des reliefs positifs présents dans le cas du PC au profit de l'apparition des reliefs négatifs dont la

profondeur est d'autant plus importante que la fraction massique de graphite est élevée. De plus, on remarque qu'à partir de 4% de graphite ajouté, le profil transversal de l'usure devient plus large et plus profond ce qui veut dire que la résistance à l'usure du matériau a diminué.

Tableau 3.2. Micrographies optiques, topographies 3D et profils 2D des pistes d'usure surles échantillons en composites PC/Gr

Échantillon composite	Micrographie optique de la piste d'usure	Topographie 3D de la piste d'usure	Profil 2D de la piste d'usure
PC net	500 μm		10 5 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0
PC+2%Gr	500 μm		10 5 0 15 15 -15 -20 -25 Distance (m)
PC+4%Gr	500 µm		10 5 10 5 10 5 10 5 10 10 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500 1500



Le graphe 3.12 illustre la variation du volume usé en fonction du taux massique de graphite. Les propriétés d'usure ont été dégradées d'une façon importante. Une augmentation accélérée du volume usé est observée en fonction du taux massique de graphite. Le volume d'usure augmente d'une valeur de 0,004 mm³ dans le cas du PC net à une valeur de 0,03 mm³ dans le cas du composite PC+10%Gr, c'est-à-dire huit fois à peu prés le volume perdu initialement.



Figure 3.12 Evolution du volume usé (mm³) des composites PC/graphite en fonction du taux massique de graphite après 10 000 cycles de frottement par glissement

Les relevés topographiques 3D présentées à la figure 3-13 a et b sont comparatives de l'état de la surface frottée d'un échantillon en PC net et celui d'un échantillon composite en PC à 10% de graphite. Le profil 3D de l'échantillon composite est nettement plus large. Des stries profondes sont clairement observées sur les deux cotés du profil longitudinal. Au milieu de la piste frottée, on distingue des éclats de teinte verdâtre incrustés dans un film lisse de couleur jaune (fragments de graphite et de matrice broyés et compactés) couvrant uniformément la surface de l'échantillon.



Figure 3.13 Profilométries optiques 3D des traces d'usure du PC (a) net et du PC à 10% de graphite (b) après 10 000 cycles de frottement

L'examen au microscope électronique de la piste d'usure du composite en PC à 10% en masse de graphite montre une production de débris en grande quantité (Figure 3.14-a). A travers un plus fort grossissement, il est possible de discerner les triboparticules détachées et dégagées en dehors de la piste de frottement (Figure 3.14-b). De plus, on remarque que les triboparticules piégées au milieu de la piste de frottement sont broyées et re-compactées sur la piste (Figure 3.14-c).

La micrographie présentée à la figure 3-14-d est représentative de la trace d'usure sur la surface de la bille en 100Cr6. De nombreux ilots de triboparticules compactés sont formés au centre de la zone de contact relative à la surface de la bille (Figure 3.14-e), de plus, un transfert abondant des triboparticules est observé (Figure 3.14-f).