

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCINTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA 1

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE MECANOQUE

**Laboratoire d'études et de recherche en technologie industrielle
LERTI**

**Projet De Fin d'Etudes Pour l'Obtention Du Diplôme de Master en
Génie Mécanique Option Ingénierie des Matériaux et des Surfaces**

Synthèse et propriétés lubrifiantes de la phase MAX Cr₂AlC

Proposé et encadré Par :

Pr.M.HADJI

Co-promoteur :

HAMZAOUI Billel

Réaliser Par :

BECHBECHI Abdelhak

MERZOUG Mohammed

Année Universitaire 2020/2021

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I : Etude bibliographique Généralité sur les PHASES MAX	
I.1 Introduction	2
I.1.1 Les phases max.....	2
I.1.2 Structure cristalline et les liaisons atomiques DANS les phases max	3
I.1.3 Microstructure	5
I.2 Élaboration des phases MAX	6
I.2.1 Techniques d'élaboration	6
I.2.1.1 Le frittage naturel.....	6
I.2.1.2 Le frittage en phase solide.....	7
I.2.1.3 Le frittage en phase liquide.....	7
I.2.1.4 Le frittage réactif.....	7
I.2.2 Les étapes du procédé sont donc les suivantes.....	8
I.2.3 Le frittage SPS.....	9
I.2.4 Le frittage HP (Hot Pressing).....	9
I.2.5 Compaction isostatique à chaud CIC (HIP Hot Isostatic Pressure).....	9
I.3 Propriétés des phases MAX.....	10
I.3.1 Les propriétés électroniques.....	10
I.3.2 Propriété thermique	12
I.3.3 Propriétés mécaniques	13
I.4 Comportement en compression et en traction.....	16
I.5 Dureté et tolérance à l'endommagement.....	17
Conclusion.....	17
CHAPITRE II : Généralités sur la Tribologie	
II.1. Introduction.....	19
II.1.1 Tribologie.....	19
II.2 Frottement.....	22
II.2.1 Lois et mécanismes de frottement.....	22

II.2.2 Mesure de frottement.....	22
II.3 Lois et Mécanismes d'usure..	23
II.3.1 - Usure abrasive	25
Paramètres du processus d'abrasion	29
II.3.2 - Usure adhésive.....	30
II.3.3 - Usure corrosive (ou tribochimique).....	31
II.3.4 Usure par fatigue	31
II.3.5 Mesure de l'usure	32
II.4 Les lubrifiants.....	32
II.4.1 Définition	32
II.4.2 Composition des lubrifiants	32
II.4.3 Les lubrifiants solides	33
II.4.3.1 LE PTFE : (POLYTETRAFLUOROETHYLENE).....	33
II.4.3.2 Le graphite.....	34
II.4.3.3 Le disulfure de molybdène	34
II.5 Tribomètre type "pion sur disque"	35

CHAPITRE III : Elaboration et Caractérisation

III.1 Introduction	37
III.2 Découpage des échantillons.....	37
III.3 Préparation métallographique	37
III.3.1 Polissage	37
III.4 Synthèse des phases max.....	38
III.4 -1 : Poudres utilisés	38
III.4-2 : Le mélange : (phase max + sel fondu (Kbr)	39
III-5-1 :Compactage de mélange	39
III-5-2 -L'encapsulation.....	40

III-6 Traitement thermique.....	41
III-6-1 : La filtration de poudre traitée	42
III-6-2 : Principe d'outils de filtration.....	43
III-7 : Séchage de poudre	44
III.8 Technique de caractérisation	43
III.8.1 Caractérisation par diffraction de rayon X (drx)	45
III-9. Tribomètre type " bille sur disque"	46
III.9.1 Perte de masse	48
III.9.2 Calcul d'usure.....	48
Chapitre IV : Résultats et discussion	
IV. 1 Introduction.....	49
IV.2 Caractérisation des phases max.....	49
IV.2.1 Diffraction des rayons X (DRX).....	49
IV-3-Etude du comportement tribologique.....	50
IV.3.1 Test tribologique bille sur disque	50
IV.3.1.1 Test huile + 1%(% en poids) max.....	51
IV.3.1.2 Test huile + 2.5%(% en poids) ma.....	51
IV.3.1.3 Test huile + 5%(% en poids) max	52
IV.3.1.4 Test huile + 10%(% en poids) mx.....	52
IV.3.2 Calcul d'usure	53
CONCLUSION GENERALE	54

Tableaux et figures

Tableau.1: La résistivité et la conductivité électrique de quelques composés binaires et ternaires.....	12
Tableau.2 : Densité, module de cisaillement (G), module d'Young (E) et le coefficient de Poisson ν de certaines phases MAX.....	15
Tableau.3: Comparaison entre les propriétés des métaux et des céramiques.....	17

Tableau.4: Valeurs indicatives de coefficients de frottement statique et dynamique de matériaux usuels en frottement à sec.....	23
Tableau 5 : Les conditions des essais tribologiques.....	47
Tableau. 6 - Taux d'usure et perte de masse des échantillons en Acier (100Cr6).....	53
Figure I.1 : Éléments du tableau périodique constituant les PHASES MAX, Métal de transition M (rouge) dans le tableau périodique, un élément des groupes A (bleu foncé), et un troisième élément, X, qui est soit l'azote, soit le carbone (noir).....	2
Figure I.2 : Mailles élémentaire de trois PHASES MAX.....	3
Figure I.3: Observation optique du Ti ₃ SiC HIP 1450°C (a) Structure FG t=8h (b) Structure CG-FG t=16h (c) structure CG t= 24h.....	5
Figure I.4: Le principe de frittage en phase solide.....	8
Figure I.5 : résistivité électrique de quelques phases MAX en fonction de la température...11	11
Figure I.6 : Courbe contrainte-déformation typique d'un matériau ductile.....	14
Figure I.7 : Courbes déformation-contrainte de Ti ₃ SiC ₂ à différentes températures.....	16
Figure II.1 : Contact entre deux solides en présence de frottement.....	19
Figure II.2a : Dissipation thermique due au frottement dans un disque de formule 1.....	20
Figure II.2b : Disque de frein usé par frottement.....	20
Figure II.3 : Contact lubrifié.....	21
Figure II.4: Tribomètre de type pion-disque.....	22
Figure II.5 : Schéma représentatif des modes d'usure: (a) Usure abrasive par micro coupe d'une surface ductile; (b) usure adhésive ; (c) Flux d'usure accumulé par un flux de cisaillement plastique; (d) Usure par fatigue via l'initiation de fissure et propagation; (e) l'usure corrosive fracture des tribo-films ductiles (f) Usure corrosive par délamination des tribo-films fragiles; (g) Usure corrosive par accumulation d'un flux plastique de cisaillement des tribo-films ductiles; (h) usure corrosive par écrasement des tribo-films; and (i) Usure par fusion via une fusion locale et transfert ou diffusion.....	25
Figure II.6 Usure abrasive a deux corps.....	27
Figure II.7: Usure abrasive à trois corps fermée.....	27
Figure II.8 : Usure abrasive à trois corps ouverts.....	28
Figure II.9 : Modes d'usure pour les métaux.....	30
Figure II.10 : Exemples de lubrifiants solides.....	33
Figure II.11 : La position du pion par rapport au repère fixe.....	36

Figure III.1 : a)Scie mécanique, b) échantillons en acier (100Cr6).....	37
Figure III.2 : Polisseuse utilisée lors de la préparation métallographique.....	38
Figure III.3 : échantillons en acier après polissage.....	38
Figure III.4 : PHASE MAX (cr2alc).....	39
Figure III.5 : le dispositif utilisé pour le compactage.....	39
Figure III.6 : l'échantillon de phase max après le compactage.....	40
Figure III.7 : l'échantillon après encapsulation.....	40
Figure III.8 : four Nabertherm.....	41
Figure III.9 : Le mélange après traitement thermique.....	42
Figure III.10 : Agitateur magnétique.....	42
Figure III. 11 : système de filtration.....	43
Figure III. 12 : filtration de solution	43
Figure III.13 : la poudre filtrée après filtration.....	44
Figure III.14 : étuve à 50 °C.....	44
Figure III.15 : Récupération de la poudre MAX du papier filtre.....	45
Figure III.16 : Phénomène de diffraction sur les atomes.....	46
Figure III.17 : Tribomètre de marque Anton Paar utilisée.....	47
Figure III.18 : Balance de précision de 10^{-4} g.....	48
Figure IV.1 : Courbe de diffraction des rayons X des échantillons (Cr2AlC).....	49
Figure IV.2 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 1% MAX (B).....	51
Figure IV.3 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 2.5% MAX (C).....	51
Figure IV.4 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 5% MAX (D).....	52
Figure IV.5 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 10% MAX(E).....	52
Figure IV.6 : Taux d'usure des échantillons en acier (100Cr6) après les 5 essais tribologique.....	54

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, on tient à remercier le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné la force et le courage de mener à bien ce travail, également on remercie infiniment nos parents, qui nous ont encouragé et aidé à arriver à ce stade d'étude.

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce à l'aide de nos chers parents et aussi nos camarades aux seins de notre département de mécanique et ça à cause de leurs encouragements et à qui on voudrait témoigner toute notre gratitude.

Nous remercîments vont à docteur **M.HADJI** notre encadreur pour nous avoir guidés pour la réalisation de ce projet, pour sa patience, sa disponibilité et ces précieux conseils qui ont contribué à alimenter notre réflexion.

On désire aussi à remercier notre co-encadreur **HAMZAOUI BILLEL** qui nous a fourni les outils nécessaires à la réussite et au bon déroulement de notre travail expérimental. Sans oublier l'aide du Laboratoire d'études et de recherche en technologie industrielle **LERTI**.

Enfin, ont tient à témoigner toute notre gratitude au jury qui nous font grand honneur d'évaluer de ce travail

Résumé

La présente étude s'intéresse au comportement de frottement à l'huile des phases max, qui sont de nouvelles céramiques nanolamellaires, dont le comportement tribologique est très peu connu à ce jour. Il est montré ici, en utilisant des expériences sur un tribomètre bille sur disque.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de l'ajout de phase max (Cr₂AlC) dans l'huile comme agents lubrifiants pour examiner le comportement tribologique de l'acier 100Cr6, l'étude tribologique dans notre cas consiste à faire des essais par la méthode de la bille sur disque utilisant une bille d'acier Aisi 52100 comme antagoniste.

Le comportement tribologique de l'échantillon de MAX a indiqué que le coefficient de frottement variait entre 0,10 et 0,15.

Le taux d'usure des échantillons d'acier (100Cr6) varie entre **0.0000509 x10⁻⁴** et **0.00133x10⁻⁴**.

Abstract

The present study is interested in the oil friction behavior of Max, which are new nanolamellar ceramics, whose tribological behavior is very little known to date. It is shown here, using experiments on ball on disk tribometer.

The objective of this work is to study the effect of Max (Cr₂AlC) and graphene additive solid lubricant in oil to examine the tribological behaviour of steel (100Cr6), the tribological study in our case consists in making tests by the method of ball on disk using a steel ball Aisi 52100 as antagonist.

The tribological behavior of the sample of MAX indicated that the coefficient of friction varying between 0.10-0.15.

The wear rate of steel samples (100Cr6) varies between **0.0000509 x10⁻⁴** et **0.00133x10⁻⁴**.

ملخص

تهتم الدراسة الحالية بسلوك الاحتكاك الزيتي لمواد MAX ، وهي عبارة عن خزفيات نانوية جديدة، لا يُعرف سلوكها الترابيولوجي إلا القليل حتى الآن. يتم عرضه هنا، باستخدام التجارب على جهاز قياس ثلاثي الكرة من الكرة إلى القرص.

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير إضافة ماكس (Cr2AIC) في الزيت كعوامل تشحيم لفحص السلوك الترابيولوجي للفولاذ 100Cr6 ، الدراسة الترابيولوجية في حالتنا تتمثل في إجراء الاختبارات بطريقة الكرة على القرص باستخدام كرة فولاذية 52100 كمضاد.

يشير السلوك الترابيولوجي لعينة ماكس (Cr2AIC) إلى أن معامل الاحتكاك يتراوح بين 0.13 و 0.15.

يتراوح معدل تآكل عينات الفولاذ (100Cr6) بين 0.00133×10^{-4} و 0.0000509×10^{-4} .

Introduction générale

Au cours des années soixante, les travaux de Jeitschko, Nowotny et leurs collègues sur l'élaboration des carbures et nitrures, ont permis la découverte de plus d'une centaine de nouveaux matériaux. Dénommés Les phases H₂ ou Hägg₂ firent partie de cette découverte, mais n'attirèrent pas l'attention de la communauté scientifique de l'époque. Ce n'est que depuis une dizaine d'années que l'étude de ces phases particulières, précurseurs de ce que Barsoum et son équipe ont par la suite nommé les phases MAX.

Les phases MAX sont des matériaux céramiques qui constituent une nouvelle classe de matériaux nanolamellaires, avec des propriétés intermédiaires entre celles des métaux et celles des céramiques. Pour les propriétés thermiques, élastiques, chimiques et électriques, ils ont de nombreux points communs avec les carbures ou nitrures correspondants : leur module de Young est élevé et ce sont de bons conducteurs électriques et thermiques. Cependant, mécaniquement, ils en sont extrêmement différents : ils sont usinables, résistent aux chocs thermiques et ont une étonnante résistance à la présence de défauts. La combinaison particulière de ces propriétés est l'expression de la combinaison des trois types de liaisons dans leur structure. Le Ti₃SiC₂ est la phase MAX la mieux caractérisée à ce jour, bien que de nombreuses questions subsistent sur les différentes facettes de son comportement.

L'étude de ce matériau particulier sera également l'occasion de montrer comment l'utilisation de méthodes de dépouillement appropriées - spécialement développées lors de cette étude - fournissent des outils efficaces pour l'expertise des phénomènes. Ces outils sont mis en pratique pour l'étude des phénomènes transitoires, qui se manifestent en particulier dans le comportement tribologique du Ti₂AlN. Et plus généralement lors d'essais dans des conditions de frottement sec.

Ce mémoire est organisé selon quatre chapitres :

Le chapitre I est consacré à la présentation des phases MAX, leurs structures et de leurs différentes propriétés physiques et mécaniques.

Le deuxième chapitre va traiter les différentes notions sur la tribologie, ainsi l'état de l'art sur le comportement tribologique des phases MAX

Le troisième chapitre décrit les différentes techniques expérimentales utilisées pour cette étude depuis la synthèse du matériau étudié jusqu'à l'expertise des traces d'usure obtenues après les essais tribologique en frottement sec.

Le quatrième chapitre d'abord est consacré pour l'étude microstructurale de la phase MAX Cr₂AlC fourni par le Laboratoire d'études et recherche en technologie industrielle (LERTI) du département de mécanique de l'université de SAAD DAHLEB BLIDA, la deuxième partie de ce chapitre consiste à mesurer et à comprendre le comportement tribologique de la phase MAX Cr₂AlC et étudier le taux d'usure et le coefficient de friction des échantillons (100Cr6)

Enfin, une conclusion générale et des perspectives possible de ce travail de recherche sera donnée.

CHAPITRE I

Généralités sur les phases MAX

ambiante, ils peuvent être compressés à des contraintes allant jusqu'à 1 GPa et récupérés complètement lors du retrait de la charge, tout en dissipant environ 25 pour cent de l'énergie mécanique. À des températures plus élevées, ils subissent une transition fragile à plastique (BPT), au-dessus desquels ils sont assez plastiques même en tension[3].

