



Étude du comportement mécanique et tribologique des disques de frein en Carbone/Carbone pour des applications aéronautiques

Marie Poitrimolt

► To cite this version:

Marie Poitrimolt. Étude du comportement mécanique et tribologique des disques de frein en Carbone/Carbone pour des applications aéronautiques. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2017. Français. NNT : 2017EMAC0012 . tel-01900394

HAL Id: tel-01900394

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01900394>

Submitted on 22 Oct 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT - École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Marie POITRIMOLT

le 26 Septembre 2017

Étude du comportement mécanique et tribologique des disques de frein en Carbone/Carbone pour des applications aéronautiques

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader (ICA), UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

Directeur de Thèse :

Mohammed CHEIKH

Membres du jury :

Sylvie BONNAMY

Éric MARTIN

Hamid ZAIDI

Vincent VELAY

Gérard BERNHART

Mohammed CHEIKH

Étienne PLUCHON

Professeur, CNRS - Université d'Orléans

Professeur, Bordeaux INP

Professeur, Université de Poitiers

Maître Assistant, IMT Mines Albi

Professeur, IMT Mines Albi

Maître de conférence, HDR, IUT de Figeac

Ingénieur, Ratier Figeac

Présidente

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Encadrant

Directeur

Invité

*À ma famille, qui a toujours porté un grand intérêt
à mes mathématiques.*

À Renaud.

Remerciements

Ces travaux de thèse ont été réalisés simultanément dans l'équipe du LRPmip à l'IUT de Figeac et à l'Institut Clément Ader (Unité Mixte de recherche CNRS 5312) rattaché à l'IMT Mines Albi. Je remercie respectivement Thierry Simon et Thierry Cutard pour leur accueil chaleureux dans leur laboratoire et pour leurs conseils éclairés aux moments opportuns.

Je souhaite vivement remercier Éric Martin et Hamid Zaidi pour avoir rapporté mon travail avec autant de précision et pour avoir apporté leurs regards experts sur ce sujet multi-disciplinaire. Merci également à Sylvie Bonnamy d'avoir accepté de participer à mon jury de soutenance et de m'avoir fait l'honneur de le présider. De plus, je remercie Vincent Velay d'avoir jugé mon travail et d'y avoir apporté son expertise mécanique. Toutes leurs questions et remarques lors de la discussion de ma soutenance m'ont aidée à réfléchir sur les différents aspects de mon travail et en ont fait un moment plein d'échanges dont je garde un excellent souvenir.

J'adresse un grand merci à mes encadrants de thèse, Mohammed Cheikh et Gérard Bernhart. Malgré toutes les difficultés, ils sont restés jusqu'au bout de ce qui s'est avéré être une longue aventure. Ils ont chacun su m'accompagner dans les méandres de la tribologie, de la mécanique et de l'observation des états de surface pour mener à bien ce travail. Encore merci pour leur patience.

Je tiens également à remercier tous les acteurs et partenaires du projet EMEDIF dans lequel s'est inscrit cette thèse. Plus spécifiquement, je remercie Étienne Pluchon et Éric Delbos de la société Ratier-Figeac pour les échanges scientifiques et techniques tenus au cours de ces années.

Mes années de thèse ont été ponctuées par une aide précieuse venue de tous les niveaux du laboratoire. Merci tout d'abord à Christine Boher et à Florentin Berthet pour respectivement leur apport scientifique en tribologie et en plan d'expérience. Merci à tous les techniciens qui ont contribué au bon déroulement des essais complémentaires et des caractérisations : Sabine Le Roux pour la rugosimétrie, Serge Tovar pour la préparation d'échantillons et les observations MEB, Alain Fermey pour les essais figeacois, Christine Rolland, Thomas Papaïx, Jean-Michel Mouys, Didier Adé, Karim Choquet, Fabrice Rossi, pour toutes mes questions et idées farfelues. Je garderai un souvenir ému de ma rencontre avec chacun d'entre vous.

Merci à Esther Ramirez et Cathy Maffre d'aider et d'entourer toutes les générations de doctorants, tant sur le plan administratif qu'humain.

Difficile de nommer et de remercier tous les doctorants qui m'ont accompagnée durant ma thèse. Bilal, Pauline, Anaïs, Raffaele, Rémi, Damien, Charline, Aurélien, Ilisio, Igor, Sam, Paul, Rémi, Jérémie, Élodie, Sylvain, Quentin, Julien, Théo, Étienne, Ludovic, Céline, Romeu, Mahmoud, Maxime, Lilia, Sabrine, Sinan, Benjamin, Abdel et Kamal, membres de mon bureau « figeacois », de mon bureau « albigeois » et de mon bureau « d'adoption ». À tous, merci pour votre bonne humeur, l'entre-aide scientifique, les Cosy et les soirées jeux.

Merci aussi à Lilian, Bertrand, Éliane, Marie, Olivier P. et Olivier D. qui ont contribué à faire de ma parenthèse tarbaise une si belle année.

Je voudrais témoigner toute ma gratitude à ma famille qui m'a toujours suivie et encouragée dans mes choix. Merci à mes parents et à ma sœur d'être mes piliers. Je profite de cette occasion pour leur rappeler mon amour et ma reconnaissance de tout ce qu'ils ont fait pour moi et leur dire que moi aussi, je suis fière d'eux.

Enfin, je souhaite remercier quelqu'un de spécial, rencontré durant la thèse et avec qui je construis ma vie. Merci à Renaud d'avoir toujours été à mes côtés, d'avoir vécu doublement les retours en arrière comme les avancées, d'avoir accepté de passer devant et de m'avoir poussée à ne pas abandonner. Je suis heureuse que l'on ait traversé ensemble cette étape de notre vie et j'espère pouvoir, encore pendant longtemps, faire équipe avec toi.

Table des matières

Remerciements	v
Table des matières	vii
Table des figures	xi
Liste des tableaux	xvii
Nomenclature	xix
Introduction générale	1
Contexte industriel	1
Problématique et objectifs	1
Organisation du manuscrit	2
I Étude bibliographique	5
1. Les matériaux carbonés	6
1.1. Les différentes microstructures des matériaux carbonés	6
1.2. Procédé de fabrication des fibres de carbone	9
1.3. Mise en œuvre des composites Carbone/Carbone	10
1.4. Quelques propriétés des composites Carbone/Carbone	11
2. Concepts tribologiques élémentaires	13
2.1. Le coefficient de frottement	14
2.2. Mécanismes d'usure des matériaux	15
2.3. Troisième corps et accommodation des vitesses	16
2.4. Frottement lubrifié	17
2.5. Énergie dissipée par le frottement	20
3. Comportement tribologique des composites C/C à sec	21
3.1. Réactivité des surfaces carbonées	21
3.2. Effet de l'environnement sur les matériaux carbonés	23
3.3. Effet du pyrocarbone	24
3.4. Influence des paramètres tribologiques	25
4. Évolution d'états de surface des composites C/C lors d'un frottement sec .	27
4.1. Évolution de l'état de surface et régime de frottement	27
4.2. Effet de la température	29

5.	Comportement tribologique des composites C/C en environnement lubrifié	31
5.1.	Comportement tribologique des C/C 2,5D	31
5.2.	Comportement des paliers hydrodynamiques poreux	33
6.	Conclusions du chapitre	34
II	Le matériau Carbone/Carbone 2,5D et son comportement mécanique	35
1.	Matériau Carbone/Carbone 2,5D	36
1.1.	Élaboration	36
1.2.	Macrostructure du matériau	37
1.3.	Microstructure du composite	40
1.4.	Caractérisations des propriétés élastiques anisotropes du C/C par méthodes ultrasonores	43
2.	Comportement mécanique en compression dans l'épaisseur	46
2.1.	Caractéristiques mécaniques des Carbone/Carbone dans la littérature	46
2.2.	Matériel et méthodes expérimentales	47
2.3.	Comportement monotone et en rupture du composite	48
2.4.	Comportement cyclique à contrainte croissante	53
2.5.	Modélisation du comportement cyclique en compression	56
3.	Comportement mécanique en indentation	59
3.1.	Théorie	59
3.2.	Matériel utilisé	60
3.3.	Module élastique transverse E_1	60
3.4.	Comparaison des méthodes de mesure du module élastique dans l'épaisseur	63
4.	Conclusions du chapitre	64
III	Matériaux et démarche expérimentale pour l'étude tribologique	65
1.	Autres matériaux de l'étude	66
1.1.	La contre-pièce	66
1.2.	Le lubrifiant Turbonycoil 160	67
2.	Présentation de l'équipement de tribologie	71
3.	Méthodes de caractérisation des états de surface	75
3.1.	Observations au microscope électronique à balayage	75
3.2.	Caractérisation rugosimétrique	77
3.3.	Caractérisation tribologique – Procédure Multi-Vitesses Courts . . .	79
4.	Définition des états de surface de référence et application des méthodes de caractérisation	80
4.1.	Caractérisation morphologique	81
4.2.	Caractérisation rugosimétrique	83
5.	Conclusion du chapitre	85

IV Comportement tribologique à sec du composite Carbone/Carbone	87
1. Matrice d'essais et caractéristiques des états de surface à l'état initial . . .	88
1.1. Matrices des essais tribologiques à sec	88
1.2. États de surface initiaux des échantillons tribologiques	89
2. Caractérisation tribologique des états de surface de référence par la procé- dure MVC	93
2.1. Comportement tribologique des états de surface de référence	93
2.2. Influence de l'état de surface initial sur le coefficient de frottement en MVC	100
3. Comportement tribologique sur longue distance et évolution d'état de surface	102
3.1. Essais Multi-Vitesses Longs	103
3.2. Essai ultra longue distance	105
3.3. Essai long à $P = 6$ MPa	107
3.4. États de surface créés par les essais longue distance	109
3.5. Bilan des essais longs	110
4. Dégradation de la surface de frottement du composite C/C 2,5D à sec . . .	112
4.1. Mécanisme de dégradation de la surface durant le frottement	112
4.2. Effet du frottement dans l'épaisseur de C/C	114
5. Conclusions du chapitre	116
V Étude tribologique des disques C/C 2,5D en environnement lubrifié	117
1. Matrice d'essais	119
2. Essais Multi-Vitesses Courts et régimes de lubrification	119
2.1. Caractérisation tribologique des états de surface de référence	119
2.2. Caractérisation de l'état glacé	126
3. Caractéristiques des essais lubrifiés longue distance	128
3.1. Évolution du coefficient de frottement et de la température au cours des essais longs	128
3.2. Paramètres influencés par la température	130
3.3. Relation entre le coefficient de frottement et la température	132
3.4. Influence réciproque du coefficient de frottement et de la température	134
4. Création d'états de surface particuliers - Plan d'expérience	135
4.1. Présentation des essais réalisés	135
4.2. Évolution du coefficient de frottement et de la température	136
4.3. Usure des éprouvettes C/C 2,5D	138
4.4. Caractérisation des surfaces générées	139
4.5. Résultats de l'influence des paramètres tribologiques	144
5. Débris tribologiques et mécanismes spécifiques en environnement lubrifié	146
5.1. Analyses chimiques du lubrifiant chargé de débris par ICP	146
5.2. Analyse chimique des débris par EDS	147
5.3. Morphologie et taille des débris	148
5.4. Évolution de la morphologie des particules détachées	151

5.5. Évolution des surfaces portantes	152
6. Conclusions du chapitre	153
Conclusion générale et perspectives	155
Conclusion générale	155
Perspectives	159
A Porosité ouverte : détail des calculs et protocole expérimental	161
1. Formules de calcul	161
2. Procédure expérimentale	162
B Méthodes de quantification de l'évolution géométrique des surfaces	165
1. Analyse 2D	165
2. Analyse 3D	168
2.1. Paramètres d'amplitude	168
2.2. Paramètres fonctionnels	168
3. Matériel de relevé des mesures de rugosité et de topographie	170
C Caractérisation des états de surface polis (P) et revenants de service (RS)	173
D Caractérisation des états de surface générés par les essais tribologiques	177
E Profils d'usure des échantillons tribologiques	183
F Courbes de Stribeck des échantillons tribologiques en environnement lubrifié	191
G Caractérisation des états de surface générés par les essais tribologiques	195
1. Concepts élémentaires	195
2. Résultats	198
2.1. Coefficient de frottement	198
2.2. Usure	198
2.3. Rugosité	199
2.4. Température	200
Références bibliographiques	203
Résumé et Abstract	214

Table des figures

I.1	(a) Structure cristalline du graphite, (b) coupe schématique d'un grain de carbone turbostratique [Naslain 1995]	7
I.2	Représentation schématique de la texture des carbones turbostratiques suivant leur aptitude à la graphitisation [Franklin 1951]. On reconnaît, de gauche à droite, les formes isotrope (ISO), laminaire lisse (LL) et laminaire rugueux (LR)	8
I.3	Méthode de calcul de l'angle d'extinction α - Photos [Lavenac 2000]	9
I.4	Procédé de fabrication des fibres de carbone ex-PAN [Dupupet 2008]	10
I.5	Fabrication du matériau composite Carbone/Carbone par dépôt chimique en phase vapeur d'après [Dupupet 2008]	11
I.6	Représentation du tribo-système : (1) les premiers corps, (2) l'environnement du contact et (3) l'interface comprenant le lubrifiant et le troisième corps s'il y a lieu ; d'après [Berthier 1990]	13
I.7	Phénomènes d'usure possibles lors d'un frottement [Cartier 2001b]	15
I.8	Mécanismes et sites d'accommodation des vitesses d'après [Berthier 1989] . .	16
I.9	Schéma de la circulation du troisième corps d'après [Berthier 1990]	17
I.10	Courbe de Stribeck : évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de Sommerfeld S [Dragon-Louiset 2001]	19
I.11	Énergie absorbée lors du frottement pour différents matériaux [Naslain 1995]	21
I.12	(a) Absorption de l'oxygène et de l'eau ; (b) conditions de mouillabilité ; (c) évolution du coefficient de frottement durant une « journée » de travail de freins d'avion ; (d) ré-absorption des espèces chimiques lors du refroidissement des freins [Blanco 1997]	22
I.13	Évolution du coefficient de frottement (a) du graphite et (b) des C/C sous air et sous azote [Yen 1996a]	23
I.14	Coefficient de frottement du couple graphite/graphite pour différents environnements [Zaidi 1995]	24
I.15	Évolution du coefficient de frottement d'un couple graphite/graphite pour différentes atmosphères Ar-O ₂ [Zaidi 1995]	25
I.16	Influence du taux de graphitisation sur la quantité de complexes oxygénés, le détachement de débris, le coefficient de frottement et la conductivité thermique [Blanco 1997]	25
I.17	Transition d'un frottement bas (FB) vers un régime haut (FH) avant un retour à un régime bas (FB) [Gilmore 1994]	27

I.18	Effet (a) de la vitesse de frottement [Chen 1996a] et (b) de la pression normale appliquée [Chen 1996b] sur le comportement tribologique sur les composites C/C à sec	28
I.19	(a) Apparition de 2 surfaces de frottement visuellement bien distinctes [Yen 1994] et (b) évolution en zone dite transitée [Gouider 2004a]	29
I.20	Localisation des bandes chaudes lors du frottement des composites Carbone/Carbone [Desplanques 2009]	30
I.21	(a) Circulation du lubrifiant entre les îlots, (b) agglomération des débris aux sommets des îlots [Jullien 1992]	32
II.1	Schématisation du procédé d'élaboration du matériau d'étude	36
II.2	Macrostructure du C/C 2,5D : (a) schématisation [Poitrimolt 2014] et (b) coupe transversale	38
II.3	Macrostructure en coupe du C/C 2,5D : (a) épaisseur des plis et (b) des faisceaux de fibres transverses	38
II.4	Macrostructure du C/C 2,5D : (a) ondulations et (b) coexistence des 3 directions sur un même plan	39
II.5	Microstructure des C/C - Fibres de carbone et matrice en feuillets	41
II.6	Principe de mesure par microscopie optique à lumière polarisée	42
II.7	Image d'ensemble des croix de Malte visibles en lumière polarisée	42
II.8	Évolution de la croix de Malte lors de la variation de l'angle entre l'analyseur et le polariseur	43
II.9	Échantillon et repère associé	44
II.10	Plan de prélèvement des éprouvettes de compression dans une ébauche de disques de frein C/C 2,5D	47
II.11	Photographie du montage expérimental instrumenté	48
II.12	Schématisation des pilotages des essais de compression (a) monotone et (b) cyclique à contrainte croissante	48
II.13	Comportement en compression dans la direction de l'aiguilletage du C/C 2,5D	49
II.14	Ruptures (a) par cisaillement, (b) par cisaillement et délaminage	50
II.15	Observations microscopiques des faciès de rupture avec débris (a) au microscope optique, (b) au MEB	50
II.16	Faciès de rupture après nettoyage	51
II.17	Observation des faciès de rupture après nettoyage	51
II.18	Observations MEB du faciès de rupture en compression	52
II.19	Comportement en compression avec cycles d'amplitude croissante dans la direction de l'aiguilletage d'un C/C 2,5D	54
II.20	Mesure de l'élasticité apparente : (a) méthodologie d'après [Lemaitre 2001], (b) exemple sur un échantillon	54
II.21	Résultats de modélisation mathématique du taux de restitution d'énergie	56

II.22	Comparaison entre la simulation numérique et les valeurs expérimentales des trois échantillons ayant subi un essai de compression cyclique à contrainte croissante	58
II.23	(a) Cycle typique d'indentation P-h, (b) Géométrie de l'indentation et paramètres associés [Poitrimolt 2014]	59
II.24	Montage des échantillons d'indentation	60
II.25	Schématisation de l'évolution de la profondeur d'indentation	62
II.26	(a) Cycles P-h (b) Déchargement expérimental et loi de Hertz	63
III.1	Schématisation du triplet tribologique en (a) environnement sec (b) environnement lubrifié	66
III.2	Contre-pièces CP1 (à gauche) et CP2 (à droite)	67
III.3	À gauche, le lubrifiant vierge (TV) - à droite, le lubrifiant après campagne tribologique (TU)	67
III.4	Photographie du moyen d'essai ICP	68
III.5	Géométrie du rhéomètre utilisé pour les mesures de viscosité dynamique	70
III.6	Viscosité dynamique du T160 en fonction de la température - Entrefer de 0,5 mm	71
III.7	Viscosité dynamique du T160 en fonction de la température - Entrefer de 1 mm	71
III.8	Le Tribal - (1) capteur de force normale - (2) arbre supérieur - (3) capteurs d'efforts tangentiels - (4) arbre inférieur	72
III.9	Module de lubrification Tribal - a) ouvert, avec carter de lubrification et b) fermé, sans le carter. (1) Support de fixation de la contre-pièce, (2) support de fixation de l'éprouvette en C/C, (3) carter de lubrification (4) sortie pour la circulation du lubrifiant - optionnelle	73
III.10	(1) Tribal, (2) pompe de recirculation, (3) refroidissement au bain thermostaté, (4) tuyaux de circulation	73
III.11	Exemple de courbe de frottement	74
III.12	Schéma de fonctionnement du détecteur EDT [Cmeba 2013]	75
III.13	Morphologie MEB de l'échantillon revenant de service RS08. À gauche : grossissement $\times 250$ et à droite : grossissement $\times 1000$	76
III.14	Modes de découpe radial (R) et tangentiel (T) pour une vue en coupe des éprouvettes	76
III.15	Rugosimètre Altisurf [®] 520	77
III.16	(a) Schéma de répartition des 4 zones de mesure sur un disque et (b) exemple de topographie obtenue	78
III.17	Courbe de portance et méthode de calcul des paramètres S_k , S_{vk} et S_{pk}	78
III.18	Relevé d'un profil d'usure (Éch. tribologique N16 en environnement lubrifié)	79
III.19	Exemple de courbe de Stribeck - Éprouvette N10	80
III.20	Morphologie typique des échantillons neufs (a et b) et du disque poli P03 (c et d)	81

III.21	Morphologie typique des disques polis P02 (a et b) et P01 (c et d) et des disques revenant de service (e et f)	82
III.22	Paramètres de rugosité des différents types de disques	84
III.23	Amplitude des valeurs de S_k , S_a , S_{pk} et S_{vk} pour les états de surface de référence	84
III.24	Valeurs du paramètre de rugosité S_k détaillées pour les trois familles d'état de surface de référence	85
IV.1	Rugosité des échantillons tribologiques classés par catégorie	93
IV.2	Courbes de frottement complètes de l'échantillon N02	94
IV.3	Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement	94
IV.4	Profil MVC des échantillons neufs	95
IV.5	Températures relevées lors des essais MVC des échantillons neufs	95
IV.6	Courbes de frottement complètes de l'échantillon RS02	96
IV.7	Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement	97
IV.8	MVC des échantillons revenant de service	97
IV.9	Températures relevées lors des essais MVC des échantillons revenants de service	98
IV.10	Courbes de frottement complètes de l'échantillon P03	98
IV.11	Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement	99
IV.12	MVC des échantillons polis	99
IV.13	Températures relevées lors des essais MVC des échantillons polis	99
IV.14	Relation entre le coefficient de frottement et rugosité lors des essais courts MVC	100
IV.15	Relation entre le coefficient de frottement et familles d'échantillons lors des essais MVC	101
IV.16	Morphologies des échantillons RS04 et P02	102
IV.17	Courbe de frottement de l'essai MVL à 60 tr/min	103
IV.18	Coefficient de frottement pour chacune des vitesses de frottement pour les essais MVL	104
IV.19	Courbes de température pour les différentes vitesses lors des essais MVL . .	104
IV.20	Température à $d = 50$ mètres pour différentes vitesses	104
IV.21	Coefficient de frottement et température des phases de l'étude d'évolution d'états de surface lors de l'essai ultra longue distance	106
IV.22	Tendance des performances de freinage en fonction du temps, au cours d'une journée typique d'un avion de ligne [Blanco 1997]	107
IV.23	Courbe de frottement à $P = 6$ MPa et $v = 20$ tr/min	108
IV.24	Courbe de température à $P = 6$ MPa et $v = 20$ tr/min	108
IV.25	Modification du comportement tribologique lors des essais longs	109
IV.26	Évolution du paramètre de rugosité S_k	110
IV.27	(a) et (b) État de surface d'un disque neuf - (c) et (d) État de surface final de l'échantillon N06 - (e) et (f) État de surface final de l'échantillon N07 . .	111
IV.28	Schématisation du mécanisme de dégradation de surface pour un matériau à la rugosité idéalisée	112
IV.29	Évolution des paramètres de rugosité de l'échantillon N07	113

IV.30	Observation en coupe R - Échantillon N07 à sec	113
IV.31	Surface portante - Observation en coupe T - Échantillon N07 à sec	114
IV.32	Fissurations - Observation en coupe T - Échantillon N07 à sec	115
IV.33	Fractures et détachement de matière (a) à partir de zones fragiles - (b) en sous-couche [Ozcan 2005]	115
V.1	Courbes de Stribeck des échantillons neufs N	121
V.2	Courbes de Stribeck des disques revenant de service RS	122
V.3	Coefficient de frottement minimum des courbes de Stribeck des disques revenant de service RS en fonction de la rugosité	123
V.4	Courbes de Stribeck des disques polis P	124
V.5	Coefficient de frottement minimum des courbes de Stribeck des disques polis P en fonction de leur état morphologique (+++ : état visuel homogène avec disparition de feuillets de graphite ; + : présence de feuillets de graphite et de nombreuses porosités débouchantes)	124
V.6	Exemples d'extraction de la pente du régime mixte	125
V.7	Évolution de la pente du régime mixte des échantillons polis et revenant de service en fonction de la rugosité	125
V.8	Caractéristiques topographiques (S_k) et morphologiques typiques des échantillons glacés	127
V.9	Coefficient de frottement durant les essais longs de l'échantillon N13	129
V.10	Évolution du coefficient de frottement et de la température de l'essai N13-1	129
V.11	Évolution du coefficient de frottement et de la température en fonction de la distance pour l'essai long de l'éprouvette N11	130
V.12	Évolution de la rugosité des éprouvettes N11 et N13	132
V.13	Coefficient de frottement et température en fonction de la distance au cours des essais interrompus sur N11	133
V.14	Étude de la relation entre le coefficient de frottement et la température (a) Essai long correspondant à la Figure V.11 et (b) Essais successifs de la Figure V.13	133
V.15	Relations et influences entre le coefficient de frottement et la température	134
V.16	Répartition des essais en environnement lubrifié selon le plan d'expérience	135
V.17	Coefficient de frottement des différents essais en fonction du nombre de Sommerfeld - à gauche coefficient moyen, à droite coefficient final	136
V.18	Température moyenne des essais du plan d'expérience en fonction de (a) la puissance spécifique et (b) du produit Pression/vitesse/distance	137
V.19	Température moyenne des essais du plan d'expérience en fonction du coefficient de frottement moyen	138
V.20	Usure des échantillons tribologiques du plan d'expérience	138
V.21	(a) Exemples de profil d'usure (N15 et N28) - Usure des essais du plan d'expérience en fonction de (b) la distance, (c) la température moyenne et (d) la puissance spécifique	139

V.22	Rugosité des échantillons tribologiques replacée dans la matrice d'essais . . .	140
V.23	Rugosité moyenne des échantillons tribologiques en fonction de la pression normale appliquée	140
V.24	Morphologies MEB de l'échantillon N19 (a) grossissement $\times 250$ et (b) grossissement $\times 1000$ - de l'échantillon N18 (c) grossissement $\times 250$ et (d) grossissement $\times 1000$	141
V.25	Courbes de Stribeck des essais MVC réalisés à la suite des essais longs des échantillons N18 et N27	142
V.26	Évolution de la pente du régime mixte (a) des échantillons tribologiques en environnement lubrifiés - (b) des échantillons tribologiques en environnement lubrifiés (ici nommés « tribo ») et des échantillons de référence	143
V.27	Tableau récapitulant les essais tribologiques en environnement lubrifié, leurs caractérisations pré et post-essais et les conclusions sur le glaçage éventuel des surfaces	145
V.28	Zones d'analyse EDS (MEB)	147
V.29	Analyse chimique EDS - Moyenne des pourcentages atomiques des 5 zones d'analyse	148
V.30	(a) Amas compact de débris carbonés - (b) Piqûre d'oxydation sur une électrode en carbone [Takahashi 2013]	149
V.31	(a) Amas diffus - (b) Débris de plusieurs μm - (c) Débris de plusieurs centaines de nm - (d) Débris de plusieurs dizaines de nm.	150
V.32	Évolution des particules de fibres de carbone et des particules de pyrocarbone des composites C/C dans le contact [Zhang 2012]	152
V.33	Visualisation du pas d'ondulation induit par l'usinage initial	152
V.34	Écrêtage	153
A.1	Dispositif de pesée des échantillons	163
A.2	Vue d'ensemble du dispositif d'imprégnation des échantillons de triple pesée (1) pompe à vide, (2) piège à azote liquide, (3) dessicateur, (4) ampoule de coulée permettant d'ajouter l'eau pour imprégner les échantillons	163
B.1	Différence entre un profil brut P et un profil de rugosité R	166
B.2	Exploitation de la courbe représentative du taux de portance	167
B.3	Les trois zones de fonctionnement dans la courbe de portance	169
B.4	Principe d'un système optique confocal chromatique [Stilsa 2017]	170
G.1	Modélisation du coefficient de frottement pour chaque essai du plan d'expérience	198
G.2	Modélisation de l'usure pour chaque essai du plan d'expérience	199
G.3	Modélisation de la rugosité pour chaque essai du plan d'expérience	200
G.4	Modélisation de la température du bain de lubrifiant pour chaque essai du plan d'expérience	200
G.5	Valeurs des coefficients des fonctions d'interpolation C, U, S et T	201
G.6	Exemples de courbes de régression et intérêt du double codage pour la grandeur T	201

Liste des tableaux

I.1	Caractéristiques de trois familles de pyrocarbone [Aubry 2002]	9
I.2	Propriétés des composites C/C (références dans le texte)	12
I.3	Quelques coefficients de frottement caractéristiques des composites C/C [Yen 1996c, Gouider 2004a, Dupupet 2008, Kasem 2008]	14
II.1	Dimensions des ébauches annulaires de disques d'A320 (valeurs en mm) . . .	37
II.2	Porosité connectée des différents échantillons	40
II.3	Porosité ouverte et densités géométriques et absolues des composites Car- bone/Carbone	40
II.4	Propriétés du matériau C/C 2,5D - Valeurs des modules d'élasticité et de cisaillement en GPa, coefficients de Poisson sans unité	46
II.5	Modules d'Young des fibres de carbone et de la matrice (pyrocarbone) [Fujii 2001, Rao 2008]	47
II.6	Caractéristiques mécaniques du composite C/C 2,5D	49
II.7	Caractéristiques mécaniques générales du C/C 2,5D mesurées lors d'essais cycliques à contrainte croissante	53
II.8	Valeurs des paramètres d'ajustement du modèle pour un matériau C/C 2,5D	55
II.9	Caractéristiques du matériau C/C 2,5D obtenues par compression	57
II.10	Comparaison des valeurs du module élastique dans l'épaisseur obtenues par différentes méthodes	63
III.1	Propriétés surfaciques des contre-pièces en acier 16NCD13	66
III.2	Caractéristiques géométriques des contre-pièces en acier 16NCD13	67
III.3	ICP fournisseur et mesuré en laboratoire du T160; n.m. = non mesuré . . .	69
III.4	Viscosité dynamique du T160 en fonction de sa température	70
III.5	Caractéristiques géométriques des disques C/C 2,5D	74
III.6	Force appliquée en fonction de la contre-pièce et de la contrainte attendue .	79
III.7	Correspondance polissage entre le nombre de gains par cm^2 et la taille de grain	80
IV.1	Matrice d'essais du Chapitre IV pour l'étude du comportement tribologique à sec	89
IV.2	Caractéristiques morphologiques et topographiques des échantillons de tribo- logie à sec	92
IV.3	Distance et températures maximales de l'essai ultra longue distance	105

IV.4	Énergies spécifiques au pic de coefficient de frottement des essais tribologiques longs	108
IV.5	Puissance et énergie spécifiques des essais longs	109
V.1	Tableau récapitulatif des essais et des analyses effectués en environnement lubrifié	120
V.2	Caractéristiques des états de surface de référence et conclusion sur leur état de glaçage d'après les critères définis dans la Section V.2.2.1.	127
V.3	Propriétés thermiques des composites Carbone/Carbone 2,5D [Joyeux 1999 , Gouider 2004a]	132
V.4	Valeurs des paramètres tribologiques du plan d'expérience	136
V.5	Bilan des états morphologiques après les essais tribologiques longs en environnement lubrifié - Conclusion intermédiaire sur le glaçage	142
V.6	Analyse ICP effectuée en laboratoire - TV : lub. vierge - TU : lub. usé	147
B.1	Caractéristiques d'un microscope confocal STIL	171
B.2	Choix de la longueur de course et du cut-off à appliquer en fonction du R_a et du R_z (ISO 4288)	171
G.1	(a) Comparaison du codage simple et (b) du double codage pour un facteur A à 3 niveaux	197

Nomenclature

Abréviations

<i>C/C</i>	Carbone/Carbone
<i>CP</i>	Contre-pièce
<i>ICP</i>	Inductively Coupled Plasma
<i>MEB</i>	Microscope électronique à balayage
<i>MOLP</i>	Microscopie optique à lumière polarisée
<i>MVC</i>	Multi-vitesses court
<i>RS</i>	Disque revenant de service
<i>T160</i>	Turbonycoil 160
<i>TU</i>	Lubrifiant utilisé
<i>TV</i>	Lubrifiant vierge

Alphabet grec

σ	Contrainte
η	Viscosité dynamique
ε	Déformation

Alphabet latin

<i>d</i>	Distance de frottement
<i>d_i</i>	Endommagement du cycle <i>i</i>
<i>E</i>	Module d'Young
f	Coefficient de frottement
<i>N</i>	Disque neuf

NOMENCLATURE

P	Disque poli ou Pression normale appliquée
R	Coupe radiale
S	Nombre de Sommerfeld
S_k	Paramètre de rugosité
S_{pk}	Paramètre de rugosité
S_{vk}	Paramètre de rugosité
T	Coupe transversale ou Température
v	Vitesse de frottement
Y_{di}	Taux de restitution d'énergie associé à d_i

Introduction générale

Contexte industriel

Le contexte économique actuel, associé aux exigences environnementales et de diminution de la consommation énergétique, requiert une réduction de la masse des avions afin de rester compétitif. Les matériaux utilisés dans la structure, les moteurs et les différents organes de sécurité sont tous choisis pour leurs propriétés mécaniques et leur faible densité. Ainsi, l'émergence des avions commerciaux de dernière génération a permis l'avènement des pièces en composite.

Dans ce but, les matériaux carbone/carbone (C/C) ont été développés dans les années 1970 comme matériaux thermostucturaux pour des applications hautes températures à l'instar des tuyères. Leur faible densité (inférieure à 2), leurs bonnes propriétés mécaniques jusqu'à 2000°C ainsi que leur importante capacité calorifique à haute température (2,5 fois supérieure à celle de l'acier) en font en effet de bons matériaux constitutifs d'éléments de structure et de freinage à chaud. D'abord utilisés dans les freins d'atterrissage des avions de ligne, ils sont aussi employés dans certains organes de sécurité d'appareils Airbus. Le coefficient de frottement des C/C contre acier reste notamment stable avec la température et ce pour une usure restreinte. Cela leur confère une grande fiabilité.

Le projet dans lequel s'inscrit cette thèse est orienté principalement sur l'étude du comportement des disques de frottement du système anti-retour produit par Ratier Figeac, filiale d'UTC Aerospace Systems et équipementier de grands groupes aéronautiques. Ce système est plus précisément le bloc de sécurité de la vis à billes de l'actionneur du plan horizontal arrière. De par l'adjonction de ce bloc de sécurité, la chaîne cinématique de l'actionneur devient irréversible.

Problématique et objectifs

Durant leur fonctionnement, les disques en Carbone/Carbone subissent des efforts normaux et tangentiels du fait de leur fonction de freinage. Ces sollicitations entraînent une évolution de l'état de surface des disques de frein mais aussi probablement une évolution de la structure du matériau dans l'épaisseur. Un suivi de cette évolution lors d'essais longs sera un élément clé afin de déterminer les phénomènes agissant sur l'évolution du composite. En effet, il est démontré à ce jour qu'une parfaite connaissance des caractéristiques de

frottement des disques en composite C/C à l'état vierge ne garantit pas, à elle seule, un dimensionnement optimisé du système : certaines conditions d'utilisation engendrent des modifications au niveau de la microstructure et de la géométrie des surfaces de contact du composite qui entraînent une évolution significative des caractéristiques du frottement. Ainsi, les disques de frein sont exposés à une usure et à une dégradation potentielles, pouvant mener à leur perte de performance et à la défaillance de l'organe de sécurité.

Dans ce contexte, l'étude de la modification des caractéristiques de la surface des disques de frein durant la durée de vie de l'appareil constitue un véritable enjeu sécuritaire et la quantification de l'évolution de l'état de surface une priorité. Ce suivi des surfaces passe dans cette étude par trois caractérisations principales, à savoir la rugosité des disques, leur morphologie (relevée au MEB) et une troisième caractérisation, tribologique, plus originale et basée sur des essais courts.

De plus, le système industriel à l'origine du projet se trouvant dans un environnement lubrifié, la présente étude porte à la fois sur le comportement tribologique des disques de frein C/C 2,5D en environnement lubrifié mais aussi en environnement sec, rendant possible leur comparaison. Naturellement, outre les aspects d'interface et d'environnement, les caractéristiques mécaniques et thermiques influent sur le comportement tribologique. Des couplages multiphysiques sont même à l'origine d'une compétition entre mécanismes de frottement, dissipation de l'énergie produite et déformations thermomécaniques. Nous nous focaliserons lors de cette étude sur la caractérisation mécanique du matériau dans l'épaisseur et sur le comportement tribologique des disques de frein à sec et en environnement lubrifié par des essais tribologiques plan/plan.

Le travail décrit dans ce document s'inscrit donc dans le processus ayant pour but le développement d'une étude tribologique des disques composites carbone/carbone dans les différentes conditions d'utilisation de Ratier-Figeac. La problématique explorée, c'est-à-dire la compréhension des comportements tribologiques pour le matériau composite C/C 2,5D dans les environnements sec et lubrifié, implique l'étude des paramètres tribologiques pression, vitesse, distance et environnement ainsi que l'état de surface initial. À terme, l'objectif est de proposer une méthodologie prédictive des performances des disques de frottement à travers une modélisation de l'évolution des caractéristiques de frottement en prenant en considération les phénomènes tribologiques et les paramètres identifiés comme les plus significatifs dans les campagnes d'essais tribologiques.

Organisation du manuscrit

Afin de répondre aux objectifs décrits précédemment, ce manuscrit s'articule autour de cinq chapitres.

Le chapitre I présente une synthèse de l'état de l'art sur le matériau Carbone/Carbone, son procédé d'élaboration et les propriétés physiques, mécaniques et thermiques qui en

découlent. Après avoir introduit les concepts tribologiques élémentaires dans nos deux environnements d'étude, le comportement tribologique des composites Carbone/Carbone à sec, sous différents environnements gazeux et sous une diversité de conditions de frottement est décrit. Ce chapitre se poursuit ensuite avec une synthèse du comportement en environnement lubrifié et il permet de discuter des caractéristiques d'évolution d'état de surface observé à sec et en environnement lubrifié dans des études antérieures.

Ensuite, le chapitre II est consacré à la présentation du matériau étudié et aux différentes caractérisations expérimentales utilisées afin de connaître son comportement mécanique en compression principalement, son domaine élastique et inélastique, jusqu'à la rupture. Une modélisation de ce comportement est proposée ainsi qu'une simulation d'un essai d'indentation, complément des essais de caractérisation du domaine élastique.

Le chapitre III s'attache à caractériser les états de surface de trois familles d'échantillons choisies comme références. Il s'agit de disques neufs, de disques revenant de services et de disques polis en laboratoire. Les moyens d'analyses mis en place durant ces travaux, afin de satisfaire les objectifs tribologiques évoqués, sont des moyens de caractérisation topographique (rugosimétrie), morphologique (MEB) et tribologique principalement. Les moyens d'essais tribologiques, à sec et en environnement lubrifié sont présentés et les propriétés du lubrifiant employé durant les essais sont déterminées.

Dans le chapitre IV, des essais tribologiques sont réalisés sur les échantillons de composite Carbone/Carbone 2,5D en environnement sec. Après une caractérisation de la réponse tribologique via des essais Multi-Vitesses Courts (MVC), les résultats des essais tribologiques de longue distance, sous différentes conditions de vitesse et de pression normale appliquées, sont présentés. Ils ont comme objectif la détermination des différentes conditions tribologiques influençant le coefficient de frottement. Les évolutions d'état de surface sont quant à elles analysées et quantifiées. L'influence des conditions tribologiques sur la structure du composite dans l'épaisseur est ensuite discutée.

Le chapitre V porte sur les essais tribologiques menés en environnement lubrifié. Il regroupe l'ensemble des essais MVC menant à la construction de courbes de Stribeck pour chaque famille d'échantillons de référence. Dans un premier temps, les propriétés des essais de longue distance sont dégagées afin d'améliorer la compréhension de la réciprocité des effets du frottement sur l'état de surface et de l'état de surface sur le régime de frottement. Dans un second temps, un plan d'expérience s'attache à analyser les paramètres influençant la réponse tribologique d'une part et l'évolution de l'état topographique et morphologique des échantillons d'autre part. Ainsi, une approche phénoménologique est utilisée dans le but de décrire plus fidèlement le comportement mécanique du matériau.

Enfin, une conclusion générale résumant les faits majeurs de ces travaux clôture le manuscrit. Des perspectives scientifiques et industrielles sont également dégagées.

Chapitre I

Étude bibliographique

Sommaire

1.	Les matériaux carbonés	6
1.1.	Les différentes microstructures des matériaux carbonés	6
1.2.	Procédé de fabrication des fibres de carbone	9
1.3.	Mise en œuvre des composites Carbone/Carbone	10
1.4.	Quelques propriétés des composites Carbone/Carbone	11
2.	Concepts tribologiques élémentaires	13
2.1.	Le coefficient de frottement	14
2.2.	Mécanismes d'usure des matériaux	15
2.3.	Troisième corps et accommodation des vitesses	16
2.4.	Frottement lubrifié	17
2.5.	Énergie dissipée par le frottement	20
3.	Comportement tribologique des composites C/C à sec	21
3.1.	Réactivité des surfaces carbonées	21
3.2.	Effet de l'environnement sur les matériaux carbonés	23
3.3.	Effet du pyrocarbone	24
3.4.	Influence des paramètres tribologiques	25
4.	Évolution d'états de surface des composites C/C lors d'un frottement sec	27
4.1.	Évolution de l'état de surface et régime de frottement	27
4.2.	Effet de la température	29
5.	Comportement tribologique des composites C/C en environnement lubrifié	31
5.1.	Comportement tribologique des C/C 2,5D	31
5.2.	Comportement des paliers hydrodynamiques poreux	33
6.	Conclusions du chapitre	34

Les matériaux composites Carbone/Carbone (C/C) sont des matériaux graphités à l'architecture complexe, très utilisés dans des applications de freinage. Ils sont par exemple très employés dans le cas du freinage des pales d'hélicoptère, des véhicules de Formule 1, des motos de courses et du freinage d'avions de ligne [UsineNouvelle 1996, Gay 2015]. Le freinage est une application du frottement et plus spécifiquement un frottement provoqué dans le but de ralentir ou d'arrêter une pièce en rotation [Bodovillé 2000]. En fonction de la vitesse initiale, il peut être dissipateur d'une grande énergie, qui bien souvent se traduit par une élévation de température [Dufrénoy 2001, Meresse 2012]. C'est pour cela que le comportement tribologique des matériaux Carbone/Carbone a fait l'objet de nombreuses études.

L'état de l'art présenté dans cette partie reprend tout d'abord la description des différents composants du matériau composite C/C 2,5D ainsi que son procédé de fabrication et ses principales propriétés structurales, mécaniques et thermiques. Ensuite, les concepts tribologiques nécessaires à la compréhension des phénomènes à sec et en environnement lubrifié sont présentés. Ainsi, l'organisation du triplet tribologique et la construction de la courbe de Stribeck seront détaillées.

Le comportement tribologique à sec des C/C 2,5D, notamment en condition de freinage, sera abordé, ainsi que celui en environnement lubrifié. Nous verrons enfin qu'une évolution d'état de surface apparaît pour les deux environnements, gazeux et lubrifié. Des pistes de réflexion seront évoquées.

1. Les matériaux carbonés

Les matériaux composites C/C sont constitués de nappes de fibres de carbone, densifiées par une matrice de carbone. Ce matériau « tout carbone » (95 % minimum) possède d'intéressantes caractéristiques pour les applications de frottement à faible coefficient de frottement et qui expliquent son utilisation comme lubrifiant solide. De plus, ses caractéristiques thermiques, sa capacité calorifique notamment, lui confèrent une grande capacité d'absorption d'énergie, même à très haute température.

1.1. Les différentes microstructures des matériaux carbonés

L'élément carbone est présent sous plusieurs formes allotropiques, naturelles ou synthétiques. Une d'entre elle, proche de la structure du graphite, est utilisée pour la fabrication des deux constituants des C/C, les fibres de carbone et le pyrocarbone (PyC). Les différentes formes allotropiques sous lesquelles le carbone peut se présenter sont détaillées dans cette partie puis les deux constituants du composite C/C et le procédé d'élaboration menant à la structure finale du composite seront exposés.

1.1.1. Diamant

On connaît au carbone deux composés naturels, le graphite et le diamant. La formation de ce dernier nécessite des conditions de pression et de température extrêmes (entre 1 100 et 1 400°C et entre 4,5 GPa et 6 GPa de pression), caractéristiques correspondant à des profondeurs d'environ 150 à 200 km dans le manteau terrestre [Field 1992, Davis 1993]. On dit alors que le diamant est une forme métastable du carbone, dont la formation est impossible dans les conditions normales de pression et de température. L'hybridation du carbone sous forme diamant est sp^3 et sa structure cristalline est cubique face centrée, avec chaque atome de carbone lié à quatre autres atomes. La structure particulière de cet édifice tridimensionnel, dense et rigide, confère au diamant des propriétés isotropes, une densité forte, une dureté extrême et un caractère isolant.

1.1.2. Formes graphitiques

La deuxième forme commune du carbone est le graphite, et par extension les carbones paracristallins. Le graphite est constitué de feuilles de graphènes (couches planes aromatiques) où les atomes de carbone sont organisés en réseau hexagonal (hybridation sp^2). Ces feuilles peuvent être empilées en ABA (graphite hexagonal) qui est l'empilement le plus stable ou en ABC (graphite rhomboédrique). La Figure I.1a montre un empilement ABA. Sur un graphite parfait, les grains sont constitués de feuilles parfaitement planes et parallèles [Naslain 1995].

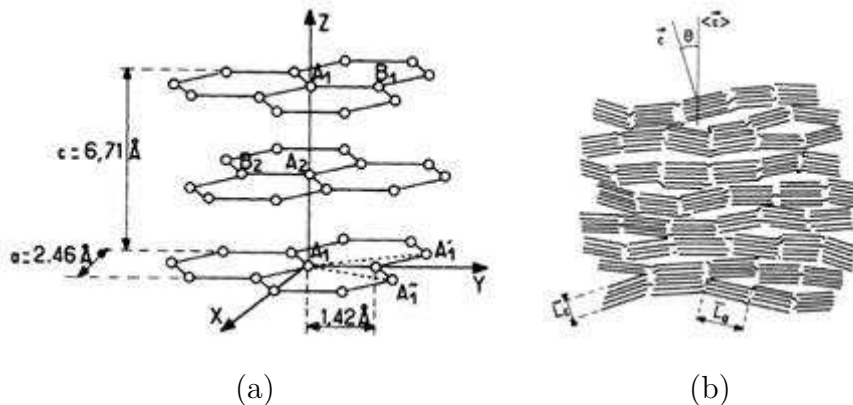


FIGURE I.1 – (a) Structure cristalline du graphite, (b) coupe schématique d'un grain de carbone turbostratique [Naslain 1995]

La structure lamellaire du graphite et des carbones turbostratiques (autre terme pour carbones paracristallins - Fig. I.1b) est à l'origine de l'anisotropie de ses propriétés électriques, thermiques et mécaniques. Les valeurs de conductivités électrique et thermique, de module d'Young sont très élevées dans la direction parallèle aux plans et très faibles dans la direction perpendiculaire.

Le graphite et les turbostratiques peuvent être obtenus par procédé de dépôt ou d'infiltration en phase vapeur (CVD ou CVI). Les carbones créés par la technique de CVD/CVI sont appelés pyrocarbones. Un mélange fortement carboné (méthane, propane...) est craqué

afin de séparer les atomes et leur permettre de se déposer. Les paramètres de pression de gaz et de température (1000-1200°C) du dépôt influent sur le degré de cristallinité final. À ce stade, le dépôt comporte des défauts ce sont les carbones paracristallins. Un traitement thermique à une température supérieure à 2200°C permet de transformer le paracristallin graphitisable en graphite.

Les feuilles courtes de graphène y sont rassemblées en Unités Structurales de Base (USB), semblables aux grains dans les matériaux métalliques. Ces USB peuvent être orientées dans une direction préférentielle mais ne créent pas une continuité parfaite. Les différents dépôts paracristallins sont classés en fonction de leur degré de pré-orientation directement lié à leur caractère graphitisable. On peut voir sur la Figure I.2 des carbones turbostratiques avec une pré-orientation nulle (à gauche), une pré-orientation faible (au centre) et une pré-orientation forte (à droite) [Franklin 1951]. Il s'agit respectivement des PyC isotrope (ISO), laminaire lisse (LL) et laminaire rugueux (LR).

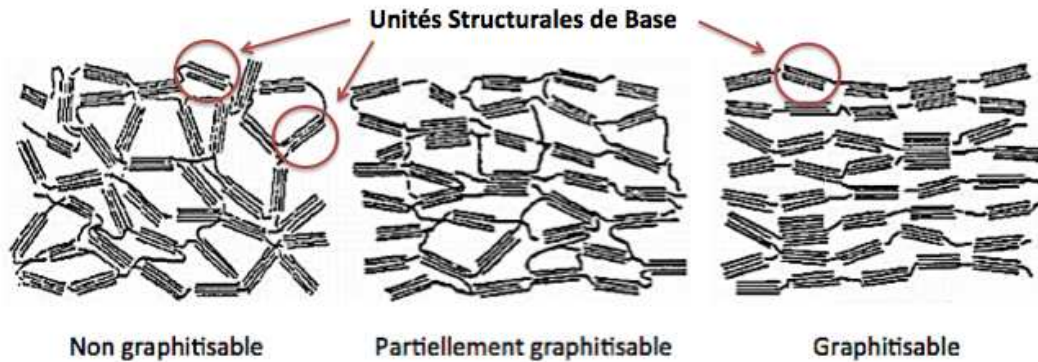
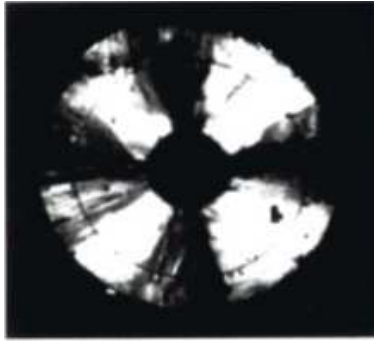


FIGURE I.2 – Représentation schématisée de la texture des carbones turbostratiques suivant leur aptitude à la graphitisation [Franklin 1951]. On reconnaît, de gauche à droite, les formes isotrope (ISO), laminaire lisse (LL) et laminaire rugueux (LR)

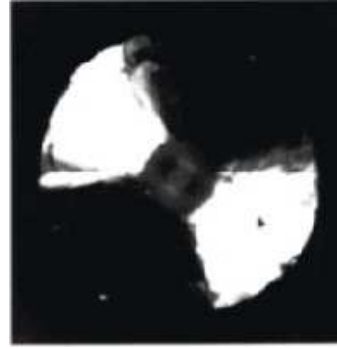
1.1.3. Mise en évidence du type de pyrocarbone

Un des moyens de mise en évidence des différentes structures de carbones turbostratiques est la microscopie optique à lumière polarisée (MOLP). Cette technique a été utilisée par Lieberman et Pierson [Lieberman 1974] sur les pyrocarbones et se sont eux qui ont classé et nommé les différentes structures à partir de leurs observations MOLP.

Lorsque le polariseur et l'analyseur du microscope sont croisés, le pyrocarbone anisotrope (LL et LR) forme une croix claire sur le fond sombre (croix de Malte - Fig. I.3a). Dans le cas du PyC ISO, le dépôt apparaît sombre, et les croix sont à peine visibles. Le pyrocarbone LL présente des croix peu contrastées, aux contours bien définis à l'origine de l'appellation « lisse ». Les croix de Malte d'un pyrocarbone LR sont très contrastées avec des contours irréguliers. L'anisotropie du dépôt peut être quantifiée par la méthode de l'angle d'extinction α : en faisant tourner l'analyseur d'un angle α , une rotation des parties claires et obscures des croix de Malte est observée, jusqu'à former deux zones claires uniquement



(a) Le polariseur et l'analyseur sont positionnés de façon à faire apparaître une croix de Malte



(b) Disparition de la croix de Malte après rotation de l'analyseur d'un angle α appelé l'angle d'extinction

FIGURE I.3 – Méthode de calcul de l'angle d'extinction α - Photos [Lavenac 2000]

(Fig. I.3b). La répartition des différents pyrocarbones en trois catégories [Aubry 2002] (ou plus selon les auteurs [Bourrat 2004]) s'explique par les propriétés spécifiques à chaque famille.

Le Tableau I.1 montre que la masse volumique des PyC augmente avec la capacité de graphitisation alors que la distance intercouche diminue, parallèlement à une décroissance de la porosité.

Caractéristiques structurales et physiques	Pyrocarbone ISO	Pyrocarbone LL	Pyrocarbone LR
Masse volumique (g.cm^{-3})	1,5 - 1,8	1,7 - 1,9	2,0 - 2,1
Angle d'extinction	$< 4^\circ$	entre 10° et 13°	$> 18^\circ$
Anisotropie optique	image sombre	croix larges bien définies	croix noires irrégulières
Graphitisation possible	non	partielle	oui
Distance intercouche ($\text{\AA}$)	3,44	$< 3,44$	3,37

TABEAU I.1 – Caractéristiques de trois familles de pyrocarbone [Aubry 2002]

1.2. Procédé de fabrication des fibres de carbone

La fibre de carbone est un produit carboné très utilisé dans la fabrication des composites, et *a fortiori* dans les composites C/C. Différents procédés d'élaboration existent, selon la nature des précurseurs carbonés : polyacrylonitrile (PAN), rayonne, brai... Le procédé présenté ici est celui des fibres dites ex-PAN.

Sous sa forme la plus complète, le procédé ex-PAN comporte les étapes présentées dans la Figure I.4. Tout commence par le filage du précurseur organique, le PAN ; cette

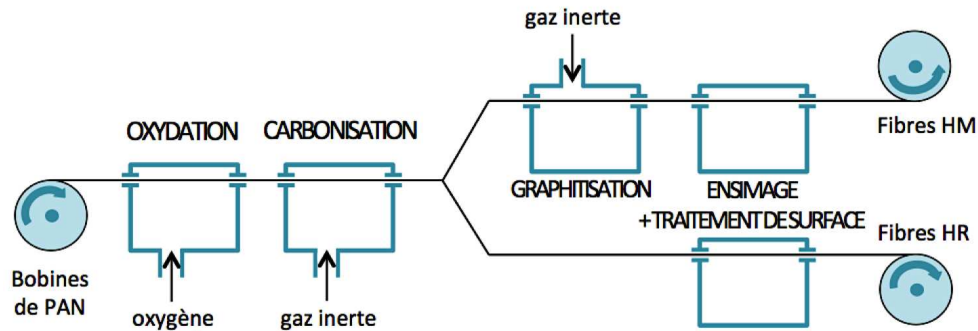


FIGURE I.4 – Procédé de fabrication des fibres de carbone ex-PAN [Dupupet 2008]

étape permet de maximiser l'alignement axial du polymère. En effet, il faut aligner le mieux possible les plans graphitiques parallèlement à l'axe de la fibre. Pour ce faire, une force de tension est appliquée à la fibre. Puis, une déshydrogénation-oxydation à l'air vers 200-300°C vise à rendre le précurseur suffisamment infusible pour qu'il puisse supporter sans dommage l'élévation de température. Un traitement de carbonisation à moyenne température (1100-1300°C) sous atmosphère inerte élimine ensuite l'essentiel des hétéroatomes volatils (N, O). À ce stade, la fibre est caractérisée par une masse volumique comprise entre 1,5 et 1,8 g.cm⁻³, un module d'Young moyennement élevé et une forte résistance mécanique. Ces fibres sont dénommées fibres HR (haute résistance). L'étape de graphitisation correspond à la fabrication de fibres haut module (HM) et n'est pas une étape obligatoire, notamment pour des applications de freinage [Gouider 2004a]. Ce traitement à très haute température (jusqu'à environ 3000°C) sous atmosphère inerte et, dans certains cas, sous tension mécanique favorise l'alignement des plans graphitiques parallèlement à l'axe de la fibre : la fibre est alors dite de graphite. Ce traitement est accompagné d'une diminution de porosité et d'une augmentation de la masse volumique (1,8-2,1g.cm⁻³) ainsi que d'une élévation du module d'Young. Enfin, l'oxydation finale visible sur la Figure I.4 n'est pas une étape d'élaboration des fibres de carbone à proprement parler. C'est un traitement de surface en milieu acide (sous HNO₃ par exemple), optionnel, qui permet d'accroître la rugosité des filaments dans le but d'améliorer la liaison fibre-matrice du futur composite.

1.3. Mise en œuvre des composites Carbone/Carbone

Plusieurs procédés d'élaboration mènent à des composites composés à 95% de carbone. À partir d'un renfort fibreux, la transformation en composite Carbone/Carbone peut se faire par dépôt chimique en phase vapeur [Dupupet 2008]. Ainsi, les matériaux composites C/C élaborés par densification chimique en phase gazeuse sont constitués de deux produits carbonés : les fibres de carbone et le pyrocarbone, décrits aux paragraphes précédents.

L'élaboration du matériau a lieu en trois à quatre grandes étapes (Fig. I.5). Tout d'abord, il est nécessaire d'élaborer la préforme fibreuse, qui va constituer l'architecture du matériau. Il peut s'agir de nappes unidirectionnelles, de mat (fibres disposées aléatoirement),

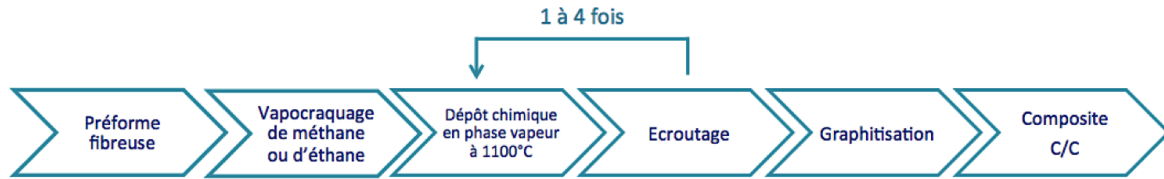


FIGURE I.5 – Fabrication du matériau composite Carbone/Carbone par dépôt chimique en phase vapeur d'après [Dupupet 2008]

de fibres tissées, tressées ou aiguilletées ... L'étape de densification est ensuite réalisée par le procédé CVI (Chemical Vapor Infiltration). Elle consiste en une infiltration du carbone « gazeux » à l'intérieur de la préforme afin de réduire au maximum les porosités. Le dépôt est volontairement lent afin de laisser aux atomes le temps de diffuser à cœur de la préforme et créer un réseau paracristallin le plus parfait possible (plusieurs centaines d'heures [Delhaes 2006]). Ce phénomène est aussi favorisé par une température de procédé élevée. Vient ensuite l'étape d'écroutage : le procédé de densification est interrompu une à quatre fois afin d'écrouter la surface de la pièce [Dupupet 2008]. En effet, les atomes doivent pouvoir s'infiltrer au cœur de la préforme fibreuse. Cela est rendu impossible lorsque la densification a bouché les accès à la porosité ouverte [Berthelot 1999]. Enfin, l'élaboration du matériau peut être finalisée par une graphitisation. Cette étape d'exposition à très haute température (2000 à 2400°C) est optionnelle. Elle permet de purifier la matière et d'augmenter l'alignement des plans graphitiques du pyrocarbone.

Au final, on considère que les composites Carbone/Carbone sont constitués à 95% de carbone. Les 5% restants sont des éléments volatils, impuretés, des atomes d'oxygène et d'hydrogène et des cendres.

1.4. Quelques propriétés des composites Carbone/Carbone

Les matériaux composites Carbone/Carbone bien qu'uniquement constitués d'un seul élément chimique ne sont pas des matériaux simples dans leur microstructure et dans leur élaboration. Mais l'intérêt qui leur est porté est mérité au vu de leurs propriétés mécaniques et thermiques présentées dans le Tableau I.2 et des propriétés tribologiques exposées aux chapitres IV et V.

1.4.1. Densité géométrique et porosité

La densité des composites Carbone/Carbone varie entre 1,4 et 2 selon le procédé de fabrication. Les procédés par voie gazeuse permettent d'augmenter cet intervalle à 1,7-2 [Bruneton 1997]. En effet, le procédé est composé de plusieurs cycles de densification/écroutage, qui permettent d'amener les atomes de carbone au cœur de la préforme fibreuse. Si le procédé choisi n'est pas constitué d'un nombre de cycles suffisant par exemple, la porosité totale du matériau peut être élevée et la densité reste faible, autour de 1,7 [Ju 2000, Hu 2010, Dietrich 2012].

Densité	1,7 à 2
Porosité ouverte	5 à 13 %
Module d'Young	8 à 20 GPa
Contrainte à la rupture	30 à 33 MPa
Capacité calorifique	à 20°C à 1000°C
	750 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹ 2100 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Conductivité thermique	12 à 18 m ⁻¹ .K ⁻¹

TABLEAU I.2 – Propriétés des composites C/C (références dans le texte)

De tels matériaux composites possèdent une porosité comprise entre 8 et 13 %, toujours selon les caractéristiques du procédé de densification [Yen 1994, Yen 1996b, Chen-Chi 1996, Drach 2011].

1.4.2. Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de ces matériaux ne sont pas souvent données dans la littérature. De plus, ces matériaux présentent une forte anisotropie. Leur module d'Young E est compris entre 9 et 20 GPa [Diss 2002].

Dhami et al. [Dhami 1995] ont comparé les comportements mécaniques de plusieurs composites C/C dont les modes d'imprégnation de la matrice diffèrent. Il ressort de cette étude qu'un composite C/C ayant une matrice en pyrocarbone possède une contrainte à la rupture en traction (mesurée en flexion 3 points) entre 35 à 55 MPa.

1.4.3. Caractéristiques thermiques

Les caractéristiques thermiques enfin permettent d'apprécier leur capacité à absorber l'énergie consécutive au frottement et à la transmettre.

La capacité calorifique massique C_p des composites C/C 2,5D est de 750 J.kg⁻¹.K⁻¹ à 20°C [Fouquet 2003, Gouider 2004a], environ le triple à 1000°C (2100 J.kg⁻¹.K⁻¹). Les freins Carbone/Carbone sont bien meilleurs en absorption d'énergie à haute température. Les freins en acier en comparaison possèdent une chaleur massique de 470 J.kg⁻¹.K⁻¹ à 20°C et de 650 J.kg⁻¹.K⁻¹ à 1000°C [Joyeux 1999].

La conductivité thermique, quand à elle, est de 12 à 18 W. m⁻¹. K⁻¹, alors qu'elle est de 46 W. m⁻¹.K⁻¹ pour l'acier et de 390 W. m⁻¹.K⁻¹ pour le cuivre. C'est une valeur relativement faible qui s'explique par l'hétérogénéité et la porosité du matériau.

2. Concepts tribologiques élémentaires

La tribologie est une science ancienne, employée par les hommes préhistoriques qui se servaient de l'échauffement provoqué par le frottement d'un bout de bois sur des brindilles sèches pour produire du feu et par les égyptiens antiques qui introduisaient des troncs d'arbre sous les lourds blocs de granit à déplacer, diminuant ainsi fortement le coefficient de frottement grâce au roulement de ce « troisième corps ». Cependant, c'est en 1663 que sont posées les premières équations du frottement statique et il faut attendre 1968 pour que G. Salomon propose de donner un nom à cette discipline à partir des racines grecques *tribein* (frotter) et *logos* (discours, étude). Cette science regroupe les lois et théories régissant le mouvement relatif entre les surfaces, en contact direct ou interfacées par un lubrifiant. Elle prend en compte le frottement, l'usure et la lubrification [Frêne 1990].

Les notions élémentaires présentées dans cette partie introduisent le comportement tribologique des composites Carbone/Carbone de notre étude. Ces derniers pouvant être utilisés à sec et en environnement lubrifié, les mécanismes tribologiques mis en jeu dans les deux environnements sont notamment décrits. Les notions de coefficient de frottement, d'usure, d'accommodation des vitesses, de régime de lubrification seront explicités.

Comme le représente la Figure I.6, les surfaces frottantes sont appelées « premiers corps ». Si des particules sont produites lors du frottement, elles sont nommées « troisième corps ». L'environnement et le mécanisme contenant le contact, ajoutés aux premiers et troisièmes corps, constituent le « tribo-système ».

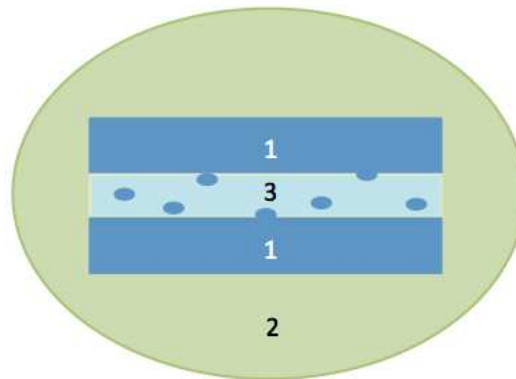


FIGURE I.6 – Représentation du tribo-système : (1) les premiers corps, (2) l'environnement du contact et (3) l'interface comprenant le lubrifiant et le troisième corps s'il y a lieu ; d'après [Berthier 1990]

Le comportement tribologique des deux surfaces en frottement est fonction d'un grand nombre de paramètres :

- les paramètres mécaniques : pression de contact, vitesse de glissement ;
- les paramètres matériaux : propriétés mécaniques et thermiques des matériaux volumiques, densité, microstructure et orientation des fibres ;

- les états de surface initiaux ;
- les paramètres physico-chimiques : environnement du contact (gazeux ou lubrifié), réactivité des surfaces.

2.1. Le coefficient de frottement

Les premières lois de frottement empiriques sont émises vers 1660-1670 par Amonton :

- (1) La force de frottement est indépendante de l'aire de contact ;
- (2) La force de frottement (celle qui s'oppose au mouvement) est proportionnelle au poids du corps déplacé sur un plan horizontal

$$F_T = f.M.g \quad (\text{I.1})$$

avec f le coefficient de frottement, M la masse du corps déplacé et g l'accélération de la pesanteur ; le produit $M.g$ représente le poids.

Coulomb ajoute trois lois complémentaires en 1785 :

- (3) La force de frottement est indépendante de la vitesse de glissement ;
- (4) Le coefficient de frottement n'est constant que pour un couple de matériaux donné dans un environnement donné. De ce fait, le coefficient de frottement n'est pas une propriété du matériau mais du tribo-système ;
- (5) La force de frottement statique est supérieure à la force de frottement dynamique ;

Lors des essais tribologiques, où la force normale appliquée F et les efforts transversaux F_T sont connus ou mesurés, le coefficient de frottement est directement extrait de la formule (I.1) :

$$f = \frac{F_T}{F} \quad (\text{I.2})$$

La valeur moyenne du coefficient de frottement dynamique des C/C contre de l'acier à sec communément admise est de 0,15 (Tab. I.3). Ce coefficient change en fonction de l'environnement (gazeux ou lubrifié) et de l'autre matériau engagé dans le frottement.

Couple de frottement	Valeur de f
C/C contre acier à sec	0,15
C/C contre acier lubrifié	0,03
C/C contre C/C	0,16 à 0,20

TABLEAU I.3 – Quelques coefficients de frottement caractéristiques des composites C/C [Yen 1996c, Gouider 2004a, Dupupet 2008, Kasem 2008]

2.2. Mécanismes d'usure des matériaux

Le frottement peut provoquer, quel que soit le coefficient de frottement, une dégradation d'un ou de plusieurs matériau(x) en contact. L'usure est définie comme la perte de matière ou de fonctionnalité suite au frottement. Il n'existe pas de norme ou de standard pour exprimer l'usure. Bien souvent, on parle de taux d'usure qui est la masse ou le volume de matière perdue rapporté(e) à la distance parcourue et/ou par unité de surface. Ainsi, une profondeur d'usure pourra être transformée en volume.

Les différents mécanismes provoquant l'usure et ainsi que l'émission éventuelle de débris de troisième corps sont les suivants [Cartier 2001b] :

- Usure abrasive (Fig. I.7a) : cette usure est causée par les aspérités d'un corps dur (premier ou troisième corps) sur un corps plus mou. La déformation causée peut être plastique ou par enlèvement de matière. Visuellement, elle est reconnaissable par les sillons parallèles à la direction de glissement ;
- Usure adhésive (Fig. I.7b) : l'usure est causée par des jonctions qui peuvent se créer aux zones de contact des premiers corps donnant ainsi naissance à des liaisons adhésives (soudures froides fréquentes chez les métaux) et dont les résistances mécaniques peuvent être supérieures à celles d'un ou des matériaux en frottement. Sous l'effet du cisaillement, le matériau le plus faible mécaniquement peut céder et perdre sa matière superficielle ;
- Usure par érosion : il s'agit de l'usure d'une surface par un fluide chargé de particules ;
- Usure par fissuration et usure par Transformation Tribologique Superficielle (TTS) : des fissures peuvent être engendrées par les contraintes mécaniques cycliques imposées par le frottement, mais aussi par des déformations plastiques ou des changements de structure microscopique se traduisant par une augmentation significative de la dureté du matériau,

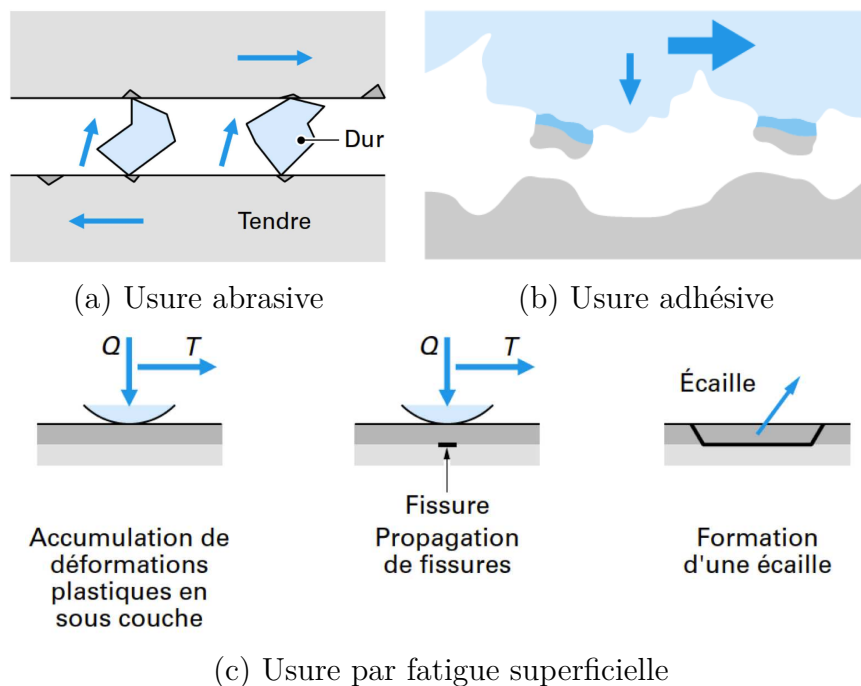


FIGURE I.7 – Phénomènes d'usure possibles lors d'un frottement [Cartier 2001b]

pouvant amener à sa fragilisation [Dudragne 2000]. Dans les deux cas, un écaillage consécutif à la formation de fissures parallèles à la surface de frottement peut apparaître lorsque les contraintes créent des déformations plastiques en sous-couche (Fig. I.7c).

2.3. Troisième corps et accommodation des vitesses

Le troisième corps, de par sa présence entre les deux surfaces en contact, fait partie intégrante du comportement tribologique. Pour le décrire, un concept phénoménologique a été élaboré par Godet et Berthier à partir d'observations expérimentales [Godet 1984, Berthier 1990]. Il est basé sur la prise en compte de l'usure et des particules de troisième corps qu'elle peut engendrer, ainsi que le trajet de ces débris à travers le contact.

Le modèle proposé décrit les 5 sites d'accommodation des vitesses (Fig. I.8) ainsi que les 4 mécanismes qui peuvent y avoir lieu :

- le mode *élastique* M_1 est un mécanisme réversible. Les solides (premiers et troisième corps) se déforment tout en restant dans le domaine élastique et ces déformations participent à l'accommodation des vitesses ;
- le mode *rupture* M_2 est irréversible. Ce mode n'accommode pas la vitesse mais participe à une dissipation d'énergie. Il peut alimenter le contact en débris lors la rupture des premiers corps ou de débris plus petits s'il y a rupture du troisième corps ;
- le mode *cisaillement* M_3 est défini comme irréversible. Il s'agit des cisaillements plastique et visqueux. Le cisaillement réversible est compris dans le mécanisme M_1 ;
- enfin le mode *roulement* M_4 est aussi non-réversible. Il comprend le roulement par formation de billes ou des rouleaux dans le contact.

Ainsi, par combinaison des 4 mécanismes dans les 5 sites d'accommodation possibles, vingt configurations différentes peuvent exister et co-exister.

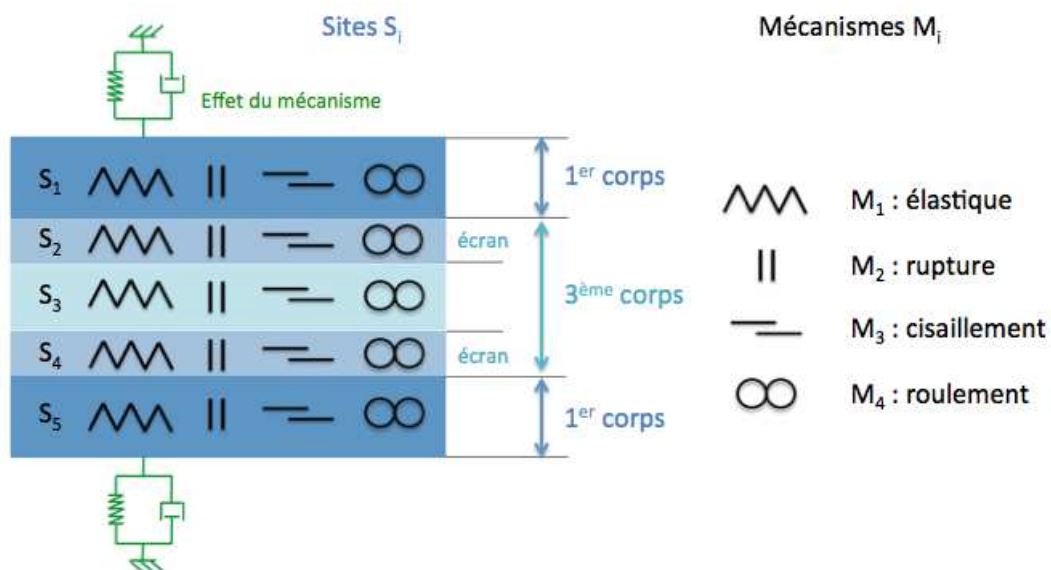


FIGURE I.8 – Mécanismes et sites d'accommodation des vitesses d'après [Berthier 1989]

Note En environnement lubrifié, le cisaillement du troisième corps fluide accommode la vitesse par cisaillement, ce qui correspond à un mécanisme S_3M_3 . Le modèle d'accommodation des vitesses et les mécanismes mixtes et hydrodynamiques sont compatibles. Ce sont deux mécanismes qui interviennent dans l'épaisseur de l'interface. Ils seront présentés dans la Section I.2.4.

Le circuit tribologique (Fig. I.9) quant à lui, regroupe les informations de la circulation des particules de troisième corps dans le contact. Le mouvement des débris s'apparente à un flux de matière et on parle de débit de troisième corps :

- *débit interne* noté Q_i : il regroupe les caractéristiques des débris présents dans le contact. Ces caractéristiques sont principalement la vitesse dans la direction (pas nécessairement le sens) du glissement et les gradients de vitesse dans la direction transverse (dans l'épaisseur) ;
- *débit éjecté* noté Q_e : il représente le troisième corps qui sort du contact ;
- *débit d'usure* noté Q_u : une partie du débit éjecté sort définitivement du contact. Il s'agit du débit d'usure. Les particules de ce débit constituent l'usure réelle ;
- *débit de recirculation* noté Q_r : le débit éjecté peut aussi se réintroduire dans le contact ;
- *débit source interne* noté Q_s^i : il s'agit du troisième corps créé dans le contact par détachement de particules d'un ou des 2 premiers corps ;
- *débit source externe* noté Q_s^e : ce débit source est apporté artificiellement par ajout de matière.

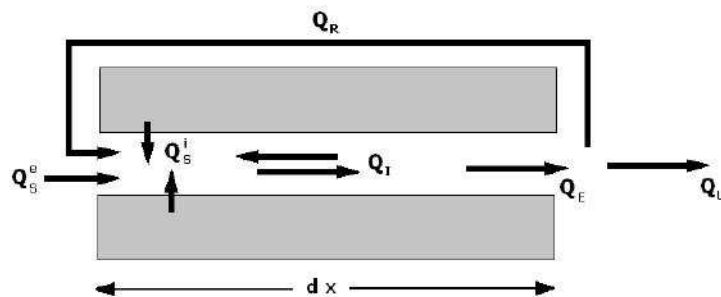


FIGURE I.9 – Schéma de la circulation du troisième corps d'après [Berthier 1990]

2.4. Frottement lubrifié

Les applications tribologiques ne nécessitent pas toujours un coefficient de frottement élevé et des propriétés thermiques particulières comme dans le cas du freinage. Au contraire, il peut arriver que l'on souhaite une usure et un coefficient de frottement faibles, par exemple dans les éléments de transmission de mouvement type roulements. C'est ce dernier cas qui est prépondérant dans les manuels de tribologie : la réduction du frottement et de l'usure. Historiquement, les premiers humains ont utilisé des huiles végétales et des graisses d'animaux. Aujourd'hui, les lubrifiants sont très techniques et hautement diversifiés. Nous allons voir dans cette partie les concepts de base de la tribologie lubrifiée.

Bien souvent, la fonction principale du lubrifiant est de séparer les surfaces en contact de roulement et de glissement, améliorant les performances et réduisant l'usure. Ce lubrifiant peut aussi jouer un rôle de caloporteur (réfrigérant ou homogénéisateur thermique) ou de protecteur contre la corrosion. La lubrification peut aussi participer à l'évacuation des débris.

2.4.1. Les 3 régimes de lubrification

Lorsqu'une substance lubrifiante est interposée entre deux surfaces en mouvement relatif, 3 cas peuvent se produire [Montmitonnet 2000, Montmitonnet 2001, Kalin 2013, Guay 2014] :

- L'épaisseur du lubrifiant est très faible (beaucoup plus petite que la hauteur des aspérités) ; une couche adhérente moléculaire de lubrifiant s'établit sur les surfaces, neutralisant le champ d'attraction moléculaire des premiers corps. C'est le graissage onctueux, application très fréquente dans l'industrie ;

- L'épaisseur du lubrifiant, bien que plus grande que dans le cas précédent, reste inférieure à la hauteur des aspérités et n'empêche pas le contact intermittent entre les surfaces. Le graissage est dit alors mixte ou imparfait. C'est une configuration très fréquente ;

- L'épaisseur du lubrifiant est supérieure à la hauteur maximale des aspérités ; le régime de lubrification est dit hydrodynamique ou parfait. Un film d'huile sépare complètement les surfaces. Les résistances au mouvement correspondent aux efforts de cisaillement des diverses couches de lubrifiant dont les vitesses de mouvement relatif varient de 0, pour la couche en contact avec le premier corps fixe, jusqu'à la vitesse maximale, v . C'est le cisaillement du fluide lubrifiant qui prend en charge le mouvement relatif des 2 solides. La vitesse de glissement dépend donc fortement de la viscosité du fluide.

2.4.2. Courbe de Stribeck

L'effet des différents régimes sur le comportement tribologique est souvent représenté par la courbe de Stribeck. Elle montre l'évolution du coefficient de frottement en fonction d'un paramètre adimensionnel nommé nombre de Sommerfeld S [Ledrappier 2005] :

$$S = \frac{\eta \times v}{P} \quad (\text{I.3})$$

avec η la viscosité dynamique du lubrifiant, v la vitesse de mouvement relatif d'une pièce par rapport à l'autre, P la pression normale appliquée.

Les trois régimes de lubrification énoncés dans la Section I.2.4.1. peuvent être distingués sur la Figure I.10. Le régime de lubrification dit onctueux intervient sur la courbe de Stribeck par un palier où le coefficient de frottement est constant pour des valeurs faibles du nombre de Sommerfeld (zone I). Puis, à partir d'un nombre de Sommerfeld (qui varie selon la nature du lubrifiant et les premiers corps engagés dans le frottement), le coefficient

de frottement chute alors que le nombre de Sommerfeld augmente. Il s'agit du régime mixte (zone II). Enfin, le régime hydrodynamique apparaît pour les nombres de Sommerfeld les plus élevés (zone III).

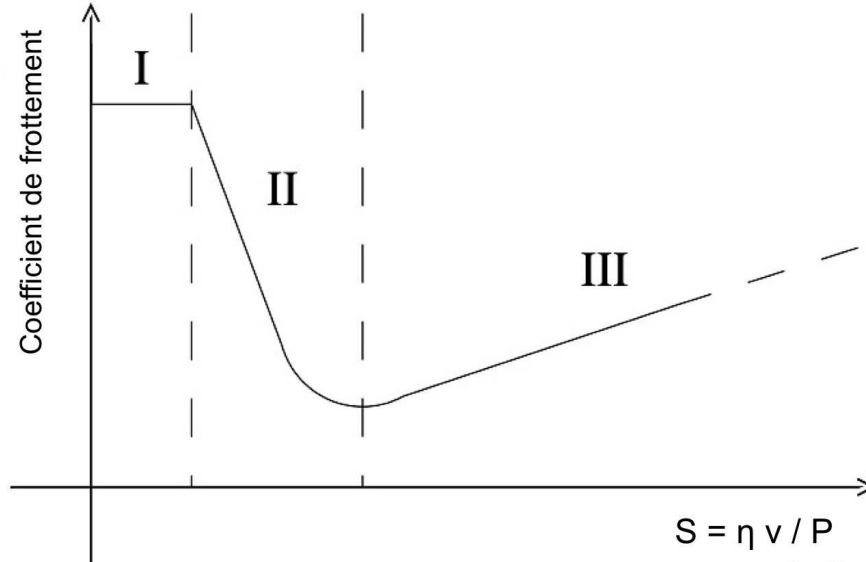


FIGURE I.10 – Courbe de Stribeck : évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de Sommerfeld S [Dragon-Louiset 2001]

2.4.3. Modélisation du frottement lubrifié

Une mise en équation empirique [Lampaert 2002] a été développée :

$$f = f_C + (f_S - f_C) \times \exp\left(-\left|\frac{v}{v_S}\right|^\alpha\right) + \beta \times v \quad (\text{I.4})$$

avec f_C le coefficient de frottement de « Coulomb », f_S le coefficient de frottement statique, v la vitesse de glissement, v_S la vitesse dite de « Stribeck », α et β des paramètres d'ajustement. Le dernier terme de la formule, selon ces auteurs, représente une force de frottement « visqueuse » et la somme des deux premiers termes représente l'effet de Stribeck.

Cette formulation a ensuite été modifiée [Do 2004, Do 2005] :

$$f = f_0 \times \exp\left(-\left|\frac{v}{v_S}\right|^\alpha\right) + \beta \times v \quad (\text{I.5})$$

avec :

- f_0 , le coefficient de frottement statique, lié à la microstructure de la surface,
- α liée à la quantité de lubrifiant.

L'identification des paramètres de ce modèle (f_0 , v_S , α , β) est ainsi possible car ils sont reliés à des paramètres mesurables. Le modèle peut alors être utilisé à des fins prédictives.

2.5. Énergie dissipée par le frottement

Les équations suivantes permettent de calculer l'énergie spécifique et la puissance spécifique produites lors du frottement et dissipées sous forme de chaleur [Fouquet 2003].

L'énergie mise en jeu dans le contact est de la forme [Cartier 2001a, Mathieu 2003] : $E = f \times F \times d$ avec f le coefficient de frottement, F la force normale appliquée et d la distance de frottement. Dans le cas d'un frottement rotatif plan/plan, l'énergie spécifique E_S (énergie par unité de surface) est donnée par l'équation (I.6) :

$$E_S = f \times \frac{F}{S_u} \times d \quad (\text{I.6})$$

soit

$$E_S = f \times \frac{F}{S_u} \times N \times 2\pi \times R_e$$

avec F la force normale appliquée en N, S_u la surface de frottement en m^2 , N le nombre de tours et R_e le rayon d'embrayage en m . L'énergie spécifique est exprimée en J/m^2 .

La puissance spécifique P_S est la puissance par unité de surface et s'exprime en $J/(m^2.s)$. Avec v la vitesse linéique en m/s [Mathieu 2003] :

$$P_S = \frac{f \times F \times v}{S_u} \quad (\text{I.7})$$

Enfin, cette énergie thermique est une quantité de chaleur Q qui se traduit par une élévation de la température ΔT :

$$\Delta Q = MC_p \Delta T \quad (\text{I.8})$$

avec M la masse et C_p la capacité calorifique massique, propriétés des premiers corps.

3. Comportement tribologique des composites C/C à sec

Le rapport de la faible densité des composites Carbone/Carbone et de leur bonne conductivité thermique a rapidement créé de l'intérêt pour ces matériaux dans les domaines aéronautiques pour les applications hautes températures telles que les tuyères ou les puits de chaleur (frein).

La Figure I.11 montre la quantité d'énergie absorbée pour les matériaux classiquement utilisés dans le freinage (cuivre et acier) ainsi que les Sepcarb (marque déposée de C/C) et le béryllium (non utilisé du fait de sa toxicité [Naslain 1995]). L'énergie absorbée par les C/C est nettement supérieure à celle des autres matériaux. De nombreuses études ont été menées pour comprendre les caractéristiques du frottement des C/C en environnement gazeux et sec.

