



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DE GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE DE DOCTORAT

Spécialité : Génie Mécanique

**ÉTUDE DU CONTACT MÉCANIQUE ET AMÉLIORATION DES
PERFORMANCES TRIBOLOGIQUES DE POLYMÈRES PAR ADJONCTION DE
MICRO ET NANO PARTICULES**

Présentée par

BELDI Mustapha

DEVANT LE JURY :

MR. DJEBBAR AREZKI	PROFESSEUR	U.M.M.T.O	PRÉSIDENT
MR. BILEK ALI	PROFESSEUR	U.M.M.T.O	RAPPORTEUR
MR. M. AMOKRANE BRADAI	PROFESSEUR	U. A. M. BÉJAIA	EXAMINATEUR
MR. LARBI SAID	M.C. A	U.M.M.T.O	EXAMINATEUR
MR. AKNOUCHE HAMID	PROFESSEUR	U.M.B.B BOUMERDÉS	EXAMINATEUR
MR. SAD-EDDINE ABDELHAMID	M.C. A	U. A. M. BÉJAIA	EXAMINATEUR

ANNÉE 2021-2022

Remerciements

Le travail présenté dans cette thèse a été effectué au sein de l'université mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, sous la direction de Monsieur BILEK Ali. Qu'il trouve ici l'expression de ma sincère reconnaissance pour l'intérêt et le suivi qu'il a toujours porté à mon travail depuis de longues années. Il m'a permis d'apprécier ce domaine de la recherche que constitue la tribologie. Ses relectures et ses corrections concernant cette thèse m'ont été d'une aide précieuse.

Ça me fait un grand honneur pour moi de voir mon jury de thèse présidé par le professeur DJEBBAR Arezki et que mon mémoire soit évalué par les professeurs AKNOUCHE Hamid, M. AMOKRANE BRADAI, SAD-EDDINE Abdelhamid et LARBI Said.

J'aimerais exprimer ma gratitude à tous les chercheurs et spécialistes des différents laboratoires de recherche de l'université de Tizi-Ouzou, particulièrement ceux du laboratoire LMSE, qui ont pris le temps de discuter de mon sujet. Cet aboutissement, je le dois également à l'ensemble des collègues, aux doctorants et personnels passionnés que j'ai côtoyé, ouverts aux échanges scientifiques et humains.

J'adresse mes sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs conseils et leurs critiques ont guidé mes réflexions et ont accepté de répondre à mes questions durant mes recherches.

Je remercie aussi ma famille ainsi que mes proches amis pour leurs encouragements réguliers et pour leur présence dans les bons et surtout dans les mauvais moments de la vie.

Sommaire

Sommaire	I
Nomenclature et Symboles	III
Liste des figures	IV
Liste des Tableaux	X
Introduction générale.....	1
I. Chapitre I : Tribologie des polymères et des polymères composites	3
Introduction.....	4
I.1 Avantages et inconvénients des polymères en tribologie.....	5
I.2 La variété des polymères.....	6
I.3 Frottement des polymères	7
I.3.1 La composante de déformation.....	8
I.3.2 La composante adhésive	10
I.4 Usure des matériaux polymères	24
I.5 Mesure du frottement des polymères	35
I.6 Le produit PV	38
I.6.1 Mesure du produit PV	39
I.7 Tribologie des Polymères Composites	40
Conclusion.....	40
II. Chapitre II : Effets de l'autolubrification sur les propriétés tribologiques des polymères	41
Introduction.....	42
II.1 Matériaux composites	43
II.2 Additifs et autolubrification	43
• Choix du matériau pour lubrification solide	44
• Mécanismes de modification d'usure.....	45
II.3 Réduction du coefficient de frottement et du taux d'usure des polymères	45
II.3.1 Lubrifiants solides classiques	45
II.3.2 Autolubrification liquide des polymères.....	63
II.3.3 Influence de la teneur de lubrifiants sur le composite	67
II.3.4 Le rôle du film de transfert	68

II.4	Renforcement des composites polymères	69
II.5	Amélioration de la conductivité thermique des polymères	75
II.6	Amélioration du produit PV	77
	Conclusion.....	79
III.	Chapitre III : La partie expérimentale	81
	Introduction.....	82
III.1	Partie I : Mise en marche du tribomètre pion/disque	82
III.1.1	Présentation du tribomètre	82
III.1.2	Réglage de la vitesse de glissement.....	84
III.1.3	Impact des vibrations	85
III.1.4	Mesure de frottement et acquisition des données	87
III.1.5	Exemples de résultats (courbes)	91
III.2	Partie II : Amélioration des performances tribologiques de l'époxy	94
III.2.1	Elaboration des échantillons	94
III.2.2	Tests tribologiques des différentes compositions	96
III.2.3	Effet de la variation de la vitesse et de la variation de la pression sur le comportement tribologique de Ep/6Ca/31H	108
	Conclusion.....	111
	Conclusion générale	112
	Références bibliographiques	

Nomenclature et Symboles

R: Résistance électrique de la jauge (Ω)

V_{in} : Voltage d'entrée du pont de Wheatstone (mV)

V_{out} : Voltage de sortie du pont de Wheatstone (mV)

F_N : Charge normale appliquée à l'échantillon pendant le glissement (N)

F_T : Force tangentielle (N)

μ : Coefficient de frottement

Δm : Pertes de masse de l'échantillon (gr)

ρ : Densité de l'échantillon (Kg/m^3)

L : Distance totale de glissement (m)

ω_s : Taux d'usure spécifique (mm^3/Nm)

E_1, E_2 : Modules de Young des matériaux (MPa)

K_1, K_2 : Constantes élastiques des matériaux (N/m)

α : Rayon de contact adhérent dans le modèle JKR (mm)

δ : le déplacement élastique du contact dans le modèle JKR (mm)

γ : l'énergie par unité de surface de contact

M_c : Fraction massique du graphite (g)

M_m : Fraction massique de MoS_2 (g)

PTFE : Polytétrafluoroéthylène

PA11 : Polyamide 11

TiO_2 : Dioxyde de Titane

Liste des figures

Figure I-1: Emplacement des cages composites à base de PTFE et leur fonction dans les roulements à billes ²⁵	4
Figure I-2 : La pyramide des polymères ²⁷	7
Figure I-3: Illustration schématique du frottement d'adhésion et de déformation ³³	8
Figure I-4 : MEB dans la position initiale (A) et dans deux positions différentes de l'arrachage et de la formation de la crête ³⁴	8
Figure I-5: Coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour le mode de labourage (ploughing) ³⁴	9
Figure I-6: Modèle de base physique du mécanisme de perte dans la déformation du polymère par un matériau dur ³⁵	9
Figure I-7: Modèles d'anneaux de Newton et profils correspondants de la surface libre au voisinage du bord de contact entre une sphère de verre et une surface lisse de caoutchouc : (a) contact adhésif ; (b) contact non adhésif ³⁷	10
Figure I-8: Illustration schématique de la jonction adhésive ³³	11
Figure I-9: Représentation schématique des principaux phénomènes impliqués dans l'interaction adhésive des polymères ⁴⁰	11
Figure I-10: Schéma de calcul de la déformation résultant du contact entre une bille élastique et un plan rigide (modèle DMT).....	14
Figure I-11: Le contact entre deux solides élastiques en présence (rayon de contact a_1) et en absence (rayon de contact a_0) de forces de surface ⁵⁰	15
Figure I-12: Rayon de la zone du contact formée entre une sphère en caoutchouc (rayon de 2,2 cm) et un plat en caoutchouc sous de petites charges positives et négatives ⁵⁰	16
Figure I-13: Schéma de l'appareil de mesure des forces interfaciales réalisé en SFA ³⁹	18
Figure I-14: Schéma principal du dispositif de mesure de l'adhérence: a - diagramme schématique ; b - vue de la table d'objets avec piézodrive et sonde ⁴²	18
Figure I-15: Dépendances "force-distance" typiques lors de l'approche (1) et de la rétraction (2) des échantillons ⁴²	19
Figure I-16 : Courbes expérimentales force-distance (a) ; sections de courbes décrivant l'attraction en coordonnées semi-logarithmiques (b) ⁴³	19

Figure I-17: Étapes de la formation du contact et courbe force-distance. A , B , C , D - points correspondant aux étapes. Les flèches montrent schématiquement le champ de force au-dessus des surfaces ⁴³	20
Figure I-18 : Dispositif d'analyse du phénomène du stick-slip ⁵⁹	21
Figure I-19 : Forces tangentielles mesurées pendant la propagation des ondes de frottement lentes ⁵⁹	22
Figure I-20: Rôle de l'adhésion dans la propagation des ondes de frottement ⁶⁰	23
Figure I-21: Approches simplifiées de la classification d'usure des polymères ²⁸	25
Figure I-22: Modèle à deux termes du processus d'usure ⁶¹	26
Figure I-23: Processus d'usure interfaciale pour les polymères propres ⁶¹	26
Figure I-24: Résultats d'usure abrasive pour un certain nombre de polymères ⁶³ . (Image reproduite par B.J. Briscoe et S.K. Sinh ²⁸)	28
Figure I-25: Illustration schématique du contact adhésif ²⁶	28
Figure I-26 : Acier antagoniste montrant un transfert de film en polyamide formé après 20 km de glissement, à 90 N ²⁶	29
Figure I-27: Spectres I.R. d'un film PE. (a) Phase initiale, (b) après avoir travaillé avec le rouleau PTFE 2 min ; (c) 5 min et (d) 10 min ⁴¹	30
Figure I-28: Epaisseur de la couche de PTFE transférée en fonction du temps de frottement	30
Figure I-29: Illustration schématique d'usure par fatigue de surface typique due aux contraintes cycliques ²⁶	31
Figure I-30: Coefficient de frottement μ tracé en fonction de la distance x parcourue le long de la plaque de verre ³⁸	34
Figure I-31: Variation de la résistance au cisaillement par frottement en fonction de la température pour le frottement statique et cinétique, (a) Polymères amorphes : Δ , polystyrène ; O, PMMA ;	36
Figure I-32 : Influence de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement ⁷⁰	37
Figure I-33: Diagramme PV pour deux polymères différents ²⁷	38
Figure I-34: Représentation schématique des changements de frottement, de température d'interface pendant la détermination de la limite PV des matériaux ³⁰	39
Figure II-1: Phénomènes de stick-slip entre les pions en plastique et les plaques en 1Cr18Ni9Ti avec une lubrification à l'eau ⁷²	42
Figure II-2: A gauche : Chaîne en zigzag tordu que l'on trouve dans les fluorocarbures. Au centre : Molécule de fluorocarbure (vues de côté et de face). A droite : Molécule d'hydrocarbure ⁷⁷	46

Figure II-3 : Schéma du banc d'essai d'usure ¹⁴	47
Figure II-4: Taux d'usure moyen (échelle logarithmique) du PTFE et de ses composites par rapport à l'acier inoxydable : à gauche (vitesse de glissement 0,96 ms ⁻¹). A droite (Charge=20 N) ¹⁴	48
Figure II-5: Coefficient de frottement du PTFE et de ses composites contre l'acier inoxydable : à gauche (vitesse de glissement 0,32 ms ⁻¹). A droite (Charge=20 N) ¹⁴	48
Figure II-6: Taux d'usure à l'état stable en fonction de la teneur en charge pour les composites plaquettes de graphène-PTFE. Le taux d'usure du PTFE non chargé est indiqué par la ligne discontinue ⁶	49
Figure II-7 : Schéma de contact du couple de frottement (a) et de la surface usée de l'échantillon (b) (unité : mm) ⁸³	50
Figure II-8: Effet de la concentration de nano-PTFE sur le coefficient de frottement et le taux d'usure des composites POM/nano-PTFE (charge : 200 N, vitesse de glissement : 0,42 m/s) ⁸³	50
Figure II-9 : Variation du coefficient de frottement avec le temps de glissement pour le POM/2% nano-PTFE et le POM/10% micro-PTFE (charge : 200 N, vitesse de glissement : 0,42 m/s) ⁸³	51
Figure II-10: Coefficients de frottement de différents polymères et leurs composites remplis de PTFE glissant contre l'acier. ³²	52
Figure II-11: Structure cristalline du graphite ³⁰	53
Figure II-12: Taux d'usure du graphite en fonction de la pression de la vapeur d'eau ⁸⁵	54
Figure II-13 : Changement du frottement de graphite en alternant les environnements secs et humides d'azote ⁸⁸	55
Figure II-14: Évolution de la quantité de D ₂ O chimisorbée par le matériau, de la quantité de D ₂ O restant dans le récipient et de la surface spécifique du matériau en corrélation avec l'intensité sonore enregistrée lors du broyage ⁹⁰	56
Figure II-15: Structure cristalline hexagonale du disulfure de molybdène ⁹³	57
Figure II-16: Polarisation des atomes de soufre ⁹⁴	58
Figure II-17: Propriétés de frottement et d'usure des composites PI avec diverses nano-feuilles de MoS ₂ . (Charge : 4,5N ; vitesse de glissement : 500 tr/min ; durée : 20min) ⁹⁶	59
Figure II-18: L'effet du MoS ₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites époxy associées à l'acier A36 ⁹⁵	60
Figure II-19: L'effet du graphite et du MoS ₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites époxy associés à l'acier A36 ⁹⁵	60