I .1.2 Structure cristalline et les liaisons atomiques dans les phases MAX :

Les PHASES MAX sont des couches hexagonales de structures cristallines avec deux unités de formule par cellule unitaire, pour les structures avec n égal 1 à 3. Les cellules unitaires sont constituées d'octaèdres M_6X avec les atomes X remplissant le site octaédrique entre les atomes M , qui sont identiques à ceux trouvés dans la roche structure de sel des binaires MX . Les octaèdres alternent avec des couches de pur Eléments A situés au centre de prismes trigonaux légèrement plus grands, et donc plus accommodant des atomes A plus grands. Lorsque $n = 1$, Les couches A sont séparées par deux couches M (Figure I.2 (a)). Lorsque $n = 2$, ils sont séparés par trois couches (M_3AX_2 en Figure I.2 (b)). Lorsque $n = 3$, ils sont séparés par quatre couches (M_3AX_2 en Figure 2 (c)).

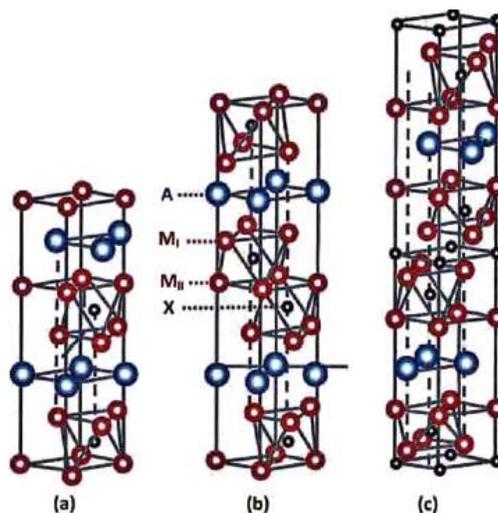


Figure I.2 : Mailles élémentaires de trois PHASES MAX[3].

En plus des PHASES MAX «pur» qui contiennent l'un de chacun des éléments M , A et X , le nombre des solutions solides est assez large.

Des solutions solide sont été traitées et caractérisés avec substitution

- Sites M, par exemple (Nb, Zr) $2AlC$, (Ti, V) $2AlC$, (Ti, Nb) $2AlC$, (Ti, Cr) $2AlC$, (Ti, Hf) $2InC$ et (Ti, V) $2SC$
- Sites A, par exemple $Ti_3(Si, Ge)C_2$, et $Ti_3(Sn, Al)C_2$
- Sites X, par exemple, $Ti_2Al(C, N)$ et $Ti_3Al(C, N)$

Les PHASES MAX ont une structure nano- lamellaire constituée de feuillets d'octaèdres M_6X mettant en jeu des liaisons fortes de types covalentes (M-X) et métalliques (M-M). Ces feuillets d'octaèdres sont, quant à eux, séparés par un plan pur d'élément A, faiblement lié aux éléments M par les liaisons M-A. Il est donc théoriquement envisageable de casser les liaisons M-A sans détruire la structure lamellaire des octaèdres et ainsi préserver uniquement les feuillets d'octaèdres.

Un grand nombre de recherche consacrés à la structure électronique et la liaison chimique dans les phases MAX a montré que :

- La liaison des PHASES MAX est une combinaison de liaisons métalliques, covalentes et ioniques.
- Les atomes M et X forment des liaisons covalentes directionnelles dans le M-X couches comparables à celles des binaires MX.
- Dans la plupart des phases MAX, les liaisons M – A sont relativement plus faibles que les liaisons M – X[3].

I .1.3 Microstructure :

La structure générale d'une céramique peut être composée d'une phase ou plusieurs phases différentes séparées par des joints de grains, des défauts ou des impuretés peuvent être présents à cause du procédé d'élaboration.

El-Raghy et al. [5] Ont étudié les structures finales obtenues lors de la synthèse de la phase MAX Ti_3SiC_2 par pressage isostatique à chaud. Il a réussi à synthétiser trois types de microstructures, et cette dernière se change en fonction du temps de maintien et de la température. (Figure I.3)

- Une microstructure à grains fins notée **FG**.
- Une microstructure à gros grains notée **CG**.
- Une microstructure mixte de gros grains dans une matrice de grains fins.

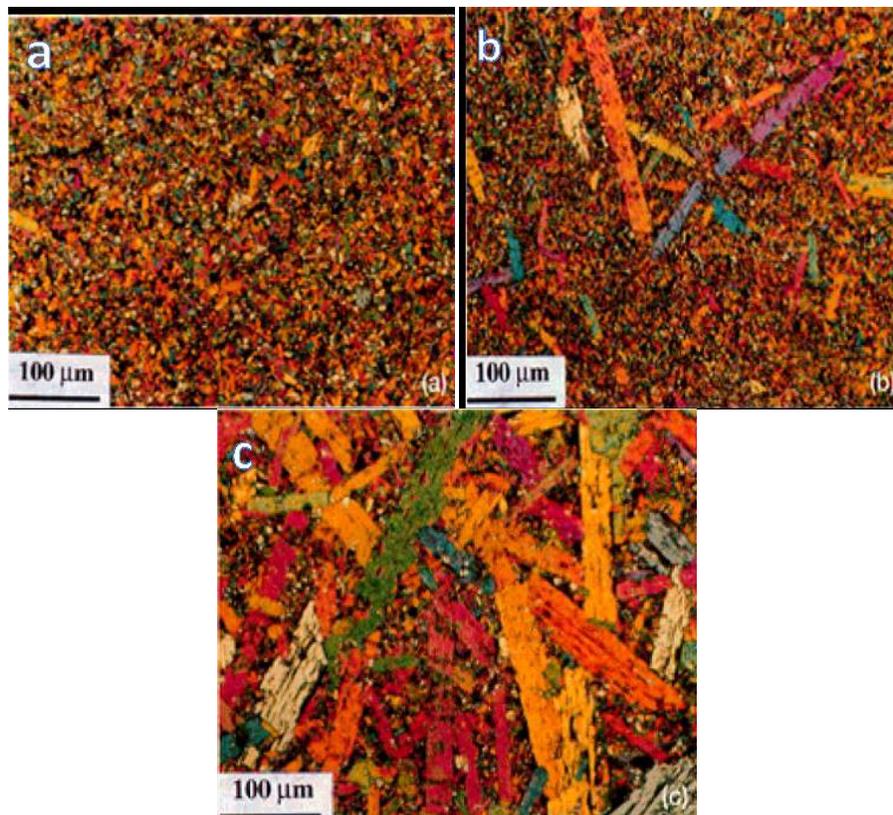


Figure I.3 Observation optique du Ti_3SiC_2 HIP 1450°C (a) Structure FG t=8h (b) Structure CG-FG t=16h (c) structure CG t= 24h [6]

I.2 Élaboration des phases MAX :

Différentes techniques de synthèse utilisées classiquement par les céramistes sont mises en œuvre pour fabriquer les phases MAX.

I.2.1 Techniques d'élaboration :

Contrairement aux métaux et aux polymères qui peuvent être moulés, forgés ou usinés, les céramiques sont en général difficiles à mettre en forme, seul le verre peut être fondu, ayant une température de fusion relativement faible, les matériaux comme l'argile peuvent également être facilement travaillés après un ajout d'eau qui les rend malléables. Cependant, étant donné leur caractère réfractaire et leur grande fragilité, la plupart des céramiques techniques ne sont pas facilement mises en forme, cette technique est réalisée pour la synthèse des matériaux denses, basée sur le principe de frittage. Ce principe consiste en l'utilisation de poudres de base concassées, mélangées, puis pressées dans la forme désirée et cuites selon différents procédés jusqu'à obtenir la pièce finale, des techniques de projection peuvent également être utilisées pour obtenir des dépôts de ces matériaux, cette partie présente succinctement un certain nombre de ces procédés.

I.2.1.1 Le frittage naturel

Définition

Le frittage est un traitement thermique qui consiste à la consolidation (soudage) des particules de poudres sans atteindre la température de fusion de l'un des constituants, qui peut être accompagné d'une pression dans le but d'avoir une densité presque égale à la densité théorique.

Principe : Le frittage est un phénomène qui n'est pas encore bien maîtrisé, de nombreux articles de la littérature s'attachent à en améliorer la compréhension ainsi qu'à tenter de le simuler, l'enjeu pour les céramistes est de réussir à obtenir une densité égale à la valeur théorique pour la céramique, en apportant la plus faible quantité d'énergie possible. Le principe de frittage sans ajout de pression est appelé frittage naturel [7], il existe trois types de frittage.

I .2.1.2 Le frittage en phase solide : Tous les constituants restent à l'état solide tout au long du frittage, la densification passe par un changement de forme des grains, le transport de matière se produisant principalement par diffusion aux joints de grains.

I .2.1.3 Le frittage en phase liquide: Un liquide visqueux se forme, remplissant plus ou moins complètement les espaces poreux du compact initial, la densification se produit principalement par mise en solution et reprécipitation du solide, ce qui permet un transport de matière rapide.

I .2.1.4Le frittage réactif :

Deux ou plusieurs constituants réagissent ensemble lors du frittage, la densification se faisant par précipitation du nouveau composé.

Le principe du frittage est l'utilisation de l'énergie de surface lorsque le matériau est sous forme de poudre afin d'obtenir une structure dense. Deux phénomènes entrent en jeu pour réaliser le frittage :

- Un phénomène d'augmentation de la taille des particules de la poudre préalablement compactée, la taille des grains et des pores augmentent ensemble dans la structure.
- Un phénomène de création et d'extension de joints de grains, suivi d'un grossissement de grains qui permet à la structure de se densifier c'est le frittage [8].

La maîtrise du procédé comme la température et le temps de maintien après compactage à froid est important.

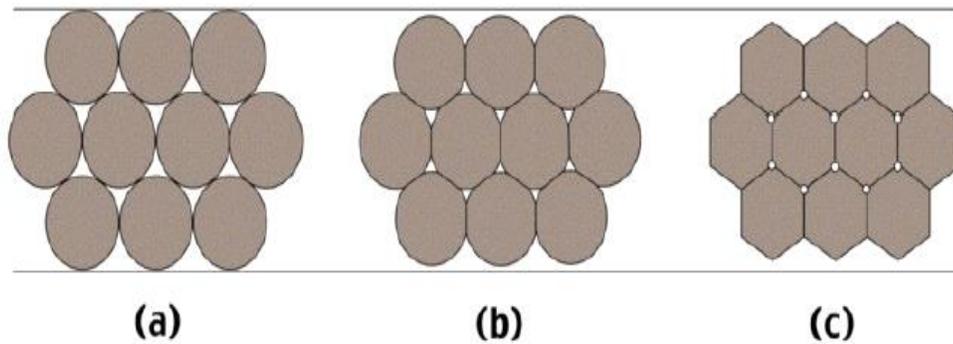


Figure I.4: Le principe de frittage en phase solide.

I .2.2 Les étapes du procédé sont donc les suivantes :

1. Obtention de la poudre initiale par un procédé adéquat, ou mélange des poudres de base dans le cas d'un frittage réactif.
2. Compaction de cette poudre afin de lui donner la forme finale de la pièce (en tenant compte du retrait).
3. Mise à la température de frittage dans un four, en général sous atmosphère contrôlée pendant le temps de frittage. Plus la poudre sera fine ($<1 \mu m$), plus l'énergie de surface sera importante et moins les porosités seront grandes, l'obtention d'une poudre de grande qualité est donc primordiale, la poudre de base peut avoir la composition de la céramique finale ou bien être constituée du mélange stœchiométrique des différents éléments, comme dans le cas du frittage réactif, dans ce cas, la création du matériau sa densification et sa mise en forme se font simultanément, si la poudre de base a la composition finale de la céramique, elle doit être obtenue par un autre procédé, les poudres de carbure et de nitrure de silicium sont par exemple obtenues par réaction du silicium sur le carbone et l'azote respectivement, la poudre d'alumine est fabriquée à partir de son composé hydraté, la bauxite, extraite du gisement, puis concassée, chauffée et tamisée afin d'obtenir la poudre finale .[9]

I .2.3 Le frittage SPS :

Le frittage SPS est une méthode de densification, mettant en jeu l'application simultanée d'une force de compression uniaxiale et d'un courant électrique généralement continu et pulsé. C'est l'application de ce courant électrique, supposé passer à l'intérieur du compact frittant et/ou au sein du système de compaction (matrice et pistons presseurs) [10,11], qui permet l'élévation de température (par effet Joule et conduction) et le déclenchement des mécanismes microstructuraux impliqués dans le frittage. Cette technologie confère au SPS une de ses caractéristiques les plus intéressantes, la forte vitesse de montée en température accessible (jusqu'à 600 °C/min). Les cycles thermiques sont donc très courts et pourraient répondre, sur ce point, aux exigences de cadences industrielles. Depuis ces dernières années, cette technique a connu un fort essor avec la multiplication de ce type de machines à travers le monde

I .2.4 Le frittage HP (Hot Pressing):

Le pressage à chaud unidirectionnel (Hot Pressing HP) peut également être utilisé, la poudre est introduite et pressée dans un système identique à celui du SPS (matrice+pistons), Le cycle thermique s'effectue également sous vide. La seule différence avec le SPS est la manière de chauffer. Par HP, la matrice contenant la poudre est chauffée par radiation d'éléments chauffants, positionnés autour du système matrice / pistons destiné à la compaction du lit de poudre. Ainsi, l'échantillon est chauffé par conduction thermique de la surface externe de la matrice vers la poudre elle-même. La montée en température est beaucoup plus lente, au maximum 20-30 °C/min, le refroidissement prend quelques heures (vitesse de refroidissement HP= (10-15) °C/min, contre – (100-200) °C/min par SPS).

I .2.5 Compaction isostatique à chaud CIC (HIP Hot Isostatic Pressure) :

La compaction isostatique à chaud (CIC) ou (HIP : Hot Isostatic Pressure) [12] est une technique qui permet de densifier ou de synthétiser des poudres afin d'avoir des pièces massives de taille et de formes plus ou moins complexe avec une microstructure uniforme et permet aussi d'appliquer la même pression dans toutes les directions pour le frittage de la céramique [13].

Cette technique consiste à capsuler ou envelopper une poudre compactée à froid, suivi d'un traitement thermique sous une pression isostatique, cette dernière peut atteindre les 200MPa, et une température de 2000°C, la pression est assurée par l'intermédiaire du gaz inerte (Argon, Azote). Sous la pression et la température la poudre se densifie, contrairement au frotage, l'HIP permet de synthétiser des pièces massives à basses températures qui limitent ainsi le grossissement des grains.

I .3Propriétés des phases MAX

Les phases MAX combinent les meilleures propriétés des métaux et des céramiques, thermiquement, élastiquement, chimiquement et électriquement, les phases $M_{n+1}AX_n$ partagent les mêmes avantages que l'élément binaire MX_n correspondant

I .3 .1 Les propriétés électroniques

Conduction électrique des phases MAX

Les céramiques MAX sont de bons conducteurs électriques : Leurs conductivités électriques se situent dans la gamme entre $0.37 \cdot 10^6 \text{ (}\Omega \cdot \text{m)}^{-1}$ et $14.3 \cdot 10^6 \text{ (}\Omega \cdot \text{m)}^{-1}$ [16]correspondant à des valeurs de résistivité entre $0.07 \cdot 10^{-6} \text{ }\Omega \cdot \text{m}$ et $2.7 \cdot 10^{-6} \text{ }\Omega \cdot \text{m}$ [18] ce qui les place dans le domaine de la conduction métallique, comme dans le cas des métaux, leur conductivité augmente linéairement avec la diminution de la température et les résistivités décroissent linéairement lorsque la température décroît[18](voir la figure (I.5)) et leur comportement peut être décrit par la relation :

$$\rho(T) = \rho_{300} [1 + \alpha(T - 300)] \quad \text{pour } T > 100\text{K}$$

Où α est le coefficient de température de la résistivité.