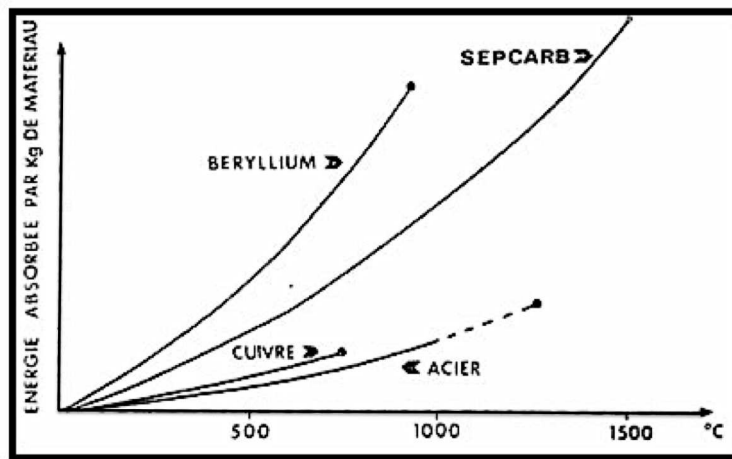


FIGURE I.11 – Énergie absorbée lors du frottement pour différents matériaux [Naslain 1995]

Si la valeur moyenne du coefficient de frottement dynamique des C/C contre de l'acier à sec est de 0,15 [Yen 1996c, Gouider 2004a, Dupupet 2008, Kasem 2008], les matériaux carbonés et donc les composites C/C possèdent un comportement tribologique fortement dépendant de la contre-pièce utilisée et de l'environnement gazeux dans lequel il se trouve. Nous allons d'abord étudier dans cette partie la réactivité chimique des surfaces carbonées. Puis nous approfondirons l'effet de l'environnement gazeux. Ensuite, nous nous pencherons sur la nature cristalline du pyrocarbone et sur l'influence des paramètres d'élaboration. Enfin, l'influence des différents paramètres d'essai sur le comportement tribologique sera étudiée.

3.1. Réactivité des surfaces carbonées

L'élément carbone, grâce à ses quatre liaisons covalentes, est un élément ayant une grande réactivité chimique. L'affinité chimique la plus intéressante ici est l'affinité avec le dioxygène et l'eau.

I . Étude bibliographique

Les réactions chimiques qui ont lieu sur les surfaces frottantes sont très importantes dans le comportement tribologique de ces mêmes surfaces [Ahmed 1987, Gilmore 1994, Blanco 1997]. Il est mis en évidence (Figure I.12c) sur des disques de frein d'un appareil de ligne que le coefficient de frottement est plus important en début qu'en fin de journée de service, pour des raisons de désorption le jour (sous l'effet de la température notamment) de l'eau absorbée durant la nuit.

Le mécanisme d'absorption de molécules d'eau est illustré à la Figure I.12a. Des atomes d'oxygène sont chimisorbés sur la surface carbonée, puis les molécules d'eau sont physisorbées via l'oxygène. Comme schématisé sur le graphique (b) de la même figure, la présence d'oxygène est une condition *sinequanone* à la mouillabilité et l'adhérence de l'oxygène de l'eau sur le carbone. En fin de journée de travail d'un avion type, comme après un atterrissage, la Figure I.12d montre que la température des freins diminue et que parallèlement la surface se recharge en oxygène et en eau.

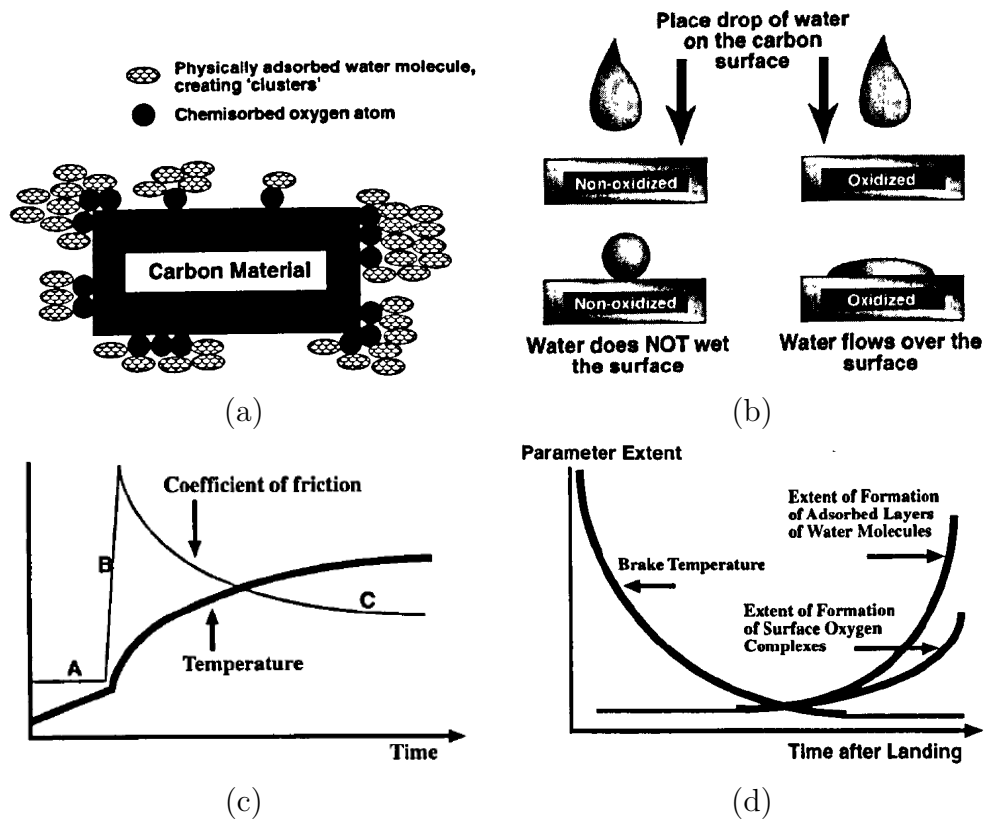


FIGURE I.12 – (a) Absorption de l'oxygène et de l'eau ; (b) conditions de mouillabilité ; (c) évolution du coefficient de frottement durant une « journée » de travail de freins d'avion ; (d) ré-absorption des espèces chimiques lors du refroidissement des freins [Blanco 1997]

Ce scénario a été approfondi [Gouider 2004a]. Il reprend les différents échanges gazeux qui ont lieu durant le frottement. Outre la désorption d'eau, la consommation d'une partie du dioxygène environnant, afin de former du dioxyde de carbone, est constatée et, lors du frottement de surfaces carbonées, du CO_2 est dégagé.

3.2. Effet de l'environnement sur les matériaux carbonés

La forte réactivité chimique des C/C entraîne des physisorptions et chimisorptions surfaciques de molécules gazeuses qui modifient la surface et potentiellement le comportement tribologique. C'est pour cela qu'historiquement, la microstructure lamellaire du graphite laissait à penser que la capacité de cisaillement des différents plans graphitiques permettait un coefficient de frottement faible. Des études en environnement gazeux contrôlé ont par exemple permis de mettre fin à cette hypothèse.

Tout d'abord, l'effet de l'environnement gazeux a été étudié sur le frottement d'un matériau carboné spécifique : le graphite.

Les deux graphiques de la Figure I.13 montrent l'évolution du coefficient de frottement du graphite et des C/C en fonction de l'environnement. On observe un comportement quasi-identique du graphite et des C/C : ils possèdent un coefficient de frottement élevé de l'ordre de 0,40 sous azote alors qu'il est de 0,20 sous air. L'augmentation du coefficient de frottement sous air avec la distance est expliquée par l'effet de la contre-pièce composée de carbone non graphitique qui produit beaucoup de débris et sa surface portante augmente [Yen 1996b].

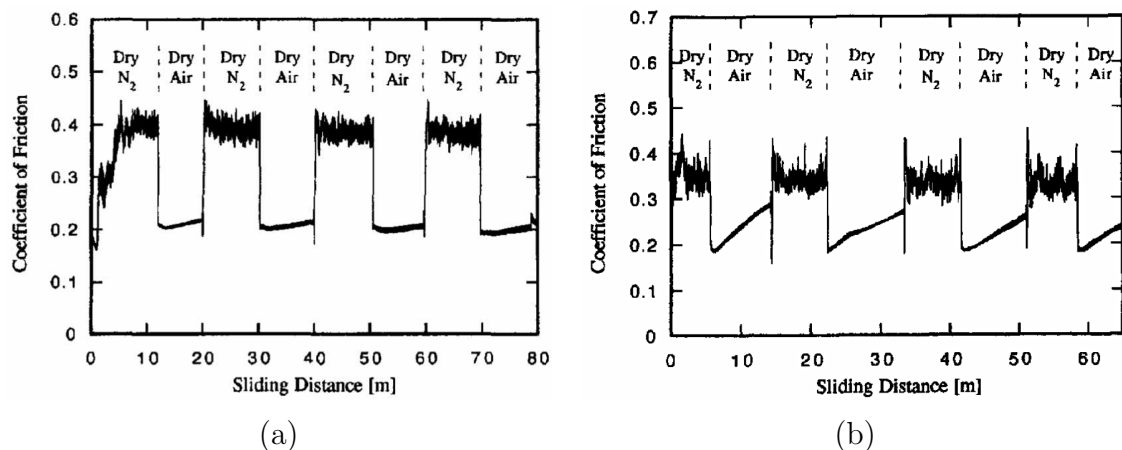


FIGURE I.13 – Évolution du coefficient de frottement (a) du graphite et (b) des C/C sous air et sous azote [Yen 1996a]

Pour le graphite et pour les C/C, la différence entre les environnements air et azote est expliquée par les absorptions surfaciques de molécules d'oxygène notamment. Cet élément est capable de réagir avec la surface en frottement pour former des complexes oxygénés qui ont des capacités adhésives moindres que la surface carbonée nue [Blanco 1997].

L'étude du frottement graphite contre graphite est faite dans des environnements gazeux à base d'oxygène, de vapeur d'eau et d'air mais aussi dans le vide et les gaz inertes [Zaidi 1995]. Les coefficients de frottement dégagés de cette étude sont donnés par la Figure I.14. Le coefficient de frottement sous vide apparaît bien plus élevé que

les autres, environ 0,45, résultat peu habituel pour des matériaux carbonés. Ici, la non-passivation des liaisons pendantes surfaciques provoque une adhérence entre les 2 surfaces, provoquant ce haut coefficient de frottement. Les valeurs de coefficient de frottement sous oxygène, air et vapeur d'eau sont quant à elles cohérentes avec celles observées dans la Figure I.13 [Yen 1995, Yen 1996a]. Cependant, le coefficient de frottement sous gaz inertes est assez surprenant (inférieur à 0,05). On pourrait s'attendre à un résultat similaire à un environnement "vide" étant donné que les liaisons pendantes ne réagissent pas avec ces gaz. De plus, il semble contradictoire avec les résultats de la Figure I.13.

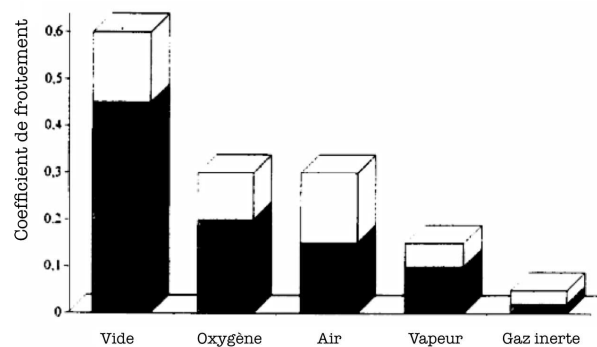


FIGURE I.14 – Coefficient de frottement du couple graphite/graphite pour différents environnements [Zaidi 1995]

Les résultats d'une étude approfondie du frottement des graphites en fonction de la teneur en gaz inerte (argon) et de la teneur en oxygène dans le gaz environnant sont donnés par la Figure I.15. L'établissement du frottement sous oxygène est observé et il nécessite une période transitoire, durant laquelle les molécules passivent rapidement les surfaces puis petit à petit sont désabsorbées par l'action de frottement [Zaidi 1995]. Lorsque les matériaux ne sont en présence que d'azote, le coefficient de frottement baisse progressivement jusqu'à atteindre une valeur proche de 0,02. Ainsi, les atomes d'azote s'insèrent dans le réseau carboné et comblent les défauts. Cela permet la mobilité des cristaux superficiels qui s'orientent dans la direction de glissement, favorisant ainsi un frottement très doux et expliquant le comportement tribologique du couple graphite/graphite sous gaz inerte présenté sur la Figure I.14.

3.3. Effet du pyrocarbone

L'étude tribologique à sec de plusieurs produits carbonés montre une grande disparité tribologique selon notamment le degré de graphitisation. Lors du procédé CVI présenté dans la Section I.1.3., le carbone produit peut avoir des degrés d'organisation plus ou moins élevés en fonction des paramètres du procédé de densification [Aubry 2002, Le Poche 2003, Mouchon 2004]. La création d'un pyrocarbone laminaire lisse (LL) et laminaire rugueux (LR) est la plus courante. Si la graphitisation du pyrocarbone est souhaitée, une étape supplémentaire serait nécessaire.

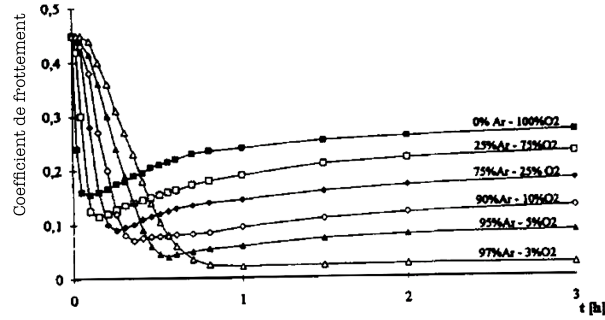


FIGURE I.15 – Évolution du coefficient de frottement d'un couple graphite/graphite pour différentes atmosphères Ar-O₂ [Zaidi 1995]

Cependant, des études [Savage 1993, Blanco 1997, Aubry 2002] ont montré que ce degré de graphitisation devait être contrôlé. La Figure I.16 montre l'évolution des complexes oxygénés, des débris et du coefficient de frottement en fonction du degré de graphitisation. Il s'avère que le nombre de complexes oxygénés diminue avec le taux de graphitisation tandis que l'usure augmente [Blanco 1997]. Le coefficient de frottement quant à lui est maximal pour un degré de graphitisation moyen. Pour une application freinage, l'optimum est donc un taux de graphitisation moyen, c'est-à-dire un pyrocarbone de type LR [Savage 1993, Aubry 2002].

C'est pour cela qu'il est industriellement admis que le graphite parfait est déconseillé pour bon nombre d'applications de freinage et qu'aucune étape de graphitisation n'est réalisée après l'étape de densification. La présence d'un peu de LL dans le pyrocarbone final n'est pas considérée comme néfaste.

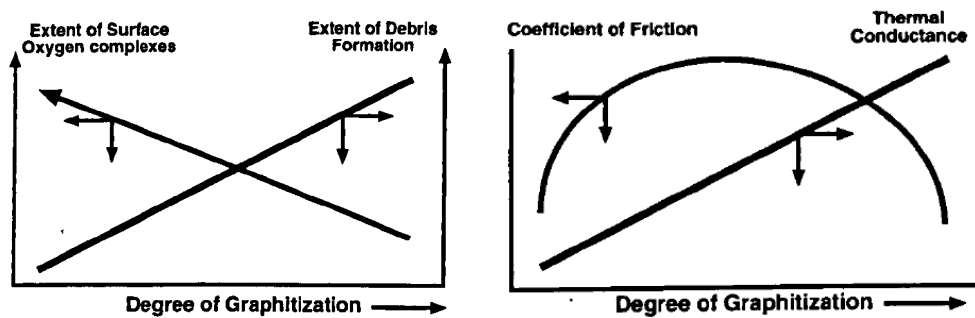


FIGURE I.16 – Influence du taux de graphitisation sur la quantité de complexes oxygénés, le détachement de débris, le coefficient de frottement et la conductivité thermique [Blanco 1997]

3.4. Influence des paramètres tribologiques

Parmi la multitude de paramètres tribologiques existants (vitesse de frottement, pression normale appliquée, température, géométrie des premiers corps...), le couplage entre la vitesse de frottement et l'énergie produite tout d'abord, puis l'effet de la température sur

les matériaux carbonés sont approfondis. Enfin, l'influence de la pression de contact sur l'état de surface des composites C/C est étudiée.

Il est admis que les contraintes de cisaillement subies par les deux surfaces des premiers corps sont plus importantes lors de frottement à vitesse de glissement élevée [Fouquet 2003]. La température s'élève donc plus rapidement lors d'un frottement rapide. Si la température des surfaces antagonistes joue sur les mécanismes d'usure ou sur le coefficient de frottement, la vitesse de frottement devient un paramètre à prendre en compte dans l'analyse tribologique. Ainsi, une attention particulière doit être portée lors des essais tribologiques rotatifs à vitesse angulaire donnée, où la vitesse linéique est différente à l'intérieur et à l'extérieur de la piste d'un disque de frein. Par exemple, pour une température supérieure à 450°C, le matériau C/C connaît une oxydation modifiant ses caractéristiques tribologiques [Yen 1996c, Fouquet 2003].

La pression de contact influe directement sur l'état de surface final des surfaces C/C [Yen 1994]. Lors d'un frottement à pression faible, l'état de surface est lisse et brillant alors que lorsqu'on applique une force bien supérieure (le double de la pression utilisée pour un frottement doux par exemple), le frottement provoque plus d'usure, les débris restent moins dans le contact et les surfaces carbonées présentent un aspect moins uniforme et de couleur grise.

Les éprouvettes en composite C/C peuvent être impactées par le frottement avec une production de débris et l'apparition d'un volume d'usure comme cela vient d'être montré en observant l'influence de la pression, de la température et de la vitesse mais aussi l'effet du degré de graphitisation ou de l'environnement gazeux dans lequel se produit le contact. Ainsi, les efforts tribologiques provoquent une évolution de l'état de surface. Celle-ci sera approfondie dans la section suivante.

4. Évolution d'états de surface des composites C/C lors d'un frottement sec

Le frottement et les efforts transversaux qui en découlent provoquent une évolution de l'état de surface des premiers corps engagés dans le contact avec de l'usure (Section I.2.2.) et de la circulation de débris (Section I.2.3.). Dans le cas des matériaux composites C/C en environnement sec, les changements de la surface frottante ont lieu sous l'influence de différents paramètres tels que les conditions tribologiques (vitesse de frottement et pression normale appliquée), la température, le régime de frottement et la valeur de coefficient de frottement ainsi que la nature des débris.

4.1. Évolution de l'état de surface et régime de frottement

Dans le cas particulier des matériaux composites C/C 2,5D, la surface des échantillons est fonction de l'usinage initial, souvent d'un gris brillant [Gouider 2004a]. Pourtant lors d'un frottement haute énergie dédié au freinage [Lee 2003], la surface des éprouvettes testées peut évoluer en trois morphologies différentes [Chen 1996a]. Tout d'abord, le régime de type I provoque une usure faible et se caractérise par un film fin, lisse et brillant ; alors que la morphologie de type II, souvent observée sur des composites dont la transition a été initiée, est caractérisée par une couche de débris rugueux, épaisse et d'un noir mat. Enfin, une couche de débris de type III, lisse et dense, est observée sur des surfaces qui continuent de frotter après transition. Elle est plus fine et confère un coefficient de frottement stable. Les morphologies de type I et de type III ont des capacités de lubrification solide, propriété que ne possède pas le type II.

Lors des essais tribologiques comportant les trois morphologies successives, le coefficient de frottement est relevé (Fig. I.17). Il est montré qu'à chacun de ces états de surface correspond un domaine où le coefficient de frottement est différent.

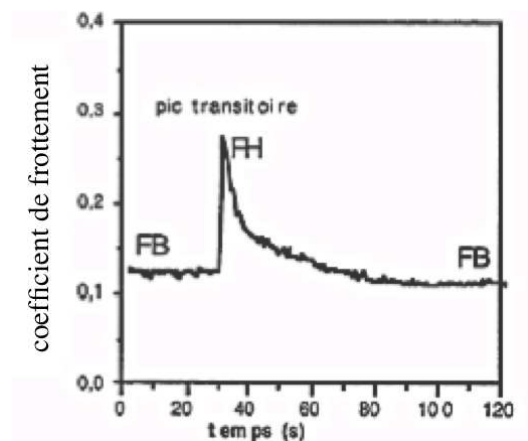


FIGURE I.17 – Transition d'un frottement bas (FB) vers un régime haut (FH) avant un retour à un régime bas (FB) [Gilmore 1994]

Lorsque la morphologie est de type I ou III, le coefficient de frottement se situe entre 0,1 et 0,2. Il s'agit du frottement nommé « bas » dans la Figure I.17, d'où le caractère auto-lubrifiant. Le frottement « haut » au contraire se fait avec un coefficient de frottement de 0,3 [Gilmore 1994] voire 0,6-0,8 [Chen 1996a, Chen 1996b]

4.1.1. Influence de la vitesse

La transition d'un frottement bas (ou de type I) vers un frottement haut (type II) intervient plus ou moins tôt durant le frottement en fonction de la vitesse de frottement imposée [Chen 1996a]. Sur la Figure I.18a, les conditions tribologiques sont de 1,7 MPa pour 800 - 1400 et 2000 tr/min soit respectivement 0,73 - 1,28 et 1,83 m/s. Quelle que soit la vitesse de frottement, le coefficient de frottement est d'abord de 0,2 avant de transiter vers des valeurs de 0,6. Cette transition intervient plus tôt lorsque la vitesse est élevée et n'apparaît pas dans le cas de la vitesse de frottement la plus faible. Ainsi, une vitesse d'essai élevée favorise la transition de la surface du matériau C/C et influence son régime de frottement.

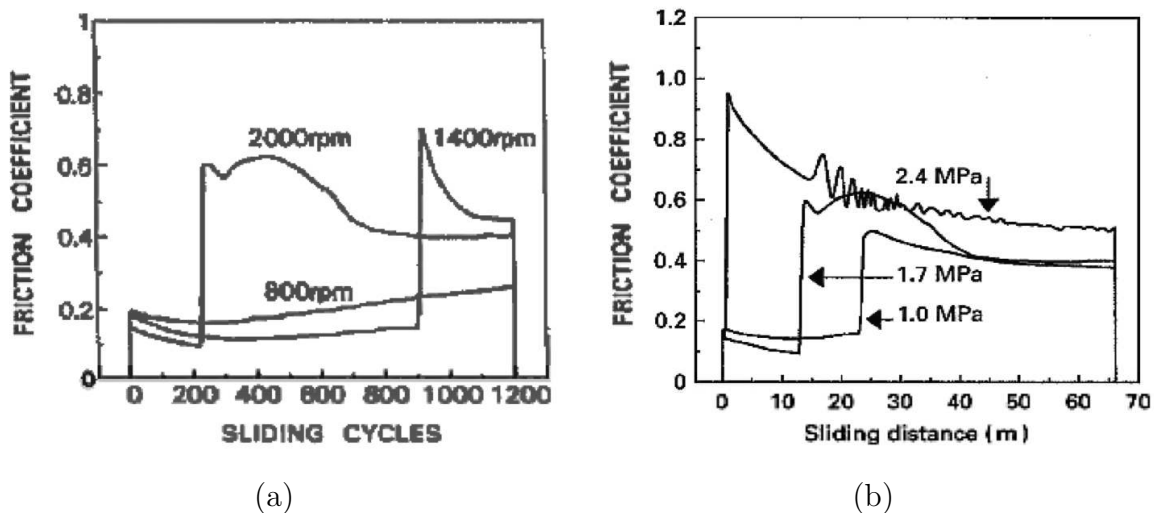


FIGURE I.18 – Effet (a) de la vitesse de frottement [Chen 1996a] et (b) de la pression normale appliquée [Chen 1996b] sur le comportement tribologique sur les composites C/C à sec

4.1.2. Influence de la pression

La pression joue aussi un rôle dans les régimes de frottement (bas et haut) que peut adopter le composite C/C lors d'un essai tribologique à sec. Lors d'essais à une vitesse de 2000 tr/min soit 1,83 m/s et pour trois niveaux de pression normale appliquée : 1,0 - 1,7 et 2,4 MPa [Chen 1996b], le coefficient de frottement du régime bas est inférieur à 0,2. Le frottement haut apparaît après une distance de frottement de 1 m pour la pression la plus élevée alors que la distance nécessaire à la transition est de 15 m et de 25 m pour les pressions de 1,7 et 1,0 MPa, respectivement (Fig. I.18b). Ainsi, plus la pression est élevée, plus la transition se fait tôt.

De plus, le coefficient de frottement du régime haut présente un pic plus haut lorsque la

pression est élevée : il est de 0,9 pour 2,4 MPa de pression pour seulement 0,5 à 1,0 MPa. Enfin, quelle que soit la pression normale appliquée, l'augmentation de la température est plus rapide en régime II qu'en régime I [Chen 1996b].

Sur des essais très courts de seulement 3,5 s, avec une vitesse linéaire de glissement moyenne est de 23 m/s pour pression de 0,3 MPa, le coefficient de frottement est stable et a pour valeur 0,35, en configuration disque/disque C/C contre C/C [Yen 1994]. La Figure I.19a montre que deux types d'état de surface sont identifiables après l'arrêt des pièces par freinage. Les auteurs expliquent la co-existence des deux états de surface par la différence de pression appliquée, plus importante au centre de la piste de frottement qu'à l'extérieur. L'hypothèse des contraintes de cisaillement supérieures du fait de la non constance de la vitesse linéique sur un rayon n'est pas avancée ici.

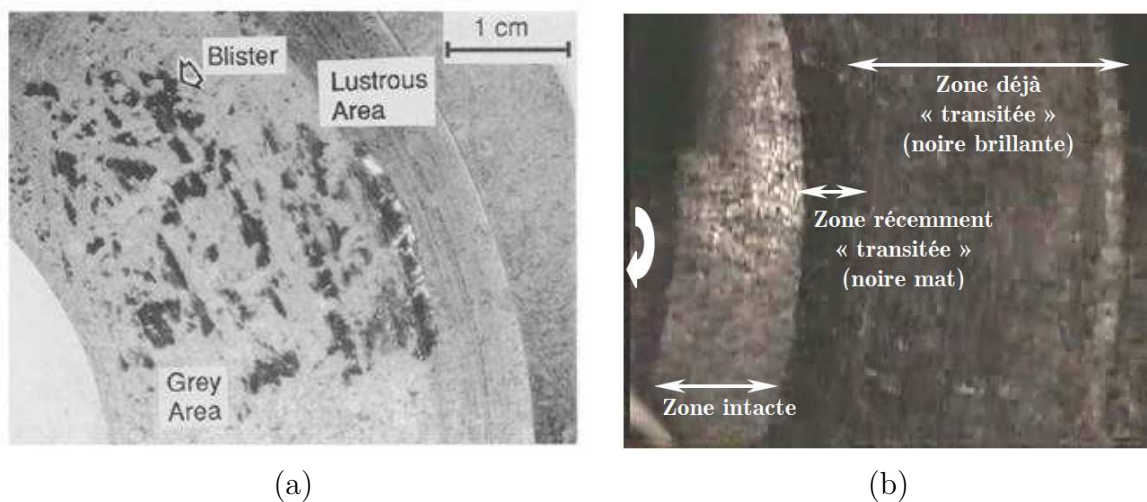


FIGURE I.19 – (a) Apparition de 2 surfaces de frottement visuellement bien distinctes [Yen 1994] et (b) évolution en zone dite transitée [Gouider 2004a]

Quant à la localisation de la zone transitée, il a été démontré que la transition du régime I vers le II, visible par l'apparition d'une surface noire et brillante, commence sur le bord externe du disque, puis que cette surface s'étend à l'ensemble de la piste de frottement [Gouider 2004a]. C'est ce qu'illustre la Figure I.19b.

En plus d'une potentielle influence de la pression [Yen 1994], d'autres hypothèses permettent d'apporter des éléments de réponse sur la localisation et la propagation du régime II. La température des surfaces de frottement est étudiée dans la section suivante.

4.2. Effet de la température

4.2.1. Effet de la température sur les surfaces de frottement

Les températures les plus élevées des pistes de frottement circulaires sont localisées grâce à des méthodes thermographiques [Desplanques 2009]. La bande externe de frottement est identifiée comme celle où la température de contact est la plus élevée. Comme on peut le

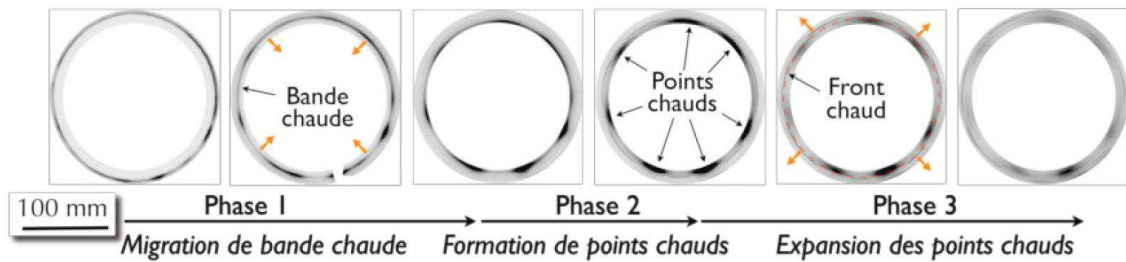


FIGURE I.20 – Localisation des bandes chaudes lors du frottement des composites Carbone/Carbone [Desplanques 2009]

voir lors de la phase dite 1 de la Figure I.20, les bandes chaudes migrent progressivement vers l'intérieur de la piste. La transition du régime I vers le régime II [Gilmore 1994, Gouider 2004a] pourrait donc être aussi amorcée par la température. Cette température peut être un paramètre primaire de la transition, ou secondaire, favorisée par une vitesse et une pression élevées.

4.2.2. Effet de la température sur le troisième corps

Les débris de 3ème corps et le circuit qu'ils peuvent suivre dans le contact ont été définis à la Section I.2.3. Dans le cas des matériaux composites C/C, la nature des débris et le circuit qu'ils adoptent sont déterminés dans cette section. Différents auteurs [Yen 1994, Yen 1995, Desplanques 2009] ont constaté une production de débris et ont suivi leur historique. L'étude des débris qui restent confinés dans le contact est approfondie ici [Kasem 2008], en fonction de la température imposée.

Frottement basse température (100 à 200°C) : Les débris se présentent sous forme d'agglomérats de grande taille (quelques mm). Ils sont constitués de particules broyées et compactées par les premiers corps. Les observations au microscope optique à lumière polarisée (MOLP) montrent qu'ils sont isotropes, et ont donc connus une amorphisation. Ils se trouvent souvent piégés dans les porosités naturelles du composite ou se déposent sur la surface C/C. Des particules pulvérulentes sont aussi présentes mais l'hypothèse avancée est leur création récente qui n'aurait pas permis leur transformation en agglomérat, comme des débris produits par un régime II.

Frottement haute température (à partir de 500°C) : Pour les frottements haute températures, le 3ème corps ne contient plus de particules pulvérulentes ni de débris de grande taille. Ce 3ème corps se présente en surcouche sur le premier corps et semble « tartiné ». Il comble les porosités. Là encore, les observations en MOLP montre qu'il est isotrope et donc amorphe. Il est d'ailleurs difficilement retirable de la surface C/C. Cela ressemble au régime III.

Bilan : Les débris de troisième corps sont généralement isotropes, amorphes et adhésifs à la surface C/C de premier corps en mode III, à 100°C comme à 500°C. À basse température, ce mode coexiste avec le type II qui génère des débris pulvérulents.

5. Comportement tribologique des composites C/C en environnement lubrifié

La littérature portant sur la tribologie des C/C en environnement lubrifié est relativement pauvre. La référence la plus probante sur le comportement tribologique des disques C/C dans cet environnement est la thèse de doctorat d'Agnès Jullien [Jullien 1992] réalisée sur un embrayage multidisques carbone/carbone, appelé « embrayage lubrifié à glissement permanent » destiné à des applications dans le domaine automobile. Les conclusions de ce travail sont reprises par [Jullien 1996] et [Molimard 1999]. En complément de l'étude restreinte sur le comportement tribologique des C/C 2,5D en environnement lubrifié, une revue du fonctionnement des paliers poreux est réalisée.

5.1. Comportement tribologique des C/C 2,5D

Une première étude a été effectuée sur un couple Carbone/Carbone contre acier en environnement lubrifié en configuration disque/disque. Les conditions tribologiques appliquées sont : 0,55 et 1,2 MPa de pression normale, 1 à 2,4 m/s de vitesse de glissement linéique et 50 à 80°C de température du lubrifiant [Jullien 1992].

Les essais tribologiques entrepris montrent que le coefficient de frottement s'élève lorsque la vitesse diminue, lorsque la pression normale augmente ou lorsque la température diminue. Cela est en adéquation avec les différents régimes de lubrification mis en lumière par la courbe de Stribeck [Dragon-Louiset 2001, Woydt 2010]. À l'inverse, il s'avère que dans certaines conditions, le coefficient de frottement chute de 60 % et que l'influence de la vitesse et de la température sur le coefficient de frottement (par la modification de la viscosité) suggère l'existence d'effets mixtes voire hydrodynamiques.

Cependant, cette étude identifie un régime de lubrification différent des 3 régimes définis dans la Section I.2.4. (hydrodynamique, mixte et onctueux). Dans ce fonctionnement, la portance est faite par le lubrifiant mais uniquement sur les zones de plateaux appelées « îlots ». Ce régime est appelé « lubrification fractionnée ». Les creux/vallées entre les îlots permettent une circulation du lubrifiant et ainsi un refroidissement du contact.

Une deuxième partie de l'expérience se préoccupe de l'épaisseur de lubrification dans le contact. Les essais montrent que l'épaisseur de lubrifiant augmente avec la vitesse de frottement et lorsque la charge décroît. De plus, les trajectoires de lubrifiant sont globalement circulaires (contournement des îlots - Fig. I.21a). La combinaison de ces 2 expériences permet de constater que lorsque la charge diminue ou que la vitesse augmente, le coefficient de frottement diminue et l'épaisseur de lubrifiant augmente.

Ainsi, la comparaison des résultats expérimentaux et de la théorie des différents régimes de lubrification suggère qu'une portance mixte ou hydrodynamique est assurée par une fraction de la surface.

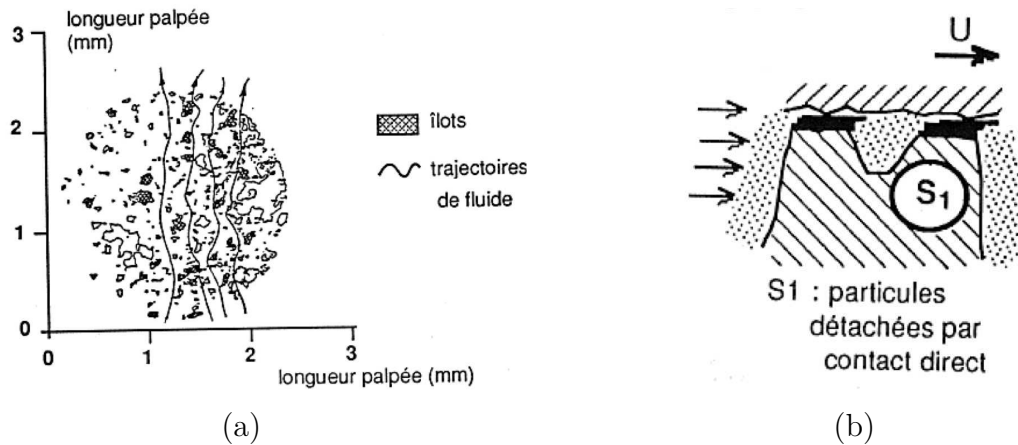


FIGURE I.21 – (a) Circulation du lubrifiant entre les îlots, (b) agglomération des débris aux sommets des îlots [Jullien 1992]

Des essais complémentaires en configuration rectiligne (charges de 0,092 à 0,55 MPa, températures de 40 et 70°C et une vitesse linéique fixée à 0,16 m/s) confirment la présence de débris sur la contre-pièce. Avec le lubrifiant, ce 3ème corps se compose de fibres et de feuillets polis qui coexistent avec des dépôts pâteux isotropes (Fig. I.21b) et des stries parallèles au mouvement sont visibles à la surface de certains îlots. En fonction des conditions de vitesse de frottement et de pression normale appliquée, deux comportements tribologiques des C/C sont identifiés : le premier possède des performances stables alors que le second connaît des pertes de performances.

Performances stables et comportement gouverné par les îlots : Le coefficient de frottement, relevé tout au long des essais, est constant à 0,13 - quelles que soient les conditions d'essais. Durant les douze heures, la surface portante constituée des îlots représente 1/5 de la surface totale des éprouvettes. Les conditions d'essai (T, P et v) ne semblent pas avoir une influence particulière. Cependant, l'utilisation d'un lubrifiant chargé d'additifs provoque des dépôts isotropes et anisotropes (Fig. I.21b), sans usure.

Perte de performances et disparition de la structure en îlots : Les caractéristiques de ce régime de frottement sont : un coefficient de frottement inférieur à 0,09, une élévation de température dans les premiers corps jusqu'à 180°C et la disparition de la structure en îlots. La diminution du coefficient de frottement est progressive et parallèlement, on observe une diminution de la structure en îlots à cause du remplissage des cavités. Il s'avère que les îlots porteurs sont activés en début d'essai, puis que les températures élevées entraînent la thermolyse du lubrifiant. Ainsi, des particules de calcium et de cuivre (issues du lubrifiant) se déposent en bordures et au fond des cavités jusqu'à la mise à niveau des cavités avec les îlots. Puis, une pâte de carbone non semblable aux 2 autres précédemment identifiées recouvre ce « remblai ». Cela augmente la surface portante et le frottement n'est plus gouverné par le régime des îlots. Il laisse la place à un régime mixte, voire hydrodynamique.

Dans cette référence bibliographique, très importante du fait de la rareté des publications sur le comportement tribologique des composites C/C en environnement lubrifié, deux comportements sont identifiés, le premier est stable et l'accommodation est faite par le lubrifiant sur des îlots, plateaux porteurs séparés par des cavités dans lesquelles circule le troisième corps, lubrifiant et débris. Le second est caractéristique d'une perte de performances via la disparition des îlots par comblement des cavités qui les séparent.

Bilan Les mécanismes mis en évidence dans le cas du frottement lubrifié des composites C/C semblent bien différents de ceux en environnement sec. Dans le cas présent, l'évolution de l'état de surface met en lumière le rôle des débris de troisième corps et des îlots. Pour compléter, une étude des paliers de roulement poreux est réalisée dans la section suivante. Elle apporte des éléments de compréhension d'un matériau poreux, tel que l'est le matériau C/C, lors d'un frottement lubrifié.

5.2. Comportement des paliers hydrodynamiques poreux

Les paliers poreux sont fabriqués en alliages de fer ou de bronze selon les méthodes de frittage classiques. Les coussinets après frittage sont calibrés puis remplis d'huile par immersion ou par imprégnation sous vide. Leur porosité constitue 25 à 30 % du volume [Mathieu 2003, Gras 2008, Mukutadze 2016]. Lorsqu'un arbre tourne dans un coussinet poreux, une grande partie de l'huile circule autour de l'axe et un film hydrodynamique s'établit. Une pression se crée dans la zone qui supporte la charge avec une fraction de lubrifiant forcée à travers les pores du coussinet tandis qu'une autre partie est aspirée dans la zone en dépression qui s'établit ailleurs [Mathieu 2003, Gras 2008, Boubendir 2011]. La résultante des forces générées par ces pressions équilibre la charge supportée par l'arbre. Dans ce type de frottement hydrodynamique, plus la porosité est faible, plus la charge portée est élevée. De plus, lorsque les contacts arbre sur coussinet bouchent localement les pores et diminuent la perméabilité en ces points, la fuite d'huile vers le coussinet diminue et par conséquent, la capacité de charge croît.

On peut considérer que le palier constitue un réservoir de lubrifiant [Meurisse 1996]. L'huile circule dans le jeu d'une part (circonférentiellement et axialement) dans le coussinet d'autre part, de la zone de pression élevée vers la zone de basse pression. L'huile filtre au travers de la surface interne du coussinet, du film vers le coussinet dans la zone de pression élevée, du coussinet vers le film dans la zone de pression basse. Ainsi, dans les paliers autolubrifiants, l'alimentation du film est, pour partie au moins, réalisée au travers de la paroi interne du coussinet.

Dans le cas des matériaux composites Carbone/Carbone, la porosité est comprise entre 8 et 13 % (Section I.1.4.), soit la moitié de celle des matériaux constituant les paliers. De plus, utilisés en environnement lubrifié, la circulation du lubrifiant est confirmée entre les rugosités ou les îlots [Jullien 1992] présents sur la surface des composites C/C, aucunement à travers le composite lui-même. Cependant, pour tout matériau poreux, la rugosité joue

un rôle important dans l'établissement du film hydrodynamique. C'est lorsque la rugosité est suffisante que la portance peut s'établir et une augmentation de rugosité provoque la croissance de la portance entre l'arbre et le coussinet [Kalavathi 2016].

6. Conclusions du chapitre

Les matériaux composites Carbone/Carbone 2,5D sont grandement utilisés comme matériau de freinage autant dans l'aéronautique que dans les domaines du ferroviaire et de la Formule 1. L'état de l'art réalisé ici montre que les qualités de ce matériau pour le freinage haute énergie sont intrinsèquement liées à sa mise en forme. L'élaboration de ce produit commence par des nappes de carbone unidirectionnelles d'ex-PAN, densifiées par CVI/CVD. Ce procédé très long mène au dépôt au cœur des interstices entre les fibres d'un pyrocarbone appelé laminaire rugueux, le plus propice au frottement. Une partie des caractéristiques physiques, mécaniques et thermiques sont données ici. Celles-ci expliquent l'intérêt de ces matériaux dans les applications de freinage du domaine aéronautique où la masse des équipements est une problématique majeure.

Puis, les notions de tribologie telles que les premiers et troisièmes corps ont été présentées. Elles introduisent notamment les types d'usure rencontrés et les différents régimes de lubrification et ainsi que leur représentation sur une courbe de Stribeck.

De plus, les caractéristiques tribologiques du matériau Carbone/Carbone en environnement gazeux sont données. Il s'avère que les surfaces carbonées sont très réactives. Les molécules d'oxygène et d'eau sont dites absorbées par la surface sous certaines conditions. La présence ou l'absence de cette « surcouche » provoquent des régimes et des coefficients de frottement différents. Une sensibilité des C/C au milieu gazeux dans lequel le frottement a lieu est aussi constaté. Le remplacement de l'air par de l'argon a, par exemple, pour effet de doubler le coefficient de frottement. En parallèle, une évolution de l'état de surface est constaté sur les éprouvettes C/C 2,5D. Trois régimes de frottement distincts, accompagnés de débris et surfaces caractéristiques, sont déterminés.

L'évolution de coefficient de frottement lors de la transition d'un régime I vers un régime II des matériaux composites Carbone/Carbone [Gilmore 1994, Chen 1996a, Lee 2003] ressemble beaucoup au pic apparaissant durant le cycle de vie avion [Blanco 1997]. Ainsi, la modification des atomes en sur-couche sur la surface des composites C/C 2,5D coïncide avec une évolution du type de débris générés et des caractéristiques morphologiques de la surface du composite.

Le comportement tribologique des composites Carbone/Carbone en environnement lubrifié est peu traité dans la littérature car le carbone présente des caractéristiques de lubrifiant solide. La bibliographie succincte sur le sujet révèle un régime de lubrification original, où le contact est porté par seulement une partie de la surface, via des îlots de portance, capable de se mouvoir et de s'accroître grâce aux débris qui sont piégés aux sommets de ces îlots.

Chapitre II

Le matériau Carbone/Carbone 2,5D et son comportement mécanique

Sommaire

1.	Matériau Carbone/Carbone 2,5D	36
1.1.	Élaboration	36
1.2.	Macrostructure du matériau	37
1.3.	Microstructure du composite	40
1.4.	Caractérisations des propriétés élastiques anisotropes du C/C par méthodes ultrasonores	43
2.	Comportement mécanique en compression dans l'épaisseur .	46
2.1.	Caractéristiques mécaniques des Carbone/Carbone dans la littérature	46
2.2.	Matériel et méthodes expérimentales	47
2.3.	Comportement monotone et en rupture du composite	48
2.4.	Comportement cyclique à contrainte croissante	53
2.5.	Modélisation du comportement cyclique en compression	56
3.	Comportement mécanique en indentation	59
3.1.	Théorie	59
3.2.	Matériel utilisé	60
3.3.	Module élastique transverse E_1	60
3.4.	Comparaison des méthodes de mesure du module élastique dans l'épaisseur	63
4.	Conclusions du chapitre	64

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériau étudié ainsi que son comportement mécanique, plus précisément en compression dans l'épaisseur, qui se rapporte à l'effort normal appliqué lors d'un essai tribologique. Ce chapitre est structuré en trois parties :

La première partie introduit le matériau Carbone/Carbone utilisé dans notre étude. Elle présente le procédé d'élaboration du matériau C/C 2,5D qui est à l'origine de certaines caractéristiques du matériau, comme son caractère hétérogène et isotrope transverse, puis sa macrostructure et sa microstructure. Ses caractéristiques élastiques dans les 3 directions sont déterminées par une technique ultra-sonore.

La seconde partie porte sur la caractérisation et la modélisation du comportement dans l'épaisseur du matériau C/C 2,5D. Les essais monotones d'une part, et cycliques à contrainte croissante d'autre part, ont permis de mettre en évidence les caractéristiques d'élasticité et d'endommagement du matériau.

La dernière partie est consacrée à une détermination par indentation sphérique des paramètres élastiques du matériau C/C. Cette méthode présente l'avantage de n'utiliser qu'un faible volume de matière.

1. Matériau Carbone/Carbone 2,5D

Les propriétés du composite C/C 2,5D sont déterminées dès la mise en œuvre du matériau. Le procédé d'élaboration est constitué de six étapes détaillées dans la partie suivante et résumées sur la Figure II.1. Ce procédé détermine certaines caractéristiques du matériau comme sa densité, son taux de porosité et le type de matrice carbonée produite.

1.1. Élaboration

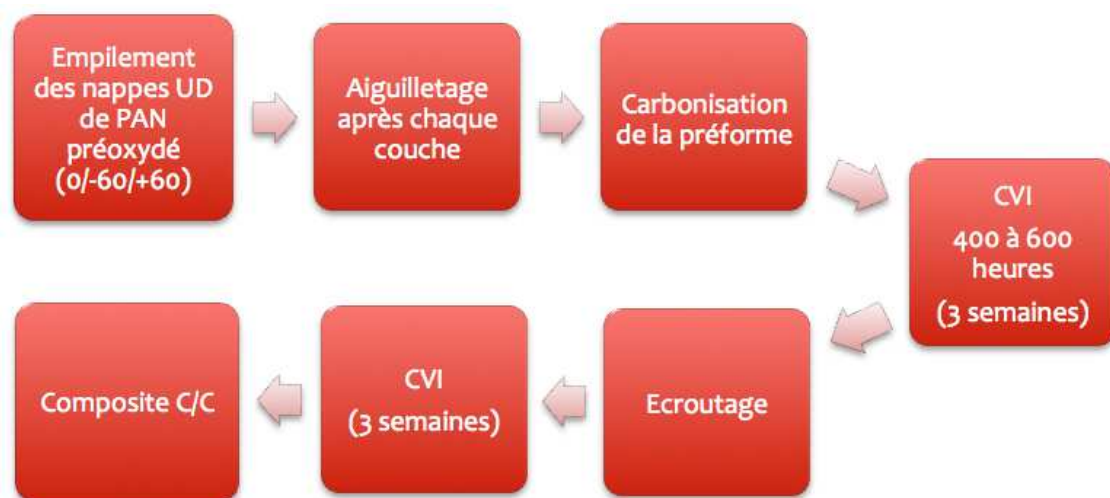


FIGURE II.1 – Schématisation du procédé d'élaboration du matériau d'étude

Le matériau étudié est réalisé par empilement de nappes unidirectionnelles de fibres de polyacrylonitrile (PAN) orientées successivement à 0° , 60° et -60° soit $[0/+60/-60]_n$. Au fur et à mesure qu'une nouvelle couche est déposée, la préforme subit une étape d'aiguilletage, c'est-à-dire que des aiguilles pourvues d'un crochet passent à travers la texture fibreuse, entraînant sur leur passage un certain nombre de fibres dans l'épaisseur de la préforme. Cela lui donne une cohésion modérée. Le taux de fibres dans l'épaisseur, par rapport à la quantité totale de fibres, est estimé à une dizaine de pourcents.

Une fois la préforme fibreuse constituée, elle est carbonisée. C'est durant cette étape que les fibres de PAN se transforment en fibres de carbone.

La technologie de densification des freins C/C est l'infiltration en phase vapeur (CVI : Chemical Vapor Infiltration). Deux infiltrations successives sont réalisées sur les pièces dites « brutes », séparées par une étape d'écroutage, permettant de retirer la matrice déposée sur la surface externe de la pièce et de libérer les porosités ouvertes. Une étape de densification supplémentaire est réalisée si la densité géométrique des pièces brutes est inférieure à 1,8. Le taux de fibres des pièces obtenues, nommées ébauches, est de l'ordre de 30 %.

Les ébauches obtenues sont de forme annulaire. Leurs dimensions dépendent des appareils sur lesquels les disques de frein seront montés. Par exemple, l'ébauche des disques de frein du bloc de sécurité d'Airbus A320 présentent les dimensions récapitulées dans le Tableau II.1. C'est dans une ébauche de disques d'A320 que sont usinées les éprouvettes destinées aux essais de compression, ainsi que les éprouvettes tribologiques de l'ensemble de l'étude.

Rayon intérieur	Rayon extérieur	Épaisseur
34,6	78,2	24,4

TABLEAU II.1 – Dimensions des ébauches annulaires de disques d'A320 (valeurs en mm)

1.2. Macrostructure du matériau

La section suivante présente les architectures théoriques et réelles du composite C/C. Ensuite, la porosité ouverte, conséquence du procédé d'élaboration, a été mesurée par la méthode de la triple pesée. Les résultats sont donnés ci-après.

1.2.1. Architecture fibreuse

L'architecture du matériau C/C 2,5D est un empilement de plis de fibres de carbone orientés $[0/+60/-60]_n$ auquel s'ajoutent des fibres en faisceau, dans la direction transverse (Fig. II.2). Le matériau est composé de plis d'épaisseur moyenne de 0,5 mm (Fig. II.3a). Les faisceaux de fibres transverses ont un diamètre d'environ 100 μm . Entre les plis, et parfois entre plis/fibres transverses, subsiste une porosité conséquente. Elle s'exprime surtout dans les zones où l'architecture théorique du matériau est la moins respectée. En

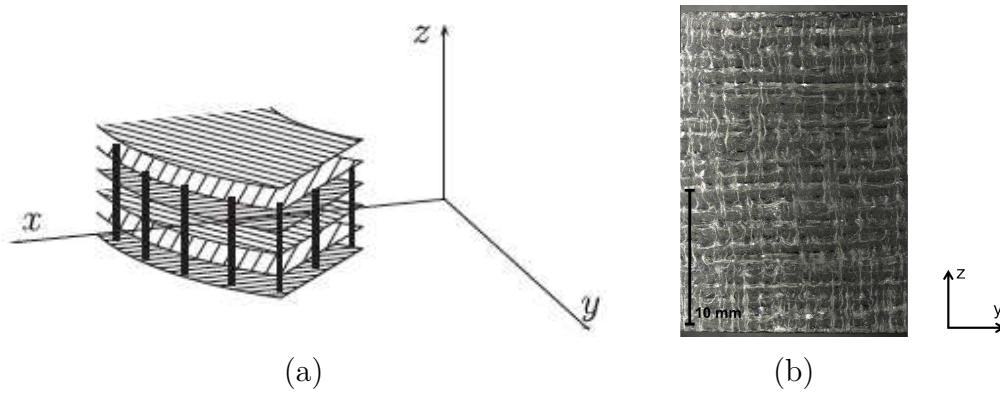


FIGURE II.2 – Macrostructure du C/C 2,5D : (a) schématisation [Poitrimolt 2014] et (b) coupe transversale



FIGURE II.3 – Macrostructure en coupe du C/C 2,5D : (a) épaisseur des plis et (b) des faisceaux de fibres transverses

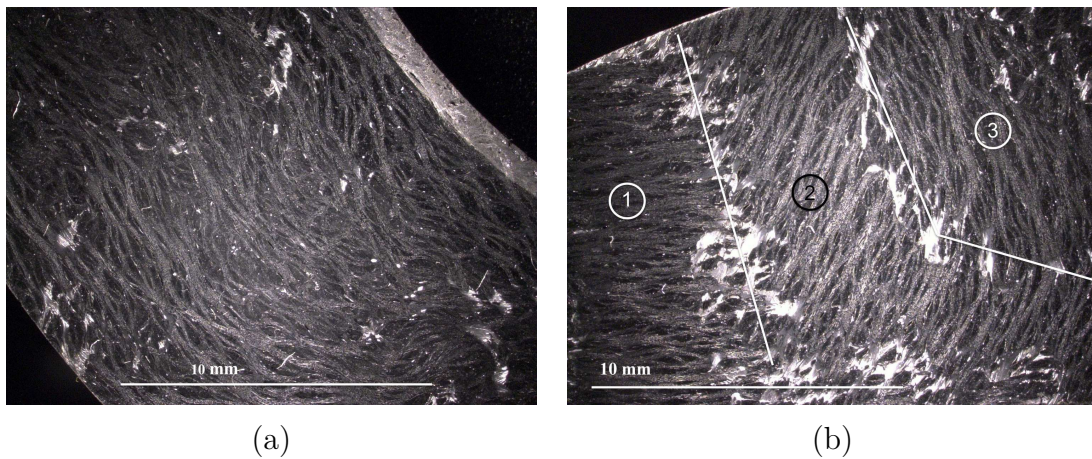


FIGURE II.4 – Macrostructure du C/C 2,5D : (a) ondulations et (b) coexistence des 3 directions sur un même plan

effet, il s'avère que l'architecture fibreuse est perturbée (Fig. II.3b) et les nappes de fibres en théorie parallèles ne le restent pas à l'échelle de la pièce. On observe une ondulation des différents plis, que l'on peut visualiser dans le plan (x, y) sur la Figure II.4a, mais qui

est aussi visible dans la plan transverse. Cela peut provoquer une coexistence des trois orientations de fibres sur une surface usinée du matériau (Fig. II.4b). De plus, les fibres déplacées par l'aiguilletage apportent une désorganisation supplémentaire par déplacement des fibres originellement dans le plan (Fig. II.3).

L'architecture réelle du composite C/C 2,5D, conséquence directe du procédé de fabrication, des hétérogénéités et des « défauts » (Fig. II.3 et II.4), permet de faire l'hypothèse que ce composite peut être considéré comme un matériau au comportement isotrope transverse, isotropique dans le plan d'empilement (x, y) (confirmé dans la Section II.1.4.).

1.2.2. Densité et porosité ouverte

La densité géométrique du composite C/C 2,5D a été mesurée sur 10 échantillons cylindriques de 10 mm de diamètre et de 22 mm de hauteur. La densité moyenne est de 1,827 pour un écart-type de seulement 0,0124 (pour une densité généralement comprise entre 1,65 et 1,92 pour ce matériau [Oh 1999]). De plus, le matériau étant poreux, de part son procédé d'élaboration, la porosité ouverte du composite est elle aussi calculée, par la méthode de triple pesée.

Cette méthode permet de quantifier la porosité ouverte et la masse volumique d'un matériau de façon non destructive. Elle repose sur la réalisation de trois pesées successives :

1. Une pesée dans l'air de l'échantillon sec : m_1 ,
2. Une pesée en immersion dans un liquide de l'échantillon imprégné de liquide, c'est-à-dire dont la porosité ouverte est comblée de liquide : m_2 ,
3. Une pesée dans l'air de l'échantillon imprégné de liquide : m_3 .

La procédure de détermination des 3 masses est présentée dans l'Annexe A. Elle est inspirée de la norme NF P 94-410-3 [AFNOR 2001] et a permis de déterminer le taux de porosité connectée d'un disque C/C neuf fourni par Ratier Figeac, préalablement découpé en 8 échantillons. La balance utilisée pour la pesée est une balance Sartorius LA3200DC de précision 0,002 g et équipée d'un dispositif de détermination de masses volumiques Sartorius YDK 01 LP. Le liquide d'imprégnation et d'immersion est de l'eau distillée.

Le taux de porosité ouverte n_c est calculé à partir de la quantité d'eau introduite dans l'échantillon, et est généralement exprimé en % :

$$n_c = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \quad (\text{II.1})$$

La porosité ouverte de chaque échantillon est donnée dans le Tableau II.2.

Echantillon	1	2	3	4	5	6	7	8	Moyenne
Porosité connectée en %	9,07	7,21	8,93	7,58	8,62	8,24	7,59	5,71	7,87

TABLEAU II.2 – Porosité connectée des différents échantillons

Un taux de porosité connectée moyen de 7,87 % est obtenu, avec des dispersions importantes. Ces valeurs se situent dans la zone basse de l'intervalle trouvé dans la littérature qui est de 8 à 13 % de porosité totale [Yen 1994, Yen 1996b] mais est tout à fait acceptable, surtout si l'on prend en compte que ces valeurs de porosité sont fortement dépendantes des conditions d'élaboration du composite. La valeur de la densité géométrique et celle de la porosité ouverte permettent le calcul de la densité absolue. Elle est de 1,91 pour ce matériau C/C (Tab. II.3).

À l'échelle d'un disque de frein d'A320, il est possible de calculer le volume de lubrifiant que le matériau carboné est capable de stocker. Pour un disque de frein d'A320 (référence FE 151) de volume $13,7 \text{ cm}^3$, la quantité de lubrifiant contenue dans le frein est de $13,7 \times 0,0787 = 1,0781 \text{ cm}^3$ (soit environ 1 mL). Cela signifie qu'un mL de lubrifiant peut être stocké dans le frein, comme une réserve.

Caractéristique	Moyenne	Écart-type
Densité géométrique	1,827	0,012
Porosité ouverte	7,87 %	1,10
Densité absolue	1,91	/

TAB. II.3 – Porosité ouverte et densités géométriques et absolues des composites Carbone/Carbone

1.3. Microstructure du composite

Les principales caractéristiques microstructurales des composites Carbone/Carbone sont données dans cette section, puis la matrice pyrocarbone est étudiée grâce à la microscopie optique en lumière polarisée (MOLP).

1.3.1. Caractéristiques microstructurales

L'observation de la microstructure (Fig. II.5) met en évidence le dépôt de la matrice autour des fibres de carbone. Le procédé CVI permet un dépôt progressif des atomes de carbone autour des fibres. Les feuillets de graphite ainsi constitués ont une allure concentrique autour des fibres.

Un diamètre de fibre de $7 \mu\text{m}$ environ est relevé. L'épaisseur d'empilement des feuillets de graphite dépend fortement de l'espace disponible : il peut atteindre plusieurs dizaines de μm lorsque la distance entre les fibres est importante et être seulement de quelques μm entre des fibres proches les unes des autres.

1.3.2. Caractérisation du pyrocarbone

La microscopie optique en lumière polarisée (MOLP) est utilisée pour mettre en évidence le type de pyrocarbone créé par le procédé CVI. La connaissance de ce type

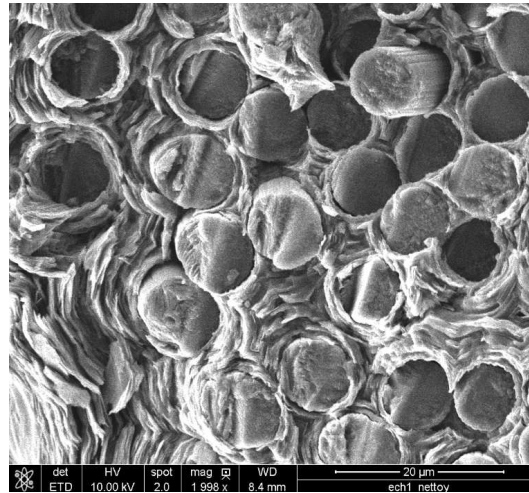


FIGURE II.5 – Microstructure des C/C - Fibres de carbone et matrice en feuillets

de pyrocarbone (laminaire isotrope : ISO, laminaire lisse : LL ou laminaire rugueux : LR) est importante car c'est en partie le pyrocarbone qui détermine les caractéristiques tribologiques du composite C/C (Page 24).

Le matériel utilisé est un microscope numérique, le VHX-1000E de Keyence. Il est équipé de la caméra VHX-1100 et, pour l'occasion, d'un objectif zoom à plage étendue de grossissement de référence VH-Z500R/VH-Z500W permettant des grossissements de $\times 500$ à $\times 5000$ fois.

Le principe de l'observation d'un matériau carboné en lumière polarisée repose sur deux lames ayant la propriété de polariser la lumière du microscope (Fig. II.6). Ces lames sont nommées polariseur et analyseur. En effet, pour ce type de matériau, lorsque le polariseur et l'analyseur du microscope sont croisés, le pyrocarbone anisotrope forme une croix sombre sur le fond clair (croix de Malte : Fig. II.7). Dans le cas de l'ISO, le dépôt apparaît sombre, et les croix sont à peine visibles. Le pyrocarbone LL présente des croix peu contrastées, aux contours bien définis. Les croix de Malte d'un pyrocarbone LR sont très contrastées et leurs contours irréguliers.

La méthode utilisée est celle de l'angle d'extinction α : en faisant tourner l'analyseur d'un angle α , on observe une rotation des parties claires et obscures des croix de Malte, jusqu'à former deux zones claires uniquement. C'est la valeur de cet angle qui est caractéristique du type de pyrocarbone.

La Figure II.7 présente une vue d'ensemble du matériau Carbone/Carbone sous lumière polarisée. Les fibres de carbone sont reconnaissables, peu sensibles à la polarisation de la lumière. Elles sont en vert foncé et orientées dans 2 directions différentes : parallèles au plan d'observation mais aussi perpendiculaires (principalement sur le quart en haut à droite de la photographie). Les fibres sont gainées de matrice pyrocarbone, ici en vert clair et blanc. La matrice autour des fibres perpendiculaires à la surface montre des croix de Malte dont on peut mesurer l'angle d'extinction.

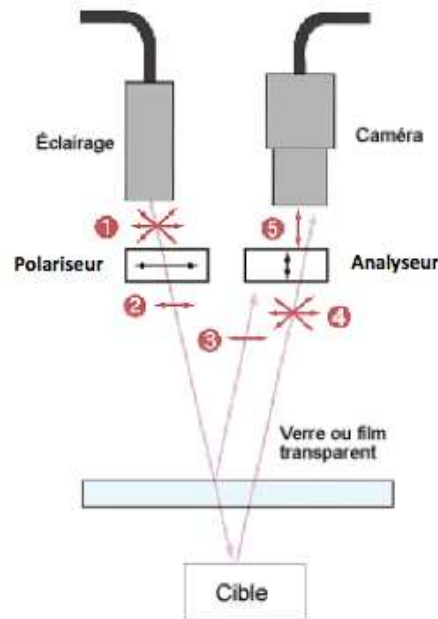


FIGURE II.6 – Principe de mesure par microscopie optique à lumière polarisée

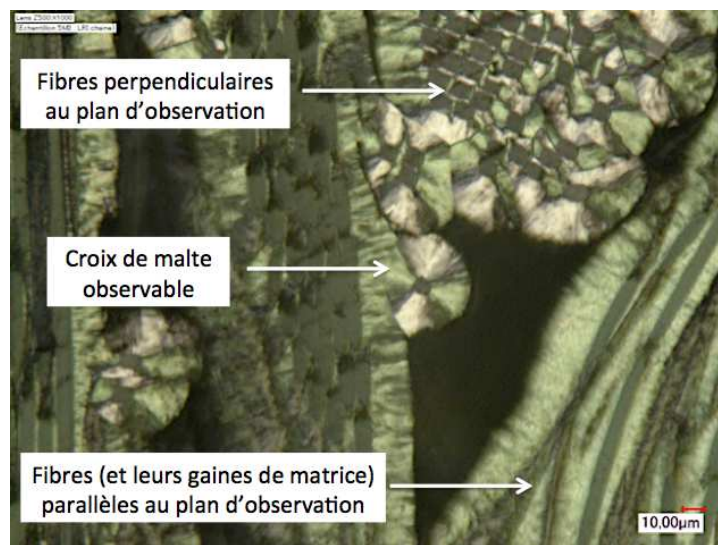


FIGURE II.7 – Image d'ensemble des croix de Malte visibles en lumière polarisée

La mesure est réalisée sur une fibre isolée (Fig. II.8), qui présente une matrice bien circulaire et bien adaptée à l'observation de la croix de Malte et donc de son apparition et disparition.

L'angle d'extinction mesuré est de 28° . Dans la littérature [Aubry 2002], un angle d'extinction entre 18 et 30° est caractéristique d'un pyrocarbone laminaire rugueux. L'angle d'extinction du graphite est quant à lui compris entre 30 et 33° [Vallerot, 2004]. L'angle obtenu montre que le pyrocarbone constituant le composite C/C 2,5D est laminaire rugueux, presque aussi bien organisé qu'un graphite pur.

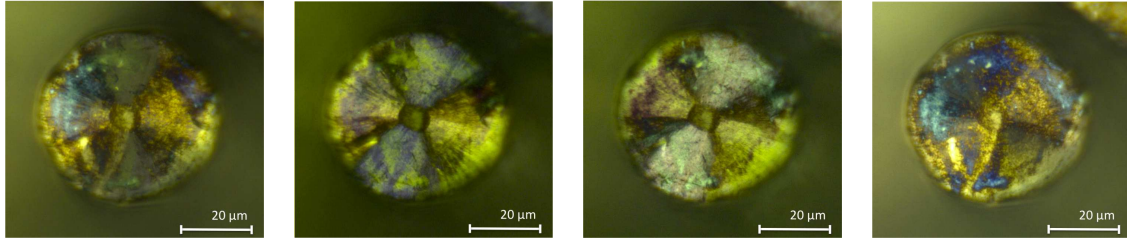


FIGURE II.8 – Évolution de la croix de Malte lors de la variation de l'angle entre l'analyseur et le polariseur

1.4. Caractérisations des propriétés élastiques anisotropes du C/C par méthodes ultrasonores

La caractérisation des propriétés élastiques par méthode ultrasonore a été réalisée par la plateforme CANOE à Bordeaux. Elle a pour objectif la connaissance des trois modules élastiques, des coefficients de Poisson et des modules de cisaillement du matériau composite Carbone/Carbone 2,5D.

1.4.1. Rappels théoriques sur la méthode

Propagation : À partir de l'équation fondamentale de la dynamique, de la relation déformations-déplacements et de la loi de Hooke généralisée, il est possible d'établir une relation qui lie déplacements et tenseur de rigidité lorsque les forces de volume sont négligées :

$$\rho U_{i,tt} = C_{ijkl} U_{l,jk} \quad (\text{II.2})$$

où ρ représente la masse volumique, U le déplacement, t le temps et C le tenseur d'élasticité, tenseur d'ordre 4. Le matériau étant considéré comme orthotrope, le tenseur des rigidités recherché comporte 9 constantes indépendantes.

Une solution à l'équation (II.2) est recherchée sous la forme d'une onde plane progressive monochromatique non amortie :

$$\vec{U} = a \vec{P} e^{(i\omega t - \vec{K} \cdot \vec{M})} \quad (\text{II.3})$$

où a représente l'amplitude de l'onde, $\vec{P}$ le vecteur de polarisation, ω la pulsation, $\vec{K}$ le vecteur d'onde et $\vec{M}$ le vecteur position.

Les équations de propagation de la perturbation acoustique prennent alors la forme [Auld 1973] :

$$\Gamma_{il} P_l - \rho V^2 P_i = 0 \quad (\text{II.4})$$

$\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$ est appelé tenseur de Christoffel où n_i représente le cosinus directeur de la normale à la direction de propagation. En posant $\rho V^2 = \lambda$ il est possible d'identifier les

vitesses de propagation V comme étant les valeurs propres du tenseur Γ (δ représente le symbole de Kronecker) [Morvan 2015] :

$$|\Gamma_{il} - \lambda \delta_{ij}| P_i = 0 \quad (\text{II.5})$$

La connaissance des vitesses de propagation d'une onde acoustique dans un matériau permet donc de remonter au tenseur de Christoffel et de là au tenseur de rigidité du matériau puisque les cosinus directeurs des directions de propagation sont connus soit *a priori* soit par l'intermédiaire des relations de Snell-Descartes.

Les dimensions de l'échantillon de C/C 2,5D utilisé pour réaliser les mesures ainsi que le repère associé sont donnés par la Figure II.9. La direction 1 correspond à la direction d'aiguilletage. La masse volumique de l'échantillon est de $1\,834\text{ kg/m}^3$.

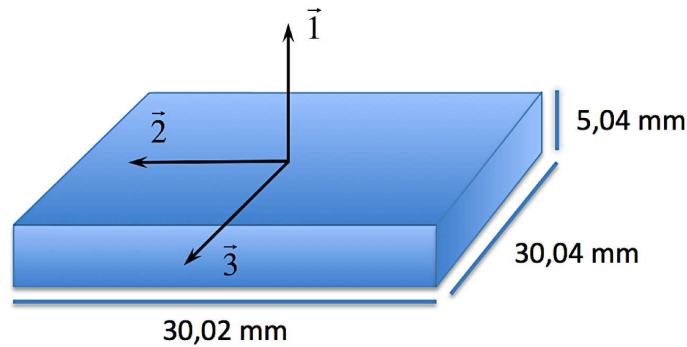


FIGURE II.9 – Échantillon et repère associé

Chronométrie : Deux méthodes différentes sont utilisées pour déterminer les constantes de la matrice de rigidité du matériau. Elles sont toutes deux basées sur la mesure des vitesses de propagation, obtenues par la mesure du temps de transit de l'onde ultrasonore dans le matériau, lui-même déterminé par la mesure du déphasage temporel entre le signal expérimental et un signal de référence. La méthode mise en œuvre ici utilise la transformée de Hilbert [Audoin 1996]. Toutes les mesures ont été réalisées en utilisant des traducteurs ultrasonores de fréquence centrale de 0,5 MHz.

1.4.2. Méthode ultrasonore au contact

L'équation de Christoffel (II.5) se réduit lors d'une mesure au contact à :

$$C_{ii} = \rho V_{ii}^2 \text{ avec } i = 1, 6 \quad (\text{II.6})$$

La méthode au contact permet l'obtention des termes diagonaux du tenseur des rigidités grâce à la formule (II.6). Celle-ci relie les vitesses de propagation aux termes du tenseur de rigidité via la masse volumique du matériau.

$$[C_1] = \begin{pmatrix} 12,8 & / & / & 0 & 0 & 0 \\ / & 22,5 & / & 0 & 0 & 0 \\ / & / & 21,5 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 6,1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 3,8 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 3,3 \end{pmatrix} \quad (\text{II.7})$$

Le tenseur des rigidités C_1 obtenu est partiel. Une deuxième méthode ultrasonore, en immersion, permet le calcul des termes non-diagonaux.

1.4.3. Méthode ultrasonore en immersion

Cette technique permet la mesure de 7 termes sur les 9 du tenseur des rigidités. Deux premières mesures conduisent à l'identification des coefficients C_{11} , C_{12} , C_{13} , C_{22} , C_{33} , C_{55} et C_{66} du tenseur C_2 . Une troisième mesure permet l'obtention de l'invariant $2C_{23} + C_{44}$.

Afin de compléter le tenseur C_2 , la valeur de C_{44} de la méthode au contact est utilisée pour calculer C_{23} .

$$[C_2] = \begin{pmatrix} 15,83 & 3,7 & 0,6 & 0 & 0 & 0 \\ & 23,2 & 0,7 & 0 & 0 & 0 \\ sym. & & 21,6 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & / & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 3,6 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4,2 \end{pmatrix} \quad (\text{II.8})$$

1.4.4. Caractéristiques élastiques

Les caractéristiques élastiques du matériau sont calculées à partir des tenseurs des rigidités obtenus. Les termes seuls de chaque méthode ne suffisent pas pour déterminer l'intégralité des modules et des coefficients. Les valeurs manquantes d'une méthode sont complétées par la seconde.

Les caractéristiques sont récapitulées dans le Tableau II.4. Le module élastique dans la direction d'aiguilletage E_1 est de 12 200 ou 14 800 MPa selon les méthodes. Dans le plan, les modules E_2 et E_3 ont des valeurs comprises entre 21 400 MPa et 22 300 MPa. Le matériau C/C 2,5D peut bien être considéré comme isotrope transverse avec la direction 1 pour axe d'isotropie.

Méthode	E_1	E_2	E_3	G_{12}	G_{13}	G_{23}
par contact	14,8	22,3	21,5	4,2	3,6	6,1
en immersion	12,2	21,4	21,5	3,3	3,8	6,1

Méthode	ν_{12}	ν_{21}	ν_{13}	ν_{31}	ν_{23}	ν_{32}
par contact	0,16	0,24	0,02	0,03	0,03	0,03
en immersion	0,16	0,29	0,03	0,05	0,03	0,03

TABEAU II.4 – Propriétés du matériau C/C 2,5D - Valeurs des modules d'élasticité et de cisaillement en GPa, coefficients de Poisson sans unité

2. Comportement mécanique en compression dans l'épaisseur

La connaissance du comportement mécanique du matériau Carbone/Carbone est importante dans cette étude du fait de la présence d'efforts de compression sur le matériau durant les essais tribologiques. En effet, les efforts tribologiques sont de deux ordres : normaux, ce qui peut être assimilé à des efforts de compression dans l'épaisseur, et tangentiels ce qui peut être assimilé à des efforts de cisaillement.

Afin d'étudier le comportement mécanique en compression dans l'épaisseur (direction d'aiguilletage), deux procédures expérimentales sont mises en place. Les essais monotones permettent d'étudier les domaines élastique et inélastique ainsi que l'état de contrainte provoquant la rupture du matériau. Les essais cycliques à contrainte croissante sont utilisés pour identifier les paramètres d'endommagement.

2.1. Caractéristiques mécaniques des Carbone/Carbone dans la littérature

Parmi la multitude d'architecture de matériaux composites C/C, les C/C 3D font partie des plus étudiés [Wagner 1996, Davy 2001, Flacelière 2006]. Cependant, le comportement mécanique des C/C est fortement influencé par l'architecture fibreuse [Davies 1994, Douarche 2001, Bruneton 2002, Aly-hassan 2003].

Le point commun de ces deux architectures est leur comportement non-linéaire, mais issu de deux mécanismes distincts. Là où les fibres du C/C 3D connaissent un micro-flambement, les fibres du C/C 2,5D aiguilletées sont peu nombreuses et ne pilotent pas le comportement en compression. Les fibres du plan en revanche sont sollicitées dans le sens transverse et la matrice est mise à contribution. De plus, la porosité plus grande pour les C/C 2,5D contribue fortement à la phénoménologie de la rupture [Douarche 2001].

Le Tableau II.5 répertorie les caractéristiques élastiques des constituants seuls qui permettent de borner le module d'Young du C/C 2,5D. Les valeurs des fibres seules montrent un module d'Young en compression transverse proche de 19 GPa. Le module d'Young du graphite polycristallin (le cas du pyrocarbone) est compris entre 10 et 12 GPa

[Fujii 2001]. On peut donc s'attendre à un module d'Young du composite dans l'épaisseur compris entre 10 et 19 GPa.

Chargement	Fibres //	Fibres $\perp$	Matrice
Traction	240,9 GPa	19 GPa	10 à 12 GPa
Compression	110,6 GPa	19 GPa	10 à 12 GPa

TABLEAU II.5 – Modules d'Young des fibres de carbone et de la matrice (pyrocarbone) [Fujii 2001, Rao 2008]

2.2. Matériel et méthodes expérimentales

2.2.1. Éprouvettes de compression

Les éprouvettes de compression sont usinées dans une ébauche de disques de frein du bloc de sécurité industriel pour A320 (dimensions de l'ébauche données dans le Tableau II.1). Les éprouvettes sont cylindriques. Elles sont d'une hauteur de 22 mm et d'un diamètre de 10 mm. Le plan de prélèvement des éprouvettes est donné dans la Figure II.10. Les éprouvettes numérotées 1, 5 et 10 sont utilisées pour les essais monotones et celles numérotées 4, 6, 7 et 9 pour les essais cycliques à contrainte croissante.

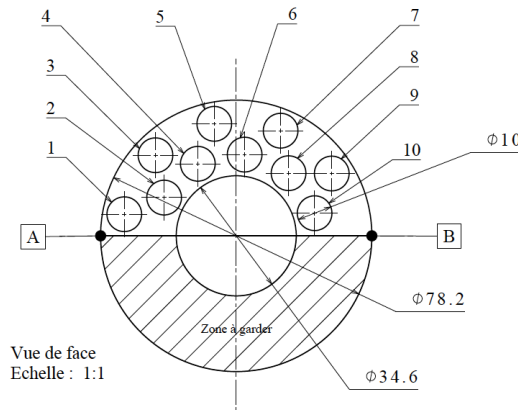


FIGURE II.10 – Plan de prélèvement des éprouvettes de compression dans une ébauche de disques de frein C/C 2,5D

2.2.2. Dispositif expérimental

Pour réaliser ces essais, une machine de traction/compression Instron 5800R électromécanique, équipée d'une cellule de charge de 30 kN, a été utilisée. La déformation est relevée en continu grâce à un extensomètre Instron 2620-602 (Fig. II.11). Le logiciel utilisé pour interagir avec l'équipement est Bluehill.

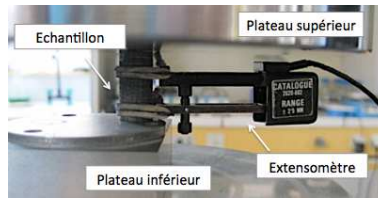


FIGURE II.11 – Photographie du montage expérimental instrumenté

2.2.3. Procédures d'essais

Les essais réalisés sont (Fig. II.12) :

- des essais de compression monotone, permettant la caractérisation du domaine élastique, inélastique et en rupture ;
- des essais cycliques à contrainte croissante. Ils sont aussi menés jusqu'à la rupture mais leur principale finalité est l'étude de l'endommagement.

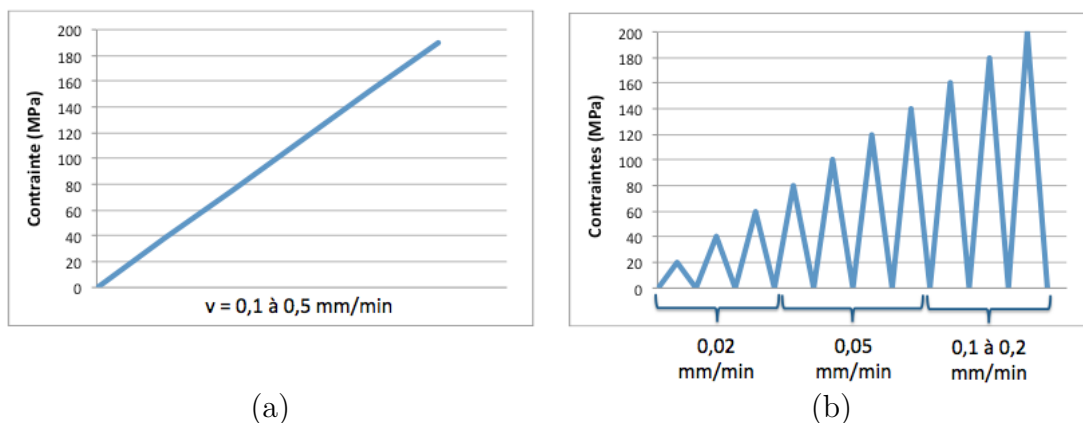


FIGURE II.12 – Schématisation des pilotages des essais de compression (a) monotone et (b) cyclique à contrainte croissante

Le pilotage des essais est effectué en déplacement avec des vitesses de 0,02 mm/min à 0,5 mm/min. L'effet de la vitesse est négligé, la viscosité du matériau n'est pas prise en compte et les essais sont menés jusqu'à la rupture. Dans le cas de la compression cyclique à contrainte croissante, les cycles sont définis par des seuils en contrainte par palier de 20 MPa. Le déplacement à appliquer pour atteindre ces efforts est une conséquence du comportement du matériau.

2.3. Comportement monotone et en rupture du composite

Les essais réalisés en compression monotone permettent la caractérisation du domaine élastique (module élastique et limite élastique), du domaine inélastique et une identification de la contrainte à la rupture.

2.3.1. Comportement mécanique

Comme tous les composites, le matériau C/C 2,5D présente des caractéristiques très dispersées. Cela s'explique par la présence des porosités, par des plis non parallèles et un aiguilletage imparfaitement réparti (cf. Section II.1.2.).

La Figure II.13 permet d'identifier un domaine élastique avec une limite comprise entre 100 à 120 MPa et un module élastique de 10,5 à 12,6 GPa (Tab. II.6) pour une déformation moyenne proche de 0,01 mm/mm. Le module élastique ne montre pas de corrélation notable avec la densité des échantillons. À la suite de ce domaine élastique, l'endommagement du matériau débute par l'apparition de la fissuration.

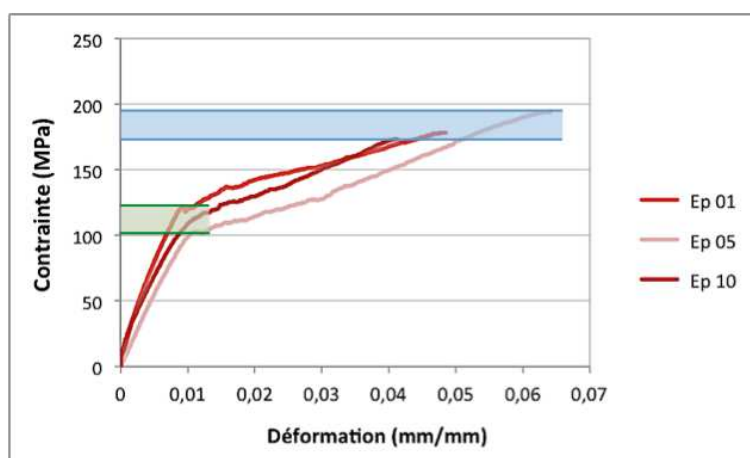


FIGURE II.13 – Comportement en compression dans la direction de l'aiguilletage du C/C 2,5D

Le domaine inélastique correspond à un endommagement progressif du matériau et à une propagation des fissures jusqu'à la ruine complète de l'échantillon. Tout d'abord, un palier apparaît au début du domaine. Il est schématisé par deux lignes horizontales vertes sur la Figure II.13. Durant ce palier les porosités présentes dans le matériau sont écrasées avec création des fissures. C'est l'étape dite de densification [Henry 2003] car l'espace initial des porosités diminue.

À la suite de ce palier, le domaine inélastique est quasi-linéaire et son coefficient directeur est de 1 500 MPa. La contrainte à la rupture atteinte par le Carbone/Carbone 2,5D est comprise entre les lignes bleues sur la Figure II.13. En moyenne, la contrainte à rupture est voisine de $190 \text{ MPa} \pm 10 \text{ MPa}$.

Échantillon	1	5	10
Module d'Young (MPa)	12 610	10 530	10 710
Contrainte à la rupture (MPa)	178	194	173
Déformation à la rupture	4,75%	6,42 %	4,13%

TABEAU II.6 – Caractéristiques mécaniques du composite C/C 2,5D

2.3.2. Faciès de rupture

Le mode de rupture observé lors des essais de compression jusqu'à rupture est principalement le cisaillement. Des ruptures à 45° se produisent sur tous les échantillons (Fig. II.14a). Plus rarement, un délaminage est possible, en addition de la rupture par cisaillement (Fig. II.14b).

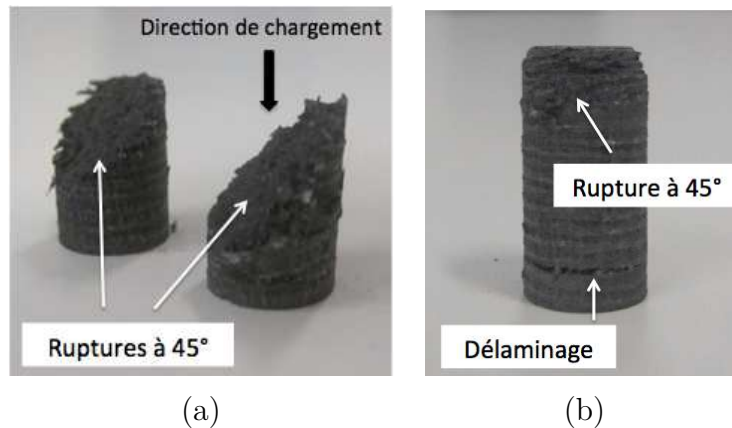


FIGURE II.14 – Ruptures (a) par cisaillement, (b) par cisaillement et délaminage

Ces ruptures produisent beaucoup de débris, sous forme d'une poudre fine, visible sur la Figure II.15a. L'observation au MEB (Fig. II.15b) permet de reconnaître une morphologie de type « plaquette », caractéristique des feuillets de graphite, dont sont constitués les débris. Les débris de matrice sont d'un diamètre moyen de quelques μm à 40 μm et de quelques μm d'épaisseur.

L'observation des débris donne des informations sur le mécanisme de rupture. Le volume important de ces particules montre que la matrice, de résistance mécanique inférieure en compression à celle des fibres, se pulvérise peu à peu lors des essais mécaniques [Fujii 2001, Rao 2008].

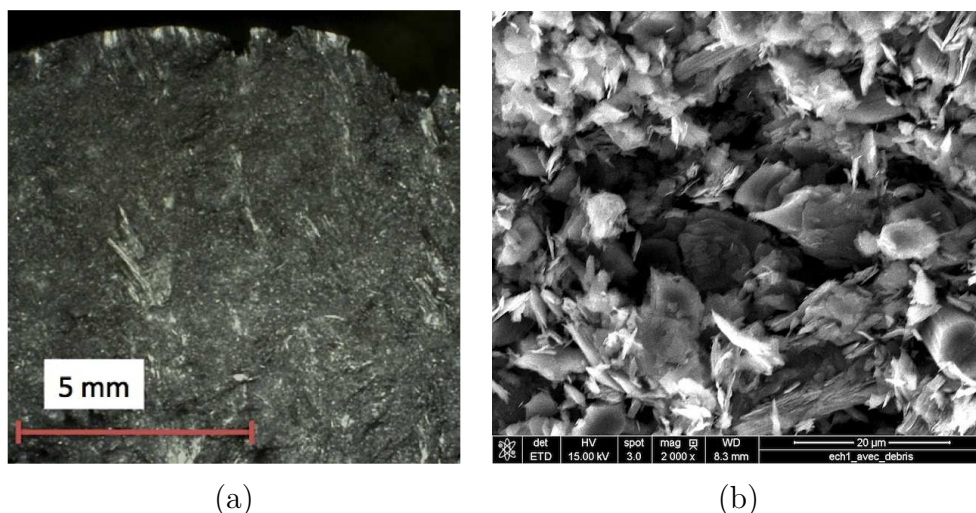


FIGURE II.15 – Observations microscopiques des faciès de rupture avec débris (a) au microscope optique, (b) au MEB

Après nettoyage (Fig. II.16), le faciès de rupture permet l'observation des 3 plans de fibres de carbone ($0^\circ/+60^\circ/-60^\circ$). Les observations au microscope optique et au MEB des Figures II.17 et II.18 sont réalisées parallèlement à la direction d'application de l'effort de compression (suivant la flèche de la Figure II.14a).