Figure II-20: Effet d'humidité relative sur la zone d'usure après 6 heures de glissement; échantillons d'acier lubrifiés avec de la poudre de MoS_2 ⁹⁷	62
Figure II-21: Coefficient de frottement en fonction des cycles de glissement du revêtement MoS_2 dans des conditions d'humidité cyclique ¹⁷	62
Figure II-22: Coefficient de frottement et taux d'usure spécifique du composite époxy en fonction de la teneur des microcapsules chargées d'huile lubrifiante ⁹⁸	64
Figure II-23: Micrographies au MEB des microcapsules chargées d'huile lubrifiante. (a) et (b) : Plans, (c) et (d) : vue rapprochée de l'enveloppe des capsules ⁹⁸	64
Figure II-24 : Micrographies au MEB de la surface usée de (a) composites époxy remplis de microcapsules à 10 % en poids, (b) époxy non rempli, et (c) vue rapprochée d'une cavité laissée par la capsule rompue. Les flèches indiquent la direction de glissement ⁹⁸	65
Figure II-25: Images FESEM des coupes transversales des revêtements ⁹⁹	65
Figure II-26: Variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement du composite époxy/graphène/SN150 avec lubrifiant liquide appliqué sur la surface cylindrique de l'acier pour trois charges différentes ⁹⁹	66
Figure II-27: L'effet du graphite sur les pertes de volume des composites époxy glissant contre l'acier A36 ⁹⁵	67
Figure II-28 : Micrographie MEB illustrant l'aspect surfacique du disque en frottement ²⁰	69
Figure II-29: Bloc en plastique renforcé de fibres indiquant les directions de glissement ²⁶	70
Figure II-30: Illustration schématique du processus d'usure d'un composite époxy renforcé par des fibres ¹⁰³	71
Figure II-31: Coefficient de frottement et taux d'usure en fonction de la charge normal pour polymère renforcé de fibre de verre, glissant à sec, à lubrification à l'huile et milieu en Argon ¹⁰⁴	72
Figure II-32 : Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement à sec ¹⁰⁴	73
Figure II-33 : Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement lubrifié à l'huile ¹⁰⁴	73
Figure II-34: Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement dans un gaz inerte ¹⁰⁴ ...	73
Figure II-35 : Taux d'usure PTFE chargé de poudres métalliques glissant sur l'acier ³²	74
Figure II-36 : Taux d'usure du polymère (PA11) chargé de poudres métalliques glissant sur l'acier ³²	74
Figure II-37 : Variations du coefficient de frottement et de la température de contact en fonction du temps de glissement ¹⁰⁷	76
Figure II-38 : Limites de température de quelques matériaux et leurs combinaisons en polymère ¹⁰⁸	76

Figure II-39 : Tests d'usure sur le tribomètre de type pion-disque ¹¹¹	78
Figure II-40 : Coefficients de frottement μ mesurés dans différentes conditions de PV pour G/EP et CA/EP. EP, résine époxy ¹¹¹	78
Figure III-1 : Tribomètre de type pion disque	83
Figure III-2: Représentation schématique du tribomètre	83
Figure III-3 : Glissière de réglage du rayon de glissement	84
Figure III-4 : Moteur électrique équipé d'un variateur de vitesse.....	85
Figure III-5 : Evolution de l'effort normal en fonction du temps	85
Figure III-6 : Supports disque pour réglage de planéité.....	86
Figure III-7: Réglage de planéité lors du montage du disque	86
Figure III-8: Cheminement du signal de sortie	87
Figure III-9: Montage en pont de Wheatstone ¹¹³	88
Figure III-10 : Exemple de jauges de contraintes.....	88
Figure III-11: Capteur à deux ponts de Wheatstone	89
Figure III-12 : Représentation du signal de sortie en fonction de l'effort normal	90
Figure III-13 : Système d'acquisition.....	90
Figure III-14 : Carte Arduino	91
Figure III-15 : Effort normal Figure III-16 : Effort tangentiel.....	92
Figure III-17: Coefficient de frottement.....	92
Figure III-18: Formes et dimensions du pion et du disque	94
Figure III-19 : Evolution du coefficient de frottement d'époxy (Ep).....	97
Figure III-20 : Échantillon Ep rompu lors des tests d'usure à 1Mpa.m/s	97
Figure III-21 : Coefficient de frottement pour la composition (Ep/8Ca).....	98
Figure III-22 : Échantillon Ep/8Ca rompu lors du test d'usure à 1Mpa.m/s	98
Figure III-23 : Coefficient de frottement pour la composition Ep/19H	99
Figure III-24 : L'excès d'huile remontée à la surface après polymérisation de la composition Ep/22H.....	100
Figure III-25 : Coefficient de frottement de la composition (Ep/22H)	100
Figure III-26 : Échantillons Ep/22H rompu lors du test d'usure à 1MPa.m/s	101
Figure III-27 : Coefficient de frottement de la composition Ep/3.5Ca/31H	101
Figure III-28 : Coefficient de frottement de la composition Ep/6Ca/31H	102
Figure III-29 : Coefficient de frottement de la composition Ep/7.5Ca/31H	103
Figure III-30 : Influence des différents taux d'huile sur le coefficient de frottement d'époxy	104

Figure III-31 : Fine couche d'huile sur la surface du contact du disque	104
Figure III-32 : Coefficient du frottement des quatre compositions.....	105
Figure III-33 : Taux d'usure spécifique des quatre compositions	107
Figure III-34 : MEB de la surface du contact des pions de Ep (a) et Ep/8Ca (b) à une vitesse de glissement de 0.5m/s et une pression de contact de 1MPa	107
Figure III-35: MEB de la surface du contact des pions de Ep/22H (c) et Ep/6Ca/31H (d) à une vitesse de glissement de 1m/s et une pression de contact de 1MPa	108
Figure III-36 : Effet de la variation de la vitesse et de la pression sur le coefficient de frottement.....	109
Figure III-37 : Taux d'usure sous différentes vitesses et pressions de contact.....	110
Figure III-38: L'échantillon Ep/6Ca/31H déformé lors du test d'usure à 3Mpa.m/s	111

Liste des Tableaux

Tableau I-1: Polymères, Charges et Renforts pour applications tribologiques ²⁹	32
Tableau II-1 : Différents types de matériaux solides lubrifiants ⁷⁵	45
Tableau II-2 : Températures de dégradation pour divers lubrifiants à une vitesse de 60 cm par seconde et une charge de 20Kg ⁷⁴	69
Tableau II-3 : Matériaux solides avec capacité d'autolubrification ⁹³	79
Tableau III-1 : Propriétés générales du charbon activé.....	95
Tableau III-2 : Résumé des résultats des essais à vitesse et pression variables	110

Introduction générale

Les matériaux composites offrent de nombreux avantages tels que la facilité de fabrication, la légèreté, le faible coût et d'excellentes performances. En tant que matériaux tribologiques, les composites sont très intéressants pour les composants de machines et divers dispositifs mécaniques tels que les joints, les engrenages, les roulements, les freins et les embrayages, les courroies de transmission, les cames, les roues, les segments de piston,...etc^{1,2}.

Les exigences scientifiques, technologiques et économiques liées à la conception mécanique moderne, imposent aux contacts et interfaces de liaisons des contraintes toujours plus sévères. Il s'agit d'augmenter les performances en maîtrisant les phénomènes de frottement et d'usure, d'améliorer la fiabilité, de limiter les nuisances de toutes sortes, d'alléger les structures et de produire à coûts réduits.

De ce fait, le comportement à l'usure et la résistance au contact de polymères et de polymères composites (chargés d'additifs) utilisés dans les pièces mécaniques ont fait l'objet de nombreux travaux de recherches³⁻¹². Ces études ont démontré que le comportement à l'usure de ces matériaux est différent de celui des matériaux métalliques traditionnels et que l'incorporation à faible pourcentage en masse de certaines particules comme le PTFE¹³⁻¹⁶, la poudre de bisulfure de molybdène MoS₂¹⁷⁻¹⁹, et la poudre de graphite²⁰⁻²³ peut avoir un effet bénéfique sur les propriétés tribologiques des polymères. Ces lubrifiants solides et liquides peuvent être incorporés aux polymères sous forme de charges particulières et leur conférer des propriétés lubrifiantes intrinsèques.

Dans ce présent travail. Un aspect de lubrification intrinsèque, qui est l'incorporation d'huile lubrifiante à des taux élevés dans les matériaux composites à base d'époxy, a été envisagé. Ceci a été fait par l'intermédiaire du carbone actif en poudre qui assure le maintien d'huile dans la matrice suite aux propriétés d'adsorption que ce dernier possède.

L'objectif de ce travail est de montrer la capacité du carbone actif à piéger des taux d'huile importants dans la matrice polymère à base d'époxy, puis de vérifier l'impact de l'ensemble d'additifs solides et liquides dans la réduction du coefficient de frottement et du taux d'usure d'époxy.

Cette thèse est composée de trois chapitres :

Le chapitre 1 est consacré à une recherche bibliographique qui porte sur l'analyse de la tribologie des polymères où l'ensemble de facteurs pouvant influencer les forces de frottement, ainsi que les différents modes d'usure tels que l'adhésion et l'abrasion.

Le chapitre 2 porte sur l'amélioration du comportement au frottement et à l'usure des matériaux polymères qui consiste à réduire leurs adhérence aux matériaux antagonistes et à améliorer leur dureté, leur rigidité et leur résistance à la compression, par adjonction de charges particulières de différents lubrifiants solides, principalement les additifs classiques à savoir le PTFE, le bisulfure de molybdène ainsi que le graphite.

Le troisième chapitre contient deux parties expérimentales :

La première partie traite la présentation et la mise en marche du dispositif expérimental qui est un tribomètre de type pion-disque conforme aux normes ASTM G-99, conçu et réalisé par notre équipe de recherche du laboratoire LMSE de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Ce tribomètre sera équipé d'un capteur à jauges de contraintes, avec deux ponts de Wheatstone, pour mesurer simultanément et indépendamment la force normale et la force tangentielle pendant le processus d'usure. Ce qui permettra de prendre des mesures de frottement et d'effectuer facilement des tests d'usure dans des conditions de frottement à sec et de récupérer les données en temps réel.

La deuxième partie porte sur l'amélioration des performances tribologiques de l'époxy. Ce dernier sera chargé d'huile lubrifiante et de charbon actif dans diverses proportions et combinaisons sera étudié dans des conditions de glissement standard, c'est-à-dire à 1 MPa et 1m/s. Les essais tribologiques, l'analyse ainsi que la discussion des résultats des différentes compositions seront détaillés à la fin du chapitre.

Nous terminerons par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre I : Tribologie des polymères et des polymères composites

Introduction

Les composites polymères offrent de nombreux avantages tels que la facilité de fabrication, la légèreté et d'excellentes performances, qui ne peuvent être atteintes par les métaux et les céramiques²⁴. Ce qui les rend de plus en plus utilisés dans l'industrie pour de nombreuses applications tribologiques, telles que les joints d'étanchéité, les engrenages, les roulements, les freins et embrayages, les courroies de transmission, les cames, les roues, les segments de piston².

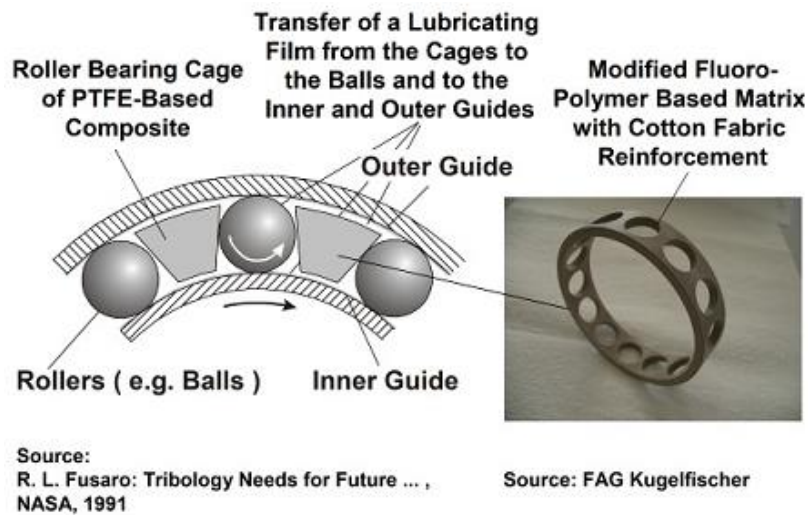


Figure I-1: Emplacement des cages composites à base de PTFE et leur fonction dans les roulements à billes²⁵.

Les polymères sont de plus en plus utilisés dans les applications tribologiques en raison de leur élasticité, de leur adaptation aux charges de choc, de leur faible frottement et de leur résistance à l'usure. Toutefois, la tribologie des polymères est différente de la tribologie des métaux pour de nombreuses raisons²⁶. Le choix des matériaux est crucial et nécessite la compréhension de la tribologie des polymères.

Dans ce chapitre nous allons donner l'ensemble de facteurs influençant l'usure des polymères et expliquer les différents mécanismes de frottement et d'usure en particulier par le transfert de matériaux pendant le fonctionnement des tribosystèmes polymères.

La tribologie des polymères, comme leurs mécanismes de frottement et d'usure, est plus complexe par rapport aux métaux et moins bien comprise. Alors qu'il existe des "lois de frottement" bien établies pour la tribologie des contacts métalliques et céramiques en mouvement relatif, les contacts polymère/métal ne suivent généralement pas ces lois. Cela

s'explique par plusieurs raisons, notamment la souplesse relative des polymères par rapport aux métaux, leur conductivité thermique beaucoup plus faible associée à la production de chaleur dans les contacts, ainsi que leur points de fusion²⁷.

Les propriétés d'usure et de frottement des polymères sont influencées par trois grands groupes de paramètres. Le premier groupe comprend les conditions mécaniques et géométriques du contact glissant, telles que la rugosité de la surface et la cinématique du contact. Le deuxième groupe comprend les propriétés mécaniques globales du polymère et la façon dont ces propriétés mécaniques changent avec la température et les conditions environnementales. Le troisième groupe de paramètres, qui est en fait défini par les deux premiers groupes, implique le rôle et les propriétés du "troisième corps", le film de transfert et les particules de polymère dégradées libres. Le mécanisme d'usure et son ampleur sont définis par les conditions de contact, les propriétés mécaniques du polymère de base, et ces paramètres conduisent aux événements ultérieurs de formation du film de transfert et de modification de l'interface²⁸.