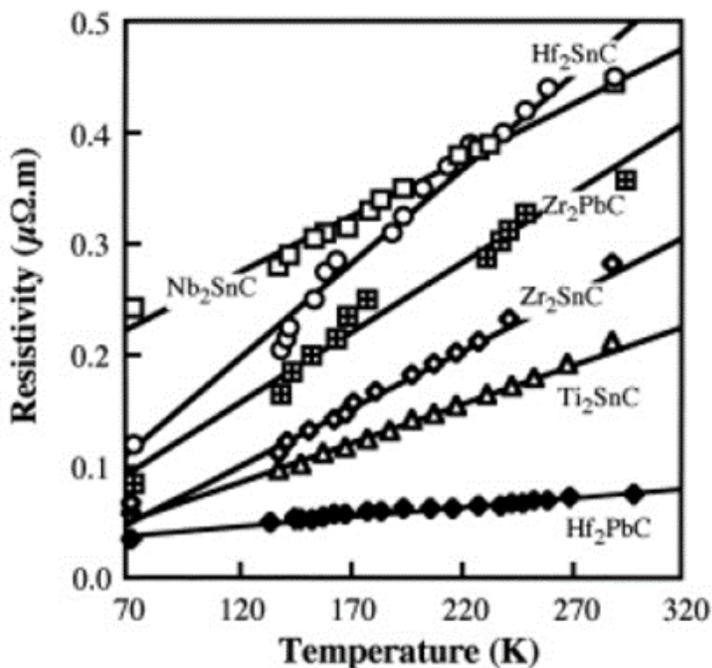


Figure I.5 : résistivité électrique de quelques phases MAX en fonction de la température. [17]

les résistivités des quelques phases MAX sont représentées en fonction de la température dans la figure (1.7), elles sont indiquées que la conductivité électrique de Hf_2SnC s'étend au minimum $2.2 \cdot 10^6 (\Omega m)^{-1}$ et celle de Hf_2PbC s'étend au maximum $13.4 \cdot 10^6 (\Omega m)^{-1}$ et les autres tombent dans l'intervalle de $2.2 \cdot 10^6 (\Omega m)^{-1}$ jusqu'à $13.4 \cdot 10^6 (\Omega m)^{-1}$: Ainsi, on constate que électriquement, les phases MAX partagent presque les mêmes avantages que l'élément binaire MX correspondant (Voir le tableau (I.1)). On peut noter aussi que la conductivité de Hf_2PbC est comparable à celle de l'aluminium ($\sigma_{Hf_2PbC} = 1/3 \sigma_{Al}$) Et sensiblement plus haut que le Pb et Sn (voir le tableau (I.1)).

Composés	La résistivité électrique $\rho(\mu\Omega m)$	La conductivité électrique $\rho(\mu\Omega m)$
Ti ₂ SnC	0.22	4.54
Zr ₂ SnC	0.28	3.57
Nb ₂ SnC	0.45	2.22
Hf ₂ SnC	0.45	2.22
Zr ₂ PbC	0.36	2.77
Hf ₂ PbC	0.075	13.33
Ti ₃ SiC ₂	0.22	4.54
TiC	0.4-0.59	2.5-1.69
ZrC	0.34-0.59	2.94-1.78
NbC	0.56	1.78
HfC	0.45-0.37	2.22-2.70
Sn	0.1	10
Pb	0.2	5

Tableau I.1: La résistivité et la conductivité électrique de quelques composés binaires et ternaires [20].

I .3.2Propriété thermique :

Les phases MAX sont des matériaux réfractaires ils ne fondent pas mais se décomposent ce qui les rend donc des candidats pour les applications à haute température, cependant avant de les mettre dans les applications à haute température il est important de comprendre les propriétés thermiques et leur comportement à haute température [18].

Les phases MAX possède une excellente conductivité thermique, leur conductivité thermique k se situe autour de $30W m^{-1} K^{-1}$, cette valeur est comparable à celle du nitrure de silicium ($k_{Si_3N_4} = 25W m^{-1} K^{-1}$) ou de l'alumine ($k_{Al_2O_3} = 32W m^{-1} K^{-1}$). [19]

I.3.3 Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques des céramiques dépendent des matières premières employées et des méthodes de fabrications qui fixent les microstructures finales et déterminent la répartition des différentes phases en présence, puisque les phases MAX sont considérés comme des céramiques alors elles sont dépend de la taille des grains, le sujet des phases MAX est nouveau, alors la majorité des études a été effectuée sur le composé Ti_3SiC_2 .

- **Les propriétés élastiques**

Soumis à une contrainte, un cristal se déforme de manière linéaire par rapport à cette contrainte pourvu que la déformation engendrée soit faible, lorsque la contrainte est supprimée, le matériau revient dans son état standard de manière réversible, ce comportement observé pour tous les matériaux est dit élastique, si la déformation dépasse un certain seuil, deux comportements sont observés [20]:

Matériaux fragiles: Le matériau rompt avant d'avoir quitté le régime élastique, la rupture dite fragile est caractérisée par l'absence de déformation plastique macroscopique et donc par la propagation très rapide des fissures avec faible consommation d'énergie, la rupture est bien nette, elle suit des plans cristallographiques, on parle de rupture par clivage (exemple: Verres, céramiques et à basse température les métaux cubiques centrés ou certains polymères).

Matériaux ductiles: Au-delà du régime élastique (marqué par la limite d'élasticité ou yield strength) apparaît le régime plastique, voir figure I.6, le matériau commence à se déformer de manière irréversible, ceci se produit par un glissement des plans atomiques les uns sur les autres, ce glissement de plans atomiques se fait grâce au déplacement de défauts linéaires appelés dislocations, de la limite d'élasticité à la contrainte ultime (ultimate strength), on observe un régime de durcissement par déformation plastique aussi appelé écrouissage (strength hardening).[21]

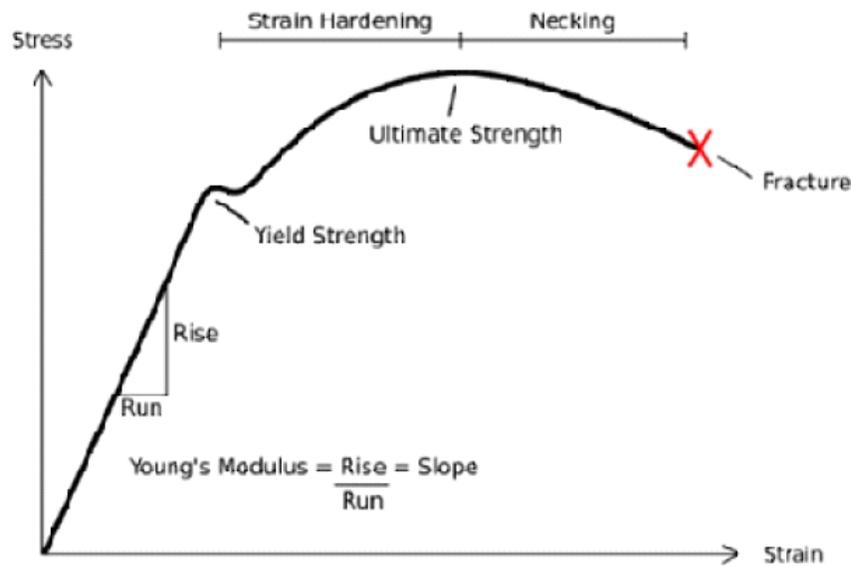


Figure I.6 : Courbe contrainte-déformation typique d'un matériau ductile

Ce durcissement est dû aux mouvements des dislocations atomiques, enfin au-delà de la contrainte ultime, un étranglement se forme (necking) puis le matériau rompt, la limite d'élasticité d'un matériau dépend de plusieurs facteurs dont les principaux sont:

Les forces de cohésion interatomique: Plus les liaisons entre atomes sont importantes, plus il est difficile de les déplacer donc plus la limite d'élasticité est élevée.

La structure cristalline : Les glissements - les déplacements des dislocations se font plus facilement sur les plans atomiques ayant une forte densité, les cristaux ayant le plus de possibilités de glissements sont les cristaux de structure cubique à face centrée, de fait, les matériaux les plus ductiles or plomb, aluminium, cuivre sont cubiques à face centrée.

Les atomes étrangers bloquent les dislocations, les métaux purs sont plus ductiles que les métaux alliés.

Les dislocations sont bloquées par les joints de grain, plus il y a de joints de grain, donc plus les cristallites sont petits, plus la limite d'élasticité est élevée.

Les dislocations se bloquent entre elles, plus le matériau contient de dislocations, plus la limite d'élasticité est élevée (écrouissage). Ces facteurs dépendent entre autres de la température donc la limite élastique dépend elle aussi de la température.

L'élasticité d'un matériau interprété par une grandeur physique appelée le module élastique, ce module mesure de la rigidité d'un matériel, les solide qui sont soumis aux petites déformations sont décrit par la loi de Hooke

$$\sigma = Y \varepsilon$$

Où Y est de Young et ε est la contrainte éprouvée par le matériel.

Les phases MAX sont élastiquement rigide sont caractérisé par un module de Young autour de 300 GPa, les structure 211, comportant moins de liaisons M-X que les autres sont un peut moins rigides que les composés 312. E (Ti₂SnC)=275.4 GPa , E (Zr₂SnC)=252.1 GPa et E (Ti₃SiC₂) = 320 GPa. De la même manière les modules de toutes les structures des phases MAX sont compris entre 120 GPa et 200 GPa (par exemple B (Ti₂SnC = 159 GPa, Zr₂SnC = 149 GPa).[25]

Les coefficients de Poisson de tous ces matériaux est proche 0.2, bien que les températures de Debye des phases MAX soient relativement élevées et comparables à celles des céramiques plutôt qu'à celles des métaux.

Phase MAX	Densité (Mg.m ⁻³)	G (GPa)	E (GPa)	ν	Référence
Phase 413					
Ti ₄ AlN ₃	4.7	127	330	0.22	84
Nb ₄ AlC ₃	7	127	306	0.2	85-86
Ta ₄ AlC ₃	13.2	132	324	0.23	87
Phase 312					
Ti ₃ SiC ₂	4.5	139	343	0.2	88-74
Ti ₃ GeC ₂	5.6	142	343	0.19	89-90
Ti ₃ AlC ₂	4.2	124	297	0.2	91
Phase 211					
Ti ₂ AlC	4.1	118	277	0.19	92
Ti ₂ AlN	4.25	120	285	0.18	74
Ti ₂ SiC	4.62	129	293	0.16	94
V ₂ AlC	4.8	116	235	0.2	95
Cr ₂ AlC	5.1	116	288	0.24	96-97
Cr ₂ GeC	6.9	80	208	0.29	98
Nb ₂ AlC	6.3	117	286	0.21	92-99
Nb ₂ SnC	8.0	-	216	-	100
Ta ₂ AlC	11.46	121	292	0.2	101
Hf ₂ SnC	11.2	-	237	-	100
Zr ₂ SnC	6.9	-	178	-	100

Tableau I.2 : Densité, module de cisaillement (G), module d'Young (E) et le coefficient de Poisson ν de certaines phases MAX [21].

I.4 Comportement en compression et en traction

Les courbes déformations contraintes typiques du Ti_3SiC_2 à grains .ns sont présentées sur la figure (I.10).[19]

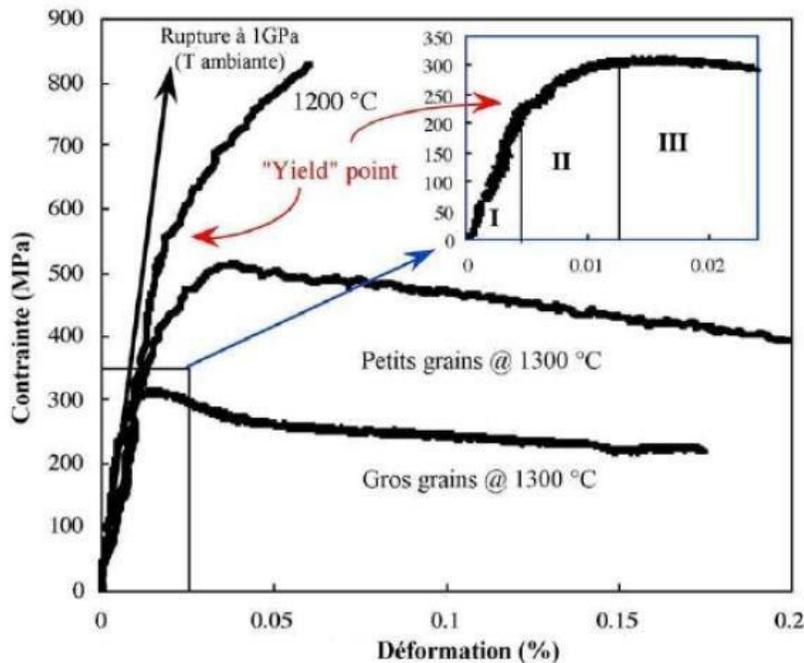


Figure I.7 : Courbes déformation-contrainte de Ti_3SiC_2 à différentes températures.

A température ambiante, pour une vitesse de déformation de $5.10m^{-1}s^{-1}$, la rupture est de type fragile, la contrainte à la rupture est fonction de la taille de grains, pour les microstructures à petits grains elle a lieu pour environ 1GPa et pour celles à gros grains pour environ 700 MPa, à 1200 C, il apparaît une zone non linéaire dans les courbes déformation - contrainte qui est suivie par une région de "durcissement par déformation" apparent, à 1300 C, la réponse déformation - contrainte en compression présente trois étapes, dénotées respectivement I, II et III (insert de la figure (I.10)) : (a) un régime élastique, (b) une étape de déformation inélastique, ou régime de durcissement apparent et (c) un adoucissement avant rupture, aux températures plus élevées, l'étendue du régime d'adoucissement est bien plus importante que celui du régime de "durcissement". Les allongements à la rupture sont alors supérieurs à 15%, puisque la transition entre les régions de déformation plastique et inélastique ne correspond pas à une véritable limite élastique ("yield" point, voir raison plus bas), la contrainte à laquelle apparaît cette transition sera dénotée contrainte de déformation inélastique (CDI).

I.5 Dureté et tolérance à l'endommagement :

Comparées à celle des phases MX, la dureté des phases MAX est relativement faible et plutôt anisotrope. Les valeurs de dureté de toutes les phases ternaires synthétisées jusqu'à présent sont comprises entre 2 et 5 GPa. La valeur la plus élevée, 5.5 GPa, a été obtenue pour la phase MAX $Ti_2AlC_{0.5}N_{0.5}$. Pour certaines phases MAX, telle $Ti_3Al_{1.1}C_{1.8}$, la dureté est une fonction de la charge appliquée alors qu'elle n'en dépend pas pour d'autres phases, [26] [27]

Les céramiques polycristallines sont fragiles à température ambiante. Les implications de cette simple affirmation sont nombreuses car elle rend ces matériaux difficiles à usiner, sensibles aux chocs thermiques et à la présence des quelques défauts qui peuvent être introduits pendant leur mise en œuvre et/ou pendant leur utilisation. Aussi, l'importance de la remarquable résistance à l'endommagement des phases MAX se doit d'être soulignée.

Conclusion

En résumant l'étude faite sur les propriétés des phases MAX, le tableau suivant représente une combinaison exceptionnelle entre les propriétés des matériaux métalliques et les céramiques :

Propriétés des matériaux métalliques	Propriétés des céramiques
<ul style="list-style-type: none"> • Excellents conducteurs électriques et thermiques. • ténacité élevée. • très résistants aux chocs thermiques. • remarquablement usinables. 	<ul style="list-style-type: none"> • résistants à l'oxydation, • Résistant aux acides et aux bases. • Réfractaire à haute température. • Conservation des propriétés mécaniques à haute température.

Tableau I.3 Comparaison entre les propriétés des métaux et des céramiques

La particularité des phases MAX réside dans leurs propriétés exceptionnelles qui résultent de leurs structures nano-lamellaire et peuvent être résumées comme la combinaison des propriétés des métaux et des céramiques.

Les phases MAX sont généralement rigides, légères et ont un bon comportement plastiques à haute température. Elles partagent leurs propriétés thermiques, élastiques, chimiques et électriques avec la phase MX correspondante.

Elles sont de bons conducteurs électriques et thermiques et sont résistantes à la corrosion.