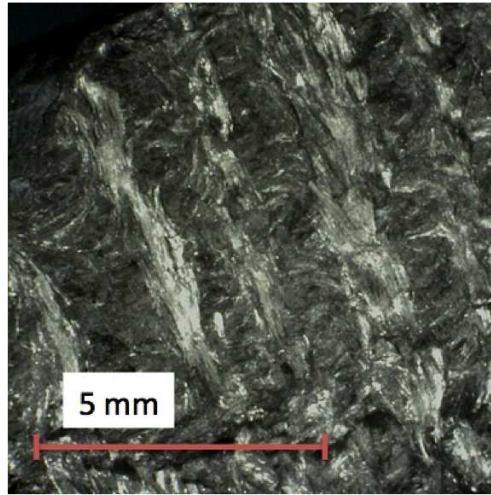
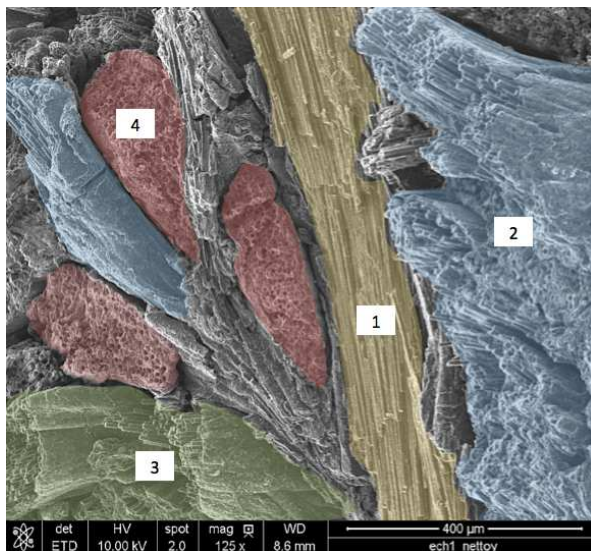
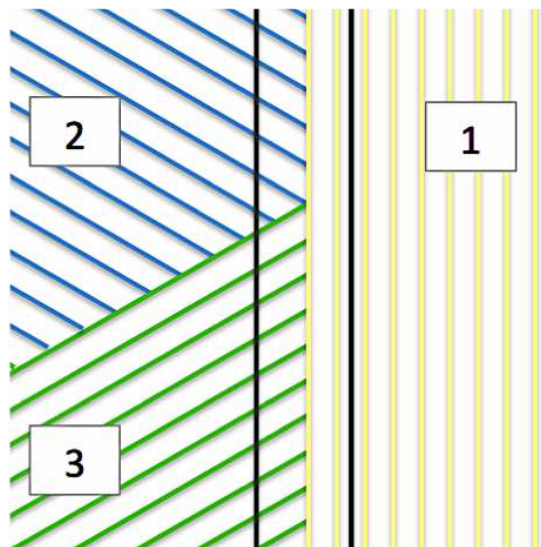


FIGURE II.16 – Faciès de rupture après nettoyage

La Figure II.16 montre l'alternance de zones brillantes et de zones sombres. Les zones brillantes correspondent aux plans de fibres sectionnés par la rupture parallèlement aux fibres. La résistance mécanique des fibres n'est pas engagée, c'est la matrice les entourant et les liant entre elles qui est cisailée. Les zones sombres sont les deux autres directions de plis. Ceux-ci sont orientés à $+60^\circ$ et -60° par rapport aux plis de la zone brillante et connaissent une rupture transversale aux mèches fibreuses, par cisaillement.



(a) Les 4 zones vues au MEB



(b) Schématisation des zones

FIGURE II.17 – Observation des faciès de rupture après nettoyage

II . Le matériau C/C et son comportement mécanique

Une vision globale de l'ensemble des faisceaux de fibres mis en jeu est proposée dans la Figure II.17 où :

- les fibres de la zone 1 correspondent aux fibres brillantes de la Figure II.16 ;
- les fibres notées 2 et 3 ont respectivement une orientation de $+60^\circ$ et -60° par rapport aux fibres du pli numéro 1 ;
- les fibres notées 4 correspondent à l'aiguilletage.

Des observations à plus fort grossissement de ces quatre zones sont données par la Figure II.18. Tout d'abord, le faciès de la zone 1 est caractérisé par des arrachements longitudinaux du fait du cisaillement du pli parallèlement aux fibres. Des ruptures transversales sont aussi visibles.

Les zones 2 et 3 présentent au contraire des ruptures transversales aux faciès granuleux. La liaison fibre-matrice est relativement faible. Des décohésions fibre/matrice sont visibles. Elles laissent apparaître la surface irrégulière des fibres, qui est striée. De fait, les stries des fibres se retrouvent sous forme d'empreinte dans la matrice.

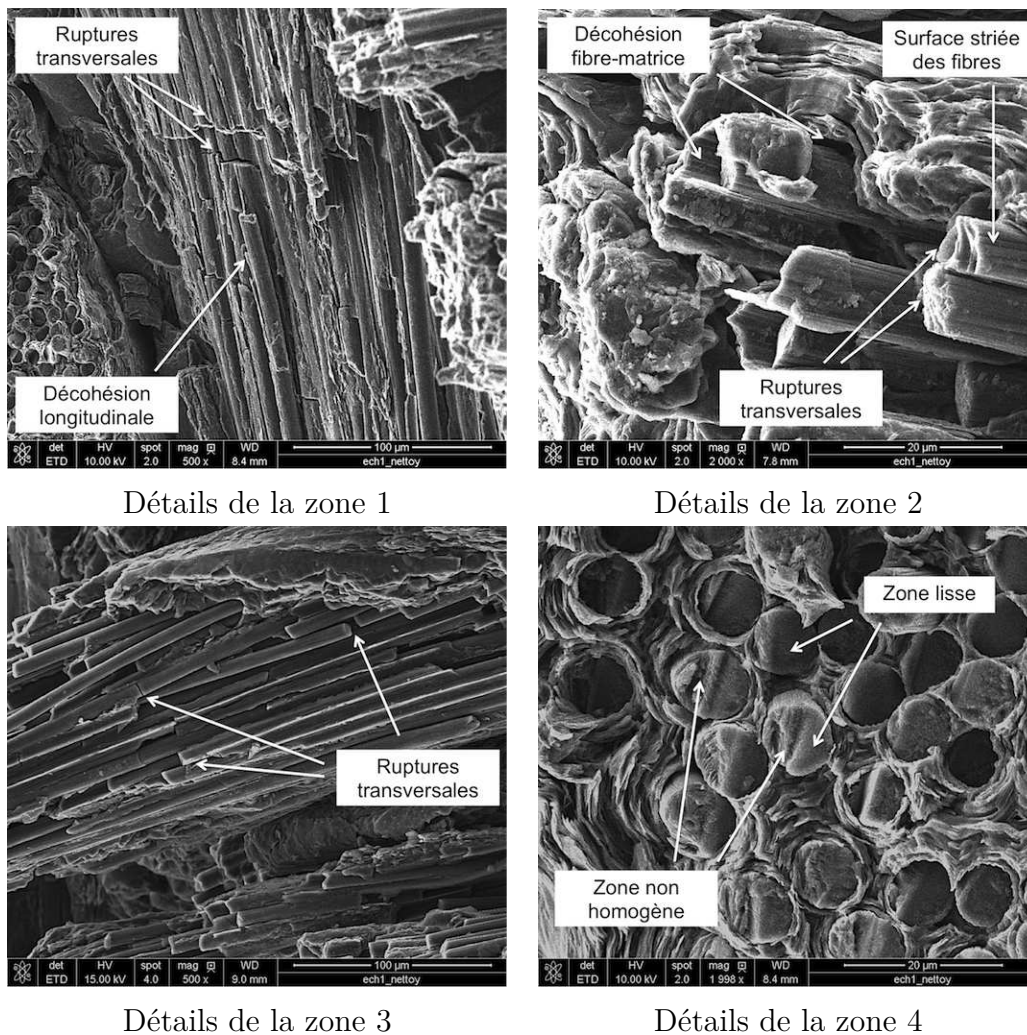


FIGURE II.18 – Observations MEB du faciès de rupture en compression

Les filaments de la zone 4 montrent une rupture à deux angles. La partie gauche de chaque fibre est hétérogène, comme striée alors que la partie droite est lisse. De plus, la partie de gauche semble faire un angle de 45° .

Ces fibres sont celles constituant l'aiguilletage. Elles sont théoriquement parallèles à la direction de chargement. Dans ce cas, les filaments subiraient une compression pure. Cependant, les fibres peuvent être inclinées de quelques degrés par rapport à la verticale. Elles subissent alors une action conjuguée de compression et de flexion. Le faciès de rupture des fibres observés est typique de cette combinaison de chargement [Nordin 2001].

L'observation de l'ensemble des quatre orientations de fibres de carbone permet de confirmer que la rupture de la structure fibreuse est brutale. La quantité importante de débris de matrice pyrocarbone et sa plus faible résistance mécanique indiquent que la matrice se transforme petit à petit en poudre et que les fibres de carbone se rompent brutalement lorsque les contraintes de compression atteignent la contrainte à rupture de l'architecture fibreuse.

2.4. Comportement cyclique à contrainte croissante

Quatre éprouvettes ont subi une compression de type cyclique à contrainte croissante. L'objectif de ces essais est la mise en évidence du caractère endommageable du matériau et sa caractérisation. Des valeurs de déformation et de contrainte à la rupture sont aussi fournies par ces essais.

2.4.1. Comportement global

La Figure II.19a montre une courbe contrainte-déformation typique obtenue pour les essais de compression cyclique. On voit tout d'abord que le cyclage ne modifie pas le comportement macroscopique du matériau. L'enveloppe des différents cycles de chargement reconstitue l'allure d'une compression monotone. Le caractère endommageable est révélé par les boucles d'hystérésis formées lors des décharges successives. Celles-ci sont typiques d'un comportement endommagé [Douarche 2001, Lemaitre 2009, Coradi 2014]. L'endommagement en tant que paramètre sera identifié à partir des déformations résiduelles en fin de chaque décharge (Fig. II.20).

Les valeurs données dans le Tableau II.7 montrent des valeurs de contrainte maximales légèrement supérieures aux contraintes trouvées précédemment. Les déformations à rupture sont elles aussi supérieures.

Échantillon	4	6	7	9
Module d'Young (MPa)	12 150	12 550	12 120	10 520
Contrainte max (MPa)	196	199	200	196
Déformation à contrainte max	5,6%	5,1%	/	6,4%

TABLEAU II.7 – Caractéristiques mécaniques générales du C/C 2,5D mesurées lors d'essais cycliques à contrainte croissante

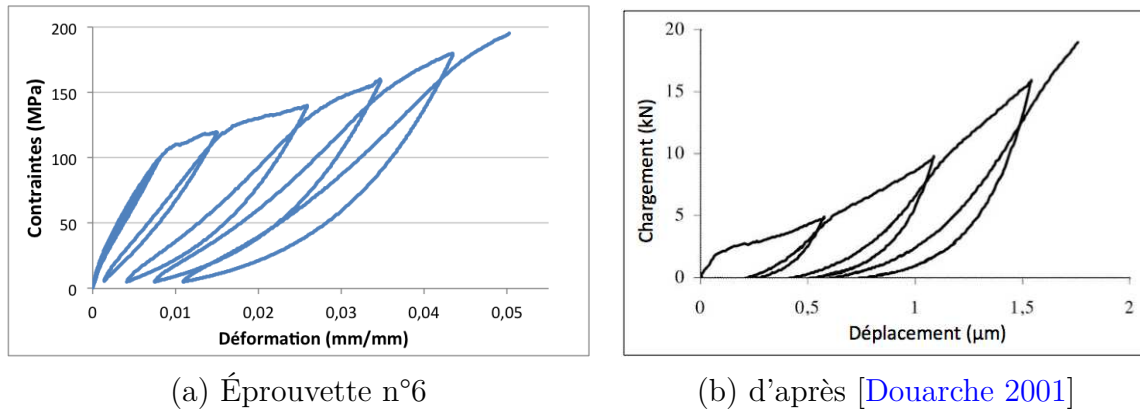


FIGURE II.19 – Comportement en compression avec cycles d'amplitude croissante dans la direction de l'aiguilletage d'un C/C 2,5D

2.4.2. Évaluation expérimentale de l'endommagement

Une quantification de l'endommagement a été réalisée à partir des essais de cyclage à contrainte croissante. L'endommagement est un paramètre permettant de connaître la détérioration progressive de la matière [Lemaitre 2009]. Il peut notamment être calculé à partir des modifications des caractéristiques élastiques. C'est cette approche qui est choisie dans cette étude. La Figure II.20 montre la méthode de mesure de la pseudo-élasticité, théorique et appliquée à un échantillon de C/C 2,5D.

Pour des matériaux dont le déchargement est linéaire, l'élasticité apparente du cycle $\tilde{E}$ est lue immédiatement (Figure II.20a). Par contre, le matériau C/C possède des boucles d'hystérésis bien marquées (Fig. II.20b).

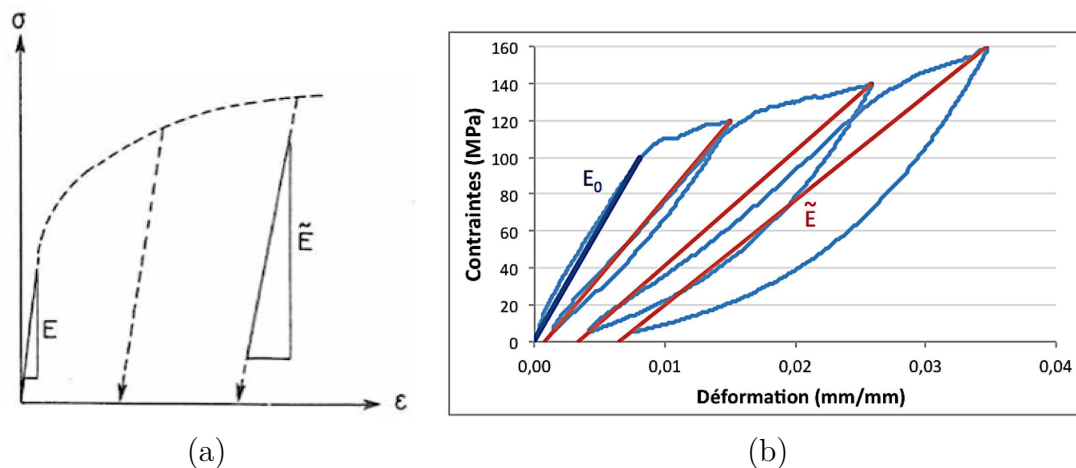


FIGURE II.20 – Mesure de l'élasticité apparente : (a) méthodologie d'après [Lemaitre 2001], (b) exemple sur un échantillon

Étant donné que c'est le chargement qui provoque l'endommagement, la boucle décrite lors du déchargement n'est pas significative pour le calcul de l'endommagement. Par contre, les déformations résiduelles sont des conséquences directes de cet endommagement. À partir des contraintes et déformations en tout début de déchargement et de la déformation

en fin de déchargement, il est possible de calculer un pseudo-module d'élasticité $\tilde{E}$, et ce pour chaque cycle de chargement/déchargement (Fig. II.20b).

L'endommagement d_i du i -ème cycle est calculé à partir du module élastique initial E_0 et du pseudo-module élastique $\tilde{E}_i$ [Lemaitre 2001, Lemaitre 2009] :

$$d_i = \frac{E_0 - \tilde{E}_i}{E_0} \quad (\text{II.9})$$

où $d = 0$ correspond à un état non endommagé et $d = 1$ à l'élément de volume rompu [Lemaitre 2001]. Pour relier les contraintes à l'endommagement, on utilise le taux de restitution d'énergie Y_{di} [Lachaud 2006], défini par :

$$Y_{di} = \frac{1}{2} \frac{\sigma_i^2}{E_0(1 - d_i)^2} \quad (\text{II.10})$$

où σ_i est le niveau de contrainte qui a provoqué l'endommagement (la contrainte en début de déchargement).

Les quatre essais de compression cyclique donnent un ensemble discret de points Y_d/d . Dans une optique de modélisation et de prévision de l'endommagement et de la rupture, une équation reliant les deux paramètres est mise en place. L'évolution de l'endommagement du matériau C/C 2,5D sollicité en compression est décrit par une équation du type :

$$d = \ln \left[a \left(\frac{Y_d}{Y_o} \right)^b \right] - c \times \frac{Y_d}{Y_o} \quad (\text{II.11})$$

avec Y_o le seuil à partir duquel l'endommagement commence. Cette forme d'équation a été choisie d'après l'allure expérimentale de l'endommagement (Fig. II.21)

Une optimisation, réalisée avec le module Solveur du logiciel Microsoft Excel, a permis de déterminer les valeurs des coefficients du modèle :

$$\begin{aligned} a &= 7,0234.10^{-1} \\ b &= 2,7344.10^{-1} \\ c &= 2,9977.10^{-3} \end{aligned}$$

TABLEAU II.8 – Valeurs des paramètres d'ajustement du modèle pour un matériau C/C 2,5D

La Figure II.21 présente l'évolution de l'endommagement expérimental d en fonction du taux de restitution d'énergie Y_d pour chaque cycle de chargement expérimental ainsi que le tracé du modèle. L'Équation (II.11) est bien adaptée pour reproduire la relation entre le taux de restitution d'énergie et l'endommagement, elle sera utilisée pour une modélisation du comportement mécanique en compression du composite C/C 2,5D.

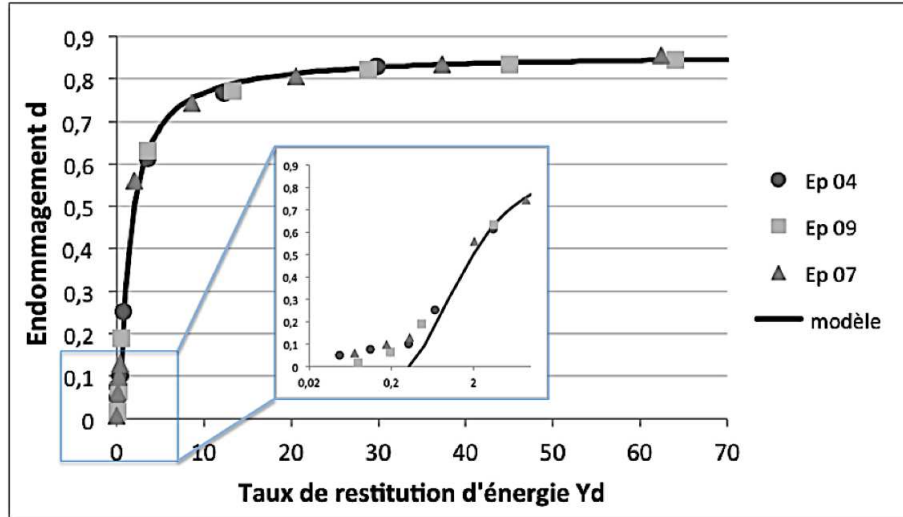


FIGURE II.21 – Résultats de modélisation mathématique du taux de restitution d'énergie

2.5. Modélisation du comportement cyclique en compression

Une modélisation de type élasto-plastique-endommageable est proposée pour représenter le comportement du matériau C/C. Pour cela, les caractéristiques élastiques, inélastiques et d'endommagement mesurées et calculées lors des essais mécaniques sont utilisées dans le modèle.

Les boucles d'hystérésis observées lors des essais de compression cycliques ne peuvent toutefois pas être décrites par cette modélisation. En effet, les mécanismes micromécaniques (fermeture des porosités, microfissuration matricielle, frottements et glissements interfaciaux) ne sont pas modélisés. Par contre, l'endommagement macroscopique global est pris en compte, et est représenté par des segments de charge/décharge, avec des pentes de segments révélant une perte de module d'élasticité.

2.5.1. Formulation du modèle

La loi de comportement est basée sur le concept des contraintes effectives. L'endommagement est pris en compte dans la fonction f , seuil de plasticité. C'est ainsi que les effets liés à l'écrouissage et à l'endommagement sont conjointement simulés par le modèle, mis en œuvre dans Matlab. C'est un modèle d'endommagement pseudo-plastique en hypothèse de petites déformations. La déformation totale ε est la somme de la déformation élastique ε^e et de la déformation inélastique permanente ε^i :

$$\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^i \quad (\text{II.12})$$

L'endommagement apporte une correction à la contrainte dans la formulation de la contrainte effective $\tilde{\sigma}$:

$$\tilde{\sigma} = \frac{\sigma}{(1 - d)} \quad (\text{II.13})$$

Le couplage de l'endommagement à la plasticité est réalisé en introduisant la contrainte effective $\tilde{\sigma}$ et un paramètre lié à l'écrouissage isotrope linéaire R dans le critère de plasticité f :

$$f = \tilde{\sigma} - R \quad (\text{II.14})$$

$$\text{où } R = a \times p \times (1 - d) + R_0 \quad (\text{II.15})$$

avec a le taux d'écrouissage, p la déformation inélastique cumulée et R_0 la limite élastique en compression dans l'épaisseur.

Pour la mise en œuvre sous Matlab, le modèle est piloté en déplacement et la déformation totale ε est calculée grâce à la géométrie de l'éprouvette. À chaque itération n , la déformation élastique est obtenue à partir de la déformation totale de la présente itération ε_n et la déformation plastique de l'itération précédente ε_{n-1}^i , tel que :

$$\varepsilon_n^e = \varepsilon_n - \varepsilon_{n-1}^i \quad (\text{II.16})$$

La contrainte correspondante et le taux de restitution d'énergie élastique Y_d peuvent alors être calculés.

$$\sigma = (1 - d) \times E \times \varepsilon^e \quad (\text{II.17})$$

$$Y_d = \frac{1}{2} \times E \times \varepsilon^e \times \varepsilon^e \quad (\text{II.18})$$

Enfin, si $Y_d > Y_o$, l'endommagement est calculé, grâce à l'expression (II.11).

2.5.2. Identification et validation du modèle

La simulation numérique est comparée aux essais expérimentaux cycliques à contrainte croissante. Compte tenu de la forte dispersion du comportement macroscopique du matériau C/C 2,5D constatée lors des essais monotones et cycliques, les paramètres du modèle ont été identifiés pour chacune des trois éprouvettes testées. Les valeurs de module et de limite élastique, du taux d'écrouissage et du seuil de taux de restitution d'énergie élastique Y_o sont réunies dans le Tableau II.9.

	Module d'élasticité (GPa)	R_0 (MPa)	Taux d'écrouis- sage a (GPa)	Y_o (MPa)
Echantillon 4	11	120	2,1	14.10^{-3}
Echantillon 6	13	105	2,0	9.10^{-3}
Echantillon 7	12	90	2,0	7.10^{-3}

TABLEAU II.9 – Caractéristiques du matériau C/C 2,5D obtenues par compression

La Figure II.22 regroupe les comparaisons essais-modélisation obtenues en utilisant les paramètres du Tableau II.9 pour chaque éprouvette.

Comme attendu, après le domaine élastique du matériau s'installe un domaine inélastique où le matériau tend à se rigidifier. Cela est dû physiquement à la fin de l'écrasement des porosités du matériau et au compactage du C/C. Numériquement, ce comportement est pris en compte dans l'équation (II.14) et implique que l'écroutissage est fonction de l'endommagement et ce selon une fonction décroissante. Alors, lorsque l'endommagement devient constant en fin d'essai, la fonction d'écroutissage n'est plus entravée par l'endommagement et la contrainte en fin d'essai augmente de façon plus nette.

Bien que la limite du modèle réside dans l'impossibilité de décrire les boucles d'hystérésis, l'endommagement est bien modélisé. Les déformations résiduelles en sont les meilleurs indicateurs. Ici, une bonne concordance est visible pour les 3 échantillons confrontés.

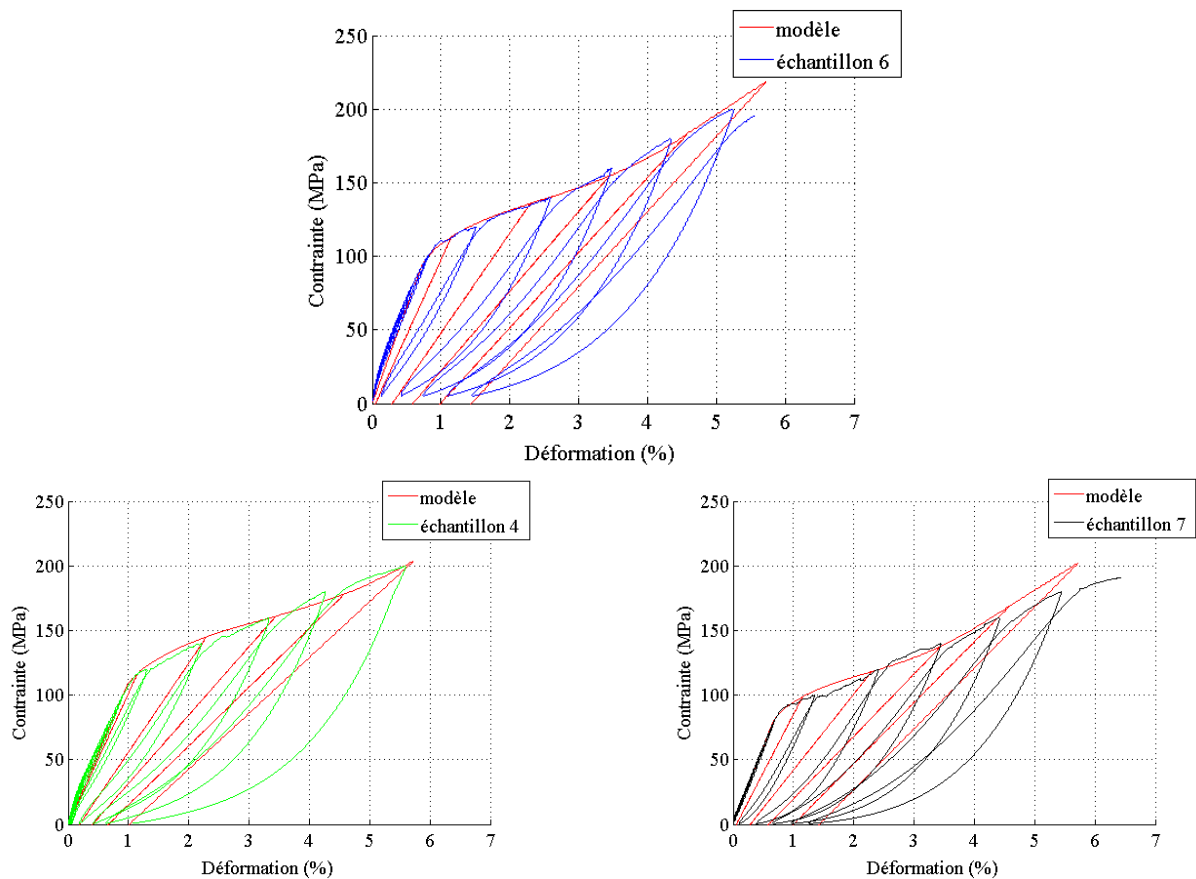


FIGURE II.22 – Comparaison entre la simulation numérique et les valeurs expérimentales des trois échantillons ayant subi un essai de compression cyclique à contrainte croissante

3. Comportement mécanique en indentation

Le comportement mécanique du composite C/C 2,5D dans l'épaisseur a également été étudié par indentation car cette méthode permet habituellement une mesure locale des propriétés du matériau. Le C/C 2,5D étant hétérogène, les essais d'indentation sont effectués à l'échelle macroscopique [Poitrimolt 2014]. La pertinence de cette méthode sera ensuite discutée.

3.1. Théorie

Un essai d'indentation consiste à appliquer une charge à la surface d'un matériau à l'aide d'un indenteur, ici de forme sphérique. Pendant l'indentation, le matériau se déforme de façon élastique et/ou inélastique. Dans ce deuxième cas, après le retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle mesurable est observée. Traditionnellement, l'indentation est essentiellement utilisée pour caractériser la dureté d'un matériau. Cependant, le suivi du déplacement de l'indenteur pendant le chargement et le déchargement apporte des informations sur les propriétés mécaniques, notamment élastiques, du matériau indenté. Ainsi, le début du déchargement après indentation (Fig. II.23a) présente une partie linéaire de pente S qui est l'expression du retour élastique du matériau. La pente S est directement liée (Eq. II.19) à la géométrie de la configuration expérimentale via le paramètre A , mais aussi aux caractéristiques élastiques de l'indenteur et du matériaux étudié grâce au paramètre M . Elle a pour expression [Marx 1999, Vlassak 2003] :

$$S = 2M\sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (\text{II.19})$$

Plusieurs cycles d'indentation en charge/décharge successifs sont appliqués sur le composite Carbone/Carbone dans l'épaisseur. L'exploitation des essais grâce à l'équation (II.19) permet de déterminer le module d'Young du C/C 2,5D par un essai moins intrusif qu'un essai de compression. Les différents paramètres géométriques utilisés sont définis sur la Figure II.23b.

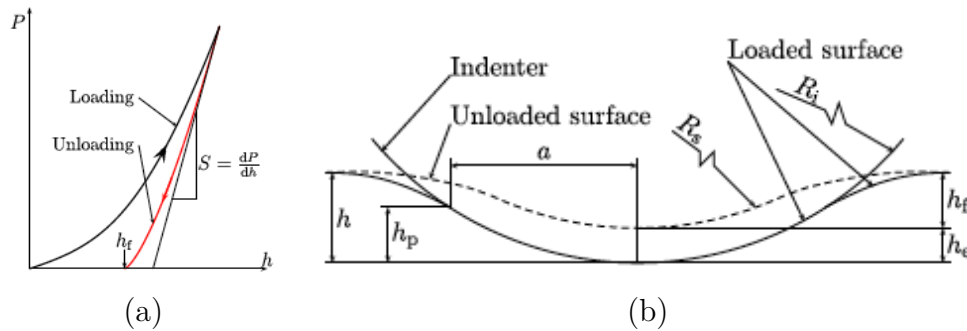


FIGURE II.23 – (a) Cycle typique d'indentation P-h, (b) Géométrie de l'indentation et paramètres associés [Poitrimolt 2014]

3.2. Matériel utilisé

L'équipement utilisé pour réaliser les essais d'indentation est un dispositif monté sur une machine de fatigue MTS. Il s'agit d'un module additionnel [Cheikh 2012] permettant d'appliquer une contrainte dans la direction horizontale afin de travailler à la façon d'un tribomètre, d'une machine de fretting-fatigue ou d'une machine de fretting-wear.

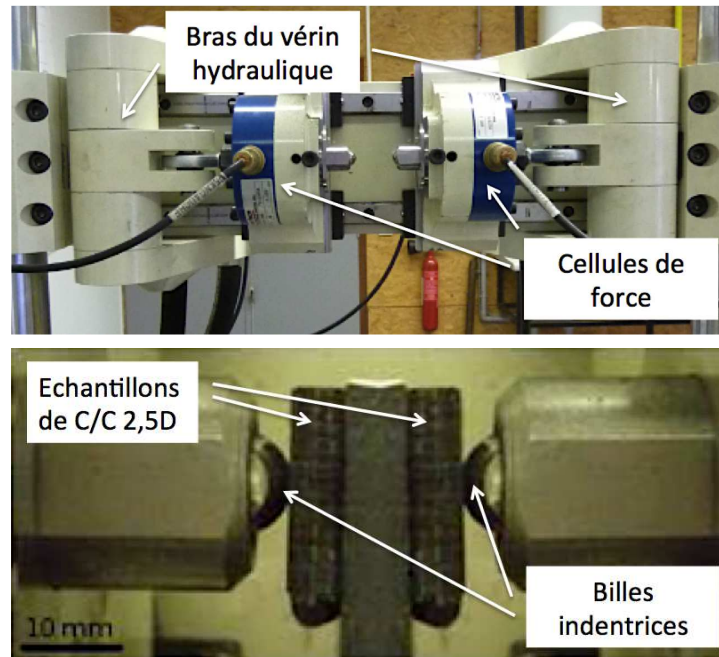


FIGURE II.24 – Montage des échantillons d'indentation

Dans le cas présent, des billes sont montées sur les 2 bras horizontaux comme le montre la Figure II.24. Un vérin hydraulique applique une force équitablement répartie entre les 2 faces du porte-échantillon ; la force appliquée est mesurée par 2 capteurs. C'est donc une double indentation qui est réalisée et les valeurs de déplacement données par l'extensomètre, positionné sur les 2 porte-billes, sont donc à diviser par 2.

Les pastilles de composite C/C 2,5D utilisées sont d'une épaisseur de 5 mm et d'une surface de $20 \times 20 \text{ mm}^2$. L'indenteur utilisé est une bille en acier 100C6 de diamètre 12 mm. Son module d'Young E_i vaut 210 GPa et son coefficient de Poisson est estimé à 0,3. Un essai est constitué de 5 étapes de chargement, de 100 à 500 N, avec un pas de 100 N. Le chargement est appliqué à une vitesse de $1,5 \text{ N.s}^{-1}$ et le déchargement est piloté par la profondeur d'indentation à une vitesse de $1.10^{-3} \text{ mm.s}^{-1}$. Cette procédure a été appliquée sur 4 échantillons différents.

3.3. Module élastique transverse E_1

Le contact sphère-plan, réalisé dans cette étude, est régi par la loi de Hertz, qui s'avère être uniquement valable lorsque les déformations des matériaux en contact restent dans le domaine élastique. C'est aussi le cas des équations qui seront présentées par la suite. Dans la théorie décrite précédemment, c'est donc lors du déchargement de l'essai d'indentation

que ces formulations mathématiques et mécaniques seront utilisées. La charge d'indentation P est reliée à la profondeur d'indentation h par la relation :

$$P = \frac{3}{4}M(h - h_f)^{\frac{3}{2}}\sqrt{R} \quad (\text{II.20})$$

avec M le module d'indentation, h_f la profondeur résiduelle et R le rayon d'indentation.

Pour rappel, le composite indenté se comporte selon un modèle de matériau isotrope transverse, de part son empilement décrit dans la Partie II.1.

De manière générale, le module d'indentation est fonction des modules de chaque matériau intervenant dans le contact, soit :

$$\frac{1}{M} = \frac{1}{M_i} + \frac{1}{M_e} \quad (\text{II.21})$$

avec M_i et M_e respectivement le module du matériau de l'indenteur et celui du matériau étudié. Pour les matériaux isotropes et isotropes transverses [Vlassak 2003], l'expression de M_k avec $k = i, e$ est :

$$M_k = \frac{E_k}{1 - \nu_k^2} \quad (\text{II.22})$$

où E_k est le module d'Young du matériau et ν_k son coefficient de Poisson. Dans le cas de l'indentation du C/C 2,5D dans l'épaisseur, $M_e = M_1$. Le rayon d'indentation est quant à lui défini par :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_e}$$

$$\text{soit } R = \frac{R_i \times R_e}{R_i + R_e} \quad (\text{II.23})$$

avec R_i et R_e respectivement les rayons de l'indenteur et de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon plan, son rayon de courbure est infini et R_e est nul. Par contre, lorsque l'échantillon subit plusieurs cycles d'indentation avec déformation résiduelle, une correction est à apporter. La relation (II.24) est déduite des relations géométriques du schéma de la Figure II.23b :

$$R_e = \frac{h_f^2 + a^2}{2 \cdot h_f} \quad (\text{II.24})$$

avec a le rayon de l'aire de contact $a = \sqrt{2R_i h_p - h_p^2}$ et $h_p = (h + h_f)/2$.

Le module élastique transverse du matériau C/C 2,5D peut être calculé par les essais d'indentation grâce à la formule :

$$E_1 = \frac{M_i \times M}{M_i - M}(1 - \nu_z^2) \quad (\text{II.25})$$

$$\text{avec } M = \frac{4}{3} \frac{P}{(h - h_f)^{3/2} \sqrt{R}}$$

II . Le matériau C/C et son comportement mécanique

Cependant, ces équations ne prennent en compte que les conséquences unidirectionnelles de l'essai. La Figure II.25 schématise les différents profils obtenus au cours d'une indentation. Le profil 1 correspond au début de l'indentation, où une faible fraction de la surface de la bille entre en contact avec le composite. Cette surface augmente au cours de l'essai jusqu'à ce que le profil numéroté 2 soit atteint. Au centre du contact, la profondeur d'indentation est alors de près de 5.10^{-2} mm. En périphérie du contact, la matière est aussi déplacée, par cohésion du composite. Le profil 3 représente les déformations résiduelles en fin d'essai. Une empreinte est visible en lieu et place de la bille indentrice. De plus, la matière s'est déformée à l'extérieur du contact pour former un bourrelet. En effet, elle n'a pas seulement été déplacée dans l'épaisseur de l'échantillon par la bille mais aussi radialement.

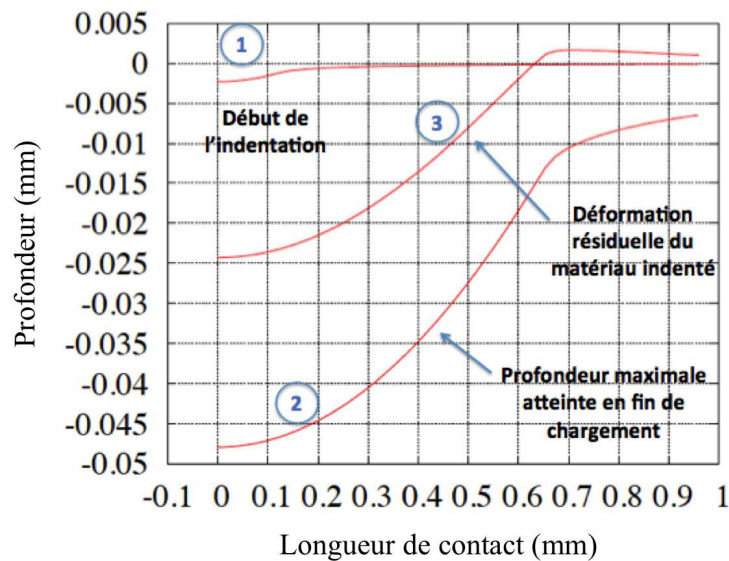


FIGURE II.25 – Schématisation de l'évolution de la profondeur d'indentation

La Figure II.26a montre une courbe P-h typique obtenue pour 5 cycles d'indentations consécutifs de 100 à 500 N. Les boucles constituées par un cycle charge/décharge sont bien visibles. La pente de chaque début de déchargement est relevée. Les équations données précédemment sont utilisées pour calculer le module d'Young transverse du composite C/C 2,5D. La valeur moyenne obtenue est $E_1 = 10\,330$ MPa. La Figure II.26b montre les 5 courbes de déchargement, une pour chaque cycle. Pour chacune des courbes expérimentales, la loi de Hertz (Équation (II.20)) est tracée. Dans l'ensemble, une bonne correspondance entre les demi-cycles expérimentaux et ceux prédits par la loi de Hertz est observée. Une dispersion faible est seulement notée pour les chargements les plus bas. Cette dispersion est due au comportement non-linéaire du matériau dans le domaine élastique.

Une simulation numérique de cet essai a été mise en place et décrite dans une publication [Poitrimolt 2014]. Les neuf coefficients de la matrice de rigidité d'un matériau isotrope transverse y sont utilisés. De plus, la validation par une comparaison entre les essais expérimentaux et une simulation numérique a été réalisée.

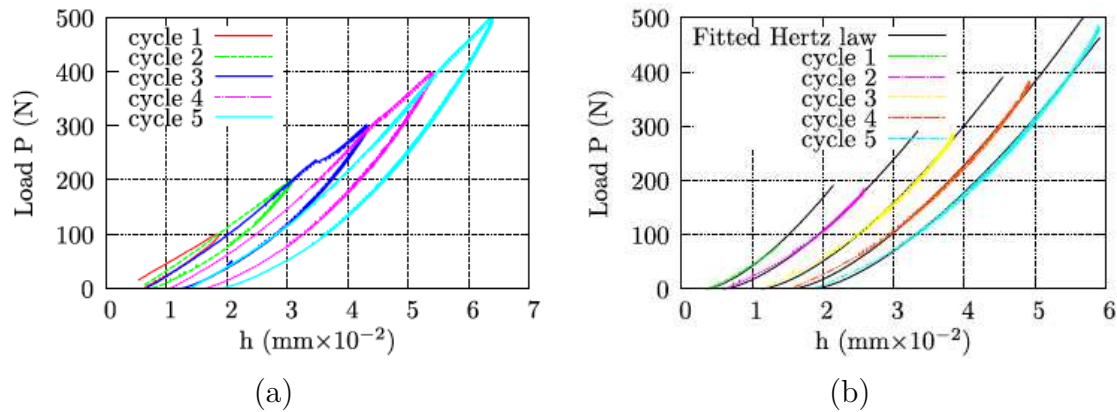


FIGURE II.26 – (a) Cycles P-h (b) Déchargement expérimental et loi de Hertz

3.4. Comparaison des méthodes de mesure du module élastique dans l'épaisseur

Le module élastique du composite C/C 2,5D a été mesuré par trois méthodes expérimentales différentes. La méthode ultrasonore tout d'abord (Page 45), la compression monotone et cyclique (Page 49) et dans la présente section, par indentation sphérique. Les valeurs obtenues par chacune des méthodes sont résumées dans le Tableau II.10.

Méthode	Module élastique
Méthodes ultrasonores	12 200 à 14 800 MPa
Par compression	10 530 à 12 610 MPa
Par indentation	10 330 MPa

TABLEAU II.10 – Comparaison des valeurs du module élastique dans l'épaisseur obtenues par différentes méthodes

Les trois méthodes donnent des modules élastiques du même ordre de grandeur. À la dispersion typique des matériaux composites s'ajoute les spécificités de la technique employée. Dans le cas des méthodes ultrasonores, c'est le début du domaine élastique qui est mesuré. Il est souvent d'une pente plus élevée que celle de la fin du domaine. De fait, la valeur obtenue par cette méthode est plus élevée que celle calculée lors de l'exploitation des essais de compression qui est une moyenne sur le domaine élastique complet. Enfin, l'indentation sphérique est aussi une méthode qui moyenne le module élastique sur le domaine entier. La valeur fournie se situe dans la fourchette basse des modules E_3 obtenus par compression. L'indentation est donc une bonne alternative aux essais en compression et à la méthode ultrasonore pour la mesure du module d'Young.

4. Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre ont été présentés le matériau Carbone/Carbone étudié lors de ce projet et les essais mécaniques qui ont permis la caractérisation de son comportement en compression.

Le procédé d'élaboration est responsable d'un certain nombre de propriétés du matériau. Sa densité moyenne est de 1,827 et sa porosité ouverte a été mesurée entre 7 à 8 %. Même le pyrocarbone est fonction du procédé d'élaboration et est identifié comme laminaire rugueux par MOLP. Enfin, une première caractérisation des propriétés mécaniques du matériau est effectuée, par des méthodes ultrasonores. Les propriétés élastiques du matériau, dans les 3 directions de l'espace, sont déterminées. Elles mettent en évidence une symétrie des propriétés dans le plan d'empilement. Le matériau est donc isotrope transverse, avec pour axe de symétrie la direction d'aiguilletage.

Le comportement mécanique dans l'épaisseur du matériau a été caractérisé par des essais de compressions monotones et cycliques à contrainte croissante. Les essais monotones mettent en évidence les 2 domaines, élastiques et inélastiques du matériau C/C 2,5D. Le domaine élastique s'étend jusqu'à 100-120 MPa pour un module élastique de $11\,500 \text{ MPa} \pm 1\,000 \text{ MPa}$ soit sensiblement égal à celui de la matrice seule. La rupture quant à elle intervient autour de $190 \text{ MPa} \pm 10 \text{ MPa}$. Les essais cycliques ont ensuite permis l'étude de l'endommagement progressif du matériau. Le paramètre d'endommagement d et son dual le taux de restitution d'énergie Y_d sont calculés pour chaque cycle.

Ces valeurs et équations ont contribué à la proposition d'un modèle matériau et de son identification. Ainsi, le comportement cyclique en compression dans l'épaisseur du matériau C/C 2,5D est décrit de manière satisfaisante par un modèle élastique endommageable à écrouissage isotrope. Le couplage endommagement - plasticité introduit dans la formulation du seuil de plasticité permet une bonne représentation du comportement macroscopique caractérisé par des déformations résiduelles et une rigidification progressive du comportement lors des écrasements importants du matériaux.

Enfin, les essais d'indentation réalisés par une bille d'acier sur le composite C/C 2,5D ont permis de mesurer son module élastique transverse (de moyenne $10\,330 \text{ MPa}$) et de comparer cette valeur avec celles obtenues par les essais de compression et par les méthodes ultrasonores. La bonne adéquation entre les différents modules a validé la pertinence de cette méthode sur un matériau composite pourtant sujet aux dispersions. L'avantage majeur de ce type d'essai réside dans le fait qu'il est non destructif et ne nécessite qu'un faible volume de matériau. C'est une méthode efficace et alternative à la mesure du module élastique.

Chapitre III

Matériaux et démarche expérimentale pour l'étude tribologique

Sommaire

1.	Autres matériaux de l'étude	66
1.1.	La contre-pièce	66
1.2.	Le lubrifiant Turboncoil 160	67
2.	Présentation de l'équipement de tribologie	71
3.	Méthodes de caractérisation des états de surface	75
3.1.	Observations au microscope électronique à balayage	75
3.2.	Caractérisation rugosimétrique	77
3.3.	Caractérisation tribologique – Procédure Multi-Vitesses Courts	79
4.	Définition des états de surface de référence et application des méthodes de caractérisation	80
4.1.	Caractérisation morphologique	81
4.2.	Caractérisation rugosimétrique	83
5.	Conclusion du chapitre	85

Le matériau composite Carbone/Carbone dont le comportement mécanique a été étudié au Chapitre II est l'un des deux premiers corps utilisés dans les deux chapitres tribologiques de ce manuscrit.

Ce chapitre présente des éléments complémentaires à la compréhension de l'étude tribologique et la démarche expérimentale mise en place pour étudier la génération d'états de surface et leur caractérisation.

Dans un premier temps, ce chapitre introduit l'autre premier corps de l'étude (la contre-pièce) et ses caractéristiques, ainsi que l'huile minérale utilisée lors des essais lubrifiés. Dans un second temps, le moyen d'essai et les procédures tribologiques de modification d'états de surface sont présentés. Enfin, les états de surface dits « de référence » sont

introduits et justifiés. Les méthodes de caractérisation de ces états de surface en particulier et tous les états de surface en général sont décrites.

1. Autres matériaux de l'étude

Les premiers corps engagés dans les essais tribologiques sont le composite C/C 2,5D, présenté dans le Chapitre II, et une contre-pièce en acier. Le frottement est réalisé dans deux environnements différents (Fig. III.1). Sont décrits dans cette section la contre-pièce ainsi que le lubrifiant utilisés lors des essais tribologiques.

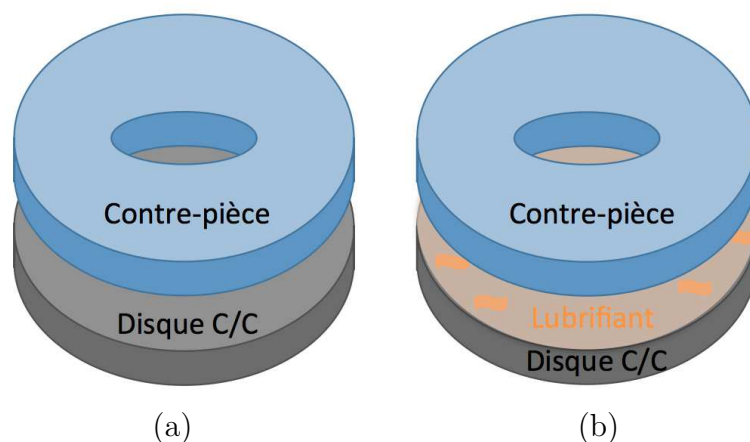


FIGURE III.1 – Schématisation du triplet tribologique en (a) environnement sec (b) environnement lubrifié

1.1. La contre-pièce

Le couple de frottement de l'ensemble de l'étude tribologique est Carbone/Carbone contre acier. Le second premier corps est en acier 16NCD13 qui présente les mêmes caractéristiques de dureté et de rugosité que la contre-pièce du système réel. Pour cela, l'acier a subi un traitement de cémentation suivi d'une trempe et d'un revenu à 150°C lui conférant les propriétés indiquées dans le Tableau III.1. Leurs rugosités, mesurées avant et après essais tribologiques, sont similaires. Cette pièce sera nommée dans la suite de ce travail « contre-pièce ».

Dureté	Rugosité (R_a)
700 Hv	0,1 μm

TABLEAU III.1 – Propriétés surfaciques des contre-pièces en acier 16NCD13

Trois contre-pièces du même matériau ont été utilisées lors de l'étude tribologique (visuels de CP1 et CP2 dans la Fig. III.2). Leurs dimensions géométriques sont données dans le Tableau III.2. Elles permettent d'atteindre des gammes différentes de contrainte normale selon leur surface de contact.



FIGURE III.2 – Contre-pièces CP1 (à gauche) et CP2 (à droite)

	Largeur de piste	Contrainte normale accessible
CP1	14 mm	0,39 à 3 MPa
CP2	4 mm	1,3 à 10 MPa
CP3	2 mm	2,6 à 20 MPa

TABLEAU III.2 – Caractéristiques géométriques des contre-pièces en acier 16NCD13

1.2. Le lubrifiant Turbonycoil 160

Une partie des essais tribologiques est réalisée en environnement lubrifié. Le lubrifiant employé est le même que celui utilisé dans le système de freinage industriel. Il s'agit d'une huile minérale, le Turbonycoil 160 (T160), commercialisée par NYCO. Sa masse volumique est de 959 kg.m^{-3} [NYCO 2017].



FIGURE III.3 – À gauche, le lubrifiant vierge (TV) - à droite, le lubrifiant après campagne tribologique (TU)

Le lubrifiant est composé d'une base d'ester de polyol, c'est-à-dire d'atomes d'oxygène, d'hydrogène et de carbone. Des additifs apportent des propriétés anti-corrosion et anti-oxydation. De plus, le lubrifiant contient des composés métalliques (Fe, Al ...) en faible quantité [NYCO 2017]. Ce lubrifiant apparaît d'une couleur orangée sur la Figure III.3. Après campagne tribologique, le lubrifiant devient marron et perd sa transparence, proba-

blement à cause de débris de C/C issus du frottement.

Une analyse de la composition chimique a été réalisée par ICP (Inductively Coupled Plasma) pour quantifier les éléments inorganiques du lubrifiant vierge (TV) et usé (TU). Puis une mesure de la viscosité dynamique a été réalisée par cisaillement plan/plan du lubrifiant vierge et usé.

1.2.1. Composition chimique du Turbonycoil 160

a. Matériel utilisé pour l'analyse ICP : L'analyseur ICP utilisé est un Ultima de la marque Horiba (Fig. III.4). Son seuil de sensibilité est de 1 à 400 ppm pour la majorité des éléments chimiques non organiques.



FIGURE III.4 – Photographie du moyen d'essai ICP

b. Protocole de préparation des solutions inorganiques : Le lubrifiant aéronautique T160 est composé d'esters neopolyol. Il contient aussi des additifs ainsi que des traces d'éléments métalliques et métalloïdes qui seront dosés par l'analyse ICP. Cette analyse ne fonctionne que sur les composés inorganiques, c'est-à-dire qu'elle ne mesure pas les quantités d'atomes d'oxygène, de carbone et d'hydrogène [Fuger 2011, Rêgo de Vasconcelos 2016]. Dans le cas du T160, une procédure de minéralisation en trois étapes est mise en œuvre avant de procéder à l'analyse :

- Quelques dixièmes de mL de lubrifiant sont prélevés. Ils sont mis en réaction avec 5 mL d'eau oxygénée H_2O_2 concentrée à 30 % pendant 30 minutes à 80°C, puis le mélange est évaporé. C'est la première oxydation.

- La seconde est réalisée en mélangeant l'extrait sec de l'étape précédente avec 2,5 mL d'eau oxygénée 30 % et 2,5 mL d'acide nitrique $[HNO_3]$ à 67 %. La réaction dure 30 minutes à 80°C puis on procède à une nouvelle évaporation.

- La minéralisation de la poudre obtenue est faite avec 5 mL d'eau régale (mélange d'acide chloridrique et d'acide nitrique HCl/HNO_3) durant 2h et à 90°C. Le produit sec obtenu est mélangé dans 50 mL d'eau. C'est cette solution qui est testée à l'ICP.

c. Composition chimique du T160 vierge et après campagne tribologique : La fiche technique transmise par le fournisseur fait état de 10 éléments métalliques présents dans le lubrifiant [NYCO 2017]. L'analyse ICP a été calibrée pour détecter ces éléments en particulier.

Les éléments comme le carbone, l'hydrogène et l'oxygène ne sont pas dosés par cette technique. Les débris carbonés, qui semblent être responsables du changement de couleur du lubrifiant, ont été détruits lors de la minéralisation.

Les résultats du lubrifiant vierge et du lubrifiant utilisé sont donnés dans le Tableau III.3. Seulement 3 des éléments sont présents en quantité suffisante pour être détectés. Il s'agit du fer, du magnésium et de la silice. Les autres sont présents dans des concentrations en dessous du seuil de détection.

Élément	Fournisseur (mg/g)	vierge	après tribo.
Aluminium	entre 1.10^{-4} et 2.10^{-3}	n.m.	n.m.
Argent	entre 0 et 1.10^{-3}	n.m.	n.m.
Chrome	entre 0 et 2.10^{-3}	n.m.	n.m.
Cuivre	entre 0 et 1.10^{-3}	n.m.	n.m.
Étain	entre 0 et 1.10^{-2}	n.m.	n.m.
Fer	entre 0 et 2.10^{-3}	$5,78.10^{-4}$	$2,77.10^{-3}$
Magnésium	entre 0 et 2.10^{-3}	$3,66.10^{-3}$	$1,16.10^{-3}$
Nickel	entre 0 et 2.10^{-3}	n.m.	n.m.
Silice	entre 1.10^{-4} et 2.10^{-3}	$8,67.10^{-3}$	$6,93.10^{-3}$
Titane	entre 0 et 1.10^{-3}	n.m.	n.m.

TABLEAU III.3 – ICP fournisseur et mesuré en laboratoire du T160 ; n.m. = non mesuré

L'analyse après campagne de frottement indique une élévation significative de la quantité de fer, probablement liée à l'arrachement de débris de la contre pièce.

1.2.2. Viscosité dynamique du T160

La viscosité dynamique du lubrifiant a été mesurée, pour des températures de 20 à 140°C car la viscosité est fortement dépendante de la température. La même mesure a été réalisée sur un échantillon de lubrifiant après la campagne d'essais tribologiques.

a. Matériel utilisé : Un rhéomètre à rotation RheoStress 600 de la marque HaakeMars est utilisé pour connaître la viscosité dynamique du lubrifiant. Ce rhéomètre cisaille le fluide entre deux surfaces, l'une fixe et l'autre mobile (Fig. III.5). La partie mobile peut avoir différentes configurations (conique, cylindrique, plane etc). Les essais pratiqués sur le lubrifiant T160 sont basés sur le cisaillement entre 2 plateaux circulaires parallèles ($\phi = 35$ mm) à vitesse imposée (10 s^{-1}) c'est-à-dire qu'une vitesse angulaire de rotation constante est maintenue et le couple de rotation résultant, produit par l'échantillon, est mesuré.

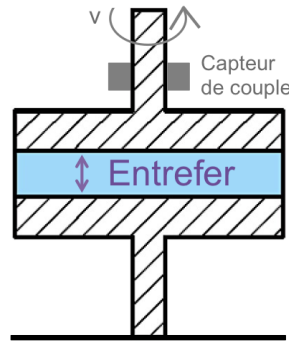


FIGURE III.5 – Géométrie du rhéomètre utilisé pour les mesures de viscosité dynamique

b. Viscosité dynamique du lubrifiant T160 vierge : Deux essais ont été réalisés avec des valeurs d'entrefer de 0,5 et 1 mm. La comparaison des résultats pour les deux valeurs montre que l'entrefer n'a pas d'influence sur les résultats de viscosité.

Des valeurs de la viscosité en fonction de la température pour une valeur d'entrefer de 0,5 mm sont données dans le Tableau III.4. À température ambiante, la viscosité dynamique du lubrifiant est seulement de $2,26.10^{-2}$ Pa.s. Cette valeur faible est typique des lubrifiants composés d'esters neopolyols [Ayel 1996, Ayel 1997]. La viscosité dynamique chute rapidement en température. Elle se voit divisée par 5 entre 22 et 60°C puis elle continue de baisser jusqu'à atteindre $1,55.10^{-3}$ Pa.s à 140°C. Cette chute est moins conséquente et la viscosité semble se stabiliser (Fig. III.6).

Température	Viscosité dynamique
22°C	$2,26.10^{-2}$ Pa.s
60°C	$5,85.10^{-3}$ Pa.s
100°C	$2,36.10^{-3}$ Pa.s
140°C	$1,55.10^{-3}$ Pa.s

TABEAU III.4 – Viscosité dynamique du T160 en fonction de sa température

De plus, l'évolution de la viscosité avec la température est typique d'une loi d'Arrhénius [Sathivel 2008, Hrma 2008, Yadav 2014]. La Figure III.6 montre l'adéquation entre les valeurs expérimentales obtenues pour un entrefer de 0,5 mm et la loi d'Arrhénius (R la constante des gaz parfaits et T la température en Kelvin) :

$$\eta(T) = A \times \exp\left(\frac{-E_A}{R \times T}\right) \quad (\text{III.1})$$

avec $A = 3,515.10^{-7}$ Pa.s et $E_A = -2,690.10^4$ J/mole

c. Viscosité dynamique du lubrifiant T160 usé : Un échantillon de lubrifiant utilisé lors des essais tribologiques est analysé avec la même méthodologie.

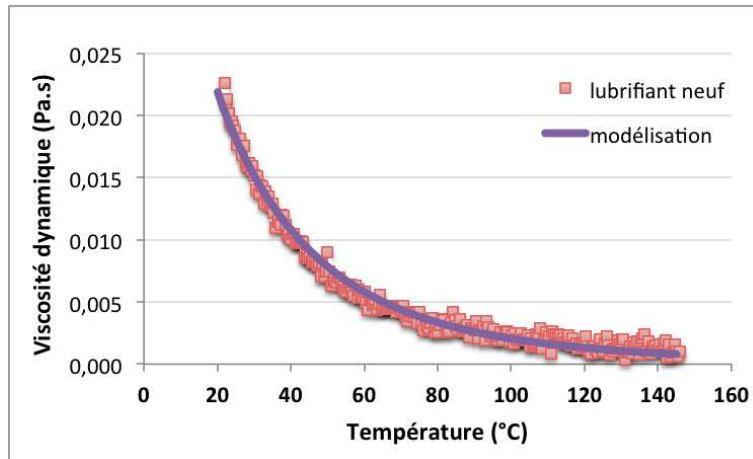


FIGURE III.6 – Viscosité dynamique du T160 en fonction de la température - Entrefer de 0,5 mm

La viscosité du lubrifiant utilisé pour les essais tribologiques est quasi identique à celle du lubrifiant neuf (Fig. III.7). Elle suit elle aussi une loi d'Arrhénius dont les coefficients sont donnés par l'Équation (III.2) :

$$\eta(T) = A \times \exp\left(\frac{-E_A}{R \times T}\right) \quad (\text{III.2})$$

avec $A = 1,854.10^{-6}$ Pa.s et $E_A = -2,310.10^4$ J/mole

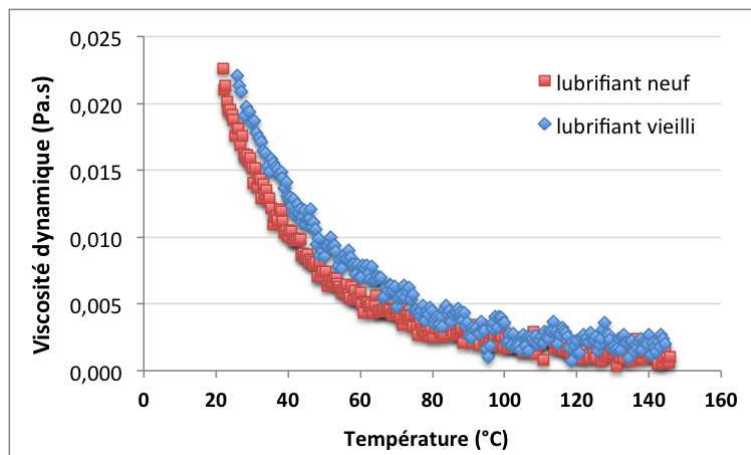


FIGURE III.7 – Viscosité dynamique du T160 en fonction de la température - Entrefer de 1 mm

2. Présentation de l'équipement de tribologie

Le tribomètre sur lequel sont réalisés les essais en configuration disque/disque se nomme le Tribal. Il s'agit d'un tribomètre rotatif de capacité 800 daN. La Figure III.8 montre le capteur de force normale (1), les systèmes de mesure du couple de frottement (3) et les 2 arbres de travail (2 et 4). L'arbre vertical supérieur (2) permet l'application de la force souhaitée (0 à 80 kg convertis par un bras de levier $\times 10$) alors que l'arbre inférieur (4) est piloté en rotation. Les vitesses accessibles vont de 5 à 2000 tr/min.

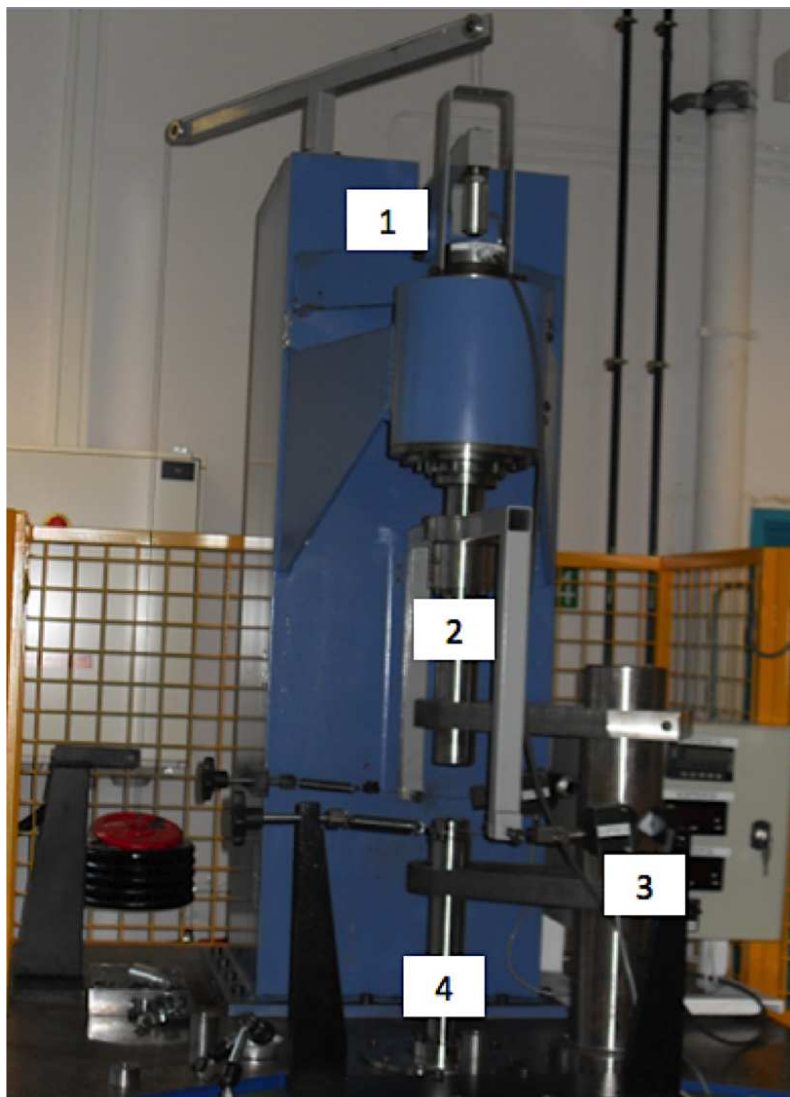


FIGURE III.8 – Le Tribal - (1) capteur de force normale - (2) arbre supérieur - (3) capteurs d'efforts tangentiels - (4) arbre inférieur

Le Tribal a été adapté à la géométrie des disques de Ratier Figeac pour réaliser des essais à sec et dans une configuration lubrifiée. La Figure III.9 montre le dispositif expérimental permettant de travailler avec les éprouvettes en Carbone/Carbone représentatives des dimensions des freins de Ratier-Figeac. Les supports de la contre-pièce en acier 16NCD13 et de l'éprouvette en carbone sont respectivement numérotés (1) et (2). Un carter (3) est prévu pour pouvoir travailler en environnement lubrifié. Enfin, des sorties (4) sont prévues pour les essais avec circulation de fluide.

Un dispositif de recirculation du lubrifiant a été mis en place pour les essais tribologiques lubrifiés (Fig. III.10). La circulation est assurée par une pompe à galets (VerderFlex Economy) (2). La chaleur générée par le frottement augmentant la température du lubrifiant, ce dernier est amené par des tuyaux souples (4) dans un réservoir plongé dans un bain thermostaté (3) (où le fluide caloporteur est de l'eau) maintenu à température ambiante.

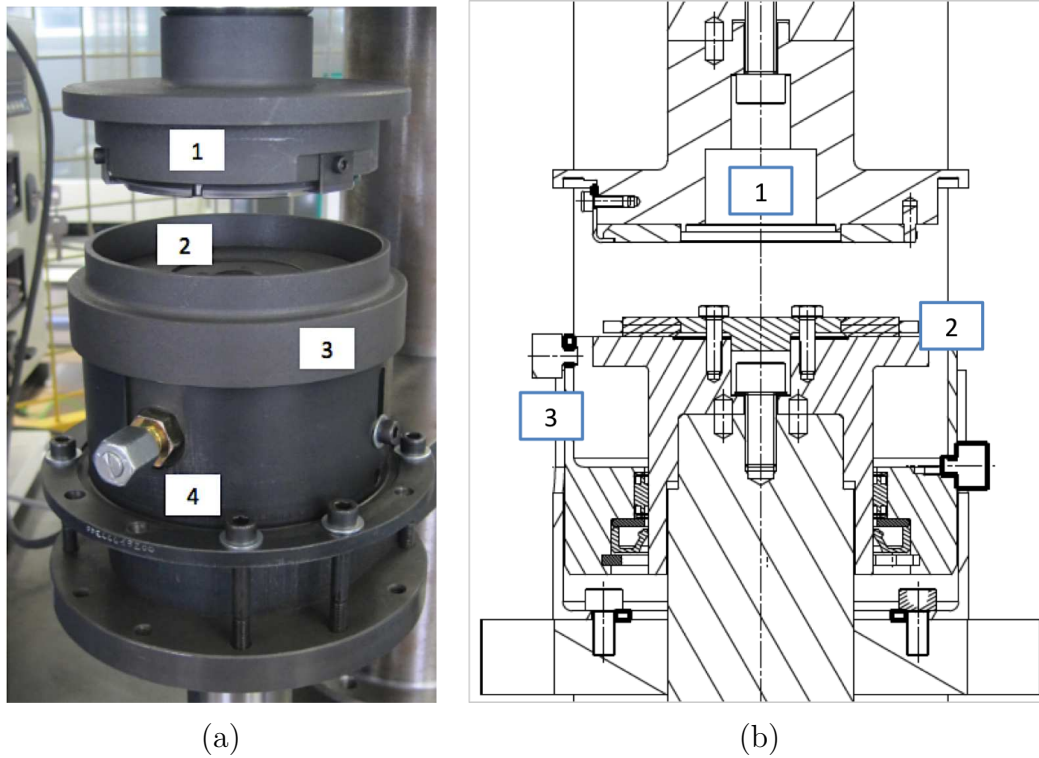


FIGURE III.9 – Module de lubrification Tribal - a) ouvert, avec carter de lubrification et b) fermé, sans le carter. (1) Support de fixation de la contre-pièce, (2) support de fixation de l'éprouvette en C/C, (3) carter de lubrification (4) sortie pour la circulation du lubrifiant - optionnelle

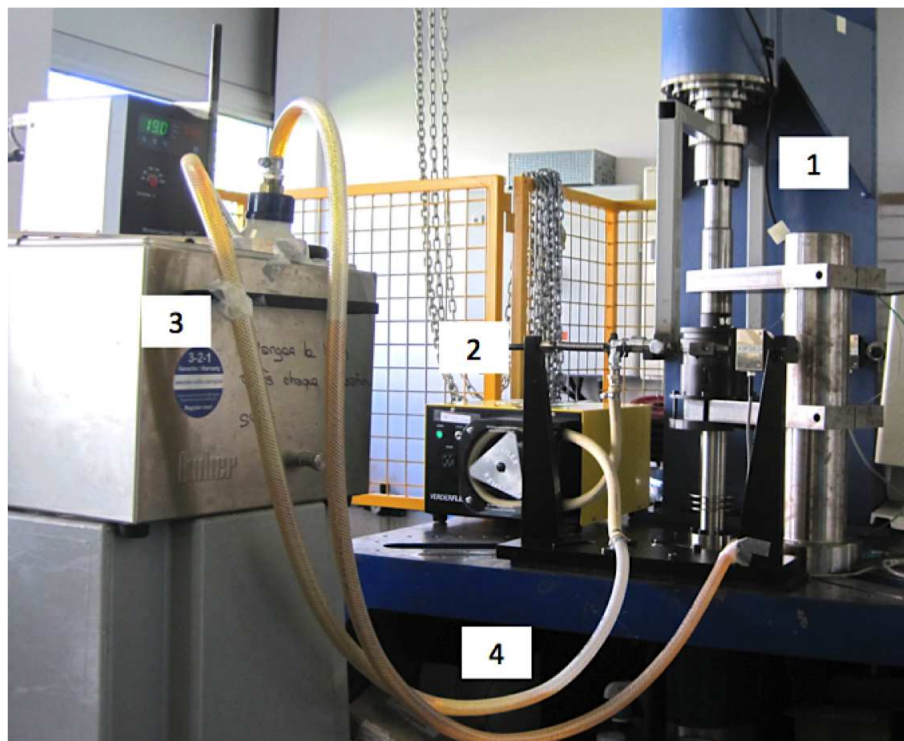


FIGURE III.10 – (1) Tribal, (2) pompe de recirculation, (3) refroidissement au bain thermostaté, (4) tuyaux de circulation

Éprouvettes C/C 2,5D et instrumentation

Les éprouvettes en C/C 2,5D utilisées sont des disques industriels soit neufs, soit polis, soit revenant de service. Les disques sont découpés dans des ébauches (Page 36) puis usinés. Les dimensions des disques sont données dans le tableau III.5.

Rayon intérieur	Rayon extérieur	Épaisseur	Surface
23 mm	37 mm	5 mm	2 595 mm ²

TABLEAU III.5 – Caractéristiques géométriques des disques C/C 2,5D

La surface des éprouvettes en C/C est de 2 595 mm², ce qui permet une plage d'étude de 0,39 à 3 MPa avec une contre-pièce de même dimension. Grâce à des contre-pièces plus petites (Tableau III.2 Page 67), les pressions normales accessibles vont jusqu'à 20 MPa. Ces contre-pièces sont instrumentées d'un thermocouple permettant le suivi de l'évolution de la température de frottement. Il est placé dans la contre-pièce à 1 mm de la surface de contact. Un deuxième thermocouple, plongé dans l'huile minérale, permet de suivre la température de celle-ci en cours d'essai. L'acquisition de ces 2 valeurs est réalisée grâce au logiciel Labview.

Les enregistrements effectués permettent d'accéder aux courbes d'évolution du coefficient de frottement f avec le temps ou la distance de frottement. L'acquisition des données de frottement et de température est faite à une fréquence de 1 Hz. Les conditions expérimentales accessibles sont résumées ci-dessous :

- les essais de frottement peuvent être réalisés en environnement sec et lubrifié ;
- la pression normale pouvant être appliquée est comprise entre 0,39 à 20 MPa ;
- la vitesse de frottement imposée est de 5 à 2000 tr/min.

Un résultat typique d'un essai tribologique est présenté dans la Figure III.11. La contrainte normale appliquée est de 3MPa, la vitesse de frottement est 60 tr/min et la durée d'essai est de 17 heures, ce qui 12 km de frottement. L'essai est réalisé en environnement lubrifié.

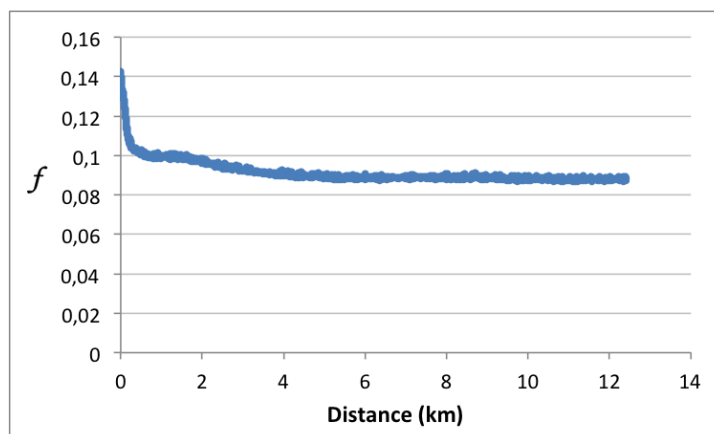


FIGURE III.11 – Exemple de courbe de frottement

3. Méthodes de caractérisation des états de surface

Les états de surface des échantillons tribologiques sont caractérisés avant et après essai au moyen de 3 méthodes différentes. Il s'agit :

- d'observation MEB permettant d'accéder à l'état morphologique ;
- de mesures de rugosité permettant d'accéder à l'état topographique ;
- d'essais MVC (Multi-Vitesses Courts), essais tribologiques de courte durée visant à mettre en évidence l'apparition d'un domaine hydrodynamique dans le cas des essais lubrifiés (cf Courbes de Stribeck au Chapitre I).

Quel que soit l'échantillon, il est dépollué avant d'être analysé. Pour cela, chaque échantillon est nettoyé grâce à un mélange d'acétone et d'éthanol puis passé au bain à ultrasons avant d'être séché.

3.1. Observations au microscope électronique à balayage

Le MEB est utilisé pour l'observation des différents états de surface de référence mais aussi afin de caractériser les états de surface générés lors des essais de frottement. Les échantillons sont positionnés entier dans la chambre du MEB. Le détecteur employé est l'EDT (Everhart Thornley Detector - Fig. III.12) en mode SE (électrons secondaires), permettant d'obtenir un contraste topographique.

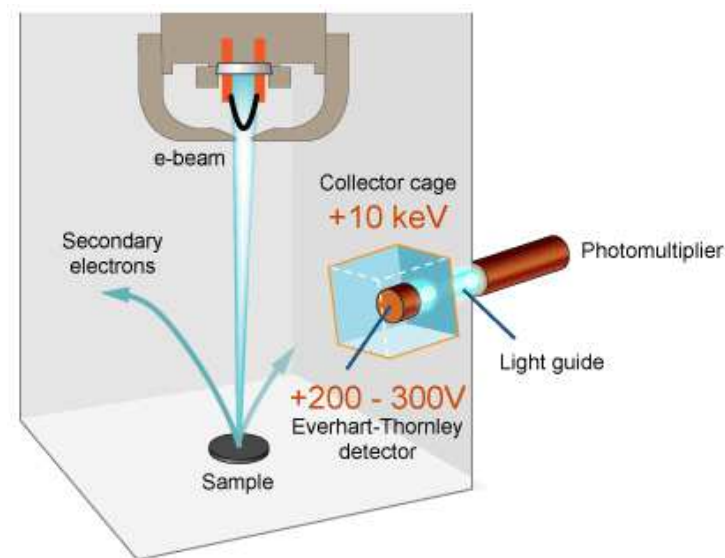


FIGURE III.12 – Schéma de fonctionnement du détecteur EDT [Cmeba 2013]

L'énergie appliquée sur les échantillons de C/C 2,5D est de 10 keV. Il arrive cependant que le matériau « charge ». En effet, l'interaction électron-matière conduit à des effets d'accumulation de charges à la surface, charges qui sont évacuées vers la masse dans le cas d'un échantillon conducteur ; par contre, dans le cas d'un isolant leur accumulation déforme le faisceau d'électrons et modifie son énergie effective. Cela se remarque par une surface qui devient plus foncée, sans pour autant modifier réellement l'état de surface.

3.1.1. Observations des surfaces

Les grossissements utilisés pour la caractérisation des états de surface sont $\times 250$ et $\times 1000$ (parmi les six grossissements initialement déterminés - $\times 125$, $\times 250$, $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2500$ et enfin $\times 5000$). Ces deux grossissements sont choisis pour être complémentaires : alors que le grossissement $\times 250$ permet d'avoir une vue d'ensemble, le grossissement optimal pour caractériser l'état de surface est le $\times 1000$ (Fig. III.13).

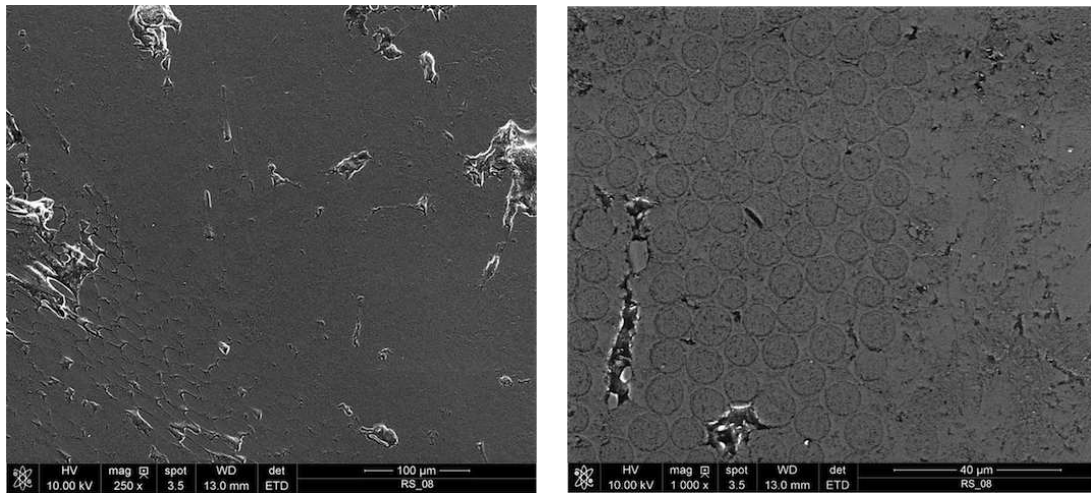


FIGURE III.13 – Morphologie MEB de l'échantillon revenant de service RS08. À gauche : grossissement $\times 250$ et à droite : grossissement $\times 1000$

3.1.2. Observation en coupe

Des observations en coupe sont effectuées, principalement sur les échantillons tribologiques en environnement lubrifié. Les observations sont réalisées selon 2 angles différents (Fig. III.14). Pour cela, les échantillons sont découpés tangentiellement à la direction de frottement (T) et radialement (R).

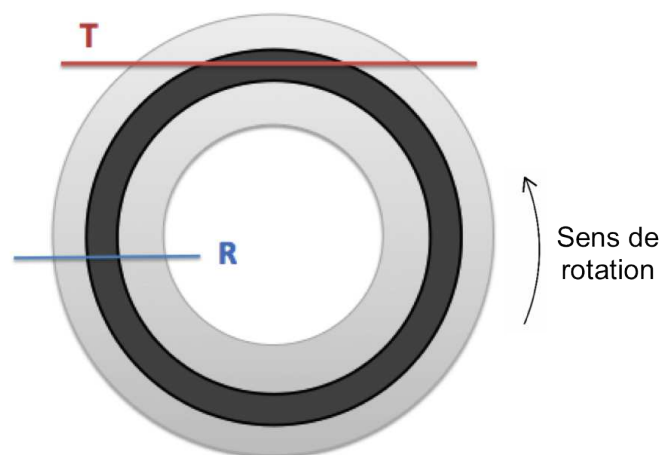


FIGURE III.14 – Modes de découpe radial (R) et tangential (T) pour une vue en coupe des éprouvettes

Après la découpe, les surfaces sont enrobées puis polies. La première direction d'observation (T) permet de voir un éventuel déplacement de matière induit par le frottement alors que la seconde (R) donne accès à une possible évolution du matériau.

3.2. Caractérisation rugosimétrique

Les états de surface sont également caractérisés en rugosimétrie. De plus amples détails sur les formules de calcul et les significations des différents paramètres exploités dans cette section sont détaillés dans l'annexe B.

a. Matériel utilisé : Le rugosimètre optique utilisé est un Altisurf[®] 520 commercialisé par Altimet (Fig. III.15). Il s'agit d'un rugosimètre confocal à champ étendu. L'imagerie confocale chromatique fait partie des techniques de métrologie 3D recommandée par la norme internationale ISO 25178. La sonde optique utilisée a un faisceau de 350 μm de diamètre.



FIGURE III.15 – Rugosimètre Altisurf[®] 520

b. Mesures de rugosité et exploitation primaire : La caractérisation de chaque disque est faite sur 4 zones de mesure, chacune de dimension $8 \times 10 \text{ mm}^2$, avec une résolution de 50 μm , soit 161×201 points par zone. Ces 4 zones sont diamétralement opposées 2 à 2 et positionnées aléatoirement sur la surface (Fig. III.16a). Le logiciel Altimap permet un traitement rapide des données. Des topographies comme celle présentée dans la Figure III.16b sont générées. Ici il s'agit de la surface typique d'un disque de frein C/C 2,5D neuf tel qu'il sera utilisé lors des essais tribologiques. Des sillons concentriques sont visibles. Ce sont des stries d'usinage. Elles sont profondes de 15 μm et espacées de 150 μm crête à crête.

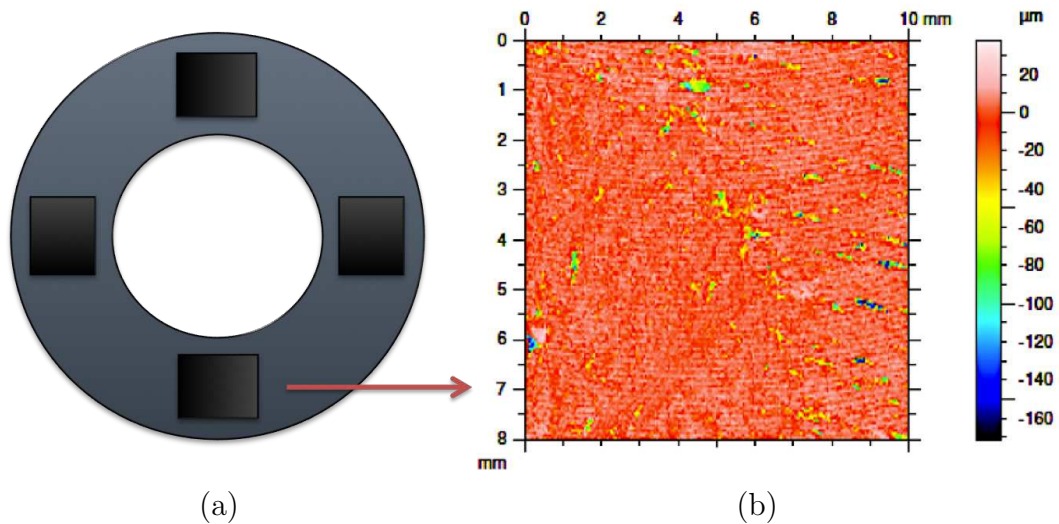


FIGURE III.16 – (a) Schéma de répartition des 4 zones de mesure sur un disque et (b) exemple de topographie obtenue

La nomenclature des termes de rugosité impose historiquement qu'ils commencent par la lettre R. Dans le cas de l'exploitation de la rugosité de surfaces et non de profils, les mêmes paramètres commencent par la lettre S.

Parmi la multitude des paramètres accessibles pour caractériser les surfaces par leur rugosité, S_a , S_k , S_{vk} et S_{pk} ont été utilisés dans cette étude :

- S_a est la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts à la surface moyenne ;
- S_k , S_{vk} et S_{pk} sont calculés à partir de la courbe de portance constituées avec l'ensemble des altitudes des points mesurés sur une surface (Figure III.17). S_k représente la rugosité du plateau, S_{vk} la rugosité des creux (ou vallées) et S_{pk} celle des pics.

