

Analyse micromécanique de l'adhésion charge/matrice par le test de rayage

Nous nous intéressons dans cette partie aux résultats expérimentaux relevés suite à la réalisation des tests de rayage à charge progressive. Les paramètres des tests ont déjà été définis au second chapitre (section 3.2). À travers ces essais, plusieurs grandeurs peuvent être définies et investiguées à savoir la force tangentielle, les profondeurs de pénétration et résiduelle ainsi que l'émission acoustique.

Lors de nos tests en charge croissante, la pointe de l'indenteur se déplace sur la surface en augmentant d'une manière linéaire la force de contact jusqu'à atteindre une force normale maximale égale à 30 N. De ce fait, et même s'il est difficile d'exprimer l'adhésion d'une manière quantitative, la détermination de la charge critique pourra constituer un indice intéressant pour en approcher l'influence. La valeur de la force correspondant à l'apparition d'un endommagement spécifique représente la charge critique (Roy, 2008; Bucaille et *al.*, 2001; Bardon et *al.*, 2005).

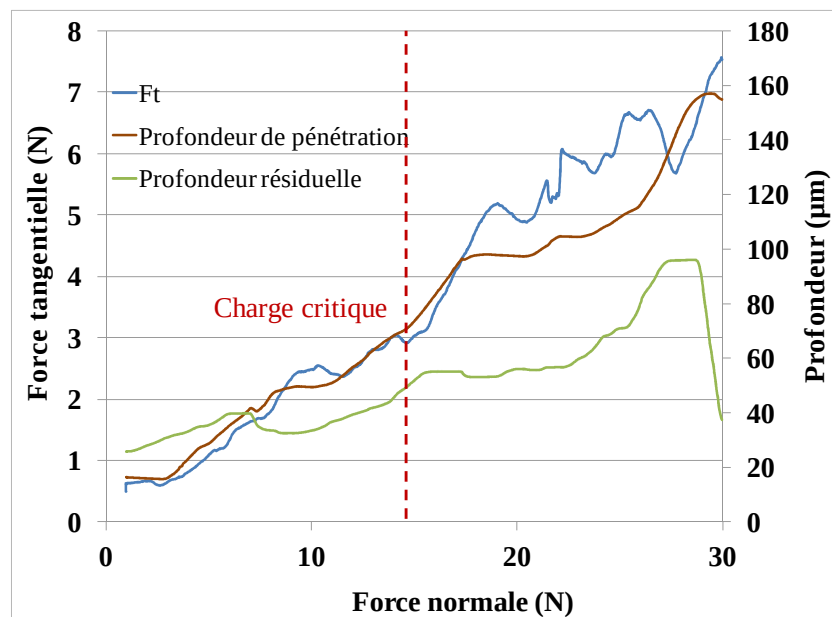


Figure 4.13 Courbes expérimentales typiques obtenues au cours d'un essai de rayure à charge croissante de l'échantillon PC/10% massique de MoS₂, (méthodologie 1).

La figure 4.13 présente une évolution typique au cours de nos tests de rayage des profondeurs de pénétration et résiduelle, ainsi que celle de la force de frottement entre la pointe de l'indenteur et un échantillon composite en PC/MoS₂. Pour un effort normal suffisamment fort appliqué à l'échantillon (charge critique), ce dernier se fracture. Le moment de son endommagement pourra être repéré par l'apparition d'une fluctuation dans les courbes et d'une augmentation rapide de la charge de frottement et des profondeurs de pénétration et résiduelle.

Les points critiques ont été relevés pour les polymères et les composites élaborés avec les deux méthodologies différentes d'élaboration. Les résultats seront présentés dans les paragraphes suivants et comparés au cas du polymère à l'état brut. Toutes les données proviennent d'une mesure directe suite à l'établissement d'une force normale appliquée à l'échantillon. Néanmoins, ces tests n'ont pas été accompagnés par des observations au microscope optique. En effet, les traces obtenues ne sont pas visibles par microscopie optique.