Les phases MAX possèdent aussi des propriétés mécaniques uniques : tolérantes à l'endommagement, résistantes aux chocs thermiques et usinables.

CHAPITRE II

Tribologie

II.1 Introduction

Les études tribologiques concernent essentiellement l'étude des surfaces en contact ont pour objet la compréhension des phénomènes irréversibles générés dans les contacts dynamiques afin d'augmenter la durée de vie des mécanismes, des outils et des dispositifs tribologiques, par une Conception et un choix convenable des matériaux.

II.1.1 Tribologie

Le mot tribologie a été proposé par PETER JOST en 1966 et est basé sur le mot grec "TRIBOS" qui signifie frotté. Il s'agit donc de la science du frottement. Son but est de regrouper sous une seule terminologie l'ensemble des sciences du frottement :

- Contact des surfaces ;
- Usure ;
- Frottement ;
- Lubrification ; etc.

Une définition plus précise de la tribologie qui est l'étude des interactions entre une surface solide en mouvement relatif. Lorsque deux solides sont mis en contact sous l'action d'une force normale F , une force Tangentielle T apparaît et s'oppose au déplacement relatif des deux solides (Figure II.1). Le Frottement est très utile lorsque l'on cherche à immobiliser deux solides l'un par rapport à l'autre. Par exemple il facilite nos déplacements en nous permettant d'exercer, sans glisser, des forces de poussée tangentielle sur le sol pour nous propulser. En revanche, il présente un inconvénient dès lors que l'objectif est de mettre en mouvement relatif deux solides. [25] .

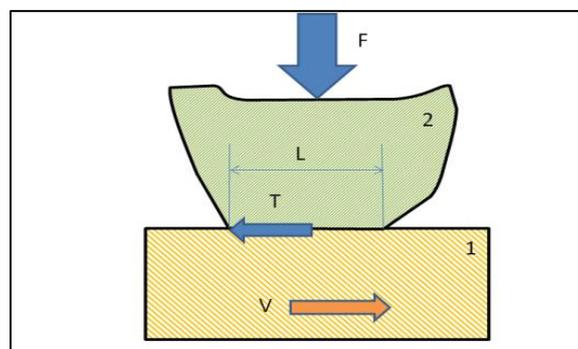


Figure II.1 : Contact entre deux solides en présence de frottement. [25]

La présence de frottement dans un contact glissant conduit à une perte d'énergie mécanique qui est transformée en chaleur (voir Figure II.2a). D'autre part, il conduit à une détérioration des surfaces par usure, fissuration thermique, fatigue comme le montre la (Figure II.2b)[25] .

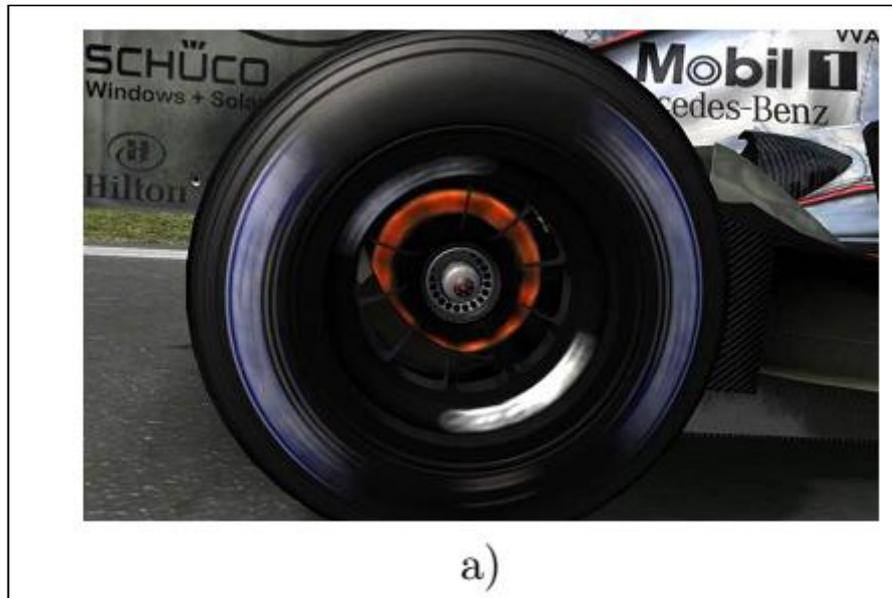


Figure II.2a : Dissipation thermique due au frottement dans un disque de formule 1[25] .

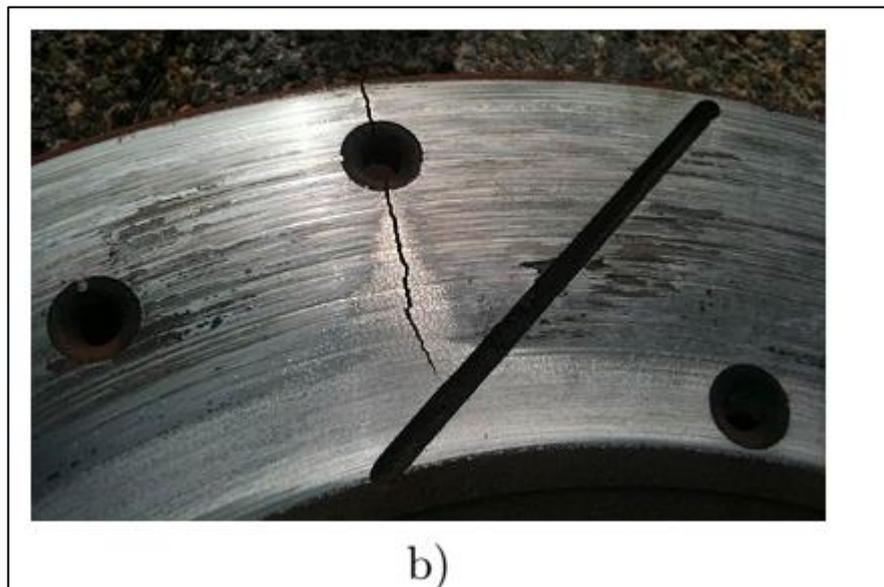


Figure II.2b : Disque de frein usé par frottement[25] .

Une étude récente a montré que dans une voiture moyenne déplaçant à 60 km/h, les pertes par frottement représentaient 43% de l'énergie mécanique fourni par le moteur. Pour l'année 2009, 208 milliards de litres de carburant auraient été brûlés pour vaincre le frottement.

On comprend aisément l'intérêt que présentent la tribologie et la maîtrise des frottements aussi bien pour les aspects économiques qu'environnementaux. Il est donc utile de pouvoir proposer des solutions permettant de limiter le frottement et ses conséquences [25].

Une recette bien connue pour réduire le frottement consiste à remplacer le glissement par du roulement. Une illustration datant de 700 ans avant J-C où des Assyriens déplacent une statue qu'on peut imaginer lourde. A l'avant de la statue on peut apercevoir plusieurs personnes ayant la charge de glisser des rondins cylindriques sous la statue afin de faciliter le déplacement de cette dernière.

La lubrification est certainement le moyen le plus efficace et le plus utilisé pour limiter le frottement et ses conséquences. Lorsque le roulement est utilisé il n'est pas rare qu'on y associe une lubrification adaptée comme nous le verrons plus loin. Reprenons le contact précédent et supposons qu'un lubrifiant de viscosité soit introduit entre les surfaces (Figure II.3) [25].

Nous noterons V la vitesse de glissement et L la longueur du contact

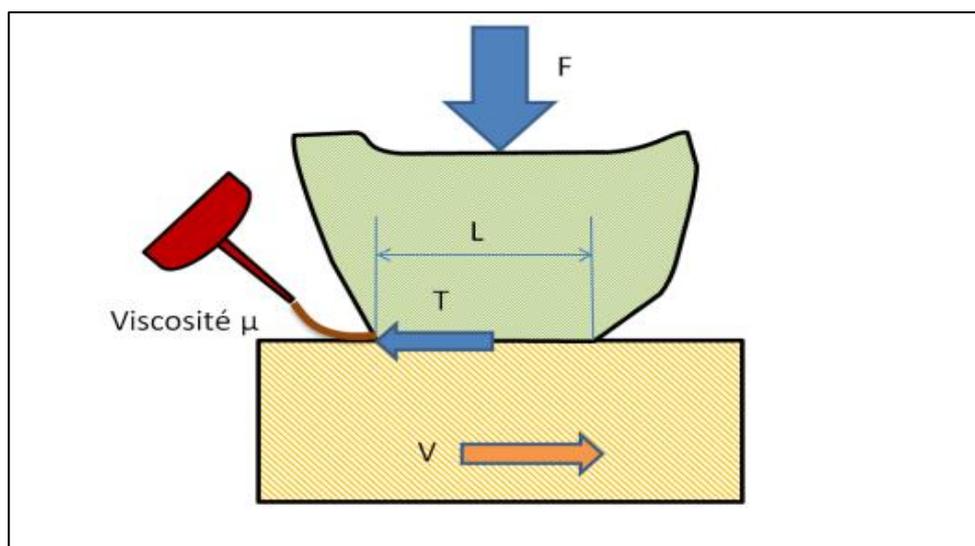


Figure II.3 : Contact lubrifié

II.2 Frottement :

II.2.1 Lois et mécanismes de frottement :

On définit le coefficient de frottement statique par le nombre sans dimension $\mu_s = F_{stat} / N$.

Quand le bloc est en mouvement, la force de frottement reste constante et égale à F_d .
On définit le coefficient de frottement dynamique par le nombre sans dimension $\mu_d = F_d / N$ [25].

II.2.2 Mesure de frottement :

Le facteur de frottement se mesure au moyen d'un tribomètre. La Figure II.4 présente un tribomètre pion-disque qui est parmi les appareils les plus couramment utilisés. Il se compose d'un arbre en rotation à vitesse variable sur lequel se fixe un disque constituant le premier matériau à tester. Un pion réalisé avec le deuxième matériau du couple tribologique se monte sur un support équipé d'un capteur de force normale et tangentielle. Une force normale est appliquée au support de manière à presser le pion sur le disque. Puis le disque est mis en rotation et la force tangentielle est mesurée[25].

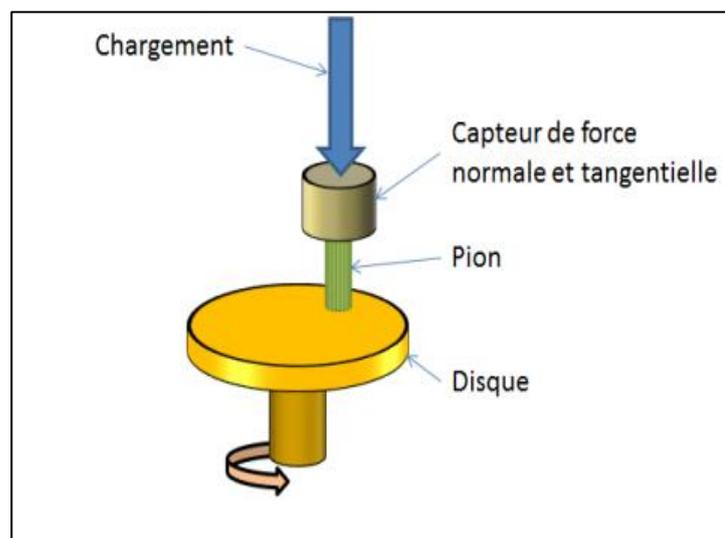


Figure II.4: Tribomètre de type pion-disque[25].

Le tableau (1) présente des valeurs de coefficient de frottement pour les couples de matériaux usuels. Ces valeurs sont à utiliser avec précaution car elles peuvent varier sensiblement avec l'environnement, la vitesse de glissement, la charge [25] .

Matériaux	f_s	f_d
Acier / acier	0,2-0,8	0,2-0,8
Aluminium / acier	$\geq 0,8$	≥ 1
Aluminium / aluminium	1	0,8
Cuivre / acier	0,5	0,45
Chrome / acier dur	0,4	0,4
Garniture de frein/ acier	0,3-0,4	0,25- 0,35
Graphite /acier	0,1	0,1
Laiton /acier	0,5	0,45
Ptfe /acier	0,05-0,1	< 0,1
Caoutchouc / métal	≈ 1	$\approx 0,5 - 1,5$
Caoutchouc /route	≈ 1	0,5 - 0,6
Polyéthylène /acier	0,15 - 0,2	0,1 - 0.15

Tableau 4 : Valeurs indicatives de coefficients de frottement statique et dynamique de matériaux usuels en frottement à sec [25] .

II.3 Lois et Mécanismes d'usure :

L'usure est un ensemble complexe de phénomènes, amenant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces. L'usure est généralement combattue à cause de ses effets négatifs, mais elle présente aussi des aspects favorables. L'affûtage d'un outil, la finition d'une surface par rectification, l'écriture de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usures abrasives utiles. [26]

Dans les premiers instants du frottement, ce sont les écrans superficiels qui subissent l'ensemble des mécanismes inhérents au frottement (effets thermiques, mécaniques ou chimiques). Ensuite, ces mécanismes se relaient ou s'interpénètrent en fonction des multiples conditions présentes.

En général, une pièce subit tout au long de sa vie 3 étapes d'usure :

- Rodage : usure rapide avec une vitesse d'usure régulièrement décroissante.
- Marche normale : durée de vie (usure faible et constante).
- Vieillesse et mort : vitesse d'usure croissante. [26]

L'usure dite mécanique décrit celle gouvernée par un processus de déformation et de fissuration. Le processus de déformation joue un rôle dominant dans les matériaux ductiles, par contre c'est la fissuration qui domine les matériaux fragiles.

L'usure chimique décrit l'usure qui est majoritairement dominée par le taux de croissance des réactions chimiques accélérées mécaniquement par la friction.

Ainsi que l'usure thermique c'est celle qui est dominée par une fusion causée par la génération de la chaleur lors de la friction, l'usure diffusive est un terme utilisé aussi pour décrire l'usure thermique à haute température. [27]

Les trois descriptions de l'usure mentionnées décrivent brièvement la caractérisation des mécanismes d'usure, cependant elles ne sont pas suffisantes pour introduire les modes d'usure pour la prédiction du taux d'usure, les paragraphes qui suivent montrent les différents mécanismes possibles dans un système tribologique.