I.1 Avantages et inconvénients des polymères en tribologie

Afin de comprendre le comportement des polymères, une comparaison pour certaines des propriétés physiques et mécaniques des polymères par rapport à celles des métaux a été donnée ci-dessous²⁹:

- a) Les polymères sont viscoélastiques et beaucoup plus sensibles au fluage que les métaux.
- b) Les résistances et les modules limites sont sensiblement inférieurs, généralement d'un facteur 10.
- c) Les coefficients de dilatation thermique sont relativement élevés, généralement de quelques dizaines de fois supérieures à ceux de l'acier, ce qui peut entraîner des problèmes de stabilité dimensionnelle.
- d) Certains polymères absorbent facilement les fluides, y compris l'eau de l'environnement (par exemple, les nylons), ce qui peut également affecter la stabilité dimensionnelle.
- e) Les conductivités thermiques sont très faibles, d'un ordre important de celle de l'acier, et la dissipation de la chaleur de frottement est donc médiocre.

- f) Les températures limites associées au ramollissement, à la fusion, à l'oxydation, à la dégradation thermique sont toutes relativement faibles ($<300^{\circ}\text{C}$).

Toutes ces caractéristiques constituent des limites à l'utilisation des polymères en tribologie, mais elles sont compensées par un certain nombre d'avantages particuliers.

- a) Les propriétés physiques et mécaniques des polymères peuvent être variées sur une large gamme par un choix approprié de type de polymère et/ou de charges et de renforcements.
- b) Certains matériaux, notamment les thermoplastiques, sont bon marché et faciles à fabriquer des formes complexes.
- c) De nombreux polymères, en particulier les fluorocarbures, sont très résistants aux attaques chimiques des milieux agressifs, tels que les acides et les alcalis.
- d) Les coefficients de frottement lors d'un glissement non lubrifié contre eux-mêmes ou contre des métaux sont relativement faibles.
- e) Les taux d'usure lors du glissement contre des surfaces métalliques lisses sont également relativement faibles, et les polymères ne présentent normalement pas d'entaille ou de grippage.
- f) L'entretien périodique, c'est-à-dire la lubrification par des fluides, peut souvent être supprimée.
- g) En présence de lubrifiants fluides, les polymères subissent une lubrification élasto-hydrodynamique plus facilement que les métaux²⁹.

I.2 La variété des polymères

Le nombre de polymères et leurs formulations disponibles est important. Une distinction utile entre les polymères est basée sur :

- Les propriétés physiques propres à un polymère sont-elles adaptées aux applications ?
- Ce polymère est-il uniquement utile par rapport aux propriétés d'un autre ?
- Le coût des matières premières et de la production,
- La facilité de produire initialement le polymère et de le transformer ensuite en un produit,

Ce qui réduit le nombre de polymères commercialement significatifs à une trentaine²⁷.

Les polymères peuvent être classés en fonction de leurs propriétés physiques, de leurs plages de température de fonctionnement et de leur coût, la « Pyramide des polymères » est donnée sur la Figure I-2.

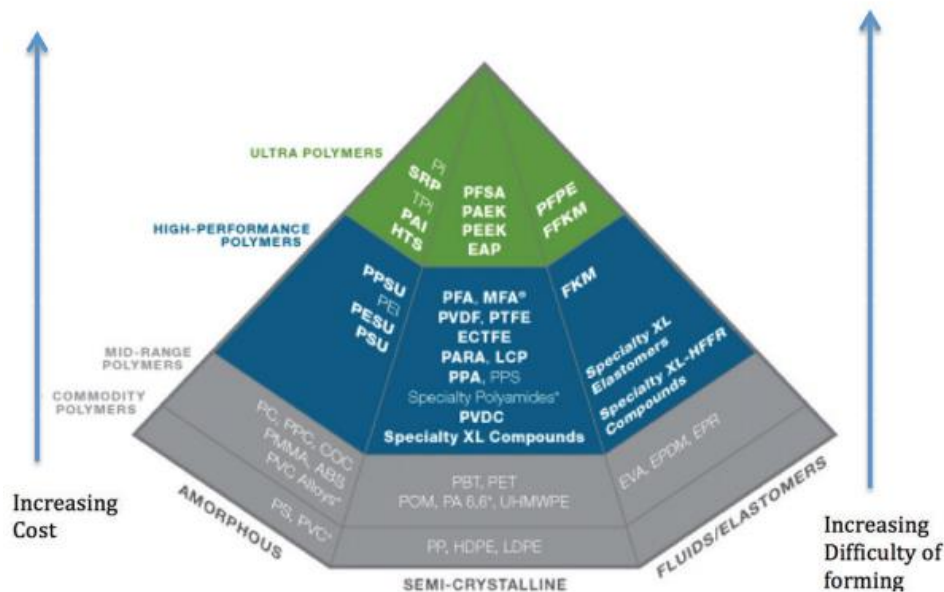


Figure I-2 : La pyramide des polymères²⁷

Les polymères sont très disponibles par rapport aux métaux ou aux céramiques. Ils sont souvent utilisés dans des applications de glissement contre des surfaces dures de contact. Les plastiques les plus utilisés sont l'acétal, le polyamide (Nylon), le polyéthylène haute densité (HDPE), le polyimide, le polyphénylène sulfide (PPS) et le PTFE³⁰.

Les compositions élaborées pour les essais tribologiques de notre travail de thèse, sont à base d'époxy. La particularité de ce polymère est qu'il est transparent. Les résines époxy présentent généralement des coefficients de frottement relativement élevés lorsqu'elles glissent à sec contre des surfaces en acier. Cela est essentiellement dû à la structure moléculaire réticulée, qui empêche la formation d'un film de transfert efficace et se traduit par un degré de fragilité relativement élevé³¹.

I.3 Frottement des polymères

Les polymères présentent généralement un faible frottement par rapport aux couples métal/céramique et sont souvent utilisés sans lubrification dans les applications tribologiques. Le coefficient de frottement de certains polymères utilisés pour des applications tribologiques, glissant contre eux-mêmes ou contre des métaux ou des céramiques, varie de 0,15 à 0,6³²,

sauf pour le polytétrafluoroéthylène (PTFE) qui présente un très faible coefficient de frottement d'environ 0,05³⁰.

Pour tous les matériaux, y compris les polymères, deux éléments principaux doivent être pris en compte dans l'étude du frottement (Figure I-3). Le premier est l'adhésion, qui est définie comme le cisaillement des jonctions adhésives formées à l'interface dans les régions de la zone de contact réel. Le second est la déformation, qui est la composante dominante du frottement lors d'usure par abrasion³³.

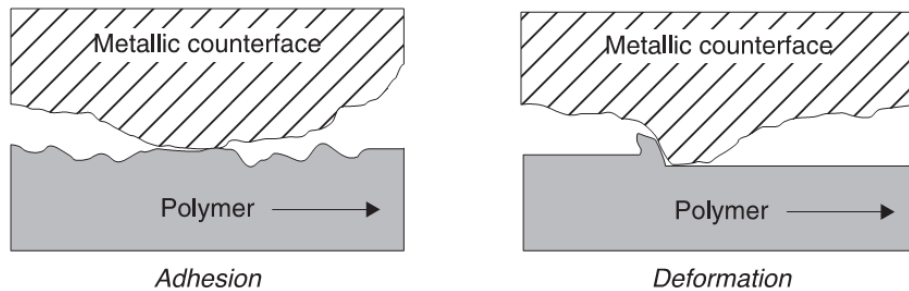


Figure I-3: Illustration schématique du frottement d'adhésion et de déformation³³

I.3.1 La composante de déformation

La composante de déformation provient du rainurage de la surface qui implique un écoulement plastique et une fracture en fonction de la réponse mécanique du polymère dans les conditions de contact imposées (gravité du contact, angle d'attaque de l'aspérité, vitesse, température, etc.)²⁸. L'usure abrasive (Figure I-4) a été étudiée par K.Hokkirigawa et al³⁴ où ils ont analysé le mécanisme de frottement par abrasion sur la base d'expériences in situ au microscope électronique à balayage. Les résultats montrent que l'usure abrasive est divisée en trois modes d'usure : la coupe (cutting), la formation des bourrelets (wedge) et le labourage (ploughing).

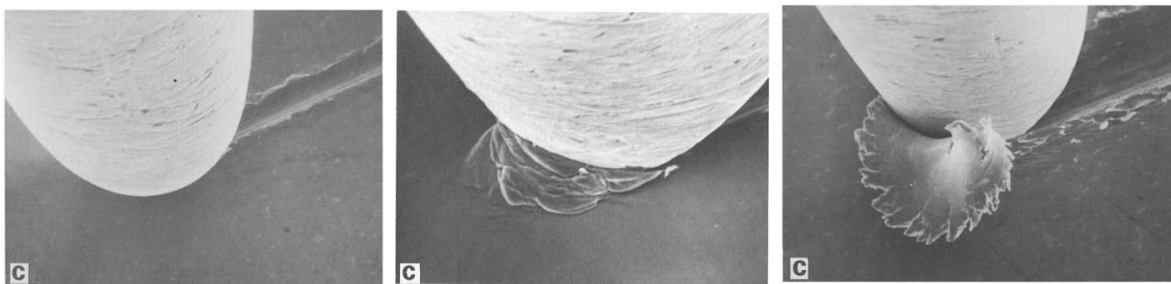


Figure I-4 : MEB dans la position initiale (A) et dans deux positions différentes de l'arrachage et de la formation de la crête³⁴.

La Figure I-4 montre le coefficient frottement d'un couple de matériau pion (en acier) /disque (en laiton) non lubrifié obtenu par usure abrasive.

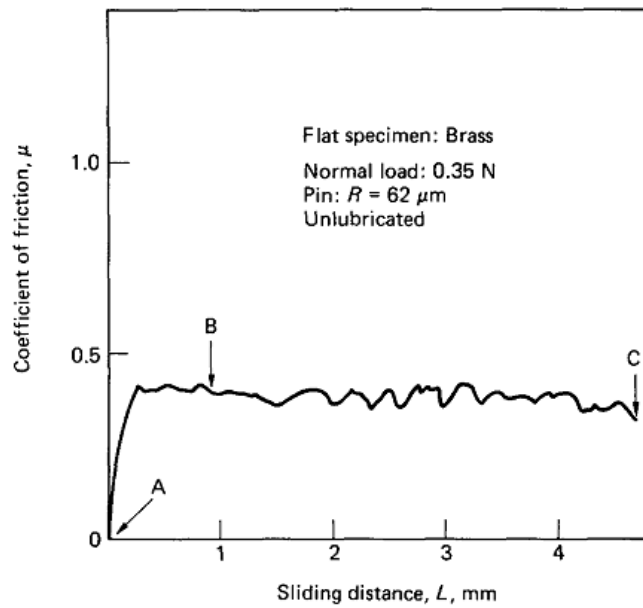


Figure I-5: Coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement pour le mode de labourage (ploughing)³⁴

L'analyse faite par Tabor³⁵, montre que la composante de déformation est associée à l'énergie introduite dans le polymère en amont de l'aspérité, une partie de celle-ci est restituée à l'arrière de l'aspérité et la pousse vers l'avant. La perte nette d'énergie est liée à l'énergie d'entrée et aux propriétés de perte du polymère à la température, à la pression de contact et au taux de déformation particuliers du processus³⁵ (Figure I-6).

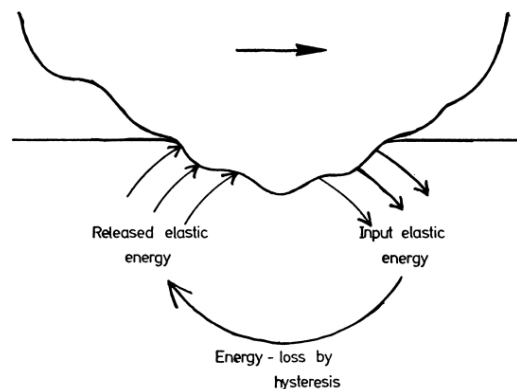


Figure I-6: Modèle de base physique du mécanisme de perte dans la déformation du polymère par un matériau dur³⁵.

Le terme de déformation implique l'ensemble des propriétés du polymère plutôt qu'un état de surface particulier. Dans certaines situations, cette partie du processus de frottement est la plus importante et dans ce cas, la dissipation d'énergie maximale ne se produit pas à l'interface de glissement mais à une faible profondeur sous la surface lorsque les contraintes de cisaillement maximales se produisent³⁵.

I.3.2 La composante adhésive

L'adhésion est le processus d'attraction entre deux particules ou surfaces qui les met en contact. Pour les particules ou les surfaces attirées du même matériau, ce processus est généralement appelé cohésion. Bien qu'à première vue il n'y ait pas de relation directe entre la tribologie et l'adhésion (alors que l'une concerne les surfaces en mouvement relatif, l'autre tend à les mettre en contact), l'adhésion joue un rôle important dans les phénomènes tribologiques, en particulier le frottement et l'usure³⁶. Un exemple de contact adhésif d'une sphère rigide sur une surface lisse de caoutchouc est représenté sur la Figure I-7(a). La Figure I-7(b) montre la jonction tangentielle observée lorsque le contact est non adhésif ; dans ce cas, une charge hertzienne P_1 supérieure à P est nécessaire pour produire le même rayon de la zone de contact adhésif³⁷.