3.1. Cas des composites en PC : Comparaison entre les deux méthodologies d'élaboration

La figure 4.14 représente la variation des résultats de la charge critique des composites en PC/poudre de lubrifiant, élaborés moyennant les deux procédés : l'injection directe (*M1*) et le traitement des poudres suivi d'un mélangeage avec le polymère et d'une phase de micro-injection (*M2*). L'état de référence étant le PC élaboré par injection directe, nous remarquons une régression des valeurs de la charge critique des différents composites en les comparant au PC brut. Les valeurs minimales de la charge critique sont obtenues pour les composites en PC/Gr élaborés par injection directe. Le graphite non traité semble se détacher significativement de la matrice en PC. Par ailleurs, le traitement de la poudre de graphite semble faire mieux adhérer les particules de lubrifiant solide à la matrice polymérique. Les charges critiques des composites à 4% et à 10% en masse de poudre de graphite traitée ont clairement augmenté. La charge critique initiale du PC étant de 26,16 N, elle diminue fortement à 10% en masse de graphite non traité et devient égale à 6,05 N. Cependant, elle augmente de nouveau pour atteindre une valeur de la charge critique égale à 15,43 N avec le second procédé *M2*. Ces mêmes constatations s'appliquent au cas des composites en PC/MoS₂ injectés directement et ceux élaborés par traitement des poudres. Une fraction massique de 10% en MoS₂ donne une charge critique de 14,82 N par le procédé *M1* et une charge critique de 19,05 N par le procédé *M2*. De plus, il est clair que les particules de MoS₂ adhèrent mieux à la matrice en PC que celles de graphite. Il est intéressant de constater aussi

que les charges critiques des composites avec du MoS₂ sont supérieures à celles obtenues avec les particules de graphite et ce pour chacune des méthodologies d'élaboration considérées. En effet, nous remarquons clairement la différence significative obtenue en terme de charges critiques sans et avec un traitement de poudre accompagné d'une phase de mélangeage. Nous constatons aussi que les composites qui donnent la meilleure réponse à la rayure sont ceux élaborés avec la seconde méthodologie en incorporant des particules de MoS₂.

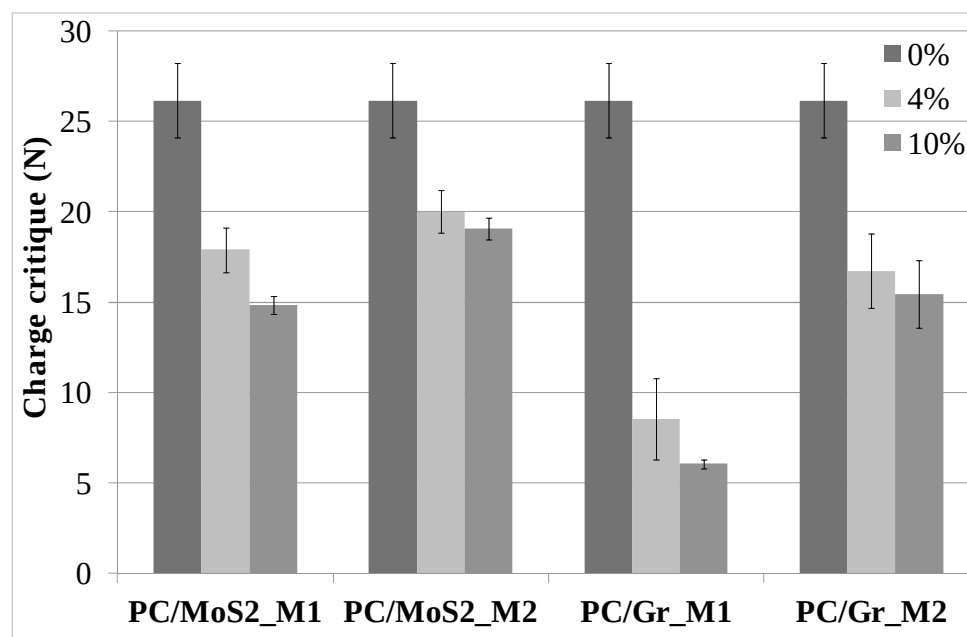


Figure 4 .14 Évolution de la charge critique des composites en PC à différents types et fractions massiques de poudre de lubrifiant élaborés avec et sans traitement