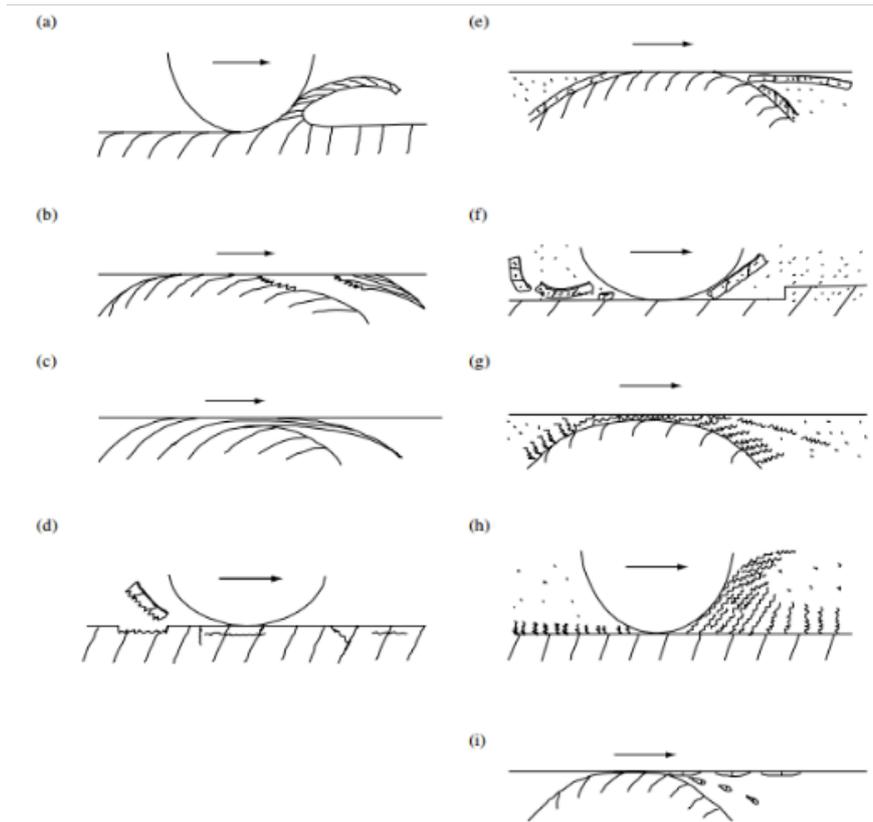


Figure II.5 : Schéma représentatif des modes d'usure: (a) Usure abrasive par micro coupe d'une surface ductile; (b) usure adhésive ; (c) Flux d'usure accumulé par un flux de cisaillement plastique; (d) Usure par fatigue via l'initiation de fissure et propagation; (e) l'usure corrosive fracture des tribo-films ductiles (f) Usure corrosive par délamination des tribo-films fragiles; (g) Usure corrosive par accumulation d'un flux plastique de cisaillement des tribo-films ductiles; (h) usure corrosive par écrasement des tribo-films; and (i) Usure par fusion via une fusion locale et transfert ou diffusion. [27]

II.3.1 - Usure abrasive :

L'usure abrasive est définie comme étant l'usure par déplacement de matière [28] elle est généralement engendrée soit par des particules préexistantes (matériaux granulaires), soit par des débris écrouis (ou protubérances) emprisonnés à l'interface du contact. [29] On différenciera le labourage (déplacement de matière et formation de bourrelets), prédominant pour les matériaux ductiles, de la coupe (enlèvement de matière), particulièrement repérée pour des matériaux fragiles. [26] On distingue ainsi suivant l'application, différents types de configuration, de sollicitation et de milieu. [29]

Les contacts réels sont généralement complexes. Selon la configuration mécanique on distingue :

- l'abrasion à deux corps,
- l'abrasion à trois corps fermés,
- l'abrasion à trois corps ouverts. [29]

Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant sur les bords du sillon une déformation plastique. Le plus souvent pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche à durcir les matériaux (au moins leur surface).[30]

Les surfaces endommagées par abrasion présentent des sillons de profondeur variable, parallèles au déplacement. L'usure est assez constante au cours du temps, le volume des débris croît linéairement avec la charge appliquée et la distance parcourue.

La perte de matière dépend à la fois du matériau usé et de l'antagoniste, et l'aspect des sillons fournit de précieuses indications :

- S'ils sont brillants et très peu profonds, les aspérités de la pièce antagoniste ont raclé les couches d'oxydes,
- S'ils sont isolés, et brusquement interrompus, des particules dures introduites entre les surfaces sont plus ou moins incrustées,
- S'ils sont interrompus et rayent la pièce dure, des particules abrasives sont enchâssées dans la pièce tendre,
- S'ils sont interrompus et marquent la pièce tendre, la pièce antagoniste plus dure est trop rugueuse.

Ainsi que la ductilité et la dureté des matériaux en contact, d'autres paramètres jouent un rôle et l'abrasion est un processus dans lequel interviennent la géométrie des pièces en contact, la topographie de leurs surfaces (hauteur et forme des rugosités), les caractéristiques mécaniques et métallurgiques des matériaux (fragilité, élasticité, plasticité.), les caractéristiques physico – chimiques résultant de l'environnement.

L'usure abrasive à deux corps figure II.6 est un processus d'usure par déplacement et/ou enlèvement de matière de la surface frottante d'une pièce mécanique sous l'action d'aspérités dures fixes. Une aspérité de la surface la plus dure raye la surface la plus tendre. [29]

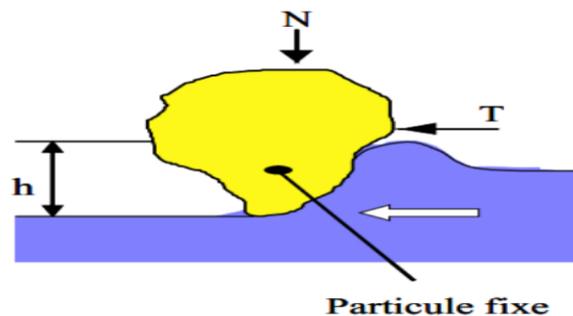


Figure II.6 Usure abrasive a deux corps

L'usure abrasive à trois corps fermée est générée lorsqu'on frotte deux surfaces avec interposition d'abrasifs libres Figure II.7 Dans les configurations d'abrasion à trois corps, il faut distinguer deux cas :

- la distance entre les surfaces est du même ordre de grandeur que la dimension des grains abrasifs ($D \leq D_{\text{max grain}}$),
- la distance entre les surfaces est supérieure à la dimension des grains ($D > D_{\text{max grain}}$).

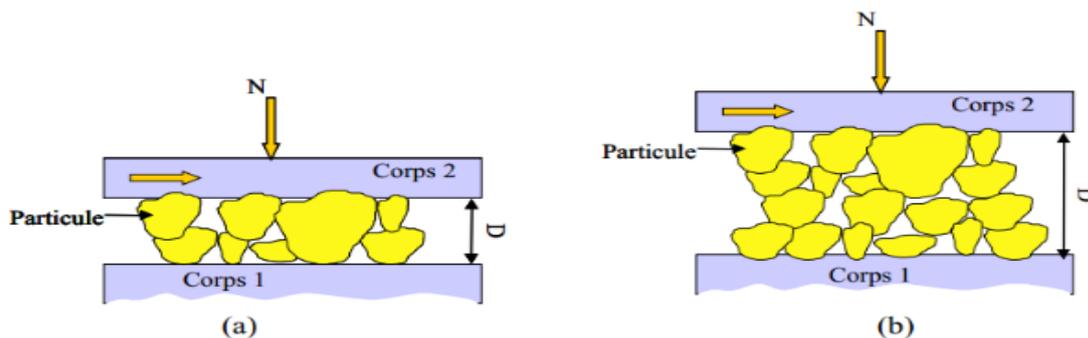


Figure.II.7 Usure abrasive à trois corps fermée

Dans le premier cas $D \leq D_{\text{max grain}}$, les deux surfaces sont également exposées à l'abrasion et le comportement de chaque surface réagit sur l'autre. L'incrustation de particules dures dans une surface tendre ou leur imbrication dans une surface dure écaillée peut transformer le

processus en une abrasion à deux corps. Le phénomène de broyage peut être aussi observé avec ses effets secondaires sur la sollicitation : élimination des arêtes vives, ou au contraire, formation de nouvelles arêtes actives selon la sollicitation et le mode de fragmentation du grain. Dans cette configuration les deux surfaces subissent immédiatement les chocs éventuels qui peuvent les détériorer de façon importante si le granulat est dur et peu fragile.

Dans le second cas où ($D > D_{\text{max grain}}$), les propriétés mécaniques d'une surface n'ont plus d'incidence directe sur l'autre, l'abrasion ne peut être localisée que sur une seule des surfaces. Le comportement rhéologique du corps à l'interface devient alors prépondérant.

Dans le cas de l'abrasion à trois corps, si une seule surface intervient dans le processus de frottement, on parle d'usure abrasive à trois corps ouverte Figure II.8 Ce type de configuration est souvent rencontré dans le cas de matériaux granulaires en contact avec un solide. [29]

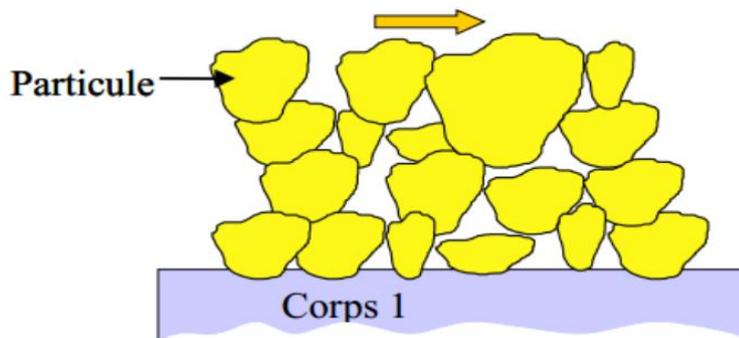


Figure II.8 : Usure abrasive à trois corps ouverts

- Coupe (cutting) : caractérisée par un enlèvement de matière. Elle se produit pour des valeurs de degré de pénétration assez élevées. Pour des valeurs supérieures à 0.3, le mécanisme de coupe se manifeste quelle que soit la contrainte de cisaillement relative à l'interface.
- Formation des bourrelets (wedge) : ce mécanisme ne peut se produire que pour une contrainte de cisaillement relative à l'interface supérieure à 0.5 et un degré de pénétration inférieur à 0.3.
- Labourage (ploughing) : ce mécanisme se manifeste pour des faibles degrés de pénétration (inférieur à 0.2) par contre il peut se produire à n'importe quelle valeur de la contrainte de cisaillement relative à l'interface. [29]

- **Paramètres du processus d'abrasion**

Les acteurs des processus d'abrasion sont essentiellement :

- **le corps abrasif**: l'usure abrasive dépend fortement de la dureté, de la géométrie, de la résistance à l'usure et du mode de fragmentation des abrasifs. En effet, la dureté est importante puisqu'elle détermine l'aptitude physique du grain à rayer un matériau plus tendre. En revanche, la forme du grain a une influence évidente sur son agressivité en combinaison avec sa dureté. Mais également sa résistance à la rupture qui pourra favoriser l'arrondissement du grain ou au contraire la création de nouvelles arêtes vives selon le mode de fragmentation,

- **l'environnement**: l'environnement comprend essentiellement l'humidité et la corrosivité du milieu. Les effets de l'humidité sont négligeables dès que la vitesse d'usure est importante et concerne un volume du matériau supérieur à celui qui est susceptible d'être modifié par une oxydation ou un échauffement superficiel. En revanche, si l'intensité de l'usure est faible (abrasion sous faibles charges ou avec des grains fins ou sphériques), les propriétés du milieu et de la couche superficielle sont très influentes, En milieu chimiquement très agressif, la corrosion peut se superposer à l'abrasion, dont les effets de coupe sont susceptibles de détruire la couche passive éventuelle, la vitesse d'usure dépend alors de la rapidité de passivation du métal dans le milieu et de l'intensité d'abrasion.

- **la température**: la température peut influencer la résistance à l'usure abrasive et suivant ses effets une diminution ou augmentation de la résistance. Une température élevée favorisera l'oxydation ou la corrosion, dans certains cas une couche d'oxyde bien adhérente au métal de base peut le protéger de l'abrasion. Un certain nombre d'aciers réfractaires montrent une bonne résistance combinée à l'abrasion corrosion et leur domaine d'utilisation en température.

[29]

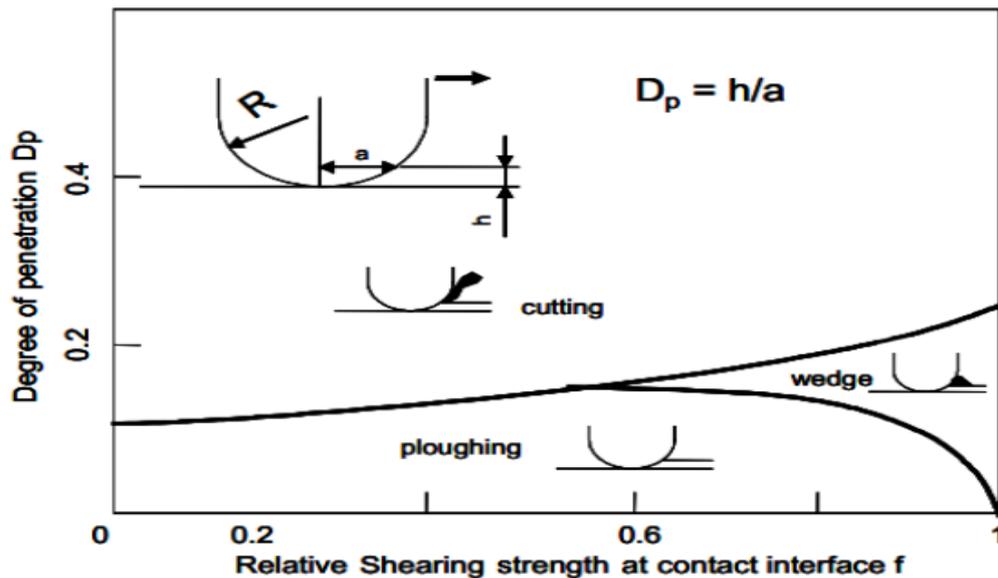


Figure II.9 Modes d'usure pour les métaux

II.3.2 - Usure adhésive :

L'usure adhésive fait appel à des notions de physico-chimie. Il y a formation de liaisons (intermoléculaires, interatomiques) à l'interface. On parle d'usure douce lorsqu'on a un cisaillement de ces liaisons. L'usure sévère (aussi appelée « grippage ») apparaît lorsqu'il y a un arrachement de matière de l'une des surfaces. D'où la formation d'un « film de transfert », collée à la surface antagoniste. [26] Le transfert de débris d'un des deux antagonistes vers l'autre soit par un mécanisme d'origine purement mécanique, soit suite à une réaction physico-chimique. Pour le transfert mécanique, plusieurs hypothèses ont été développées.

Les micro-aspérités présentes dans le contact peuvent conduire à la diminution des zones en contact et générer aux jonctions des énergies très élevées qui peuvent favoriser les réactions physicochimiques (micro-soudage des aspérités en contact). Lors du frottement, il existe entre les matériaux antagonistes une multitude de micro-contacts qui supportent l'ensemble de la charge normale. En effet, dans ces régions, une constriction des lignes de forces engendre des concentrations de contraintes et l'augmentation de la température (températures flashes).

L'évolution de ces aspérités dépend des conditions de sollicitations et de l'environnement. Un équilibre est atteint dès que l'adhérence des films de transfert est supérieure à la force de frottement. Sinon, les contraintes de cisaillement générées provoquent la rupture à l'interface surface/film transféré et forme des débris. Ces derniers peuvent être progressivement évacués du contact en laissant une surface très réactive siège d'un nouveau processus de dégradation.