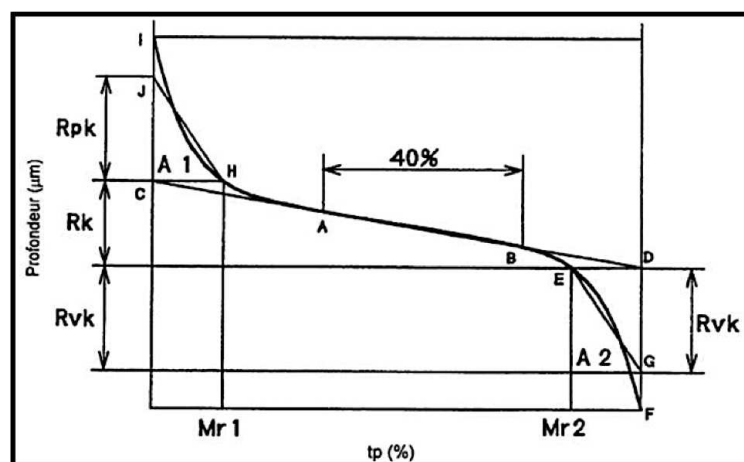


FIGURE III.17 – Courbe de portance et méthode de calcul des paramètres S_k , S_{vk} et S_{pk}

c. Mesure de l'usure : Les topographies surfaciques sont aussi utilisées pour extraire des profils mettant en évidence les pistes d'usure après frottement. Cela est rendu possible par

les contre-pièces CP2 et CP3 (cf. Page 67), moins larges que les échantillons tribologiques. Les profondeurs d'usure sont ainsi relevées. Un exemple de profil d'usure est donné dans la Figure III.18. La piste de frottement est de 2 mm de largeur et d'une profondeur de 21 μm . À l'extérieur de la piste, les irrégularités typiques du matériau (pics et vallées) sont importantes.

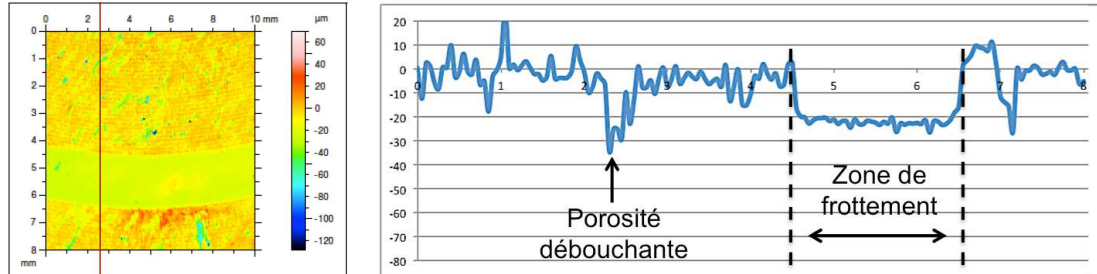


FIGURE III.18 – Relevé d'un profil d'usure (Éch. tribologique N16 en environnement lubrifié)

3.3. Caractérisation tribologique – Procédure Multi-Vitesses Courts (MVC)

Une procédure de caractérisation tribologique des échantillons a été mise en place afin de connaître et de comprendre notamment le lien entre l'état de surface et le régime de lubrification que l'on peut attendre. Pour cela, des essais courts permettent la détermination du coefficient de frottement pour chaque type d'éprouvette et la reconstruction de courbes de Stribeck dans le cas des essais lubrifiés.

Dans cette procédure, douze vitesses de frottement sont appliquées successivement. Le coefficient de frottement est relevé quelques secondes pour chaque vitesse de rotation (5 à 400 tr/min soit de 0,0157 à 1,25 m/s en vitesse linéique moyenne). Il s'agit d'une procédure à essais interrompus. Le paramètre de pression est exploré par 3 niveaux de contraintes normales appliquées de 0,5, 1,4 et 2,7 MPa (Tab. III.6). La durée typique d'un essai MVC est de 100 secondes pour chaque niveau de charge.

Pour une contrainte de		0,5 MPa	1,4 MPa	2,7 MPa
Charge appliquée sur	CP1	130 daN	365 daN	700 daN
	CP2	38,3 daN	107 daN	207 daN
	CP3	19,2 daN	53,7 daN	103 daN

TABLEAU III.6 – Force appliquée en fonction de la contre-pièce et de la contrainte attendue

Cette procédure est appliquée sur les éprouvettes ayant subi les essais tribologiques longs, sans démontage intermédiaire. Un exemple de courbe de Stribeck obtenue par essai MVC en environnement lubrifié est présenté dans la Figure III.19. Dans ce cas particulier, aucun phénomène de frottement mixte ou hydrodynamique n'est mis en évidence.

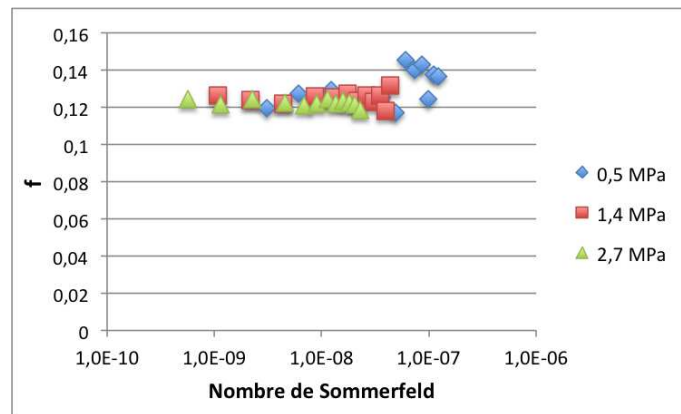


FIGURE III.19 – Exemple de courbe de Stribeck - Éprouvette N10

4. Définition des états de surface de référence et application des méthodes de caractérisation

Trois familles d'états de surface ont été considérées dans cette étude :

- des disques neufs (ou dits vierges) tels qu'ils sont montés dans le bloc de sécurité industriel de cette étude ;
- des disques polis à 3 niveaux de polissage selon la procédure présentée ci-après ;
- des disques revenant de service.

Procédure de polissage : Les échantillons polis sont créés par polissage à 100 tr/min, à une pression appliquée manuellement. Chaque échantillon est poli sur les différentes tailles de grain pendant 1min et 45s. Les papiers SiC successifs sont : 180 - 320 - 600 - 1200. Cela correspond à un nombre de grains par unité de surface croissant et donc une taille de grains décroissante. La correspondance entre la taille des grains de SiC et la nomenclature des papiers est donnée par le Tableau III.7. Ensuite sont utilisées les pâtes diamantées contenant des grains de diamètre : 6, 3 et 1 μm .

Papier SiC (nbre de grains par cm^2)	80	180	320	600	1200	2000
Taille de grain correspondante	200	76	46	26	14	10

TABLEAU III.7 – Correspondance polissage entre le nombre de gains par cm^2 et la taille de grain

Trois états de surface différents sont créés par polissage. L'échantillon numéroté P01 correspond à la totalité de la procédure alors que pour les échantillons P02 et P03, le polissage a été arrêté respectivement après la pâte diamantée 6 μm et après le papier SiC 1200.

Dans cette section, seules les caractérisations morphologiques et topographiques sont présentées. Les caractéristiques en coupe, en MVC ou d'usure seront données dans les Chapitres IV et V traitant du comportement tribologique du matériau.

4.1. Caractérisation morphologique

Des observations au MEB sont réalisées sur les surfaces des disques de référence. Cela permet la connaissance de l'état morphologique typique de chaque famille de disque. Conformément à la procédure exposée Page 75, deux grossissements sont utilisés pour caractériser les surfaces. Le premier donne une vue d'ensemble et permet d'apprécier l'homogénéité de l'état de surface et la quantité de porosités ouvertes, le second apporte essentiellement des informations sur les feuillets de graphite. Les Figures III.20 et III.21 présentent les visuels typiques des disques vierges, des différents disques polis et des disques revenant de service (RS).

La Figure III.20 (a et b) correspond à la morphologie typique d'échantillons neufs et montre un état de surface irrégulier et des porosités débouchantes. Les fibres perpendicu-

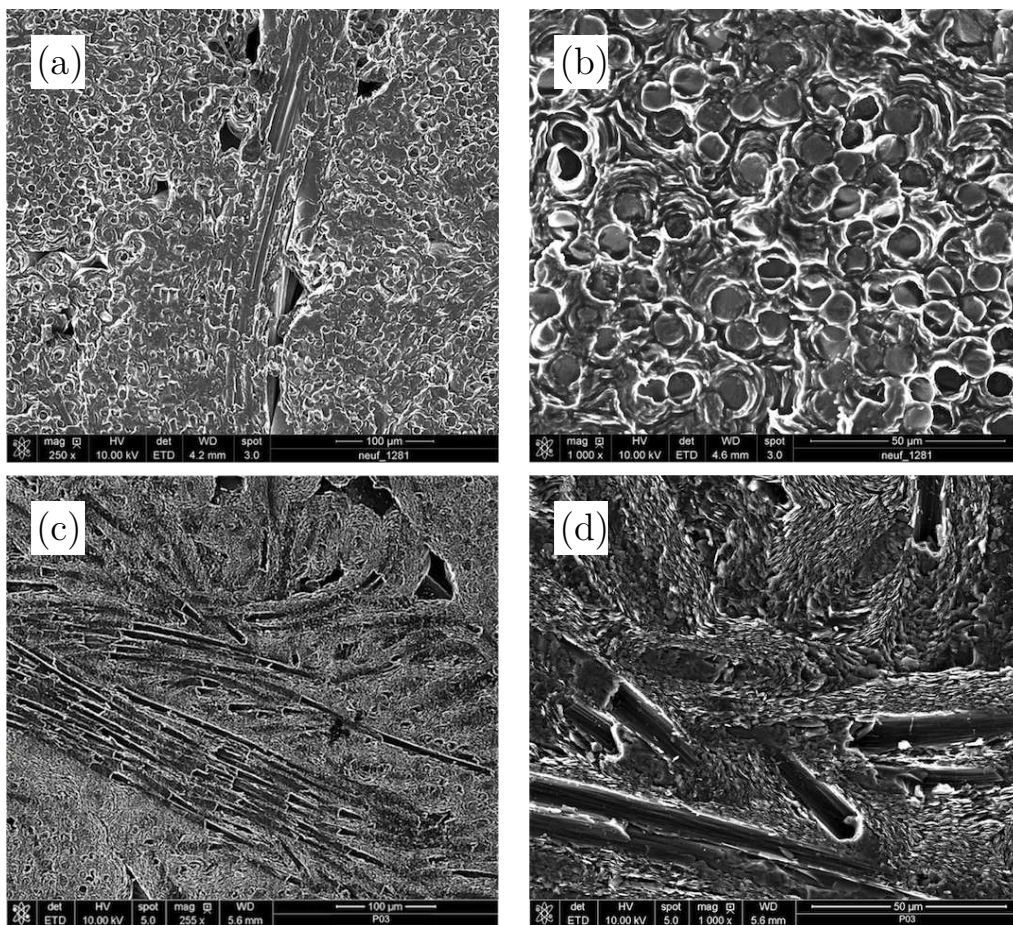


FIGURE III.20 – Morphologie typique des échantillons neufs (a et b) et du disque poli P03 (c et d)

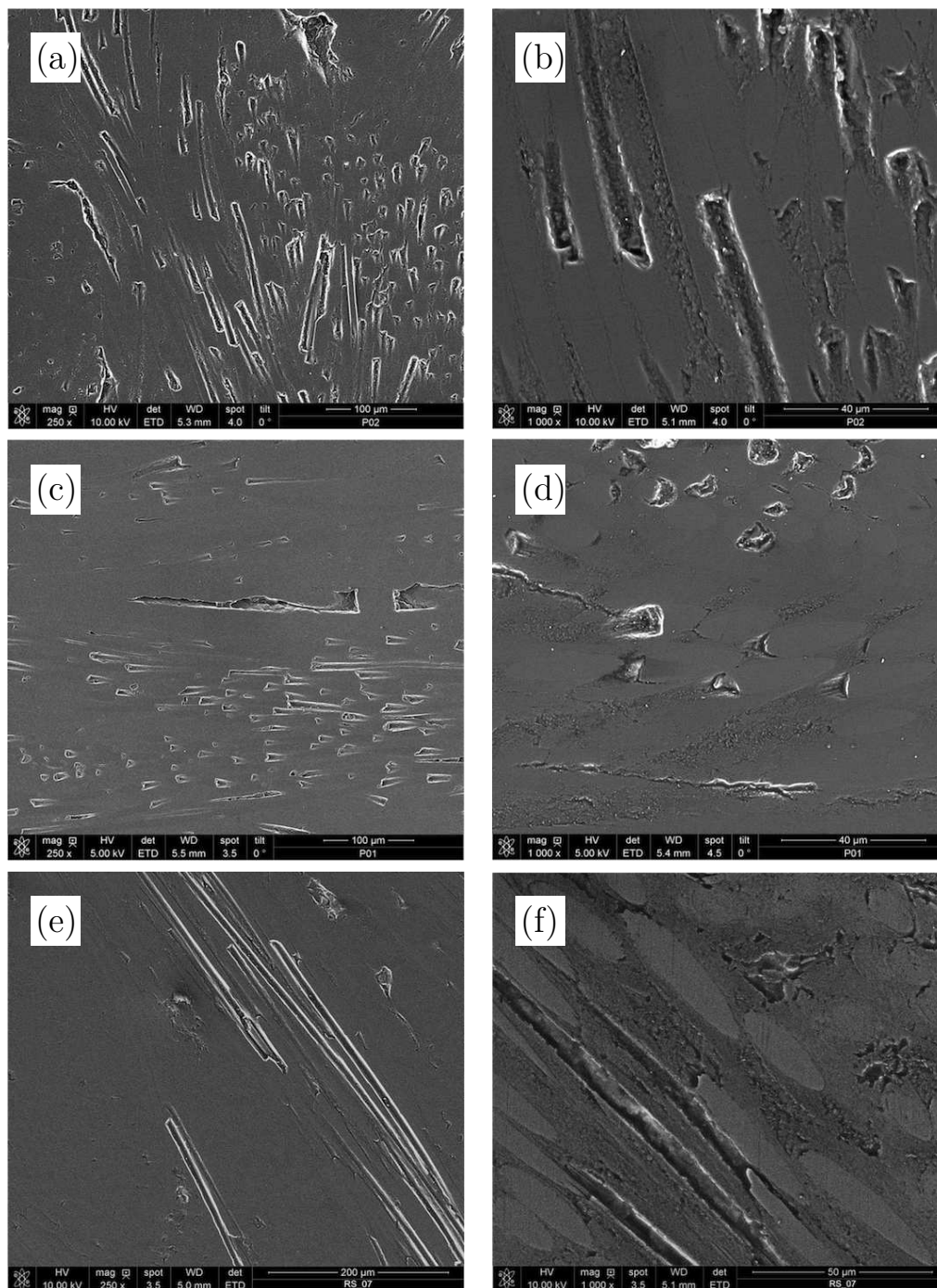


FIGURE III.21 – Morphologie typique des disques polis P02 (a et b) et P01 (c et d) et des disques revenant de service (e et f)

lares à la surface de l'échantillon ainsi que celles qui sont inclinées par rapport à cette surface sont bien visibles. Elles apparaissent gainées par la matrice qui est constituée de feuillets de graphite. L'usinage a provoqué des arrachements de fibres et de matrice et parfois des micro-fissures dans la matrice.

La morphologie de l'échantillon poli P03 (Fig. III.20 (c et d)) est globalement plus plate que celle de l'échantillon neuf mais comporte toujours des porosités ouvertes et des irrégularités. Si le polissage permet de voir l'agencement des fibres dans la matrice carbonée, il a

cependant provoqué l'arrachement de certaines fibres. Les feuillets de graphite sont bien visibles à fort grossissement.

Les morphologies des échantillons polis P02 et P01 sont données dans la Figure III.21, respectivement les images (a et b) et (c et d). Ce sont des états de surface assez similaires. À faible grossissement, de nombreuses fibres arrachées sont visibles et la matrice carbonée présente un aspect lissé. À plus fort grossissement, il apparaît que les feuillets de la matrice sont gommés. La différence principale entre ces deux disques est le plus grand nombre de fibres arrachées dans le cas du disque P02.

Enfin, la morphologie des disques revenant de service est visible sur la Figure III.21 (e et f). Comme pour les disques polis, la surface apparaît aplatie par rapport à celle des échantillons neufs. Le grossissement $\times 250$ (Fig. III.21e) permet d'observer une surface lisse présentant uniquement quelques sillons de fibres arrachées. L'origine de cet aspect très lisse est comprise grâce au grossissement $\times 1000$, où les feuillets de graphite sont gommés. Les disques revenant de service (RS) ont pour caractéristique commune, avec les disques polis P02 et P01, la quasi disparition des feuillets de graphite à fort grossissement. À faible grossissement, les RS présentent moins d'arrachement de fibres et leur morphologie est plus uniforme.

Au final, l'état de surface typique de la famille des disques neufs montre une forte irrégularité et des porosités débouchantes. Les fibres et la matrice (constituée de feuillets de graphite) sont bien identifiables. Dans la famille des disques polis, une morphologie unique ne se dégage pas des observations. La surface de l'échantillon poli P03 est plus plate qu'un disque neuf mais comporte toujours des porosités débouchantes. De nombreuses fibres s'avèrent être arrachées par le polissage et les feuillets de graphite sont bien visibles à fort grossissement.

Au contraire, la différenciation des disques polis P02, P01 et des disques revenant de service est moins nette. Ils présentent tous un aspect lissé à faible grossissement et des fibres arrachées sont visibles. À plus fort grossissement, la quasi disparition des feuillets de graphite est observée.

4.2. Caractérisation rugosimétrique

La Figure III.22 présente les valeurs moyennes (ainsi que minimales et maximales) des 4 paramètres de rugosité : S_a , S_k , S_{pk} et S_{vk} . Les différentes valeurs ont été calculées pour 3 disques neufs, 6 disques revenant de service et les 3 disques polis.

Les 4 paramètres montrent les mêmes tendances. Les disques neufs ont une rugosité notablement supérieure à celle des autres échantillons. La valeur des paramètres de rugosité double par rapport à celle des échantillons polis et revenants de service ; voire triple, selon le paramètre de rugosité considéré. Par contre, on remarque une similitude d'ordre de grandeur des valeurs pour les disques revenants de service et les disques polis, toujours quel que soit le paramètre considéré. Afin de déterminer un paramètre unique de rugosité,

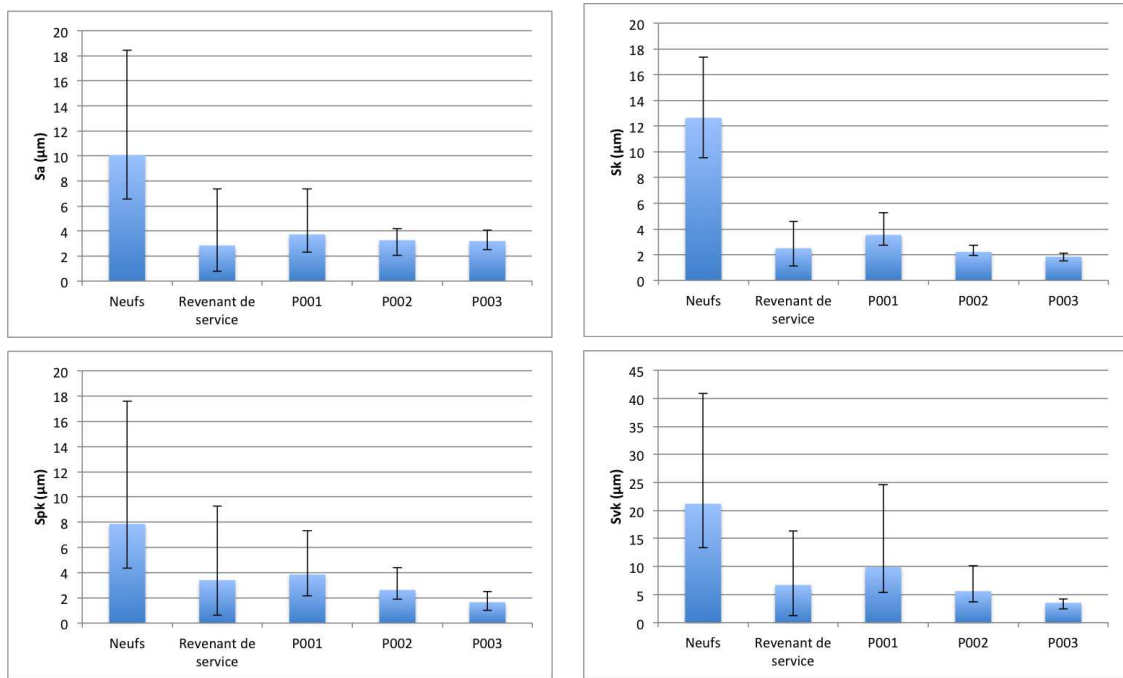


FIGURE III.22 – Paramètres de rugosité des différents types de disques

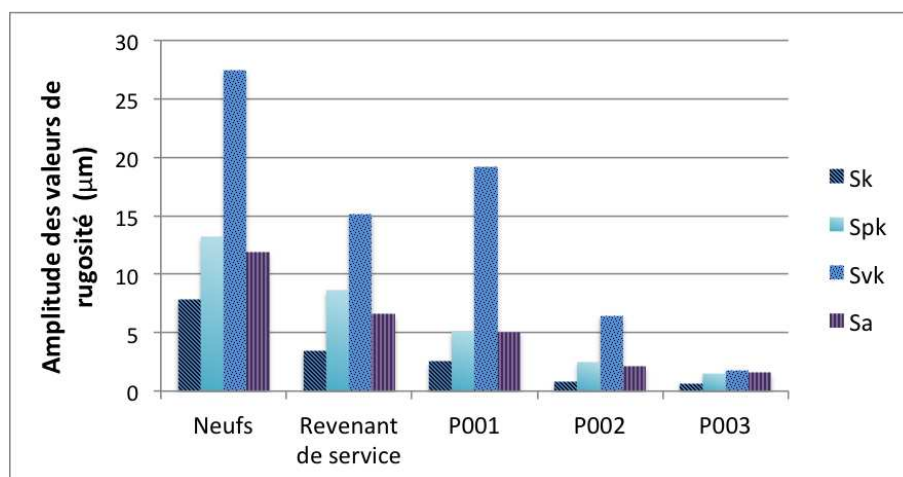


FIGURE III.23 – Amplitude des valeurs de S_k , S_a , S_{pk} et S_{vk} pour les états de surface de référence

l'amplitude des données est calculée (différence entre les valeurs maximale et minimale). Il s'avère (Fig. III.23) qu'elle est assez importante. C'est le paramètre S_k qui présente la plus faible dispersion, et ce tout en conservant des tendances nettes pour chacune des familles. C'est pour cela qu'il est choisi parmi les paramètres ci-dessus pour caractériser la rugosité.

À la suite du choix de paramètre de rugosité S_k , les trois familles des états de surface de référence ont été détaillées. La famille des échantillons neufs se caractérise significativement par une valeur moyenne de S_k de $12,5 \mu m$ (Fig. III.24). Les disques polis et les disques revenant de service présentent des rugosités du même ordre de grandeur. Cette similarité d'ordre de grandeur des valeurs des deux familles ne permet pas de définir une rugosité typique pour l'une ou l'autre des familles d'état de surface.

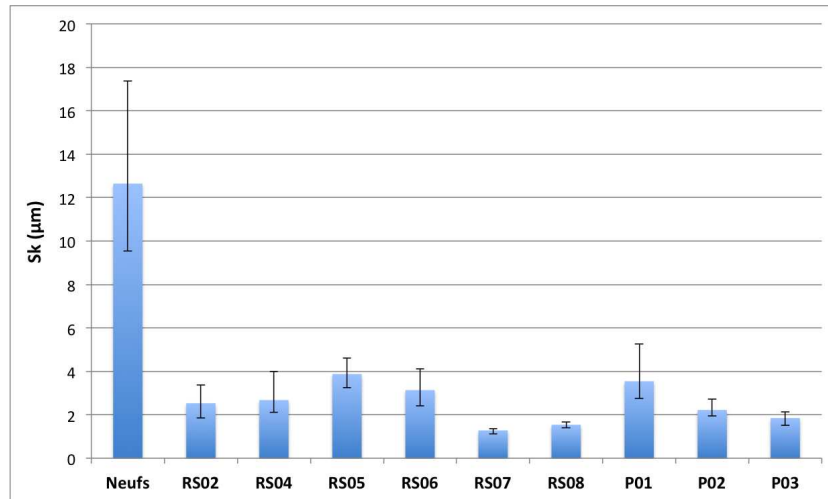


FIGURE III.24 – Valeurs du paramètre de rugosité S_k détaillées pour les trois familles d'état de surface de référence

5. Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre ont été présentés les matériaux complémentaires à l'étude tribologique, à savoir les contre-pièces en acier et le lubrifiant Turbonycil 160. La composition chimique et la viscosité de ce dernier ont été déterminées.

Puis le dispositif expérimental de tribologie a été décrit. Il permet, à sec et en environnement lubrifié, non seulement l'étude du comportement tribologique en fonction des caractéristiques de la surface mais aussi la modification d'états de surface (dans ces 2 environnements).

Un ensemble de moyens de caractérisation de ces surfaces est ensuite présenté. Le microscope électronique à balayage donne les caractéristiques morphologiques des états de surface. Les images en coupe montrent les conséquences du frottement en profondeur. Le rugosimètre apporte des informations de topographies et permet d'accéder à des relevés d'usure. Une procédure supplémentaire composée d'essais tribologiques multi-vitesses courts (MVC) clôt la méthodologie de caractérisation.

La dernière section de ce chapitre porte sur les états de surface dits de référence. Ce sont des disques polis, des disques revenant de service et des disques neufs, utilisés lors des essais tribologiques. À ces états de surface sont appliqués une partie de la procédure de caractérisation présentée précédemment. Il s'avère que l'état de surface neuf présente une morphologie irrégulière et une rugosité typique élevée. Certains disques polis en laboratoire et revenant de service présentent cependant des caractéristiques similaires. La caractérisation MVC, à sec et en environnement lubrifié, viendra compléter ces mesures et sera traitée dans les chapitres suivants.

Chapitre IV

Comportement tribologique à sec du composite Carbone/Carbone

Sommaire

1.	Matrice d'essais et caractéristiques des états de surface à l'état initial	88
1.1.	Matrices des essais tribologiques à sec	88
1.2.	États de surface initiaux des échantillons tribologiques	89
2.	Caractérisation tribologique des états de surface de référence par la procédure MVC	93
2.1.	Comportement tribologique des états de surface de référence .	93
2.2.	Influence de l'état de surface initial sur le coefficient de frottement en MVC	100
3.	Comportement tribologique sur longue distance et évolution d'état de surface	102
3.1.	Essais Multi-Vitesses Longs	103
3.2.	Essai ultra longue distance	105
3.3.	Essai long à $P = 6$ MPa	107
3.4.	États de surface créés par les essais longue distance	109
3.5.	Bilan des essais longs	110
4.	Dégradation de la surface de frottement du composite C/C 2,5D à sec	112
4.1.	Mécanisme de dégradation de la surface durant le frottement .	112
4.2.	Effet du frottement dans l'épaisseur de C/C	114
5.	Conclusions du chapitre	116

Ce chapitre porte sur l'étude du comportement tribologique à sec du matériau composite Carbone/Carbone. Cette famille de matériau, en particulier le C/C 2,5D de Messier-Bugatty-Dowty, est habituellement utilisée dans des conditions de freinage haute énergie. Peu ou pas de travaux ont été réalisés dans des conditions basse vitesse/basse énergie supportées par les disques de frein C/C 2,5D tels que ceux induits par le bloc de sécurité industriel de cette étude.

Un des objectifs principaux de ce travail est d'étudier la relation entre le comportement tribologique et l'état de surface du matériau. Pour cela, l'influence de l'état de surface sur le coefficient de frottement à sec est analysée, et inversement l'évolution de l'état de surface provoquée par les efforts de frottement est observée. Ce chapitre est divisé en trois parties.

Après avoir décrit les différents échantillons utilisés dans ce chapitre, s'ouvre une première partie basée sur des essais Multi-Vitesses Courts (MVC). L'influence de l'état topographique et morphologique de la surface d'une part et de la vitesse d'autre part sur le coefficient de frottement est évaluée lors de ces essais, grâce aux échantillons de référence neufs, polis et revenants de service.

Puis l'évolution de l'état de surface a été analysée dans la deuxième partie lors d'essais longue distance dans plusieurs configurations pression/vitesse/distance. Pour cela, les nouvelles caractéristiques morphologiques et topographiques des échantillons sont étudiées. Une approche énergétique permet d'apporter un éclairage supplémentaire sur les conséquences du frottement sur les surfaces, et ce pour les essais longs et courts.

À partir de ces observations et de coupes micrographiques, une troisième partie est consacrée à la proposition d'un mécanisme de dégradation des surfaces du matériau C/C 2,5D par le frottement sec.

1. Matrice d'essais et caractéristiques des états de surface à l'état initial

1.1. Matrices des essais tribologiques à sec

Sont présentés dans la matrice d'essais (Tab. IV.1) les échantillons utilisés lors des essais tribologiques à sec. Des essais courts (MVC) et de longue durée ont été réalisés. Des observations et mesures complémentaires sont effectuées systématiquement avant tout essai tribologique. Elles peuvent être réitérées en fin d'essai de frottement et sont alors signalées dans la matrice d'essai IV.1.

À la suite de cette matrice, un tableau récapitule les caractéristiques morphologiques et topographiques initiales des 15 échantillons tribologiques de ce chapitre.

Pour rappel, RS signifie revenant de service et les conditions de préparation des disques polis en laboratoire ont été décrites dans la Section III.4.

1. Matrice d'essais et caractéristiques des états de surface à l'état initial

Nomen- clature	Type d'échantillon	MVC	Essais Essais longs	Essais complémentaires
N01	neuf	oui	/	MEB
N02	neuf	oui	/	MEB
N03	neuf	oui	/	MEB
N04	neuf	oui	/	MEB
N05	neuf	non	Multi-vitesses long - 600m	Rugosité et MEB
N06	neuf	non	5,6 km à 60 tr/min et 1,4 MPa	Rugosité et MEB
N07	neuf	non	2,25 km à 20 tr/min et 6 MPa	Rugosité et MEB
N08	neuf	non	0,23 km à 20 tr/min et 6 MPa	Rugosité et MEB
RS01	RS	oui	/	MEB
RS02	RS	oui	/	MEB
RS03	RS	oui	/	MEB
RS04	RS	oui	/	MEB
P01	poli en laboratoire	oui	/	MEB
P02	poli en laboratoire	oui	/	MEB
P03	poli en laboratoire	oui	/	MEB

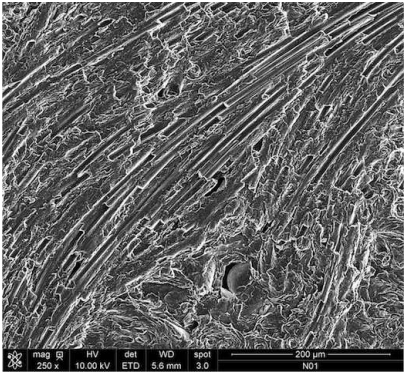
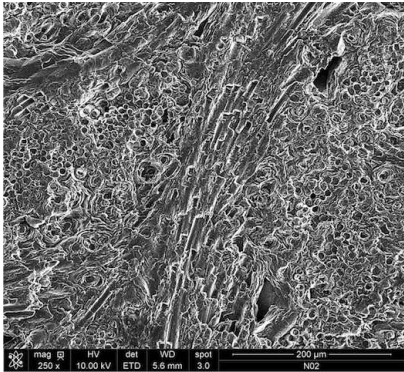
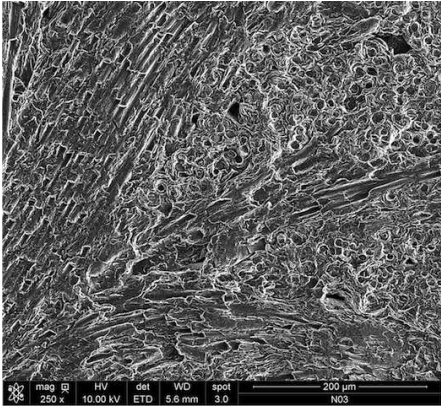
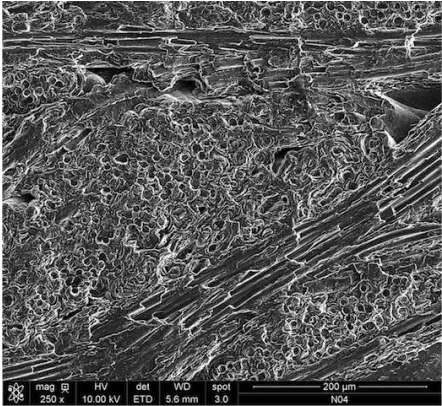
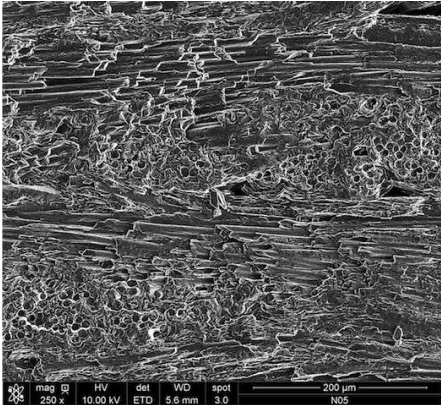
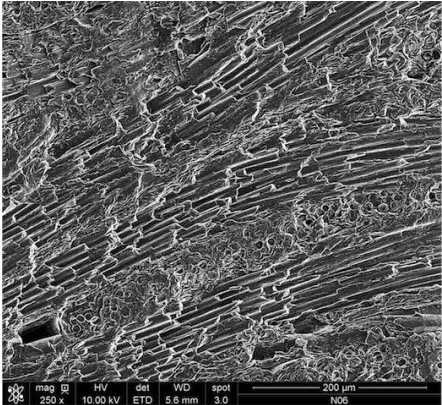
TABLEAU IV.1 – Matrice d'essais du Chapitre IV pour l'étude du comportement tribologique à sec

1.2. États de surface initiaux des échantillons tribologiques

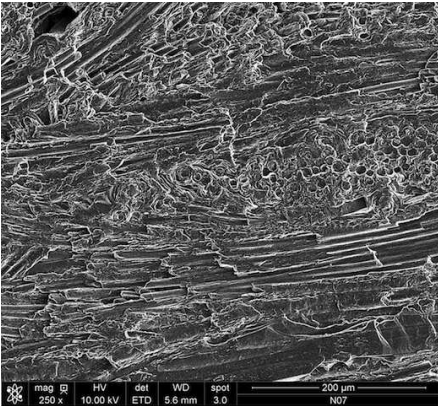
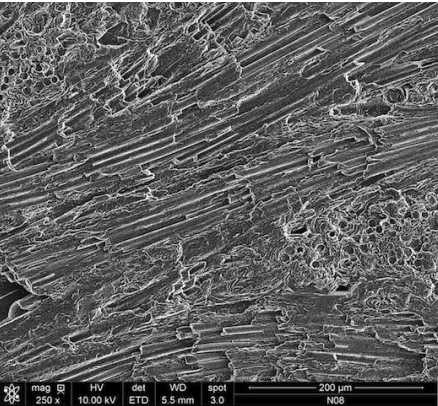
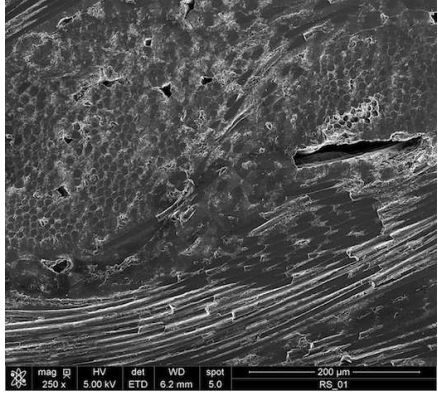
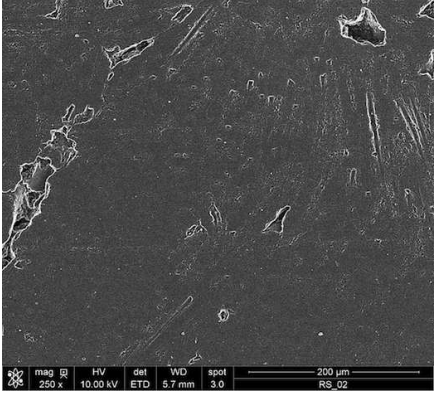
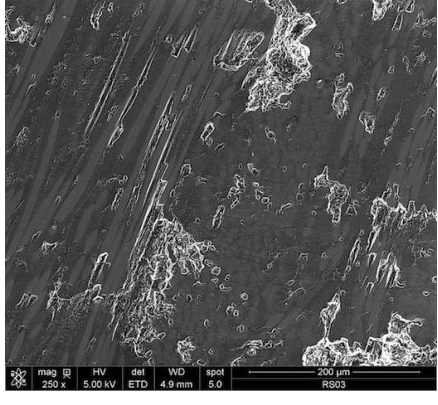
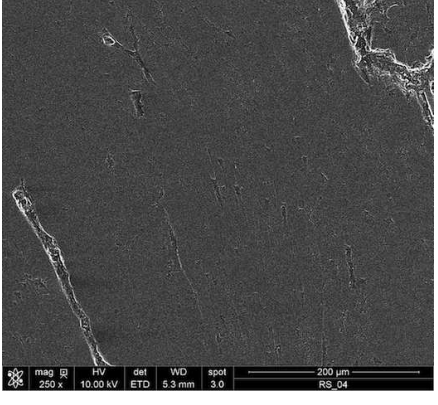
Les états de surface des 11 échantillons (4 neufs, 4 RS et 3 polis) des essais MVC et de ceux des 4 essais longue distance sont caractérisés avant le début de la campagne d'essais de tribologie à sec. Les morphologies MEB et les rugosités sont regroupées dans le Tableau IV.2.

L'état morphologique des disques neufs révèle beaucoup de porosités débouchantes et de nombreuses fibres gainées par de la matrice pour une rugosité de 13 μm . Au contraire, l'état de surface des disques revenant de service (RS) se caractérise par un aspect plus lisse, marqué par la disparition des feuillets de graphique et confirmé par un paramètre de rugosité S_k compris entre 2 et 6 μm (Section III.4.).

La rugosité des disques polis est comprise entre 1,5 et 3,5 μm et elle a la particularité

N01  $S_k = 11,85 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 6,88 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 21,15 \mu\text{m}$	N02  $S_k = 14,01 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 9,10 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 23,54 \mu\text{m}$
N03  $S_k = 12,35 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 7,43 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 23,06 \mu\text{m}$	N04  $S_k = 13,42 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 8,55 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 21,78 \mu\text{m}$
N05  $S_k = 14,85 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 9,02 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 24,27 \mu\text{m}$	N06  $S_k = 13,34 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 8,16 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 21,84 \mu\text{m}$

1. Matrice d'essais et caractéristiques des états de surface à l'état initial

N07  $S_k = 10,56 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 7,11 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 21,98 \mu\text{m}$	N08  $S_k = 14,38 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 8,34 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 23,63 \mu\text{m}$
RS01  $S_k = 5,00 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 6,65 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 20,2 \mu\text{m}$	RS02  $S_k = 4,15 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 6,03 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 22,3 \mu\text{m}$
RS03  $S_k = 6,64 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 7,52 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 29,4 \mu\text{m}$	RS04  $S_k = 2,53 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 3,95 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 9,06 \mu\text{m}$

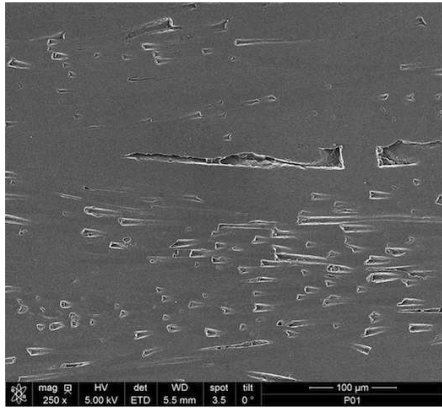
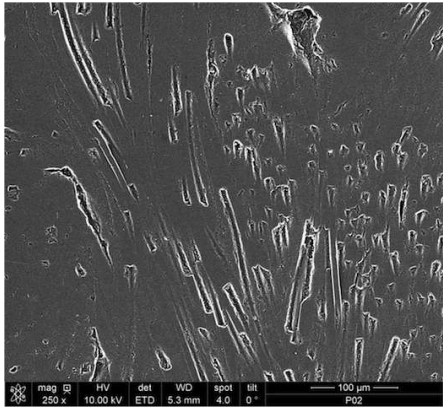
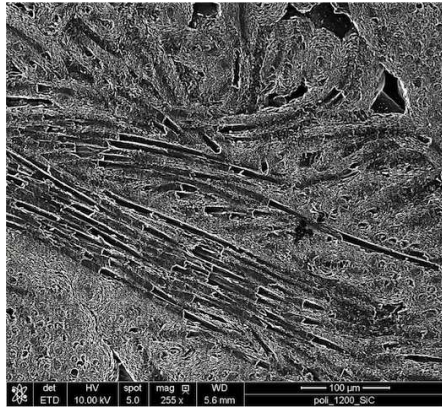
P01  $S_k = 3,43 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 3,59 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 9,93 \mu\text{m}$	
P02  $S_k = 2,22 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 2,63 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 5,62 \mu\text{m}$	P03  $S_k = 1,85 \mu\text{m}$ $S_{pk} = 1,66 \mu\text{m}$ $S_{vk} = 3,54 \mu\text{m}$

TABLEAU IV.2 – Caractéristiques morphologiques et topographiques des échantillons de tribologie à sec

d'augmenter plus le polissage est réalisé finement (Tab. IV.2). Cela s'explique par un arrachage continu de fibres et de matrice par les particules diamantées utilisées lors de la préparation des surfaces, qui sont très abrasives pour le matériau Carbone/Carbone. Les images MEB apportent une explication sur la « brillance » des disques polis, semblable à celle des disques revenants de service. Bien que la rugosité augmente, une disparition relative des feuillets de graphite est observée au MEB.

De plus, les valeurs des paramètres de rugosité données sur la Figure IV.1 montrent que les disques neufs ont des S_{pk} et S_{vk} plus importants que ceux des disques polis et revenant de service. Aussi, ce sont les valeurs des disques polis qui sont les plus faibles, quel que soit le paramètre de rugosité considéré. Toutes ces observations sont en accord avec les caractéristiques des différents états de surface décrites dans la partie III.4.

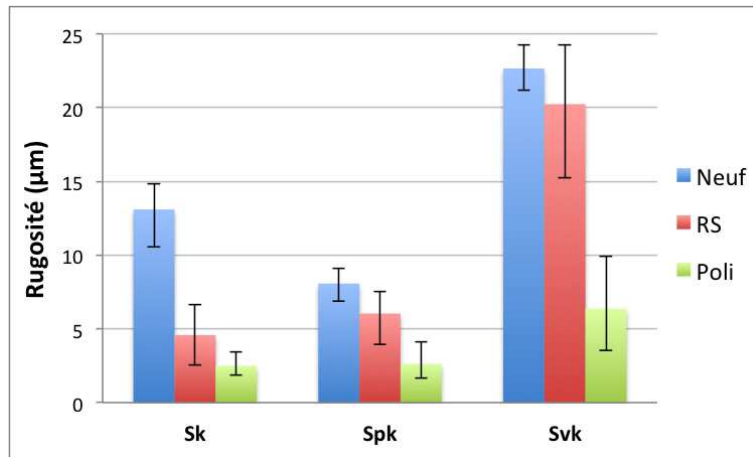


FIGURE IV.1 – Rugosité des échantillons tribologiques classés par catégorie

2. Caractérisation tribologique des états de surface de référence par la procédure MVC

La procédure Multi-Vitesses Courts (MVC), décrite dans la Section III.3.3., a pour objectif de caractériser le comportement tribologique pour un état de surface défini. Pour cela, des essais courts sont réalisés et le coefficient de frottement f est relevé en continu tandis que plusieurs vitesses de glissement sont appliquées.

L'intérêt de ces essais est non seulement l'étude du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement pour chaque échantillon mais aussi la relation du coefficient de frottement avec l'état de surface de l'échantillon, c'est-à-dire sa rugosité et sa morphologie MEB. En effet, l'ensemble de la procédure MVC ne sollicite le matériau que pour une durée totale de 90 secondes, durée pour laquelle on peut faire l'hypothèse que l'état de surface évolue peu. Ceci a été confirmé par observation MEB avant et après essais MVC.

2.1. Comportement tribologique des états de surface de référence

La procédure MVC a été utilisée sur les états de surface de référence que sont les états de surfaces neufs, revenant de service et polis. Les essais sont réalisés avec la contre-pièce CP1, de 14 mm de largeur de piste, ce qui permet d'appliquer une pression correspondant à la fourchette basse des conditions de service industrielles. Les essais MVC sont effectués avec une pression normale appliquée de 1,4 MPa.

La procédure décrite dans le Chapitre III privilégie un ordre d'application des vitesses croissant mais rien n'empêcherait de commencer par la vitesse la plus élevée.

2.1.1. État de surface Neuf

Les Figures IV.2 et IV.3 présentent les courbes de frottement de l'échantillon N02 pour toutes les vitesses et des échantillons N01 à N04 pour 4 vitesses de frottement (5 - 30 -

60 et 100 tr/min). Quel que soit l'échantillon neuf étudié, ces courbes montrent que le coefficient de frottement reste constant durant l'essai. Cela confirme que ce type d'essai est suffisamment court pour ne pas ou peu modifier l'état de surface.

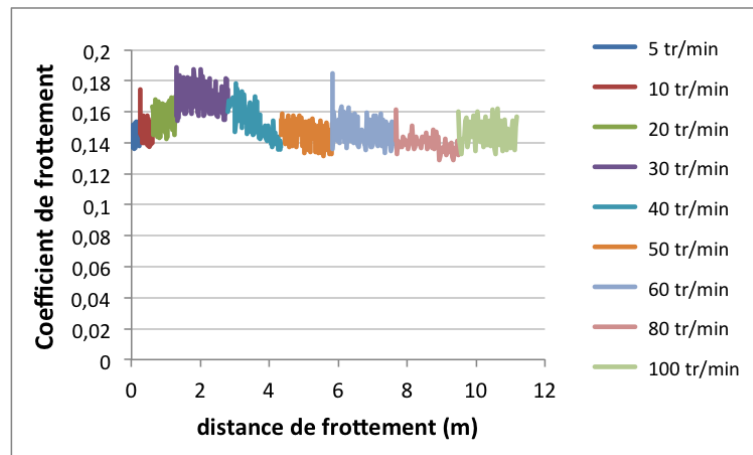


FIGURE IV.2 – Courbes de frottement complètes de l'échantillon N02

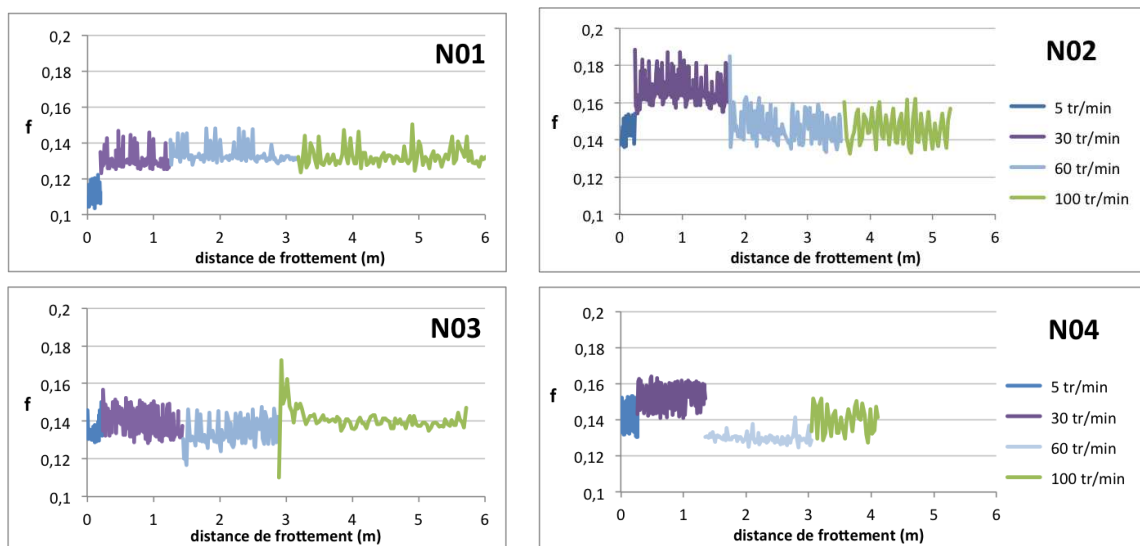


FIGURE IV.3 – Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement

Le coefficient de frottement moyenné des quatre échantillons neufs est présenté sur la Figure IV.4 pour chaque vitesse de frottement. Ce coefficient de frottement est proche de 0,14, ce qui est en adéquation avec les valeurs connues dans la littérature [Zaidi 1991, Yen 1996c, Gouider 2004a, Dupupet 2008, Kasem 2008]. La vitesse de frottement a une influence sur le coefficient de frottement : alors qu'il est de 0,14 pour les faibles et les hautes vitesses, il connaît une augmentation sensible pour les vitesses de rotation 20, 30 et 40tr/min.

Une caractéristique importante de ce matériau est la dispersion, notamment dans les valeurs de rugosité. Cette spécificité se retrouve dans le comportement tribologique. C'est

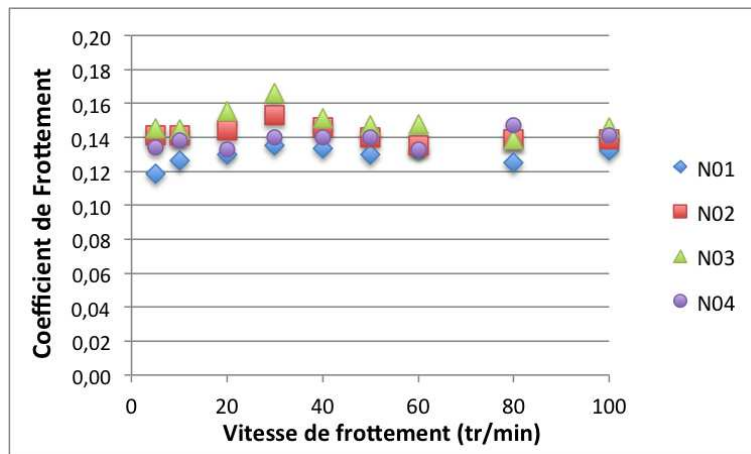


FIGURE IV.4 – Profil MVC des échantillons neufs

pourquoi les courbes des trois échantillons N02, N03 et N04 ne sont pas parfaitement superposables. Afin d'écarter toute hypothèse de rodage et d'effet de l'ordre d'imposition des vitesses, la procédure a été inversée pour l'échantillon N01 qui a d'abord subi un frottement court à 100 tr/min puis toutes les vitesses de la procédure ont été appliquées en ordre décroissant. La même augmentation est visible entre 20 et 40 tr/min. L'allure et la valeur de coefficient de frottement correspondent à ceux obtenus lors de la procédure classique. Ceci permet de confirmer que l'ordre d'application des vitesses n'a pas d'influence pour les échantillons neufs.

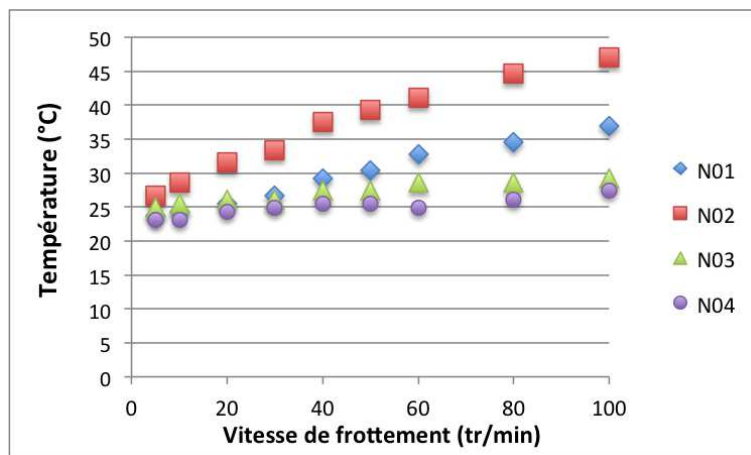


FIGURE IV.5 – Températures relevées lors des essais MVC des échantillons neufs

Alors que le coefficient de frottement reste relativement stable pour les différents échantillons de cette famille, la température (Fig. IV.5) quant à elle connaît une augmentation significative d'un échantillon à l'autre, de 23 à 47°C.

La rugosité des échantillons N01 à N04 est respectivement de 11,85 - 14,01 - 12,35 et 13,42 μm . Pour expliquer la température atteinte par les disques neufs selon leur état de rugosité, deux phénomènes sont à prendre en compte. Premièrement, un S_k élevé signifie la présence de pics, soit une forte élévation sur une faible surface portante. Le frottement de ces pics peut provoquer un fort dégagement d'énergie. Deuxièmement, une faible rugosité

signifie peu de pics mais une grande fraction de surface en contact. Dans ce cas aussi, une élévation de température peut être constatée.

Cela permet d'expliquer que l'échantillon N02 atteigne la température la plus élevée du fait de sa forte rugosité et que l'échantillon N01 qui a pourtant la plus faible rugosité de cette population affiche une température plus élevée que les échantillons N03 et N04 pourtant plus rugueux.

Toutefois, cette augmentation de température n'est probablement pas uniquement la conséquence de la topographie des échantillons. En effet, les effets de diffusion de l'énergie, régis par la présence et surtout l'orientation des porosités dans l'épaisseur de l'échantillon ne sont pas connus et ont une influence sur la température lue en surface de chaque échantillon.

2.1.2. Disques revenants de service

Les Figures IV.6 et IV.7 montrent les courbes de frottement, complète pour l'échantillon RS02 et pour 4 vitesses de frottement (5 - 30 - 60 et 100 tr/min) pour les échantillons RS01 à RS04. De même que pour les échantillons neufs, ces courbes montrent que le coefficient de frottement reste constant pour chaque tranche de vitesse.

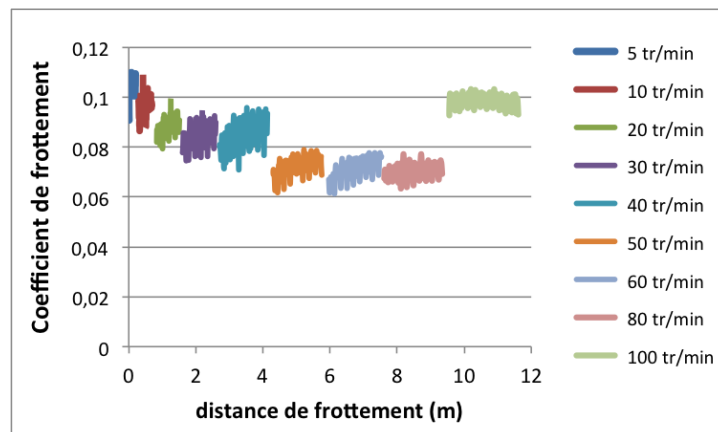


FIGURE IV.6 – Courbes de frottement complètes de l'échantillon RS02

Après avoir moyenné chaque courbe de frottement pour chaque vitesse de frottement, les coefficients de frottement des 4 échantillons revenant de service sont comparés Figure IV.8. La dispersion est sensiblement plus importante pour cette catégorie d'échantillon. Cependant, tous les échantillons présentent la même allure : le coefficient de frottement est compris entre 0,10 et 0,13 pour les très faibles vitesses, puis le coefficient de frottement baisse quand la vitesse de frottement augmente. Une légère augmentation apparaît pour les vitesses 20 et 30 tr/min, et une remontée est observée pour les vitesses les plus élevées. L'échantillon RS04 a connu un historique de test inverse, les hautes vitesses ayant été appliquées en premier. Sa réponse tribologique est similaire à celle des autres disques. L'ordre d'application des vitesses n'a, là-aussi, aucune incidence sur les résultats.

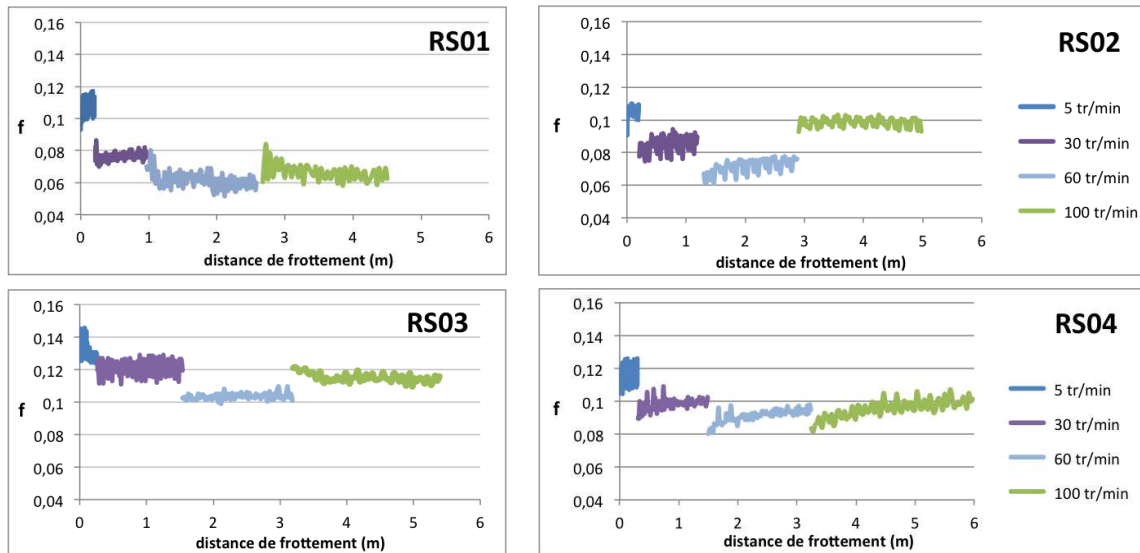


FIGURE IV.7 – Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement

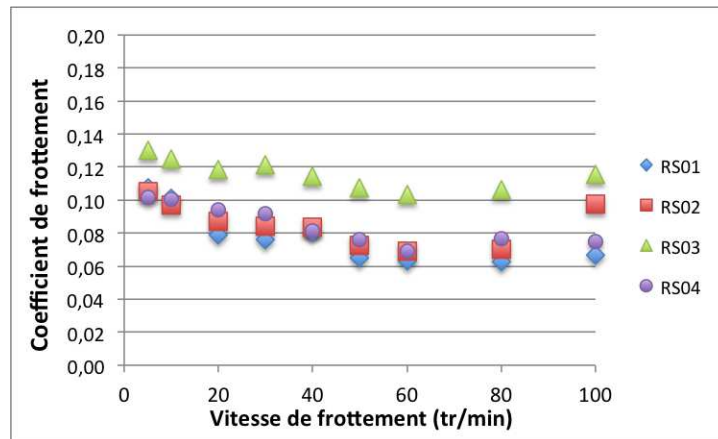


FIGURE IV.8 – MVC des échantillons revenant de service

La courbe RS03 se détache des autres ; en effet le coefficient de frottement est supérieur quelle que soit la vitesse de frottement. Ces différences de coefficient de frottement peuvent être expliquées par des différences d'état de surface. Les coefficients S_k des échantillons RS01 à RS04 sont respectivement de 5,00 - 4,15 - 6,64 - 2,53 μm . Il semble que les 3 rugosités les plus faibles donnent une même réponse, la rugosité la plus élevée de 6,64 μm ayant provoqué des efforts de résistance au mouvement plus importants. Au final, selon l'échantillon et en fonction de la vitesse de glissement, les valeurs de coefficient de frottement sont comprises entre 0,06 et 0,13. Elles sont globalement inférieures à celles des échantillons neufs pour une même pression normale.

La Figure IV.9 reporte la température relevée durant les essais de frottement MVC ; une concordance significative des niveaux de température et du coefficient de frottement est observée. De plus, malgré un niveau de coefficient de frottement inférieur à celui des échantillons neufs, l'énergie dégagée lors du frottement est plus élevée. Ici, la température relevée varie de 35 à 50°C alors qu'elle n'était que de 25 à 47°C. Cela peut s'expliquer par

un niveau de rugosité inférieur et une surface de contact plus grande.

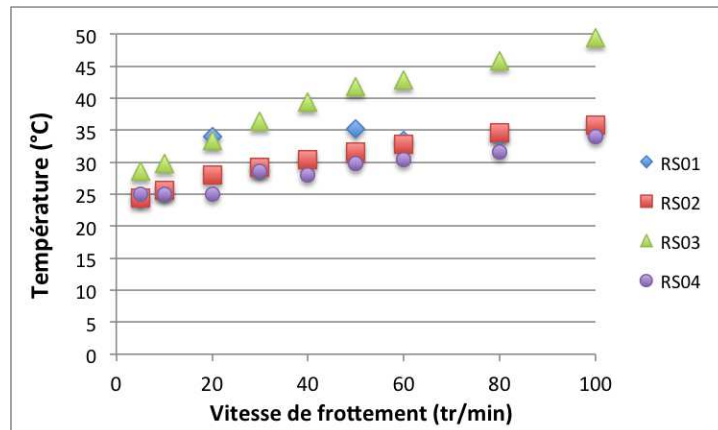


FIGURE IV.9 – Températures relevées lors des essais MVC des échantillons revenants de service

2.1.3. Échantillons Polis

Les 3 échantillons polis en laboratoire ont également été caractérisés tribologiquement grâce à la procédure MVC. La courbe complète de frottement de l'échantillon référencé P03 est donnée à la Figure IV.10. Pour chacune des vitesses, le coefficient de frottement est stable. La Figure IV.11 montre 4 des vitesses de frottement pour les 2 autres disques polis.

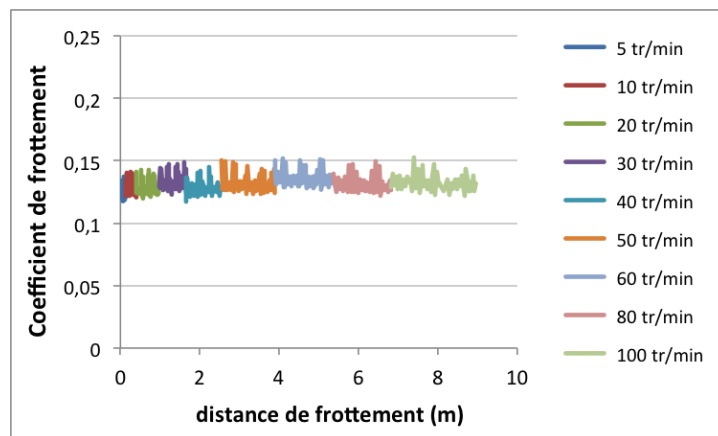


FIGURE IV.10 – Courbes de frottement complètes de l'échantillon P03

La Figure IV.12 présente les coefficients de frottement moyennés pour chacune des vitesses. L'allure générale, en fonction de la vitesse est similaire pour les 3 échantillons. C'est d'ailleurs un comportement rappelant celui des échantillons neufs, avec des valeurs de coefficient de frottement légèrement plus élevées pour les vitesses de 20 à 40 tr/min. Cependant, la catégorie des échantillons polis en laboratoire présente des réponses tribologiques très différentes d'un échantillon à l'autre en terme de niveau. Le coefficient de frottement du P03, le moins poli des 3, a un ordre de grandeur similaire à celui des échantillons neufs. L'échantillon P02 montre un f légèrement plus faible, alors que la tendance à la baisse

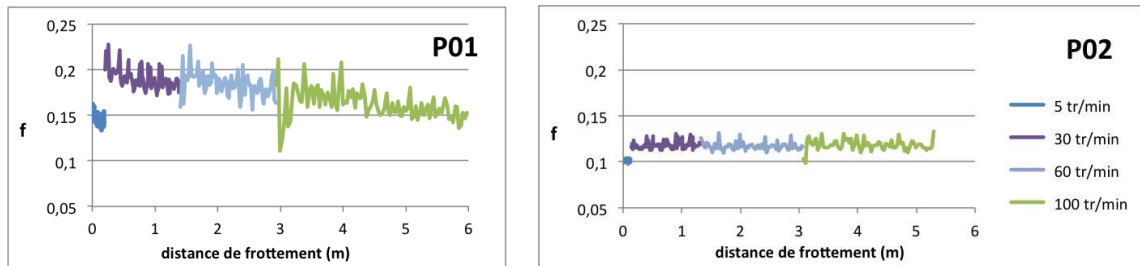


FIGURE IV.11 – Courbes de frottement pour 4 des vitesses de glissement

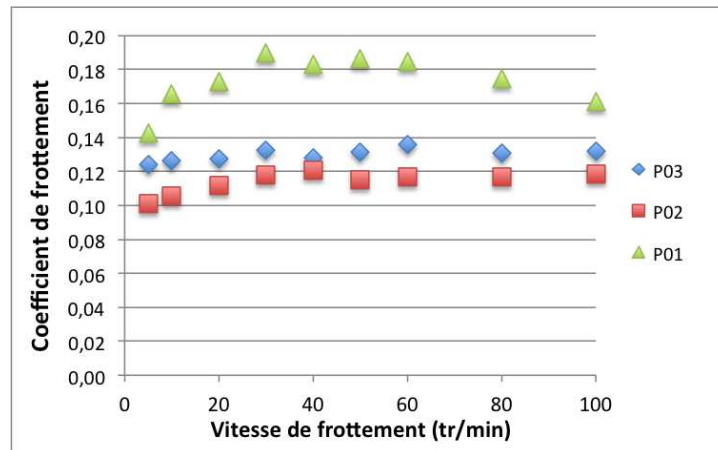


FIGURE IV.12 – MVC des échantillons polis

n'est pas confirmée par l'échantillon P01 dont le coefficient de frottement moyen est le plus élevé de 0,17.

La température relevée lors des essais MVC des échantillons polis (Fig. IV.13) est également plus faible que celle relevée sur les échantillons neufs ou revenant de service. Elle atteint 30°C pour P01 et P02 et seulement 40°C pour l'échantillon P03 présentant un coefficient de frottement élevé de 0,17.

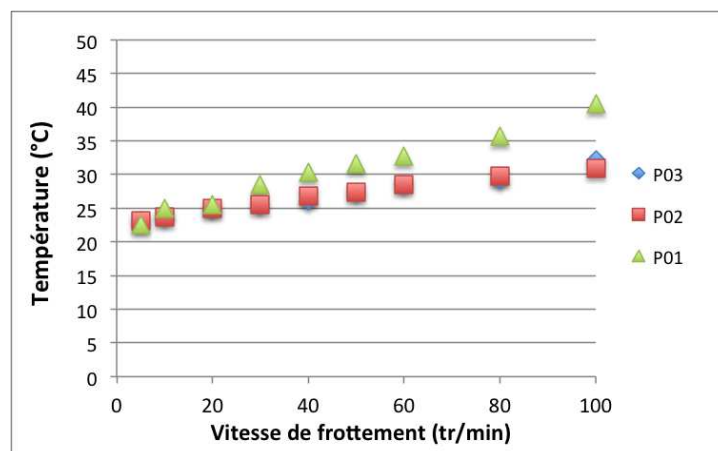


FIGURE IV.13 – Températures relevées lors des essais MVC des échantillons polis

2.2. Influence de l'état de surface initial sur le coefficient de frottement en MVC

Les caractéristiques de rugosité obtenues par MVC sont comparées aux topographies des différents échantillons afin d'analyser le comportement tribologique en fonction de l'état de surface correspondant.

La Figure IV.14 présente le coefficient de frottement moyen de chaque échantillon utilisé dans les essais MVC en fonction du paramètre de rugosité S_k de ceux-ci.

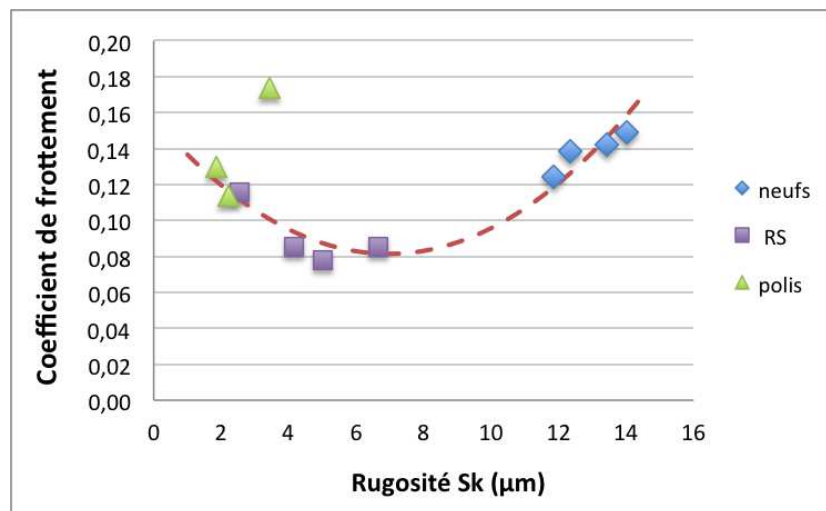


FIGURE IV.14 – Relation entre le coefficient de frottement et rugosité lors des essais courts MVC

Les échantillons neufs ont un coefficient de frottement moyen de 0,14 et les résultats de 4 échantillons donnent un ensemble homogène. Leur état de surface est caractérisé par un paramètre de rugosité S_k moyen de 13 μm .

Au contraire, pour les disques revenant de service, l'état de surface se caractérise par un S_k compris entre 2 et 7 μm . Dans cette famille d'échantillons, les résultats de coefficient de frottement sont hétérogènes du fait de leurs propres histoires tribologiques, le temps et le nombre de vols notamment. Pour les disques revenant de service, le coefficient de frottement augmente lorsque la rugosité diminue. La rugosité des disques polis a la particularité d'augmenter alors que le polissage est plus fin. Le comportement tribologique de ces disques en MVC montre un phénomène étrange. Alors qu'il est en moyenne de 0,13 pour l'échantillon P03 et de 0,12 pour P02, le coefficient de frottement de l'échantillon P01 est très élevé (0,17). Pour cette famille d'échantillons aussi, le coefficient de frottement augmente lorsque la rugosité diminue.

Globalement, les 2 populations RS et polis présentent des caractéristiques similaires, pour lesquelles le coefficient de frottement augmente alors que la rugosité diminue. Au contraire, le coefficient de frottement augmente avec le paramètre S_k pour les échantillons neufs. L'ensemble des échantillons composent alors les 2 pans d'une courbe de type parabolique ou « cloche » qui présente un minimum pour des rugosités voisines de 6 à 8 μm .

Par cette représentation des résultats, les disques polis et revenant de service semblent présenter un ensemble plutôt homogène. Toutefois, ils présentent des comportements tribologiques en fonction de la vitesse de frottement radicalement différents (Fig. IV.15). Alors que les échantillons neufs et polis ont un coefficient de frottement stable quelle que soit la vitesse de frottement, le coefficient de frottement diminue lorsque la vitesse augmente pour les disques revenant de service.

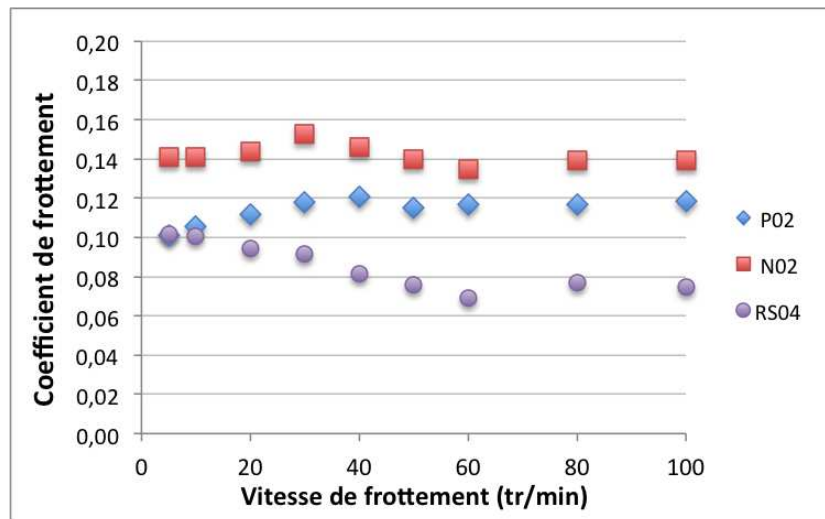


FIGURE IV.15 – Relation entre le coefficient de frottement et familles d'échantillons lors des essais MVC

Ces comportements tribologiques trouvent leur explication dans l'état morphologique des échantillons. Notamment, les échantillons P02 et RS04, dont les S_k sont très proches (respectivement de 2,22 et 2,67 μm), présentent des faciès morphologiques laissant apparaître des différences.

La Figure IV.16 présentent les états morphologiques des échantillons P02 et RS04 aux grossissements $\times 250$ et $\times 1000$. Le disque revenant de service présente un aspect lisse et homogène, marqué par la disparition des feuillets de graphite et comportant peu d'arrachement de fibres et donc de vallées, caractéristiques de cette famille d'échantillons. Au contraire, une disparition incomplète des feuillets de graphite autour des nombreuses fibres arrachées pour l'échantillon poli explique le comportement tribologique différent de ce type d'échantillon.

Bilan Pour chaque famille d'échantillons (neufs, polis, RS), le comportement tribologique en MVC présente une évolution caractéristique. Alors que le coefficient de frottement des disques revenant de service baisse lorsque la vitesse de frottement augmente, celui des disques neufs est plutôt stable et celui des polis en laboratoire a tendance à augmenter légèrement. Cela s'explique par les propriétés d'état de surface de chaque type d'échantillon (Fig. IV.16).

Indépendamment de l'état de surface et de l'historique de l'échantillon ou de sa famille, tous les échantillons présentent une légère augmentation de coefficient de frottement pour les vitesses de 20 à 40 tr/min : ceci semble être caractéristique du matériau étudié.

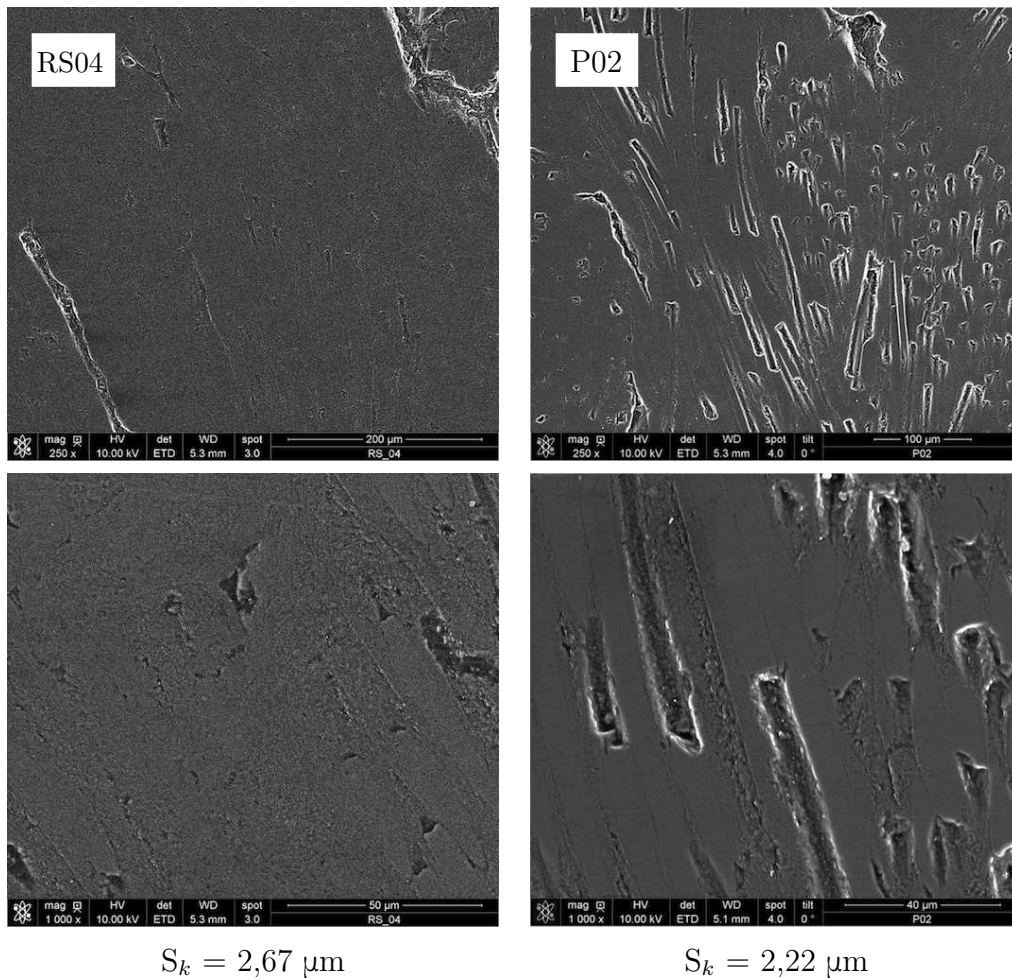


FIGURE IV.16 – Morphologies des échantillons RS04 et P02

3. Comportement tribologique sur longue distance et évolution d'état de surface

Les essais présentés dans cette partie ont pour objectif d'étudier l'effet des efforts tribologiques sur l'état de surface initial du premier corps constitué de composite Carbone/Carbone 2,5D. Pour cela, des essais longue distance sont réalisés dans trois configurations différentes :

- L'essai Multi-Vitesses long est constitué de 9 essais, un pour chacune des vitesses de frottement appliquées en MVC. La distance totale de frottement de cet échantillon est de 600 mètres, à 1,4 MPa de pression normale appliquée ;
- L'essai ultra longue distance est réalisé à 1,4 MPa de pression normale et à 60 tr/min pour une distance de frottement de 5 600 mètres. Pour cela, il a nécessité 11 phases successives de frottement, afin de ne pas dépasser la température de 150 °C dans la contre-pièce métallique (1^{er} corps) ;
- La dernière configuration est un essai réalisé à une pression normale appliqué bien plus élevée que les précédents, à savoir 6 MPa, avec une vitesse de frottement de 20 tr/min et une distance totale de 2 250 mètres.

À la suite de l'analyse du comportement tribologique, les états de surface générés par les trois configurations sont étudiés par des caractérisations morphologiques (MEB) et topographiques (rugosimètre).

3.1. Essais Multi-Vitesses Longs

Pour ces essais, un même disque (nommé N05) a été utilisé pour toutes les vitesses. La distance d'essais est de 50 mètres pour chaque vitesse, sauf à 60 tr/min où le disque a tourné sur 200 m. La courbe de frottement de ce dernier est donné sur la Figure IV.17. Sur cette distance la plus longue, le coefficient de frottement y apparaît globalement stable tout au long de l'essai. C'est pour cela que, pour chacune des vitesses de frottement appliquées, le coefficient de frottement a été moyenné.

La représentation de l'ensemble des coefficients de frottement obtenus est faite sur la Figure IV.18. Le coefficient de frottement apparaît indépendant de la vitesse de rotation, comme lors des essais MVC sur les échantillons neufs. Cependant, il semble plus faible que lors des essais courts et se situe entre 0,08-0,11.

La température relevée en continu est donnée sur la Figure IV.19. Elle ne montre pas de stabilisation et semble augmenter linéairement avec la distance pour toutes les vitesses de frottement appliquées. On remarque que la température atteinte durant ces essais est inférieure à 50°C.

Les températures mesurées après 50 mètres de frottement pour les différentes vitesses d'essai sont regroupées dans la Figure IV.20.

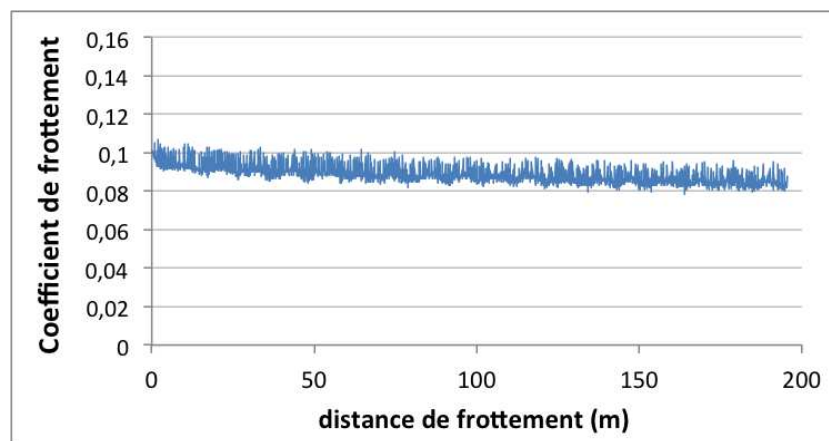


FIGURE IV.17 – Courbe de frottement de l'essai MVL à 60 tr/min

Les températures à $d = 50$ m sont proportionnelles à la vitesse de frottement et peuvent être représentées linéaires. C'est un premier indicateur de l'évolution de la température et de l'énergie dégagée au cours d'un essai démarré à 22°C.

La relation de proportionnalité entre la température à $d = 50$ m et la vitesse de frottement (Fig. IV.20) ainsi que la littérature [Yen 1996c, Yen 1997] montrent que l'énergie

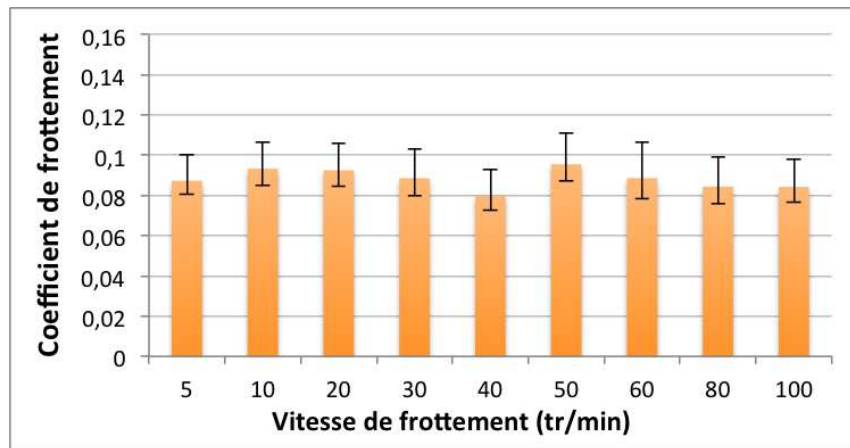


FIGURE IV.18 – Coefficient de frottement pour chacune des vitesses de frottement pour les essais MVL

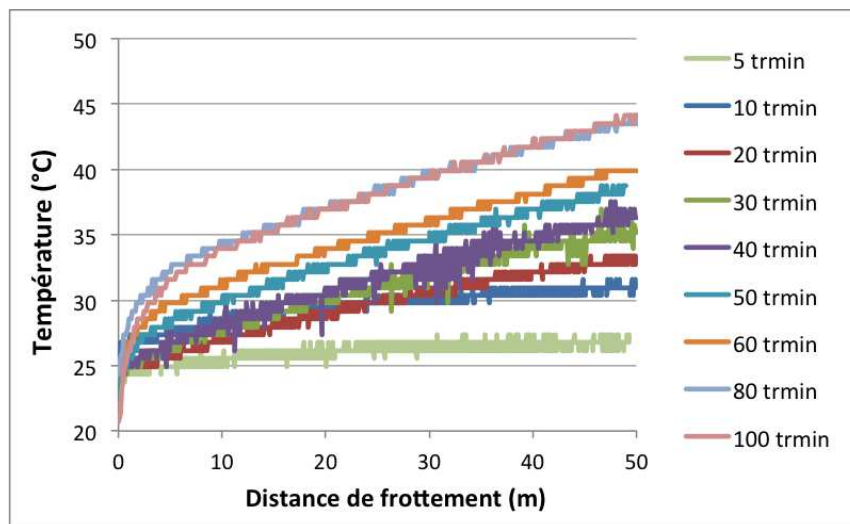


FIGURE IV.19 – Courbes de température pour les différentes vitesses lors des essais MVL

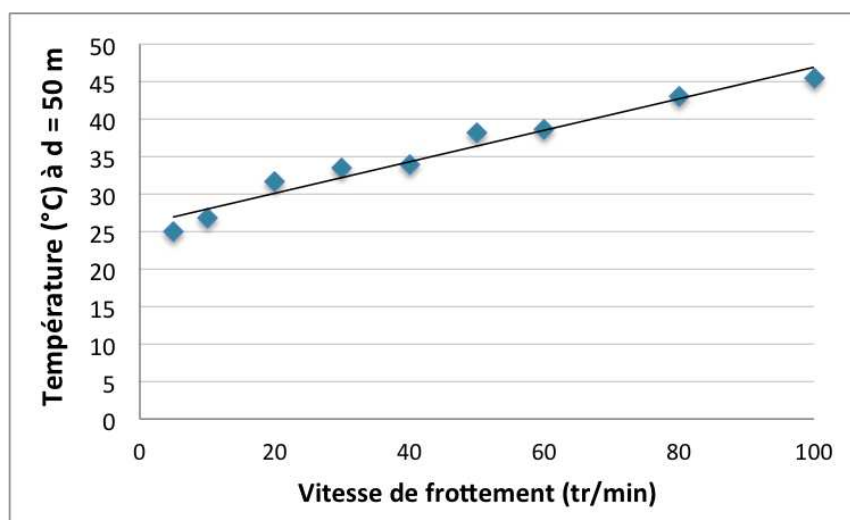


FIGURE IV.20 – Température à d = 50 mètres pour différentes vitesses

mécanique perdue par frottement ($E_{specifique} = f \times P \times d$) est convertie en énergie thermique ($Q_{specifique} = m \times C_p \times \Delta T \times \frac{1}{S}$) et se traduit par une élévation de la température proportionnelle à la vitesse de frottement (avec f le coefficient de frottement, P la pression normale appliquée, d la distance de frottement, m la masse, T la température et S la surface de contact).

3.2. Essai ultra longue distance

Pour cet essai, un seul disque (N06) est utilisé sur une distance de frottement totale de 5 600 mètres. L'objectif est d'étudier l'influence d'une très grande distance sur la modification d'état de surface via le tribomètre rotatif.