Plusieurs travaux ont exploité les profondeurs de pénétration et résiduelles afin de mieux investiguer les déformations de rayage de leurs composites d'études (Barletta et *al.*, 2013; Arribas et *al.*, 2009; Jaklewicz et *al.*, 2004; Sinha et *al.*, 2009; Rajesh et *al.*, 2005). Dans notre cas, nous avons examiné les valeurs enregistrées des profondeurs de pénétration et résiduelles correspondant à la charge critique. Au niveau de cette charge, les déformations élastique et plastique subissent une brusque augmentation jusqu'à l'apparition d'un endommagement de la surface (Sekler et *al.*, 1988). La figure 4.15 montre l'évolution de la profondeur de pénétration du PC et de ses composites élaborés par les deux méthodologies *M1* et *M2*. La déformation in-situ la plus profonde est obtenue avec le PC à l'état net. Elle est de l'ordre de 117 μm . En les comparants à cette valeur, les profondeurs de pénétration des différents autres

composites sont nettement inférieures. On enregistre des valeurs minimales avec les particules de graphite non traitées. La profondeur de pénétration devient égale à 36 μm pour le composite à 10% en masse de graphite. Par ailleurs, nous constatons que les profondeurs de pénétration au point critique sont plus élevées avec la deuxième méthodologie M2 et ce plus particulièrement pour le graphite. Les meilleures profondeurs critiques des composites sont obtenues avec du MoS_2 traité. La valeur enregistrée est de 78 μm pour une fraction massique de 10% pour les deux charges. À ce niveau, notons aussi que plus le pourcentage massique du lubrifiant solide est élevé, plus la profondeur de pénétration correspondant à la charge critique est faible.

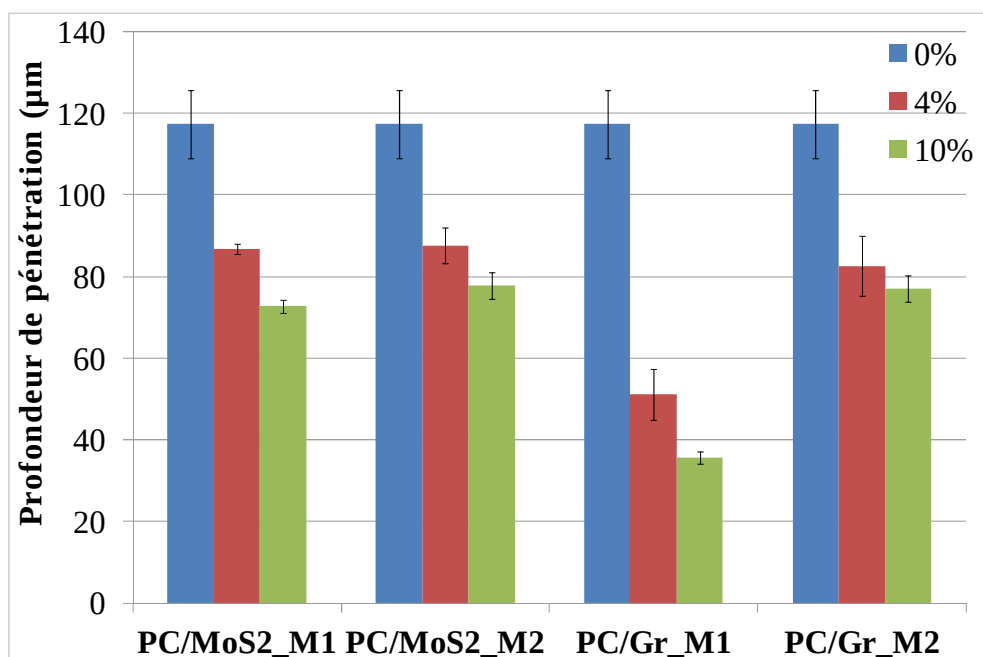


Figure 4 .15 Évolution de la profondeur de pénétration, correspondant à la charge critique, des composites en PC à différents types et fractions massiques de poudre de lubrifiant élaborés avec et sans traitement

Conformément à nos attentes, la variation de la profondeur résiduelle correspondant à la charge critique, en fonction du type et de la fraction du lubrifiant solide ajouté ainsi que du type du procédé d'élaboration, suit celle obtenue avec la profondeur de pénétration (Figure 4.16).