Si les débris restent piégés dans le contact, les aires réelles de contact s'accroissent et assurent un rôle de portance (effet de séparation des antagonistes, les débris supportent les pressions, l'usure et le coefficient de frottement sont moindres). [30]

II.3.3 - Usure corrosive (ou tribochimique) :

L'endommagement est ici dominé par des réactions chimiques, et les produits de corrosion sont enlevés par action mécanique. Il y a formation de films inter-faciaux compactés. [26]

En effet c'est un système à trois composantes, où interviennent la réactivité chimique entre les surfaces, la réactivité chimique avec le milieu environnant et la réactivité physico-chimique avec les débris. Ce type de dégradation résulte d'une seule ou de plusieurs réactions chimiques sous l'effet d'agent corrosif (environnement, lubrifiant) et des contraintes mécaniques pendant le frottement. Suivant l'état structural superficiel, il se crée des oxydes réactionnels dépendant de l'environnement. Suite au frottement entre les surfaces, la rupture des aspérités qui s'oxydent, forme des débris en général très stables et très durs. Ces derniers jouent alors un rôle abrasif et viennent dégrader les surfaces antagonistes et donc entretenir l'usure. Par contre, il est possible de rencontrer une configuration moins agressive par la formation de films d'oxydes adhérents à la surface d'un des antagonistes et suffisamment résistants au cisaillement pour jouer un rôle protecteur. [30]

II.3.4 - Usure par fatigue :

L'endommagement des surfaces par fatigue de contact se manifeste lorsque les couches superficielles sont soumises à des contraintes répétées ou alternées qui conduisent à l'amorçage des fissures. Ces sollicitations peuvent être d'origine mécanique ou thermique. Les dégradations apparaissent sous forme des piqûres, fissures, écaillage et s'accompagnent des modifications structurales. [28] Les fissures se propagent vers la surface et il y a détachement de « grosses » particules dont la taille peut atteindre le millimètre. [30]

On parlera particulièrement d'égrènement lorsqu'il y a formation de trous correspondant à la microstructure initiale des matériaux. Il y a « déchaussement » au niveau des joints de grains d'un métal par exemple. On parle de délamination lorsque les déformations plastiques répétées des premiers corps conduisent à des fissures en sous-surface, parallèles à la surface. Il y a propagation des fissures le long du plan de cisaillement maximum. [26]

II.3.5 Mesure de l'usure :

L'usure est généralement mesurée au cours d'un test de frottement sur un tribomètre. Des techniques simples de mesure d'usure permettent d'évaluer la quantité de matière enlevée :

- **Pesée**: pesée de l'échantillon avant et après le test de frottement au moyen d'une Balance de précision
- **Mesure de cote** : Mesure de la variation de longueur d'un échantillon avant et après le test de frottement, dans le cas d'une usure uniformément répartie
- **Mesure du volume usé** : Mesure de topographie avant et après test pour évaluer le volume enlevé pour créer la piste d'usure [25]

II.4 Les lubrifiants

II.4.1 Définition :

Un lubrifiant est une substance qui va être déposée dans un contact pour assurer les fonctions suivantes :

- Permettre la séparation des surfaces. Cette fonction est essentiellement assurée par la viscosité du fluide comme nous le verrons dans les chapitres suivants. L'objectif de la séparation des surfaces est d'empêcher le contact direct des solides et donc le frottement puis l'usure
- Protéger les surfaces principalement contre des réactions chimiques avec l'environnement (corrosion, oxydation)
- Evacuer du contact les débris (particule d'usure ou autres), les polluants, la chaleur générée, etc[25] .

II.4.2 Composition des lubrifiants :

Un lubrifiant est composé d'une huile de base qui peut être minérale ou de synthèse et d'additifs. Dans le cas d'une graisse, on ajoute à l'huile des additifs épaississants [25] .

II.4.3 Les lubrifiants solides :

Dans certains environnements extrêmes, il n'est pas possible d'utiliser des lubrifiants fluides. C'est le cas d'applications cryogéniques, d'applications à très haute température ou dans l'espace. On fait alors appel à des lubrifiants solides. Ils sont déposés en couches entre les solides en frottement et jouent le rôle d'un troisième corps qui peut se cisailer facilement pour réduire le frottement et limiter l'usure.

Les lubrifiants peuvent avoir une structure lamellaire comme le graphite ou le disulfure de molybdène (MoS_2) dont les couches glissent facilement l'une sur l'autre (voir Figure II.11b).

On trouve également des lubrifiants plastiques comme le PTFE (polytétrafluoroéthylène) dont la faible énergie de surface permet de réduire le frottement [25].

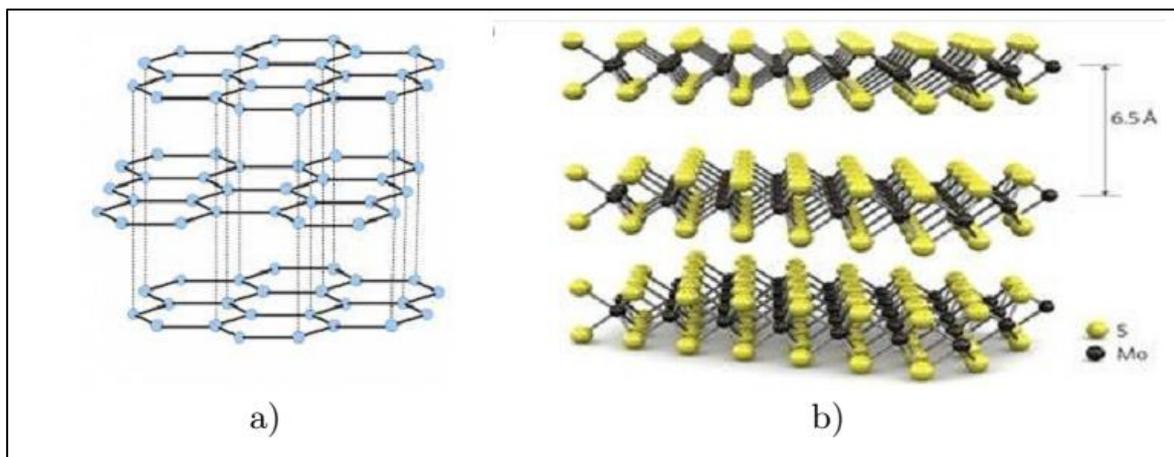


Figure II.10 : Exemples de lubrifiants solides :

a) graphite - b) disulfure de molybdène [25] .

II.4.3.1 LE PTFE : (POLYTETRAFLUOROETHYLENE)

Le PTFE ou polytétrafluoroéthylène est un polymère obtenu par polymérisation du tétrafluoroéthène.

Le matériau ainsi obtenu à une résistance chimique remarquable, peut supporter 200°C et est anti-adhérent.

Il trouve des applications dans de très nombreux domaines : dans l'industrie chimique

(revêtement intérieur de cuves de réacteur, ...), dans les ustensiles de cuisine (revêtement de poêles, ...) mais aussi en chirurgie (clips vasculaires, orthopédie).

Le PTFE possède un coefficient de friction très faible. Il est donc tout naturellement utilisé en lubrification :

- Soit à l'état sec : une bombe aérosol dépose un film qui adhère sur les parties glissantes en vis-à-vis (utilisations ménagères, charnières des portes...)
- Soit il est ajouté à des cires, des huiles ou des graisses dont il augmente considérablement le pouvoir lubrifiant-[31]

II.4.3.2 Le graphite

Le graphite est un empilement de feuilles planes parallèles, constituées par un enchaînement d'atomes de carbone placés aux sommets d'hexagones réguliers adjacents (structure en alvéoles de nid d'abeilles). Une de ces feuilles isolée, constitue le graphène.

Une contrainte exercée sur cet empilement de feuillets de graphène reliés les uns aux autres par des liaisons faibles (Van der Waals), conduit à un glissement de ces feuillets les uns sur les autres (lorsqu'on appuie sur un crayon à mine de graphite on laisse une trace sur une feuille de papier) ; c'est ce qui explique les propriétés lubrifiantes de ce matériau.

Utilisé en mécanique, pour améliorer la tenue des lubrifiants (huiles ou graisses) à la chaleur ; lubrification des charnières de portes de véhicules mais aussi des moteurs [31].

II.4.3.3 Le disulfure de molybdène

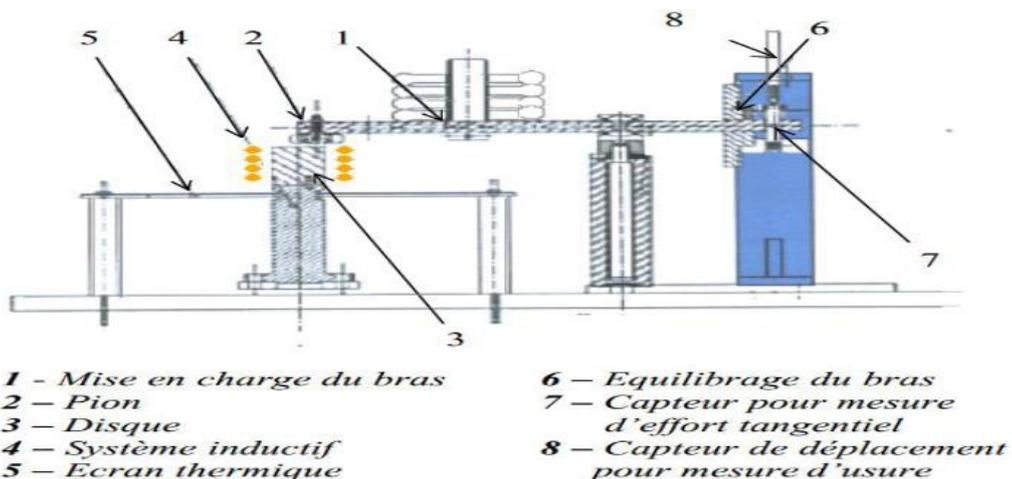
Solide noir ayant même apparence et même toucher que le graphite.

Le disulfure de molybdène MoS_2 a une structure telle qu'un ion Mo^{4+} est au centre d'un prisme droit à base triangulaire dont les sommets sont occupés par 6 ions sulfures S^{2-} . Deux "rangées" d'ions Mo^{4+} entourés de leurs ligands sont maintenues en place grâce à des forces de Van der Waals. Cette structure en feuillets confère à ce matériau un très faible coefficient de friction car sous l'effet de contraintes ces empilements glissent les uns sur les autres comme les plans de graphène dans le graphite. Le disulfure de molybdène est utilisé dans les lubrifiants moteurs [31].

II.5 Tribomètre type "pion sur disque" :

C'est un essai qui consiste à stimuler un système tribologique, en mettant les surfaces des deux antagonistes en contact, se frottant l'une à l'autre. Le disque tourne à une vitesse de rotation ω , en appliquant une charge normale F_N sur le pion qui est fixe. De là on peut déterminer le coefficient du frottement μ qui est la (force normale / force tangentielle), le taux d'usure WR "Wear rate", par une mesure gravimétrique.

La mise en charge s'effectue par gravité sur la partie supérieure du tribomètre, à l'extérieur du dispositif, grâce à un bras de levier muni d'un contrepoids pour équilibrer le poids de l'arbre. Une vérification directe de la valeur de la charge normale est menée avec un capteur de force de tension-compression positionné directement entre le pion et le disque au moyen d'un montage adapté. La composante tangentielle de l'effort pion - disque est mesurée par un capteur de force, les températures du disque sont mesurées par un thermocouple monté au centre sur la face inférieure du disque, figure. **II.10** La position du pion par rapport au repère fixe lié au bâti est mesurée par l'intermédiaire d'un capteur. A partir des valeurs de la force de frottement, du rayon moyen de la piste de frottement du disque et la valeur de la force normale appliquée sur le pion, on peut obtenir l'évolution temporelle du coefficient de frottement.



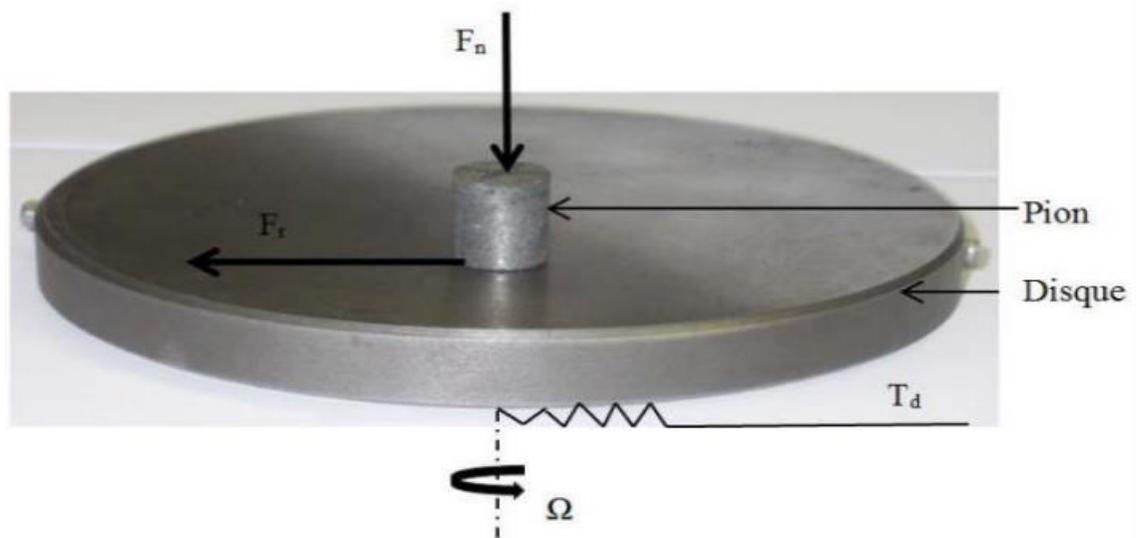


Figure II.11 : La position du pion par rapport au repère fixe

Les paramètres influant sur l'usure pion sur disque :

- La charge normale
- La vitesse de glissement
- L'humidité
- Température

CHAPITRE III

Elaboration et Caractérisation

III 1- Introduction

Contrairement aux métaux et aux polymères qui fondent, les céramiques sont difficile a mettre en forme à cause de leurs caractères réfractaires, ils sont dures et fragiles donc pour les mettre en forme on procède à une technique qui s'appelle le Frittage ce dernier consiste à utiliser des poudres mélangées , pressées sous la forme désirée puis traités thermiquement suivant différents procédés jusqu'à l'obtention d'une pièce finale, notant qu'il existe plusieurs type de Frittage.

Selon le travail qu'on a réalisé plusieurs techniques expérimentales ont été faites sur des échantillons de la phase MAX (Cr₂AlC) fourni par le Laboratoire d'études et recherche en technologie industrielle (LERTI) du département de mécanique de l'université de SAAD DAHLEB BLIDA.

Les techniques expérimentales a savoir Dureté et tribologie ont été faites sur des échantillons en acier (100Cr6) dans le but de déterminer le coefficient de friction et le taux d'usure.

III 2- Découpage de l'échantillon

Le découpage des échantillons (à partir d'une barre d'acier (100cr6) de 25mm de diamètre) a été réalisé au sein de l'atelier d'usinage du département de mécanique à l'université SAAD DAHLEB BLIDA, par une scie alternative (Figure III.1a) ; 5 échantillons ont été découpés.



Figure III.1 : échantillons en acier (100cr6) - Scie alternative --

III.3 Préparation métallographique

III.3.1 Polissage

Le polissage est une opération visant à affiner les rayures afin de pouvoir observer la microstructure de matériaux ce dernier un polissage a été effectuée avec des papiers abrasifs en carbure de silicium (SiC) de différentes granulométries : 80 pour éliminer la

couche de le EDM puis 120, 200, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2000 ,4000 pour obtenir une surface plane, puis un polissage de finition en Al_2O_3 d'une granulométrie de $2\mu m$.



Figure III.2 : Polisseuse utilisée lors de la préparation métallographique.



Figure III.3 : échantillons en acier après polissage.

III.4 Synthèse des phases max

III.4 -1 : Poudres utilisés

Les matériaux initiaux Étaient sous forme de poudre. Le chrome Cr (de granulométrie 300 mesh et de pureté 99.5%). l'aluminium Al (de granulométrie 300 mesh et de Pureté 99.5%) ... le Carbone C (de granulométrie 300 mesh et de pureté 99%) On a utilisé aussi un sel de bromure de potassium Kbr.

La méthode utilisée pour la synthèse de la phase Max est celle des sels fondus, les proportions utilise Cr : Al : C sont 2:1,2:1

III.4-2 : Le mélange : (phase max + sel fondu (Kbr))

Le mélange a été préparée en ajoutant 10g de Max (Cr₂alc) fourni par le Laboratoire d'études et recherche en technologie industrielle (LERTI) (département de mécanique SAAD DAHLEB BLIDA) et 10g de bromure de potassium (Kbr) on été mise dans une boîte de prélèvement contenant des billes en (100Cr6) pour ensuit les mélanger pendant 24h



Figure III.4 : PHASE MAX (cr2alc).

III-5-1: Compactage de mélange

Le compactage a été réalisé par une pastilleuse de laboratoire ou une presse à pastiller et d'un dispositif de compactage de diamètre de 15 mm.

Pour se faire, la poudre est mise a l'intérieure du dispositif de compactage puis compacté sous une pression de 10 tonnes pendant 20 minutes.