Le frottement sur 5600 mètres a été discontinu, 11 phases ont été nécessaires afin de ne pas augmenter de manière trop importante la température de contact qui pourraient dégrader la contre-pièce en acier traitée avec une température de revenu de 150 °C. Les distances de chaque phase ainsi que les températures en fin de phase sont données dans le Tableau IV.3.

Phase	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Distance parcourue (m)	320	710	530	220	350	200	520	1240	160	350	940
Température atteinte (°C)	80	102	109	78	95	97	100	117	74	90	120

TABLEAU IV.3 – Distance et températures maximales de l'essai ultra longue distance

3.2.1. Évolution du coefficient de frottement

Les coefficients de frottement et la température de 4 des 11 phases de l'essai, les « phases » 1, 3, 7 et 8, sont présentés dans la Figure IV.21. Le début du frottement, dans la phase 1 s'effectue à un coefficient de frottement de 0,11, et ce jusqu'à la distance de frottement 250 m, pour laquelle la température atteinte est de 71°C. Vers 250 mètres, la température augmente brusquement de quelques degrés Celsius et le coefficient de frottement atteint la valeur de 0,15, pour ensuite connaître un frottement un peu plus élevé de 0,12 environ. Sur les phases suivantes, le coefficient de frottement est toujours en moyenne de 0,12 et connaît des oscillations, visibles sur la Figure IV.21. Malgré ces oscillations, ce coefficient reste relativement stable durant les différentes phases. Aucune chute significative n'est observée.

Comme détecté dans la phase n°3, des oscillations sont fréquentes dans les phases suivantes, dont la 7 et la 8. L'occurrence de ces oscillations semblent liée à la température atteinte, supérieure à 105°C. Les courbes de température associées présentent elles aussi des oscillations.

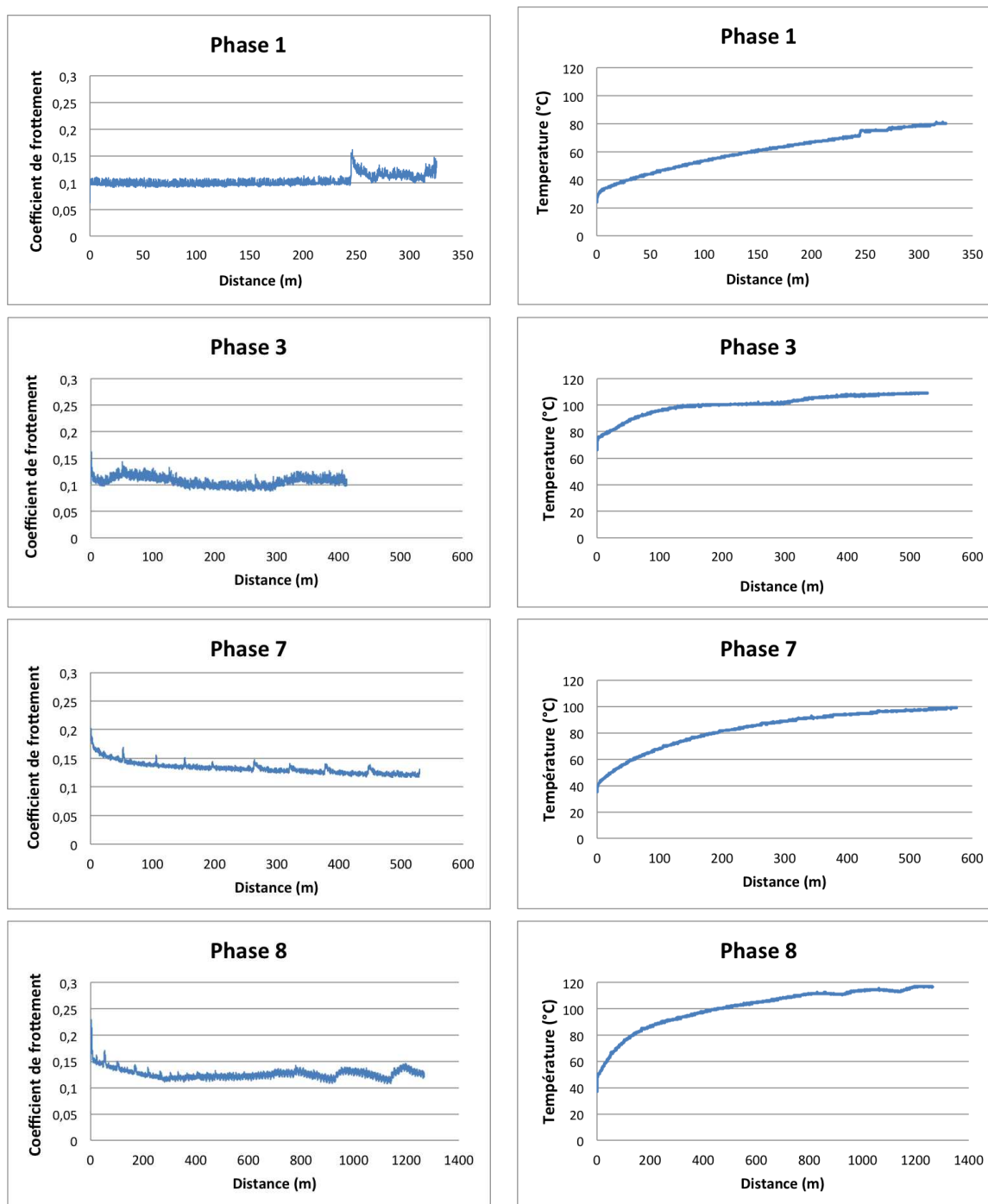


FIGURE IV.21 – Coefficient de frottement et température des phases de l'étude d'évolution d'états de surface lors de l'essai ultra longue distance

3.2.2. Synthèse des résultats

Les essais d'évolution d'état de surface par frottement permettent de mettre en évidence une corrélation entre le coefficient de frottement et la température, conséquence de la dissipation d'énergie de frottement. Le comportement tribologique des C/C semble subir une transition irréversible à 70°C, qui fait passer le coefficient de frottement de 0,11, valeur classique après rodage, à des valeurs de 0,13-0,15.

De plus, les courbes de températures supérieures à 105°C montrent des oscillations, correspondant à l'oscillation du coefficient de frottement.

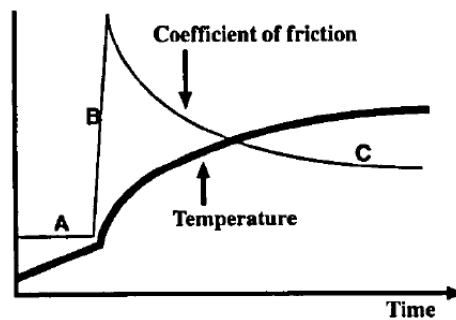


FIGURE IV.22 – Tendances des performances de freinage en fonction du temps, au cours d'une journée typique d'un avion de ligne [Blanco 1997]

Enfin, de nombreux redémarrages d'essais montraient des valeurs de f de 0,20, avant de progressivement redescendre autour de 0,13. Aucune explication propre aux essais n'a pu être mise en évidence. Néanmoins, la Figure IV.22 illustre un pic de coefficient de frottement similaire à celui observé dans cette étude. Ce pic peut être la conséquence de l'évolution physico-chimique de la surface des disques comme pour des frein carbone/carbone d'avions de ligne [Blanco 1997]. Le scénario avancé est le suivant : durant la nuit, les surfaces des disques de frein se chargent jusqu'à équilibre d'atomes d'oxygène et de vapeur d'eau. Cette « surcouche » provoque des coefficients de frottement élevés. Au cours de la journée, sous l'effet du frottement et de la température notamment, une désorption des atomes provoque une diminution du coefficient de frottement.

Pour les essais dans la configuration actuelle, il semble que le cycle jour/nuit mis en évidence pour ces disques de frein d'avion soit transposable à la succession de phases sur un même disque. De plus, une fois la transition réalisée, la surface de notre échantillon semble avoir la capacité de se recharger plus rapidement en oxygène et/ou vapeur d'eau.

3.3. Essai long à $P = 6$ MPa

Cet essai long diffère des 2 premiers de part ses paramètres tribologiques. La vitesse de frottement imposée est de 20 tr/min et la pression normale appliquée est de 6 MPa, sur une distance de 2,25 km. Pour atteindre ce niveau de contrainte, une contrepièce différente, de 4 mm de largeur de piste a été utilisée.

La Figure IV.23 montre l'évolution du coefficient de frottement dans les conditions tribologiques 6 MPa - 20 tr/min pour les échantillons N07 et N08. Le démarrage de ces essais se fait à un coefficient de frottement de 0,10, ce qui est plutôt faible pour ce type d'échantillon. Puis à une distance de frottement de 100 m, f augmente jusqu'à 0,135 avant de se stabiliser à une valeur plus classique de 0,12. Le coefficient de frottement montre une répétabilité sur les 2 échantillons ; il en est de même pour les températures qui sont superposées (Fig. IV.24).

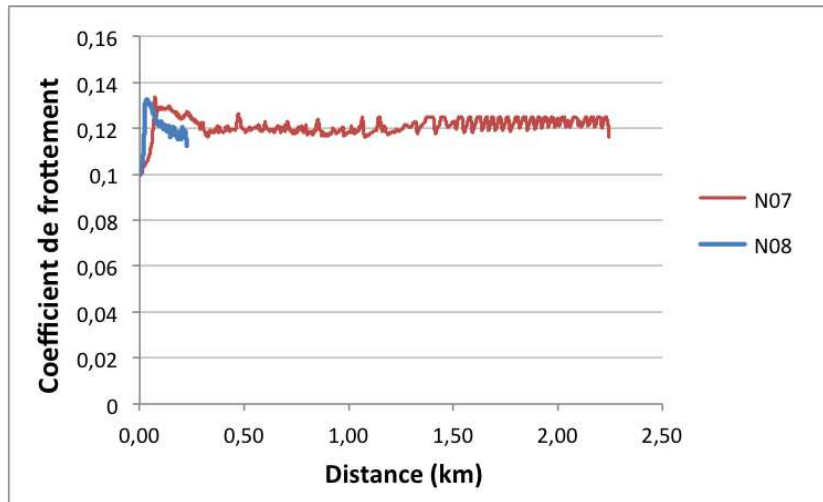


FIGURE IV.23 – Courbe de frottement à $P = 6 \text{ MPa}$ et $v = 20 \text{ tr/min}$

Cette modification de comportement tribologique peut s'expliquer par la quantité d'énergie dégagée par l'essai (Tab. IV.4). L'énergie spécifique $E_{\text{specifique}}$ est calculée précisément à la distance où se déclare le pic de coefficient de frottement. D'ailleurs ce comportement caractéristique est similaire au comportement tribologique de l'échantillon N06 lors de sa première phase de frottement, vers 250 mètres (Fig. IV.25).

Échantillon	N06	N07	N08
Énergie spécifique (J/m ²)	$3,5 \cdot 10^7$	$5,4 \cdot 10^7$	$2,7 \cdot 10^7$

TABEAU IV.4 – Énergies spécifiques au pic de coefficient de frottement des essais tribologiques longs

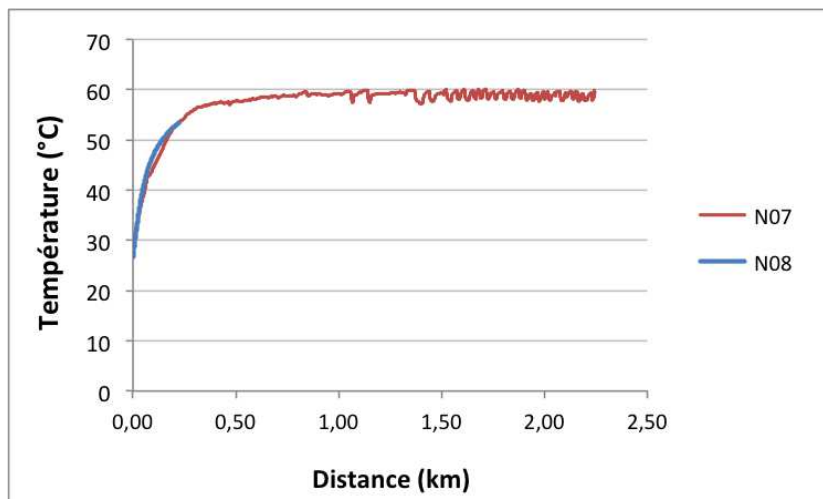


FIGURE IV.24 – Courbe de température à $P = 6 \text{ MPa}$ et $v = 20 \text{ tr/min}$

Cette brusque augmentation se produit à $70 - 75^\circ\text{C}$ pour l'échantillon N06 alors qu'elle n'est que de 40°C pour N07 et N08 (Fig. IV.24). Cependant, les énergies spécifiques sont du

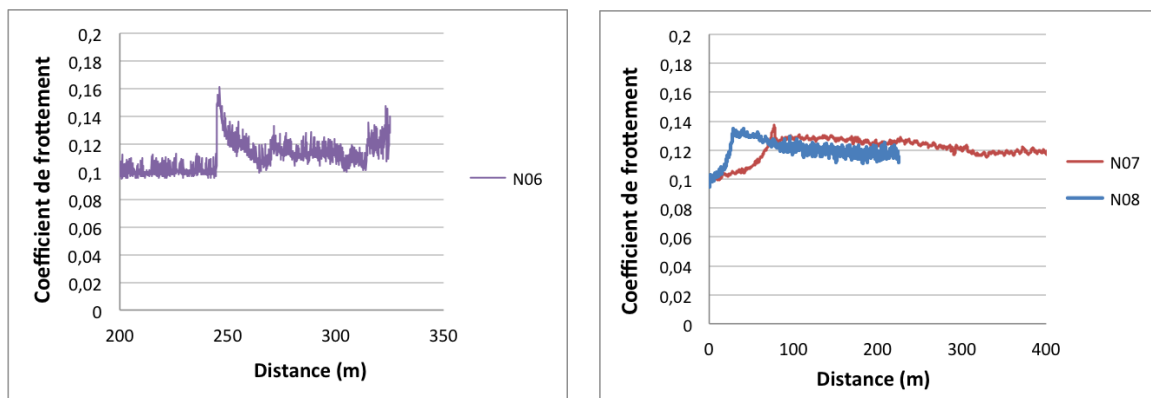


FIGURE IV.25 – Modification du comportement tribologique lors des essais longs

même ordre de grandeur, autour de $3,9 \cdot 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. Ce niveau d'énergie semble déclencher un changement de régime tribologique et ce quelle que soit la vitesse de frottement ou la pression normale appliquée.

3.4. États de surface créés par les essais longue distance

Les configurations tribologiques des essais longue distance provoquent une évolution de l'état de surface du premier corps carboné. Pour cela, des mesures de rugosité et des observations MEB sont réalisées sur les échantillons N05, N06 et N07, et sont comparées aux caractéristiques des échantillons neufs et revenant de service.

Échantillon	N05	N06	N07
Vitesse moyenne (tr/min)	47,92	60	20
Pression normale (MPa)	1,4	6	6
Distance totale (m)	600	5 600	2 250
Surface de contact (m^2)	$2,6 \cdot 10^{-3}$	$2,6 \cdot 10^{-3}$	$7,4 \cdot 10^{-4}$
Puissance spécifique (W/m^2)	$2,1 \cdot 10^4$	$2,6 \cdot 10^4$	$4,5 \cdot 10^4$
Énergie spécifique (J/m^2)	$8,4 \cdot 10^7$	$7,9 \cdot 10^8$	$1,6 \cdot 10^9$

TABLEAU IV.5 – Puissance et énergie spécifiques des essais longs

3.4.1. Relevés rugosimétriques

La Figure IV.26 présente les résultats de rugosité relevés après les 3 essais longs ainsi que l'énergie spécifique de chacun. Le paramètre S_k diminue pour tous les échantillons. L'évolution est significative et une baisse de la rugosité est observée non seulement avec la distance de frottement mais surtout selon l'énergie spécifique dégagée lors de chaque essai. Une tendance apparaît, en direction de l'état de surface caractéristique d'un disque revenant de service.

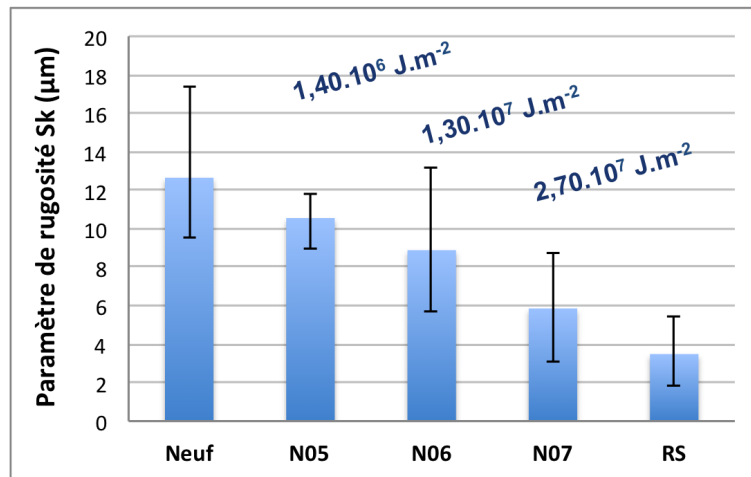


FIGURE IV.26 – Évolution du paramètre de rugosité S_k

3.4.2. Observations MEB

La Figure IV.27 présente à la fois des images d'un échantillon neuf, caractéristique de l'état initial avant chaque essai tribologique longue distance, et des images de l'état de surface des échantillons N06 et N07.

Les surfaces obtenues sur les échantillons N06 et N07 après les essais tribologiques longue distance sont lissées, en contraste avec l'état neuf très irrégulier. Sur les grossissements les plus importants, les fibres sont encore visibles, affleurant à la surface. Cependant, ce lissage n'est pas homogène et de nombreuses zones de la surface ne semblent pas affectées par le phénomène.

L'évolution de l'état de surface après essais tribologiques longue distance, observable au MEB, montre une perte progressive des caractéristiques morphologiques des échantillons neufs vers des propriétés morphologiques des disques revenant de service, à savoir un lissage de la surface et une disparition des feuillets de graphite autour des fibres de carbone.

3.5. Bilan des essais longs

Les essais tribologiques longue distance modifient l'état de surface des échantillons autant sur le plan topographique que sur le plan morphologique.

Les informations recueillies au rugosimètre et lors des observations MEB montrent qu'avec une énergie spécifique suffisante, l'état de surface acquiert des propriétés similaires aux disques revenant de service, sans toutefois y parvenir totalement. Une énergie spécifique supérieure ou des conditions environnementales différentes pourraient permettre la transformation complète de la surface.

À l'aide de ces éléments, il est possible de construire un mécanisme phénoménologique de dégradation des composites C/C 2,5D soumis à un frottement sec.

3. Comportement tribologique sur longue distance et évolution d'état de surface

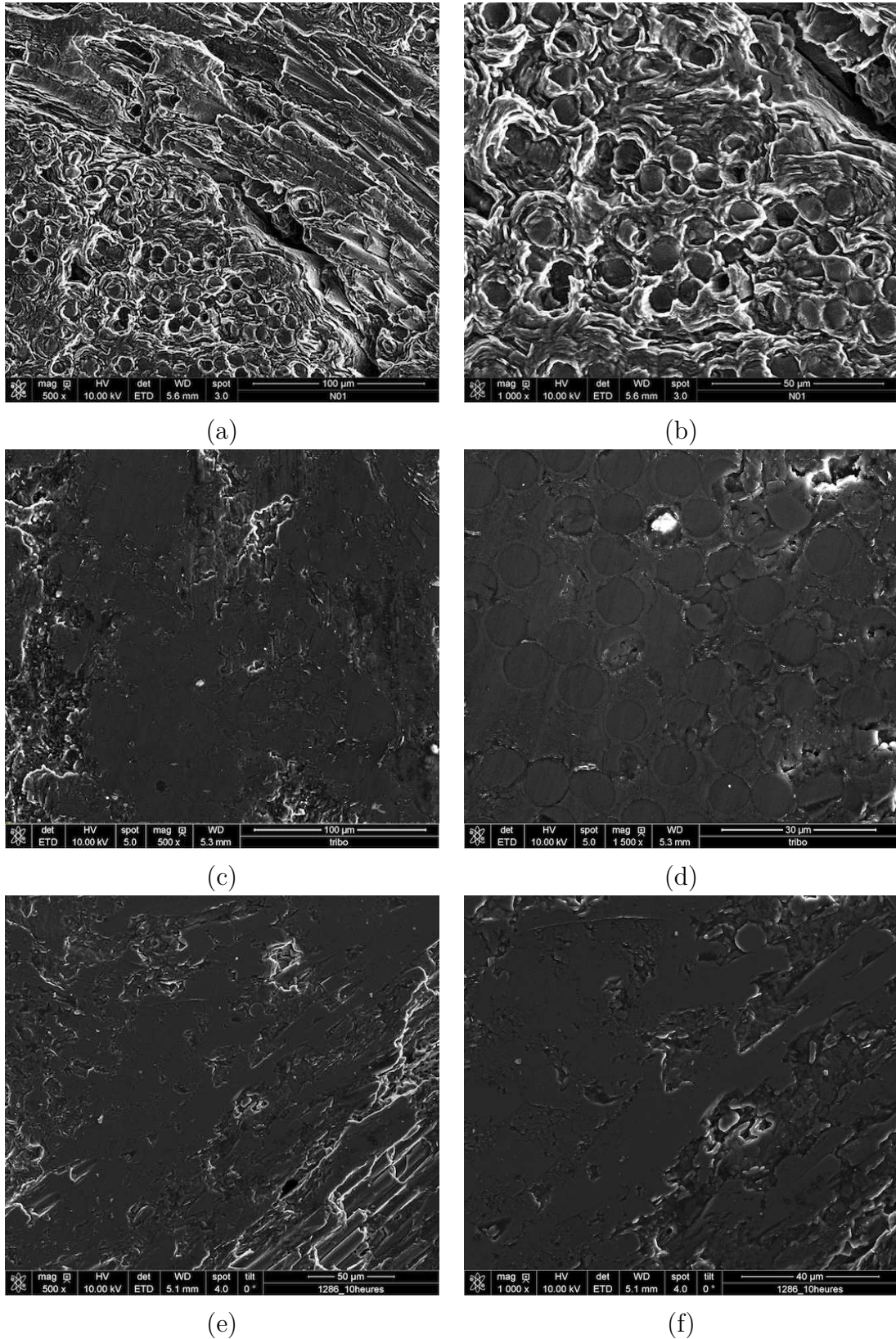


FIGURE IV.27 – (a) et (b) État de surface d'un disque neuf - (c) et (d) État de surface final de l'échantillon N06 - (e) et (f) État de surface final de l'échantillon N07

4. Dégradation de la surface de frottement du composite C/C 2,5D à sec

Les essais tribologiques à sec provoquent une évolution de l'état de surface des éprouvettes en composite C/C 2,5D. Les observations MEB et les mesures rugosimétriques permettent de faire le suivi de cette évolution et de proposer un mécanisme de dégradation général du composite C/C 2,5D dans la cas du frottement à sec.

4.1. Mécanisme de dégradation de la surface durant le frottement

Le mécanisme de dégradation qui émerge des différentes observations au microscope optique et au MEB indique une combinaison de deux phénomènes (Fig. IV.28) :

- l'écrêtage des pics ;
- le comblement des porosités par colmatage, conséquence d'un transfert de matière des pics vers les creux.

Les deux phénomènes sont concomitants. L'ensemble a pour effet de réduire la rugosité de la surface frottante en diminuant à la fois les pics et les creux.

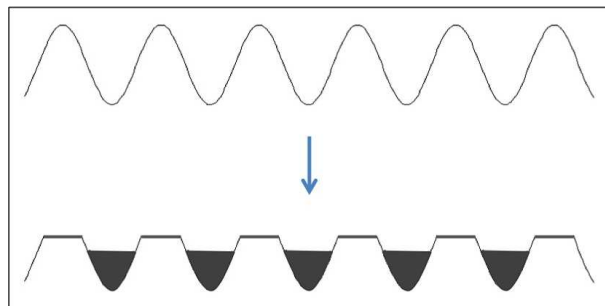


FIGURE IV.28 – Schématisation du mécanisme de dégradation de surface pour un matériau à la rugosité idéalisée

4.1.1. Relevés rugosimétriques

Pour valider la pertinence du mécanisme proposé, les caractéristiques rugosimétriques sont tout d'abord approfondies ; en complément des informations fournies par le paramètre de rugosité S_k , les paramètres S_{pk} et S_{vk} sont relevés pour l'échantillon N07 et permettent de constater que la rugosité du plateau (S_k) n'est pas la seule à être diminuée par le frottement (Fig. IV.29). Les valeurs de S_{pk} et S_{vk} connaissent des chutes de 20 % et 35 % respectivement. La chute de la valeur de S_{pk} est un indicateur de la disparition des pics alors que la diminution du paramètre S_{vk} rend compte de celle des porosités.

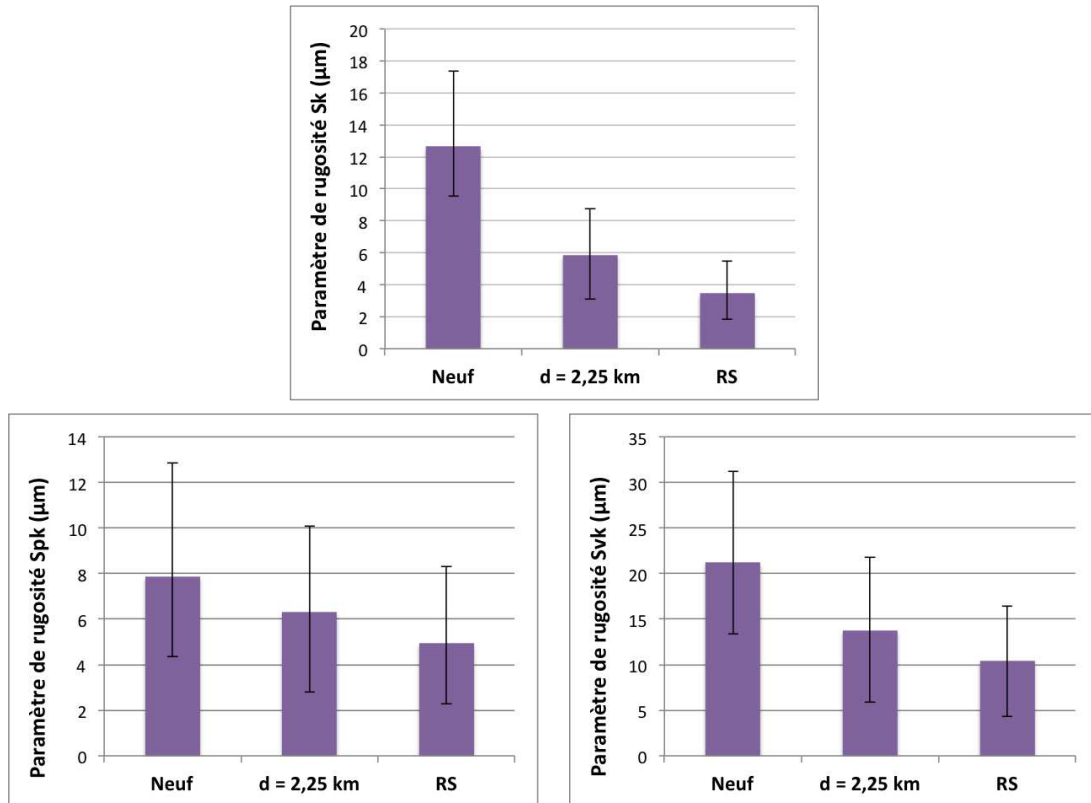


FIGURE IV.29 – Évolution des paramètres de rugosité de l'échantillon N07

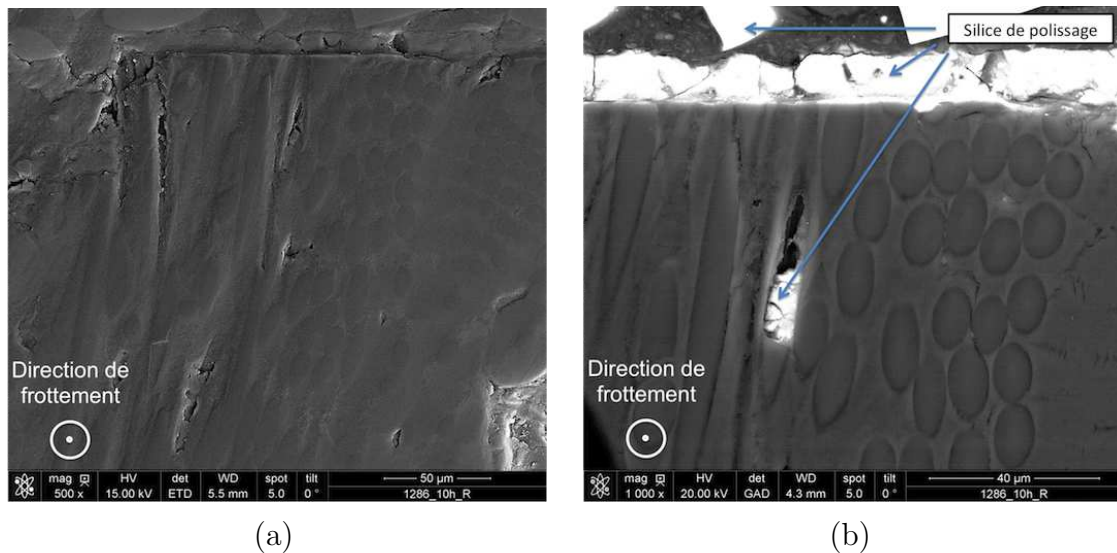


FIGURE IV.30 – Observation en coupe R - Échantillon N07 à sec

4.1.2. Observations en coupe

Les surfaces frottantes sont observées en coupe, dans l'épaisseur, selon la procédure décrite dans la Section III.3.1.2. Lors du polissage, des grains de silice peuvent se glisser dans les porosités du matériau et dans le rétrai de la résine d'enrobage. Ces grains sont signalés sur les images MEB qui suivent.

La Figure IV.30 montre les coupes radiales (R) réalisées sur l'échantillon N07. Elle illustre l'aplanissement de la surface de frottement. Contrairement à ce que l'on pourrait observer sur un échantillon métallique où le déplacement de matière par écoulement plastique est une accommodation de surface assez commune, lorsque la surface carbonée subit un effort de cisaillement, la matière ne se déforme pas mais se détache. Les zones les plus hautes de la surface sont concernées. Elles subissent un écrêtage. Le phénomène de comblement des porosités est cependant plus difficile à voir. La disparition des porosités sous-entend le comblement de ces dernières par de la matière. Toutefois, aucune des coupes d'échantillon n'a permis l'observation d'une porosité remplie par des débris.

4.2. Effet du frottement dans l'épaisseur de C/C

Le changement d'angle de vue lors de l'observation des coupes tangentielles (T) éclaire sur le comportement au cisaillement du matériau C/C.

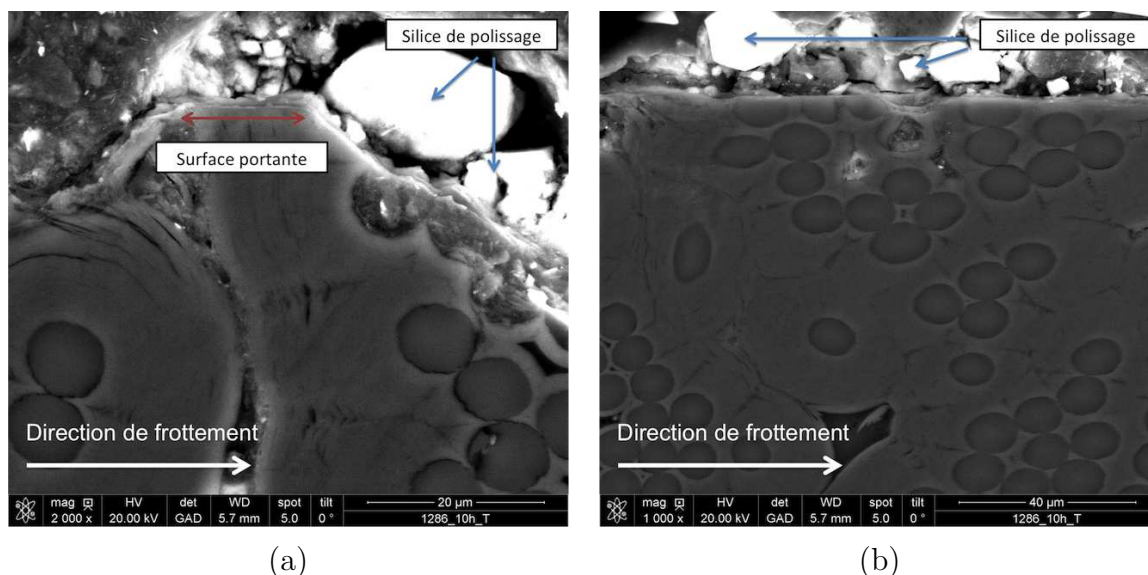


FIGURE IV.31 – Surface portante - Observation en coupe T - Échantillon N07 à sec

La Figure IV.31 montre les deux conséquences de l'arrasage de la surface. À gauche (a), une aspérité est coupée nette en son sommet par les efforts de frottement. Sur cette zone de frottement, la portance était uniquement assurée par une petite surface. Pour les zones où toute la surface est soumise au frottement, la mise en conformité des surfaces de frottement provoque un aplanissement global (b).

Sur le même échantillon, en addition du phénomène d'arrasage, des fissures obliques sont observées (Fig. IV.32). Ce qui prouve que sous certaines conditions, des fissures de type cisaillement peuvent se créer dans le matériau. Elles sont peu profondes, de quelques dizaines de μm et sont orientées à 45° .

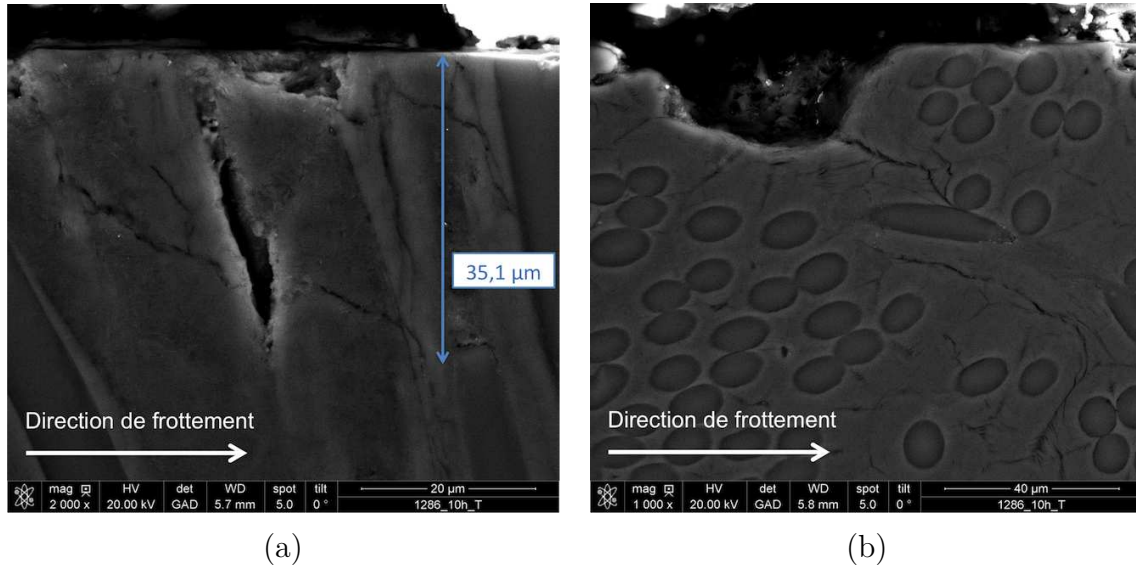


FIGURE IV.32 – Fissurations - Observation en coupe T - Échantillon N07 à sec

Cependant, ces fissures sont différentes de celles observées dans la littérature. Ainsi, le détachement de débris [Ozcan 2005] pourrait se faire à partir de la zone la plus fragile du matériau, c'est-à-dire la liaison fibre-matrice (Fig. IV.33a) ou directement en sous couche (Fig. IV.33b). Au lieu de cela, les fissures du C/C 2,5D traversent à la fois les fibres et la matrice avec un angle de l'ordre de 45° par rapport à la surface de l'échantillon.

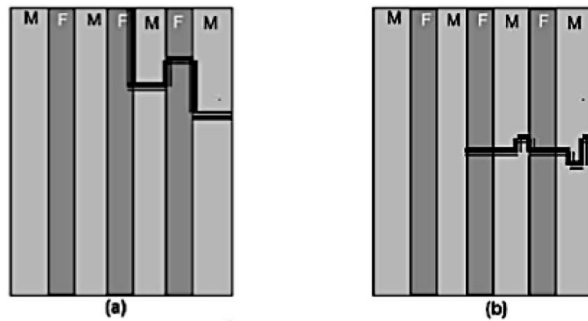


FIGURE IV.33 – Fractures et détachement de matière (a) à partir de zones fragiles - (b) en sous-couche [Ozcan 2005]

5. Conclusions du chapitre

Les essais tribologiques présentés dans ce chapitre ont permis de mettre en évidence les phénomènes intervenant dans le comportement tribologique à sec du matériau composite Carbone/Carbone 2,5D.

Les essais MVC ont permis de dégager le comportement tribologique caractéristique des différents états de surface de référence (neufs, polis, RS). Toutes les valeurs moyennes du coefficient de frottement se sont avérées être fonction du paramètre de rugosité S_k , selon une courbe maîtresse en « cloche ». Cela permet d'estimer le coefficient de frottement moyen d'un échantillon à partir de sa rugosité, sans connaissance préalable de sa provenance. De plus, en fonction de la vitesse de frottement, le comportement tribologique en MVC présente une évolution caractéristique. Alors que le coefficient de frottement des disques revenant de service baisse lorsque la vitesse de frottement augmente, celui des disques neufs est plutôt stable et celui des polis en laboratoire a tendance à augmenter légèrement. Cela s'explique par l'évolution des propriétés d'état de surface de chaque type d'échantillon.

Les essais tribologiques longue distance mis en œuvre ont modifié l'état de surface des échantillons autant sur le plan topographique que sur le plan morphologique. Les informations recueillies montrent, qu'avec une énergie spécifique suffisante, l'état de surface acquiert des propriétés similaires aux disques revenant de service. Cependant, la transformation des états de surface n'est pas suffisante pour atteindre les caractéristiques des disques revenant de service. Une énergie spécifique supérieure ou des conditions environnementales différentes pourraient permettre la transformation complète de la surface.

Les propriétés observées durant les essais longue durée permettent de construire un mécanisme de dégradation des composites C/C soumis à un frottement sec. Ce mécanisme est basé sur une concomitance de 2 phénomènes : un écrêtage des pics de rugosité les plus élevés, produisant des débris qui participent aux comblements des creux topographiques. Cela est prouvé par la baisse de 2 paramètres de rugosité, S_{vk} et S_{pk} . De plus, les observations MEB montrent la présence d'un film fin sur la surface de frottement. Ce phénomène est valable sur tous les échantillons tribologiques à sec, mais à des degrés divers.

Enfin, une conséquence des efforts de frottement subis par les éprouvettes tribologiques en environnement sec est l'apparition de fissures en sous-couche, peu nombreuses, observables par des coupes transverses des échantillons. Elles traversent la structure fibreuse avec orientation de 45 ° et une profondeur maximale de 40 μm .

Chapitre V

Étude tribologique des disques C/C 2,5D en environnement lubrifié

Sommaire

1.	Matrice d'essais	119
2.	Essais Multi-Vitesses Courts et régimes de lubrification . . .	119
2.1.	Caractérisation tribologique des états de surface de référence .	119
2.2.	Caractérisation de l'état glacé	126
3.	Caractéristiques des essais lubrifiés longue distance	128
3.1.	Évolution du coefficient de frottement et de la température au cours des essais longs	128
3.2.	Paramètres influencés par la température	130
3.3.	Relation entre le coefficient de frottement et la température . .	132
3.4.	Influence réciproque du coefficient de frottement et de la température	134
4.	Création d'états de surface particuliers - Plan d'expérience .	135
4.1.	Présentation des essais réalisés	135
4.2.	Évolution du coefficient de frottement et de la température . .	136
4.3.	Usure des éprouvettes C/C 2,5D	138
4.4.	Caractérisation des surfaces générées	139
4.5.	Résultats de l'influence des paramètres tribologiques	144
5.	Débris tribologiques et mécanismes spécifiques en environnement lubrifié	146
5.1.	Analyses chimiques du lubrifiant chargé de débris par ICP . . .	146
5.2.	Analyse chimique des débris par EDS	147
5.3.	Morphologie et taille des débris	148
5.4.	Évolution de la morphologie des particules détachées	151
5.5.	Évolution des surfaces portantes	152
6.	Conclusions du chapitre	153

Ce cinquième chapitre traite du comportement tribologique du matériau C/C 2,5D dans un environnement lubrifié, avec le lubrifiant aéronautique Turbonycoil 160 (T160), étudié à la Section III.1.2. L'ajout de ce bain de lubrifiant permet dans le mécanisme industriel d'enrayer la corrosion de la contre-pièce en acier. Mais il modifie aussi le comportement tribologique des éprouvette en carbone contre acier, des débris contre premiers corps et la circulation des débris. Afin d'étudier le fonctionnement propre au composite C/C 2,5D en environnement lubrifié, des essais tribologiques multi-vitesses courts (MVC) puis des essais longue distance sont menés.

Les essais MVC sont pratiqués sur les échantillons de référence (neufs, polis, revenant de service) avec trois niveaux de pression normale appliquée. Les courbes de Stribeck issues de ces essais sont étudiées de façon à déterminer les régimes de lubrification pour chaque état de surface de référence. Cette méthodologie d'essais courts est aussi appliquée après les essais longs afin de caractériser tribologiquement les états de surface ainsi créés. À partir des courbes de Stribeck, une définition de la perte de performance est alors donnée, mise en relation avec les caractéristiques morphologiques et topographiques.

Puis des essais longs prennent en compte les trois paramètres tribologiques que sont la vitesse de frottement, la pression normale et la distance sont réalisés selon un plan d'expérience. Les caractéristiques principales sont suivies : le coefficient de frottement, l'usure et l'évolution de l'état de surface.

La caractérisation complète de l'état topographique, de l'état morphologique, du comportement des régimes de lubrification et de l'usure permet de tirer une conclusion sur l'évolution de l'état de surface et sur les conditions tribologiques menant à la création de surfaces avec perte de performance.

Enfin, les conséquences des essais longs sont considérées selon deux exploitations complémentaires. La première concerne les débris générés. Une étude de leur composition est faite par deux moyens d'analyse : l'ICP (Inductively Coupled Plasma) et l'EDS (Energy Dispersive Spectroscopy). Puis leur taille et leur morphologie sont déterminées. L'évolution de la morphologie de ces débris au cours du contact est constatée et un cycle de vie des débris est mis en lumière. La seconde exploitation porte sur des coupes micrographiques permettant l'étude des effets tribologiques dans l'épaisseur du composite C/C 2,5D.

1. Matrice d'essais

L'ensemble des éprouvettes utilisées lors des essais lubrifiés est reporté dans le Tableau V.1. La première partie des échantillons est consacrée aux caractérisations des surfaces neuves, polies et revenant de service. Pour cela, des relevés de rugosité, ainsi que des observations MEB et des essais tribologiques MVC sont effectués.

La deuxième partie du tableau regroupe les essais tribologiques longs, inclus dans le plan d'expérience notamment. Les conditions tribologiques de ces essais (vitesse de frottement, pression normale apparente et distance de frottement), sont reportées. À la suite des essais longs, de nouvelles caractérisations sont entreprises. Il s'agit d'essais courts de type MVC, de caractérisations rugosimétriques et morphologiques (MEB) ainsi que de mesures de l'usure générée.

Toutes les caractéristiques morphologiques et topographiques des échantillons polis et revenant de service sont reportées dans l'Annexe C.

2. Essais Multi-Vitesses Courts et régimes de lubrification

En environnement lubrifié, les résultats des essais MVC reviennent à tracer la courbe de Stribeck pour chaque échantillon [Maru 2013, Fernandes 2015]. Les courbes de Stribeck des familles d'états de surface neufs, polis en laboratoire et revenants de service sont présentées ici. L'allure globale de ces courbes est décrite afin d'en déduire les régimes de lubrification que génèrent les différents états de surface.

2.1. Caractérisation tribologique des états de surface de référence

La procédure de caractérisation des états de surface est complétée par un essai permettant de définir une performance tribologique. Pour cela, la procédure Multi-Vitesses Court (MVC) définie au paragraphe III.3.3. a été appliquée. Des courbes de Stribeck (i.e. le coefficient de frottement f en fonction du nombre de Sommerfeld) en sont extraites et sont tracées en échelle logarithmique. Pour rappel (Page 18 - [Ledrappier 2005]), le nombre de Sommerfeld est un paramètre sans dimension. Il est calculé dans la présente étude suivant l'équation : $S = \mu.l.V/F$ (Eq. (I.3)), avec μ la viscosité dynamique en Pa.s, V la vitesse de rotation en m.s⁻¹, l la largeur de la piste en m et F la force normale appliquée en N. Les pressions normales appliquées sont ici de 0,5 - 1,4 et 2,7 MPa et les vitesses s'étendent de 5 à 400 tr/min.

2.1.1. Disques neufs

Les courbes de Stribeck des échantillons neufs N09, N10 et N11 sont données par la Figure V.1. Les 3 profils présentent les mêmes caractéristiques, à savoir un coefficient de

	Échantillons	Caractérisations initiales			Essais longs	Caractérisations après essais			
	Référence	Rugosité	MEB	MVC		Rugosité	MEB	MVC	Usure
Revenants de service	RS02	★	★	★					
	RS05	★	★	★					
	RS06	★	★	★					
	RS07	★	★	★					
	RS08	★	★	★					
Polis	P01	★	★	★					
	P02	★	★	★					
	P03	★	★	★					
Neufs	N09			★					
	N10			★					
	N11			★	60 tr/min - 3 MPa - 7,78 km	★		★	
	N12				60 tr/min - 3 MPa - 27,75 km				
	N13				60 tr/min - 3 MPa - 35,53 km	★			
	N14	★	★		100 tr/min - 10 MPa - 6 km	★	★	★	★
	N15	★	★		10 tr/min - 2 MPa - 2 km	★	★	★	★
	N16	★	★		100 tr/min - 20 MPa - 20 km	★	★	★	★
	N17	★	★		100 tr/min - 2 MPa - 20 km	★	★	★	★
	N18	★	★		10 tr/min - 10 MPa - 2 km	★	★	★	★
	N19	★	★		200 tr/min - 6 MPa - 40 km	★	★	★	★
	N20	★	★		100 tr/min - 10 MPa - 20 km	★	★	★	★
	N21	★			200 tr/min - 2 MPa - 2 km	★	★	★	★
	N22	★			200 tr/min - 2 MPa - 100 km	★	★	★	★
	N23	★			100 tr/min - 6 MPa - 20 km	★	★	★	★
	N24	★			100 tr/min - 6 MPa - 100 km	★	★	★	★
	N25	★			105 tr/min - 8,5 MPa - 10 km	★	★	★	★
	N26	★			100 tr/min - 15 MPa - 2 km	★	★	★	★
	N27	★			200 tr/min - 15 MPa - 2 km	★	★	★	★
	N28	★			200 tr/min - 15 MPa - 100 km	★	★	★	★

TABEAU V.1 – Tableau récapitulatif des essais et des analyses effectués en environnement lubrifié

frottement stable à 0,12 quel que soit le nombre de Sommerfeld. Autrement dit, quelles que soient les conditions de pression et de vitesse appliquées, les réponses tribologiques des états de surface vierges sont identiques.

Cette valeur de coefficient de frottement est très proche de celle obtenues lors des essais courts réalisés à sec sur des surfaces vierges (0,14 en moyenne dans la Section IV.2.1.1.) et elle est du même ordre de grandeur que les rares sources portant sur le frottement lubrifié des C/C 2,5D [Jullien 1996]. L'obtention de ce coefficient de frottement montre que lors des essais MVC, le régime de lubrification des éprouvettes neuves est le régime onctueux. Cela signifie que pour cet état de surface et dans ces conditions tribologiques, le frottement est uniquement porté par les premiers corps (la contre-pièce en acier et le composite en Carbone/Carbone). Le lubrifiant n'intervient presque pas, comme dans un frottement sec [Guay 2014].

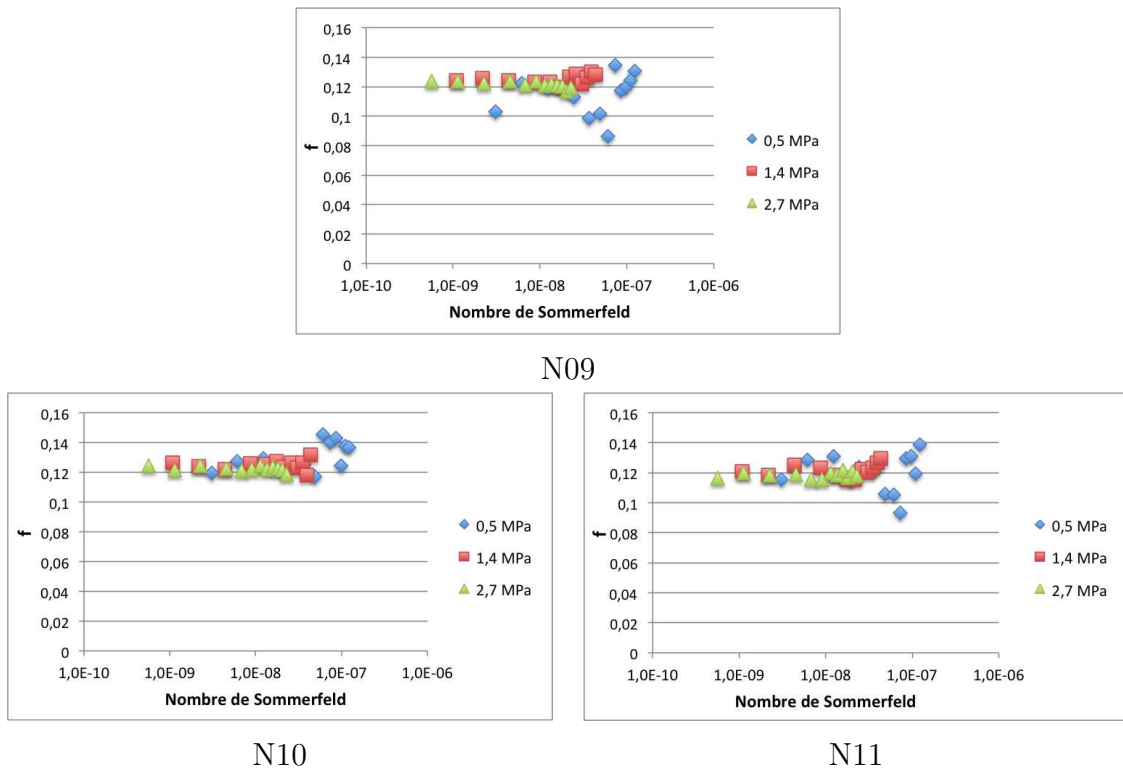


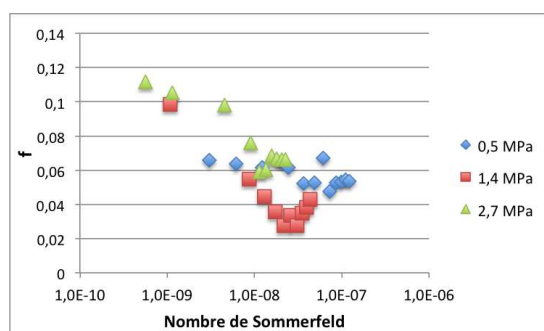
FIGURE V.1 – Courbes de Stribeck des échantillons neufs N

2.1.2. Disques revenant de service

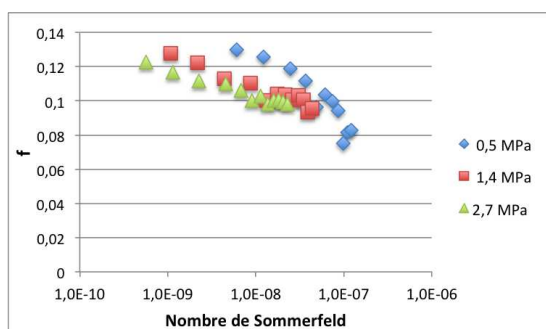
Cinq disques revenant de service ont été caractérisés par la méthode MVC. L'historique des disques ne pouvant être connu avec précision, seules leurs caractéristiques topographiques et morphologiques seront regardées. Pour ces échantillons, l'allure des courbes de Stribeck est bien différente de celle des disques neufs. Le coefficient de frottement évolue fortement en fonction du nombre de Sommerfeld (Fig. V.2). Après un coefficient de frottement de 0,12 pour des nombres de Sommerfeld inférieurs à 1.10^{-9} , le coefficient de frottement chute. Cela correspond à un régime de lubrification dit mixte [Montmitonnet 2001]. Le

minimum atteint par chaque échantillon est compris entre 0,07 et 0,02. De plus, il est possible d'observer une stagnation voire une remontée du coefficient de frottement à partir d'un nombre de Sommerfeld de 2.10^{-6} ou 1.10^{-7} pour certains échantillons. Il s'agit du dernier régime de lubrification, le régime hydrodynamique [Montmitonnet 2000].

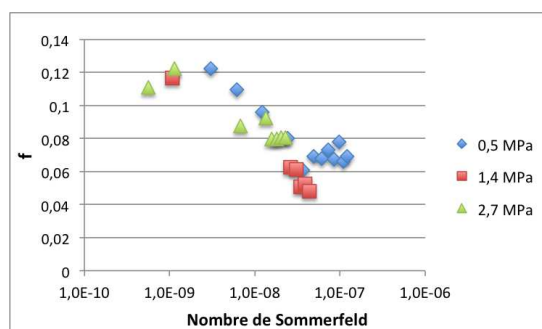
Ainsi, pour ces états de surface particuliers, une courbe de Stribeck complète peut-être observée, où sont distinctement présents les 3 régimes de lubrification : onctueux, mixte et hydrodynamique. Les allures des cinq échantillons sont similaires, seules les pentes du régime mixte et le minimum atteint (transition entre le régime mixte et le régime hydrodynamique) varient d'un échantillon à l'autre.



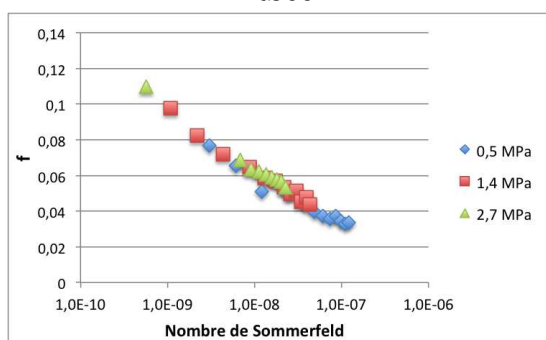
RS02



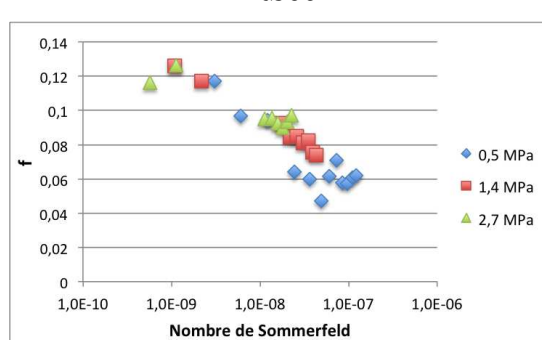
RS05



RS06



RS07



RS08

FIGURE V.2 – Courbes de Stribeck des disques revenant de service RS

La chute significative du coefficient de frottement lors du régime mixte est à rapprocher de la perte de performance définie industriellement, à savoir un coefficient de frottement inférieur à 0,03. Parmi les disques revenant de service, seuls deux échantillons présentent un

minimum inférieur à ce seuil. Il s'agit des éprouvettes RS02 et RS07. Ces deux échantillons font partie des trois disques RS dont le coefficient rugosité S_k est le plus faible. La Figure V.3 montre que le coefficient de frottement minimum f_{min} de chacune des courbes de Stribeck semble lié à la rugosité de l'échantillon.

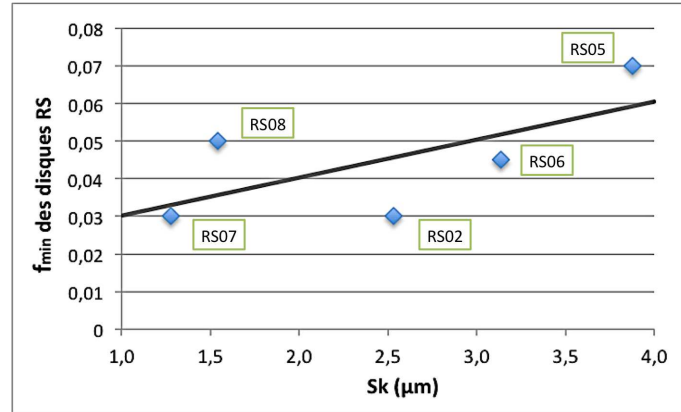


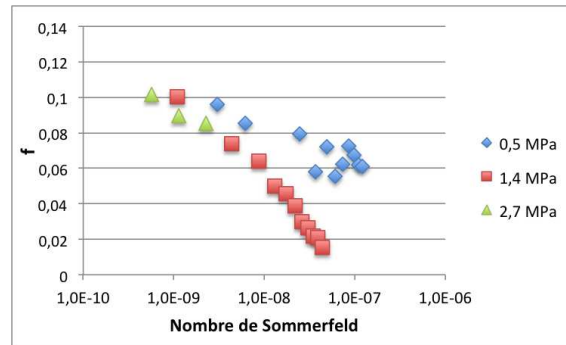
FIGURE V.3 – Coefficient de frottement minimum des courbes de Stribeck des disques revenant de service RS en fonction de la rugosité

De plus, les échantillons RS02, RS06 et RS08 montrent un comportement hydrodynamique pour la gamme haute des nombres de Sommerfeld. Il s'agit du régime de lubrification où seul le cisaillement du lubrifiant résiste au frottement, les deux premiers corps n'étant plus du tout en contact [Meurisse 1996, Montmitonnet 2000]. Ces échantillons ne semblent pas avoir de caractéristiques communes, tant topographiques que morphologiques.

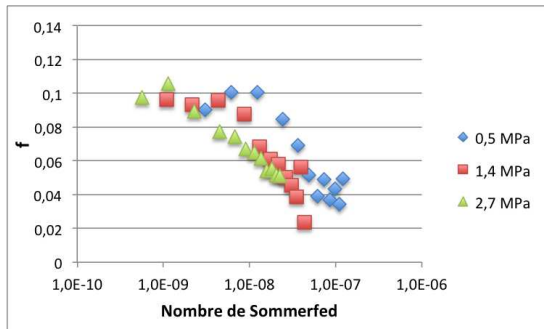
2.1.3. Disques polis

Les courbes de Stribeck des trois disques polis P01, P02 et P03 (Fig. V.4) présentent un régime onctueux, avec un coefficient de frottement de 0,12 identique aux autres familles d'échantillons. Pour cette famille d'échantillon, lorsque le nombre de Sommerfeld augmente, le coefficient de frottement chute. C'est l'apparition d'un régime de lubrification mixte [Montmitonnet 2001]. Toutefois, le régime hydrodynamique n'est pas présent pour cette famille d'échantillons dans les conditions tribologiques définies par la procédure MVC.

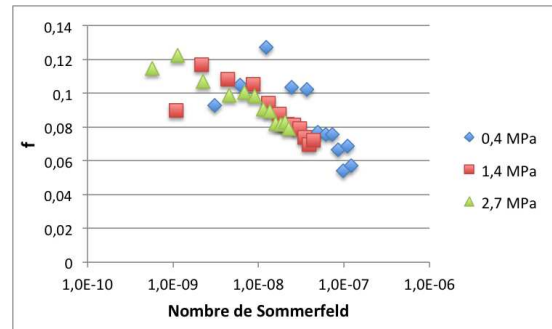
Malgré l'absence du régime de lubrification hydrodynamique, ce qui est aussi le cas pour certains échantillons revenant de service, les allures de courbes de Stribeck sont similaires à celles des disques revenant de service. Les coefficients de frottement minimums atteints par les disques polis sont compris entre 0,02 et 0,05. Il est possible de relier l'évolution de ces minima à l'état morphologique des disques (Fig V.5), de la même manière que pour les disques revenant de service (pour lesquels les états topographiques et morphologiques sont cohérents). L'état visuel qualitatif des disques polis (Section III.4.1.) est estimé au MEB : à partir de clichés de grossissement $\times 250$ qui permettent l'observation des porosités débouchantes, et de clichés à $\times 1000$ où la présence des feuillets de graphite est regardée.



P01



P02



P03

FIGURE V.4 – Courbes de Stribeck des disques polis P

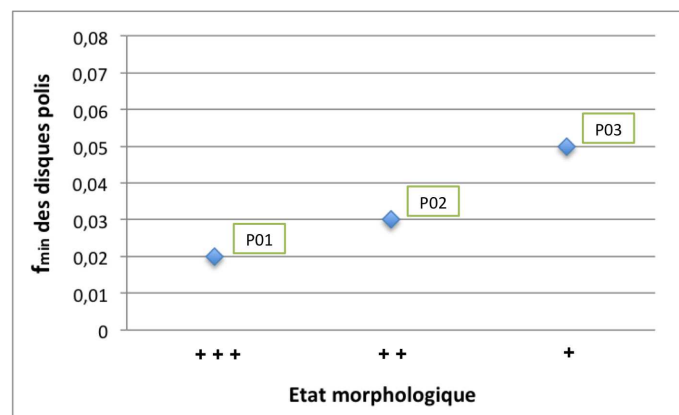


FIGURE V.5 – Coefficient de frottement minimum des courbes de Stribeck des disques polis P en fonction de leur état morphologique (+++ : état visuel homogène avec disparition de feuillets de graphite ; + : présence de feuillets de graphite et de nombreuses porosités débouchantes)

2.1.4. Synthèse des courbes de Stribeck des trois familles d'échantillons

Grâce à l'étude des différentes allures des courbes de Stribeck générées par les 3 états de surface de référence, le régime onctueux est caractérisé par la même valeur de coefficient de frottement de 0,12, quel que soit l'état de surface considéré. La famille des échantillons neufs est nettement à part, uniquement composée de ce régime de lubrification. Les disques polis et ceux revenant de service comportent en revanche des similitudes. Leurs courbes de Stribeck présentent un régime mixte caractérisé par deux paramètres : leur coefficient directeur et leur minimum.

Le coefficient directeur de ce régime est calculé sur la zone linéaire du régime mixte comme illustré sur la Figure V.6 ; il présente une relation avec la rugosité (Fig. V.7). En effet, le régime mixte est caractérisé par une pente dont la valeur absolue diminue à mesure que la rugosité de l'échantillon augmente. Autrement dit, plus la rugosité est faible, plus le coefficient de frottement chute rapidement. Cette tendance est en cohérence avec les courbes de Stribeck des échantillons neufs de rugosité $S_k = 13 \mu\text{m}$ où le régime mixte est inexistant, c'est-à-dire de coefficient directeur nul.

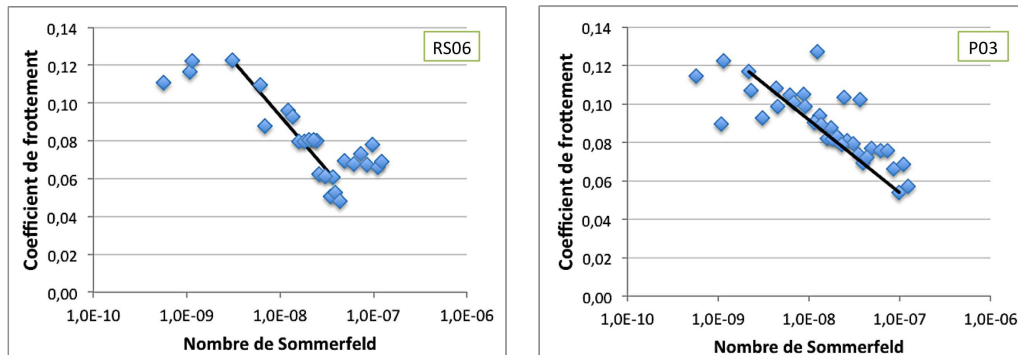


FIGURE V.6 – Exemples d'extraction de la pente du régime mixte

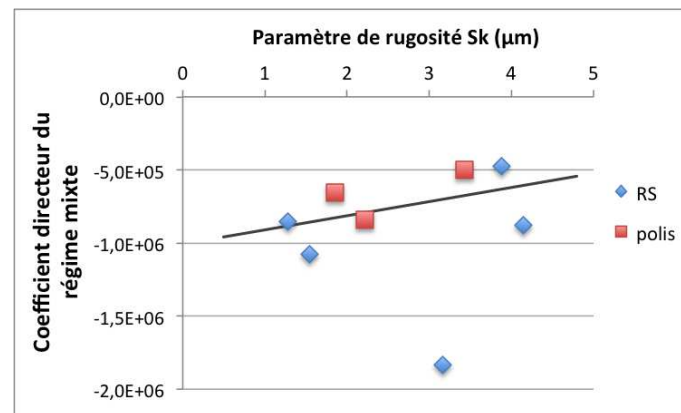


FIGURE V.7 – Évolution de la pente du régime mixte des échantillons polis et revenant de service en fonction de la rugosité

Le coefficient de frottement minimum du régime mixte est directement lié à l'état morphologique des échantillons (Fig. V.3 et V.5). Autrement dit, moins l'état de surface présente d'aspérités (porosités débouchantes et fibres arrachées notamment) et moins les feuillets de graphite sont visibles, plus le coefficient de frottement chute jusqu'à atteindre un niveau de 0,02. Ce minimum de coefficient de frottement fait la transition entre le régime mixte et le régime hydrodynamique quand ce dernier existe [Fernandes 2015]. L'apparition de ce régime de lubrification semble plutôt l'apanage des échantillons revenant de service, avec une morphologie lisse mais sans niveau de rugosité caractéristique, d'après les données de cette étude.

2.2. Caractérisation de l'état glacé

L'étude des trois familles d'état de surface de référence a mis en évidence des moyens complémentaires de distinction entre les différentes éprouvettes :

- la rugosité, résumée par le paramètre S_k : celui-ci est de l'ordre de $13\text{ }\mu\text{m}$ pour les surfaces vierges alors que pour les disques revenant de service et ceux polis les S_k sont compris entre 1 et $4\text{ }\mu\text{m}$;
- les morphologies : deux grossissements sont considérés ($\times 250$ et $\times 1000$) afin de prendre en compte l'homogénéité des surfaces et la visibilité (ou non) des feuillets de graphite. Cette dernière caractéristique permet de différencier les disques polis des disques revenant de service ;
- les allures de courbes de Stribeck : jusqu'à trois régimes de lubrification peuvent être distingués. Les états de surface neufs ne connaissent qu'un frottement onctueux alors que les deux autres familles d'échantillons de référence présentent également un régime mixte, et parfois un régime hydrodynamique pour les disques revenants de service.

Néanmoins, outre la caractérisation des états de surface de référence, cette étude MVC ne permet pas de comprendre les conditions morphologiques et topographiques responsables de la perte de performance d'un disque de freinage.

Industriellement, une perte de performance est définie lorsqu'il existe une configuration tribologique lors de laquelle le coefficient de frottement d'un disque est inférieur à $0,03$. Le disque de frein n'est alors plus efficace pour remplir son rôle. Cette configuration est à éviter. Il serait important de savoir reconnaître, sans passer par un test de frottement, un disque susceptible de présenter ce type de perte de performance. Les disques présentant un tel comportement sont les disques RS02, RS07, P01 et P02. Or, ces disques ne possèdent pas de caractéristiques communes. Leur état de surface a une rugosité faible, avec un S_k inférieur à $3,5\text{ }\mu\text{m}$, ce qui est le cas pour la plupart des disques polis et revenant de service. Morphologiquement, la surface paraît lisse, sans trop de fibres arrachées et d'aspérités mais à nouveau ce ne sont pas les seuls échantillons à présenter ce visuel.

2.2.1. Proposition d'une procédure de mise en évidence de l'état glacé

Un objectif intéressant est la combinaison optimale des conditions tribologiques (pression, vitesse, distance) responsable de la création d'un état de surface particulier, nommé « glacé ». Il s'agit d'une perte de rugosité et d'une morphologie MEB lisse et sans feuillet de graphite apparent.

Ainsi, deux critères doivent être réunis afin de classer un échantillon tribologique dans le groupe des « glacés » (Fig. V.8) :

- la rugosité doit être faible : le paramètre S_k doit être inférieur à $3\text{ }\mu\text{m}$;
- la morphologie MEB typique suivante doit être observée : la surface est homogènement lisse au grossissement $\times 250$ et les feuillets de graphite ne sont plus visibles au grossissement $\times 1000$.

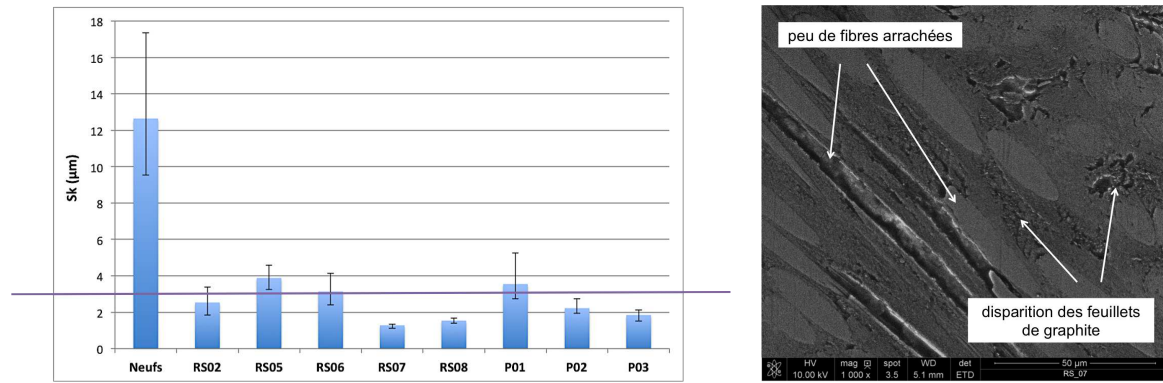


FIGURE V.8 – Caractéristiques topographiques (S_k) et morphologiques typiques des échantillons glacés

2.2.2. Conclusion sur les échantillons de référence

Cette méthodologie peut maintenant être appliquée à tous les disques dits de référence et notamment sur les disques revenant de service. La classification obtenue est donnée dans le Tableau V.2.

Le plus important est que les 2 critères doivent être simultanément remplis (Fig. V.8). Parmi les disques revenants de service, seul l'échantillon RS05 ne remplit pas ces conditions et n'est pas « glacé ». De plus, les disques polis en laboratoire ne remplissent pas non plus toutes les conditions. Enfin, les échantillons neufs, ne peuvent par définition pas avoir les caractéristiques du groupe des disques « glacés ».

Échantillons	Caractérisation initiale		Bilan
Référence	Rugosité	MEB	Glaçage
RS02	ok	ok	oui
RS05	non	non	non
RS06	ok	ok	oui
RS07	ok	ok	oui
RS08	ok	ok	oui
P01	non	ok	non
P02	ok	non	non
P03	ok	non	non
N09	non	non	non
N10	non	non	non
N11	non	non	non

TABLEAU V.2 – Caractéristiques des états de surface de référence et conclusion sur leur état de glaçage d'après les critères définis dans la Section V.2.2.1.

3. Caractéristiques des essais lubrifiés longue distance

Les essais tribologiques de longue distance en environnement lubrifié sont un moyen de simuler la vie des disques C/C 2,5D du système industriel mais aussi de comprendre les modifications d'états de surface provoquées par les conditions tribologiques appliquées. En effet, la présence du lubrifiant et la modification de l'état de surface d'un disque en composite Carbone/Carbone 2,5D provoquent chacun des modifications du coefficient de frottement, mis en évidence par les essais MVC et les courbes de Stribeck (images du comportement tribologique instantané). Ces essais longs en environnement lubrifié ont leurs caractéristiques propres que l'on se propose de décrire dans cette partie. Ainsi, les comportements tribologiques caractéristiques tels que les évolutions du coefficient de frottement et de la température, dans le cas particulier de l'environnement lubrifié, sont étudiés.

Les conditions tribologiques des deux éprouvettes soumises à des essais longs, N11 et N13 initialement neuves, sont 60 tr/min et 3 MPa, pour respectivement la vitesse et la pression normale apparente. La première éprouvette a connu une série d'essais interrompus correspondant à une distance de 2,6 km à la suite de laquelle un frottement continu de 3,7 km est appliqué sur cet échantillon. La seconde éprouvette a connu trois essais successifs, de 12 km de moyenne, pour une distance totale parcourue de 35,53 km. Les résultats recherchés lors de cette étude concernent premièrement l'évolution du coefficient de frottement avec la distance de frottement, puis l'évolution de la température avec la distance et enfin la relation entre le coefficient de frottement et la température. Pour cela, la pompe de recirculation du lubrifiant n'est pas employée afin de connaître le comportement spontané des différents paramètres.

3.1. Évolution du coefficient de frottement et de la température au cours des essais longs

3.1.1. Évolution du coefficient de frottement

Lors d'essais réalisés sur une longue distance, le coefficient de frottement des disques C/C 2,5D n'est pas constant (Fig. V.9). Dans ces essais à 60 tr/min et à une pression apparente de 3 MPa, l'éprouvette neuve N13 connaît un frottement dont le coefficient en début d'essai est de 0,12, autrement dit, c'est le coefficient de frottement caractéristique d'un état de surface vierge (Fig. V.1). Puis le coefficient de frottement baisse progressivement, jusqu'à atteindre 0,065 en 12 km lors de la première étape de frottement (N13-1). L'essai a été reconduit 2 fois (N13-2 et N13-3), dans les mêmes conditions, et l'évolution du coefficient de frottement est similaire. A chaque redémarrage, le frottement se fait avec un coefficient de 0,12 puis il baisse jusqu'à connaître des valeurs de 0,080 et 0,092.

Ainsi, le redémarrage systématique à un coefficient de frottement de 0,12, malgré des niveaux de 0,07 à 0,08 atteints à la fin des essais antérieurs, prouve que les valeurs de coefficient de frottement basses ne sont pas nécessairement définitives.

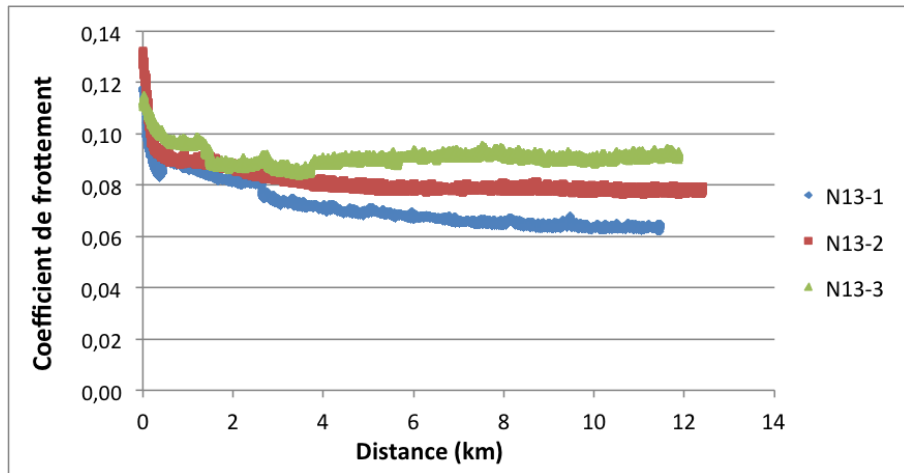


FIGURE V.9 – Coefficient de frottement durant les essais longs de l'échantillon N13

3.1.2. Évolution de la température

La température au cours de l'essai N13-1 est reportée sur la Figure V.10. Elle augmente durant l'essai jusqu'à atteindre 160°C. Cette augmentation de température est liée certainement au frottement mécanique des deux premiers corps et aux forces de résistance au déplacement des deux pièces l'une par rapport à l'autre. Ces forces génèrent une énergie, dissipée thermiquement [Joule 1845, Lallemand 2015]. Les contre-pièces chauffent et la température du bain de lubrifiant augmente par conduction.

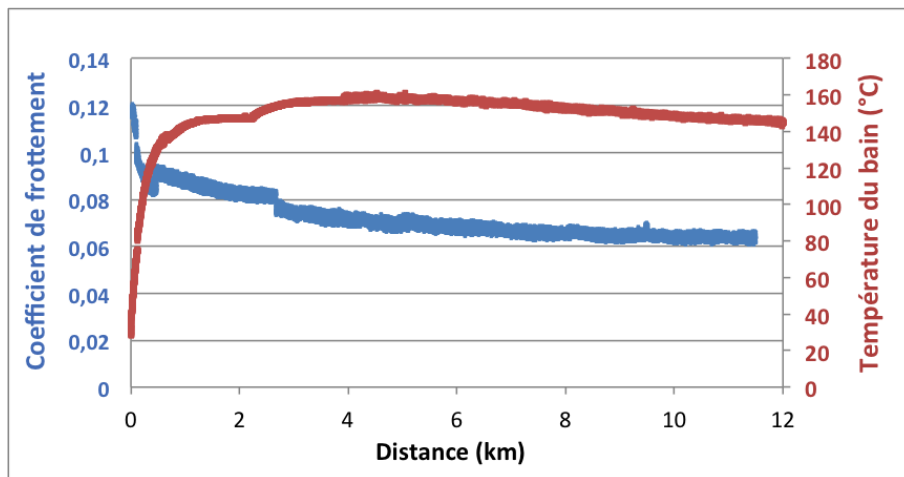


FIGURE V.10 – Évolution du coefficient de frottement et de la température de l'essai N13-1

Un essai longue distance est réalisé avec l'échantillon N11 (Fig. V.11) dans les mêmes conditions tribologiques que l'éprouvette N13 (60 tr/min et 3 MPa). Il s'agit d'un essai interrompu afin de connaître le comportement tribologique des disques C/C 2,5D lors d'un début d'essai à une température supérieure à 100°C. Le coefficient de frottement connaît la même évolution, d'une valeur de 0,12 en début d'essai, il chute progressivement à mesure que la température du bain de lubrifiant augmente. Puis, l'essai a été mis en pause (après 818 m de frottement). La température du bain est alors de 115,7°C et le coefficient de frottement est 0,096.

Lors de cette pause, la température du bain perd 6,4°C. La température de redémarrage est de 109,3°C. Lors de cette deuxième phase d'essai, le coefficient de frottement garde le même ordre de grandeur, alors que lors des essais interrompus de l'éprouvette neuve N13, il revenait à 0,12. La température est ici un facteur qui modifie le coefficient de frottement. Cet essai montre que la température du bain a une influence directe sur le coefficient de frottement du composite C/C 2,5D contre la contre-pièce en acier. Des hypothèses de l'effet de la température sur le frottement seront discutées dans les Sections 3.3. et 3.2.

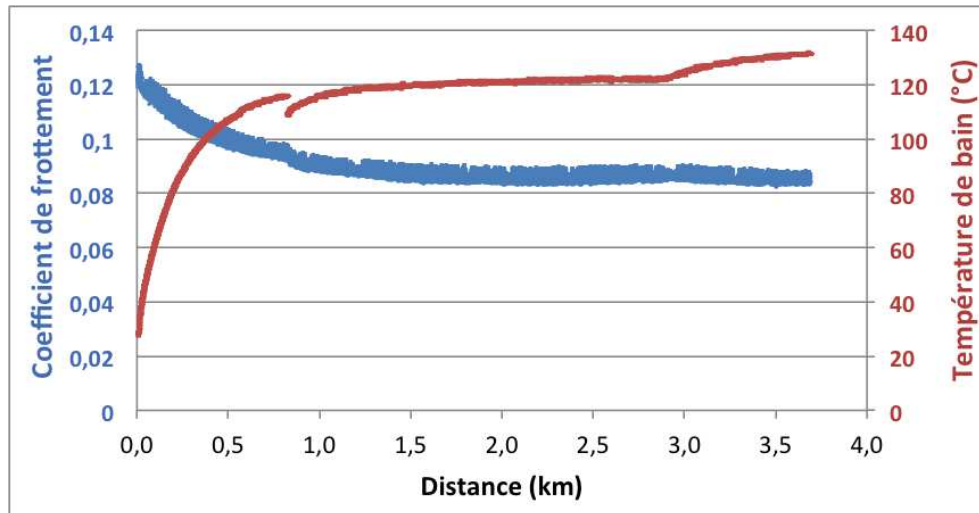


FIGURE V.11 – Évolution du coefficient de frottement et de la température en fonction de la distance pour l'essai long de l'éprouvette N11

De plus, le coefficient de frottement et la température du bain de lubrifiant semblent connaître des évolutions antagonistes lors des essais tribologiques réalisés sur les éprouvettes neuves N11 et N13. Une baisse du coefficient de frottement s'accompagne d'une augmentation de la température et inversement [Yang 2016]. Une première analyse de cette corrélation est effectuée à la sous-section suivante.

3.2. Paramètres influencés par la température

Plusieurs hypothèses sont étudiées afin de comprendre la corrélation antagoniste de la température et du coefficient de frottement.

3.2.1. Évolution de la viscosité : La viscosité du lubrifiant T160 baisse lorsque la température augmente (Section III.1.2. Page 71). Le cisaillement du lubrifiant à l'interface des deux premiers corps est alors plus facile et nécessite moins d'énergie et d'efforts. Cependant, l'évolution de la viscosité avec la température n'est pas linéaire mais suit une loi d'Arrhénius [Sathivel 2008, Hirma 2008, Yadav 2014]. Elle peut être simplifiée dans le cas du lubrifiant T160 par les relations :

$$\begin{aligned}
 f &= \alpha \times T + \beta \\
 \text{or } \eta &= \frac{a}{T} + b \rightarrow T = \frac{a}{\eta - b} \\
 f &= \alpha \times \frac{a}{\eta - b} + \beta = \frac{\gamma}{\eta - b} + \beta
 \end{aligned} \tag{V.1}$$

avec f le coefficient de frottement, T la température en °C, η la viscosité dynamique en Pa.s et avec des coefficients de transformation α et γ négatifs et β , a et b positifs.

Cette équation montre que le coefficient de frottement f est impacté par la baisse de la viscosité du lubrifiant, par l'intermédiaire de l'évolution de la température T . C'est une première explication du phénomène observé sur la Figure V.11. La seconde est exposée dans la sous-section suivante.

3.2.2. Évolution du comportement tribologique des composites C/C 2,5D :

Le comportement tribologique intrinsèque du composite semble lié à sa température. Le redémarrage de l'essai long à 109,3°C se fait à un coefficient de frottement de 0,096 (Fig. V.11), contrairement à tous les autres redémarrages d'essais, réalisés à température ambiante.

De plus, à sec, c'est un comportement commun au composite C/C 2,5D. Dans le Chapitre IV qui traite du comportement tribologique à sec de ce matériau, les Figures IV.17 et IV.21 illustrent la baisse du coefficient de frottement lors de l'augmentation de la température du système. C'est aussi un constat fait lors d'études portant sur les modifications du comportement tribologique entre 20 et 250°C où le coefficient de frottement connaît une chute dans les conditions tribologiques ne mettant pas en jeu des échanges gazeux, exclus ici de par la présence du lubrifiant [Byrne 2001, Gouider 2004b, Kasem 2008].

3.2.3. Modification des caractéristiques thermiques du Carbone/Carbone :

L'augmentation de la température du système provoque une évolution des caractéristiques thermiques du composite C/C 2,5D (Tab. V.3). La capacité calorifique massique C_p est de 750 J.kg⁻¹.K⁻¹ à 20°C alors qu'elle est trois fois plus importante à 1000°C [Gouider 2004a]. Ainsi, plus la température augmente, plus l'énergie nécessaire à la poursuite de l'augmentation est importante. Cela conduit à un ralentissement de la vitesse d'augmentation de la température du disque en carbone et du système dans sa globalité. La conductivité thermique, quand à elle, est de 12 à 18 W. m⁻¹. K⁻¹ et ne permet pas une grande diffusion de l'énergie dans l'épaisseur du composite.

3.2.4. Évolution de l'état de surface : La surface du composite est affectée par les efforts de frottement. L'usure des éprouvettes en carbone s'accompagne d'une évolution de l'état de surface quantifiée par la rugosité, la morphologie MEB et par la courbe de Stribeck. Cependant, cette évolution n'est pas suffisante pour que la valeur de coefficient de frottement soit définitive et que l'essai redémarre à un coefficient de frottement différent

Capacité calorifique	à 20°C	750 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
	à 1000°C	2100 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Conductivité thermique	12 à 18 m ⁻¹ .K ⁻¹	

TABEAU V.3 – Propriétés thermiques des composites Carbone/Carbone 2,5D [Joyeux 1999, Gouider 2004a]

de 0,12. Néanmoins, la surface des éprouvettes carbonées évoluent nécessairement durant l'essai. La rugosité des échantillons N11 et N13 après les essais longs est donnée dans la Figure V.12. Pour des conditions tribologiques similaires, la distance de frottement provoque une baisse de la valeur du paramètre de rugosité S_k .