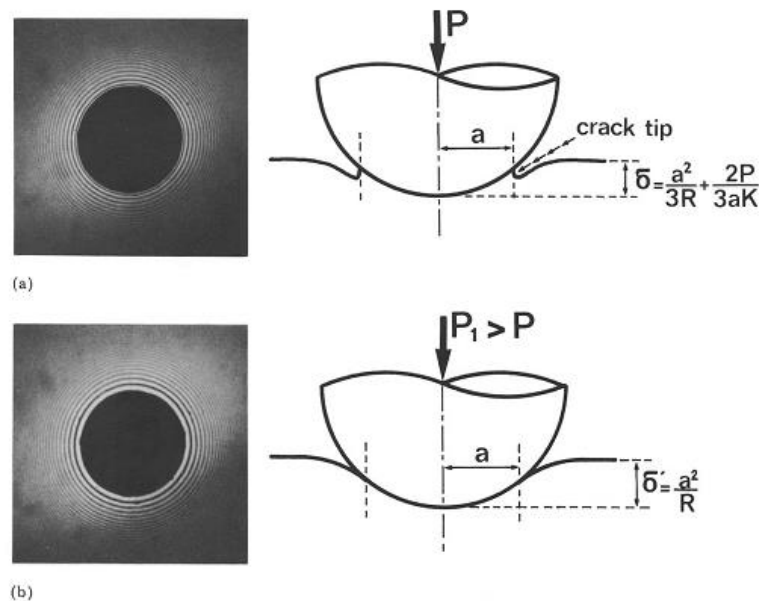


Figure I-7: Modèles d'anneaux de Newton et profils correspondants de la surface libre au voisinage du bord de contact entre une sphère de verre et une surface lisse de caoutchouc : (a) contact adhésif ; (b) contact non adhésif³⁷.

Dans la plupart des cas, cependant, les liaisons sont plus fortes que l'un des solides ou les deux. Lorsque le glissement se produit, un cisaillement se produit à une courte distance de l'interface dans le corps le plus faible et un fragment, grand à l'échelle atomique, reste attaché à l'autre surface. C'est l'origine d'usure adhésive. Dans ces conditions, la force de frottement peut être exprimée en termes de résistance au cisaillement du matériau le plus mou³⁸.

Une forte interaction adhésive entre les polymères entraîne une augmentation de la force de frottement, et donc, les aspérités du matériau peuvent être éliminées pour former des particules d'usure ou des couches de transfert sur la surface du matériau antagoniste³⁹.

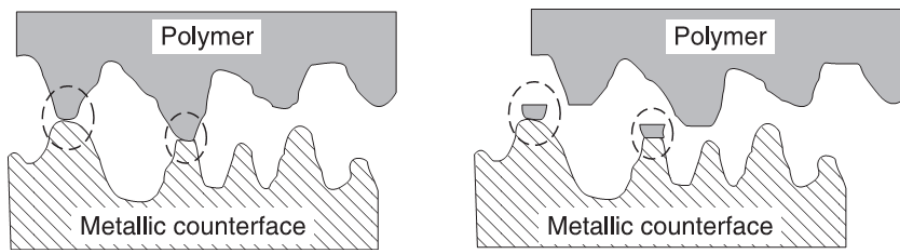


Figure I-8: Illustration schématique de la jonction adhésive³³

Le type d'adhérence dépend de la nature des corps de glissement. Dans le cas des polymères, les forces d'adhésion sont généralement considérées comme provenant de deux sources comme le montre les Figure I-9 (a) et (b). L'une est électrostatique ; si les matériaux en contact ont des structures de bandes électroniques différentes, il peut y avoir un déplacement ou même un flux de charge à l'interface, ce qui entraîne la formation d'une double couche chargée électriquement. L'autre source d'adhérence avec les polymères provient des forces de van der Waals et, si certains atomes polaires sont présents, de la liaison hydrogène^{35,40}.

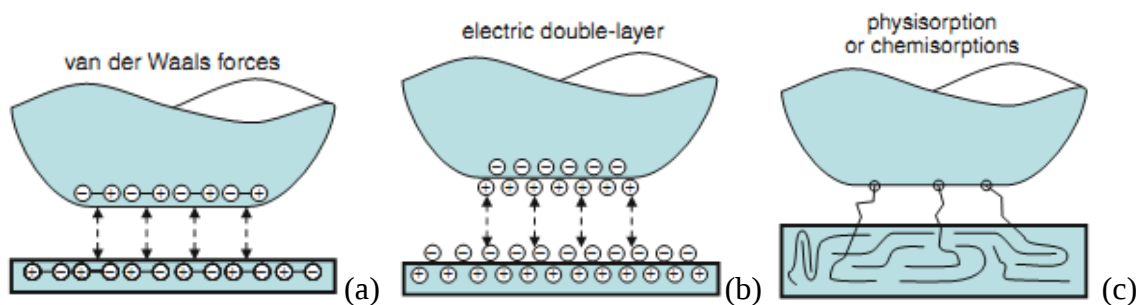


Figure I-9: Représentation schématique des principaux phénomènes impliqués dans l'interaction adhésive des polymères⁴⁰.

En plus des forces de van der Waals, les liaisons hydrogène jouent un rôle important dans l'adhésion avec les polymères si certains atomes polaires sont présents et capables de produire une liaison hydrogène. Les liaisons hydrogène ou les ponts hydrogène sont les forces d'attraction secondaires les plus fortes³⁰. Une liaison hydrogène est formée à très courte distance entre les molécules de polymère contenant les groupes fonctionnels OH, COOH, NHCO, etc. L'atome d'hydrogène de la molécule peut être lié à un atome électronégatif de ces molécules de polymère. Dans des conditions favorables, deux molécules en contact sont liées entre elles par un électron commun, ce qui donne une combinaison forte et stable^{39,41-43}.

Des expériences de frottement par glissement ont été menées avec le polymère polytétrafluoroéthylène (PTFE) glissant sur une surface en tungstène dans un environnement sous vide⁴⁴. L'analyse faite sur le film de transfert lors du frottement montre que la liaison du polymère à la surface du métal est plus qu'une simple liaison de van der Waals. Car, s'il s'agit simplement d'interactions de van der Waals, le film polymère ne serait pas présent à la surface du tungstène aux hautes tensions requises pour l'imagerie de la pointe de l'échantillon au microscope ionique de champ. Le polymère s'évaporerait dans le champ à des tensions beaucoup plus faibles. Le fait que le polymère reste présent sur la surface solide à des tensions d'imagerie très élevées indique que l'adhérence du polymère à la surface du métal est de nature chimique.

Ainsi nous pouvons dire que l'adhésion implique l'interaction directe du polymère et de la surface solide, qui peut être causée par différentes forces, de van der Waals aux forces chimiques.

En raison de ces forces, les liaisons formées entre les surfaces de contact sont suivies par des jonctions (physisorption ou chimisorption) qui se développent sur les points de contact réels (Figure I-9 (c))³⁹.

Pour explication ; La physisorption est caractérisée par des forces de van der Waals entre les molécules (adsorbat) et la surface. En règle générale, l'énergie des interactions est inférieure à 20 kJ/mol de l'adsorbat. L'adsorption des molécules de polymère se produit parce que des liaisons moléculaires sont formées en raison de l'existence d'une instabilité énergétique dans l'interface de contact³⁹.

La chimisorption des chaînes de polymères explique l'adhésion du point de vue de l'apparition de liaisons chimiques fortes aux points de contact de type principalement covalent

ou ionique. Les liaisons chimiques agissent généralement à une distance de 1-1.5Å° et sont donc considérablement plus fortes que les liaisons intermoléculaires^{35,45-47}.

1) Analyse théorique des forces du contact adhésif

Le contact entre deux corps élastiques lisses a été étudié par Hertz 1896 qui a démontré que la taille et la forme de la zone de contact résultent de la déformation élastique des corps. Pour les deux sphères de rayon R_1 et R_2 pressées ensemble sous une charge P_0 (Figure I-11), le rayon a_0 du cercle de contact est donné par Hertz⁴⁸ :

$$a_0^3 = \frac{3}{4} \pi (k_1 + k_2) \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} P_0 \quad \text{I-1}$$

Où K_1 et K_2 sont les constantes élastiques du matériau de chaque sphère ; c'est-à-dire :

$$k_1 = \frac{1-\nu_1^2}{\pi E_1} \text{ et } k_2 = \frac{1-\nu_2^2}{\pi E_2}$$

Le modèle de Hertz peut servir de base pour calculer les déformations mais il ne prend pas en compte l'effet des forces d'adhésion. La mécanique du contact utilise d'autres théories qui prennent en charge le contact par adhérence impliquant l'énergie de surface comme mesure de l'attraction entre les solides. Le modèle de Johnson-Kendall-Roberts (JKR) et le modèle DMT (Deryagin-Muller-Toporov) en font partie et sont considérés comme deux modèles essentiels.

Le premier modèle est l'analyse développée par Derjaguin et *al.* 1975⁴⁹ (analyse DMT) qui décrit le contact d'une sphère élastique avec un plan rigide (Figure I-10). Ce modèle est basé sur le principe que le module d'élasticité de la sphère ne doit pas être trop faible, de sorte que les forces d'attraction ne puissent pas modifier la forme de la sphère en dehors de la zone de contact et celle-ci reste Hertzienne.

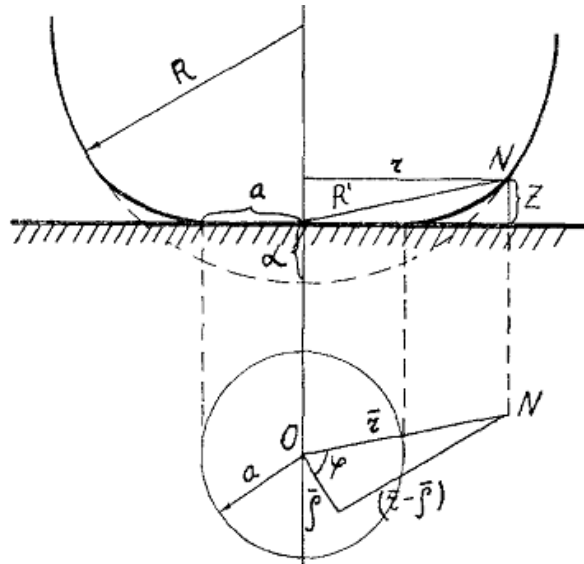


Figure I-10: Schéma de calcul de la déformation résultant du contact entre une bille élastique et un plan rigide (modèle DMT).

Le modèle de JKR est basé sur l'analyse de Hertz modifiée où deux sphères élastiques en contact sous une charge externe nulle ont été analysées. Les forces d'attraction entre les surfaces des deux sphères produisent un contact de rayon fini "a" (Figure I-11). La détermination de l'équilibre de contact entre les surfaces élastiques sous l'effet des forces de surface, implique le calcul de l'énergie totale dans le système en fonction du rayon du contact⁵⁰.

Des travaux de comparaison des modèles (JKR et DMT) ont été effectuées par plusieurs chercheurs⁵¹⁻⁵⁵. L'analyse des modèles montre que le modèle JKR est appliqué aux corps de taille micrométrique et supérieure ayant les propriétés des polymères, tandis que le modèle DMT est valable pour les corps de taille nanométrique ayant les propriétés des métaux.

Vu que notre étude porte sur l'analyse du comportement tribologique d'époxy, qui est un matériau à faible module d'élasticité, le modèle JKR semble le plus adapté à ce type de matériau et nous l'avons expliqué brièvement ci-dessous.

Sur la base de l'analyse de Hertz modifiée, appelée analyse JKR, les expressions pour une force de traction P nécessaire pour séparer les surfaces et le rayon de contact résiduel 'a' lorsque la charge externe est réduite à zéro, sont:

$$P = -\frac{3}{2}\gamma\pi R \quad \text{I-2}$$

Où γ est l'énergie par unité de surface de contact, appelée énergie de Dupré.

Lorsque les solides sont maintenus en contact sur une surface élargie par des forces de surface (Figure I-11 (b)), les contraintes entre les solides sont en traction (T) au bord du contact et ne restent en compression (P) qu'au centre.

La distribution A est la contrainte de Hertz avec $a = a_1$ et $P = P_1$; la distribution B la contrainte réelle (calculée par Johnson 1958⁵⁶) avec $a = a_1$, et $P = P_0$ et la distribution C est la contrainte de Hertz avec $a = a_0$, et $P = P_0$ ⁵⁰.

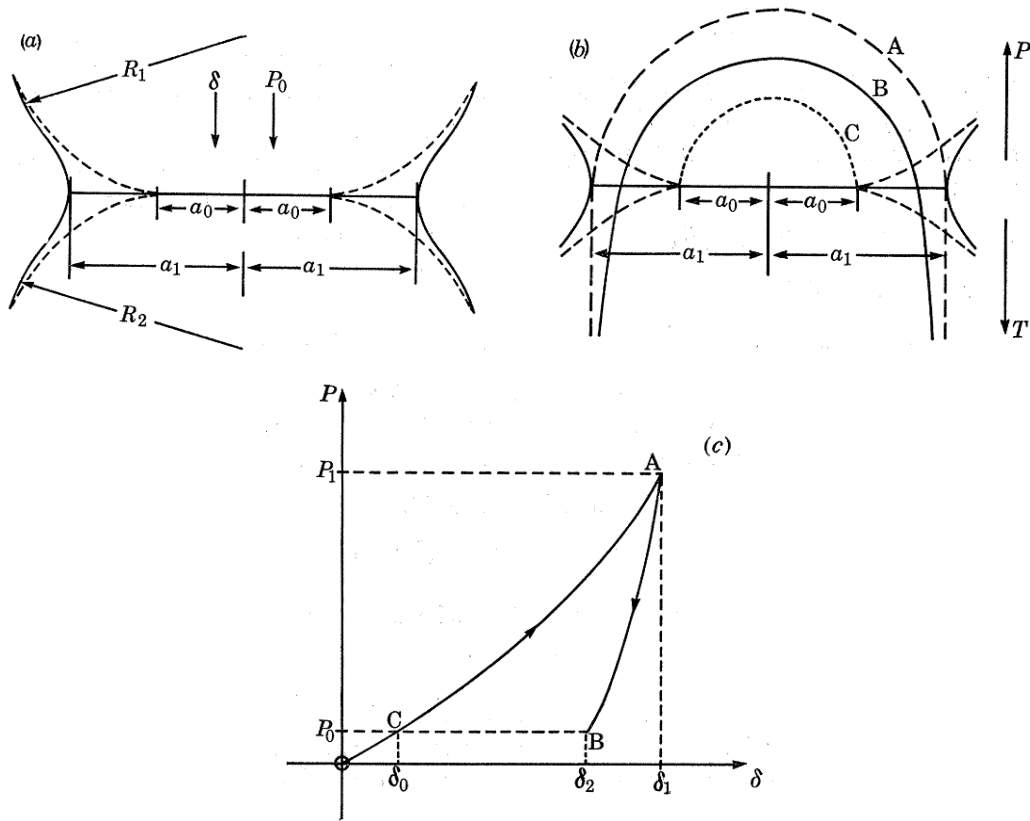


Figure I-11: Le contact entre deux solides élastiques en présence (rayon de contact a_1) et en absence (rayon de contact a_0) de forces de surface⁵⁰.