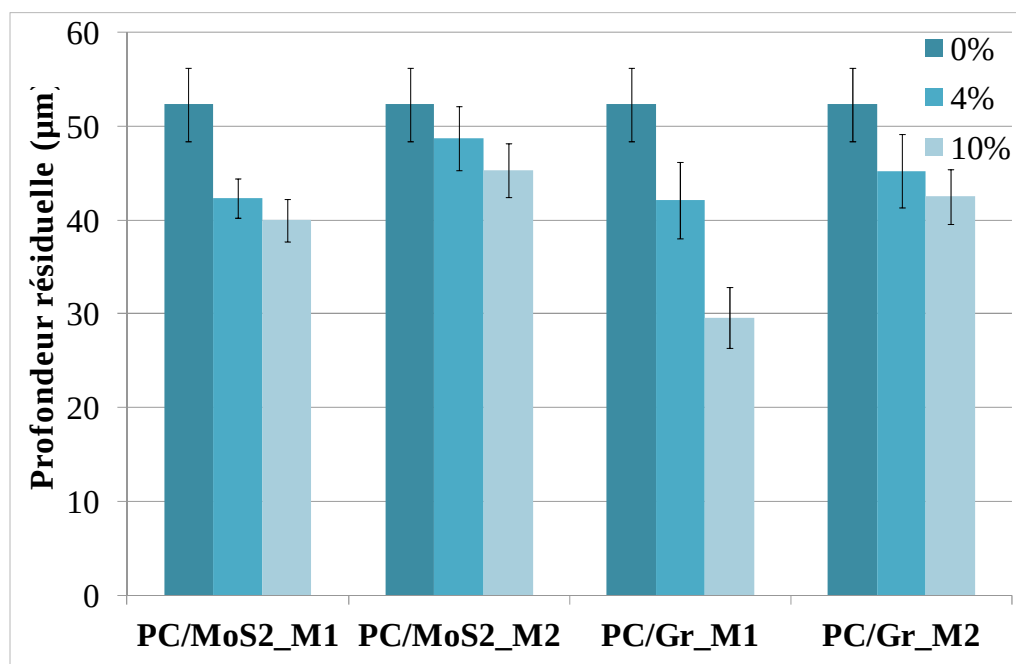


Figure 4.16 Évolution de la profondeur résiduelle, correspondant à la charge critique, des composites en PC à différents types et fractions massiques de poudre de lubrifiant élaborés avec et sans traitement

Nous remarquons une baisse générale des valeurs de la profondeur résiduelle correspondant à la charge critique de tous les composites en les comparant à celle du PC brut. Celle-ci est égale à 52 μm , ce qui signifie qu'après le relâchement de la charge appliquée, le polymère tend à recouvrir plus de la moitié de la déformation imposée (Barletta et *al.*, 2012). Cependant, nous constatons que l'écart entre les valeurs obtenues avec le PC et celles obtenues avec ses composites est moindre que celui enregistré pour la profondeur in-situ. Comme la profondeur résiduelle renseigne réellement sur la déformation plastique engendrée sur le matériau (Rats et *al.*, 1999), le PC à l'état net donne le meilleur retour élastique. Le plus faible retour élastique au point critique est obtenu pour le composite à 10% en masse de graphite élaboré par la première méthodologie *M1*. L'endommagement apparaît à une faible profondeur égale à 29,5 μm . Le retour élastique est très faible, il est de l'ordre de 6 μm . La différence est beaucoup plus marquée avec les composites en PC/MoS₂ élaborés avec la méthodologie *M2*. À 4% en masse de la poudre de MoS₂ traitée (méthodologie *M2*), le premier endommagement apparaît à une valeur de la profondeur résiduelle égale à 49 μm . À ce niveau, la profondeur in-situ subi un recouvrement de l'ordre de 40 μm . Il est important de noter aussi que les profondeurs résiduelles au point critique enregistrées avec la seconde méthodologie *M2* sont plus élevées que celles obtenues avec *M1*.

Les résultats des tests de microrayure du polycarbonate et de ses composites retirés au point critique sont représentés sur le tableau 4.3.

Tableau 4.3 Récapitulatif des propriétés de la rayure au point critique pour les composites en PC/poudre de lubrifiant (P_p : Profondeur de pénétration - P_r : Profondeur résiduelle)

	%MoS ₂	Charge critique (N)	P_p (μm)	P_r (μm)	%Gr	Charge critique (N)	P_p (μm)	P_r (μm)
Méthodologie 1	0	26,16	117,3	52,3	0	26,16	117,3	52,3
	4	17,9	86,8	42,3	4	8,54	51,1	42
	10	14,8	72,7	40	10	6,05	35,7	29,5
Méthodologie 2	0	26,16	117,3	52,3	0	26,16	117,3	52,3
	4	20	87,7	48,8	4	16,7	82,6	45,2
	10	19,05	77,8	45,2	10	15,4	77	42,5