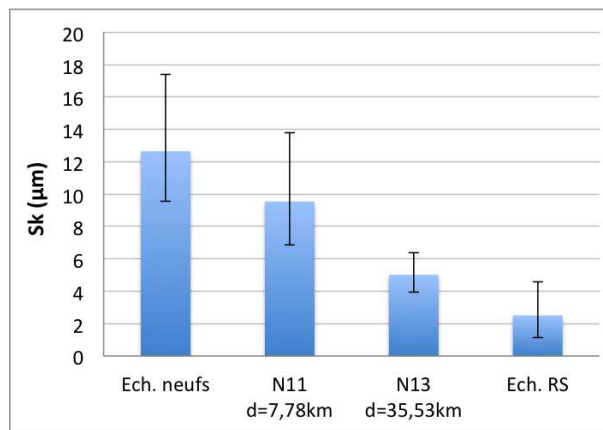


FIGURE V.12 – Évolution de la rugosité des éprouvettes N11 et N13

L'augmentation de la température a donc un impact sur différents acteurs du mécanisme tribologique de cette étude. Cependant, la température n'augmente pas indéfiniment durant les essais tribologiques sur longue distance. Elle connaît un palier voire même une diminution. En parallèle, le coefficient de frottement diminue jusqu'à atteindre une valeur seuil lui aussi. L'évolution opposée de la température et du coefficient de frottement peut être expliquée par l'influence de la température et de ses effets. Un coefficient de frottement plus faible dégage moins d'énergie et provoque une augmentation moindre de la température. D'où l'idée d'une influence réciproque du coefficient de frottement et de la température qui sera discutée dans la section suivante.

3.3. Relation entre le coefficient de frottement et la température

Durant ces essais longs, les deux éprouvettes neuves N11 et N13 semblent connaître des évolutions corrélées du coefficient de frottement et de la température. Le frottement présenté sur la Figure V.13 est composé d'essais successifs sur l'échantillon N11 de 350 m environ à 60 tr/min et 3 MPa. Chaque phase de l'essai démarre à la température ambiante et à un coefficient de frottement de 0,12. Avec la distance, le coefficient de frottement diminue jusqu'à 0,10 alors que la température augmente jusqu'à environ 100°C. Cet essai confirme la corrélation entre la température et le coefficient de frottement.

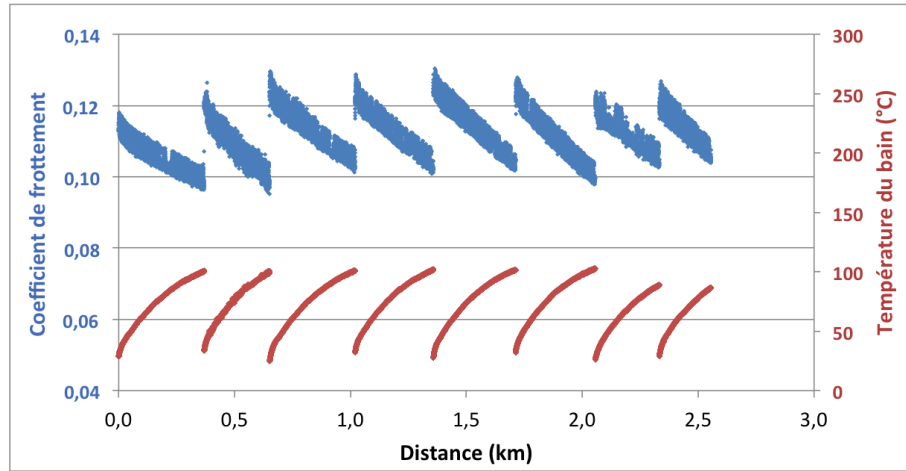


FIGURE V.13 – Coefficient de frottement et température en fonction de la distance au cours des essais interrompus sur N11

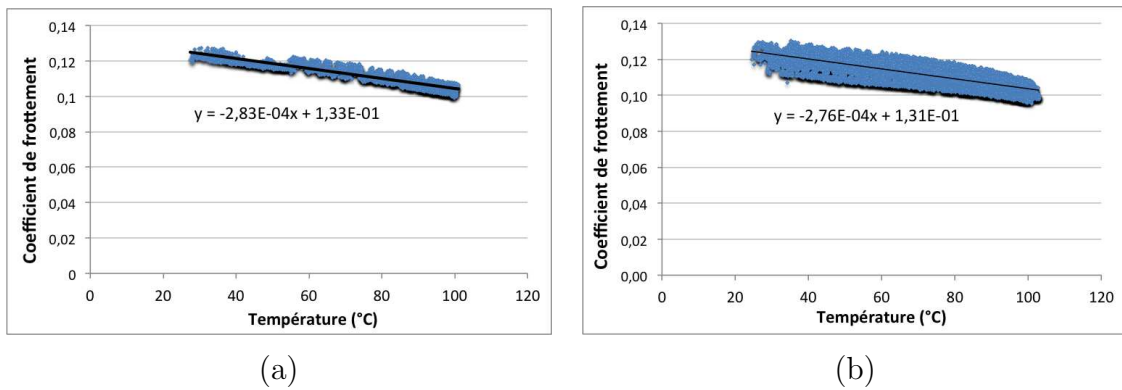


FIGURE V.14 – Étude de la relation entre le coefficient de frottement et la température (a) Essai long correspondant à la Figure V.11 et (b) Essais successifs de la Figure V.13

En traçant différemment les Figures V.11 et V.13 sur la Figure V.14, la diminution du coefficient de frottement en fonction de la température est observable [Kasem 2010]. De plus, il apparaît une relation linéaire entre la température et le coefficient de frottement, pour ces conditions tribologiques spécifiques ($P = 3 \text{ MPa}$ et $v = 60 \text{ tr/min}$). Une équation, valable pour la température T exprimée en $^{\circ}\text{C}$ et comprise entre 20 et 100°C , peut être exprimée ainsi :

$$f = A \times T + B \quad (\text{V.2})$$

avec $A = -2,80.10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ et $B = 1,32.10^{-1}$

Le traitement de la température n'est pas évident dans une étude tribologique. Les relations entre non seulement la température et le coefficient de frottement mais aussi avec les différentes composantes présentent dans le contact tribologique (premiers corps, lubrifiant et débris de troisième corps) ne permettent pas de définir un scénario unique des causalités. Avant de discuter de l'influence réciproque de la température et du coefficient de frottement, la section suivante aborde l'effet de la température sur différentes particularités du système tribologique de cette étude.

3.4. Influence réciproque du coefficient de frottement et de la température

Ces premiers essais longs en environnement lubrifié ont permis de mettre en évidence l'évolution du coefficient de frottement avec la distance parcourue. La température qui s'élève à cause de l'énergie dégagée par le frottement est probablement une cause de cette évolution. En effet, le coefficient de frottement retrouve la valeur de 0,12 après refroidissement du système. Différentes hypothèses ont été présentées. Bien que le phénomène énergétique ne soit pas complètement compris pour l'instant, la relation entre ce coefficient et la température des éprouvettes N11 et N13 est linéaire.

Le graphique de la Figure V.15 présente une synthèse des explications notables de la stabilisation de la température et du coefficient de frottement, après une très longue distance de frottement. En effet, après 12 km de frottement, le frottement de l'échantillon N13 (Fig. V.9) n'évolue plus.

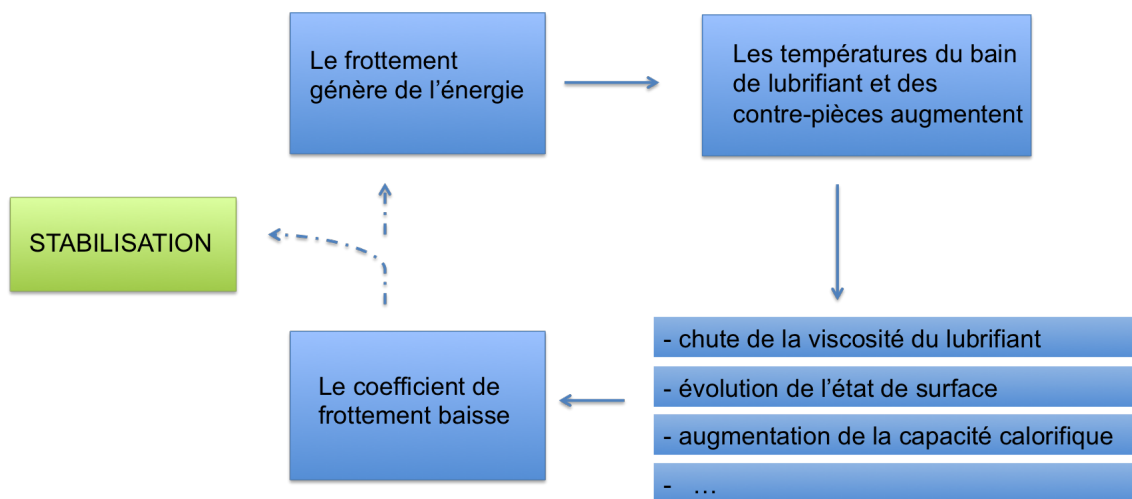


FIGURE V.15 – Relations et influences entre le coefficient de frottement et la température

Les efforts de frottement dégageant de l'énergie, la température du système (lubrifiant, des disques en composite C/C 2,5D et de la contre-pièce en acier) augmente. Ils réagissent chacun à leur manière. Premièrement, le lubrifiant voit sa viscosité diminuer, ce qui limite sa résistance au frottement et cela tend à diminuer le coefficient de frottement. D'autre part, les caractéristiques thermiques et tribologiques du matériau composite C/C 2,5D évoluent. Cela conduit à la diminution du coefficient de frottement, c'est-à-dire une diminution des efforts transverses résistants au mouvement relatif des premiers corps. Le frottement génère alors moins d'énergie et une stabilisation du coefficient de frottement et de la température est observée.

4. Essais longs permettant une modification d'états de surface

Cette partie porte sur les essais longs destinés à étudier l'influence des paramètres tribologiques (pression normale appliquée, vitesse de frottement et distance) sur l'état de surface final d'éprouvettes en C/C 2,5D. Notamment, les conditions de création de l'état de surface « glacé » sont étudiées.

Les essais du plan d'expérience sont au nombre de quinze. Les résultats de coefficients de frottement, de températures et d'usures sont relevés et étudiés dans un premier temps. Ces observations permettent d'approfondir l'évolution du coefficient de frottement durant les essais tribologiques en environnement lubrifié.

Dans un second temps, les états de surface générés par ces essais tribologiques sont étudiés afin de détecter les surfaces qui ont effectivement été glacées par les essais tribologiques.

Les conditions tribologiques mises en œuvre dans cette campagne d'essais sont choisies pour couvrir les conditions de fonctionnement du bloc de sécurité industriel.

La pompe de recirculation du lubrifiant T160 est utilisée afin de contenir l'augmentation de la température de l'ensemble du système.

4.1. Présentation des essais réalisés

Cette campagne d'essais en environnement lubrifié a pour objectif l'étude de la modification d'états de surface dans des conditions définies. Les quinze essais présents dans ce plan d'expérience sont réalisés sur des disques neufs (dont les caractéristiques d'état de

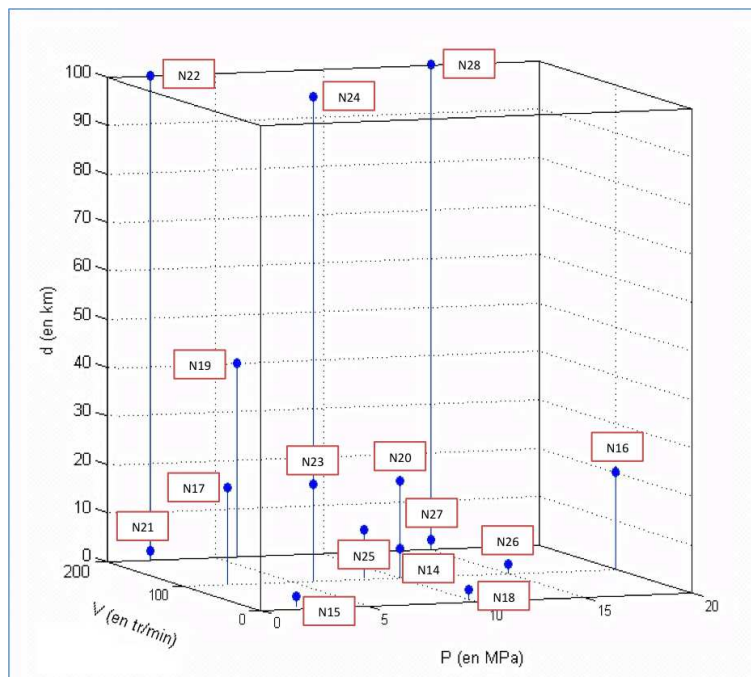


FIGURE V.16 – Répartition des essais en environnement lubrifié selon le plan d'expérience

surface ont été données dans la Section III.4.) sont détaillés dans le Tableau V.1 et sont positionnés dans la Figure V.16.

Les différents niveaux des paramètres tribologiques étudiés sont résumés dans le Tableau V.4. En fonction de la pression normale apparente, les contre-pièces CP1, CP2 et CP3 sont utilisées (Tab. III.2). Les vitesses de frottement explorées sont comprises entre 10 et 200 tr/min, soit respectivement $3,14 \cdot 10^{-2}$ et $6,25^{-1}$ m/s.

Pression normale appliquée	2 - 6 - 8,5 - 10 - 15 MPa
Vitesse de rotation	10 - 100 - 105 - 200 tr/min
Distance de frottement	2 - 6 - 20 - 40 - 100 km

TABLEAU V.4 – Valeurs des paramètres tribologiques du plan d'expérience

4.2. Évolution du coefficient de frottement et de la température

Les résultats de coefficient de frottement et de température sont présentés ici. L'influence des paramètres tribologiques (pression normale apparente, vitesse de frottement et distance) et de leurs combinaisons telles que la puissance spécifique, l'énergie spécifique ou le nombre de Sommerfeld sur ces deux résultats est étudiée d'un point de vue phénoménologique. Une analyse plus statistique des résultats est réalisée dans l'Annexe G.

4.2.1. Évolution du coefficient de frottement

Le coefficient de frottement est une valeur qui diminue avec la distance de frottement durant les essais tribologiques, à sec (Section IV.3. et Fig. IV.17 par exemple) et en environnement lubrifié (Fig. V.9 et V.11). Les valeurs moyennes des essais du plan d'expérience peuvent être utilisées. Elles s'élèvent de 0,11 à 0,065 (Fig. V.17). Le coefficient de frottement moyen est retenu pour l'étude car son évolution est similaire à celle du coefficient de frottement final et porte la même information tout en présentant moins de dispersion.

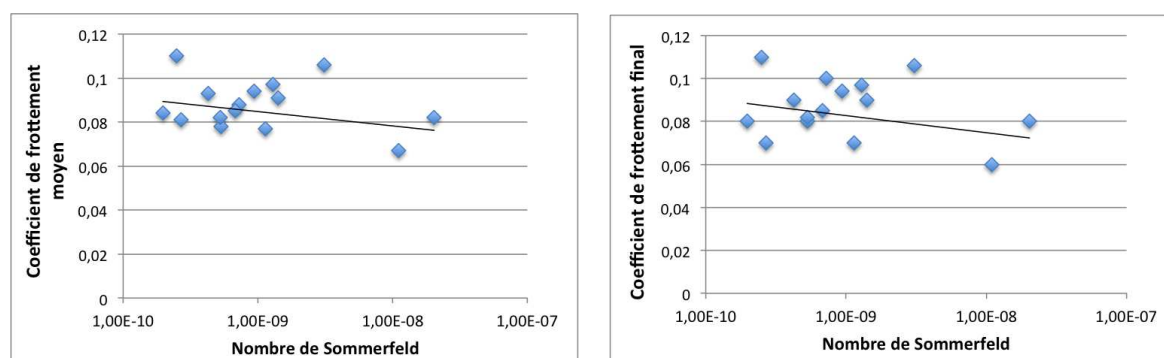


FIGURE V.17 – Coefficient de frottement des différents essais en fonction du nombre de Sommerfeld - à gauche coefficient moyen, à droite coefficient final

Parmi les différents paramètres tribologiques, le coefficient de frottement apparaît corrélé linéairement avec le nombre de Sommerfeld (S est proportionnel à la viscosité initiale du lubrifiant et à la vitesse et inversement proportionnel à la pression normale appliquée). Cette observation permet de comprendre que le coefficient de frottement diminue lorsque la vitesse de frottement augmente et lorsque la pression normale appliquée faiblit. C'est aussi en cohérence avec l'allure des courbes de Stribeck des états de surface non neufs (Sections V.2.1.2. et V.2.1.3.), où le coefficient de frottement diminue quand le nombre de Sommerfeld augmente.

4.2.2. Évolution de la température du bain de lubrifiant

La température moyenne de chaque essai du plan d'expérience est calculée et est reportée dans la Figure V.18 où elle est tracée en fonction de la puissance spécifique dégagée lors des essais (a) mais aussi du produit Pression/vitesse/distance $P.v.d$ (b). En effet, parmi les paramètres tribologiques et leurs combinaison, il s'avère que la température moyenne est généralement corrélée à ces deux combinaisons de paramètres.

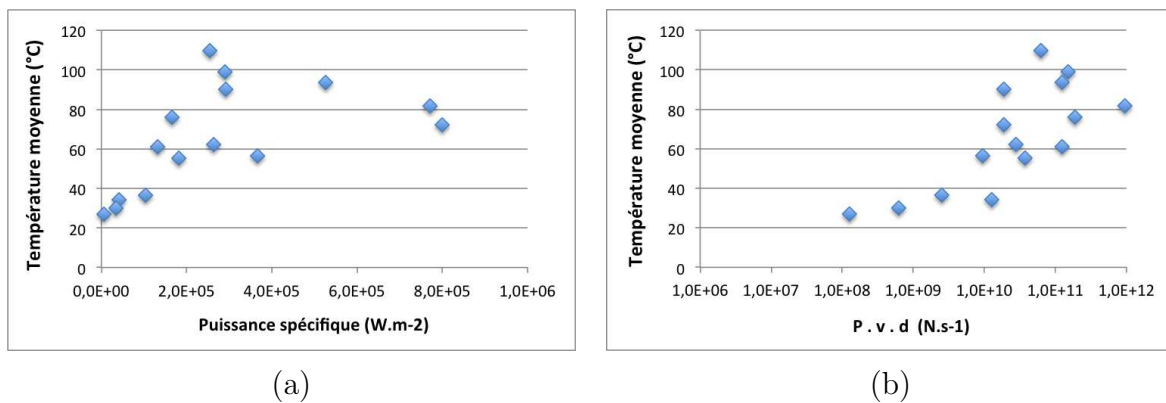


FIGURE V.18 – Température moyenne des essais du plan d'expérience en fonction de (a) la puissance spécifique et (b) du produit Pression/vitesse/distance

La température d'un essai augmente pour des puissances spécifiques comprises entre 5.10^3 et $3.10^5 W.m^{-2}$. Pour des puissances spécifiques supérieures, la température semble évoluer sur un palier compris entre 80 et 100°C.

Le produit $P.v.d$ en revanche connaît une stabilisation à 30°C jusqu'à $5.10^9 N.s^{-1}$ puis la température moyenne du bain de lubrifiant augmente jusqu'à une centaine de degrés Celsius. Ceci est en cohérence avec la première corrélation dans laquelle on retrouve le produit $P.v$. De plus, cette dernière corrélation a un côté intuitif où lorsque chaque paramètre tribologique augmente, la température s'élève.

4.2.3. Relation entre la température d'essai et le coefficient de frottement

La corrélation entre la puissance spécifique (i.e. produit du coefficient de frottement par $P.v$) et la température moyenne laisse supposer qu'il peut exister une relation directe entre le coefficient de frottement et la température du bain de lubrifiant. La Figure

V.19 représente le second résultat en fonction du premier. Il s'avère qu'il n'y a pas de relation probante entre le coefficient de frottement et la température du bain de lubrifiant. En effet, les différents essais matérialisés par des points sont rassemblés en un triangle compact sur le graphique. On en déduit que dans la corrélation température/puissance spécifique (Fig. V.18a), c'est le produit $P.v$ qui a une réelle influence sur l'augmentation de la température lors des essais tribologiques longs en environnement lubrifié sur des éprouvettes initialement neuves.

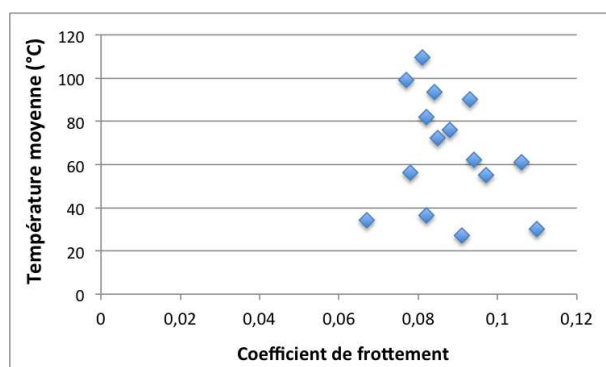


FIGURE V.19 – Température moyenne des essais du plan d'expérience en fonction du coefficient de frottement moyen

4.3. Usure des éprouvettes C/C 2,5D

Grâce aux relevés topographiques de surface permettant de mesurer la rugosité après essais tribologiques, l'usure sur la piste de frottement a aussi été calculée. Deux exemples de profils d'usure sont présentés dans la Figure V.21a et l'ensemble des profils sont donnés dans l'Annexe E. L'usure (en μm) est reportée dans la matrice d'essai dans la Figure V.20.

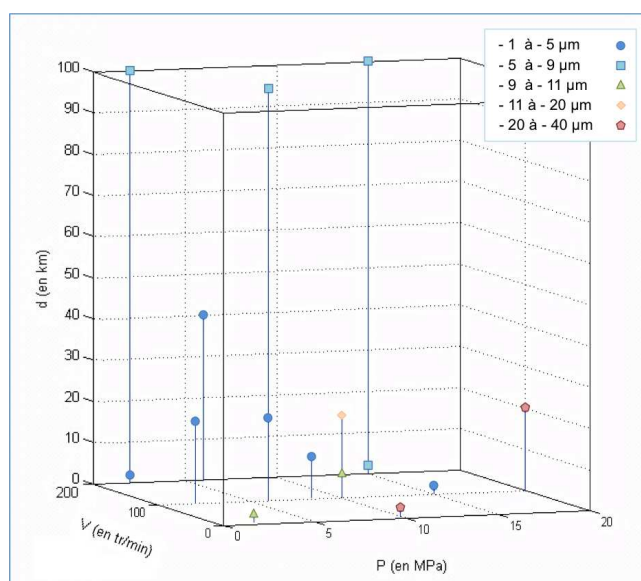


FIGURE V.20 – Usure des échantillons tribologiques du plan d'expérience

Cette matrice montre des usures de $-1,7 \mu\text{m}$ à $-38,5 \mu\text{m}$. Une tendance se dessine et montre que l'usure est plus conséquente lorsque la pression augmente et lorsque la vitesse reste faible. Dans cette étude, la distance ne semble pas avoir d'incidence. Ici, la distance n'a pas forcément besoin d'être élevée pour que l'usure le soit aussi (Fig. V.21b). Cela se traduit au niveau des corrélations entre l'usure et les paramètres tribologiques et leurs combinaisons par la Figure V.21 (c) et (d). La température moyenne et la puissance spécifique étant corrélées (Fig. V.18a), l'usure présente des évolutions similaires pour ces deux entrées. Ainsi, l'usure est linéairement liée à l'une et à l'autre. À un point expérimental près, l'usure résultant des essais tribologiques longs en environnement lubrifié est plus élevée dans le cas où la température et la puissance spécifique sont grandes.

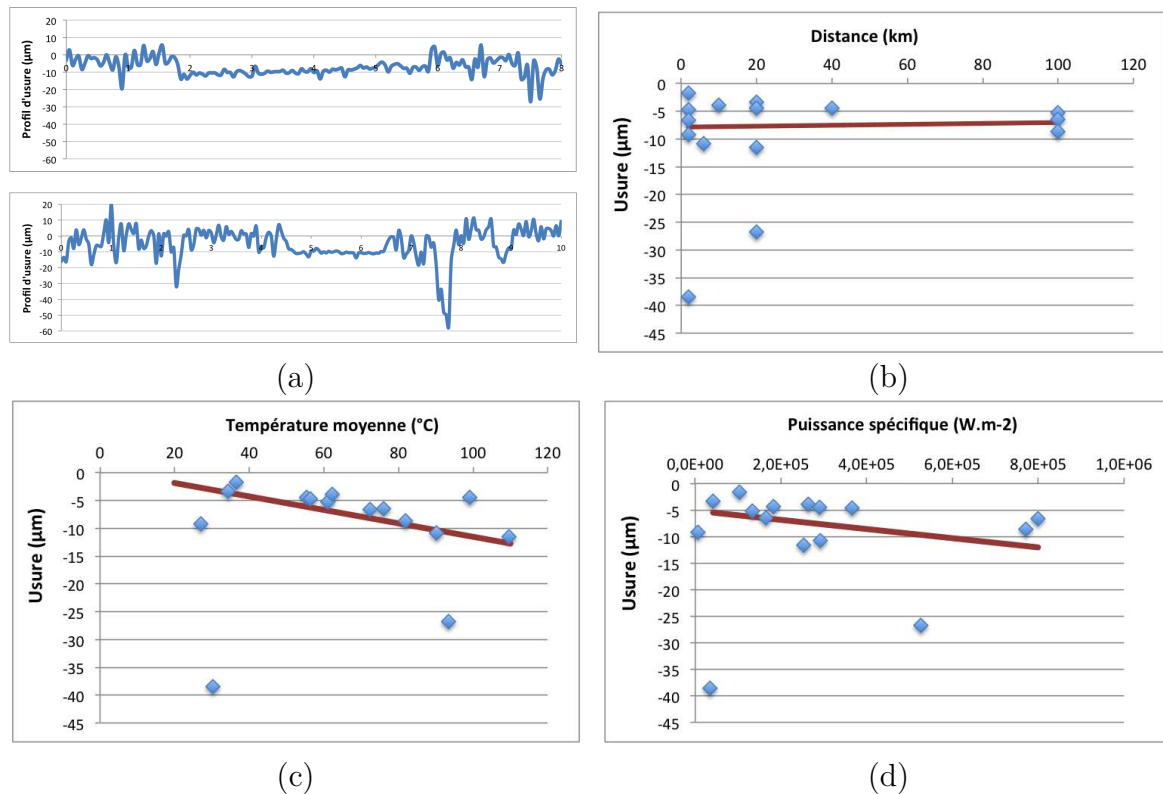


FIGURE V.21 – (a) Exemples de profil d'usure (N15 et N28) - Usure des essais du plan d'expérience en fonction de (b) la distance, (c) la température moyenne et (d) la puissance spécifique

4.4. Caractérisation des surfaces générées

La procédure de caractérisation d'état de surface a été appliquée sur les échantillons à la suite des essais tribologiques. Sont donc présentés ici les résultats de rugosité, de morphologies MEB et de courbes de Stribeck.

4.4.1. Rugosimétrie

Les différentes valeurs ont été replacées dans la matrice d'essais (Fig. V.22). Pour rappel (Section III.4.2.), la rugosité d'un disque vierge est en moyenne de $12,5 \mu\text{m}$. Après les

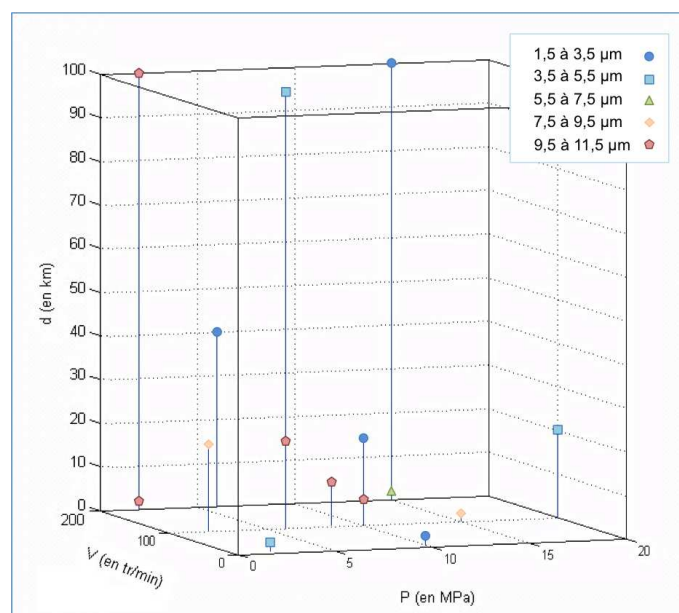


FIGURE V.22 – Rugosité des échantillons tribologiques replacée dans la matrice d'essais

essais tribologiques en environnement lubrifié, la perte de rugosité est générale. L'ensemble des valeurs est résumée dans l'Annexe D.

Les valeurs des échantillons tribologiques sont reportées sur la Figure V.23, en fonction de la pression normale apparente. Quel que soit le paramètre tribologique considéré, la rugosité de la piste de frottement est très variable. La seule corrélation constatée est celle présentée sur la Figure V.23. L'allure globale indique une diminution de la rugosité en fonction de la pression.

Cependant, les valeurs de S_k les plus faibles relevées sont inférieures ou égales à 3,5 μm et sont produites par des pressions médianes (6, 10 et 15 MPa). Ce sont 4 candidats au « glaçage ». Cela reste à confronter aux morphologies MEB de ces échantillons.

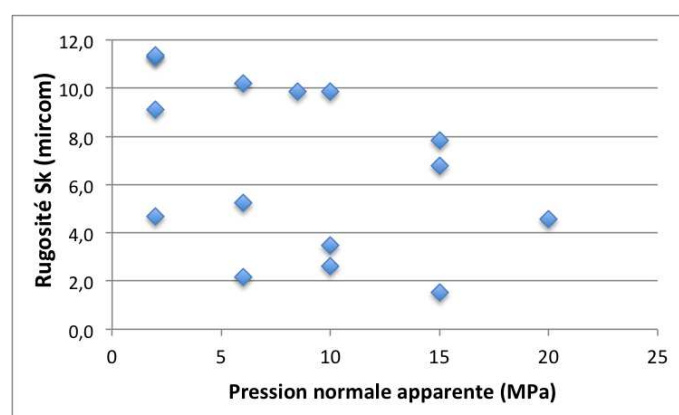


FIGURE V.23 – Rugosité moyenne des échantillons tribologiques en fonction de la pression normale appliquée

4.4.2. Morphologies MEB

Les morphologies MEB des 15 échantillons tribologiques ont été étudiés. Elles sont toutes reportées dans l'annexe D.

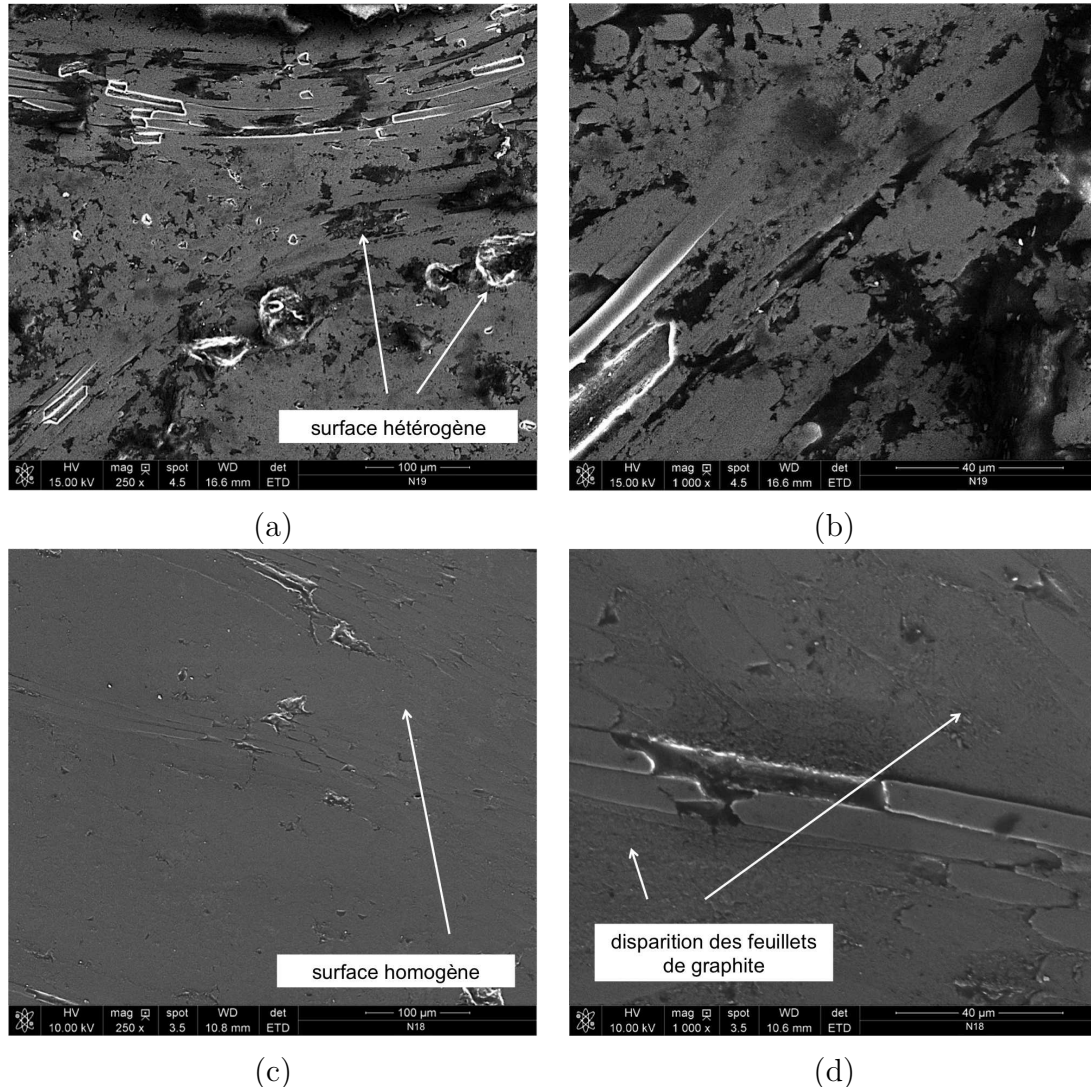


FIGURE V.24 – Morphologies MEB de l'échantillon N19 (a) grossissement $\times 250$ et (b) grossissement $\times 1000$ - de l'échantillon N18 (c) grossissement $\times 250$ et (d) grossissement $\times 1000$

Deux exemples de morphologies sont donnés : les échantillons N18 et N19. Les détails recherchés dans ces images sont premièrement l'homogénéité de la surface, grâce aux observations au grossissement $\times 250$ et deuxièmement la disparition ou non des feuillets de graphite grâce au grossissement $\times 1000$ (Section V.2.2.1.).

Pour prendre l'exemple de l'échantillon neuf N19 (Fig. V.24 (a) et (b)), la disparition des feuillets après l'essai tribologique est avérée dans la Figure V.24b. Par contre la surface est très hétérogène : une forte porosité débouchante est visible, ainsi que les fibres arrachées sur la Figure V.24a. L'état morphologique est alors insuffisant vis à vis des critères fixés et cet échantillon ne peut être considéré comme un potentiel disque glacé.

Au contraire, le disque N18 (Fig. V.24 (c) et (d)), qui a frotté 2 km à 10 tr/min et 10 MPa,

réunit les 2 conditions sur l'état morphologique glacé comme on peut l'observer à la Figure V.24 (c) et (d). Non seulement l'état morphologique est homogène, il y a peu de porosités débouchantes et de fibres arrachées visibles et la surface paraît globalement lisse (c). De plus, les feuillets de graphite visibles sur les disques neufs au grossissement $\times 1000$ ont disparu (d).

Éch.	N14	N15	N16	N17	N18	N19	N20	
Glaçage ?	presque	presque	presque	non	oui	non	presque	
Éch.	N21	N22	N23	N24	N25	N26	N27	N28
Glaçage ?	non	non	non	presque	non	non	non	presque

TABLEAU V.5 – Bilan des états morphologiques après les essais tribologiques longs en environnement lubrifié - Conclusion intermédiaire sur le glaçage

Les analyses des états de surface ont été faites sur les 15 échantillons tribologiques et, parmi ceux-ci, un seul réunit les conditions nécessaires sur l'état morphologique attendu, le N18 (Fig. V.24 (c) et (d)). Il s'agit de l'échantillon qui a subi un frottement lubrifié dans les conditions 10 MPa à 100 tr/min sur 2 km (Tab. V.5). Cependant, de nombreux échantillons présentent des caractéristiques très proches de celles définissant l'état de surface « glacé ». Ces résultats seront bien entendu à corrélérer avec les résultats de rugosimétrie avant de statuer sur un potentiel « glaçage » en Section V.4.5.

4.4.3. Courbes de Stribeck - Caractérisation tribologique

Des essais tribologiques courts viennent compléter la procédure de caractérisation (procédure déterminée à la Section V.2.2.). L'intégralité des courbes de Stribeck des échantillons N14 à N28 est donnée dans l'Annexe F.

a. Effet de la pression normale appliquée lors des MVC : La pression normale appliquée reste dans le même ordre de grandeur, quelle que soit la contre-pièce utilisée.

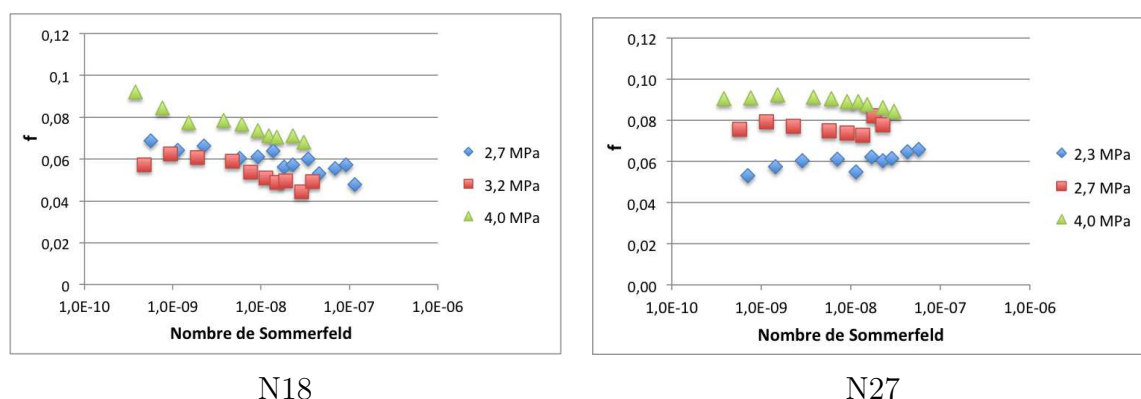


FIGURE V.25 – Courbes de Stribeck des essais MVC réalisés à la suite des essais longs des échantillons N18 et N27

Cependant, la sensibilité des capteurs oblige, lors de l'utilisation de la contre-pièce CP3 (2 mm de largeur de piste de frottement) à utiliser une pression normale comprise entre 2,7 et 4,0 MPa, un peu plus élevée que la gamme 0,5-2,7 MPa définie initialement.

Ce changement de pression n'est pas sans conséquence [Dudragne 2000]. L'étude des courbes de Stribeck obtenues prouve que l'augmentation de la pression normale appliquée élève le coefficient de frottement (Fig. V.25). La courbe de Stribeck à la pression apparente de 2,7 MPa, commune à toutes les contre-pièces utilisées, est choisie dans la suite de la caractérisation tribologique des états de surface générés, afin de ne pas biaiser les observations.

b. Caractéristiques du régime mixte : Les courbes de Stribeck issues des essais MVC entrepris après les essais tribologiques sont étudiées pour connaître les caractéristiques du régime de lubrification mixte (Annexe F). Les pentes des régimes mixtes sont extraites comme décrit dans la Section V.2.1.4. Ainsi, les coefficients directeurs des différents échantillons sont récupérés et sont tracés en fonction de la rugosité dans la Figure V.26a.

Une corrélation linéaire entre le coefficient directeur du régime mixte et la rugosité est globalement correcte. Une même allure entre coefficient directeur du régime mixte et rugosité a été mise en évidence pour les échantillons de référence (Fig. V.7 p.125).

Si l'on réunit ces résultats avec ceux des échantillons de référence dans la Figure V.26b, la corrélation apparaît robuste. Ainsi, indépendamment du groupe d'état de surface auquel appartient l'échantillon, son régime mixte apparaissant sur sa courbe de Stribeck donne un coefficient directeur qui évolue linéairement avec la rugosité S_k .

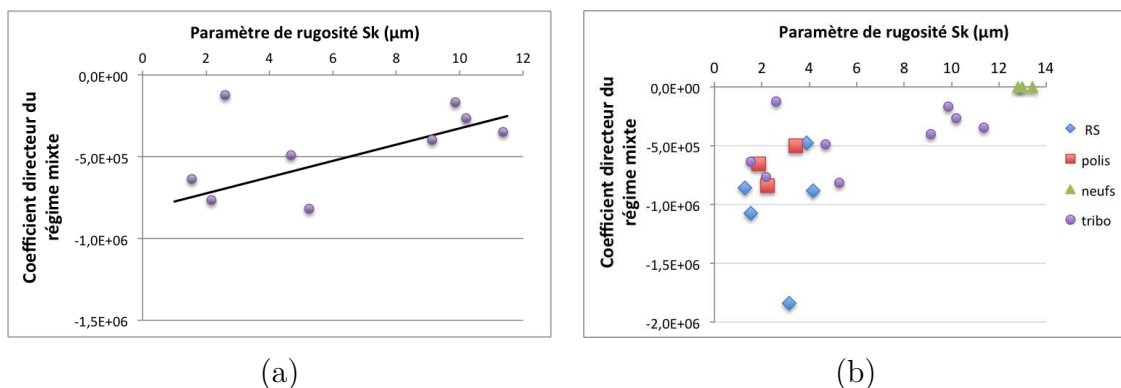


FIGURE V.26 – Évolution de la pente du régime mixte (a) des échantillons tribologiques en environnement lubrifiés - (b) des échantillons tribologiques en environnement lubrifiés (ici nommés « tribo ») et des échantillons de référence

c. Régime hydrodynamique : Le régime hydrodynamique n'est pas observé sur les courbes de Stribeck de tous les échantillons tribologiques (Annexe F). Ces échantillons ne semblent pas avoir de point commun notable ni entre-eux, ni avec les échantillons revenant de service étudié dans la Section 2.1.2.

4.5. Résultats de l'influence des paramètres tribologiques

Ce plan d'expérience a été développé afin d'étudier l'influence des paramètres tribologiques maîtrisables (pression normale appliquée, vitesse et distance de frottement) et de réduire le nombre d'essais tribologiques en environnement lubrifié sur longue distance.

Les quinze essais réalisés ont montré de fortes corrélations entre les résultats tribologiques et les paramètres tribologiques initiaux, seuls ou combinés. Le coefficient de frottement moyen est directement relié au nombre de Sommerfeld, c'est-à-dire au produit viscosité dynamique et vitesse et à l'inverse de la pression normale appliquée. La température du bain de lubrifiant est, quant à elle, corrélée à la fois avec le produit $P.v.d$ et également avec la puissance spécifique, ce qui revient au produit $f.P.v$. L'absence de corrélation entre la température du bain de lubrifiant et le coefficient de frottement montre que c'est le produit pression par la vitesse qui est important dans la puissance spécifique. Le produit $P.v$ étant commun à la puissance spécifique et au produit $P.v.d$, c'est son influence qui est prépondérante dans la corrélation avec la température du bain de lubrifiant. L'usure présente elle aussi une relation forte avec la puissance spécifique, probablement par l'intermédiaire de la température, avec laquelle elle présente une corrélation linéaire. En ce qui concerne les résultats relatifs aux états de surface créés lors des essais tribologiques de longue distance, la rugosité ne semble corrélée qu'avec la pression normale appliquée lors de l'essai. Cependant, cette corrélation est assez faible et ne peut pas être utilisée de façon prédictive. L'état morphologique des échantillons observé au MEB permet de les classer en trois catégories : surface ayant les caractéristiques du glaçage, surface ayant certaines caractéristiques du glaçage et les dernières sont celles très éloignées d'un état de surface glacé. Seul un échantillon présente l'intégralité des caractéristiques d'un état de surface glacé, et aucun paramètre ne se dégage pour expliquer que certains essais tribologique produisent des surfaces glacées ou des surfaces presque glacées. Enfin, les courbes de Stribeck des échantillons après essais tribologiques du plan d'expérience sont analysées via le coefficient directeur du régime mixte. Il a été mis en évidence que ce coefficient directeur est lié à la rugosité S_k de l'échantillon.

Il s'avère que, seules ou combinées avec d'autres paramètres tribologiques, la pression et la vitesse ont un effet prépondérant sur l'ensemble des résultats tribologiques. De plus, la distance semble avoir une influence mineure sur les différents résultats.

Enfin, les états de surface créés lors de ces essais tribologiques sur longue distance ont été analysés pour conclure sur l'apparition d'un glaçage. Le Tableau V.27 regroupe l'ensemble des essais de caractérisation d'état de surface réalisés après les essais tribologiques. Sur quatre échantillons ayant une rugosité inférieure à $3,5 \mu\text{m}$, seul un présente aussi les caractéristiques morphologiques attendues. Il s'agit de l'éprouvette N18.

	Échantillons	Essais longs	Caractérisations après essais				Bilan
	Référence		Rugosité	MEB	MVC	Usure	Glaçage
Revenants de service	RS02						oui
	RS05						non
	RS06						oui
	RS07						oui
	RS08						oui
Polis	P01						non
	P02						non
	P03						non
Neufs	N09						non
	N10						non
	N11	60 tr/min - 3 MPa - 7,78 km	★		★		non
	N12	60 tr/min - 3 MPa - 27,75 km					non
	N13	60 tr/min - 3 MPa - 35,53 km	★				non
	N14	100 tr/min - 10 MPa - 6 km	★	★	★	★	non
	N15	10 tr/min - 2 MPa - 2 km	★	★	★	★	non
	N16	100 tr/min - 20 MPa - 20 km	★	★	★	★	non
	N17	100 tr/min - 2 MPa - 20 km	★	★	★	★	non
	N18	10 tr/min - 10 MPa - 2 km	★	★	★	★	oui
	N19	200 tr/min - 6 MPa - 40 km	★	★	★	★	non
	N20	100 tr/min - 10 MPa - 20 km	★	★	★	★	non
	N21	200 tr/min - 2 MPa - 2 km	★	★	★	★	non
	N22	200 tr/min - 2 MPa - 100 km	★	★	★	★	non
	N23	100 tr/min - 6 MPa - 20 km	★	★	★	★	non
	N24	100 tr/min - 6 MPa - 100 km	★	★	★	★	non
	N25	105 tr/min - 8,5 MPa - 10 km	★	★	★	★	non
	N26	100 tr/min - 15 MPa - 2 km	★	★	★	★	non
	N27	200 tr/min - 15 MPa - 2 km	★	★	★	★	non
	N28	200 tr/min - 15 MPa - 100 km	★	★	★	★	non

FIGURE V.27 – Tableau récapitulant les essais tribologiques en environnement lubrifié, leurs caractérisations pré et post-essais et les conclusions sur le glaçage éventuel des surfaces

5. Débris tribologiques et mécanismes spécifiques en environnement lubrifié

Durant les essais tribologiques, courts et longs, les efforts subis par les premiers corps sont tels que des particules se détachent et génèrent des débris. Selon le circuit proposé par [Berthier 1990] et décrit dans la Section I.2.3. la fraction de débris qui reste dans le contact peut subir soit un roulement, soit une déformation élastique ou irréversible (de type cisaillement), soit une rupture. Les débris peuvent aussi être éjectés du contact et constituer ainsi un débit sortant. Cependant, de part la présence du lubrifiant auquel se mêlent les débris, les particules détachées reviennent dans le contact par un mécanisme de recirculation.

Le lubrifiant ainsi chargé de débris est étudié par l'analyse chimique ICP afin de déterminer les éléments présents sous forme de débris. Au préalable la composition chimique initiale du lubrifiant est présentée.

Puis, les débris ont été récupérés grâce à trois méthodes de séparation du lubrifiant et des débris. Il s'agit de l'évaporation, la dissolution du lubrifiant (partielle à l'éthanol) et l'absorption du lubrifiant par dépôt sur une feuille de papier. Toutes les méthodes ont fourni des particules de taille et de morphologie similaires. Les photos présentées ici sont prises après absorption du lubrifiant par une feuille. Les débris ont été observés et analysés au MEB où leur morphologie et leur taille ont été étudiées.

À partir de ces données, une proposition de circuit de débris sera enfin présentée en traçant leur cycle de vie dans le contact et partant de leur origine. Des informations de l'effet des efforts tribologiques dans l'épaisseur des éprouvettes en carbone viendront compléter le mécanisme par des vues en coupe des échantillons tribologiques en environnement lubrifié.

5.1. Analyses chimiques du lubrifiant chargé de débris par ICP

Afin de connaître la nature des débris et leur origine, des analyses chimiques ont été réalisées sur le lubrifiant T160 après essais tribologiques. Le lubrifiant est un composé organique (esters neopolyols) chargé de particules inorganiques (métalliques notamment) [NYCO 2017]. Or, ce sont les composants inorganiques qui sont mis en évidence par ce type analyse. Il s'agit de l'analyse ICP (inductively coupled plasma) présentée dans la Section III.1.2. Les composés et les débris inorganiques sont alors bien définis par cette méthode.

Parmi les dix éléments chimiques potentiellement présents dans le lubrifiant (voir Tab. III.3), le lubrifiant vierge (TV) présente 3 éléments détectables : le fer ($5,78.10^{-4}$ mg/kg), le magnésium ($3,66.10^{-3}$ mg/kg) et la silice ($8,67.10^{-3}$ mg/kg) (Tab. V.6). Leur occurrence est tout de même modeste. La même analyse réalisée sur le lubrifiant usé (TU) montre une augmentation de 379,9 % du fer et une diminution de -68,4 % et -20,0 %

Élément	TV (mg/g)	TU (mg/g)	Évolution
Fer	$5,78.10^{-4}$	$2,77.10^{-3}$	+380 %
Magnésium	$3,66.10^{-3}$	$1,16.10^{-3}$	-68 %
Silice	$8,67.10^{-3}$	$6,93.10^{-3}$	-20 %

TABLEAU V.6 – Analyse ICP effectuée en laboratoire - TV : lub. vierge - TU : lub. usé

pour respectivement le magnésium et la silice. Il apparaît aussi clairement qu'une partie des débris est constituée de particules ferreuses. Leur origine la plus probable est leur détachement de la contre-pièce en acier. La non-augmentation des 2 autres éléments en présence montre qu'ils font uniquement partie du lubrifiant et ne participent pas au volume de débris créés. Au contraire, leur quantité semble légèrement chuter. Cependant, le seuil de sensibilité de l'instrument de mesure est de l'ordre du ppm donc ces deux diminutions ne sont pas significatives.

Cette analyse n'est pas adaptée pour quantifier les débris carbonés formés par usure des éprouvettes en Carbone/Carbone 2,5D car seuls les éléments inorganiques sont dosés par cette méthode. Cependant, l'augmentation notable de fer dans le lubrifiant après essais tribologiques prouve qu'une fraction de la contre-pièce en acier se détache sous l'effet du frottement.

5.2. Analyse chimique des débris par EDS

Une analyse chimique complémentaire est réalisée au MEB par spectrométrie en énergie EDS (Energy dispersive spectrometry). Pour cela, les débris ont été prélevés par absorption du lubrifiant sur une feuille de papier, méthode la plus propice à l'analyse chimique des débris. L'analyse a été réalisée sur 5 zones de débris différentes (Fig. V.28)

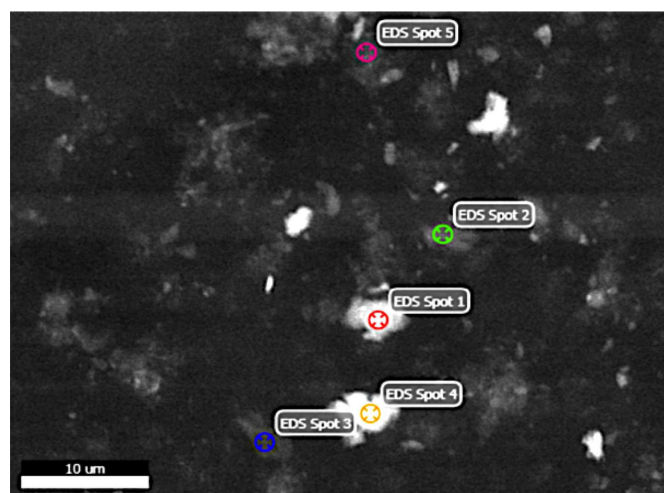


FIGURE V.28 – Zones d'analyse EDS (MEB)

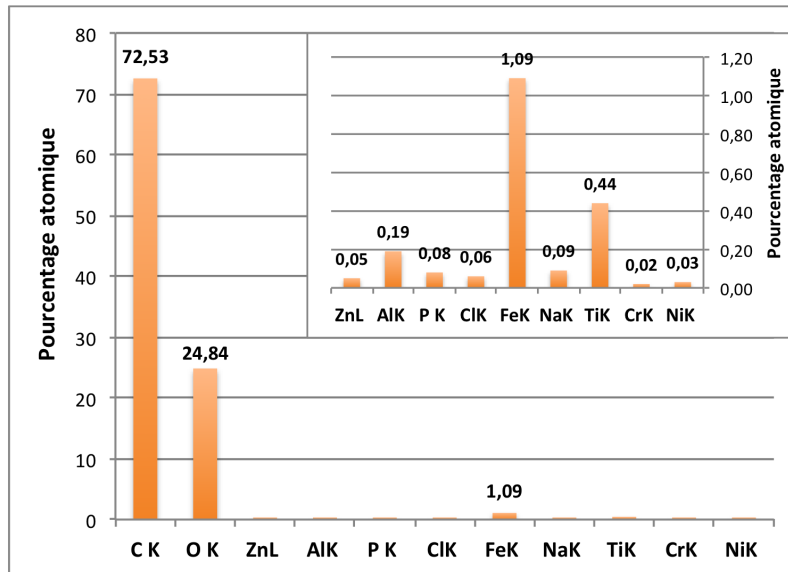


FIGURE V.29 – Analyse chimique EDS - Moyenne des pourcentages atomiques des 5 zones d'analyse

et les résultats donnés sont une moyenne des pourcentages atomiques obtenus pour chacune des zones (Fig. V.29).

Les deux éléments prépondérants sont le carbone (72,5 %at.) et l'oxygène (24,8 %at.). Parmi les éléments bien plus faiblement présents, le fer (1,1 %at.) et le titane (0,4 %at.) apparaissent. Cette analyse détecte donc des débris carbonés, issus des éprouvettes en Carbone/Carbone 2,5D, qui semblent être partiellement oxydés. Ainsi, la prédominance de débris en provenance des éprouvettes de C/C 2,5D est démontrée. S'il n'y avait pas l'oxygène dû à l'oxydation des particules, la quasi-totalité des débris serait alors du carbone. De plus, la présence de fer à 1,1 %at. confirme l'observation faite par ICP. Une fraction des débris provient de la contre-pièce en acier mais est fortement minoritaire. Un élément non détecté jusqu'alors, le titane fait son apparition par cette analyse. Son taux de seulement 0,4 %at. peut correspondre à sa présence initiale dans le lubrifiant, avec un pourcentage tellement faible qu'il se trouvait en dessous du seuil de détection à l'ICP.

Il semble donc que la grande majorité des débris sont des particules de carbone, détachées des éprouvettes C/C 2,5D. Ces débris sont partiellement oxydés. Des débris proviennent aussi de la contre-pièce en acier et sont détectés grâce à la présence de fer, de l'ordre de 1 %at. Un faible taux de titane, issu probablement des composés métalliques du lubrifiant, apparaît aussi dans les analyses EDS.

5.3. Morphologie et taille des débris

Par des observations MEB, la morphologie et la taille des débris sont étudiées. Un échantillon représentatif des différents débris possibles est montré par les Figures V.30 et V.31. Au vu de la quantité très majoritaire de carbone dans les analyses EDS, on suppose

que les débris observés au MEB sont des particules carbonées détachées des éprouvettes Carbone/Carbone 2,5D lors des essais tribologiques.

Visuellement, les débris semblent se regrouper en amas plus ou moins compacts. Trois groupes peuvent être dégagés à partir de leurs caractéristiques géométriques :

- des amas oxydés aux arrêtes franches,
- des débris de grande taille (jusqu'à plusieurs μm) plutôt anguleux,
- de petits débris (50 à 500 nm) de forme arrondie.

5.3.1. Amas de débris oxydés

Des amas de débris sont observés au MEB (Fig. V.30a). Ces amas sont très compacts et sont généralement d'un diamètre de 10 μm environ. Les débris qui les constituent semblent assez plats et d'un diamètre de 1 μm , avec des arrêtes nettes et brutes, comme des fractions de fibres de carbone et des feuillets de graphène détachés. Des aiguilles sont même visibles. Grâce à ces caractéristiques géométriques, ces débris en amas peuvent être catégorisés comme fraîchement générés et peu transformés dans le contact.

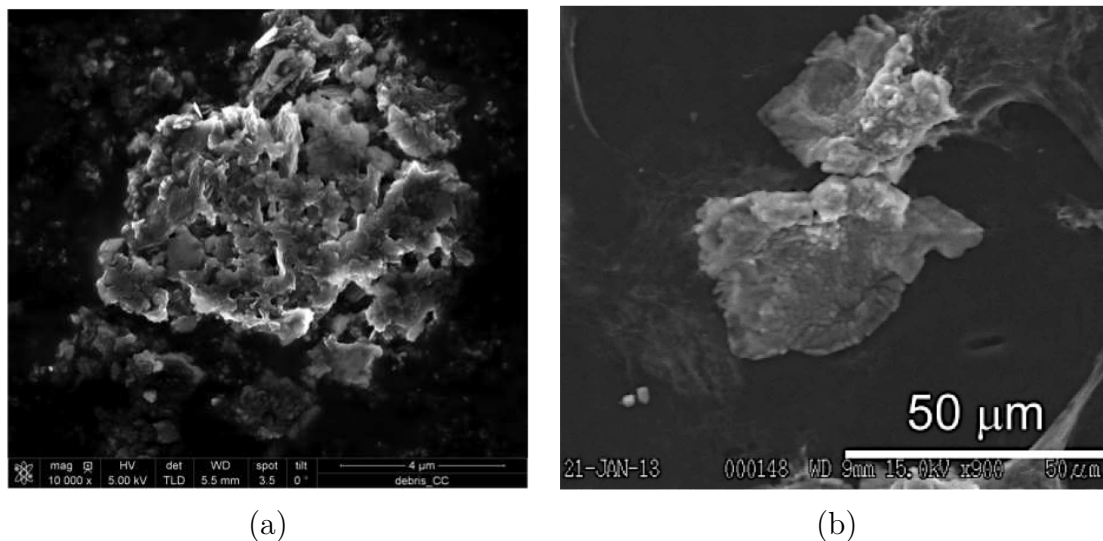


FIGURE V.30 – (a) Amas compact de débris carbonés - (b) Piqûre d'oxydation sur une électrode en carbone [Takahashi 2013]

Cette géométrie est caractéristique du carbone oxydé (Fig. V.30b). En effet, des morphologies similaires sont observées lors de l'étude d'électrodes en carbone, où ces faciès sont la conséquence de l'oxydation d'une partie de la surface [Takahashi 2013]. Cela est cohérent avec le fort pourcentage d'oxygène mesuré par EDS (près de (25 %at.).

5.3.2. Particules de 500 nm à plusieurs μm

Des débris moins compacts et réunis en amas diffus (Fig V.31a) sont observés. Une famille importante de ces débris peut être caractérisée par leur taille, de 500 nm (Fig. V.31c) et plusieurs μm (Fig. V.31b). Il s'agit des particules les plus grosses non réunies en amas.

Ces débris ont une morphologie anguleuse, irrégulière, voire déchiquetée, avec des arrêtes bien visibles, parfois même en forme d'aiguilles. Une de ces aiguilles est notamment présente en bas à gauche de la Figure V.31c.

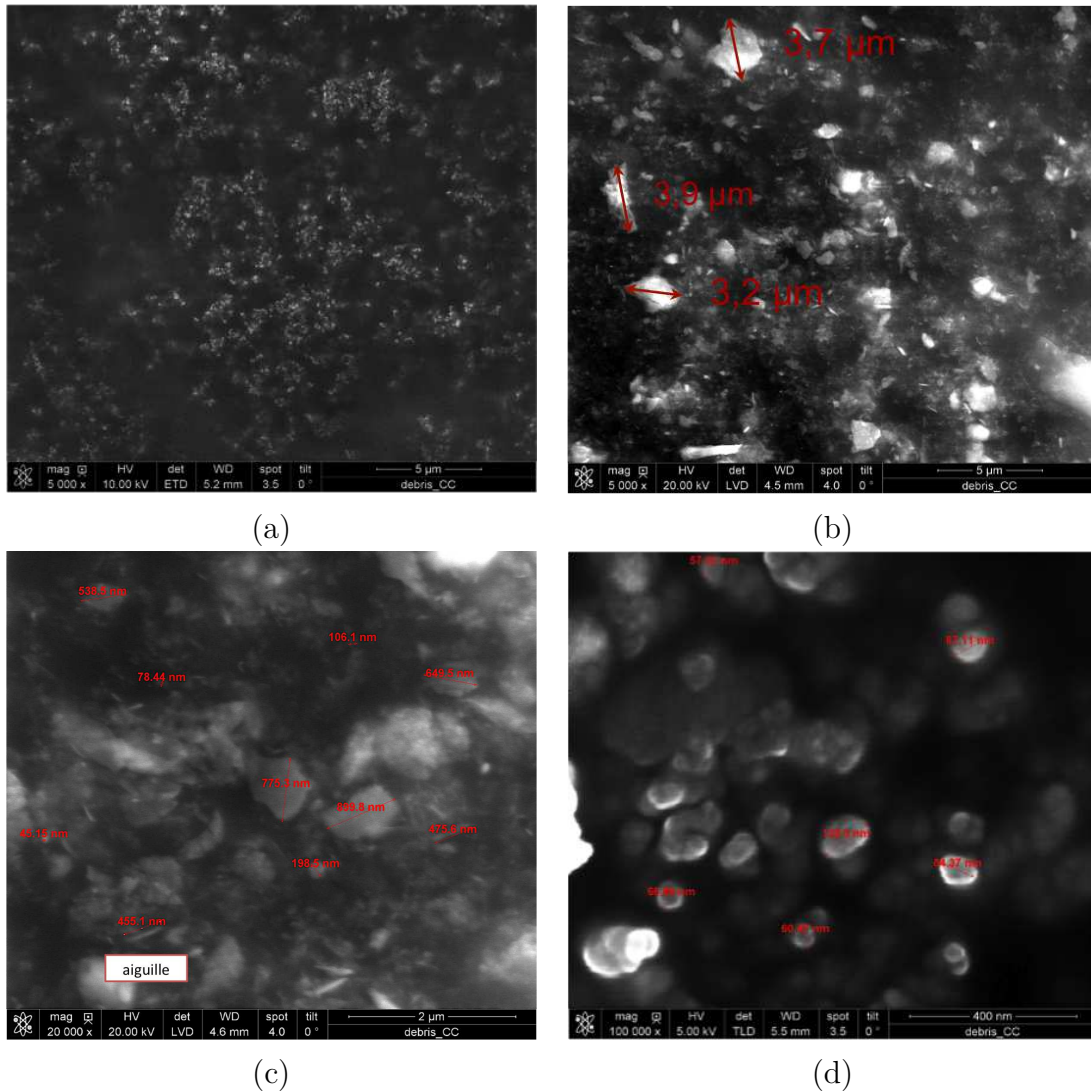


FIGURE V.31 – (a) Amas diffus - (b) Débris de plusieurs μm - (c) Débris de plusieurs centaines de nm - (d) Débris de plusieurs dizaines de nm.

De part ces morphologies, rien ne permet de connaître l'origine des débris, fibre ou matrice. En effet, il est impossible de reconnaître catégoriquement des feuillets de graphène détachés, ni des tronçons de fibre par exemple. L'ordre de grandeur des plus gros débris étant de 3 à 4 μm , ils sont déjà plus petits que le diamètre moyen d'une fibre de carbone qui est de 7 μm .

5.3.3. Particules de 50 nm à 500 nm

Des particules de plus petite taille sont aussi observées. Leur diamètre est inférieur à 500 nm et leur géométrie est radicalement différente de celle des débris plus grossiers

(Fig. V.31d). En effet elles ont, pour la plupart, une forme sphérique ou du moins des arrêtes bien moins franches. Il semble que la perte de taille soit corrélée avec la disparition des arrêtes au profit d'une forme sphérique. Les plus petits débris observés sont de 50 nm. De la même manière que pour les autres catégories de débris, rien ne permet de connaître l'origine des débris (fibre ou matrice).

5.4. Évolution de la morphologie des particules détachées

Les Figures V.30 et V.31 donnent des exemples de la diversité des morphologies et dimensions des débris tribologiques. Les particules les plus fines sont de l'ordre de 50 nm et les plus grosses vont jusqu'à 4 μm . L'étendue des tailles est large, il y a presque 2 ordres de grandeur entre les plus petites et les plus grandes dimensions des particules. Cependant, des morphologies caractéristiques sont déterminées pour chaque ordre de grandeur : les particules de petite taille sont de forme sphérique alors que les débris plus gros sont plus anguleux, parfois même en forme d'aiguilles. Enfin, les amas de débris, avec des arrêtes franches, peuvent être oxydés.

Les composants originels de la contre-pièce en C/C 2,5D que sont les fibres de carbone et la matrice de pyrocarbone évoluent différemment en tant que débris tribologiques [Zhang 2012].

Les fibres, de diamètre initial de 7 μm et de longueur de plusieurs mm, sont d'abord fragmentées en tronçons de fibres avant d'être déchiquetés en fractions réduites par les efforts du contact. Sur la Figure V.32 (a), quatre tailles de débris sont définies pour les fibres : une portion de fibre où la longueur est supérieure au rayon de la fibre (CF_1), une portion de fibre de longueur du même ordre de grandeur que son rayon (CF_2), une portion de fibre de longueur inférieure à l'ordre de grandeur du rayon (CF_3) et enfin la dernière est une écaille de fibre (CF_4).

La matrice entourant les fibres comme une gaine est, quand à elle, constituée de feuillets concentriques qui dépliés pourraient atteindre plusieurs dizaines de μm pour une épaisseur monoatomique de 0,34 nm [Wu 2015]. Les débris issus de pyrocarbone évoluent dans le contact en voyant leur taille diminuer et leur forme s'arrondir (Fig. V.32b).

De plus, de part ces morphologies, rien ne permet de connaître l'origine des débris, fibre ou matrice. Cependant les deux mécanismes sont similaires. Le débris qui se détache est amené à se fragmenter et à s'arrondir durant son séjour dans le contact. Ainsi, que le débris provienne d'un fraction de fibre ou d'un détachement de matrice (quelle que soit sa taille initiale), la diminution de taille d'un débris et son arrondissement sont fortement corrélés. Plus un débris est de taille importante et d'une forme grossière, plus sa création est récente alors qu'un débris petit et rond est un fragment qui a une histoire longue dans le contact [Zhang 2012].

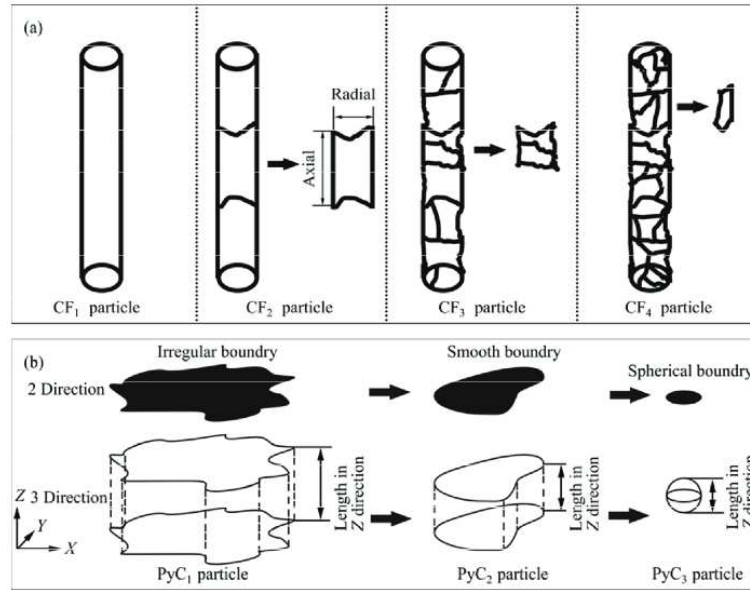


FIGURE V.32 – Évolution des particules de fibres de carbone et des particules de pyrocarbone des composites C/C dans le contact [Zhang 2012]

5.5. Évolution des surfaces portantes

La production de débris tribologiques issus des surfaces carbonées correspond à une perte de matière sur le premier corps correspondant par usure (Section V.4.3.). Par des vues en coupe dans les échantillons en composite C/C 2,5D, on se propose de comprendre les zones affectées en priorité par l'usure et comment le matériau est impliqué en profondeur.

De part la topographie initiale des éprouvettes tribologiques avec un pas d'usinage de $150\ \mu\text{m}$ (Fig. V.33), les premières surfaces portantes sont les parties hautes des stries d'usinage. La pression normale appliquée est alors répartie uniquement sur ces zones et les contraintes locales effectives sont plus élevées que si toute l'éprouvette était en contact avec la contre-pièce. L'usure des échantillons tribologiques commencent sur ces zones.

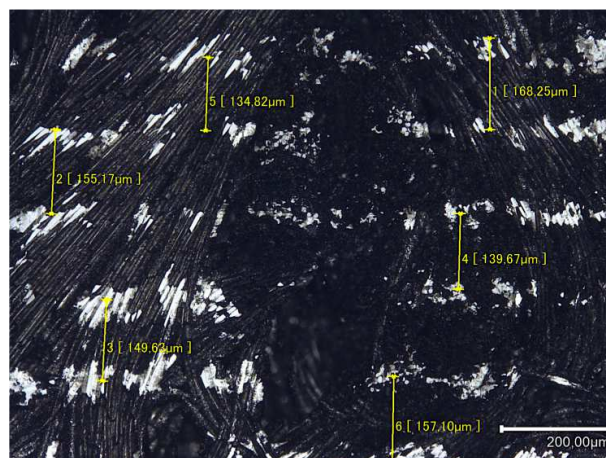


FIGURE V.33 – Visualisation du pas d'ondulation induit par l'usinage initial

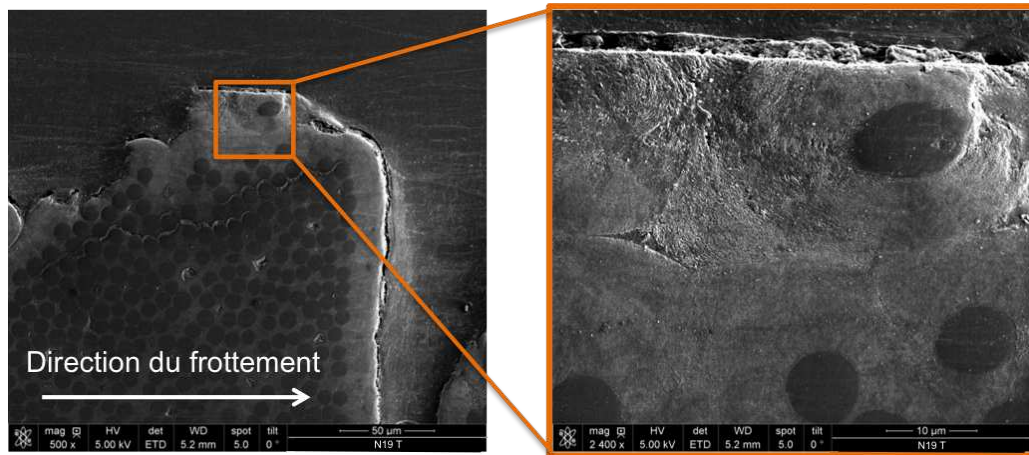


FIGURE V.34 – Écrêtage

Un écrêtage des stries d'usinage et des aspérités de la surface est visible sur la Figure V.34. Ceci explique la perte de rugosité et la diminution du paramètre S_{pk} pour la totalité des échantillons tribologiques du plan d'expérience (Annexe D).

Lors des essais tribologiques en environnement lubrifié et avec les efforts appliqués dans ce chapitre, aucune fissure n'est observée, contrairement aux essais à sec. La différence de niveau de coefficient de frottement et de répartition des efforts transversaux peut expliquer une moindre intensité d'efforts en sous-couche. De plus, aucune plastification telle que celle observée dans des frottements de métaux [Bahbah 2005, Lepesant 2013] n'est présente sur les échantillons tribologique en environnement lubrifié de longue distance.

Ainsi, seul un écrêtage des aspérités supérieures à la surface moyenne semble avoir lieu pour ces échantillons en environnement lubrifié.

6. Conclusions du chapitre

Les essais tribologiques en environnement lubrifié et les caractérisations d'état de surface réalisés dans ce chapitre participent à la compréhension de l'évolution de la surface des échantillons en composite Carbone/Carbone 2,5D lors de leur frottement contre la contre-pièce en acier.

Les essais MVC, aboutissant au tracé des courbes de Stribeck, montrent que les états de surface neufs ont un régime de lubrification dit onctueux. La rugosité importante de ces échantillons provoque un comportement tribologique indépendant de la présence du lubrifiant. Quand aux disques revenant de service ou polis, leur régime de lubrification est onctueux puis mixte et parfois hydrodynamique, en fonction du nombre de Sommerfeld. La pente du régime mixte de chaque échantillon est relevée pour montrer qu'elle dépend directement de l'état topographique, indépendamment du type d'état de référence considéré (neuf, poli et revenant de service).

Les caractéristiques des essais de longue distance ont été dégagées avant de se concentrer sur les essais de modification d'état de surface. Le coefficient de frottement et la température connaissent des évolutions antagonistes en fonction de la distance. Lorsque le coefficient de frottement diminue lors des essais de longue durée, la température augmente selon une allure symétrique à celle du coefficient de frottement. Dans ces conditions de frottement de 60 tr/min et 1,4 MPa, la température en fonction du coefficient de frottement est linéaire. De plus, la relation entre le coefficient de frottement et la température est étudiée sous le prisme des interruptions/reprises : une interruption d'essai de quelques minutes conserve à la fois le coefficient de frottement et la température alors qu'un redémarrage après refroidissement du système le coefficient de frottement retrouve sa valeur initiale de 0,12.

Le dépouillement du plan d'expérience mène à conclure sur le glaçage de chacun échantillon. Le glaçage est défini pour cette étude par deux critères. Le premier critère est la rugosité : le paramètre de rugosité S_k de l'échantillon considéré doit être inférieur à $3,5 \mu\text{m}$; le second critère est un état morphologique observé au MEB qui doit être homogène, lisse, peu de porosités débouchantes, ni de fibres arrachées et avec la disparition des feuillettes de graphite à fort grossissement ; ici $\times 1000$. Parmi les essais du plan d'expérience, un seul échantillon répond aux deux critères énoncés précédemment. Il s'agit de N18 dont les conditions d'essai sont 10 tr/min (soit $3,13 \cdot 10^{-2} \text{ m.s}^{-1}$), 10 MPa et 2 km. Aucun autre échantillon, même de conditions tribologiques proches n'a présenté la rugosité et l'état morphologique correspondant à l'état de surface défini « glacé ». Pourtant, la perte de performance de cet échantillon n'est pas la plus importante. Comme lors de l'étude des courbes de Stribeck des échantillons de référence, les profils issus des essais MVC après essais tribologiques du plan d'expérience montrent que ceux qui présentent une perte de performance n'ont pas de caractéristiques topographiques et morphologiques communes. Cependant, le coefficient directeur du régime mixte de chacun des échantillons du plan d'expérience est linéairement fonction de la rugosité S_k , ce qui rejoint les conclusions sur les états de surface de référence.

Les débris tribologiques issus des essais en environnement lubrifié sont principalement composés de carbone et d'oxygène d'après l'analyse EDS. Il s'agit de débris détachés des éprouvettes en C/C 2,5D, de forme soit arrondie pour les plus petits (50 à 500 nm), soit avec des contours plus vifs pour les plus volumineux (500 nm à quelques μm) et qui parfois sont oxydés. L'analyse EDS montre aussi que lubrifiant utilisé est chargé de particules métalliques comme du titane et du fer. Une fraction mineure des débris provient de la contre-pièce en acier. En effet, les analyses ICP réalisées sur le lubrifiant chargé de débris montrent une augmentation de la quantité de fer dans le lubrifiant.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du projet EMEDIF (Étude multi-échelles des disques de frein) en partenariat avec l'équipementier aéronautique Ratier-Figeac, dans le laboratoire de l'IUT de Figeac et à l'Institut Clément Ader Albi. L'objectif de ces travaux était de comprendre et de prédire d'une part le comportement mécanique des disques de frein en Carbone/Carbone 2,5D et leur comportement tribologique d'autre part. Une partie de ces travaux s'est focalisée sur l'évolution de l'état de surface des freins afin de comprendre les faciès observés sur les disques revenant de service.

Dans ce manuscrit, une méthodologie de caractérisation et d'analyse de l'état de surface des disques a été proposée, elle a été utilisée dans toutes les exploitations des essais tribologiques réalisés. Très courts ou de très longue durée, les essais de frottement ont permis de déterminer les paramètres influant sur les régimes de frottement et la nature de l'état de surface généré. Les conclusions des résultats expérimentaux ont permis notamment, dans le cadre du frottement en environnement lubrifié, de prédire les régimes de lubrification en fonction de l'état de surface des disques de frein.

Composite Carbone/Carbone, état de surface et moyens de caractérisation

Le matériau composite Carbone/Carbone, et plus précisément celui d'architecture 2,5D, est présenté dans les Chapitres I et II. Le procédé de fabrication d'un matériau tout carbone comme celui-ci comprend tout d'abord une étape de production de fibres de carbone, ensuite empilées en nappes unidirectionnelles selon $[0^\circ, 60^\circ, -60^\circ]_n$ avant d'être aiguilletées et densifiées par CVI/CVD. Cette dernière étape détermine la porosité ouverte (7,9%) et la densité (1,8) du matériau et fige définitivement son architecture fibreuse.

Les grands principes tribologiques auxquels ont été soumis les éprouvettes C/C 2,5D durant les essais de frottement sont ensuite décrits dans le Chapitre bibliographique. Ainsi, le triplet tribologique et le circuit des débris sont présentés. De plus, des éléments de tribologie en environnement lubrifié sont mis en avant. Par exemple, les courbes de Stribeck sont une illustration des différents régimes de lubrification que peuvent suivre un couple de matériau au cours du frottement. L'influence des conditions tribologiques sur le

coefficient de frottement, comme la vitesse de frottement et la pression normale appliquée, est observée par l'intermédiaire du nombre de Sommerfeld.

Lors du frottement, tout d'abord en environnement sec, l'évolution de l'état de surface des disques de frein en C/C 2,5D est analysée. Les paramètres tribologiques sont responsables d'un changement de régime de frottement menant à une transition, accompagnée d'un changement de la composition chimique de la surface avec éjection du dioxygène et de l'eau. Le coefficient de frottement augmente alors brutalement et des débris caractéristiques sont éjectés. En environnement lubrifié, un mécanisme de lubrification mixte dans lequel les débris créés alimentent les îlots qui composent la surface portante est mis en évidence.

Dans cette étude, les caractéristiques morphologiques et topographiques, mais aussi les propriétés tribologiques via des essais Multi-Vitesses Courts (MVC), ont été définies pour trois familles d'état de surface dites de référence. Les disques neufs, les disques revenant de service et les disques polis en laboratoire servent de repères pour ensuite caractériser les échantillons tribologiques.

Comportement mécanique, notamment en compression

La caractérisation du comportement mécanique du matériau Carbone/Carbone étudié lors de ce projet a été réalisée par trois moyens différents afin d'obtenir l'ensemble des propriétés de ce composite.

Une première caractérisation des propriétés mécaniques du matériau est effectuée, par méthode ultrasonore. Les propriétés élastiques du matériau, dans les 3 directions de l'espace, sont déterminées, avec un module d'Young compris entre 12,2 et 22,3 GPa. De plus, elles mettent en évidence une symétrie de ces propriétés dans le plan d'empilement. Le matériau est isotope transverse, avec pour axe de symétrie la direction d'aiguilletage.

Le comportement mécanique dans l'épaisseur du matériau a été caractérisé par des essais de compressions monotones et cycliques à contrainte croissante. Les essais monotones mettent en évidence les 2 domaines, élastique et inélastique du matériau C/C 2,5D. Le domaine élastique s'étend jusqu'à 100-120 MPa pour un module d'Young de 11,5 GPa $\pm$ 1 GPa soit sensiblement égal à celui de la matrice seule. La rupture quant à elle intervient autour de 190 MPa $\pm$ 10 MPa. Les essais cycliques ont, de plus, permis l'étude de l'endommagement progressif du matériau. Le paramètre d'endommagement d et son dual, le taux de restitution d'énergie Y_d , sont calculés pour chaque cycle.

Après que le comportement élasto-endommageable ait été mis en évidence, les données obtenues ont contribué à la proposition et à l'identification d'un modèle matériau. Ainsi, le comportement cyclique en compression dans l'épaisseur du matériau C/C 2,5D est décrit de manière satisfaisante par un modèle élastique endommageable à écrouissage isotrope. Le couplage endommagement - inélasticité, introduit dans la formulation du seuil de plasticité, permet une bonne représentation du comportement macroscopique caractérisé

par des déformations résiduelles et une rigidification progressive du comportement lors des écrasements importants du matériaux.

Enfin, les essais d'indentation réalisés par une bille d'acier sur le composite C/C 2,5D ont permis de mesurer son module élastique transverse (10,3 GPa) par une troisième méthode et de comparer cette valeur avec celles obtenues par les compressions et par méthodes ultrasonores. La bonne adéquation entre les différents modules a validé la pertinence de cette méthode sur un matériau composite pourtant sujet aux dispersions. Son avantage majeur réside dans le fait qu'il est non destructif et ne nécessite qu'un faible volume de matériau pour mesurer le module élastique de façon efficace et alternative.

Comportement tribologique à sec

Les essais courts MVC réalisés sur le matériau composite Carbone/Carbone 2,5D ont permis de dégager le comportement tribologique caractéristique des différents états de surface de référence (neufs, polis, RS). Toutes les valeurs moyennes du coefficient de frottement se sont avérées être fonction du paramètre de rugosité S_k , selon une courbe maîtresse en gaussienne inversée. Cela permet d'estimer le coefficient de frottement moyen d'un échantillon à partir de sa rugosité, sans connaissance préalable de sa provenance.

Les essais tribologiques longue distance mis en œuvre ont, quant à eux, modifié l'état de surface des échantillons autant sur le plan topographique que sur le plan morphologique. Les informations recueillies montrent, qu'avec une énergie spécifique suffisante, l'état de surface acquiert des propriétés similaires aux disques revenants de service. Cependant, la transformation des états de surface n'est pas suffisante pour atteindre les caractéristiques des disques revenant de service. Une énergie spécifique supérieure ou des conditions environnementales différentes pourraient permettre la transformation complète de la surface.

Les propriétés observées durant les essais de longue durée permettent de proposer un mécanisme de dégradation des composites C/C soumis à un frottement sec. Ce mécanisme est basé sur une concomitance de 2 phénomènes : un écrêtage des pics de rugosité les plus élevés, produisant des débris qui participent aux comblements des creux topographiques. Cela est prouvé par la baisse de 2 paramètres de rugosité ; S_{vk} et S_{pk} et par les observations MEB qui montrent la présence d'un film fin sur la surface de frottement.

Enfin, une conséquence des efforts de frottement subis par les éprouvettes tribologiques en environnement sec est l'apparition de fissures en sous-couche, observables par des coupes transverses des échantillons. Elles traversent la structure fibreuse avec une orientation de 45 ° et une profondeur maximale de 40 µm.

Comportement tribologique en environnement lubrifié

Les essais tribologiques en environnement lubrifié et les caractérisations d'état de surface participent à la compréhension de l'évolution de la surface des échantillons en

composite Carbone/Carbone 2,5D lors de leur frottement contre la contre-pièce en acier. Les essais MVC, aboutissant au tracé des courbes de Stribeck, montrent que les états de surface neufs ont un régime de lubrification dit onctueux du fait de leur rugosité importante. Quant aux disques revenants de service ou polis, leur régime de lubrification est onctueux puis mixte et parfois hydrodynamique, en fonction du nombre de Sommerfeld. La pente du régime mixte de chaque échantillon est relevée pour montrer qu'elle dépend directement de l'état topographique, indépendamment du type d'état de référence considéré (neuf, poli et revenant de service), tout comme la rugosité était responsable, à sec, du coefficient de frottement des états de surface de référence.

Les caractéristiques des essais de longue distance ont été dégagées avant de se concentrer sur les essais de modification d'état de surface. Le coefficient de frottement et la température connaissent des évolutions opposées en fonction de la distance. Lorsque le coefficient de frottement diminue lors des essais de longue durée, la température augmente selon une allure corrélée à celle du coefficient de frottement. De plus, la relation entre le coefficient de frottement et la température est étudiée sous le prisme des interruptions/reprises : une interruption d'essai de quelques minutes conserve à la fois le coefficient de frottement et la température alors que lors d'un redémarrage après refroidissement du système, le coefficient de frottement retrouve sa valeur initiale de 0,12.

Le dépouillement du plan d'expérience vise à conclure sur le « glaçage » de chaque échantillon. Le glaçage est défini pour cette étude par deux critères. Le premier est la rugosité : le paramètre de rugosité S_k de l'échantillon considéré doit être inférieur à $3,5 \mu\text{m}$; le second critère est un état morphologique observé au MEB qui doit être homogène, lisse, avec la disparition des feuillets de graphite à fort grossissement et peu de porosités débouchantes. Parmi les essais du plan d'expérience, un seul échantillon répond aux deux critères énoncés précédemment. Ses conditions d'essai sont 10 tr/min, 10 MPa et 2 km. Aucun autre échantillon, même de conditions tribologiques proches n'a présenté la rugosité et l'état morphologique correspondant à l'état de surface défini « glacé ». De plus, le coefficient directeur du régime mixte de chacun des échantillons du plan d'expérience est linéairement fonction de la rugosité, ce qui rejoint les conclusions sur les états de surface de référence.