La figure (a) montre le contact entre deux corps convexes de rayons R_1 , et R_2 , sous une charge normale de P_0 ; δ est le déplacement élastique. (b) indique la répartition des contraintes dans les surfaces sphériques du contact. (c) représente la relation charge-déplacement pour les surfaces en contact⁵⁰.

La formule de Hertz modifiée qui tient compte de l'énergie des surfaces et qui permet le calcul du rayon de contact adhérent dans le modèle JKR est la suivante :

$$a^3 = \frac{R}{K} \left(P + 3\gamma\pi R + \sqrt{6\gamma\pi R P + (3\gamma\pi R)^2} \right) \quad \text{I-3}$$

Où P est la charge normale.

$$R = R_1 R_2 / (R_1 + R_2) \text{ et } K = 4 / 3\pi (K_1 + K_2)$$

K_1 et K_2 sont les constantes élastiques du matériau de chaque sphère ; c'est-à-dire :

$$k_1 = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} \text{ et } k_2 = \frac{1-\nu_2^2}{E_2}$$

Où ν est le coefficient de Poisson et E le module de Young de chaque matériau.

L'analyse présentée par JKR prédit qu'à une charge appliquée nulle (équation 1-3), la surface du contact entre les solides est finie et diminue à mesure que la charge devient négative jusqu'à ce qu'un point soit finalement atteint où les surfaces se séparent (ce point est défini par l'équation (1-2)). Les résultats pour les petites charges positives et négatives appliquées entre les surfaces d'une sphère en caoutchouc (rayon de courbure 2,2 cm) et une surface plane en caoutchouc sont présentés dans la Figure I-12.

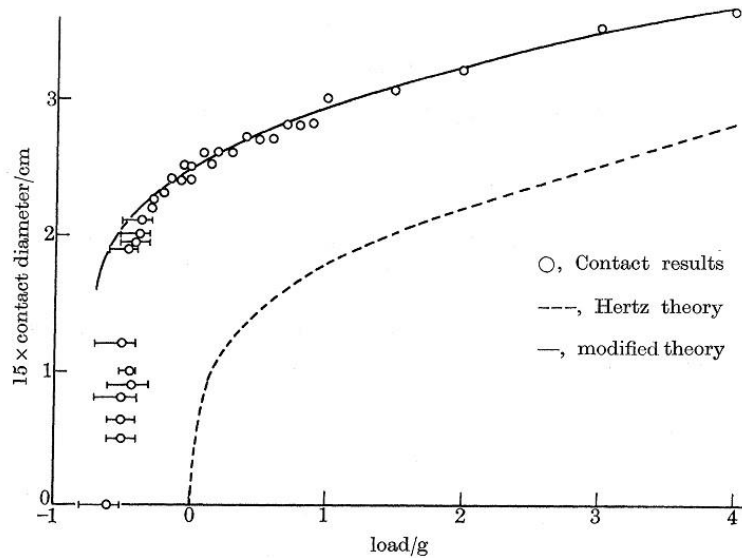


Figure I-12: Rayon de la zone du contact formée entre une sphère en caoutchouc (rayon de 2,2 cm) et un plat en caoutchouc sous de petites charges positives et négatives⁵⁰.

Les résultats de la théorie de Hertz modifiée, lorsque elle est appliquée sur des surfaces sphériques et plates de faible module d'élasticité, sont en bon accord avec les points expérimentaux. Cependant, la déformation produite par les forces attractives de surface entre des solides à haut module d'élasticité, comme les métaux et le verre, est si faible que sa mesure est masquée par la rugosité inévitable des surfaces. Avec les matériaux élastiques mous, cette difficulté ne se pose pas et la nouvelle théorie fournit une explication satisfaisante de l'adhésion et de l'augmentation de la surface de contact en termes d'énergie de surface⁵⁰.

2) Mesure de la force d'adhésion

Le problème de la détermination de l'adhérence entre les corps solides en contact est important pour comprendre le frottement, l'usure, la lubrification ainsi que d'autres phénomènes⁵⁷. De ce fait ; plusieurs instruments et banc d'essai ont été développés pour mesurer les forces d'adhérence interfaciale^{42,54,58}. Aujourd'hui, la plupart des études expérimentales sur les forces de surface sont réalisées par le (SFA) qu'est un instrument moderne de mesure des forces de surface (SFA), le (AFM) qui est un microscope à force atomique ainsi que l'appareil de mesure de l'adhésion par contact (CAM).

Le SFA est largement utilisé pour mesurer les forces normales entre les surfaces dans les vapeurs et les liquides pour de nombreux types de matériaux. En outre, le SFA est capable de mesurer les interactions dynamiques et les effets interfaciaux dépendant du temps. Le SFA mesure les forces en fonction de la séparation absolue entre les surfaces de contact. La sensibilité aux forces est $\approx 1\text{nN}$ et la résolution en distance est inférieure à $0,1\text{ nm}$. Dans le cas de l'étude des polymères, la fine couche de polymère est déposée sur la surface du mica³⁹.

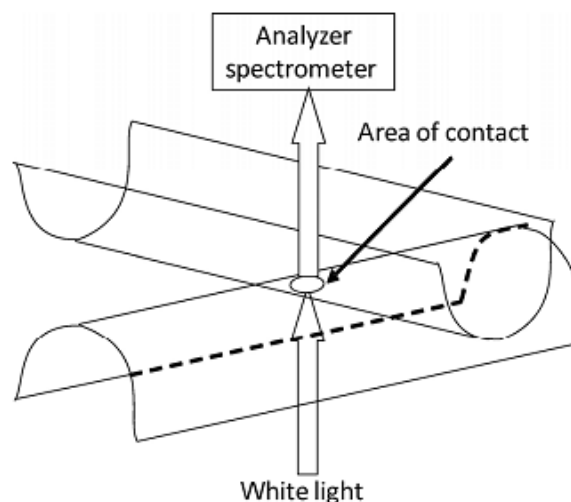


Figure I-13: Schéma de l'appareil de mesure des forces interfaciales réalisé en SFA³⁹.

Cet appareil contient deux cylindres de mica atomiquement lisses et qui sont croisés. Un cylindre de mica est monté sur un support piézoélectrique, par lequel la distance est ajustée. L'autre cylindre de mica est monté sur un ressort dont la constante est connue et réglable. La séparation entre les surfaces est mesurée optiquement à l'aide des franges d'interférence à faisceaux multiples. En connaissant la position d'un cylindre et la distance à la surface du second cylindre, nous pouvons calculer la déflexion du ressort et la force⁵⁴.

Le mesureur d'adhérence par contact (CAM) est un appareil destiné à la mesure directe de l'interaction de forces des surfaces (Figure I-14). Cet appareil est basé sur une approche contrôlée et permet de déterminer la dépendance des forces entre les corps par rapport à la distance qui les sépare⁴².

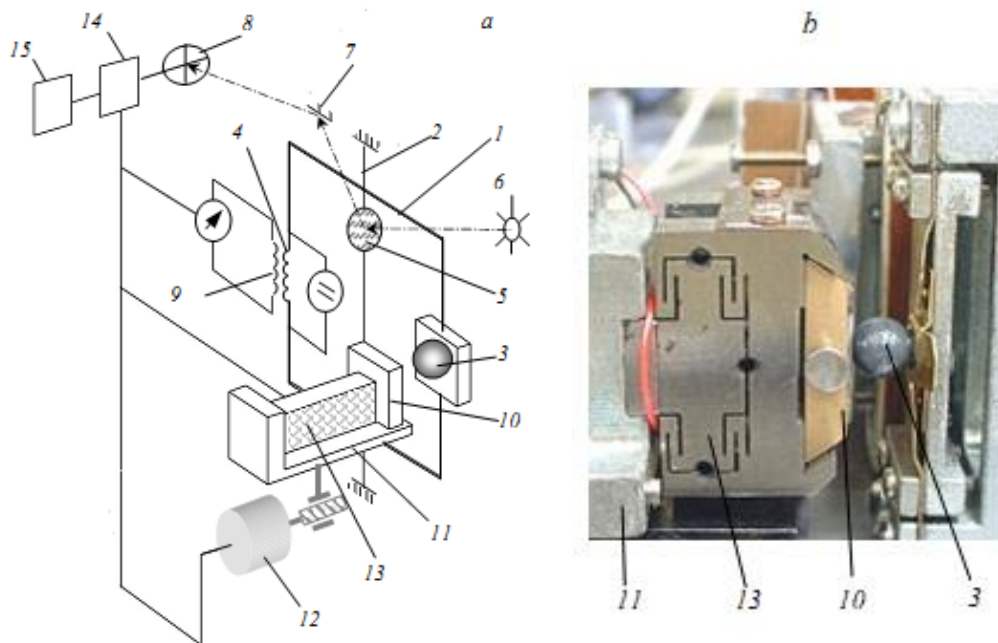


Figure I-14: Schéma principal du dispositif de mesure de l'adhérence: a - diagramme schématisé ; b - vue de la table d'objets avec piézodrive et sonde⁴².

1 - cadre ; 2 - corde ; 3 - support ; 4 - bobine mobile ; 5 - miroir ; 6 - laser ; 7 - élargisseur de la base optique ; 8 - photodétecteur ; 9 - bobine ; 10 - échantillon ; 11 - table ; 12 - moteur pas à pas ; 13 - système de positionnement fin contrôlé par piézodrive.

Le schéma général des courbes d'approche et de rétraction du modèle est donné dans la Figure I-15. Les courbes peuvent être divisées en plusieurs parties. La forte hystérésis

d'adhésion a été obtenue en déterminant les dépendances des forces sur la distance entre les échantillons dans le cycle "approche-retrait" ⁴².

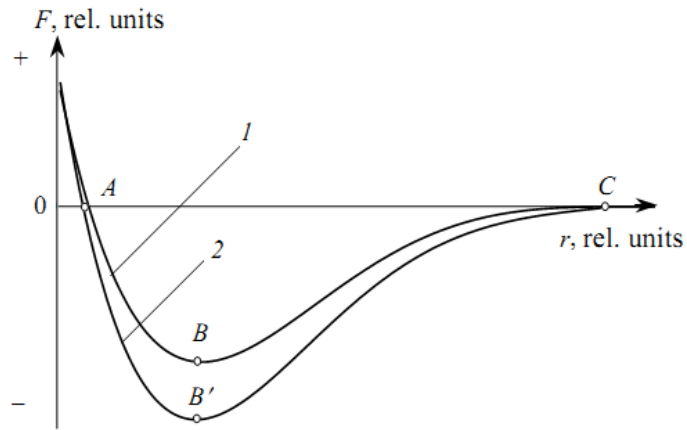


Figure I-15: Dépendances "force-distance" typiques lors de l'approche (1) et de la rétraction (2) des échantillons ⁴².

Cette approche a été confirmée par A.Kovalev et N.Myshkin⁴³. Dans leurs travaux qui ont pour objectif de construire un modèle de contact basé sur des données expérimentales et de développer une théorie phénoménologique de l'adhésion des solides séparés par une faible distance. L'étude montre des courbes (Figure I-16a) similaire à celles données par A.Y.Grigoriev⁴². Cette étude montre que, quelles que soient la nature et la géométrie des corps en contact, les courbes force-distance sont similaires.

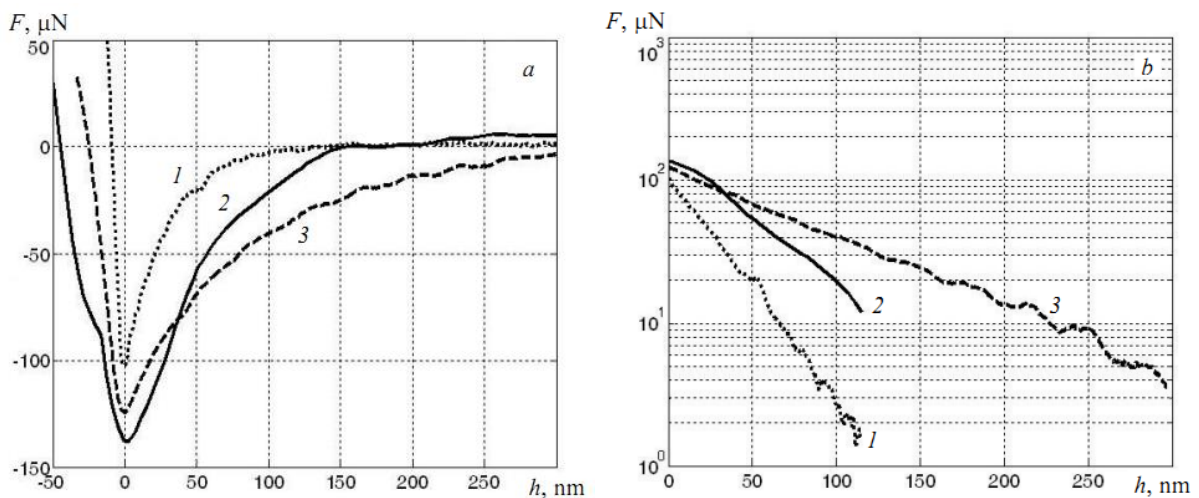


Figure I-16 : Courbes expérimentales force-distance (a) ; sections de courbes décrivant l'attraction en coordonnées semi-logarithmiques (b) ⁴³.