Figure III.5 : le dispositif utilisé pour le compactage



Figure III.6 : l'échantillon de phase max après le compactage

III-5-2 -L'encapsulation

Après avoir extrait l'échantillon (green compact) de dispositif de compactage capsulé a l'intérieur de sel Kbr a l'aide de dispositif de compactage dans un diamètre plus grand que le premier



Figure III.7 : l'échantillon après encapsulation

III-6 Traitement thermique

Les traitements thermiques sont effectués au département de génie des procédés à l'aide d'un four de marque

Nabertherm d'une température max. de 1400°C.

Le traitement thermique de l'échantillon a été faite avec comme paramètre suivants :

- Température de maintien : 1200°C
- Temps de maintien : 2H
- Vitesse de montée en température : 5°C/mn
- Durée de l'opération est de 4h
- Refroidissement : au four



Figure III.8 : four Nabertherm



Figure III.9 : Le mélange après traitement thermique

III-6-1 : La filtration de poudre traitée

La poudre traitée thermiquement a été extraite de creuset et mise dans un bécher contenant de l'eau distillée et un barreau magnétique et mise sur un agitateur magnétique (Figure III.10) pour but d'agiter et séparer la poudre et dissoudre le Kbr dans l'eau distillée.



Figure III.10 : Agitateur magnétique.

ensuite cette eau distillée a été filtrer par un outils de filtration fourni par Laboratoire études et Recherche en Technologie Industrielle (LERTI) (Université de Blida 1) et a été rincer plusieurs fois afin de récupérer la phase max sous forme de poudre qui est obtenue sur un papier filtre

III-6-2 : Principe d'outils de filtration

La pompe crée une dispersion et assure l'aspiration de l'air dans une fiole à vide. Le mélange à filtrer (la solution obtenue) est alors aspiré à travers du papier filtre qui est posé sur l'entonnoir du Buchner et qui sépare le solide du liquide comme le montre la Figure III.12



Figure III. 11 : système de filtration



Figure III. 12 : filtration de solution



Figure III.13 : la poudre filtrée après filtration

III-7- : Séchage de poudre

la poudre filtré sur le papier filtre a été mise (Figure III.13) dans une étuve à 50 °C pendant une durée de 12h (Figure III.14) pour un séchage et qu'on puisse récupérer la poudre de Max.



Figure III.14 : étuve à 50 °C

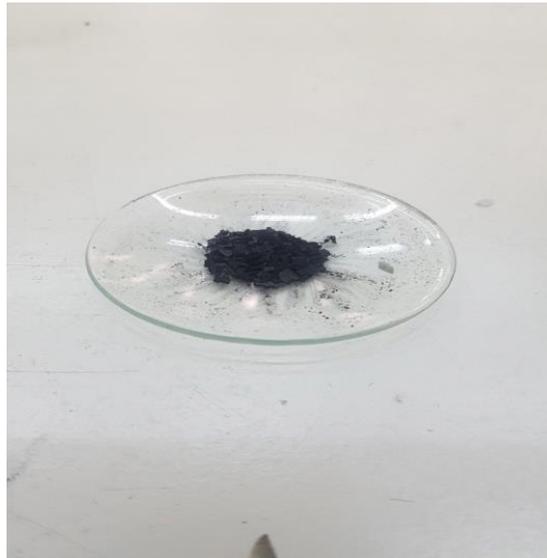


Figure III.15 : Récupération de la poudre MAX du papier filtre.

III.8 Technique de caractérisation

Après récupération des échantillons ces derniers ont subis plusieurs tests afin de déterminer les différentes propriétés mécaniques et microstructurales, Une caractérisation microstructurale par diffraction des rayons X (DRX).

III.8.1 Caractérisation par diffraction de rayon X (drx)

La diffraction des rayons X est un outil efficace pour étudier de façon non destructive la structure cristallographique des matériaux, de poudres, de monocristaux, voire de couches minces . En envoyant des rayons X sur une cible, ces derniers sont diffusés par chacun des atomes de la cible (Figure III.16). Ces rayons X diffusés interfèrent entre eux : si les atomes sont ordonnés, alors ces interférences vont être constructrices dans certaines directions et destructrices dans d'autres. Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction.

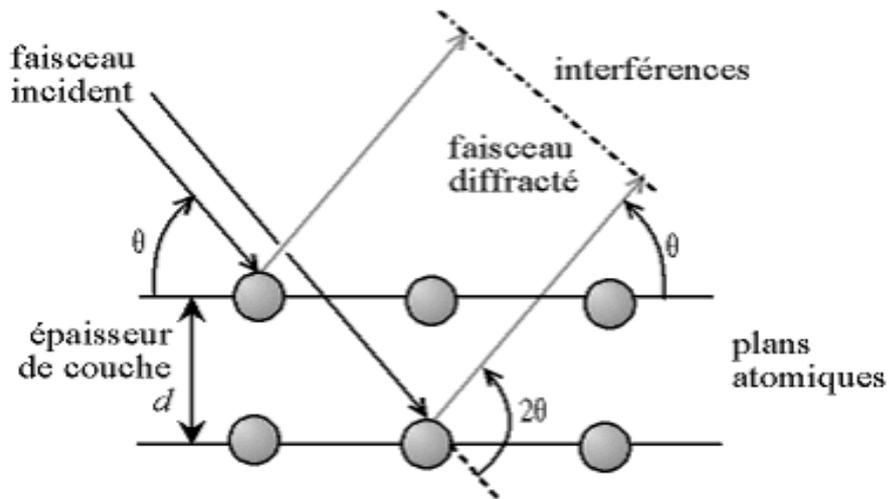


Figure III.16 : Phénomène de diffraction sur les atomes

III-9. Tribomètre type " bille sur disque"

C'est un essai qui consiste à stimuler un système tribologique, en mettant les surfaces des deux antagonistes en contact, se frottant l'une à l'autre. Le disque tourne à une vitesse de rotation ω , en appliquant une charge normale F_N sur le pion qui est fixe. De là on peut déterminer le coefficient du frottement μ qui est la (force normale / force tangentielle), le taux d'usure WR "Wear rate", par une mesure gravimétrique.

La mise en charge s'effectue par gravité sur la partie supérieure du tribomètre, à l'extérieur du dispositif, grâce à un bras de levier muni d'un contrepoids pour équilibrer le poids de l'arbre. Une vérification directe de la valeur de la charge normale est menée avec un capteur de force de tension-compression positionné directement entre le pion et le disque au moyen d'un montage adapté. La composante tangentielle de l'effort pion - disque est mesurée par un capteur de force, les températures du disque sont mesurées par un thermocouple monté au centre sur la face inférieure du disque.

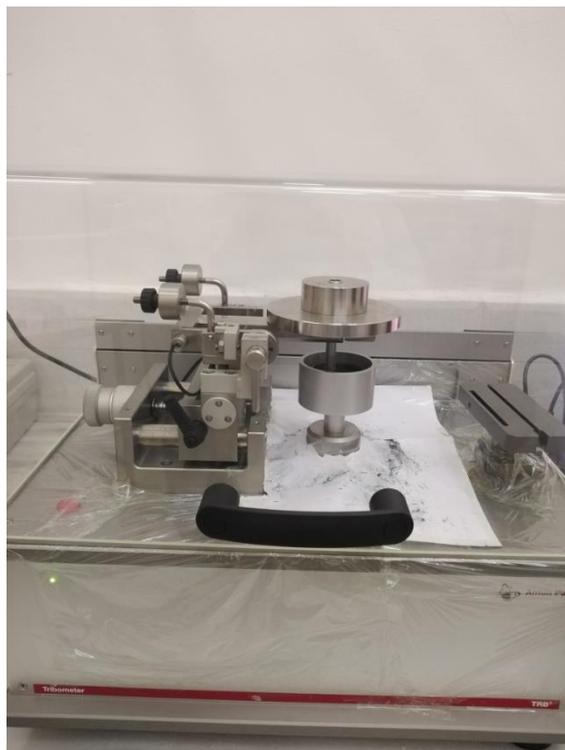


Figure III.17 : Tribomètre de marque Anton Paar utilisée.

Les essais tribologiques ont été réalisés (au niveau du Laboratoire études et Recherche en Technologie Industrielle LERTI - Université de Blida 1) en configuration plan bille-disque à l'aide d'un tribomètre de marque **ANTON PAAR** doté d'un logiciel d'acquisition sur PC.

Les conditions des essais sont résumées dans le tableau suivant :

Paramètre	Valeur
Vitesse de glissement (cm/s)	10
Charges normal (N)	15
Distance de glissement (m)	100
Atmosphère	L'air

Tableau 5 : Les conditions des essais tribologiques.

III.9.1 Perte de masse

Les échantillons et la bille ont été nettoyés avec de l'acétone et pesés avant et après chaque essai tribologique par une balance de précision de 10^{-4} g.



Figure III.18 : Balance de précision de 10^{-4} g.

III.9.2 Calcul d'usure

Afin de déterminer le taux d'usure de chaque échantillon, nous avons réalisé des mesures de la masse avant et après chaque essai tribologique, sachant que la valeur de la masse volumique est de l'ordre de 7.85 g/cm^3 pour les échantillons étudiés.

$$W = \frac{M_i - M_f}{\rho \cdot D \cdot F} \quad [\text{mm}^3/\text{Nm}]$$

Où :

M_i : La masse initiale [g].

M_f : La masse finale [g].

ρ : La masse volumique [g/cm^3].

D : Distance parcourue [m]. F : La charge normale [N].

CHAPITRE IV

Résultats et Discussion

IV.1 Introduction

Les phases MAX sont des matériaux classés parmi la famille des céramiques qui possèdent des propriétés intermédiaires entre celles des céramique et celle des métaux, comme les céramiques elles ont un module de Young élevé et une bonne résistance à l'oxydation, comme les métaux elles sont de bons conducteurs électrique et ont une bonne usinabilité (ce qui n'est pas le cas pour les céramiques) .

La majorité des chercheurs scientifiques ont entamés plusieurs recherches sur le comportement tribologique de ce nouveau matériau afin de faire une bonne étude tribologique ; Les études disponibles jusqu'à aujourd'hui ce base essentiellement sur le frottement sec des phases MAX.

Notre travail consiste à étudier le taux d'usure et le coefficient de friction des échantillons en acier (100Cr6) en utilisons les phases max (Cr₂AlC) comme additifs dans l'huile afin d'amélioré le comportement tribologique de ces derniers.

IV.2 Caractérisation des phases max

IV.2.1 Diffraction des rayons X (DRX)

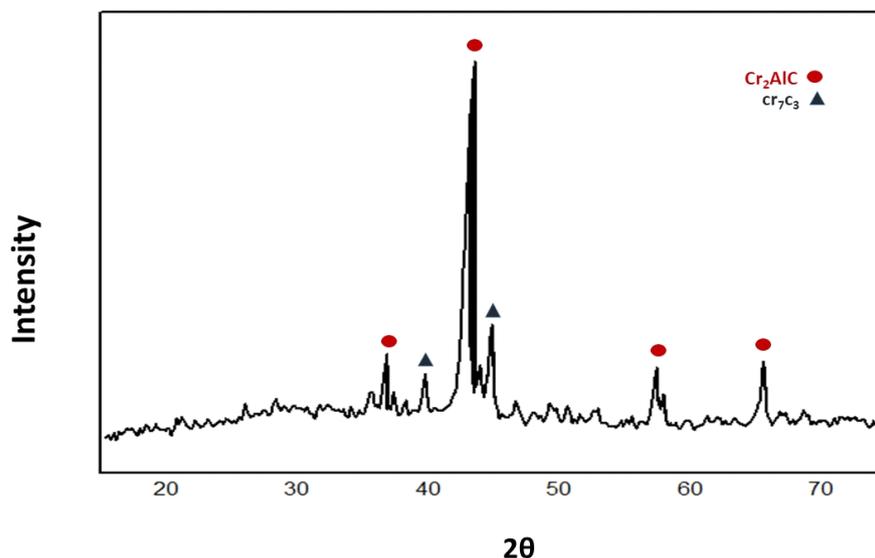


Figure IV.1 : Courbe de diffraction des rayons X des échantillons (Cr₂AlC)

Le dépouillement des phases obtenues lors de l'analyse de diffraction des rayons X (DRX) de la poudre de PHASE MAX, est accessible en utilisant le logiciel **X'pert High score Plus**, qui est

accompagné d'une base de données PDF2 permettant l'identification des éléments de chaque phase identifiée.

La **Figure IV.1** représente la courbe de diffraction des rayons x de l'échantillon cr2alc.

On remarque la présence de 4 pics de Cr₂AlC et dont l'un d'eux ($2\theta = 46^\circ$) qui est le pic principale ayant la plus grande intensité, on remarque aussi 2 petits pics de Cr₇C₃ avec une faible intensité.

Donc on peut dire que notre poudre (Cr₂AlC) a une grande pureté.

IV-3-Etude du comportement tribologique

Dans cette partie on va s'intéresser au comportement tribologique des échantillons en acier (100Cr6) avec des phases max comme additif dans l'huile de lubrification (**5W30**), pour cela l'essai bille sur disque a été réalisé.

L'étude a été faite sur 5 échantillon : (échantillon 1 a huile sec), (échantillon 2 a huile + 1%Max) , (échantillon3 a huile +2.5 % Max),(échantillon 4 a huile +5% Max) (échantillon 5 a huile + 10% Max).

IV.3.1 Test tribologique bille sur disque

La propriété tribologique des échantillons en aciers (100Cr6) lubrifiés par l'huile synthétique **5W30** et (Cr₂AlC) comme additifs a été mesurée sur un tribomètre bille sur disque (Antone Paar). L'additif (Cr₂AlC) exfoliées préparées par un traitement thermique a 1200°C de 4h a été ajoutées à l'huile synthétique **5W30** en formant une suspension uniforme. Différentes concentrations d'addition des phases max (Cr₂AlC) ont été sélectionnées comme 1% et 2.5% et 5% et 10% en poids.

Les échantillons (disque) dans notre travail avec 20 mm de diamètre avec une dureté de 17 HRC pour les échantillons. La bille utilisée comme antagoniste est à base de l'acier (Aisi51107) Avec une dureté de 58 HRC et un diamètre de 6 mm. Les paramètres utilisés pour le test tribologique sont : vitesse de rotation de 10 cm/s, charge nominale de 15 N et une distance de 100m.

Les coefficients de frottement des échantillons sont indiqués dans les figures suivantes :

IV.3.1.1 Test huile + 1% (% en poids) max

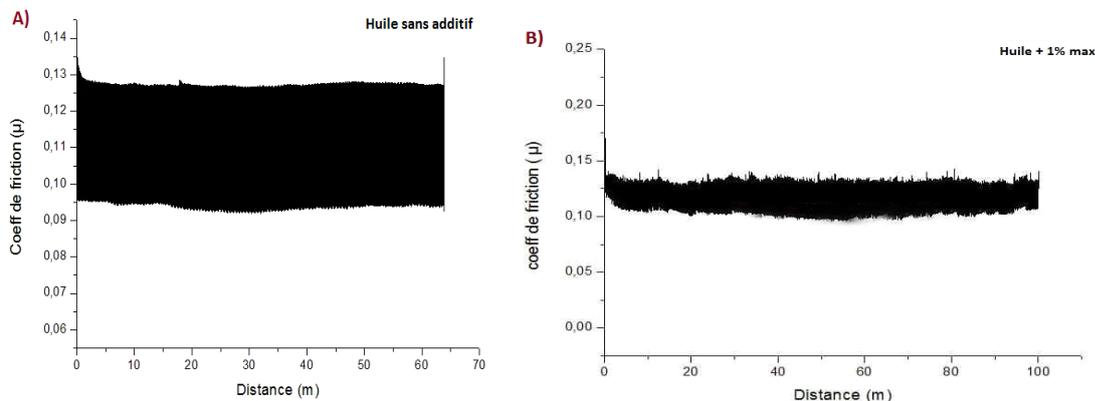


Figure IV.2 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 1% MAX (B)

Dans la Figure IV.2, le coefficient de friction pour l'essai de l'huile sans additif (Figure IV.6 (A)) à une valeur d'environ 0.13, par contre dans l'huile avec l'ajout de 1% (% en poids) de max (Cr₂AlC) comme additif (Figure IV.6 (B)) on remarque qu'il n'y a pas une grande différence entre les valeurs du COF de l'échantillon testé à l'huile sec et celui après l'ajout d'1% de max (COF 0.13).