Perspectives

Comportement mécanique en cisaillement

Les travaux présentés dans ce document proposent de relier le comportement tribologique avec la morphologie et la rugosité des échantillons. Mais qu'en est-il de l'influence des propriétés mécaniques du matériau ?

En compression, le matériau Carbone/Carbone 2,5D est élastique dans la gamme de pression normale appliquée de cette étude, à savoir 20 MPa au maximum. En cisaillement en revanche, les seules données dont nous disposons sont obtenues par méthodes ultra-sonores et fournissent des modules de cisaillement compris entre 3 et 6 GPa selon les directions. Pour un coefficient de frottement de 0,1 et une pression normale de 10 MPa, le matériau subit par définition 1 MPa de cisaillement. Même sans connaître la limite élastique dans cette direction de chargement, c'est un effort très faible. Cela permet d'expliquer le faible taux d'usure de cette famille de matériau.

Toutefois, une usure est tout de même constatée et des essais complémentaires spécifiques à l'étude du cisaillement des matériau permettraient la compréhension des mécanismes de dégradation du matériau composite C/C 2,5D. Il serait donc intéressant de réaliser des essais de flexion. Ainsi, il serait possible de prédire de manière plus juste les phénomènes mis en avant pour expliquer les évolutions d'état de surface, à sec comme en environnement lubrifié, et d'anticiper les mécanismes de dégradation, notamment la fissuration, qui affecteraient le matériau pour des gammes de pression normale appliquée plus élevées.

Un plan d'expérience plus large

Une validation des résultats et des équations dégagées par le plan d'expérience ne peut être proposée qu'au travers d'une estimation des erreurs commises par le plan d'expérience. Or, le concept mathématique de plan d'expérience se heurte à la difficile réalité des essais tribologiques, à savoir une faible répétabilité due au matériau hétérogène d'une part et une multitude de phénomène physiques mis en jeu d'autre part.

Un plan d'expérience complémentaire, en environnement lubrifié tout d'abord, voire en environnement sec dans un second temps, permettrait de séparer les résultats répétables de ceux plus aléatoires dans certaines conditions non maîtrisées, telle que la température. Une monitorisation de la température du bain de lubrifiant retirerait une inconnue au problème et la transformerait en variable d'entrée.

Comportement tribologique du composite C/C 2,5D rainuré

La préparation des surfaces des disques de frein est actuellement réalisée par Ratier-Figeac par usinage. La surface présente alors une ondulation de 15 μm de profondeur et

d'un pas de 150 μm . À l'échelle macroscopique, la surface peut pourtant être considérée comme lisse. Pour favoriser l'écoulement de lubrifiant et éviter les régimes de lubrification mixte et hydrodynamique, il serait possible de réaliser des rainures sur la surface des disques composites C/C 2,5D. Par exemple, des rainures radiales ou circulaires, dont le pas et la profondeur restent à déterminer.

Cependant, la création de rainures réduit la surface portante des disques de frein, pouvant augmenter la pression normale effective et augmenter l'usure de la surface. Une optimisation entre surface portante et augmentation de l'usure serait alors nécessaire.

Une campagne d'essais MVC pourrait tester la validité de l'hypothèse puis des essais longs seraient à mener, dans le même cadre que le plan d'expérience afin vérifier que ces rainures n'amènent pas plus de problèmes que de solutions. De plus, pour cela, il serait nécessaire de réaliser une étude approfondie des évolutions de l'état de surface, du coefficient de frottement et de l'usure durant les essais longue distance pour confirmer la bonne tenue des disques de frein et prévenir les pertes de performances.

Mécanismes de dégradation des états de surface

La compréhension des mécanismes de dégradation de la surface du composite C/C 2,5D, causée par les efforts tribologiques, nécessiterait une étude plus poussée. Au-delà de l'écroûtage des aspérités, de la création de débris et de la fissuration dans l'épaisseur (à sec uniquement), une observation plus détaillée du « glaçage » est nécessaire. À travers, premièrement, des essais plus longs. Une « vie avion » n'est pas comparable avec les essais réalisés en laboratoire, même si la distance de 100 km est déjà conséquente. La caractérisation de l'état de surface sur des distances successivement plus longues pourrait apporter des informations complémentaires sur l'évolution de la surface des disques de frein, à sec et en environnement lubrifié. De plus, d'autres moyens de caractérisation de la surface, à une échelle plus petite notamment, expliqueraient plus finement le phénomène.

Deuxièmement, une modélisation de la surface par une simulation de lubrification élasto-hydrodynamique (EHL) complèterait la connaissance de l'effet de la rugosité sur les différents régimes de lubrification, en particulier le régime mixte. Ainsi, par une analyse multi-échelles, les comportements microscopiques et mésoscopiques des disques de frein C/C 2,5D seraient déterminés.

Annexe A

Porosité ouverte : détail des calculs et protocole expérimental

La technique dite de triple pesée a été mise en place afin de mesurer la porosité ouverte du matériau. Elle s'inspire de la Norme NF P94-410-3 [AFNOR 2001]. Les formules menant à l'expression du taux de porosité connectée et la procédure expérimentale sont présentées dans cette annexe.

1. Formules de calcul

La mesure de porosité est un rapport entre le volume de porosité ouverte et le volume géométrique. Soit [Monicard 1975] :

- V_G le volume géométrique ;
- V_P le volume de porosité ouverte ;
- V_S le volume solide : $V_S = V_G - V_P$.

La porosité ouverte η_c est le rapport :

$$n_c = \frac{V_P}{V_G} = \frac{V_G - V_S}{V_G} \quad (\text{A.1})$$

Pour s'affranchir de la mesure du volume V_G , pour des géométries d'échantillon complexes par exemple, ce volume peut s'exprimer :

$$V_G = \frac{m_3 - m_2}{\rho_{eau}} \quad (\text{A.2})$$

avec m_2 la masse de l'échantillon imbibé d'eau lors d'une pesée effectuée immergé, m_3 la masse de l'échantillon imbibé pour une pesée effectuée à l'air et ρ_{eau} la masse volumique de l'eau (0,998 g/cm³ à 20°C). De plus, la masse de l'échantillon sec est notée m_1 .

Le volume de porosité connectée est accessible grâce aux pesées à sec et immergé :

$$V_G = \frac{m_3 - m_2}{\rho_{eau}} \quad (\text{A.3})$$

Le taux de porosité connectée n_c est alors directement calculé grâce aux trois masses :

$$n_c = \frac{m_3 - m_1}{m_3 - m_2} \quad (\text{A.4})$$

2. Procédure expérimentale

Le protocole expérimental permettant les 3 pesées nécessaires au calcul de n_c débute par le nettoyage des échantillons par ultrason dans un bain d'acétone pendant 1 heure pour enlever les débris éventuels dus à la découpe. Puis les échantillons sont étuvés à 110°C jusqu'à ce que leur masse soit stabilisée (24 heures suffisent). Ils sont ensuite laissés dans l'étuve éteinte et entrouverte jusqu'à ce qu'ils soient revenus à température ambiante. La première pesée dans l'air de chaque échantillon est réalisée : il s'agit de m_1 (Fig. A.1a).

L'étape suivante consiste en une opération de saturation des échantillons poreux par un liquide mouillant (ici, de l'eau). Le dispositif mis en place pour cette opération est présenté Figure A.2 et le déroulement est le suivant :

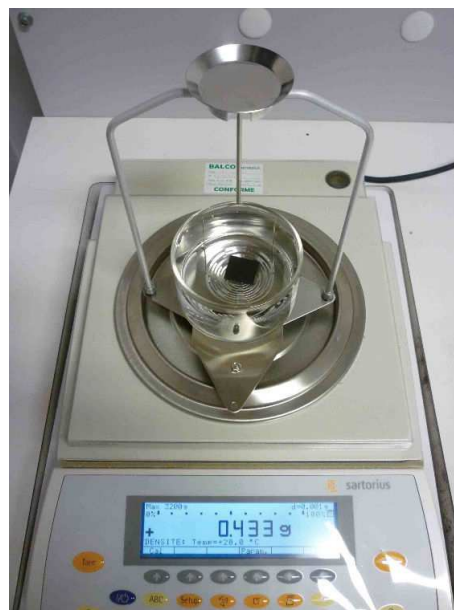
- a.** Mettre les échantillons dans un récipient et ensuite dans une cloche à vide pour qu'ils soient dégazés jusqu'à atteindre un vide primaire maintenu pendant 4 heures.
- b.** Ajouter l'eau dans le récipient contenant les échantillons. Tirer le vide jusqu'à que le dégazage soit complet (absence de bulle), soit environ 14 heures dans notre cas.
- c.** Les échantillons immergés sont retirés de la cloche (mais pas du récipient) et pesés le lendemain.

Une seconde pesée de chaque échantillon imprégné est faite en maintenant l'échantillon en immersion dans l'eau : m_2 (Fig. A.1b). La masse immergée est mesurée à l'aide d'une nacelle baignant dans de l'eau (même fluide que le fluide de saturation) et attachée à la balance. La tare est faite avec la nacelle et l'échantillon dans l'eau (mais pas posé sur la nacelle). L'échantillon est ensuite placé sur la nacelle et la mesure effectuée.

Une troisième pesée, dans l'air, de chaque échantillon imprégné de liquide est effectuée : m_3 (Fig. A.1a). Cette pesée est particulièrement délicate car il ne faut pas laisser de goutte d'eau en surface de l'échantillon. Un tissu mouillé est utilisé pour éponger l'échantillon en prenant soin de ne pas aspirer l'eau située dans la porosité ouverte.



(a) Pesée à l'air



(b) Pesée dans l'eau

FIGURE A.1 – Dispositif de pesée des échantillons

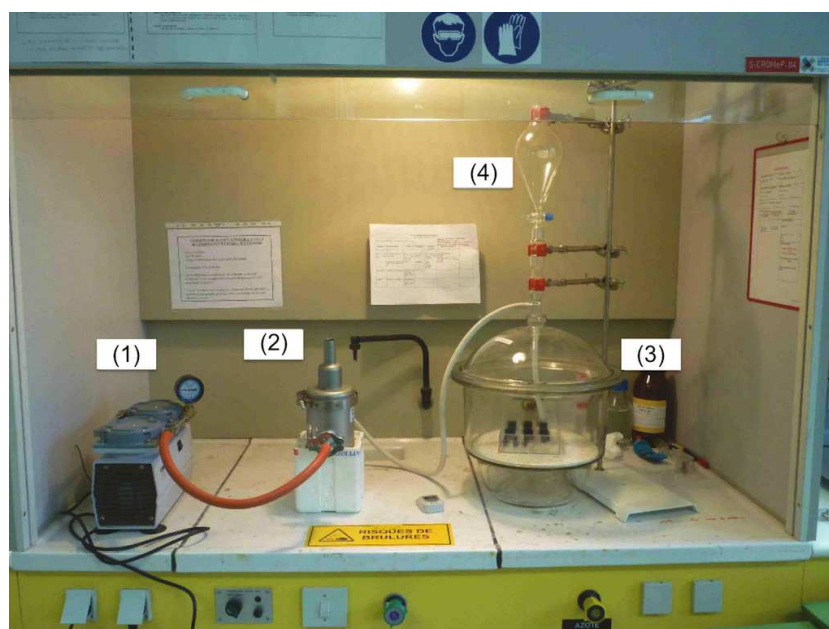


FIGURE A.2 – Vue d'ensemble du dispositif d'imprégnation des échantillons de triple pesée (1) pompe à vide, (2) piège à azote liquide, (3) dessiccateur, (4) ampoule de coulée permettant d'ajouter l'eau pour imprégner les échantillons

Annexe B

Méthodes de quantification de l'évolution géométrique des surfaces par rugosimétrie

L'évolution géométrique des surfaces tribologiques est suivie par des relevés 2D et 3D des différents points des surfaces. Les exploitations 2D traditionnellement relèvent d'une étude de rugosité alors que celles 3D sont de l'ordre de la topographie. Des tentatives de normalisations des paramètres 3D à l'instar de ceux 2D (rapport EUR 15178 EN) sont en cours afin de mesurer la rugosité des surfaces.

Ce sont plutôt des exploitations topographiques qui sont faites dans notre étude mais les généralités de la rugosimétrie linéaire sont aussi données.

Les normes NF EN ISO 4 287-4 288 et NF EN ISO 12 085 s'intéressent aux états de surface et divisent les défauts en 6 catégories :

- Défauts d'ordre 1 : Erreurs de forme (rectitude, circularité, parallélisme...)
- Défauts d'ordre 2 : Ondulation : défaut périodique
- Défauts d'ordre 3 : Stries et sillons : périodique ou pseudopériodique
- Défauts d'ordre 4 : Arrachements, marques d'outils, fissures, piqûres
- Défauts d'ordre 5 : Défauts superficiels de la structure cristalline
- Défauts d'ordre 6 : Défauts du réseau cristallin

1. Analyse 2D

L'analyse de la rugosité d'une surface est une science statistique qui fait l'objet de nombreux débats de choix de paramètres. En effet, une multitude de normes présentent de nombreux paramètres qui tendent à représenter la différence de la surface réelle avec un plan parfait. Selon la classification précédente, ce sont les défauts de 3ème et 4ème ordre qui sont regroupés sous la dénomination « rugosité ».

Une étude de rugosité 2D est faite sur un segment appartenant à la surface d'étude. Quelques définitions de rugosité 2D sont données :

Le **profil brut P** (Fig. B.1) représente l'altitude des points telle qu'elle a été relevé par le rugosimètre (mécanique ou optique). Lorsqu'on parle du profil de rugosité R, il s'agit du profil issu d'un profil brut auquel on a appliqué un filtre afin de supprimer les longueurs d'onde les plus longues appelées « occurrences d'ondulation ». Ce filtre est l'équivalent d'un filtre passe-haut. C'est sur ce dernier profil que l'on calcule les paramètres de rugosité.

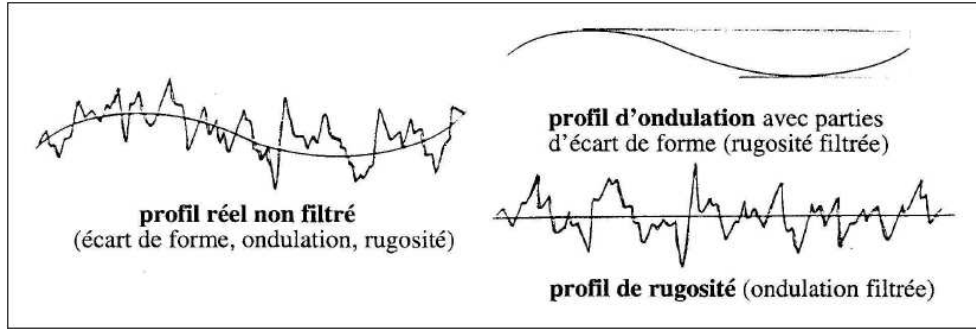


FIGURE B.1 – Différence entre un profil brut P et un profil de rugosité R

La **ligne moyenne** est la ligne de référence utilisée pour le calcul des paramètres de rugosité. Elle est calculée de telle sorte que la somme des carrés des écarts par rapport à cette ligne soit minimale.

R_a est la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts à la ligne moyenne, telle que :

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |Y_i| \quad (\text{B.1})$$

R_q est la racine carrée de la moyenne arithmétique des carrés des écarts à la ligne moyenne :

$$R_q = \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Y_i^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{B.2})$$

R_y (ISO, JIS) est la hauteur maximale du profil, soit la somme de la hauteur Y_p de la saillie la plus haute par rapport à la ligne moyenne et de la profondeur Y_v du creux le plus bas par rapport à la ligne moyenne. Attention, les 2 valeurs sont des distances à la ligne moyenne et sont positives, telles que :

$$R_y = Y_p + Y_v \quad (\text{B.3})$$

R_z (ISO, JIS) est la hauteur des irrégularités sur 10 points. Il s'agit du total de 2 moyennes qui représentent la hauteur moyenne des 5 saillies les plus hautes et la profondeur moyenne des 5 creux les plus bas :

$$R_z = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 Y_{pi} + \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 Y_{vi} \quad (\text{B.4})$$

Taux et courbe de portance : Le taux de portance est calculé par l'intersection des segments de la rugosité avec une ligne imaginaire de profondeur x . Soit :

$$t_p(x) = \frac{\text{longueur intersectée}}{\text{longueur totale d'étude}} \times 100; \text{ pour une profondeur } x. \quad (\text{B.5})$$

La courbe de portance utilise le taux de portance afin de tracer le profil de la Figure B.2. Voici la méthode d'exploitation de la courbe de portance dite BAC : soit une ligne qui traverse deux points A et B, dont les valeurs t_p ont 40% d'écart et dont l'inclinaison est minimale. Les intersections de cette ligne et des lignes $t_p = 0\%$ et $t_p = 100\%$ correspondent aux points C et D. La différence entre les ordonnées des points C et D est appelée « hauteur centrale » (R_k).

Soit un point H dont l'ordonnée est la même que celle du point C. Soit I l'intersection entre la courbe et la droite d'équation $t_p = 0$. Le point J est défini sur la ligne $t_p = 0$ de telle façon que la zone délimitée par les segments CH et CI et par la courbe HI ait une aire égale à celle du triangle CHJ. R_{pk} est alors la distance entre les points C et J. L'abscisse du point H correspond à M_{r1} . A1 correspond à l'aire du triangle CHJ. La même méthode est utilisée pour la définition des points E, F et G.

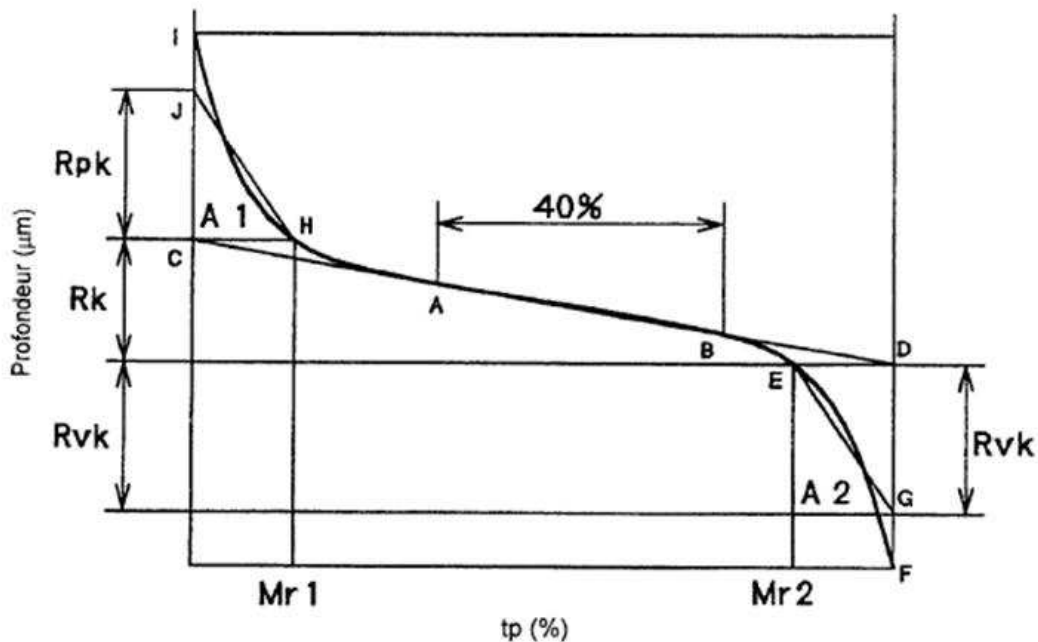


FIGURE B.2 – Exploitation de la courbe représentative du taux de portance

2. Analyse 3D

Les études 3D sont réalisées sur un nombre M de profils parallèles de longueur N. Les calculs des paramètres sont donc faits sur les profils comme pour une étude 2D.

Nous allons regarder 2 types de paramètres, les paramètres d'amplitude, extrapolation directe des paramètres 2D et les paramètres fonctionnels.

2.1. Paramètres d'amplitude

Alors que les paramètres de rugosité étaient annoncés par la lettre R, les paramètres topographiques commencent par S. On obtient donc pour la moyenne arithmétique des écarts à la moyenne :

$$S_a = \frac{1}{MN} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^M |Y_{i,j}| \quad (\text{B.6})$$

et pour S_q , la racine carrée de la moyenne arithmétique des carrés des écarts à la ligne moyenne :

$$S_q = \left(\frac{1}{MN} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^M Y_{i,j}^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{B.7})$$

2.2. Paramètres fonctionnels

Ce sont des paramètres issus de l'exploitation de la courbe de portance.

Les paramètres S_k (rugosité du noyau), S_{pk} (rugosité des pics), S_{vk} (rugosité des vallées), S_{r1} et S_{r2} (surfaces portantes supérieure et inférieure) sont des extensions des paramètres 2D R_k , R_{pk} , R_{vk} , M_{r1} et M_{r2} .

Des paramètres dérivés des premiers permettent une lecture adimensionnelle. Plus l'indice S_{bi} (indice de portance) est élevé, plus la surface présente des plateaux d'usure. Alors que des indices S_{ci} (indice de rétention du noyau) et S_{vi} (indice de rétention des vallées) importants indiquent que la surface présente de bonnes propriétés de rétention de fluide.

La courbe de portance permet également de simuler la fonctionnalité mécanique d'une surface dans différents régimes. Comme l'indique la Figure B.3, on peut distinguer trois zones de fonctionnement dans la courbe de portance telles que :

- Zone de contact I (critère de rodage) : c'est la zone qui correspond à un niveau de coupe de $h = 5\%$; la hauteur correspondant à ce taux de portance permet de calculer l'indice de portance :

$$S_{bi} = \frac{S_q}{h_{5\%}} \quad (\text{B.8})$$

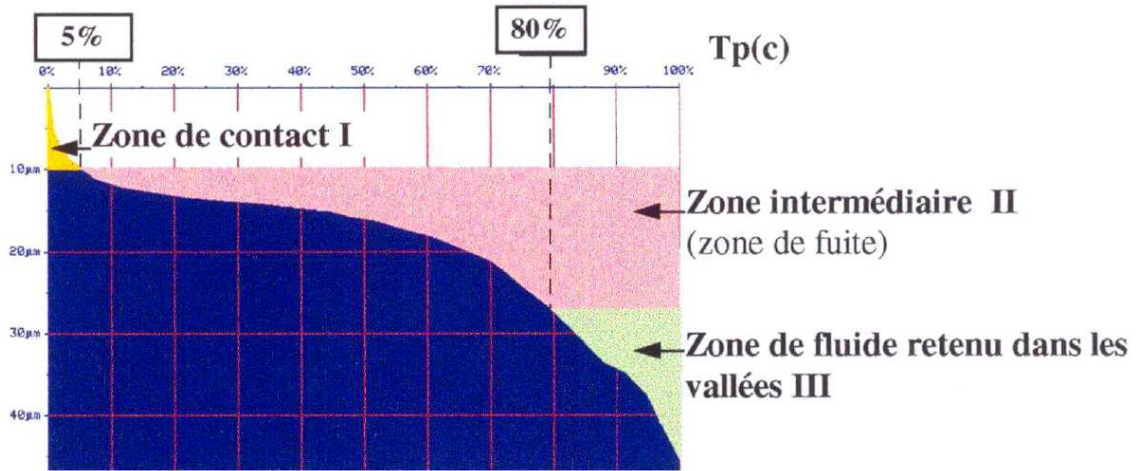


FIGURE B.3 – Les trois zones de fonctionnement dans la courbe de portance

Une valeur élevée de l'indice S_{bi} indique une bonne propriété de portance. Pour une surface de distribution gaussienne, cet indicateur est de l'ordre de 0,61. Pour une large gamme de surfaces rugueuses, ce paramètre varie de 0,3 à 2. L'usure d'une surface se manifeste par une augmentation de la valeur de l'indice de portance.

- Zone intermédiaire II (critère de fonctionnement) : c'est la zone comprise entre les niveaux de coupe de 5% et 80%. C'est dans cette zone que l'on détermine l'indice de retenue de fluide compris entre 2 volumes de vide, à 2 niveaux de coupe de 5% et 80% et qui a comme expression :

$$S_{ci} = \frac{V_v(h_{5\%}) - V_v(h_{80\%})}{(M - 1)(N - 1) \cdot \Delta x \cdot \Delta y \cdot S_q} \quad (\text{B.9})$$

Une valeur élevée de cet indice indique une bonne retenue de fluide dans la zone intermédiaire. Pour une surface gaussienne, ce paramètre est de l'ordre de 1,56.

- zone de contact III (critère de lubrification) : c'est la zone qui correspond à un niveau de coupe de 80% :

$$S_{vi} = \frac{V_v(h_{80\%})}{(M - 1)(N - 1) \cdot \Delta x \cdot \Delta y \cdot S_q} \quad (\text{B.10})$$

Une valeur élevée de cet indice indique une bonne propriété de retenue de lubrifiant dans les vallées de la surface. Pour une distribution gaussienne, cet indice est de l'ordre de 0,11.

3. Matériel de relevé des mesures de rugosité et de topographie

Lors du choix du type de rugosimètre (soit un palpeur mécanique, avec contact ; soit un rugosimètre optique, sans contact), nous avons pris en compte la présence potentielle de débris après essais tribologiques. Nous avons alors privilégié le rugosimètre optique. Celui que nous utilisons est l'Altisur[®] 520 commercialisé par Altimet. Le logiciel qui permet un traitement rapide des données est Altimap. Il s'agit d'un rugosimètre confocal à champ étendu.

L'imagerie confocale chromatique (Brevet STIL) a été inventée en 1995 et est reconnue mondialement comme une technique précise et fiable pour la mesure de la profondeur et de la distance. Elle fait partie des rares techniques de métrologie 3D recommandée par la norme internationale ISO 25178.

Un objectif chromatique L (Fig. B.4) projette l'image d'un point source W selon un continuum d'images monochromatiques localisées sur l'axe optique (« codage chromatique »). Un échantillon placé dans cette zone de codage chromatique voit sa surface diffuser le pinceau de lumière incidente. La lumière retrodiffusée traverse l'objectif chromatique L dans le sens inverse et arrive sur un trou P qui filtre toutes les longueurs d'onde sauf une seule, λ_M . La lumière collectée est analysée par un spectrographe S. La longueur d'onde λ_M est caractéristique de la distance de l'objet. La sonde optique de l'Altisur[®] 520 utilisée a un faisceau de 350 μm .

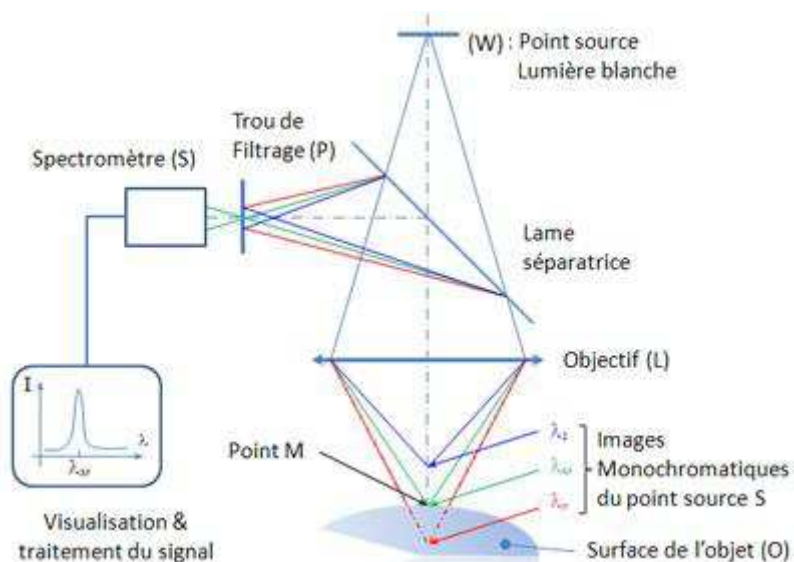


FIGURE B.4 – Principe d'un système optique confocal chromatique [Stilsa 2017]

Pour le calcul des différents paramètres annoncés précédemment, le choix de la longueur de profil relevé et le cut-off utilisé n'est pas anodin. En effet, la norme ISO 4288 préconise d'adapter ces deux paramètres aux valeurs de R_a et R_z selon le Tableau B.2.

3. Matériel de relevé des mesures de rugosité et de topographie

Matériel	Distance de travail	Résolution en Z	Précision	Diamètre du spot	Résolution latérale	Angle limite
Confocal 350 μm	12 mm	10 nm	0,1 μm	8/3 μm	4/1,5 μm	30°

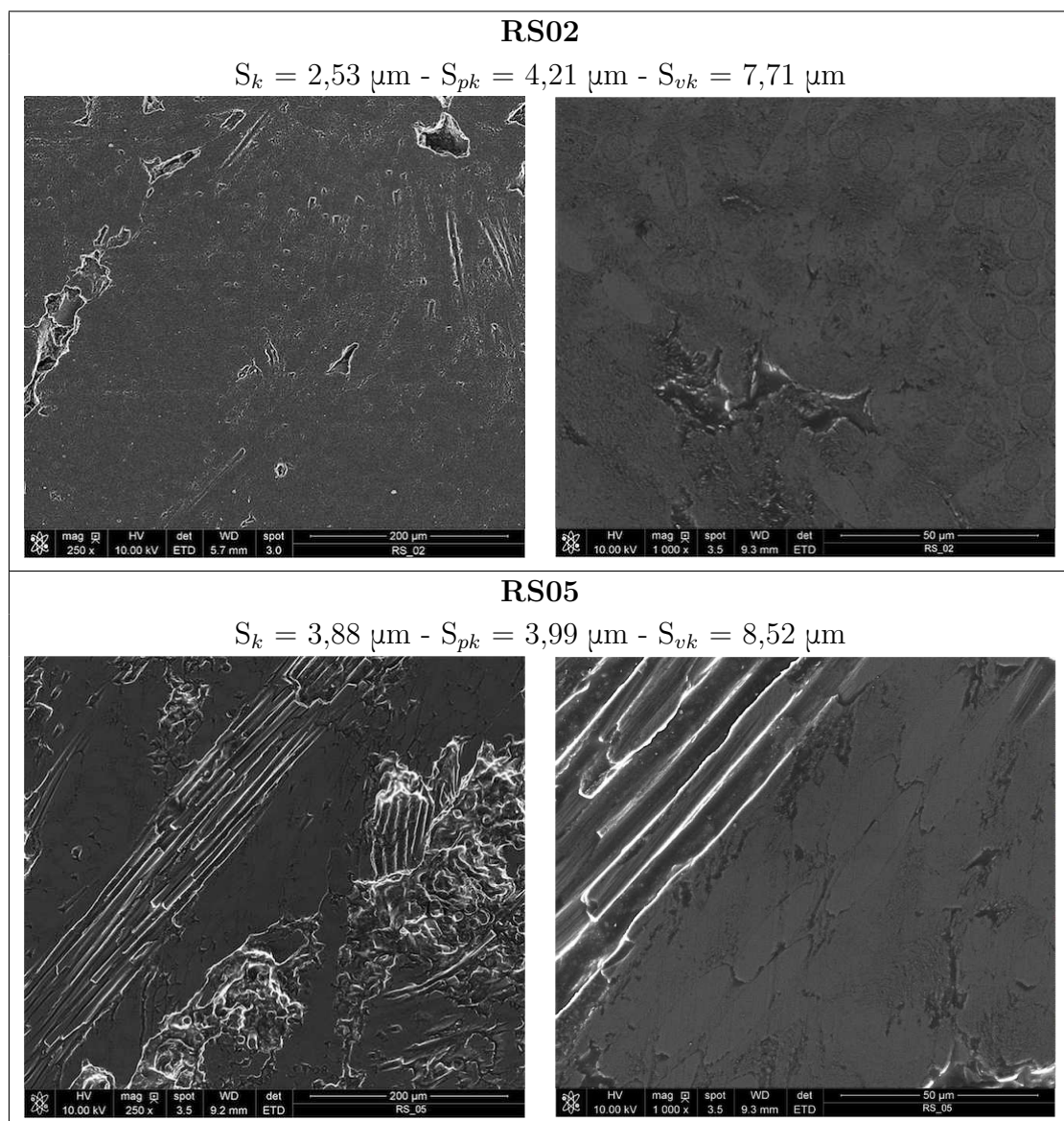
TABLEAU B.1 – Caractéristiques d'un microscope confocal STIL

Cut-off (mm)	pas des stries de profils périodiques AR (mm)	Valeurs de mesures lors de profils apériodiques		Course de mesure (mm)
		Ra (micron)	Rz (microns)	
0,08	0,01 – 0,032	< 0,02	< 0,1	0,48
0,25	0,032 – 0,1	0,02 – 0,1	0,1 – 0,5	1,5
0,8	0,1 – 0,32	0,1 – 2	0,5 – 10	4,8
2,5	0,32 – 1,0	2 – 10	10 – 50	15
8	1,0 – 3,2	> 10	> 50	48

TABLEAU B.2 – Choix de la longueur de course et du cut-off à appliquer en fonction du R_a et du R_z (ISO 4288)

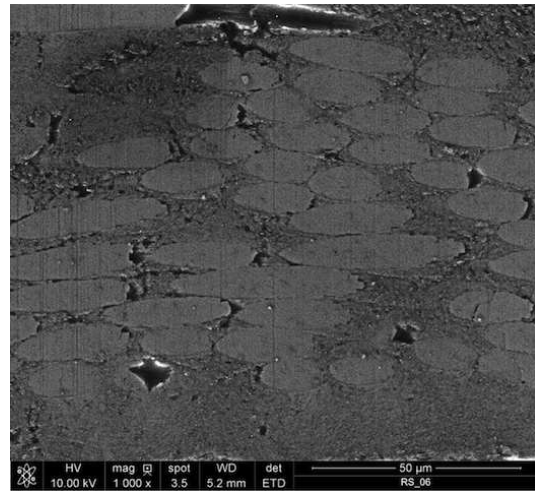
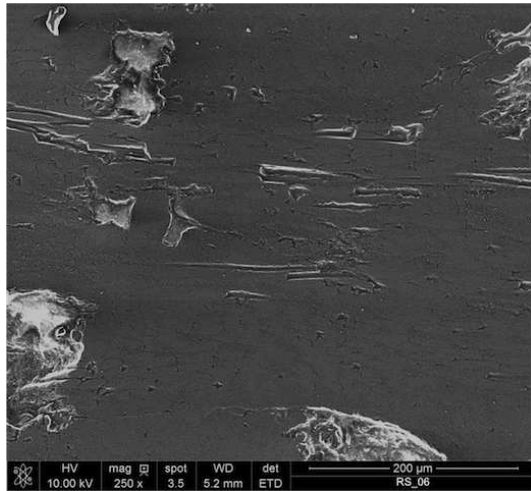
Annexe C

Caractérisation des états de surface polis (P) et revenants de service (RS)



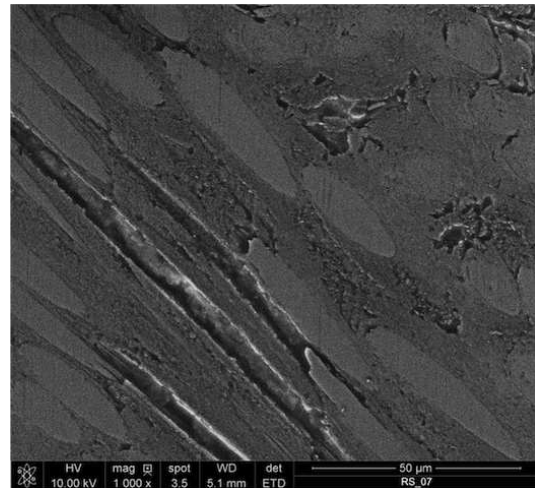
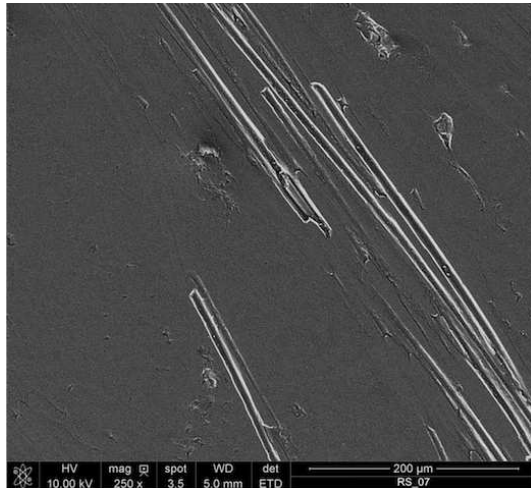
RS06

$$S_k = 3,14 \mu\text{m} - S_{pk} = 4,93 \mu\text{m} - S_{vk} = 12,19 \mu\text{m}$$



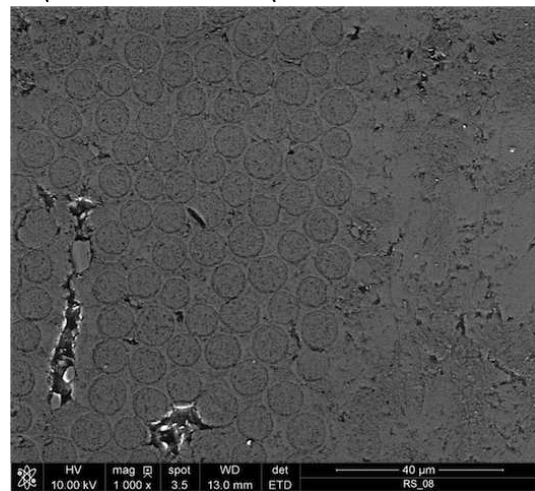
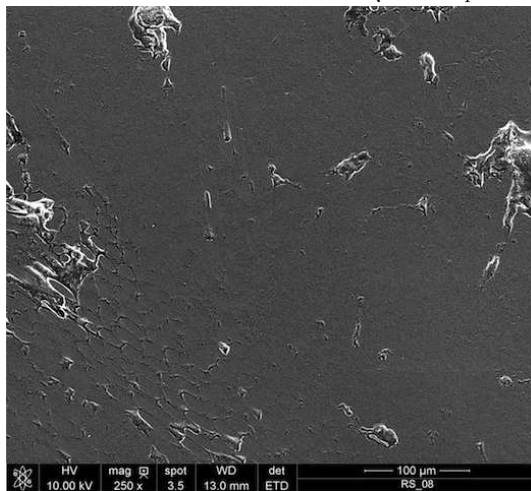
RS07

$$S_k = 1,28 \mu\text{m} - S_{pk} = 1,27 \mu\text{m} - S_{vk} = 1,96 \mu\text{m}$$



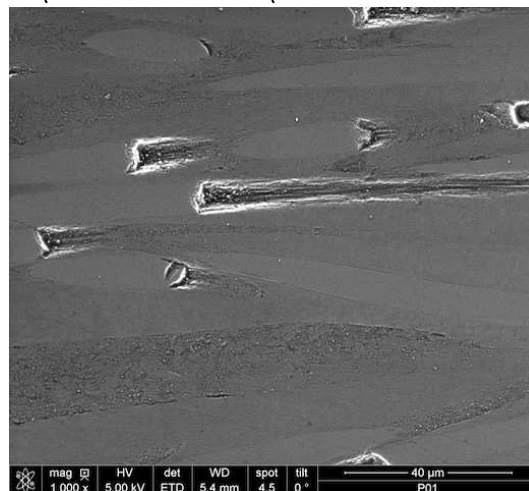
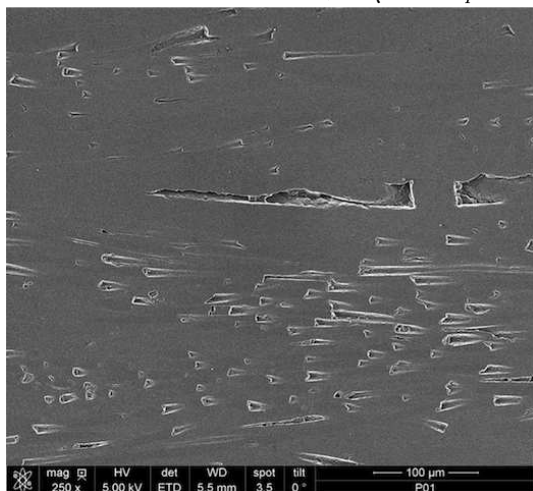
RS08

$$S_k = 1,54 \mu\text{m} - S_{pk} = 1,56 \mu\text{m} - S_{vk} = 2,66 \mu\text{m}$$



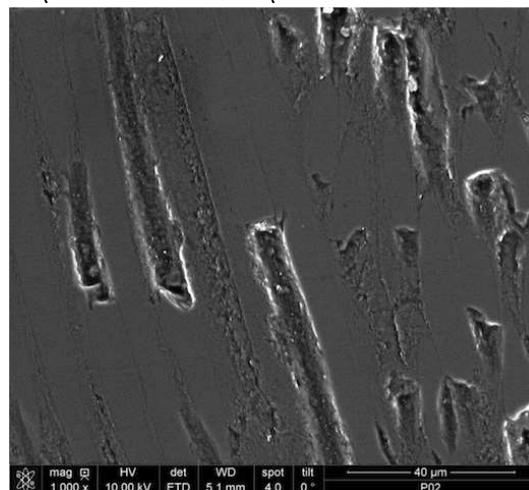
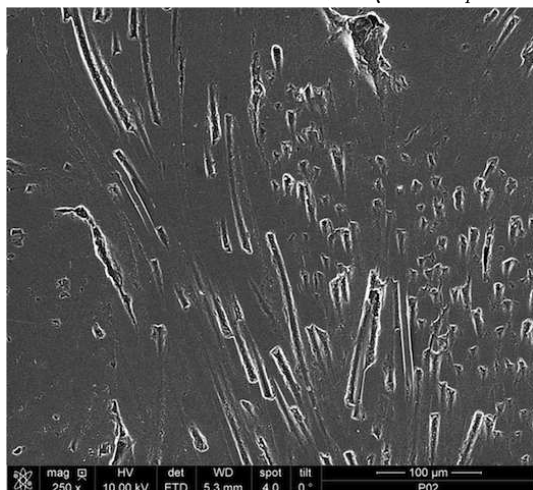
P01

$$S_k = 3,43 \mu\text{m} - S_{pk} = 3,59 \mu\text{m} - S_{vk} = 9,93 \mu\text{m}$$



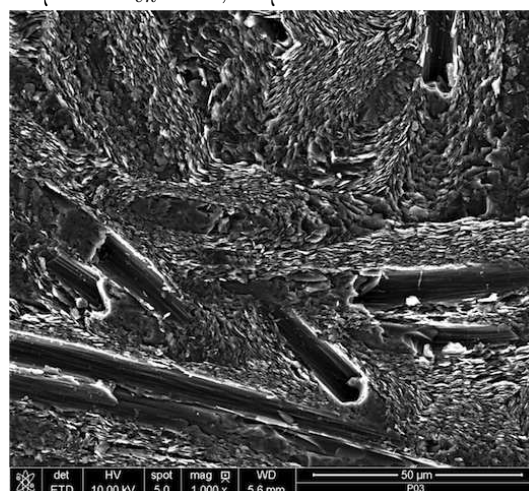
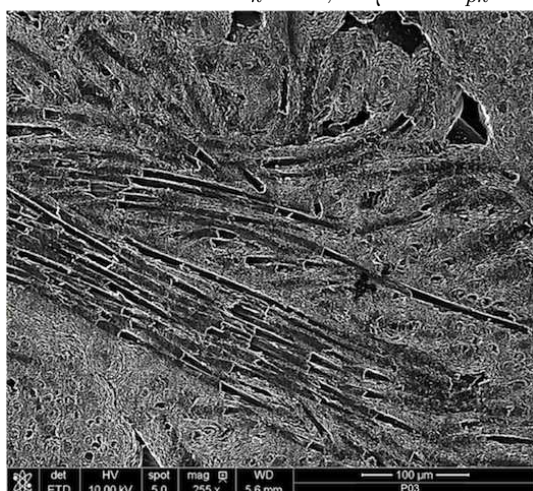
P02

$$S_k = 2,22 \mu\text{m} - S_{pk} = 2,63 \mu\text{m} - S_{vk} = 5,62 \mu\text{m}$$



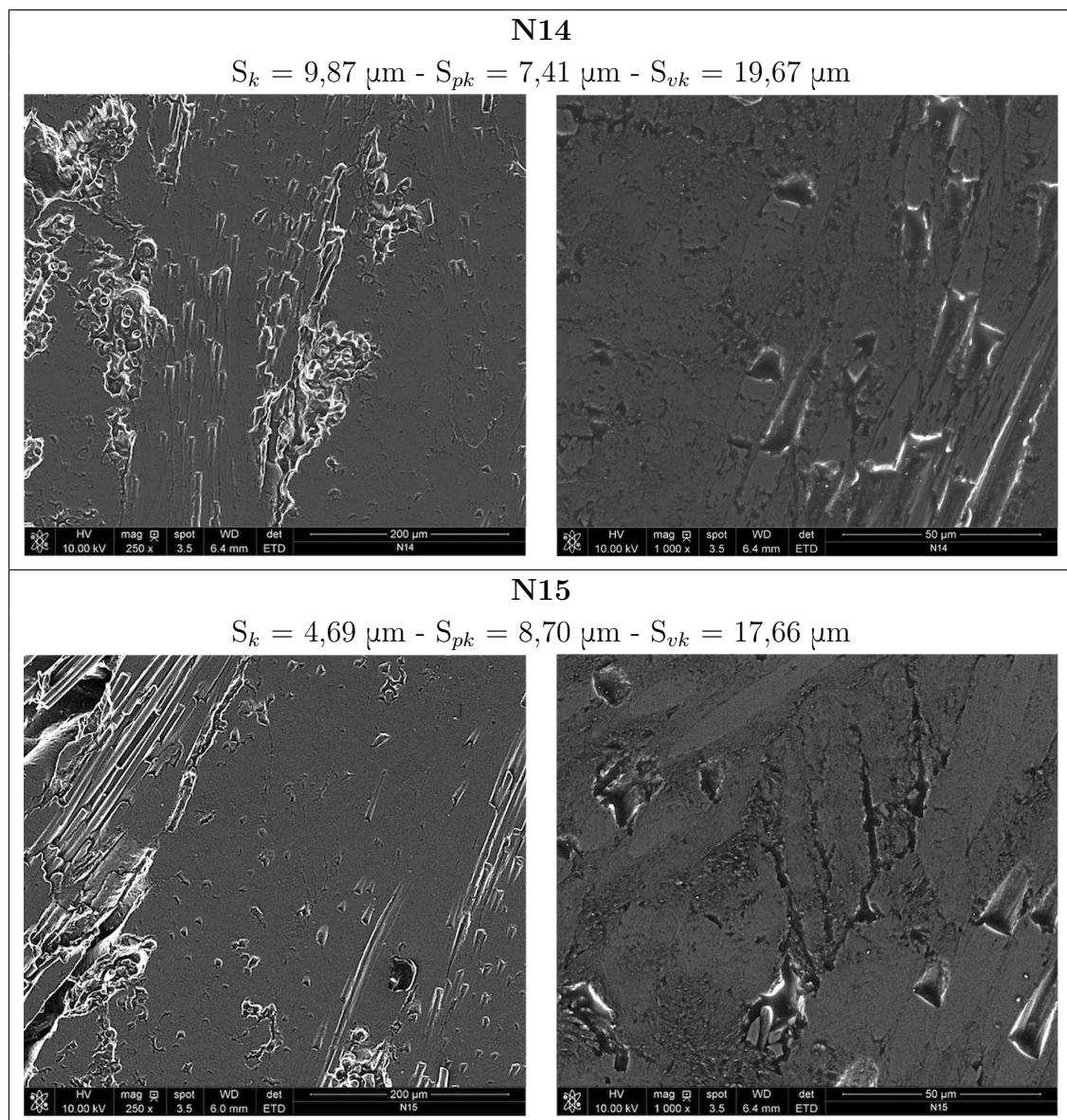
P03

$$S_k = 1,85 \mu\text{m} - S_{pk} = 1,66 \mu\text{m} - S_{vk} = 3,54 \mu\text{m}$$



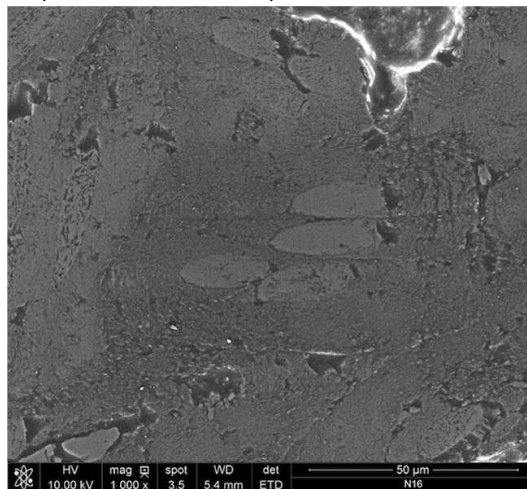
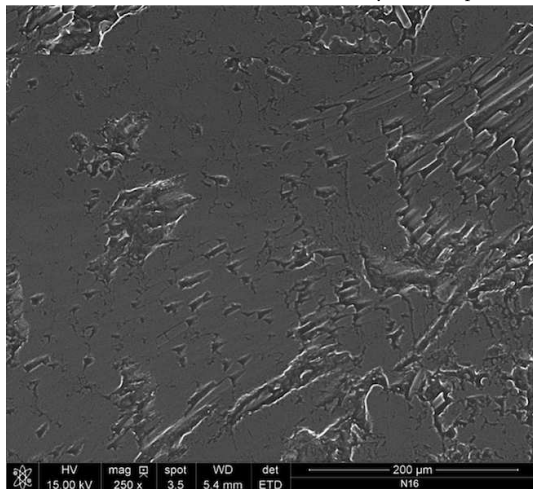
Annexe D

Caractérisation des états de surface générés par les essais tribologiques



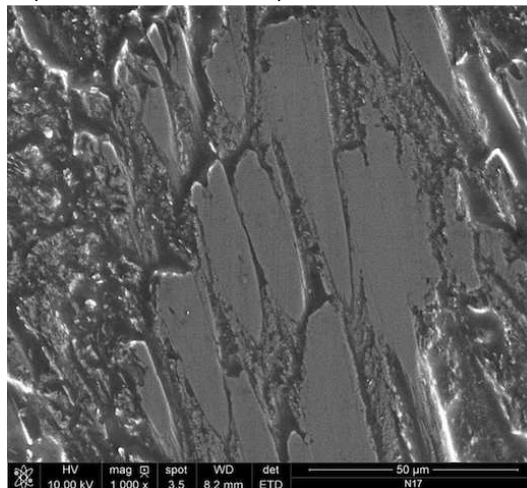
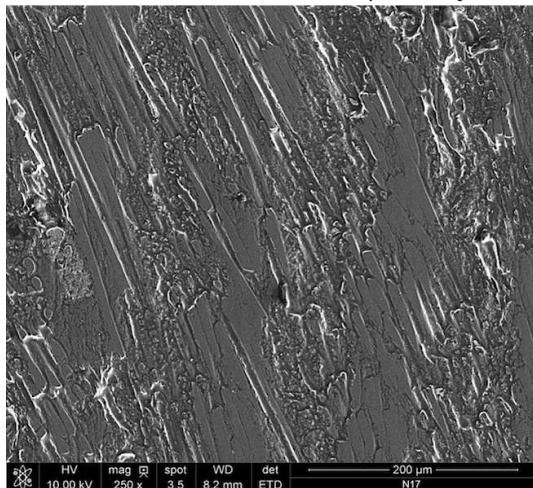
N16

$$S_k = 4,57 \mu\text{m} - S_{pk} = 5,72 \mu\text{m} - S_{vk} = 7,01 \mu\text{m}$$



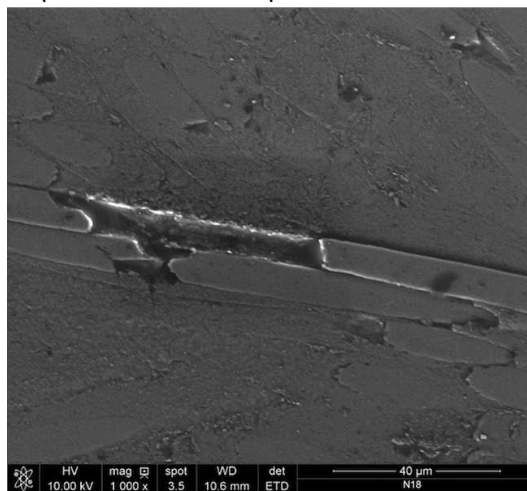
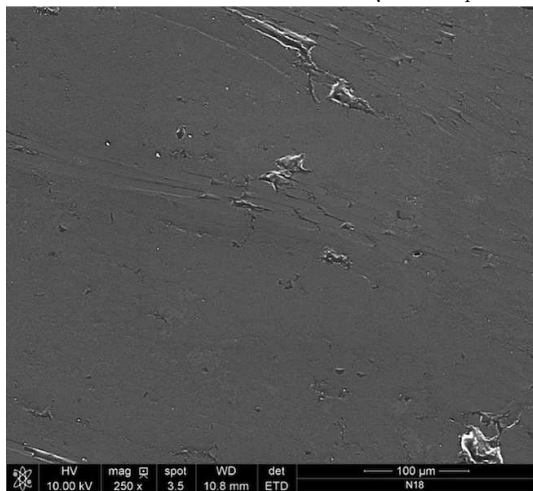
N17

$$S_k = 9,13 \mu\text{m} - S_{pk} = 6,90 \mu\text{m} - S_{vk} = 16,16 \mu\text{m}$$



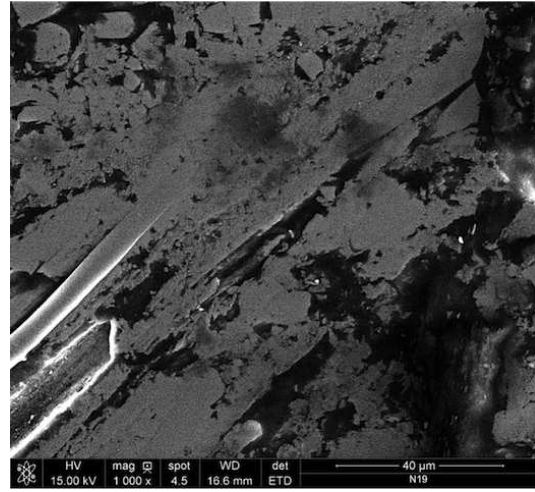
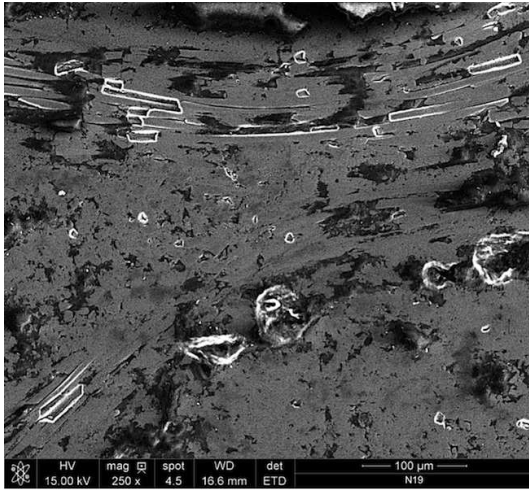
N18

$$S_k = 2,61 \mu\text{m} - S_{pk} = 4,96 \mu\text{m} - S_{vk} = 8,23 \mu\text{m}$$



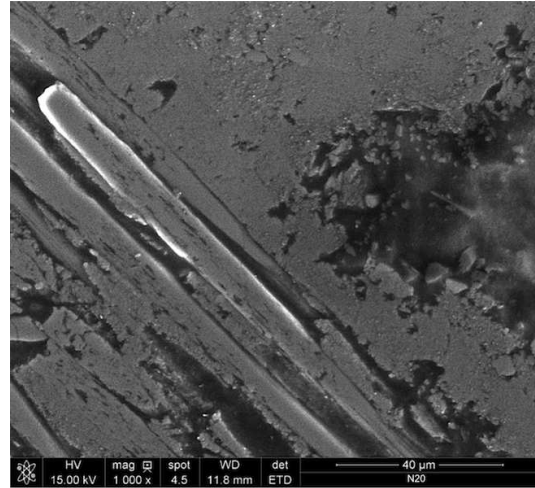
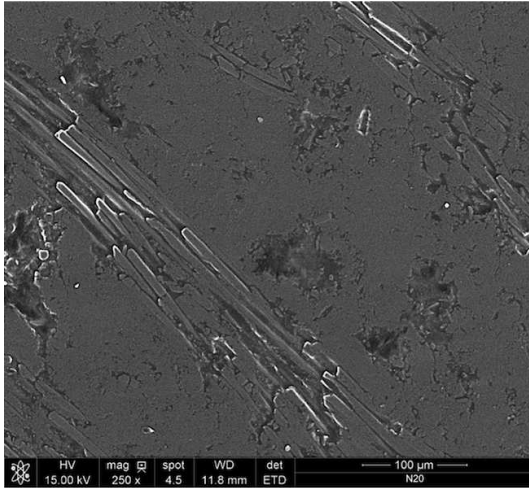
N19

$$S_k = 2,18 \mu\text{m} - S_{pk} = 2,91 \mu\text{m} - S_{vk} = 7,35 \mu\text{m}$$



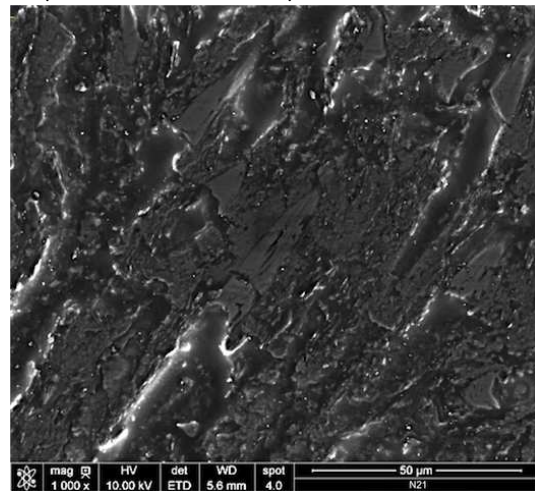
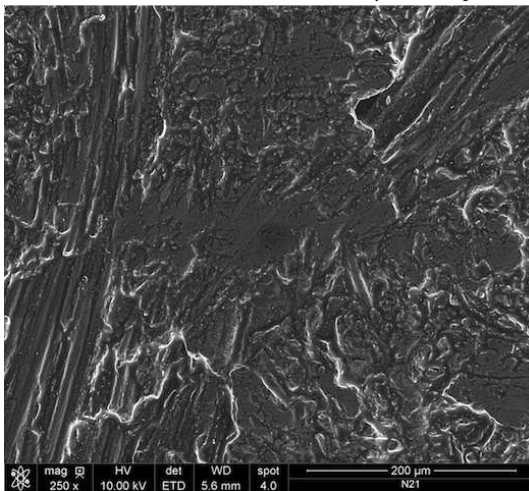
N20

$$S_k = 3,47 \mu\text{m} - S_{pk} = 3,45 \mu\text{m} - S_{vk} = 6,76 \mu\text{m}$$



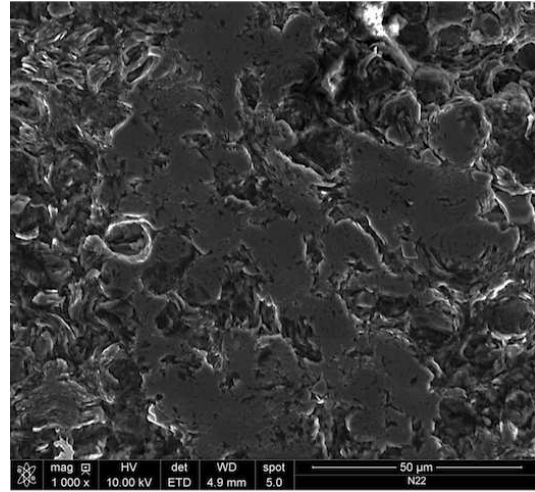
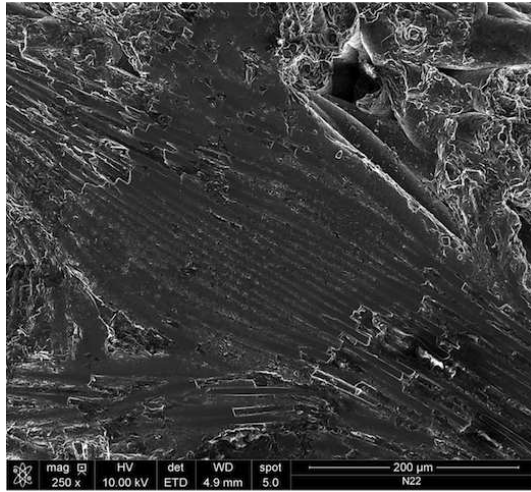
N21

$$S_k = 11,29 \mu\text{m} - S_{pk} = 5,78 \mu\text{m} - S_{vk} = 17,31 \mu\text{m}$$



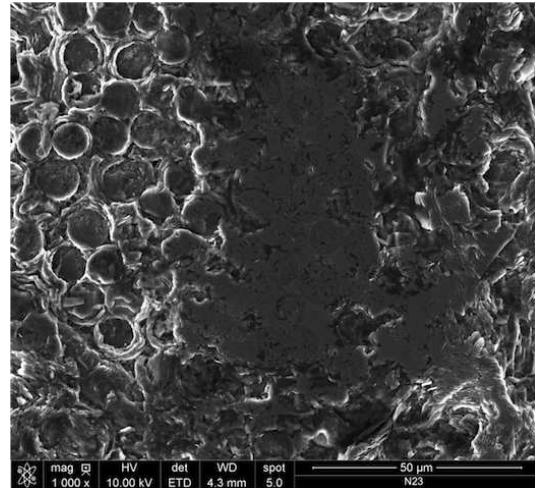
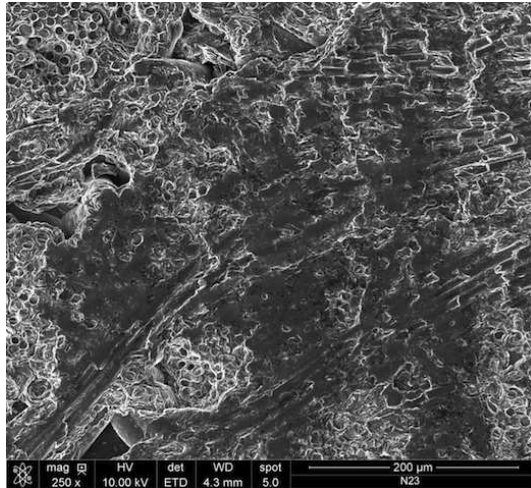
N22

$$S_k = 11,37 \mu\text{m} - S_{pk} = 6,95 \mu\text{m} - S_{vk} = 22,38 \mu\text{m}$$



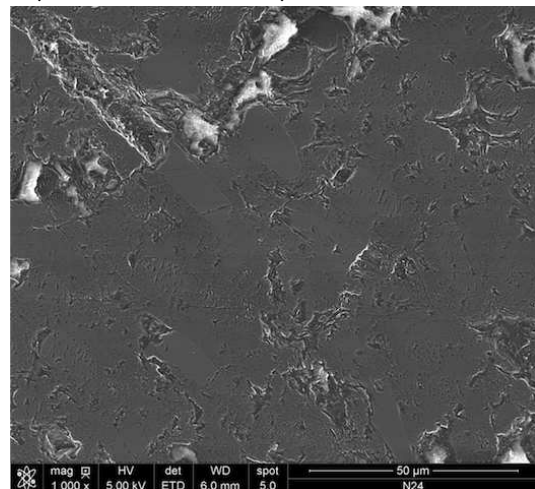
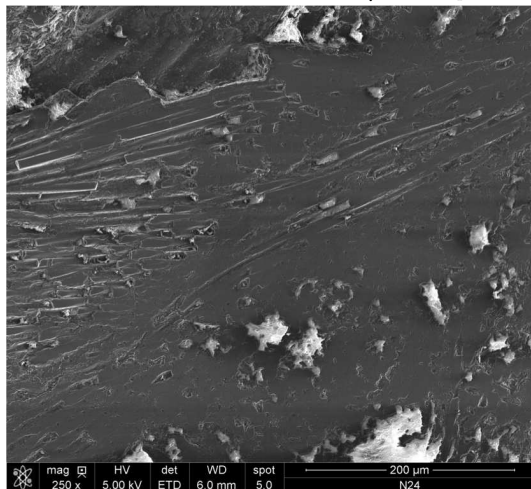
N23

$$S_k = 10,19 \mu\text{m} - S_{pk} = 8,77 \mu\text{m} - S_{vk} = 19,91 \mu\text{m}$$



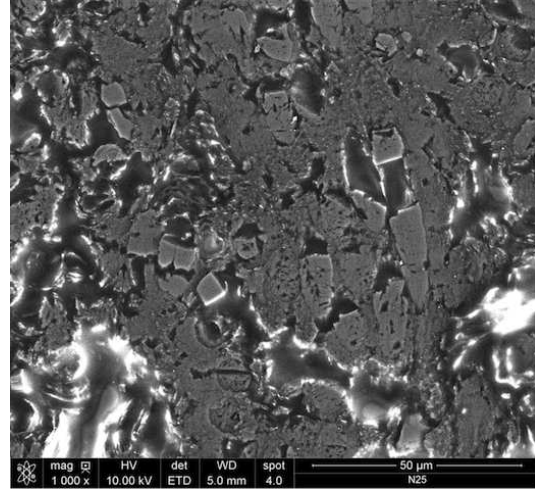
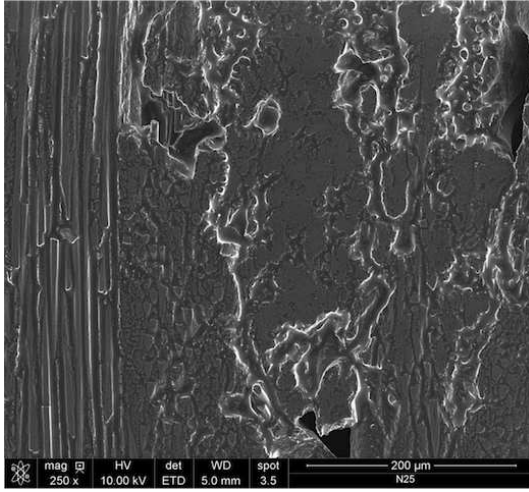
N24

$$S_k = 5,26 \mu\text{m} - S_{pk} = 5,45 \mu\text{m} - S_{vk} = 15,73 \mu\text{m}$$



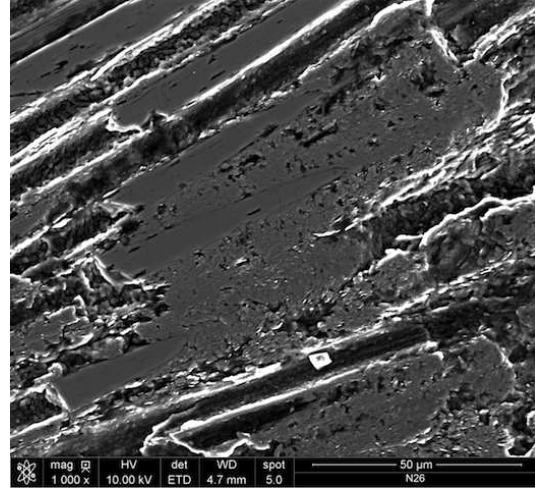
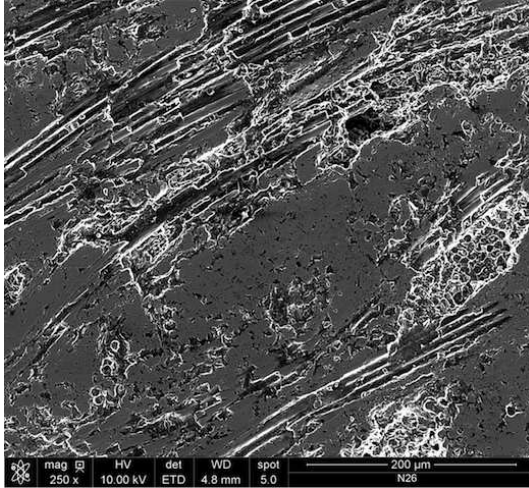
N25

$$S_k = 9,87 \mu\text{m} - S_{pk} = 7,41 \mu\text{m} - S_{vk} = 19,67 \mu\text{m}$$



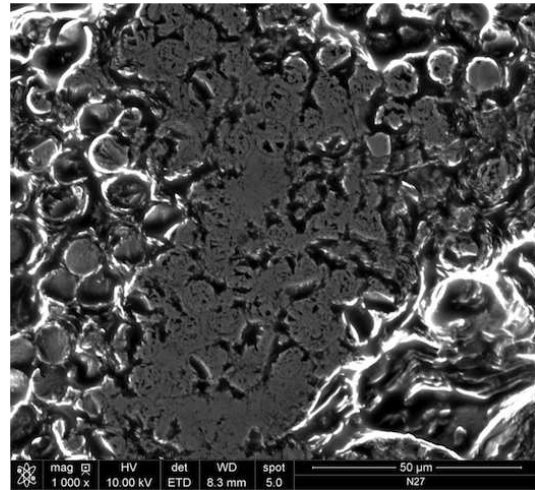
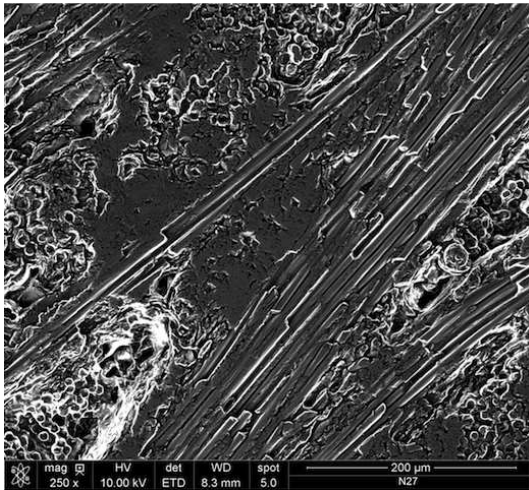
N26

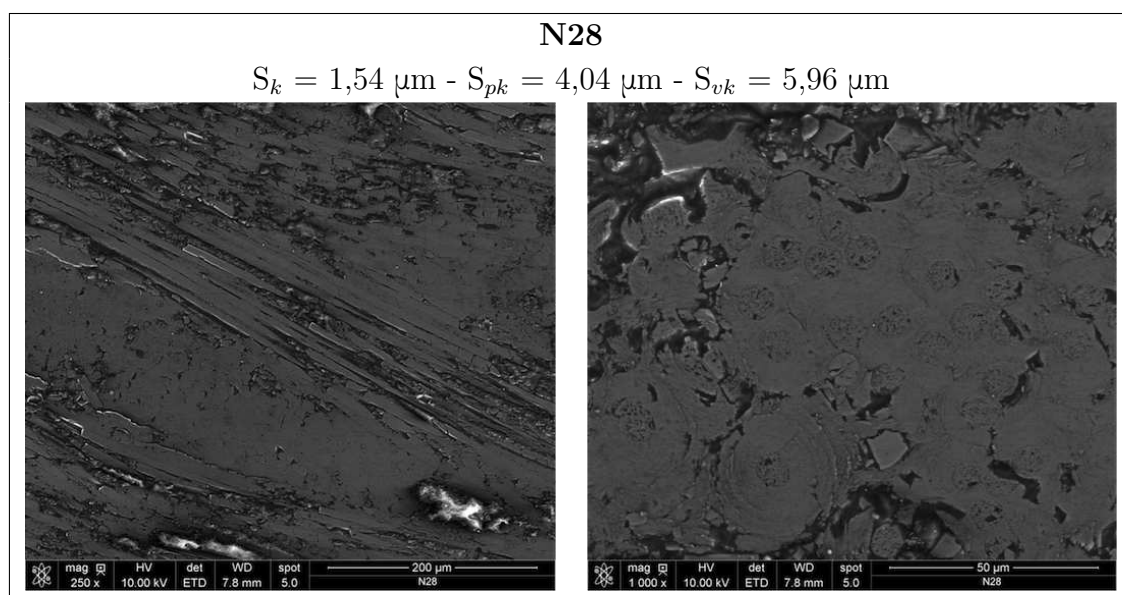
$$S_k = 7,83 \mu\text{m} - S_{pk} = 6,96 \mu\text{m} - S_{vk} = 23,17 \mu\text{m}$$



N27

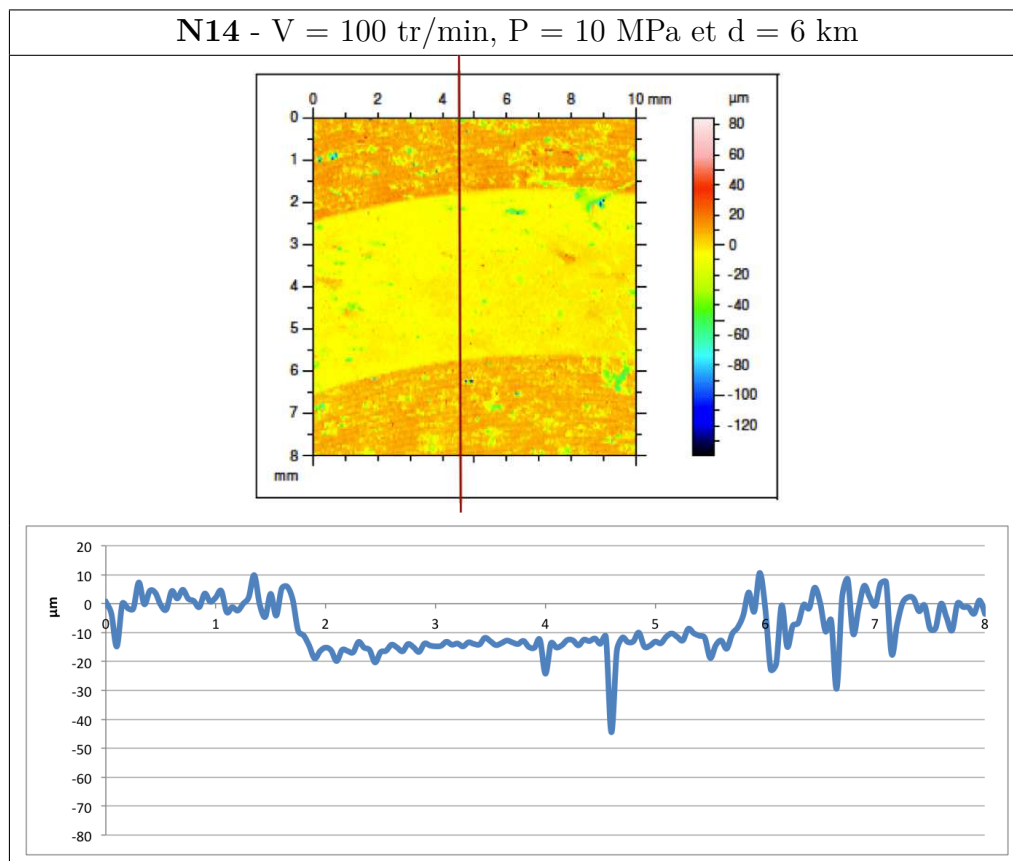
$$S_k = 6,78 \mu\text{m} - S_{pk} = 4,11 \mu\text{m} - S_{vk} = 14,72 \mu\text{m}$$



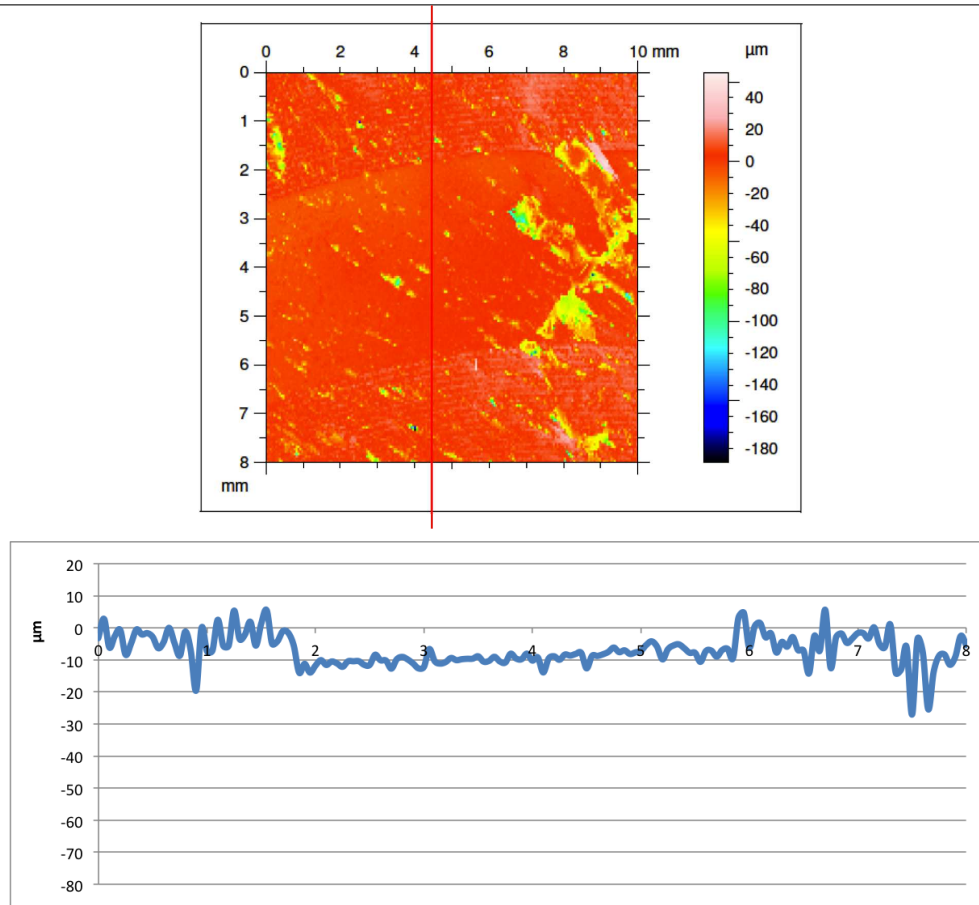


Annexe E

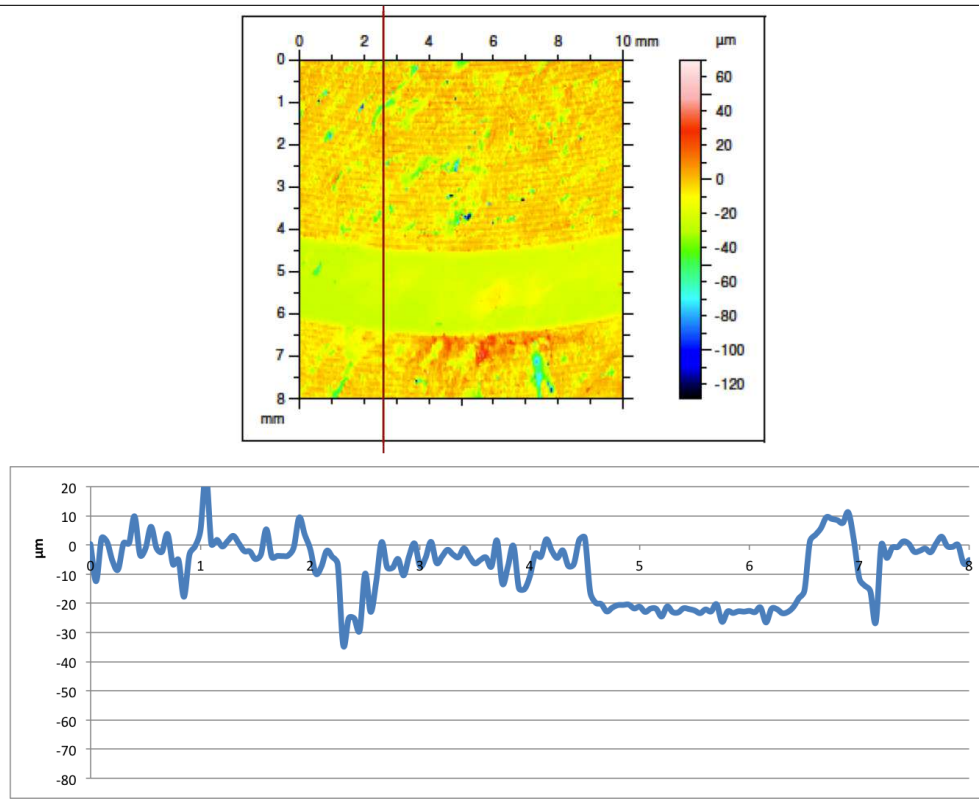
Profils d'usure des échantillons tribologiques



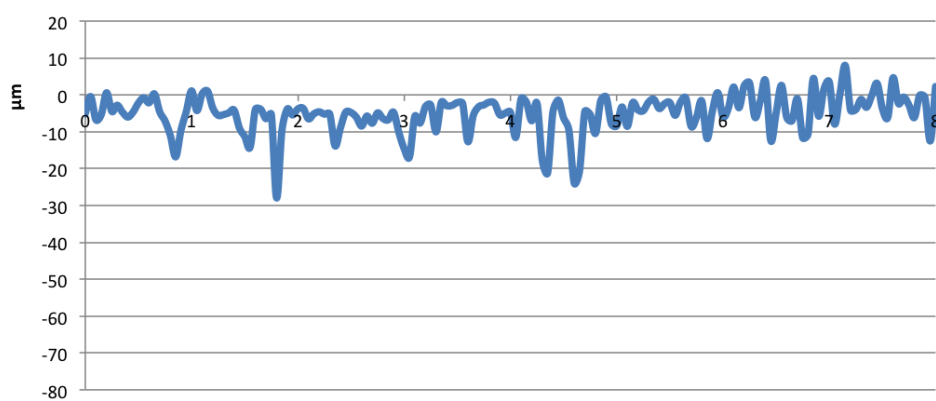
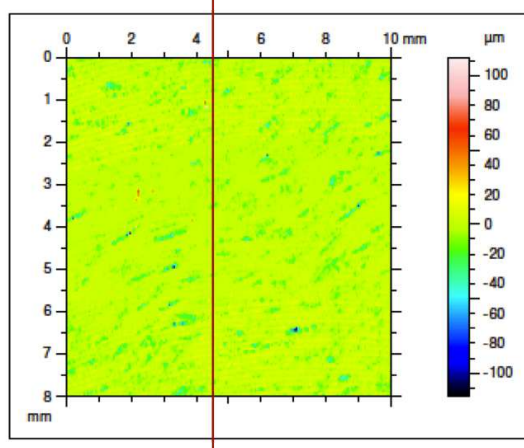
N15 - $V = 10 \text{ tr/min}$, $P = 2 \text{ MPa}$ et $d = 2 \text{ km}$



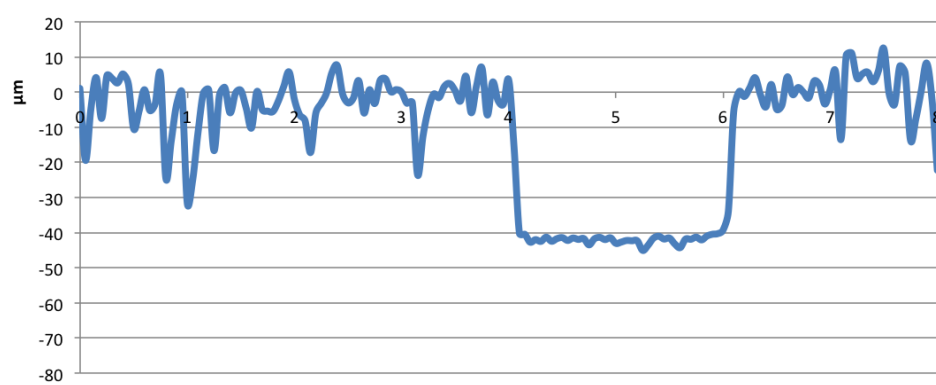
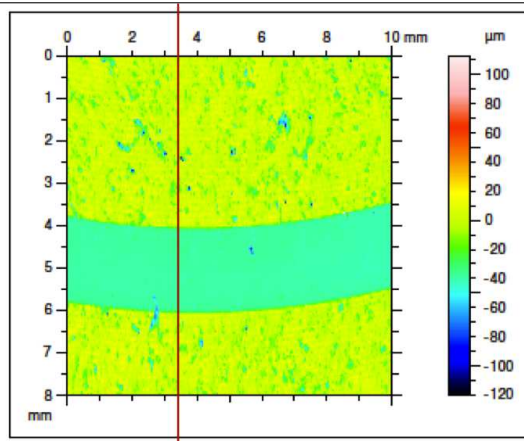
N16 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 20 \text{ MPa}$ et $d = 20 \text{ km}$