Le point auquel la force est minimale est pris comme zéro sur l'axe des abscisses et le point de force égale zéro entre les corps est pris comme zéro sur l'axe des ordonnées (Figure I-16 a).

En analysant les données des tests, il a été constaté que toutes les dépendances de la force d'attraction et de la distance entre les corps obéissent à la loi exponentielle. L'applicabilité de l'approximation exponentielle à la partie de la courbe qui correspond au stade de l'attraction mutuelle est prouvée par les dépendances force-distance tracées en coordonnées semi-logarithmiques (Figure I-16, b). Le point initial correspond au moment où la force d'attraction atteint son pic tandis que le point final au moment où la force d'interaction cesse d'augmenter. L'analyse des courbes de la Figure I-16 (b) montre que le logarithme de la force d'attraction est directement proportionnel à la distance entre les corps. Ce fait expérimental constitue une base pour la théorie phénoménologique proposée du contact par adhérence. Un schéma évolutif de la force d'adhésion est donné sur la Figure I-17 montrant l'ensemble des étapes de la formation du contact et courbe force-distance⁴³.

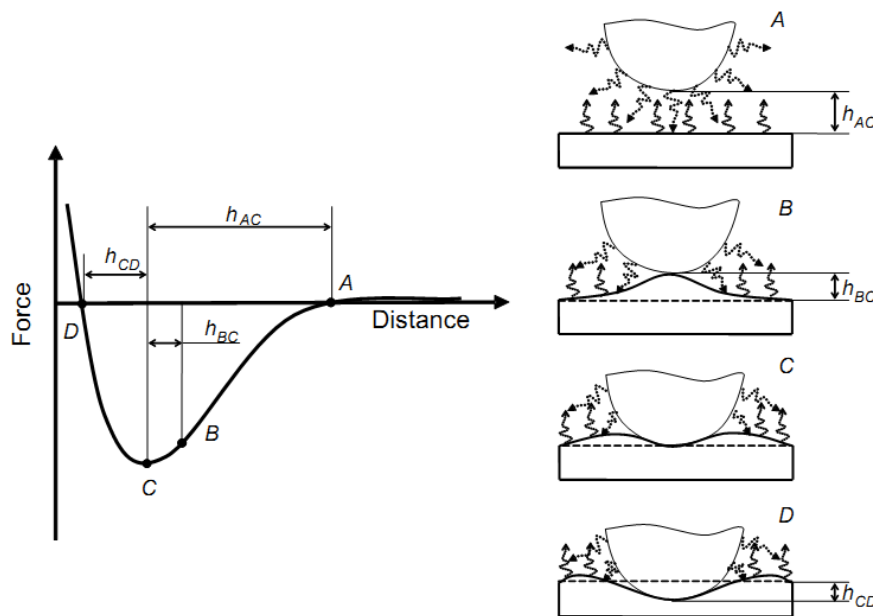


Figure I-17: Étapes de la formation du contact et courbe force-distance. A , B , C , D - points correspondant aux étapes. Les flèches montrent schématiquement le champ de force au-dessus des surfaces⁴³.

Ici, le point A montre le début de l'interaction des surfaces en approche, la portion AB correspond à l'attraction pure sans formation du contact mécanique réel entre les solides. Après le point B, l'interaction des forces et la déformation élastique se produisent

simultanément. Au point C, la force élastique de résistance à la pénétration devient dominante. Le point D correspond au moment où la force élastique de résistance à la pénétration est égale à la force adhésive d'attraction mutuelle.

3) Influence des forces d'adhésion en frottement

Plusieurs études ont été effectuées pour confirmer le rôle du contact adhésif dans le frottement^{59,60}. En se basant sur le phénomène "l'effet collé-glissé ou stick-slip", qui se manifeste par un mouvement tangential discontinu entre deux solides, et qui présente une instabilité de frottement bien connue qui se produit dans un certain nombre de systèmes naturels et d'ingénierie allant du grincement des freins automobiles aux tremblements de terre.

Donc en se basant sur ce phénomène de "stick-slip", dans l'étude réalisée par K.Viswanathan et al⁵⁹, la dynamique d'interface adhésive d'un modèle polymère a été analysée en utilisant des mesures de force couplées et une imagerie à grande vitesse, afin d'explorer le cas du stick-slip. Les auteurs ont utilisé une configuration de contact capable d'isoler des événements d'ondes uniques, couplée à une imagerie in situ à haute vitesse, pour démontrer l'existence de deux nouveaux modes de stick-slip à savoir le mode d'impulsion de séparation et le mode d'impulsion de glissement.

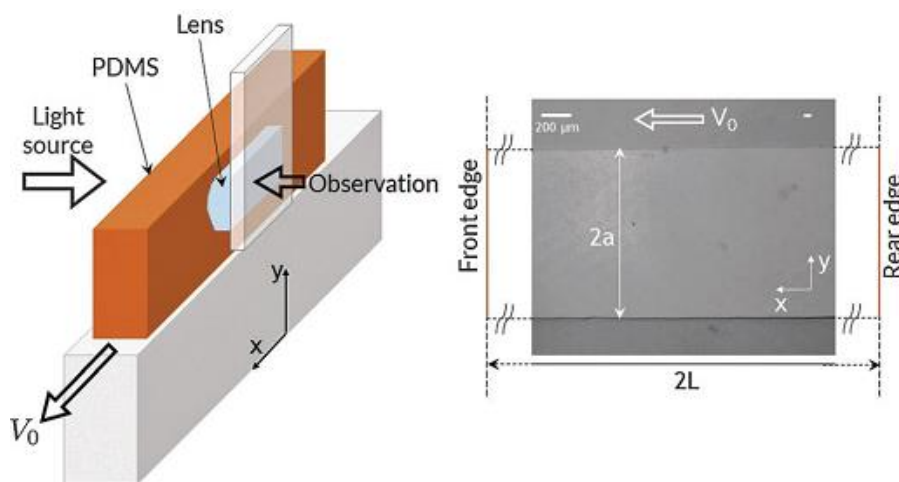


Figure I-18 : Dispositif d'analyse du phénomène du stick-slip⁵⁹.

La Figure I-18 montre le dispositif d'analyse du phénomène stick-slip. À gauche est présenté le schéma de l'installation montrant la lentille cylindrique en contact avec le PDMS (polydiméthylsiloxane). La zone de contact, parallèle à l'axe de la lentille, est éclairée par une lumière polarisée uniforme et observée à l'aide d'une caméra à grande vitesse. À droite, un

échantillon d'image de la zone de contact (lumineuse) de largeur $2a$ et de longueur $2L$ ($\gg 2a$). V_0 est appliqué au PDMS⁵⁹.

Le tracé de la force de la Figure I-19 (b), montre clairement deux phases - une phase de collage où la force augmente jusqu'à une valeur maximale, et une phase de glissement lorsqu'une réduction rapide de la force se produit.

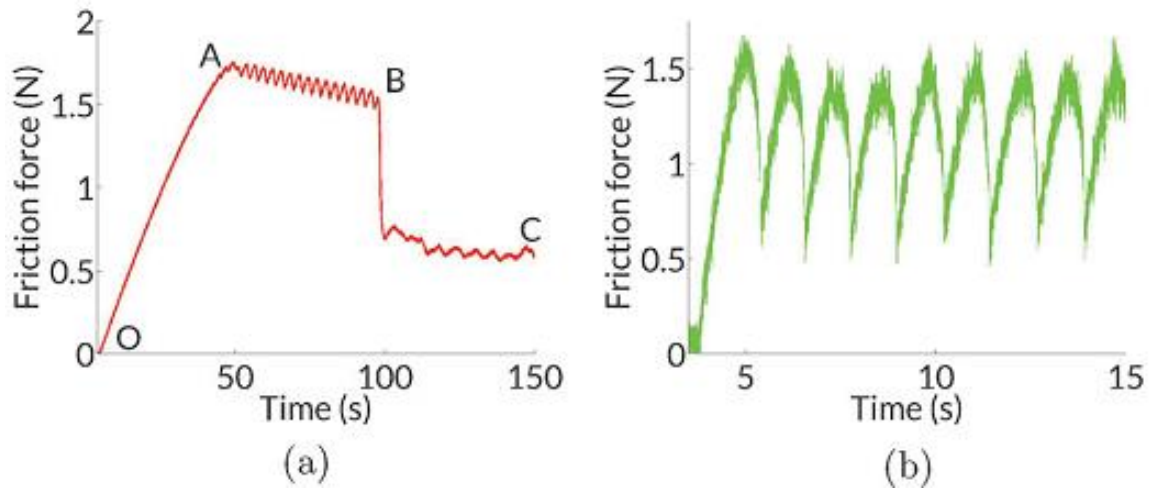


Figure I-19 : Forces tangentielles mesurées pendant la propagation des ondes de frottement lentes⁵⁹

La Figure I-19 (a) montre que la transition entre la propagation des impulsions de glissement et de séparation se reflète dans la force tangentielle. Après application de la vitesse de glissement V_0 , la force s'accumule jusqu'à une valeur seuil (A) à laquelle se produit le commencement des impulsions de glissement qui se propagent sous une charge normale élevée (segment AB). La fréquence et la réduction de la force dans chaque cycle sont caractéristiques de type du palier d'impulsion. La Figure I-19 b, La force tangentielle montre une très forte réduction pendant la propagation de l'onde de Schallamach, beaucoup plus importante que l'impulsion de séparation ou l'impulsion de glissement⁵⁹.

L'étude effectuée par Koushik et Narayan⁶⁰, a démontré le rôle important de l'adhésion dans la propagation des impulsions de glissement. En utilisant le même appareil de la Figure I-18. Une expérience a été réalisée pour simuler le passage d'un contact adhésif à un contact élastique de type Hertzien. Avant de durcir, le PDMS a été soigneusement mélangé à des sphères de polyéthylène mono-dispersé fluorescent de différents rayons (Rayon = $R = 50 \mu\text{m}$ et Rayon = $2R = 100 \mu\text{m}$). La quantité de polyéthylène introduite est fixée de manière à ce que, après un mélange homogène, plusieurs sphères au-devant de la surface de glissement, voir la Figure I-20 (à gauche). Sur l'image en lumière polarisée, le PDMS apparaît sombre en raison

des polariseurs croisés utilisés. D'autre part, les sphères de polyéthylène, étant fluorescentes, sont vues comme des cercles lumineux. Les sphères sur la surface de PDMS en contact avec la lentille sont vues comme étant nettes. Ainsi, au moment du contact, la charge normale a été principalement transmise aux sphères en saillie, empêchant la formation d'un contact adhésif intime parfait.

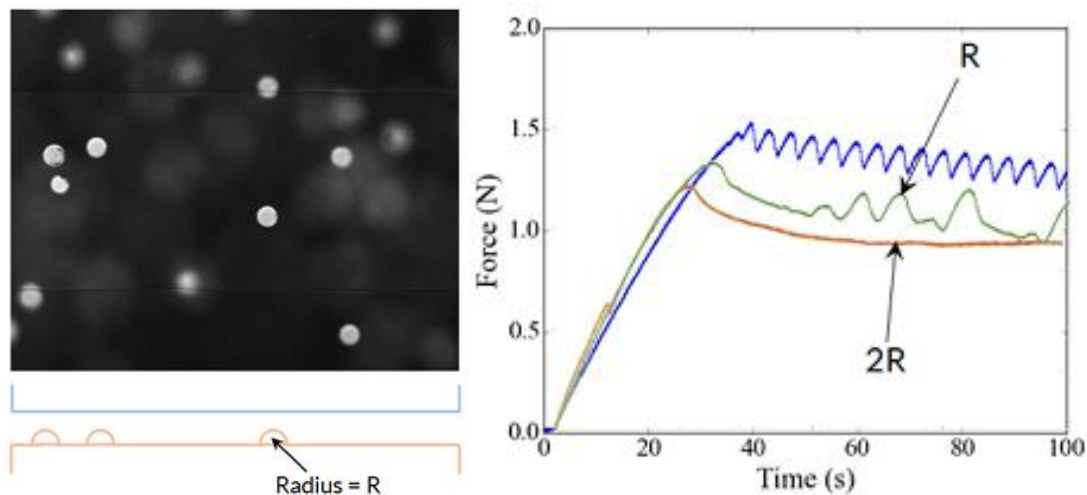


Figure I-20: Rôle de l'adhésion dans la propagation des ondes de frottement⁶⁰.

L'image à gauche est polarisée à fond noir montrant des sphères de polyéthylène fluorescentes à l'intérieur du contact. Les sphères en focus sont situées sur la surface du PDMS, comme indiqué sur le schéma. L'image à droite montre le tracé de force avec des sphères de rayon $R=50\mu\text{m}$ et $2R=100\mu\text{m}$ montre que la propagation des impulsions de glissement devient de plus en plus difficile lorsque le contact passe de l'état adhésif (JKR) à l'état élastique hertzien⁶⁰.

Lorsque le PDMS simple glisse contre la lentille, le tracé de la force (Figure I-20 à droite) montre des caractéristiques de glissement-adhérence (courbe bleue). Le PDMS avec des sphères de rayon R montre quelques signes de glissement, mais avec un glissement homogène entre les deux (courbe verte), de petits domaines de contact adhésif subsistent, ce qui permet une propagation partielle des impulsions de glissement. En revanche, les caractéristiques de glissement sont complètement absentes dans le PDMS avec des sphères de rayon $2R$ (courbe orange) reflétant un mouvement purement homogène, les contacts adhésifs sont largement absents.