Les valeurs obtenues sont en parfait accord avec les résultats obtenus en analysant les comportements mécaniques des composites. En effet, nous retrouvons une charge et une profondeur résiduelle élevées au point critique qui représente le premier endommagement sur la surface du PC. Par ailleurs, nous remarquons une chute extrême au niveau des propriétés retenues au point critique de la microrayure pour les composites en PC/Gr élaborés avec la méthodologie M1. À ce niveau, le point critique représente le premier moment du détachement de la particule de graphite de sa matrice. Il en résulte une pauvre adhésion à l'interface PC/Gr non traité. Cet effet est la cause d'une dégradation importante au niveau des propriétés mécaniques du PC surtout en termes de la déformation à la rupture. Notons aussi que plus la fraction massique du lubrifiant solide ajoutée est élevée, plus la charge critique et les déformations de pénétration et résiduelle sont faibles. De plus, nous avons remarqué que la seconde méthodologie d'élaboration offre les meilleurs résultats de la résistance à la rayure des composites. L' amino-silane employé pour le traitement des particules de lubrifiant solide ainsi que l'étape de mélangeage qui précède la micro-injection ont provoqué une amélioration de la résistance à l'endommagement des composites en PC.

3.2. Cas des composites en PA : Comparaison entre les deux méthodologies d'élaboration

Comme nous l'avons annoncé précédemment, la section 3 s'intéresse particulièrement à l'exploitation des principaux résultats du test de rayage conduit à charge croissante, réalisé sur nos échantillons composites. Dans cette partie, on exposera les résultats obtenus sur les composites en PA 6-6. La figure 4.17 présente une superposition des courbes obtenues pour un essai de rayage effectué sur le PA à l'état net: la courbe de force normale appliquée F_n , la courbe de force tangentielle F_t , la courbe de déplacement réel pendant le rayage et la courbe de profondeur résiduelle du sillon. Sur ce matériau résistant, il n'a pas été possible de déterminer la force critique. Les deux courbes de profondeur de pénétration et résiduelle ainsi que celle de la force tangentielle ne montrent aucun point de discontinuité. En multipliant les essais, la force critique n'a pas pu être établie. Dans ce cas, nous suggérons que le premier endommagement du polymère se produit à une force critique qui dépasse les 30 newtons. Par ailleurs, l'hypothèse qu'un endommagement apparaisse progressivement sur le polymère à l'état brut pourrait être entretenue.

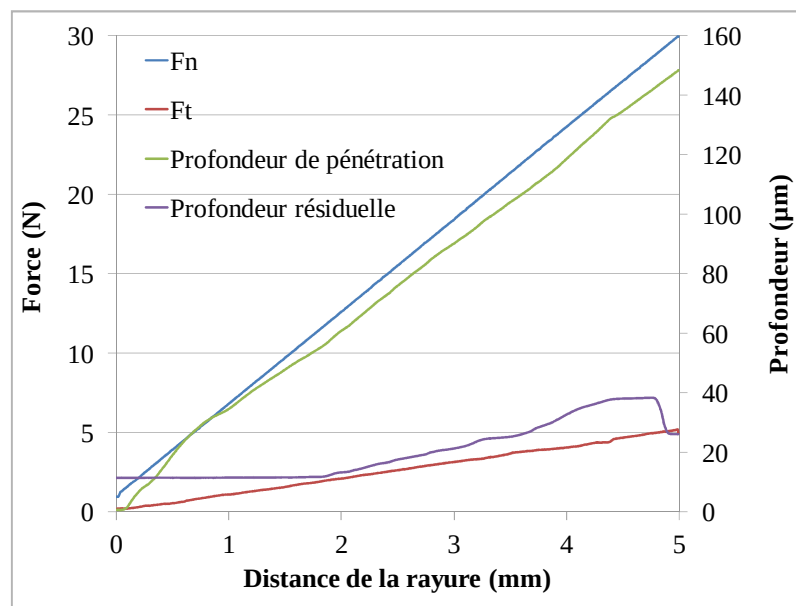


Figure 4 .17 Exemple de courbes obtenues lors d'un test de rayage sur le PA6-6

La figure 4.18 montre la variation de la charge critique en fonction du type et de la fraction massique du lubrifiant solide incorporé ainsi qu'en fonction de la méthodologie d'élaboration. Comme évoqué précédemment, $M1$ représente la mise en forme par injection directe et $M2$ représente la mise en forme suite à un traitement de la poudre du lubrifiant solide, un mélangeage avec le polymère et une micro-injection. Pareillement que dans le cas du PC, les