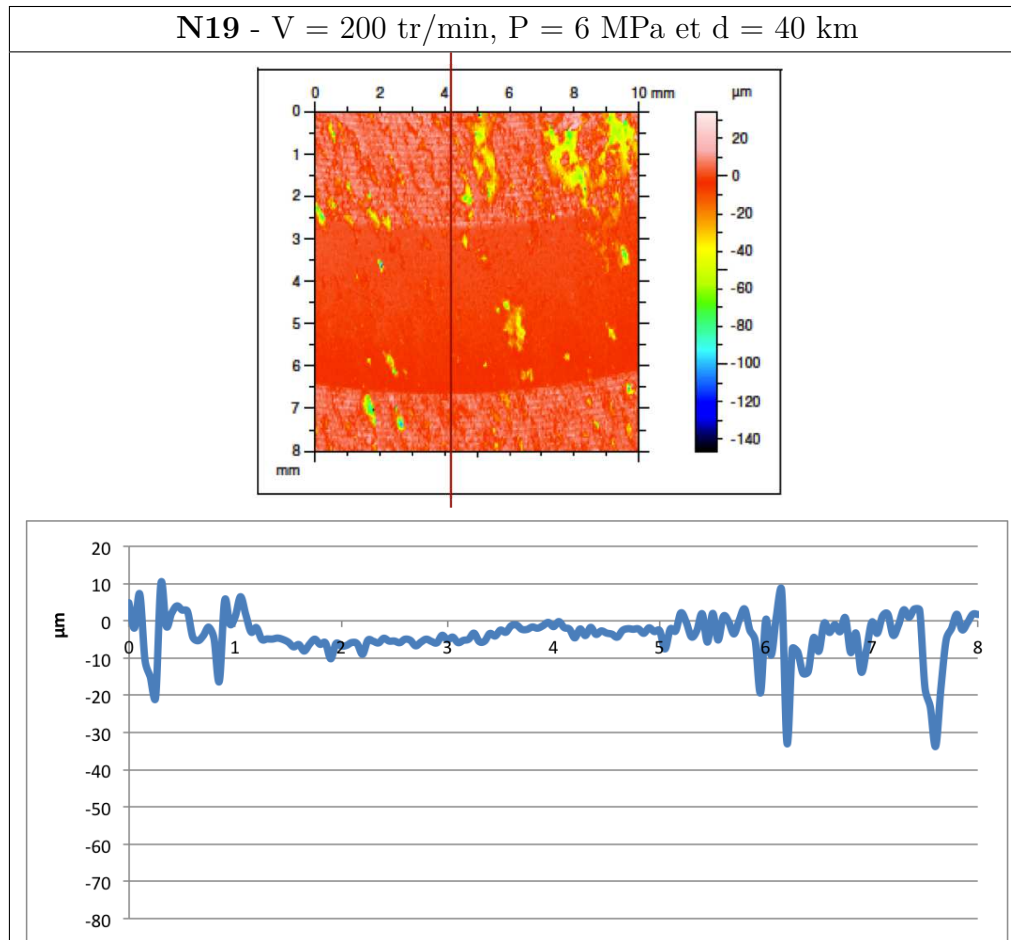
N17 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 2 \text{ MPa}$ et $d = 20 \text{ km}$



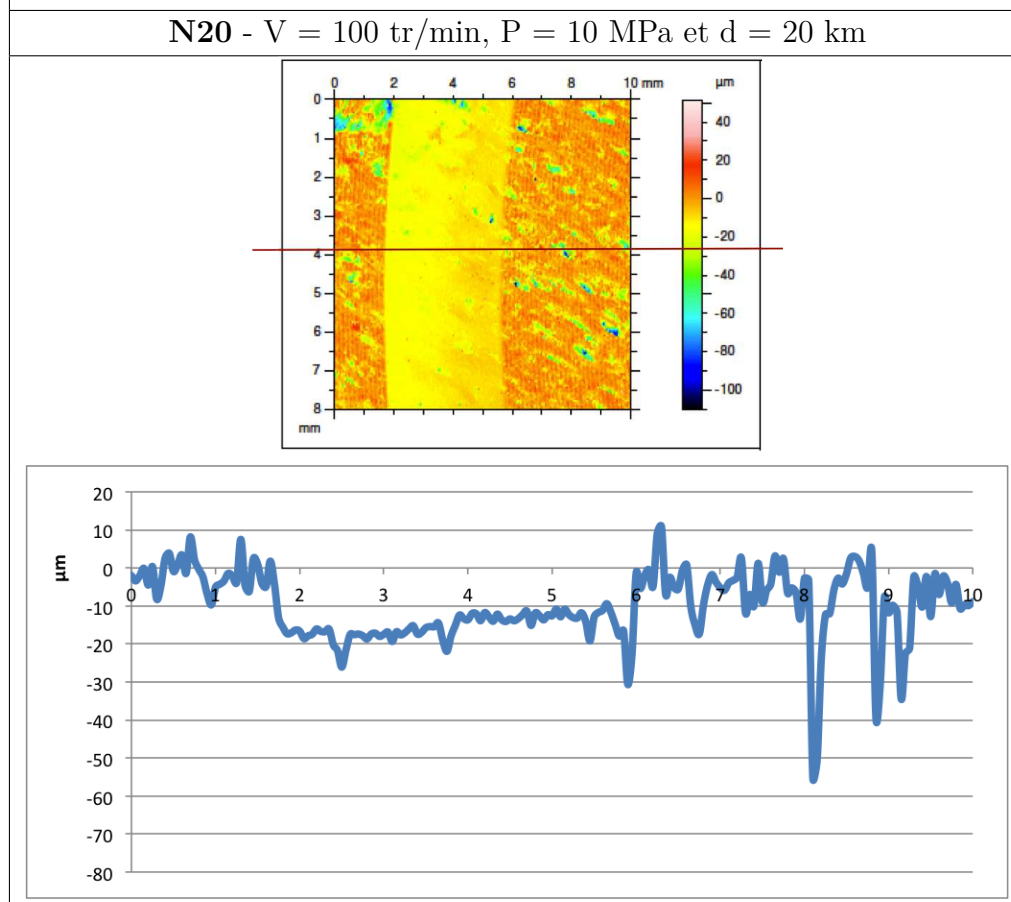
N18 - $V = 10 \text{ tr/min}$, $P = 10 \text{ MPa}$ et $d = 2 \text{ km}$



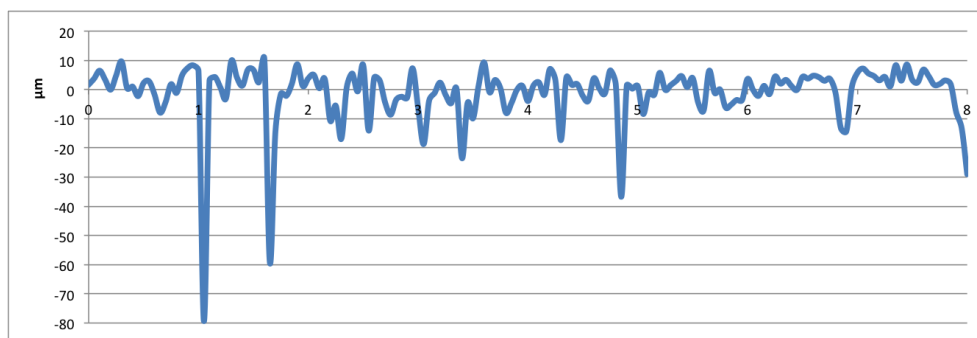
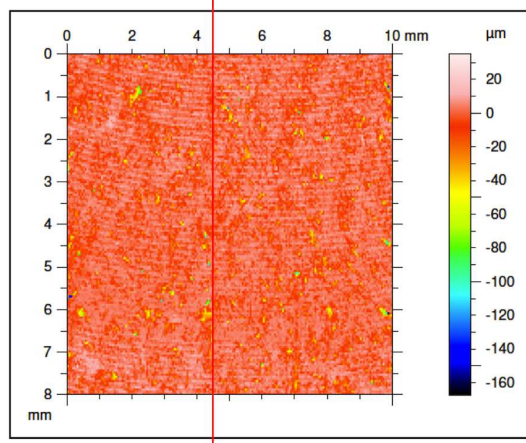
N19 - $V = 200 \text{ tr/min}$, $P = 6 \text{ MPa}$ et $d = 40 \text{ km}$



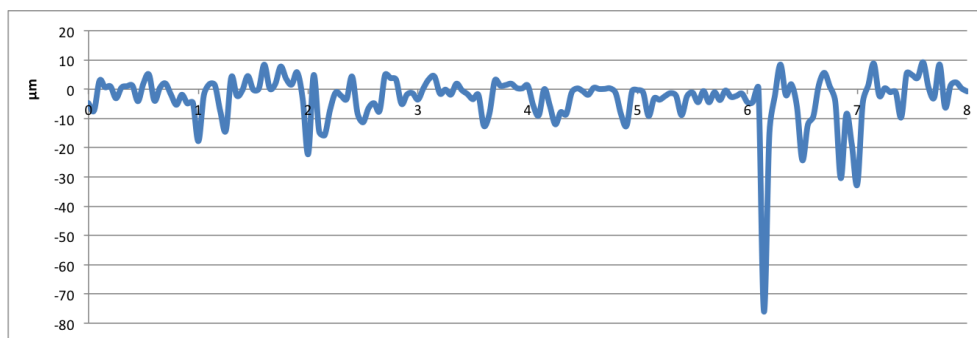
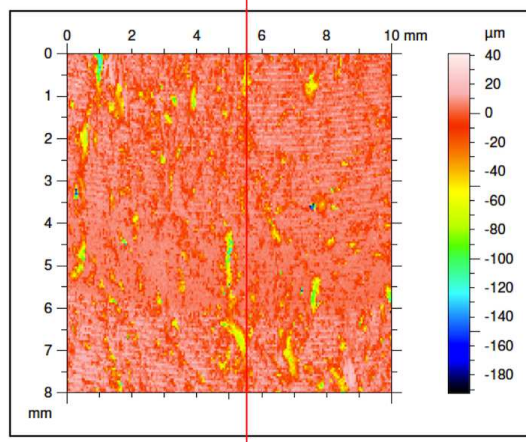
N20 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 10 \text{ MPa}$ et $d = 20 \text{ km}$



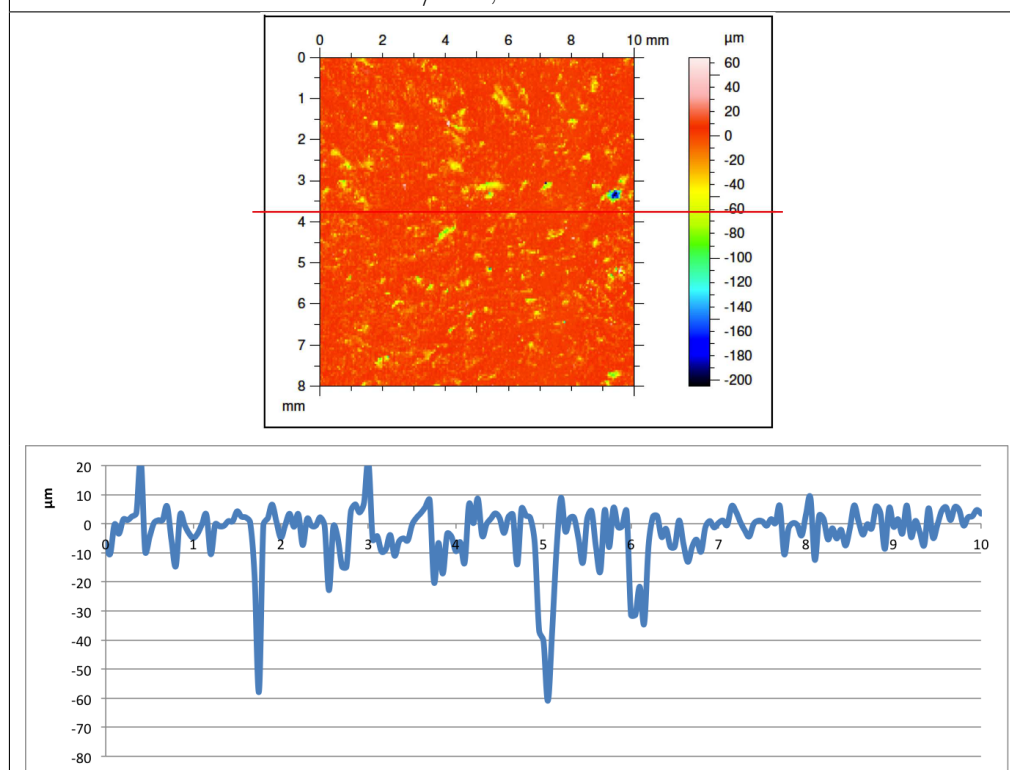
N21 - $V = 200 \text{ tr/min}$, $P = 2 \text{ MPa}$ et $d = 2 \text{ km}$



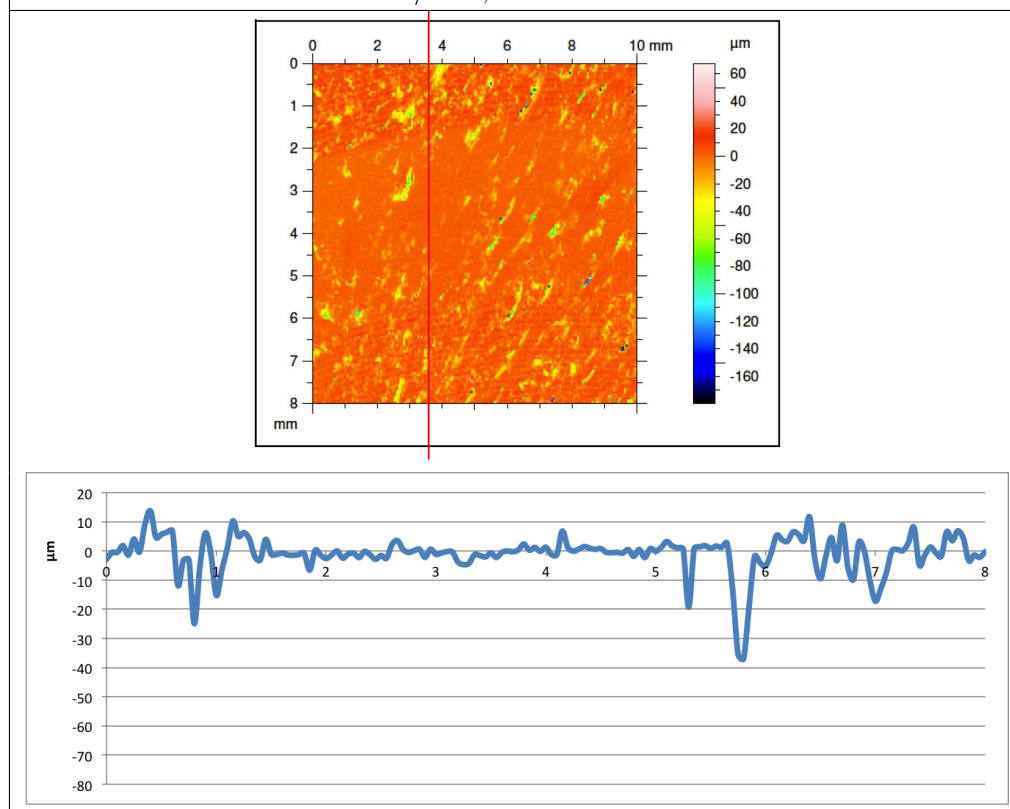
N22 - $V = 200 \text{ tr/min}$, $P = 2 \text{ MPa}$ et $d = 100 \text{ km}$



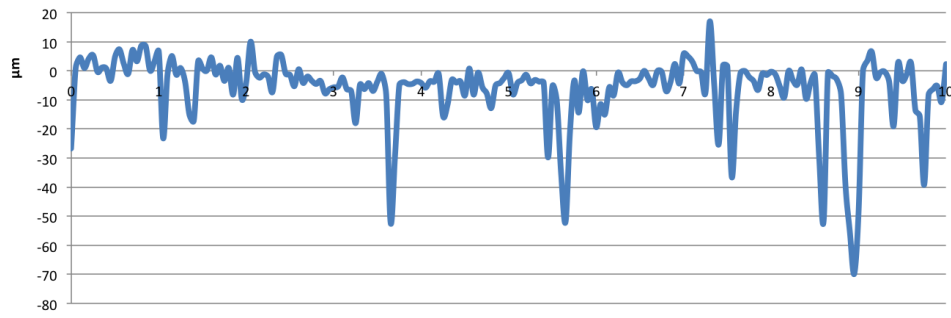
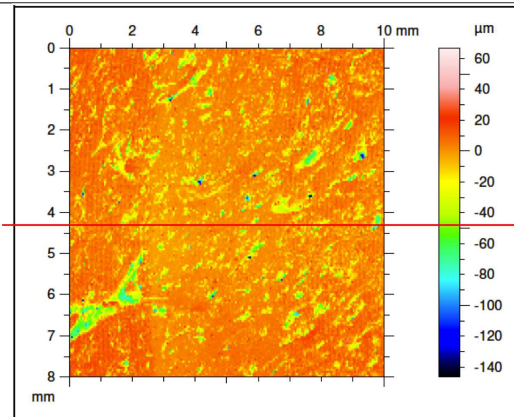
N23 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 6 \text{ MPa}$ et $d = 20 \text{ km}$



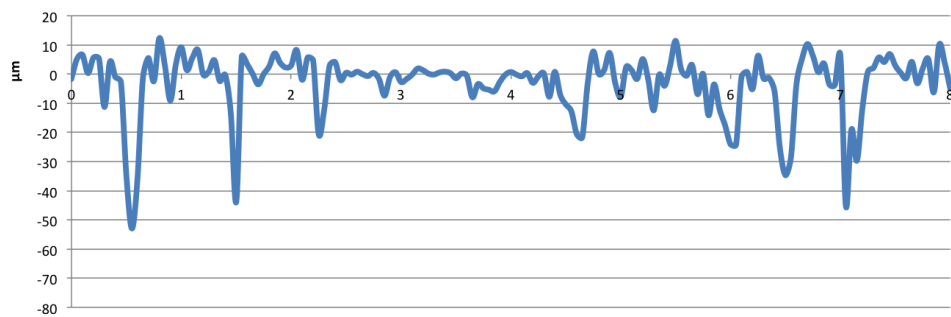
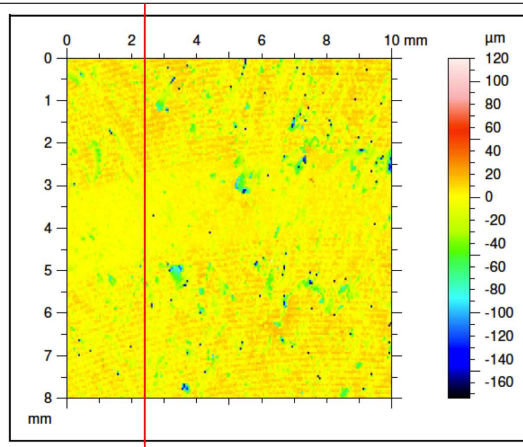
N24 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 6 \text{ MPa}$ et $d = 100 \text{ km}$



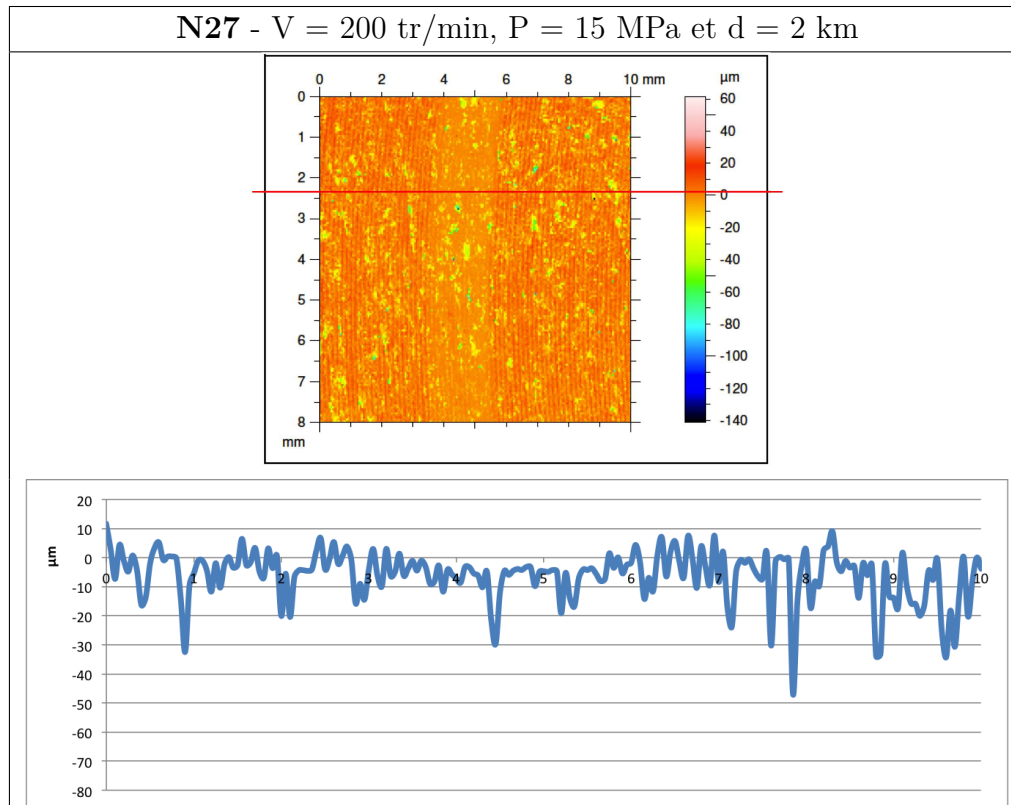
N25 - $V = 105 \text{ tr/min}$, $P = 8,5 \text{ MPa}$ et $d = 10 \text{ km}$



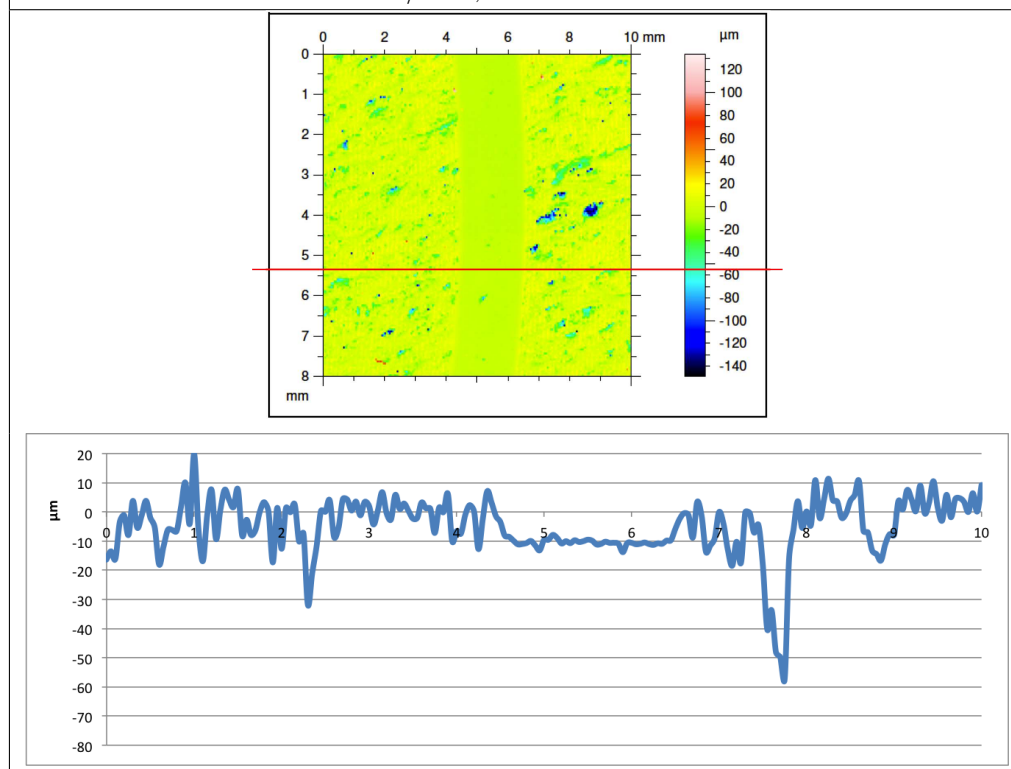
N26 - $V = 100 \text{ tr/min}$, $P = 15 \text{ MPa}$ et $d = 2 \text{ km}$



N27 - V = 200 tr/min, P = 15 MPa et d = 2 km

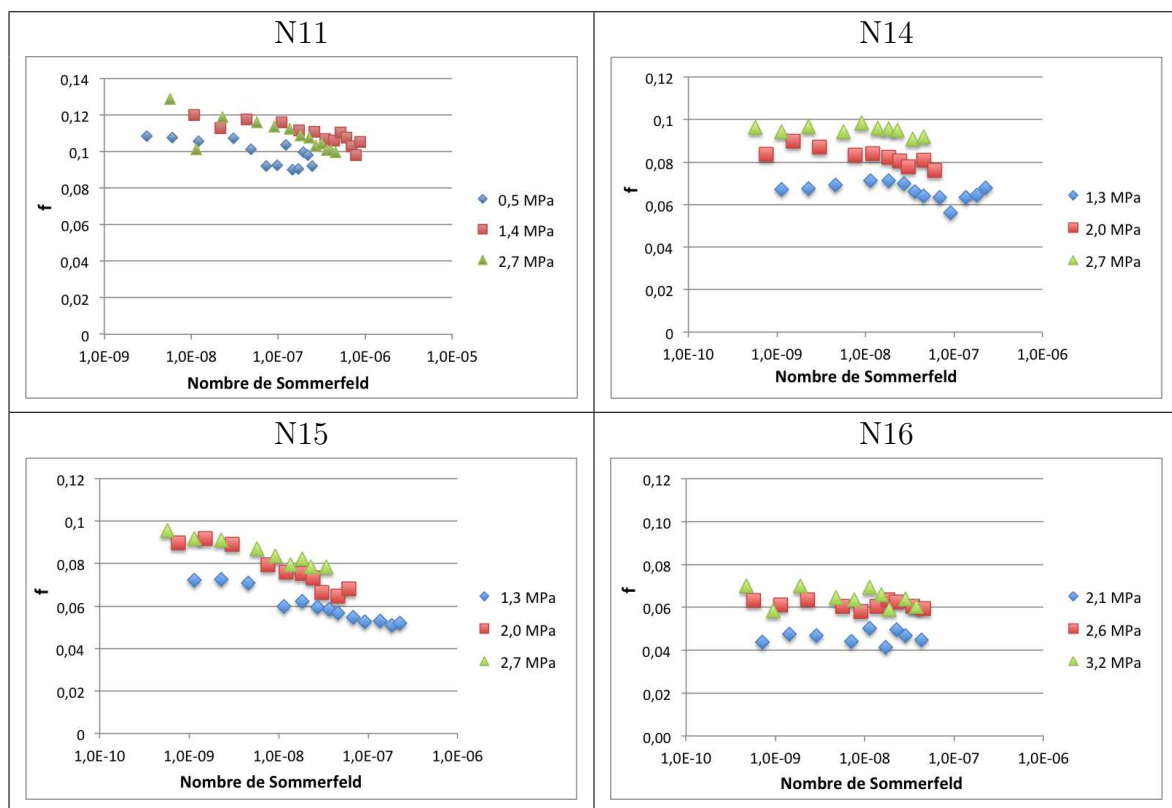


N28 - V = 200 tr/min, P = 15 MPa et d = 100 km

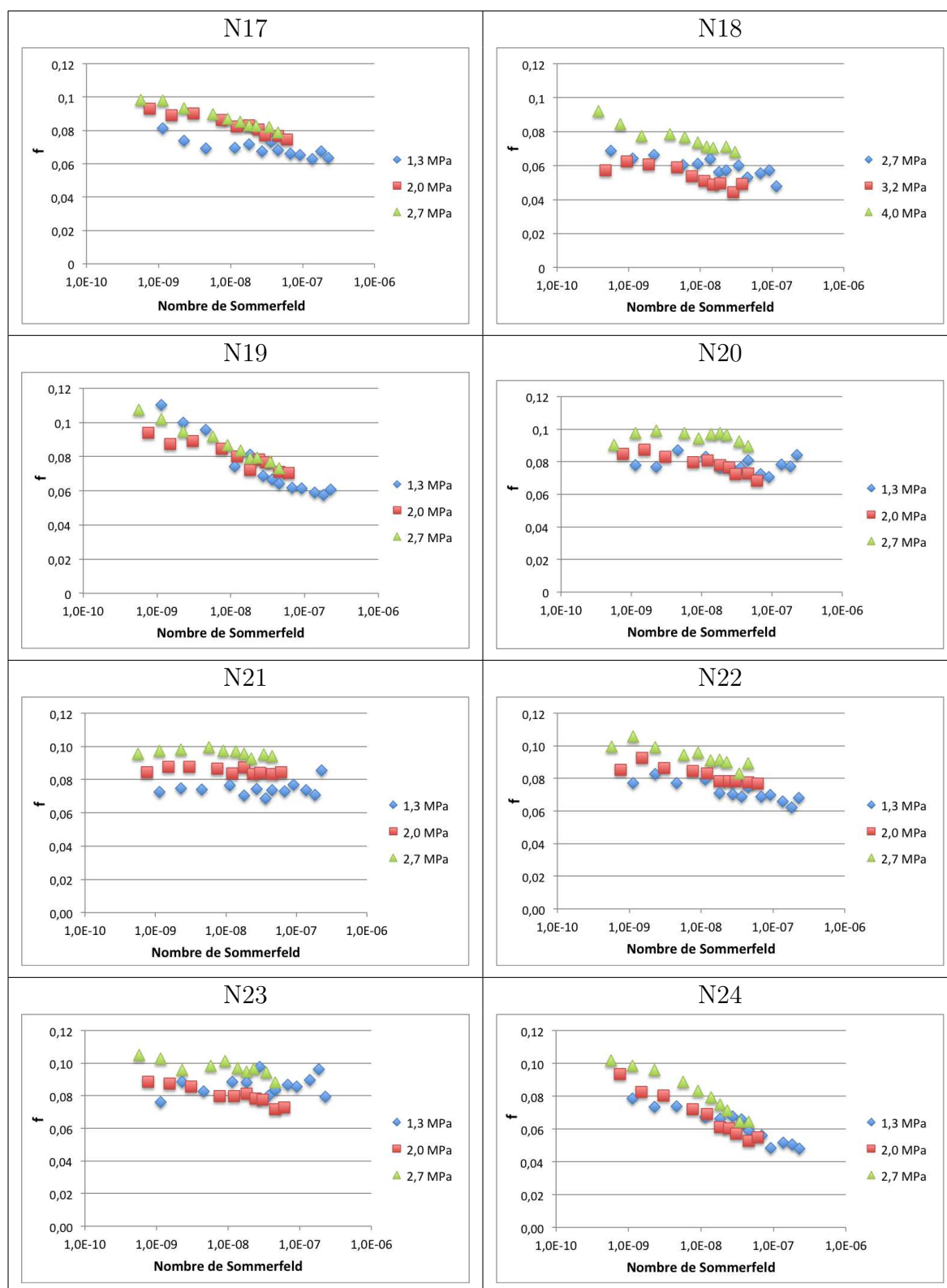


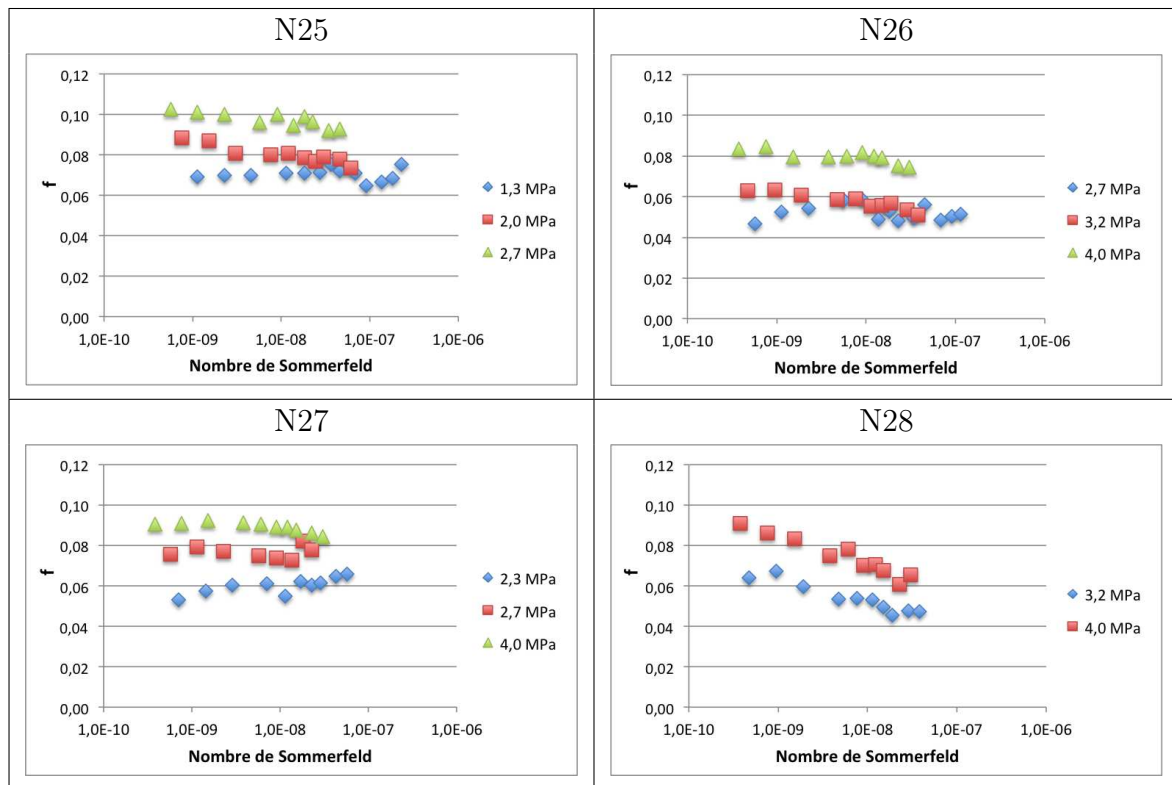
Annexe F

Courbes de Stribeck des échantillons tribologiques en environnement lubrifié



F . Courbes de Stribeck des échantillons tribologiques en environnement lubrifié





Annexe G

Caractérisation des états de surface générés par les essais tribologiques

La multitude de paramètres d'entrée des essais tribologiques en environnement lubrifié impose d'utiliser un outil mathématique performant pour clarifier l'influence de chaque paramètre. Cette annexe donne des éléments de compréhension des hypothèses constitutives des plans d'expérience et des concepts employés pour déterminer les équations reproduisant les résultats expérimentaux. L'exploitation du plan d'expérience a mené à une modélisation de quatre résultats des essais tribologiques en environnement lubrifié que sont le coefficient de frottement, l'usure, la température et la rugosité.

1. Concepts élémentaires

Le vocabulaire spécifique aux plans d'expérience est défini ici [\[Goupy 2015\]](#).

La **réponse** ou **grandeur d'intérêt** y est la grandeur, physique par exemple, qui intéresse l'expérimentateur. Les **facteurs** ou **variables** x_i , pour leur part, sont les paramètres sur lesquels on peut agir et qui peuvent avoir une influence sur la réponse. Une fonction mathématique relie la réponse et les facteurs choisis dans l'étude. L'objectif principal d'un plan d'expérience est cette fonction mathématique. Elle se doit d'expliquer au mieux les variations de la réponse selon les différentes valeurs des variables x_i .

Le **niveau** d'un facteur est sa valeur pour une expérience donnée. Pour la pression, par exemple, pour le domaine d'étude [2 MPa ; 20 MPa], il est possible de choisir 10 MPa comme niveau de la première expérience. Si 2 - 6 - 10 - 15 et 20 MPa sont définis pour l'ensemble du plan d'expérience comme niveaux pour la pression normale, ce facteur est à 5 niveaux.

Le nombre de facteurs et de niveaux définissent les **points expérimentaux** du plan complet dans un domaine d'étude. Si la linéarité de la réponse est assurée, les niveaux sont choisis pour être sur les extrémités du domaine d'étude, avec un point central pour contrôler les résultats ou valider les modèles de régression.

Linéarité

La régression linéaire multiple permet d'exprimer la réponse d'un système comme une fonction linéaire de p facteurs [Saporta 2006]. La matrice X du modèle s'exprime en fonction de la matrice d'expériences, en lui rajoutant des colonnes pour la prise en compte des interactions entre facteurs. Ainsi pour un modèle linéaire du second degré à deux facteurs quantitatifs, on obtient la modélisation de la réponse par :

$$y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot (x_1)^2 + a_4 \cdot (x_2)^2 + a_5 \cdot x_1 \cdot x_2 + \epsilon \quad (\text{G.1})$$

La matrice X aura donc 6 colonnes, une pour la constante, deux pour les facteurs, deux pour le carré des facteurs et un pour leur produit. Les coefficients associés à la régression du premier degré sont appelés **effets** tandis que ceux associés au deuxième degré sont appelés **interactions**. Les lignes sont au nombre de n pour les expériences effectuées [Crevel 2014]. Enfin, le terme ϵ s'appelle le **résidu**, il est fonction du manque d'ajustement du modèle (écart entre la prédiction et les résultats expérimentaux) et de la nature aléatoire de la réponse. Seul le modèle linéaire du premier degré est considéré dans la suite de l'étude, car les interactions entre les facteurs qui ont été choisis sont négligées. L'équation générale du modèle s'écrit sous forme matricielle :

$$y = X \cdot \tilde{a} + \epsilon \quad (\text{G.2})$$

avec y le résultat des expériences, X la matrice des effets, a les coefficients des facteurs et ϵ l'erreur du modèle.

Selon la méthode des moindres carrés ordinaire, il est possible d'estimer le vecteur des coefficients a des facteurs par $\tilde{a}$ avec la relation suivante :

$$\tilde{a} = ({}^tX \cdot X)^{-1} \cdot {}^tX \cdot y \quad (\text{G.3})$$

La recherche de fonctions uniquement linéaires pour représenter les évolutions d'une grandeur d'intérêt est une des hypothèses fortes de la théorie des plans d'expérience. Cela signifie que l'utilisation d'un plan d'expérience sur des réponses non linéaires n'est pas pertinente. D'autres alternatives devront être envisagées.

Normalisation

Pour des facilités de modélisation et d'interprétation, les niveaux sont codés de manière usuelle sur une échelle de -1 à 1, correspondant aux valeurs minimales et maximales. Ainsi, pour un facteur à seulement deux niveaux, ceux-ci sont automatiquement codés -1 et 1. Pour trois niveaux équidistants : -1, 0 et 1 (Eq. (G.4) et Tab. G.1).

$$x = \frac{2(A - A_0)}{A_{\max} - A_{\min}} \quad (\text{G.4})$$

avec $A_{\max}$ la valeur maximale, $A_{\min}$ la valeur minimale et A_0 le centre de l'intervalle $[A_{\min}, A_{\max}]$

Ce sont les **coordonnées centrées réduites** [Goupy 2015]. Cela homogénéise les unités entre les différents facteurs et uniformise les quantités de facteurs positifs et négatifs. Dans le calcul de la régression linéaire multiple, ce sont ces valeurs d'entrée qui sont utilisées.

Double codage

Lorsque la réponse ne peut être interpolée avec une fonction linéaire, il est possible d'introduire un double codage. Cela est utile pour interpoler une réponse à double pente. Cela consiste en un artefact numérique en ajoutant une colonne dans la matrice X dans laquelle les niveaux 0 et 1 sont intervertis selon le Tableau G.1b. Cette technique sera nécessaire pour modéliser la température du bain de lubrifiant et le paramètre S_k .

Niveau	Codage simple
Bas	-1
Milieu	0
Haut	+1

(a) Table de codage simple pour un facteur A à 3 niveaux

Niveau	Codage simple	Double codage
Bas	-1	-1
Milieu	0	+1
Haut	+1	0

(b) Codage simple et double codage pour un facteur A à 3 niveaux

TABLEAU G.1 – (a) Comparaison du codage simple et (b) du double codage pour un facteur A à 3 niveaux

Méthodologie d'analyse des données

Les trois facteurs de ce plan d'expérience, la vitesse de frottement, la pression normale appliquée et la distance de frottement, sont supposés être utilisés directement comme a_i . Cependant, l'exploitation de ces trois grandeurs n'a pas donné de corrélation suffisante pour reproduire les variations des grandeurs d'intérêt. Un changement de facteurs s'est imposé.

Des paramètres physiques, combinaisons linéaires des trois facteurs initiaux, sont choisis comme nouveaux facteurs. Néanmoins, les interpolations ont nécessité l'emploi d'un double codage dans deux cas sur quatre. De plus, l'évolution d'un résultat s'est avérée corrélée avec le logarithme népérien d'un facteur. La pertinence physique des facteurs employés sera discutée pour chaque équation obtenue.

Si la probabilité que tous les coefficients soient nuls est faible ($< 5\%$), cela signifie que le modèle est significatif. La qualité du modèle est estimée par le R^2 ajusté qui exprime la part des variations des réponses expliquée par le modèle.

2. Résultats

Les fonctions d'interpolation de quatre réponses tribologiques sont données ici. Les grandeurs d'intérêt sont le coefficient de frottement, l'usure, la rugosité (paramètre S_k) et la température. Les équations obtenues font suite à un traitement statistique et mathématique des résultats. Elles complètent l'approche phénoménologique de la Section V.4.

2.1. Coefficient de frottement

La moyenne du coefficient de frottement est étudiée afin de connaître les facteurs prépondérants. Ici, quatre paramètres influencent le coefficient de frottement. Ce sont le nombre de Sommerfeld initial S_{init} , le nombre de Sommerfeld corrigé avec la température moyenne du bain de lubrifiant S_{fin} , le rapport d/P et le produit $P.v$. L'équation suivante montre la variation multi-linéaire, avec les substituts normalisés :

$$f = C_1 + C_2 \times S_{init} + C_3 \times S_{fin} + C_4 \times d/P + C_5 \times P.v \quad (G.5)$$

La modélisation du coefficient de frottement obtenue par l'équation donne les valeurs pour chaque essai tribologique du plan d'expérience sur la Figure G.1. Une bonne adéquation est constatée, avec une probabilité de tous les coefficients du modèle soient nuls de 0,4 % et un coefficient de détermination R^2 ajusté de 65 %, ce qui signifie que le modèle explique 65 % des variations constatées. Les valeurs des coefficients du modèle sont données dans la Figure G.5. Un des facteurs de l'équation se trouve être le nombre de Sommerfeld, présent aussi dans l'étude phénoménologique de la Section V.4.2.1.

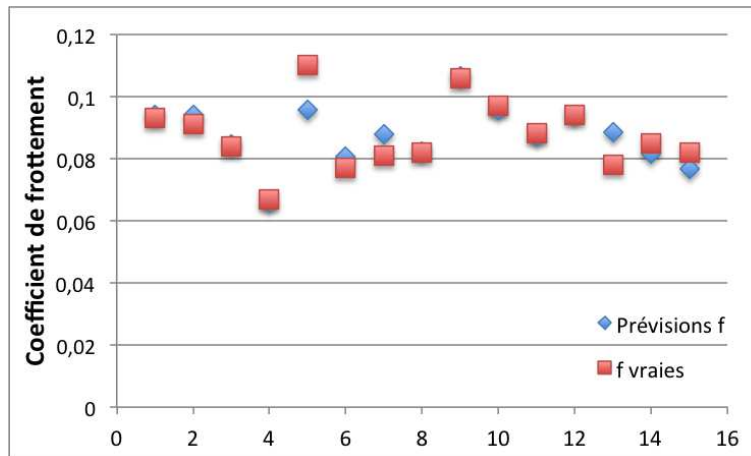


FIGURE G.1 – Modélisation du coefficient de frottement pour chaque essai du plan d'expérience

2.2. Usure

L'usure des éprouvettes en composite C/C 2,5D est relevée en réalisant des profils orthogonaux à la direction de frottement, soit selon le rayon de chacun des échantillons du plan d'expérience. Cela est rendu possible grâce à des contre-pièce de largeur inférieure à

la piste de C/C disponible.

Les paramètres significatifs sur la valeur de l'usure sont l'inverse de la vitesse $1/v$, l'inverse de la pression normale $1/P$, l'inverse de la puissance spécifique $1/Puiss$ et $1/S_{fin}$. Les coordonnées centrées réduites de ces facteurs tribologiques sont utilisées dans l'équation d'interpolation :

$$usure = U_1 + U_2 \times 1/v + U_3 \times 1/P + U_4 \times 1/Puiss + U_5 \times 1/S_{fin} \quad (G.6)$$

Cette interpolation présente un coefficient de détermination R^2 ajusté de 93 % et une probabilité que tous les coefficients du modèle soient nuls de 10^{-3} %. La modélisation de l'usure obtenue est reportée sur la Figure G.2, accompagnée des résultats expérimentaux. La prévision est assez fidèle à la réalité. Seuls les essais numérotés arbitrairement 3 et 7 sont écartés de la réalité de 5 μm . Cependant, l'exploitation phénoménologique (Section V.4.3.) montre une relation linéaire avec la puissance spécifique, ce qui est plus direct à mettre en œuvre que l'inverse de la puissance (Fig. G.5).

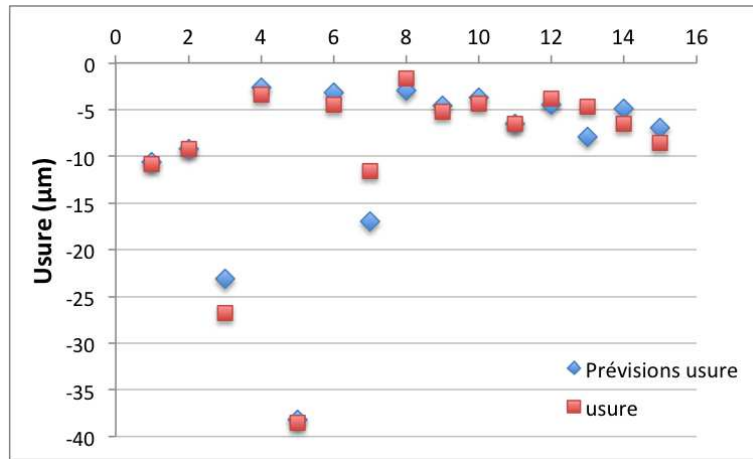


FIGURE G.2 – Modélisation de l'usure pour chaque essai du plan d'expérience

2.3. Rugosité

La rugosité des pistes de frottement est relevée après les essais tribologiques du plan d'expérience. Le paramètre S_k est interpolé grâce aux facteurs S_{init} , viscosité η , énergie spécifique E , vitesse de frottement v , usure, et à la mise en place d'un double codage (dC) sur le paramètre viscosité (valeurs des coefficients Fig. G.5) :

$$S_k = S_1 + S_2 \times S_{init} + S_3 \times \eta + S_4 \times (dC \ \eta) + S_5 \times E + S_6 \times v + S_7 \times usure \quad (G.7)$$

Le résultat de l'interpolation sur la Figure G.3 montre que la modélisation est imparfaite. Cela se vérifie avec l'approche phénoménologique peu probante pour ce résultat (Section V.4.4.1.). Cependant, la probabilité que tous les coefficients du modèle soient nuls est seulement de 0,4 % et le coefficient de détermination R^2 ajusté de 75 %, avec 5 facteurs et un double codage nécessaires.

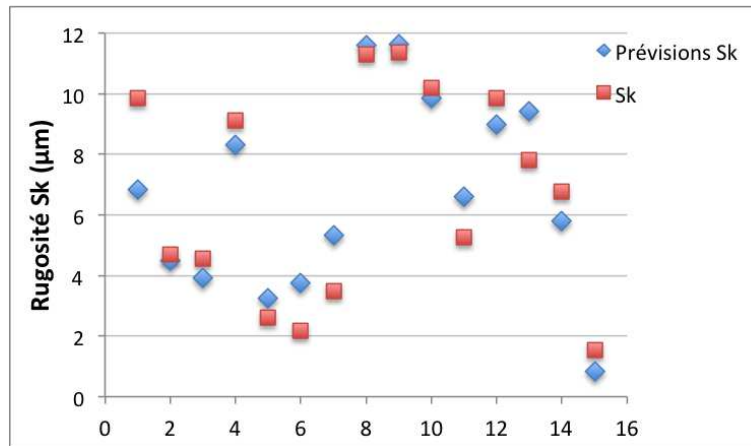


FIGURE G.3 – Modélisation de la rugosité pour chaque essai du plan d'expérience

2.4. Température

Enfin, la température du bain de lubrifiant est analysée. Les paramètres permettant une interpolation avec un coefficient de détermination R^2 ajusté de 69 % et une probabilité que tous les coefficients du modèle soient nuls de 0,3 % sont la puissance spécifique, le nombre de Sommerfeld, le logarithme népérien de $P.d$, et d'un double codage sur la puissance (avec dC le double codage). Les résultats de la modélisation de la température sont visibles sur la Figure G.4, grâce à l'équation d'interpolation (G.8) :

$$T = T_1 + T_2 \times Puiss + T_3 \times (dC \ Puiss) + C_4 \times S_{init} + C_5 \times \ln(P.d) \quad (G.8)$$

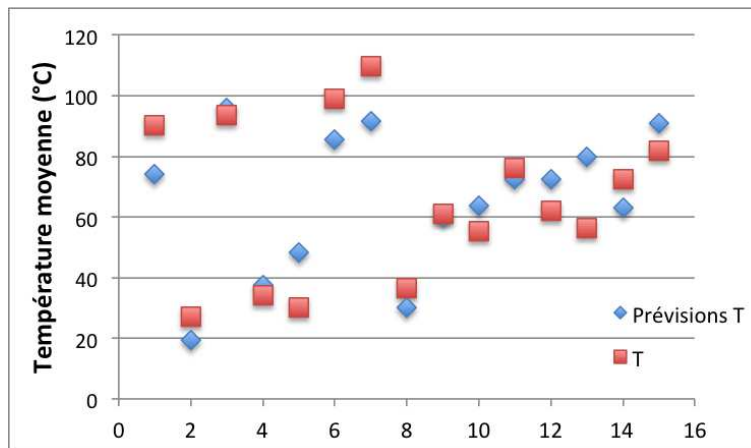


FIGURE G.4 – Modélisation de la température du bain de lubrifiant pour chaque essai du plan d'expérience

Cette équation d'interpolation nécessite un double codage et un logarithme népérien, en plus de 2 facteurs simples. Les valeurs des coefficients sont données dans la Figure G.5. L'approche phénoménologique (Section V.4.2.2.) et l'analyse statistique ont en commun la puissance spécifique, améliorée avec le double codage. La courbe de régression du logarithme népérien de $P.d$, quant à elle, montre qu'il est linéairement corrélé avec la température

(Fig. G.6). Ce paramètre est donc porteur d'information. Cependant, le sens physique de ce facteur est discutable. C'est pour cela qu'il n'a pas été présenté dans l'approche phénoménologique. Il est probable que ce facteur soit « alias » avec un facteur inconnu ayant un sens physique.

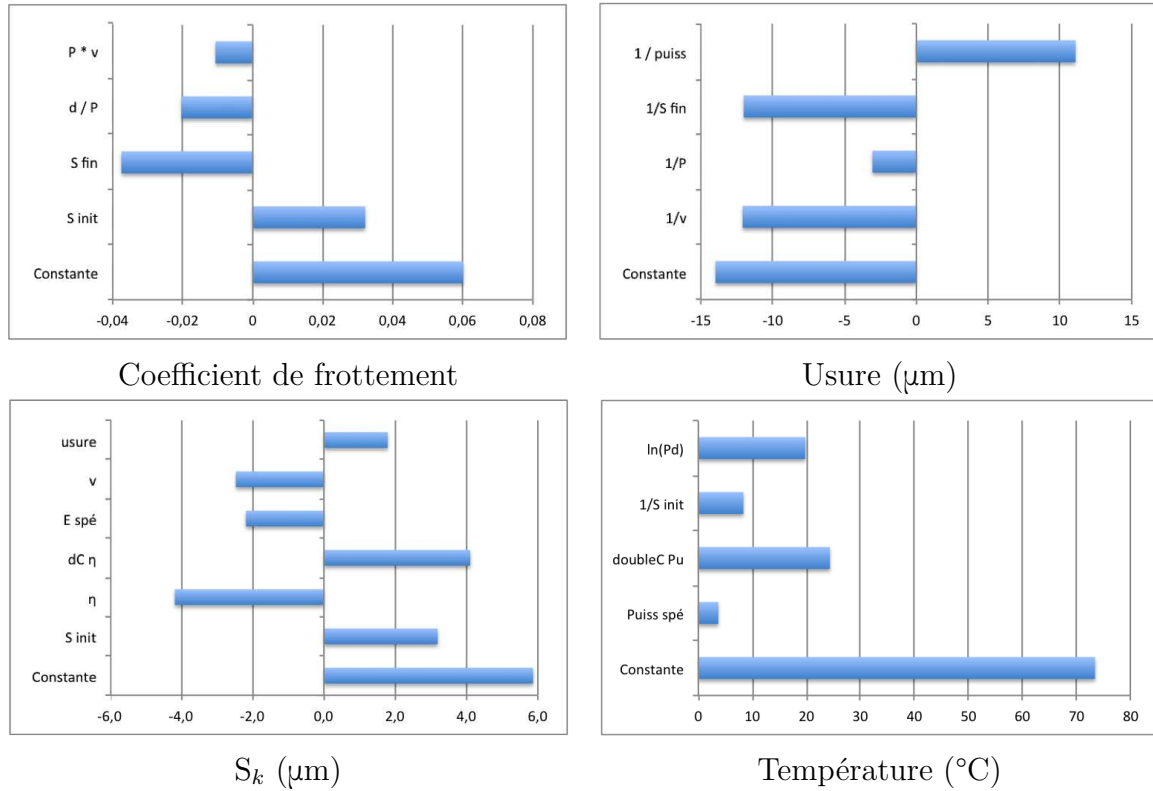


FIGURE G.5 – Valeurs des coefficients des fonctions d'interpolation C, U, S et T

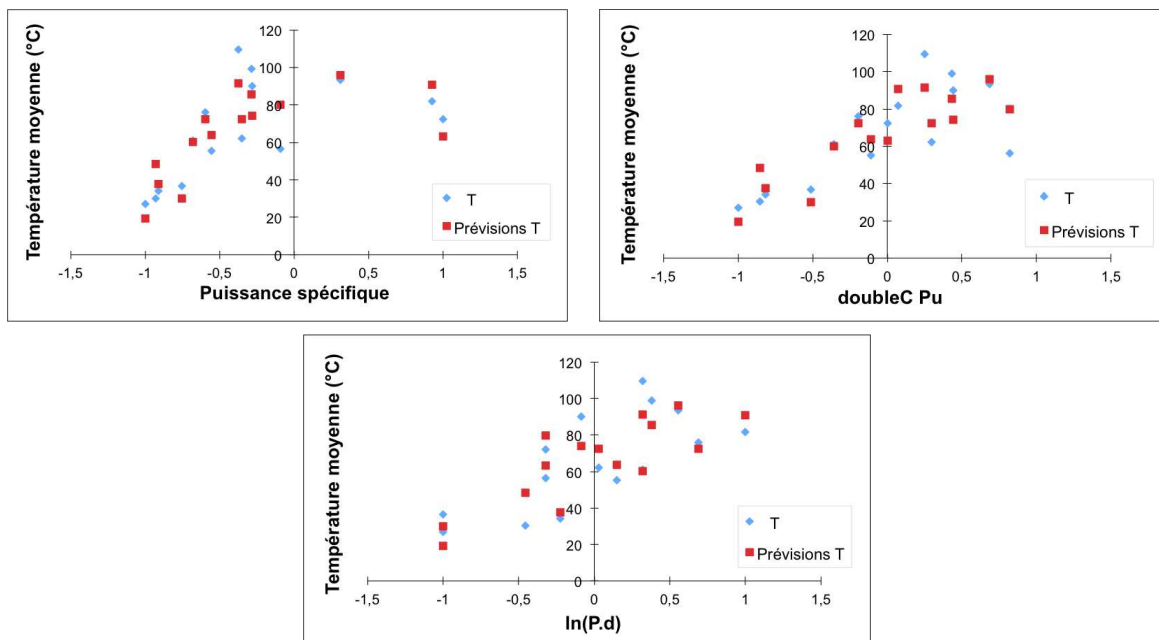


FIGURE G.6 – Exemples de courbes de régression et intérêt du double codage pour la grandeur T

Références bibliographiques

- [AFNOR 2001] AFNOR. *Roches – Essais pour déterminer les propriétés physiques des roches. Partie 3 – Détermination de la porosité*, 2001.
- [Ahmed 1987] S. Ahmed et M.H. Back. *The effect of water vapour and inert gases on the carbon-oxygen reaction*. Carbon, vol. 25, pages 783–789, 1987.
- [Aly-hassan 2003] Mohamed Aly-hassan, Hiroshi Hatta et Shuichi Wakayama. *Comparison of 2D and 3D carbon/carbon composites with respect to damage and fracture resistance*. Carbon, vol. 41, pages 1069–1078, 2003.
- [Aubry 2002] Olivier Aubry. *Étude des précurseurs gazeux de couches minces en carbone déposées à partir de phases gazeuses activées thermiquement et par plasma*. Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2002.
- [Audoin 1996] B. Audoin et J. Roux. *An innovative application of the Hilbert transform to time delay estimation of overlapped ultrasonic echoes*. Ultrasonics, vol. 34, pages 25–33, 1996.
- [Auld 1973] Bertram Alexander Auld. *Acoustic fields and waves in solids*, volume 1. Wiley-Interscience, New York, 1973.
- [Ayl 1996] Jean Ayl. *Techniques de l'Ingénieur - Lubrifiants Ref. BM 5 340*, 1996.
- [Ayl 1997] Jean Ayl. *Techniques de l'Ingénieur - Lubrifiants Ref. BM 5 341*, 1997.
- [Bahbah 2005] A. Bahbah, X. Roizart, L. Carpentier et G. Monteil. *Frottement et modification de la microgéométrie de surface – Cas du contact tôle/outil pendant un test d'étirage plan*. In 17èmes Journées Internationales Francophones de Tribologie, 2005.
- [Berthelot 1999] Jean-Marie Berthelot. *Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures*. Cachan, 3 édition, 1999.
- [Berthier 1989] Yves Berthier, Maurice Godet et Marcel Brendle. *Velocity accommodation in friction*. Tribology transactions, vol. 32, no. 4, pages 490–496, 1989.
- [Berthier 1990] Yves Berthier. *Experimental evidence for friction and wear modelling*. Wear, vol. 139, pages 77–92, 1990.
- [Blanco 1997] C. Blanco, J. Bermejo, H. Marsh et R. Menendez. *Chemical and physical properties of carbon as related to brake performance*. Wear, vol. 213, pages 1–12, 1997.

- [Bodovillé 2000] Guillaume Bodovillé, Philippe Dufrénoy, Yannick Desplanques, Gérard Degallaix, Habibou Maitournam et Ky Dang Van. *Modélisation thermomécanique d'un disque en vue de la simulation du freinage ferroviaire*. In Colloque national mécamat, 2000.
- [Boubendir 2011] S. Boubendir, S. Larbi et R. Bennacer. *Numerical study of the thermo-hydrodynamic lubrication phenomena in porous journal bearings*. Tribology International, vol. 44, pages 1–8, 2011.
- [Bourrat 2004] Xavier Bourrat, Jean-Marie Vallerot, Francis Langlais et Gérard Vignoles. *La croissance des pyrocarbones*. L'actualité chimique, vol. 295-296, pages 1079–1141, mars-avril 2004.
- [Bruneton 1997] E. Bruneton, B. Narcy et Agnès Oberlin. *Carbon-carbon composites prepared by a rapid densification process II : Structural and textural characterizations*. Carbon, vol. 35, no. 10-11, pages 1599–1611, 1997.
- [Bruneton 2002] E. Bruneton, C. Tallaron, N. Gras-naulin et A. Cosculluela. *Evolution of the structure and mechanical behaviour of a carbon foam at very high temperatures*. Carbon, vol. 40, pages 1919–1927, 2002.
- [Byrne 2001] Christopher Byrne et Zhiyuan Wang. *Influence of thermal properties on friction performance of carbon composites*. Carbon, vol. 39, pages 1789–1801, 2001.
- [Cartier 2001a] Michel Cartier et Philippe Kapsa. *Techniques de l'Ingénieur - Usure des contacts mécaniques - Eléments de tribologie - Ref. BM 5 066*, avril 2001.
- [Cartier 2001b] Michel Cartier et Philippe Kapsa. *Techniques de l'Ingénieur - Usure des contacts mécaniques - Manifestations de l'usure - Ref. BM 5 067*, octobre 2001.
- [Cheikh 2012] Mohammed Cheikh et Alain Fermy. *Versatile device research of mechanical properties of a specimen*, 2012.
- [Chen-Chi 1996] M. Ma Chen-Chi, Tai Nyan-Hwa, Chang Wen-Chi et Tsai Yi-Pin. *Morphologies, microstructures and mechanical properties of 2D carbon/carbon composites during the CVI densification process*. Carbon, vol. 34, no. 10, pages 1175–1179, 1996.
- [Chen 1996a] J.D. Chen, J.H. Chern Lin et C.P. Ju. *Effect of humidity on the tribological behavior of C/C composites*. Wear, vol. 193, pages 38–47, 1996.
- [Chen 1996b] J.D. Chen, J.H. Chern Lin et C.P. Ju. *Effect of load on tribological behaviour of C/C composites*. Journal of materials science, vol. 31, pages 1221–1229, 1996.
- [Cmeba 2013] Cmeba. http://www.cmeba.univ-rennes1.fr/Principe_MEB.html, dernière consultation décembre 2013.
- [Coradi 2014] Audrey Coradi. *Modélisation du comportement mécanique des composites à matrice céramique : développement du réseau de fissures*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2014.
- [Crevel 2014] Jeremy Crevel. *Étude et modélisation du comportement et de l'endommagement d'un composite injecté à matrice PEEK renforcée de fibres courtes de*

- p carbone. Thèse de doctorat, Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace, 2014.
- [Davies 1994] I.J. Davies et R.D. Rawlings. *Mechanical properties in compression of low density carbon/carbon composites*. Composites, vol. 25, no. 3, pages 229–236, 1994.
- [Davis 1993] R.F. Davis. Diamond films and coating : development, properties and applications. Noyes Publications, 1993.
- [Davy 2001] Catherine Davy. Rupture d'un composite carbone/carbone 3D sous sollicitations complexes : expérimentation et modélisation. Thèse de doctorat, ENS Cachan, 2001.
- [Delhaes 2006] Pierre Delhaes, Patrick David et Christian Robin-Brosse. *Densification rapide par caléfaction de matériaux composites carbonés et céramiques*. L'actualité chimique, vol. 295-296, pages 52–56, 2006.
- [Desplanques 2009] Y. Desplanques et G. Degallaix. *Mise en évidence des interactions entre échelles et des couplages multiphysiques dans l'analyse du contact en freinage*. Colloque National en Calcul des Structures - Giens, 2009.
- [Dhami 1995] T.L. Dhami, O.P. Bahl et P.K. Jain. *Carbon-Carbon composites made with oxidised PAN (PANEX) fibers*. Carbon, vol. 33, no. 11, pages 1517–1524, 1995.
- [Dietrich 2012] S. Dietrich, J.M. Gebert, G. Stasiuk, A. Wanner, K.A. Weidenmann, O. Deutschmann, I. Tsukrov et R. Piat. *Microstructure characterization of CVI-densified carbon/carbon composites with various fiber distributions*. Composites Science and Technology, vol. 72, no. 15, pages 1892–1900, 2012.
- [Diss 2002] Pascal Diss, Jacques Lamon, L. Carpentier, J.L. Loubet et Ph. Kapsa. *Sharp indentation behavior of carbon/carbon composites and varieties of carbon*. Carbon, vol. 40, pages 2567–2579, 2002.
- [Do 2004] Minh-Tan Do, P. Marsac et A. Mosset. *Tribology approach to predict the variation of tire/wet road friction with slip speed*. In 5ème Symposium International sur les caractéristiques de surface SURF, Canada, Toronto, 2004.
- [Do 2005] Minh-Tan Do. *Modèle de frottement pour l'analyse de freinage en ligne droite d'un véhicule léger*. In Tribologie dans les transports, JIFT-2005, 2005.
- [Douarche 2001] N. Douarche, D. Rouby, G. Peix et J.M. Jouin. *Relations between X-ray tomography, density and mechanical properties in carbon-carbon composites*. Carbon, vol. 39, no. 10, pages 1455–1465, 2001.
- [Drach 2011] B. Drach, I. Tsukrov, T. Gross, S. Dietrich, K. Weidenmann, R. Piat et T. Böhlke. *Numerical modeling of carbon/carbon composites with nanotextured matrix and 3D pores of irregular shapes*. International Journal of Solids and Structures, vol. 48, no. 18, pages 2447–2457, 2011.
- [Dragon-Louiset 2001] Marta Dragon-Louiset. *On a predictive macroscopic contact-sliding wear model based on micromechanical considerations*. International Journal of Solids and Structures, vol. 38, pages 1625–1639, 2001.

- [Dudragne 2000] Gilles Dudragne. *Le roulement, limites du domaine de fonctionnement et mécanismes de dégradation*. In Colloque national mécamat, 2000.
- [Dufrénoy 2001] Philippe Dufrénoy, Guillaume Bodovillé et Gérard Degallaix. *Damage mechanism of brake discs under thermomechanical loading*. In IXth International Conference on Temperature-fatigue Interaction (SF2M-ESIS Conference), 2001.
- [Dupupet 2008] Guy Dupupet. *Techniques de l'Ingénieur - Fibres de carbone - Ref. AM 5 134*, 2008.
- [Fernandes 2015] Carlos Fernandes, Pedro Marques, Ramiro Martins et Jorge Seabra. *Film thickness and traction curves of wind turbine gear oils*. Tribology International, vol. 86, pages 1–9, 2015.
- [Field 1992] J.E. Field. The properties of natural and synthetic diamond. Academic Press, 1992.
- [Flacelière 2006] L. Flacelière et C. Tallaron. *Modélisation triaxiale du comportement mécanique d'un composite 3D C/C à température ambiante*. In Matériaux, 2006.
- [Fouquet 2003] Stéphanie Fouquet. Comportement tribologique de matériaux composites à fibres de carbone et à matrice céramique dans le système Si-C. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2003.
- [Franklin 1951] Rosalind Franklin. *Crystallite growth in graphitizing and carbons*. Proc. Royal Society, vol. 209, pages 196–218, 1951.
- [Frêne 1990] Jean Frêne, Daniel Nicolas, Bernard Degueurce, Daniel Berthe et Maurice Godet. Lubrification hydrodynamique : Paliers et butées, volume 72. Direction des études et recherches d'électricité de France, Eyrolles édition, 1990.
- [Fuger 2011] Denis Fuger. *Mise en application de processus analytique complexe Analyse de métaux par ICP-AES*. Rapport technique, Université de Strasbourg, 2011.
- [Fujii 2001] Keisuke Fujii, Eiichi Yasuda et Yasuhiro Tanabe. *Dynamic mechanical properties of polycrystalline graphites and a 2D-C/C composite by plate impact*. International Journal of Impact Engineering, vol. 25, no. 5, pages 473–491, Mai 2001.
- [Gay 2015] Daniel Gay. Matériaux composites. Lavoisier, 6ème édition, 2015.
- [Gilmore 1994] Richard Gilmore. La friction des composites carbone-carbone : étude des mécanismes contrôlant le comportement tribologique des matériaux carbonés dans les freins d'avion. Thèse de doctorat, Université de Haute-Alsace, 1994.
- [Godet 1984] Maurice Godet. *The third-body approach : A mechanical view of wear*. Wear, vol. 100, pages 437–452, 1984.
- [Gouider 2004a] Mohamed Gouider. Tribologie des composites Carbone/Carbone : Échelles et contributions relatives de la mécanique et de la physico-chimie. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2004.
- [Gouider 2004b] Mohamed Gouider, Yves Berthier, Pascale Jacquemard, B. Rousseau, Sylvie Bonnamy et H. Estrade-Szwarcopf. *Mass spectrometry during C/C composite*

- friction : carbon oxidation associated with high friction coefficient and high wear rate.* Wear, vol. 256, no. 11-12, pages 1082–1087, jun 2004.
- [Goupy 2015] Jacques Goupy. *Techniques de l'Ingénieur - Plans d'expériences- Ref. P230*, 2015.
- [Gras 2008] René Gras. Tribologie - Principes et solutions industrielles. Dunod, 2008.
- [Guay 2014] Pascal Guay. *Principes de base de lubrification - Ref. TRI 2 500*, 2014.
- [Henry 2003] Michel Henry, Bruno Brouard, Sohbi Sahraoui, Denis Lafarge et Bernard Castagnède. *Techniques de l'Ingénieur - Mesure des propriétés acoustiques des matériaux poreux - Ref. R 6 120*, 2003.
- [Hrma 2008] Pavel Hrma. *Arrhenius model for high-temperature glass-viscosity with a constant pre-exponential factor.* Journal of Non-Crystalline Solids, vol. 354, no. 18, pages 1962 – 1968, 2008.
- [Hu 2010] Yujie Hu, Ruiying Luo, Yunfeng Zhang, Jincan Zhang et Jinsong Li. *Effect of preform density on densification rate and mechanical properties of carbon/carbon composites.* Materials Science and Engineering, vol. 527, pages 797–801, 2010.
- [Joule 1845] James P. Joule. *On the Existence of an Equivalent Relation between Heat and the ordinary Forms of Mechanical Power.* Philosophical Magazine, vol. 27, 1845.
- [Joyeux 1999] Daniel Joyeux. *Détermination de la température des structures métalliques en situation d'incendie selon l'Eurocode 3.* Construction métallique, no. 3, pages 75–87, 1999.
- [Ju 2000] C.P. Ju, J.H. Chern Lin, K.J. Lee et H.H. Kuo. *Multi-braking tribological behavior of PAN-pitch, PAN-CVI and pitch-resin-CVI carbon-carbon composites.* Materials Chemistry and Physics, vol. 64, pages 196–214, 2000.
- [Jullien 1992] Agnès Jullien. Analyse tribologique d'un mécanisme de glissement dans l'huile - Lubrification fractionnée. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1992.
- [Jullien 1996] Agnès Jullien, M.H. Meurisse et Y. Berthier. *Determination of tribological history and wear through visualisation in lubricated contacts using a carbon-based composite.* Wear, vol. 194, no. 1-2, pages 116–125, Juin 1996.
- [Kalavathi 2016] G.K. Kalavathi, P.A. Dinesh et K. Gururajan. *Influence of roughness on porous finite journal bearing with heterogeneous slip/no-slip surface.* Tribology International, vol. 102, pages 174–181, 2016.
- [Kalin 2013] M. Kalin et I. Velkavrh. *Non-conventional inverse-Stribeck-curve behaviour and other characteristics of DLC coatings in all lubrication regimes.* Wear, vol. 297, no. 1-2, pages 911–918, Janvier 2013.
- [Kasem 2008] Haytam Kasem. Etude du comportement tribologique de composites carbone/carbone sous sollicitations de freinage aéronautique . Approches mécanique et physico-chimique. Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2008.
- [Kasem 2010] Haytam Kasem, Sylvie Bonnamy, Yves Berthier et Pascale Jacquemard. *Fiber – matrix unbonding and plastic deformation in C/C composites under tribological loading.* Wear, vol. 269, no. 1-2, pages 104–111, 2010.

- [Lachaud 2006] Frédéric Lachaud, Eric Haramburu et Philippe Jetteur. *Modélisation élastoplastique endommageable des composites*. Mécanique et Industries, vol. 7, pages 403–414, 2006.
- [Lallemant 2015] André Lallemant. *Techniques de l'Ingénieur - Thermodynamique appliquée - Premier principe. Énergie. Enthalpie. - Ref. BE 8005*, 2015.
- [Lampaert 2002] V. Lampaert, J. Swevers et F. Al-bender. *Experimental comparison of different friction models for accurate low-velocity tracking*. In 10th Mediterranean conference on control and automation, 2002.
- [Lavenac 2000] Jérôme Lavenac. Cvd/cvi de pyrocarbones laminaires à partir du propane : Processus chimiques homogènes et hétérogènes, nanostructure. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1, 2000.
- [Le Poche 2003] H. Le Poche. Mécanismes chimiques de CVD/CVI de pyrocarbones laminaires issus du propane : cinétique, texture et composition gazeuse. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2003.
- [Ledrappier 2005] Florent Ledrappier. Méthodologie d'étude pour optimiser la tenue en fatigue superficielle de dépôts minces. Thèse de doctorat, Ecole centrale Lyon, 2005.
- [Lee 2003] K.J. Lee, J.H. Chern Lin et C.P. Ju. *Microstructure study of PAN-pitch carbon-carbon composite lubricative film*. Materials Chemistry and Physics, vol. 78, no. 3, pages 760–766, 2003.
- [Lemaitre 2001] Jean Lemaitre et Jean-Louis Chaboche. Mécanique des matériaux solides. Dunod, 2ème édition, 2001.
- [Lemaitre 2009] Jean Lemaitre et Jean-Louis Chaboche. Mécanique des matériaux solides. Dunod, 3ème édition, 2009.
- [Lepesant 2013] Pauline Lepesant. Mécanismes d'accomodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température : Étude et modélisation phénoménologique. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2013.
- [Lieberman 1974] M.L. Lieberman et H.O. Pierson. *Effect of gas phase conditions on resultant matrix pyrocarbons*. Carbon, vol. 12, pages 233–241, 1974.
- [Maru 2013] Marcia Maru, Rafael Trommer, Flávia Almeida, Rui Silva et Carlos Achete. *Assessment of the lubricant behaviour of biodiesel fuels using Stribeck curves*. Fuel Processing Technology, vol. 116, pages 130–134, 2013.
- [Marx 1999] David T. Marx et Laura Riester. *Mechanical properties of carbon-carbon composite components determined using nanoindentation*. Carbon, vol. 37, pages 1679–1684, 1999.
- [Mathieu 2003] Hans Jorg Mathieu, Erich Berggmann et René Gras. Traité des matériaux - Analyse et technologie des surface, volume 4. Presses polytechniques et universitaires romanes, 2003.

- [Meresse 2012] D. Meresse, Saouad Harmand, M. Siroux, M. Watremez et L. Dubar. *Experimental disc heat flux identification on a reduced scale braking system using the inverse heat conduction method*. Applied Thermal Engineering, vol. 48, pages 202–210, 2012.
- [Meurisse 1996] Marie-Hélène Meurisse et Bernard Guidicelli. *Fonctionnement du palier poreux autolubrifiant - Modèle 3D en régime hydrodynamique permanent*. Matériaux et Techniques, vol. 7-8, pages 51–58, 1996.
- [Molimard 1999] Jérôme Molimard. *Étude expérimentale du régime de lubrification en film mince - Application aux fluides de laminage*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1999.
- [Monicard 1975] Robert Monicard. *Cours de production Tome 1 : Caractéristiques des roches réservoirs - Analyse des carottes*. Technip, 1975.
- [Montmitonnet 2000] Pierre Montmitonnet. *Modélisation du contact lubrifié — exemple de la mise en forme des métaux*. Mécanique et Industries, vol. 1, no. 6, pages 621–637, 2000.
- [Montmitonnet 2001] Pierre Montmitonnet. *Plasto-hydrodynamic lubrication (PHD) – application of lubrication theory to metal forming processes*. Comptes Rendus de l’Académie des Sciences, vol. 2, no. 5, pages 729–737, 2001.
- [Morvan 2015] Jean Marie Morvan. *Rapport d’analyses ultrasonores*, 2015.
- [Mouchon 2004] Arnaud Mouchon. *Mécanismes de pyrolyse des hydrocarbures et dépôt de pyrocarbone par CVD/CVI*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, 2004.
- [Mukutadze 2016] M.A. Mukutadze. *Radial Bearings with Porous Elements*. Procedia Engineering, vol. 150, pages 559–570, 2016.
- [Naslain 1995] René Naslain. *Introduction aux matériaux composites*, volume 2. Edition du CNRS, 1995.
- [Nordin 2001] Margareta Nordin et Victor Hirsch Frankel. *Basic biomechanics of the musculoskeletal system*. Lippincott Williams and Wilkins, Philadelphia, 3 édition, 2001.
- [NYCO 2017] NYCO. *Turbonycoil 160*, 2017.
- [Oh 1999] I.S. Oh, J.I. Kim, J.K. Kim, K.W. Kim et J. Joo. *Effects of pressure on the pore formation of carbon / carbon composites during carbonization*. Journal of Materials Science, vol. 34, pages 4585–4595, 1999.
- [Ozcan 2005] Soydan Ozcan et Peter Filip. *Microstructure and wear mechanisms in C/C composites*. Wear, vol. 259, no. 1-6, pages 642–650, Juillet 2005.
- [Poitrimolt 2014] Marie Poitrimolt, Mohammed Cheikh, Gérard Bernhart et Vincent Velay. *Characterisation of the transverse mechanical properties of carbon/carbon composites by spherical indentation*. Carbon, vol. 66, pages 234–245, 2014.
- [Rao 2008] M. Venkat Rao, P. Mahajan et R.K. Mittal. *Effect of architecture on mechanical properties of carbon/carbon composites*. Composite Structures, vol. 83, no. 2, pages 131–142, Avril 2008.

- [Rêgo de Vasconcelos 2016] Bruna Rêgo de Vasconcelos. Phosphates-based catalysts for synthetic gas (syngas) production using CO₂ and CH₄. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux, 2016.
- [Saporta 2006] Gilbert Saporta. Probabilités, analyse des données et statistique. Editions Technip, 2006.
- [Sathivel 2008] Subramaniam Sathivel, Jiaqi Huang et Witoon Prinyawiwatkul. *Thermal properties and applications of the Arrhenius equation for evaluating viscosity and oxidation rates of unrefined pollock oil*. Journal of Food Engineering, vol. 84, pages 187–193, 2008.
- [Savage 1993] Gary Savage. Carbon/carbon composites. Springer, 1993.
- [Stilsa 2017] Stilsa. [http ://www.stilsa.com/FR/prin.htm](http://www.stilsa.com/FR/prin.htm), dernière consultation : juillet 2017.
- [Takahashi 2013] Shigehiro Takahashi, Naoyuki Abiko et Jun Ichi Anzai. *Redox response of reduced graphene oxide-modified glassy carbon electrodes to hydrogen peroxide and hydrazine*. Materials, vol. 6, pages 1840–1850, 2013.
- [UsineNouvelle 1996] UsineNouvelle. *Carbone Industrie accélère dans le freinage aéronautique*. vol. 2555, page 42, 1996.
- [Vlassak 2003] J.J. Vlassak, M. Ciavarella, J.R. Barber et X. Wang. *The indentation modulus of elastically anisotropic materials for indenters of arbitrary shape*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, vol. 51, pages 1701–1721, 2003.
- [Wagner 1996] Chritiane Wagner. Matériaux composites carbone-carbone et freinage : étude de l'endommagement au voisinage d'une surface de contact. Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur de Strasbourg, 1996.
- [Woydt 2010] Mathias Woydt et Rolf Wäsche. *The history of the Stribeck curve and ball bearing steels : The role of Adolf Martens*. Wear, vol. 268, pages 1542–1546, 2010.
- [Wu 2015] Xin Wu, Haiyan Zhao et Jiayun Pei. *Fabrication of nanopore in graphene by electron and ion beam irradiation : Influence of graphene thickness and substrate*. Computational Materials Science, vol. 102, pages 258–266, 2015.
- [Yadav 2014] Anita Yadav, Shruti Trivedi, Rewa Rai et Siddharth Pandey. *Densities and dynamic viscosities of (choline chloride + glycerol) deep eutectic solvent and its aqueous mixtures in the temperature range (283.15–363.15) K*. Fluid Phase Equilibria, vol. 367, pages 135 – 142, 2014.
- [Yang 2016] Wei Yang, Ruiying Luo et Zhenhua Hou. *Effect of Interface Modified by Graphene on the Mechanical and Frictional Properties of*. Materials, vol. 9, page 492, 2016.
- [Yen 1994] B.K. Yen et Tadashi Ishihara. *The surface morphology and structure in high-energy sliding contact of carbon-carbon composites*. Wear, vol. 174, pages 111–117, 1994.

- [Yen 1995] B.K. Yen. *Roles of oxygen in lubrication and wear of graphite in "dusting" and ambient conditions*. Journal of Materials Science Letters, vol. 14, pages 1481–1483, 1995.
- [Yen 1996a] B.K. Yen. *Influence of water vapor and oxygen on the tribology of carbon materials with sp² valence configuration*. Wear, vol. 192, pages 208–215, 1996.
- [Yen 1996b] B.K. Yen et Tadashi Ishihara. *An investigation of friction and wear mechanisms of carbon-carbon composites in nitrogen and air at elevated temperatures*. Carbon, vol. 34, no. 4, pages 489–498, 1996.
- [Yen 1996c] B.K. Yen et Tadashi Ishihara. *On temperature-dependent tribological regimes and oxidation of carbon-carbon composites up to 1800 °C*. Wear, vol. 196, pages 254–262, 1996.
- [Yen 1997] B.K. Yen, Tadashi Ishihara et I. Yamamoto. *Influence of environment and temperature on "dusting" wear transitions of carbon-carbon composites*. Journal of Materials Science, vol. 32, pages 681–686, 1997.
- [Zaidi 1991] H. Zaidi, D. Paulmier et H. Nery. *Behaviour of graphite in friction under various environments*. Surface science, vol. 252, pages 778–781, 1991.
- [Zaidi 1995] H. Zaidi, F. Robert et D. Paulmier. *Influence of adsorbed gases on the surface energy of graphite : consequences on the friction behaviour*. Thin Solid Films, vol. 264, pages 46–51, 1995.
- [Zhang 2012] Lei-lei Zhang, He-jun Li, Shou-yang Zhang, Jin-hua Lu, Yu-lei Zhang, Xue-ni Zhao, Cai-ge Gu et Xie-rong Zeng. *Characterisation of wear particles from biomedical carbon/carbon composites with different preforms in hip joint simulator*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 22, no. 10, pages 2562–2568, Octobre 2012.

ÉTUDE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE ET TRIBOLOGIQUE DES DISQUES DE FREIN EN
CARBONE/CARBONE POUR DES APPLICATIONS AÉRONAUTIQUES

Résumé : Cette étude s'intéresse aux performances des matériaux composites Carbone/Carbone 2,5D lors d'un freinage aéronautique de basse énergie. Durant la vie avion, l'état de surface des disques de frein évolue et les performances de freinage s'en trouvent modifiées. Les études expérimentales et les modélisations réalisées ont pour buts la maîtrise et la prédiction de l'évolution des propriétés de la surface, cela en fonction à la fois des conditions tribologiques mais également de la distance dans deux environnements d'étude : à sec et lubrifié.

Un premier volet de ce travail consiste à caractériser finement le comportement mécanique en compression du composite Carbone/Carbone 2,5D, afin de comprendre les répercussions du frottement en sous-couche. Après la détermination des caractéristiques élastiques du matériau, le comportement élasto-endommageable en compression est relevé. Ces caractéristiques sont implémentées dans une simulation 1D et permettent de reproduire les courbes d'essais de compression cyclique à contrainte croissante.

Parallèlement, une étude du comportement tribologique du C/C 2,5D à sec via des essais courts a permis de connaître les caractéristiques des coefficients de frottement de différents états de surface. Les coefficients de frottement moyens sont mis en relation avec le paramètre de rugosité S_k . Les essais tribologiques longue distance mis en œuvre ont modifié l'état de surface des échantillons tant sur le plan topographique que sur le plan morphologique. Des fissures en sous-couche apparaissent, conséquence des efforts tribologiques subis. Ces observations ont menés à la détermination d'un mécanisme d'évolution d'état de surface des disques en environnement sec.

Enfin, deux types d'essais en environnement lubrifié ont été proposés, afin de séparer le comportement ponctuel d'un état de surface du comportement tribologique avec la distance. Premièrement, une procédure d'essais tribologiques courts a été mise en place et s'affiche comme un moyen de caractérisation d'état de surface in-situ à part entière, avec des caractéristiques des courbes de Stribeck directement liées aux états morphologiques et topographiques. Ensuite, un plan d'expérience réunit les essais longs destinés à modifier l'état de surface d'éprouvettes pour plusieurs jeux de paramètres tribologiques. Les courbes de Stribeck de ces nouveaux états de surface sont analysées. Ainsi, les états de surface expérimentaux sont comparés à ceux des disques de frein industriels.

Mots clefs : Matériau Carbone/Carbone 2,5D (C/C 2,5D), Tribologie, Lubrification, Application freinage, Courbes de Stribeck, État de surface.

A MECHANICAL AND TRIBOLOGICAL BEHAVIOR STUDY OF CARBON/CARBON BRAKE DISKS
FOR AERONAUTICAL APPLICATIONS

Abstract : This study focuses on the performance of 2.5D Carbon/Carbon composite materials for low energy aeronautical braking. During aircraft life, the surface condition of the brake discs evolves and the braking performances change. The experimental studies and the modelizations carried out aim in controlling and predicting the evolution of surface properties, both in terms of the tribological conditions but also of the distance in two study environments : dry and lubricated.

For this purpose, a characterization of the mechanical behavior in compression of the 2.5D Carbon/Carbon composite is performed in order to understand the repercussions of friction underlayer. The elastic characteristics of the material and the elasto-damaging behavior in compression are identified. These characteristics are used in a 1D simulation, that allows reproducing the cyclic compression test curves with increasing stress.

At the same time, a study of the tribological behavior of the dry 2.5D C/C composite via short tests made it possible to know the friction coefficient of different surface conditions. The average friction coefficients are related to the roughness. The long-range tribological tests used have modified the topographic and morphological surface conditions of the samples. Cracks appear at the underlayer, as a result of the tribological efforts. These observations led to the determination of a mechanism for the evolution of surface condition of discs in a dry environment.

Finally, two types of lubricated environment tests have been proposed in order to separate the instantaneous behavior of a surface state from the tribological behavior with the distance. First, a short tribological test procedure is set up and is displayed as a means of in-situ surface condition characterization in its own right, with characteristics of the Stribeck curves directly related to the morphological and topographical states. Next, an experimental plan combines long tests to modify the surface condition of test pieces for several sets of tribological parameters. The Stribeck curves of these new surface states are analyzed. Experimental surface conditions are compared with those of industrial brake disks.

Keywords : 2.5D Carbon/Carbon material (2.5D C/C), Tribology, Lubrication, Braking application, Stribeck curves, Surface state.