Le cas de notre étude, détaillé dans la partie expérimentale, montre le rôle du frottement par adhérence qui agit comme le principal mécanisme d'usure qui conduit à la déchirure du matériau et à la rupture des échantillons. Afin de remédier à ce problème, un matériau autolubrifiant, qui adhère à la surface du matériau antagoniste, a été utilisé pour obtenir une adhérence réduite des matériaux polymères par adjonction d'additifs tels que l'huile et le charbon activé.

I.4 Usure des matériaux polymères

L'usure est l'endommagement de la surface ou l'enlèvement de matière de l'une ou des deux surfaces solides dans un mouvement de glissement, de roulement ou d'impact l'une par rapport à l'autre. Dans la plupart des cas, l'usure se produit par des interactions de surface au niveau d'aspérités. La matière peut être enlevée d'une surface et peut entraîner le transfert vers la surface antagoniste ou peut se détacher sous forme de particules d'usure⁵⁴.

En raison de leurs structures spécifiques et de leurs comportements mécaniques, les polymères sont plus sensibles aux modifications de la couche de surface dues aux contraintes mécaniques, à la température et aux réactions chimiques. De ce fait ; plusieurs approches et classements sur les différents facteurs influençant l'usure des polymères ont été proposés par plusieurs auteurs. Briscoe et Sinha²⁸ classent l'usure des polymères suivant trois approches qui tiennent compte des différents paramètres de manière fine et rendent ainsi l'étude d'usure des polymères facile à décrire.

L'approche générique où le frottement est, en première approximation, de deux types : interfaciale et de volume. Comme le frottement est à l'origine des dommages et d'usure qui en résulte, il s'agit d'un moyen utile de classer l'usure en deux catégories : "cohésive" et "interfaciale".

Une approche plus pratique consiste à suivre une ligne classique et à énumérer les processus d'usure en portant une analyse sur les origines et les conséquences. Ainsi, il peut y avoir "abrasion", "adhésion", "usure de contact", "usure chimique", "érosion", "usure de fatigue", "usure de délaminage".

La troisième approche prend en considération la très grande diversité de réponse des systèmes polymères. Ainsi, l'usure peut être subdivisée en fonction de la réponse du matériau pour produire un schéma où chaque "classe" de polymère est traitée en étant relativement

isolée du reste. Dans ce type de division, les élastomères, les thermodurcissables, les polymères vitreux et les polymères semi-cristallins peuvent être distingués comme ayant des caractéristiques uniques dans le contexte de leur comportement à l'usure.

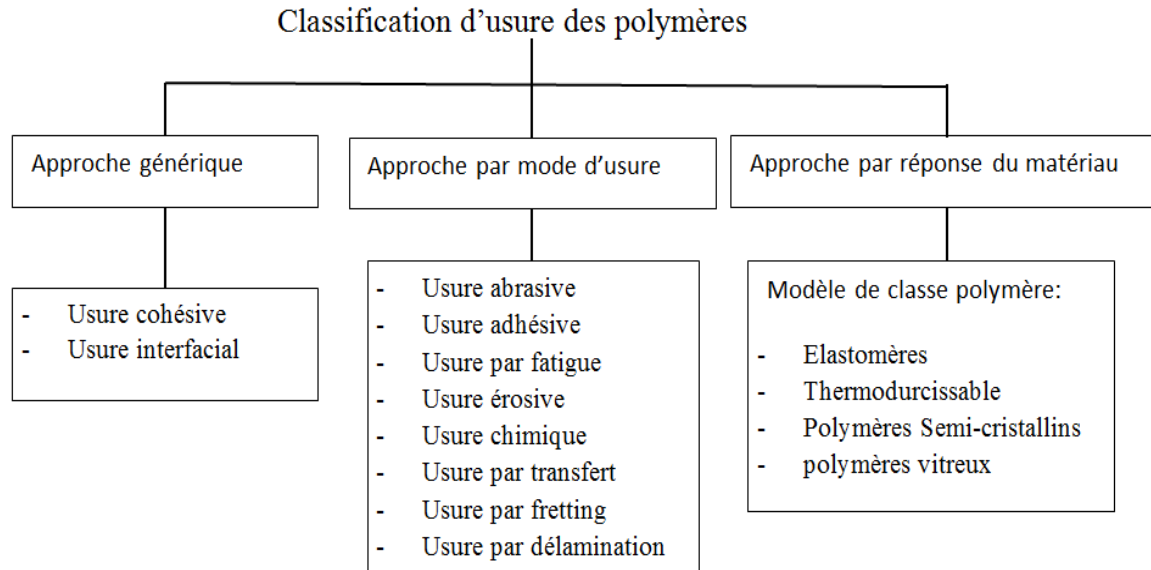


Figure I-21: Approches simplifiées de la classification d'usure des polymères²⁸

En s'appuyant sur l'ensemble d'approches et classements cités à la Figure I-21, quelques modes d'usure et modèles de classe des polymères ont été expliqués au cours de ce chapitre.

1) L'approche générique

Dans ce classement, les mécanismes d'usure sont divisés en deux catégories : l'usure cohésive et l'usure interfaciale. Sous l'usure cohésive, nous trouvons les mécanismes d'usure qui se produisent principalement dans les volumes relativement importants approchant à l'interface. L'usure interfaciale, en revanche, comprend les mécanismes liés à l'interface uniquement.

La distinction entre les processus d'usure interfaciale et cohésive découle de l'ampleur de la déformation du matériau le plus souple (généralement un polymère) par les l'aspérité du matériau antagoniste. Pour l'usure interfaciale, l'énergie de frottement est dissipée principalement par l'interaction adhésive, tandis que pour l'usure cohésive, l'énergie est dissipée par les interactions adhésives et abrasives (sous la surface)⁶¹.

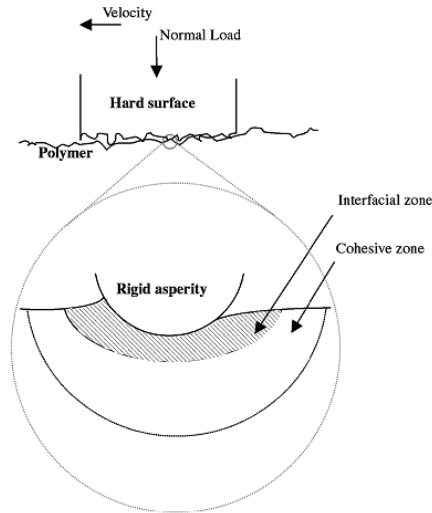


Figure I-22: Modèle à deux termes du processus d'usure⁶¹

La Figure I-23 montre le processus d'usure interfaciale pour les polymères. Certains polymères semblent s'adapter au ramollissement induit par le cisaillement interfacial quasi-isotherme ; en fait, la zone d'interface se réordonne et, par conséquent, un film orienté et un contact polymère sont produits⁶¹.

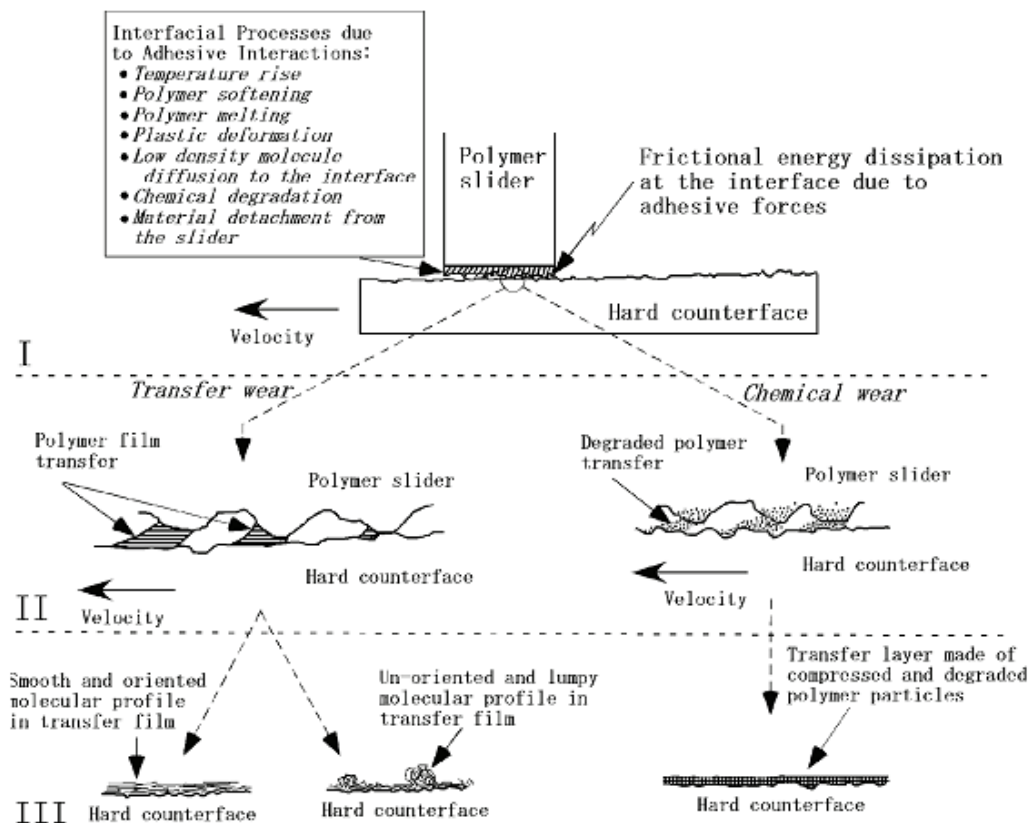


Figure I-23: Processus d'usure interfaciale pour les polymères propres⁶¹

(I) contact initial des deux surfaces ; (II) processus de rodage où les molécules de polymère souple sont progressivement transférées au matériau antagoniste dure en tant que troisième corps ; et (III) processus d'usure en régime permanent où les phénomènes d'usure et de frottement sont principalement influencés par les propriétés de cisaillement et d'adhérence du film transféré⁶¹.

2) Approche par modes d'usure

- **Usure par abrasion**

Pour les cas de glissement de polymères contre des surfaces rugueuses, le mécanisme abrasif peut être dominant. L'aspect essentiel de l'usure par abrasion concerne la coupe ou le labourage de la surface par des particules plus dures ou des aspérités. Ces points de coupe peuvent être soit encastrés dans le matériau antagoniste, soit détachés dans la zone de contact. Nous distinguons deux types d'usure abrasive, le premier type est communément appelé abrasion à deux corps, et le second, abrasion à trois corps. L'abrasion présente des marques de rayures sur la surface usée et les débris produits par l'abrasion prennent souvent l'apparence de copeaux fins semblables à ceux produits lors d'usinage, bien qu'à une échelle beaucoup plus fine.

Il existe deux modes de déformation distincts lorsqu'une particule abrasive agit sur la matière plastique. Le premier mode est le rainurage de la matière plastique, souvent appelé labour, dans lequel une patte est poussée devant la particule, la matière est continuellement déplacée latéralement pour former des rainures adjacentes au rainurage qui se développe. Aucun matériau n'est retiré de la surface. Le second mode est appelé le découpage, car il est similaire au micro-usinage et tout le matériau déplacé par la particule est enlevé sous forme de copeaux⁶². Les Taux d'usure abrasif de quelques polymères sont donnés par Kenneth G. Budinsky⁶³ (Figure I-24).

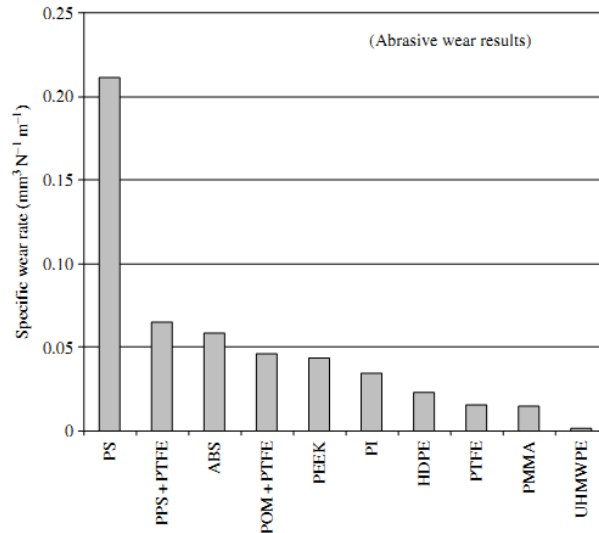


Figure I-24: Résultats d'usure abrasive pour un certain nombre de polymères⁶³. (Image reproduite par B.J. Briscoe et S.K. Sinh²⁸)

- **Usure par adhérence**

L'usure adhésive est un nom pour l'usure interfaciale, comme cela a été mentionné précédemment dans la classification d'usure par réponse générique. L'usure par adhérence résulte du cisaillement des interfaces de frottement. L'usure adhésive est une composante fondamentale du frottement (Figure I-25).

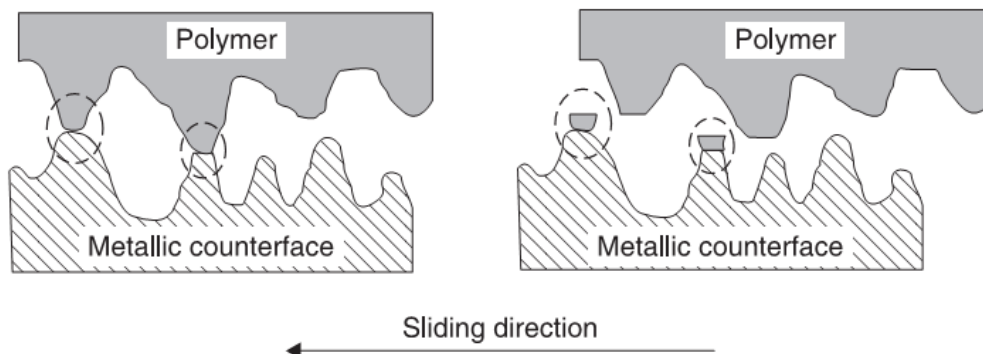


Figure I-25: Illustration schématique du contact adhésif ²⁶.