IV.3.1.2 Test huile + 2.5% (% en poids) max

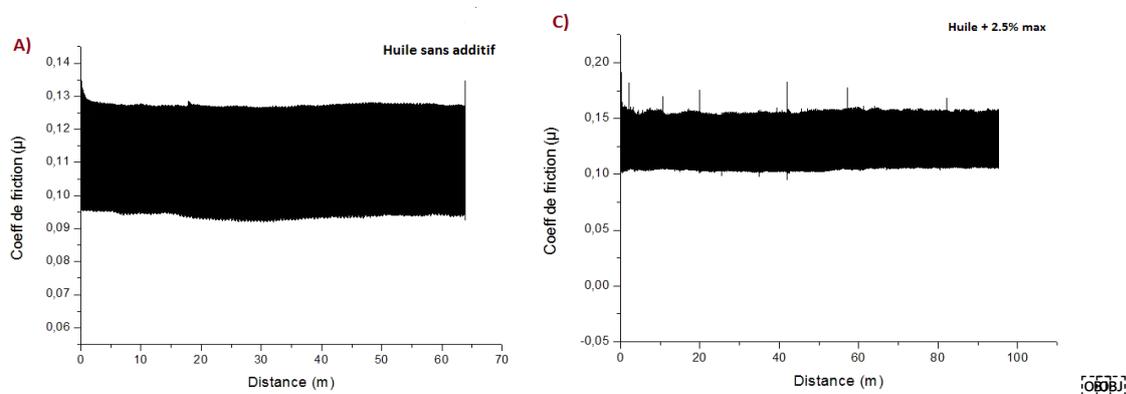


Figure IV.3 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 2.5% MAX (C)

La Figure IV.3 nous donne les résultats du coefficient de friction après l'essai de avec 2.5% (% en poids) max (Cr₂AlC) comme additif (Figure IV.3 (C)), en autre côté le résultat de l'essai de l'huile sans additif qui est aussi représenté (Figure IV.3 (A)). On peut remarquer que cette courbe (Figure IV.3 (C)) présente une augmentation du COF qui est d'environ (0.14). Ces observations sont dues probablement à la présence du max qui peut être d'un troisième corps.

IV.3.1.3 Test huile + 5%(% en poids) max

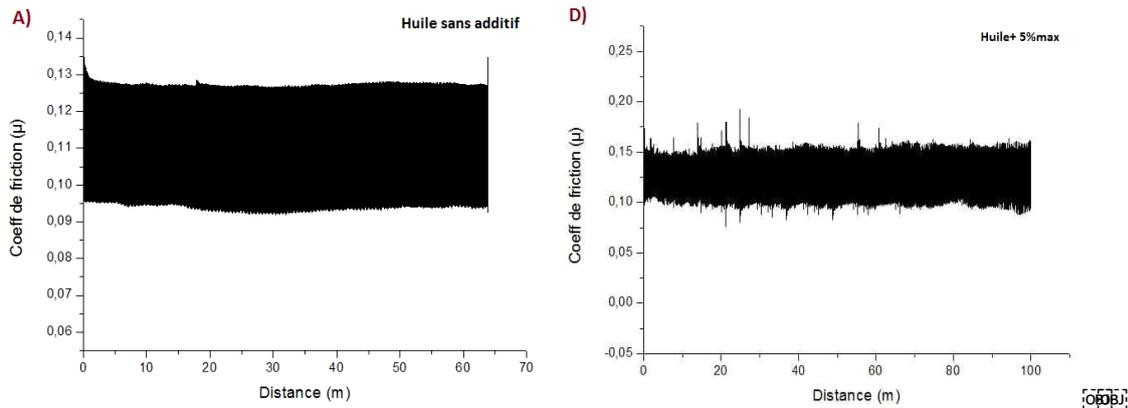


Figure IV.4 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 5% MAX (D)

Après l'essai de 5%(% en poids) max comme additif le COF est d'une valeur de 0.13 (Figure IV.4 (D)). Le résultat de l'essai de l'huile sans additif est aussi représenté (Figure IV.4 (A)). On remarque une augmentation de COF. L'explication de l'augmentation du COF est probablement à la présence du max qui peut être un troisième corps.

IV.3.1.4 Test huile + 10%(% en poids) max

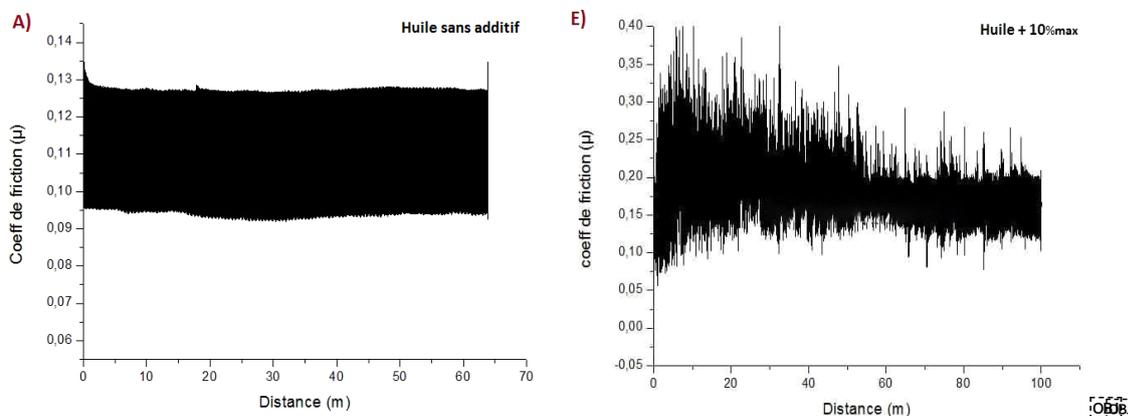


Figure IV.5 : coefficient de friction pour de l'huile sans additif (A) et pour 10% MAX (E)

Après l'essai dans l'huile avec 10%(% en poids) max (Figure IV.4 (E)) comme additif on remarque qu'il y a un grand changement au niveau de la valeur du COF par rapport à l'essai dans l'huile sans additif (COF 0,13). Ce qui indique que le max qui peut être un troisième corps.

IV.3.2 Calcul d'usure :

Pour calculer le taux d'usure de chaque échantillon on a fait appel à la loi ci-dessus :

$$W = \frac{M_i - M_f}{\rho \cdot D \cdot F} \quad [\text{mm}^3/\text{Nm}]$$

Où, M_i , M_f , ρ , D et F représentent la masse initiale, la masse finale, la masse volumique, Distance parcourue et la charge normale, respectivement.

ESSAIS	ESSAI(1) SANS ADDITIF	ESSAI(2) 1% Max	ESSAI(3) 2.5%Max	ESSAI(4) 5%Max	ESSAI(5) 10% Max
Masse Initiale (g)	25.8557	40.1253	25.6326	25.3414	26.7810
Masse Finale (g)	25.8400	40.1245	25.6320	25.3424	26.7813
la masse volumique (g/mm ³)	0.0785	0.0785	0.0785	0.0785	0.0785
distance parcourue (mm)	100000	100000	100000	100000	100000
la charge normale (N)	15	15	15	15	15
Taux d'usure (mm ³ /Nm) x10 ⁻⁴	0.00133	0.000679	0.0000509	-0.000849	-0.000254

Le tableau suivant représente les taux d'usure des échantillons après chaque test.

Tableau 6 : Taux d'usure et perte de masse des échantillons.

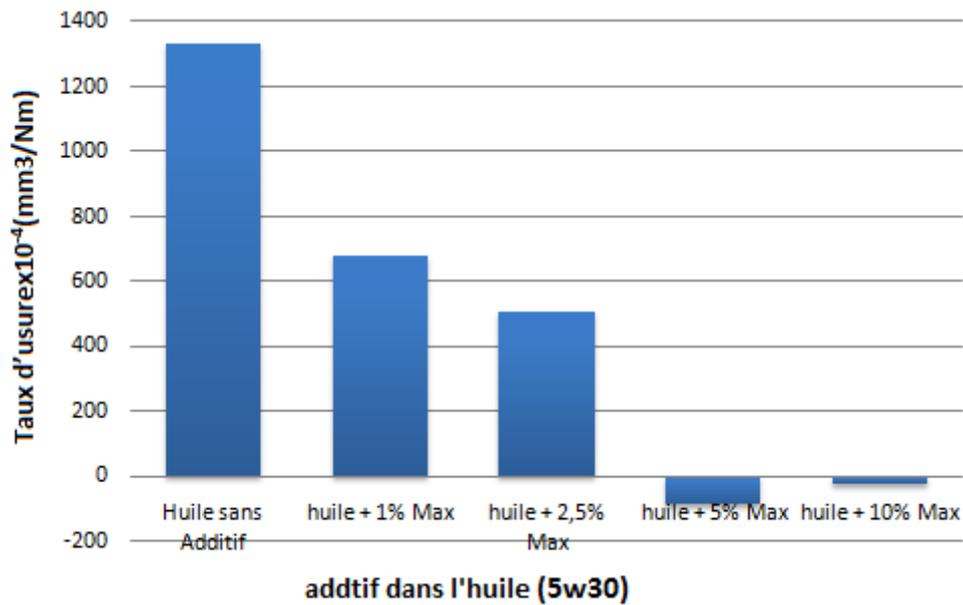


Figure IV.6 : Taux d'usure des échantillons en acier (100Cr6) après les 5 essais tribologique.

Le graphe de la Figure IV.5 représente le taux d'usure des échantillons en acier (100Cr6) après les essais tribologiques on peut remarquer que le taux d'usure à l'huile sans additif est trop élevés.

L'essai de 2.5% (% en poids) max (Cr2AIC) a donné de bon résultat par rapport à l'essai 1% (% en poids) max (Cr2AIC).

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement tribologique et les propriétés tribologique des échantillons en aciers (100Cr6) lubrifiés par l'huile synthétique **5W30** et (Cr2AIC) comme additifs. L'étude tribologique dans notre cas consiste à faire des essais par la méthode de la bille sur disque en utilisant une bille en carbone comme antagoniste. Les tests ont été mesurée sur un tribomètre bille sur disque (Antone Paar).

La phase MAX (Cr2AIC) a été élaborée par une nouvelle méthode de synthèse appelée (Molten Salt)

L'élaboration des Max (Cr₂AlC) a été faite au niveau du laboratoire études et Recherche en Technologie Industrielle LERTI - Université de Blida 1, ces résultats sont confirmés par les techniques de caractérisation (Diffraction des rayons X (DRX)).

- Le comportement tribologique a donné un coefficient de friction qui varie entre [0,10 – 0,15].

L'échantillon testé dans l'huile avec l'ajout avec 2.5%(% en poids) de phase max (cr₂alc) comme additif a donné de bons résultats de taux d'usure.

Le taux d'usure des échantillons en acier (100CR6) varie entre **0.0000509 x10⁻⁴** et **0.00133x10⁻⁴**.

La qualité de l'huile synthétique (5W30) et la qualité de la poudre PHASE MAX (CR₂AlC) et le pourcentage en poids (% en poids) a joué un rôle essentiel sur le résultat du coefficient de friction.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] B. M. Radovic and M. W. Barsoum, "MAX phases : Bridging," vol. 92, no. 3, pp. 20–27.
- [2] M. W. Barsoum, "New Phases : Carbide and Nitride Materials Unique Ternary ceramics turn out to be surprisingly soft and machinable , yet also heat-tolerant , strong and lightweight," vol. 89, no. 4, pp. 334–343, 2013.
- [3] El-Raghy, T., Barsoum, M. W., Zavaliangos, A. & Kalidindi, S. R. Processing and Mechanical Properties of Ti_3SiC_2 : II; Effect of Grain Size and deformation Temperature. *J. Am. Ceram. Soc.* **60**, 2855–2860 (1999).
- [4] Barsoum, M. W. & El-Raghy, T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 . *J. Am. Ceram. Soc.* **79**, 1953–1956 (1996).
- [5] Barsoum, M. . Fundamentals of Ceramics. (2002).
- [6] M.W. Barsoum. Fundamentals of ceramics. Mc Graw-Hill, 1997.
- [7] Thèses doctorat (Alexandra SOUCHET) Comportement tribologique d'une phase MAX: Transition et effets d'échelle sur différents Ti_3SiC_2 .
- [8] Anselmi-Tamburini, U., et al., Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: II. Modeling of current and temperature distributions. *Materials Science and Engineering A*, 2005. 394(1-2): p. 139-148.
- [9] Vanmeensel, K., et al., Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering. *Acta Materialia*, 2005. 53(16): p. 4379-4388.
- [10] Atkinson, H. & Davies, S. Fundamental aspects of hot isostatic pressing: an overview. *Metall. Mater. Trans. A* 31A, 2981–3000 (2000).
- [11] Y.M. Luo, S.Q. Li, J. Chen, R.G. Wang, J.Q. Li and W. Pan, Effect of composition on properties of alumina/titanium silicon carbide composites, *J. Am. Ceram. Soc.*, (2002) 85 3099-3401.

- [12] M.W. Barsoum, "The $Mn+1AX_n$ Phases: A New Class of Solids,
- [13] M.W. Barsoum. Fundamentals of ceramics. Mc Graw-Hill, 1997.
- [14] Synthesis and characterization of Hf_2PbC , Zr_2PbC and M_2SnC ($M=Ti, Hf, Nb$ or Zr).
- [15] Barsoum, M. W. *MAX Phases: properties of Machinable Ternary Carbides and Nitrides*.(2013).
- [16]. M.W. Barsoum. Fundamentals of ceramics. Mc Graw-Hill, 1997.
- [17] J. LUBLINER : Plasticity Theory. University of California, Berkeley, 2008.
- [18] Calcul de constantes élastiques de matériaux solides par simulations Monte Carlo N. Desbiens, E. Bourasseau , J.-B. Maillet , C. Denoual (2009)
- [19] Prediction study of structural and elastic and properties under pressure effect of M_2SnC ($M = Ti, Zr, Nb, Hf$).
- [20] T. El-Raghy, M. W. Barsoum, A. Zavaliangos and S. Kalidindi, Processing and Mechanical Properties of Ti_3SiC_2 .Part II: Effect of Grain Size and Deformation Temperature., *J.Amer. Cer. Soc.* 82, 2855-2859 (1999).
- [21] N. Tzenov and M. W. Barsoum, .Synthesis and Characterization of Ti_3AlC_2 , *J .Amer.Cer. Soc* , 83,825 (2000).
- [22] N.Brunetière ; Introduction à La Tribologie ; Thèse De Doctorat ; Institut Pprime-Futurescope ; 2016.
- [23] Nicolas FILLOT. ETUDE MÉCANIQUE DE L'USURE Modélisation par Eléments Discrets des débits de troisième corps solide. , *L'Institut Natl. Des Sci. Appliquées Lyon* (2004).
- [24]. Stachowiak, G. W. Materials, Mechanisms and Practice. *Wear* 480

[25] IONESCU, C. Caractérisation des mécanismes d'usure par tribocorrosion d'alliages modèles Ni – Cr. *ÉCOLE Cent. PARIS* (2012). doi:10.1107/S0021889809016690

[26] MEZLINI, S. ETUDE DE L'USURE PAR ABRASION D'ALLIAGES D'ALUMINIUM. *Ec. Cent. LYON* 29–30 (2003).

[27] BARRAU, O. ÉTUDE DU FROTTEMENT ET DE L'USURE D'ACIER À OUTILS DE TRAVAIL À CHAUD. *L'Institut Natl. Polytech. Toulouse* (2004).

[28] G.Gomez, "LES LUBRIFIANTS"