On peut dire que le phénomène le plus important d'usure adhésive est la formation d'un film de transfert interfacial sur la surface dure. Le coefficient de frottement peut être élevé ou faible, et le taux d'usure dépend alors principalement des propriétés adhésives et des propriétés rhéologiques de la couche ou du film interfacial²⁸.

- **Film de transfert (suite à l'adhésion)**

L'amélioration du comportement tribologique est principalement due à la formation d'une fine couche de transfert sur les surfaces de glissement des matériaux antagonistes³¹. Le phénomène de transfert par frottement est observé pour presque tous les matériaux (métaux, céramiques et polymères) et leurs combinaisons. Ce processus d'usure évolue dans la formation du film d'adhérence, sa croissance et sa fracture. Une caractéristique distinctive de cette usure est que le transfert de matière d'une surface à l'autre se produit en raison de la liaison localisée entre les surfaces solides en contact⁶².

Dans le cas des polymères, au départ les films de transfert ne sont pas présents mais qu'ils se forment à la suite d'usure de la surface et de la déformation sous la surface³¹. D'où une attention particulière est nécessaire pour les films de transfert, qui sont le facteur clé, et qui déterminent le comportement tribologique des polymères et des composites polymères²⁵.

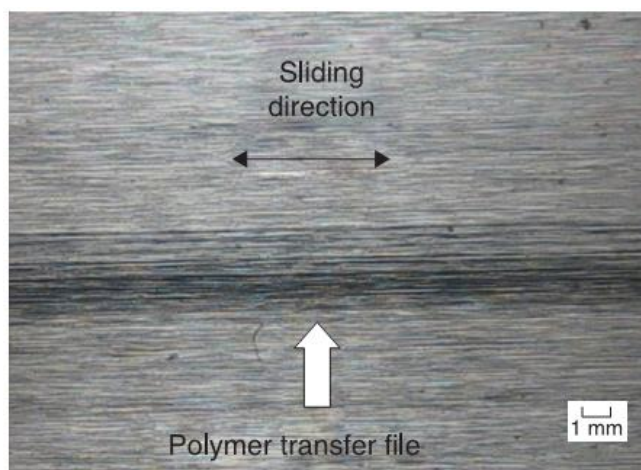


Figure I-26 : Acier antagoniste montrant un transfert de film en polyamide formé après 20 km de glissement, à 90 N²⁶.

Sviridyonok, et al⁴¹ dans leur étude sur l'interaction par frottement, le film de transfert a été étudiée dans une machine de type Amsler avec un système arbre-palier partiel. Un rouleau (40 mm de diamètre, 10 mm de large) en PTFE a été utilisé comme arbre. Le film en PE a été fixé sur le palier lisse, qui a ensuite été analysé par spectrométrie infrarouge. L'étude du frottement entre l'arbre et le film a révélé dans le spectre infrarouge des bandes d'absorption du film de polyéthylène (1170 et 1210 cm⁻¹) une caractéristique du PTFE (Figure I-27), indiquant le transfert du PTFE à la surface du film de PE.

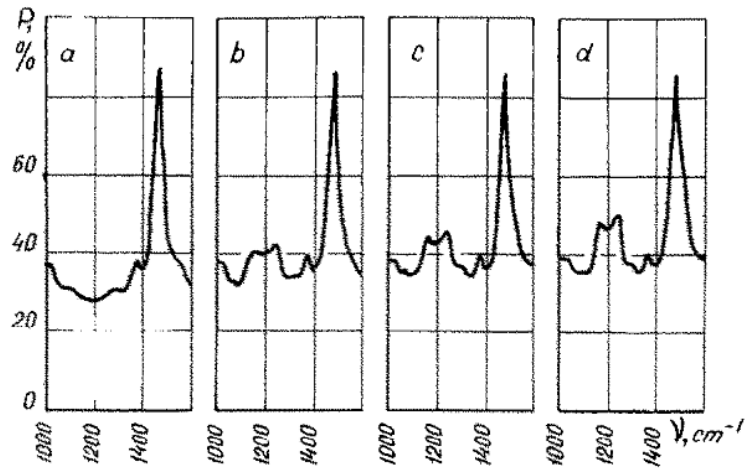


Figure I-27: Spectres I.R. d'un film PE. (a) Phase initiale, (b) après avoir travaillé avec le rouleau PTFE 2 min ; (c) 5 min et (d) 10 min⁴¹.

L'étude de l'interaction de frottement de l'arbre de PTFE et du film PE a révélé que le transfert de PTFE se fait sous forme de couches de microzones, petites au départ mais qui augmentent jusqu'à atteindre 0,54 mm. L'épaisseur de la couche transférée augmente progressivement puis fluctue autour d'une valeur moyenne (Figure I-28).

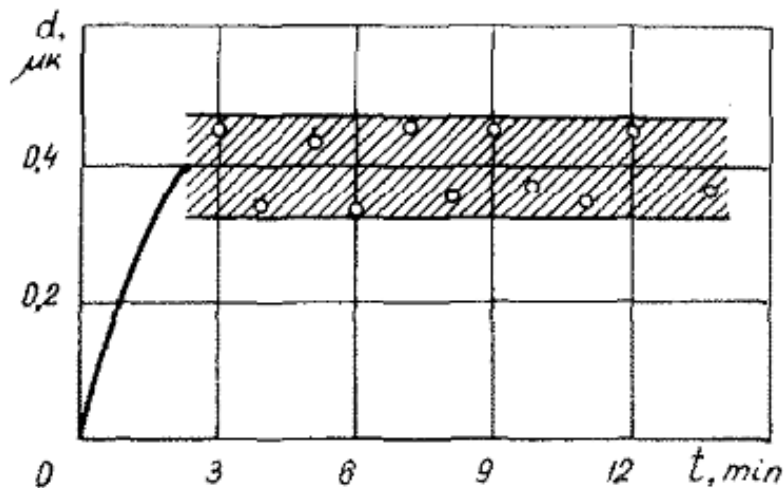


Figure I-28: Epaisseur de la couche de PTFE transférée en fonction du temps de frottement (charge = 0,05 MPa, vitesse de glissement = 0,35 m/s)⁴¹.

- ### Usure par fatigue

La fatigue est connue comme étant un changement d'état matériel dû à une sollicitation répétée (cyclique) qui se traduit par une fracture. Sa caractéristique est l'accumulation de changements irréversibles, qui donnent naissance au développement de fissures⁶². Un contact à frottement subit la contrainte cyclique du roulement et du glissement. En outre, chaque

aspérité de la surface de frottement subit une charge consécutive provenant des aspérités de la surface antagoniste. En conséquence, deux champs de contrainte variables sont créés dans les régions de surface et de subsurface. Ces champs sont responsables de la fatigue des matériaux dans ces régions, qui entraîne la génération et la propagation de fissures et la formation de particules d'usure. Ce processus est appelé fatigue par frottement⁶².

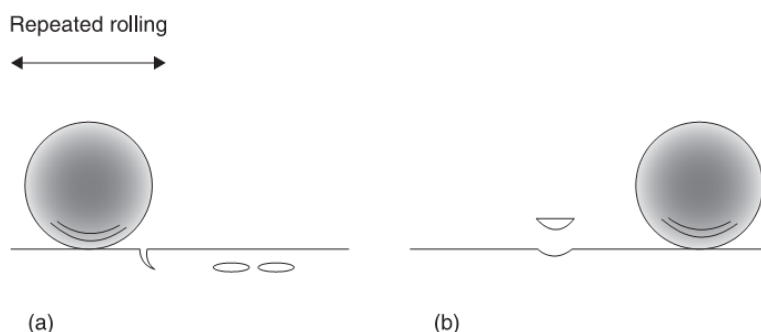


Figure I-29: Illustration schématique d'usure par fatigue de surface typique due aux contraintes cycliques²⁶.

En plus des trois modes d'usure, l'abrasion, l'adhérence et la fatigue, qui sont les plus courants des polymères. L'usure chimique et l'usure de contact peuvent influencer sur les polymères.

L'usure chimique est une usure où certaine réaction chimique est essentiellement présente dans presque toutes les interactions tribologiques. Cependant, l'usure chimique est définie comme le processus d'élimination de matériaux importants à la suite de réactions chimiques importantes entre les matériaux en contact et l'environnement. Quatre raisons principales qui favorisent une réaction tribochimique dans l'interaction entre les polymères et les métaux. La première raison est la température interfaciale élevée. La deuxième raison de la réaction chimique est l'action catalytique de la surface métallique; là encore, c'est probable pour les systèmes composites. La troisième raison est l'action des charges, soit en catalysant la réaction, soit en participant effectivement à la fabrication des produits de réaction. Enfin, la quatrième raison est la contribution de la contrainte mécanique des matériaux qui peut entraîner la division de la chaîne des molécules²⁸.

L'usure de contact se produit lorsqu'un mouvement oscillatoire de deux surfaces adjacentes de faible amplitude (allant de quelques dizaines de nanomètres à quelques dizaines de microns), c'est un mouvement qui se produit dans la direction tangentielle du déplacement relatif et souvent à des fréquences élevées. L'action du troisième corps, à savoir les particules

de débris, influe fortement sur la modification des dommages causés par l'usure de contact des surfaces et du matériau antagoniste en polymère^{28,45}.

3) Classification d'usure basée sur les réponses polymères

Les mécanismes de frottement et d'usure des polymères ont de nombreuses caractéristiques en commun, et il est donc pertinent de décrire brièvement certains des principaux facteurs affectant le frottement. Les matériaux les plus largement utilisés dans les applications tribologiques sont énumérés dans le Tableau I-1²⁹.

Thermoplastiques	Polyéthylènes	Polyéthylène haute densité (PEHD), polyéthylène à ultra-polyéthylène à poids moléculaire très élevé (UHMWPE)
	Polyamides	Nylon 6, 6.6, 6.10, 11, 12
	Polycétals	Homopolymère, copolymère
	Fluorocarbones	Polytétrafluoroéthylène (PTFE) Copolymères de TFE avec : hexafluoropropylène (FEP), éthylène (E-TFE), fluorure de vinylidène (VF-TFE), éther de propyle et de vinyle fluoré (PFA).
	Haute température polymères	propylvinyléther (PFA) Poly(sulfure de phénylène) (PPS), poly(éther sulfone) (PES), poly(acide phydroxy benzoïque) (HBA)
Thermodurcissables		Phénolique, crésylique, polyester, époxy, silicone, polyimide
Elastomères		Caoutchouc naturel, styrène-butadiène (SBR), butadiène-acrylonitrile (nitrile), polyacrylate, fluorocarbures
Charges et renforts	Pour améliorer les propriétés mécaniques	Amiante, carbone, verre, textile, fibres polyamides aromatiques, mica, oxydes métalliques, carbone noir, silice
	Pour réduire la friction	Graphite, MoS ₂ , PTFE, huiles minérales, silicones, acides gras/amides
	Améliorer la conductivité thermique	Bronze, carbone, argent

Tableau I-1: Polymères, Charges et Renforts pour applications tribologiques²⁹.

• Thermoplastiques

Ces matériaux se caractérisent par leur capacité à se ramollir ou à fondre à des températures élevées. Ils en existent deux types généraux, les amorphes et les cristallins. La majorité des thermoplastiques énumérés dans le Tableau I-1 sont cristallins.

Les polymères thermoplastiques cristallins présentent des résultats plus intéressants en frottement. Parmi ceux-ci, les polyamides, les polycétals et les polyéthylènes sont des polymères bien établis, mais les utilisations des polyéthylènes ont tendance à être limitées par leurs températures de ramollissement relativement basses²⁹. Le PTFE est un exemple de polymères thermoplastiques qu'est d'une importance majeure en tribologie, comme matériau

de matrice convenablement renforcé, comme additif à d'autres polymères pour réduire la frottement, comme lubrifiant solide en film mince, ou comme additif de graisse.

Les travaux présentés par Tabor et al⁶⁴ montrent que pour certains polymères semi-cristallins propres, il y a une influence assez directe de la structure moléculaire sur le comportement de frottement. Pour une variété de polymères semi-cristallins qui sont chimiquement et cristallographiquement similaires, mais dont les profils moléculaires varient, la structure moléculaire semble jouer un rôle important dans le contrôle du frottement et du transfert. Un PTFE cristallin à environ 70% montre que le faible frottement présente un glissement très facile entre les chaînes de PTFE une fois qu'elles sont alignées et résulte de la rigidité et du profil lisse de la molécule.

Lorsqu'un nouveau pion en PTFE sans orientation résiduelle glisse sur un matériau antagoniste en verre, la valeur de frottement statique est élevée, $\mu_s \approx 0,2$. Cette valeur diminue rapidement dès que le glissement commence à atteindre la valeur cinétique habituelle de $\mu_k = 0,06$ (Figure I-30a). Si ce pion en PTFE se déplace sur du verre propre et glisse à nouveau parallèlement à la première piste, le frottement statique initial n'est jamais supérieure à environ $\mu_s = 0,07$, c'est-à-dire pas plus de 10 à 20% supérieure à la valeur μ_k faible qui suit : la première valeur élevée ($\mu_s \approx 0,2$) n'est pas répétée. Ce comportement est reproductible quel que soit le nombre de fois où le pion est déplacé parallèlement à la première piste, soit en avant soit en arrière (Figure I-30b).

Cependant, si l'on fait pivoter le pion autour de son axe de 90° et qu'on fait ensuite une nouvelle piste parallèle aux autres, on obtient à nouveau un frottement statique très élevé (Figure I-30c). Le frottement chute à la valeur cinétique dès que le glissement commence. Si le pion est tourné hors de son orientation précédente avant chaque nouvelle piste, ou si une piste est faite à 90° de la précédente, le frottement statique élevé se produit toujours. Ce comportement, qui est également observé sur d'autres échantillons lisses, suggère que le PTFE ne peut se comporter comme un matériau à faible frottement qu'après avoir été convenablement orienté³⁸.

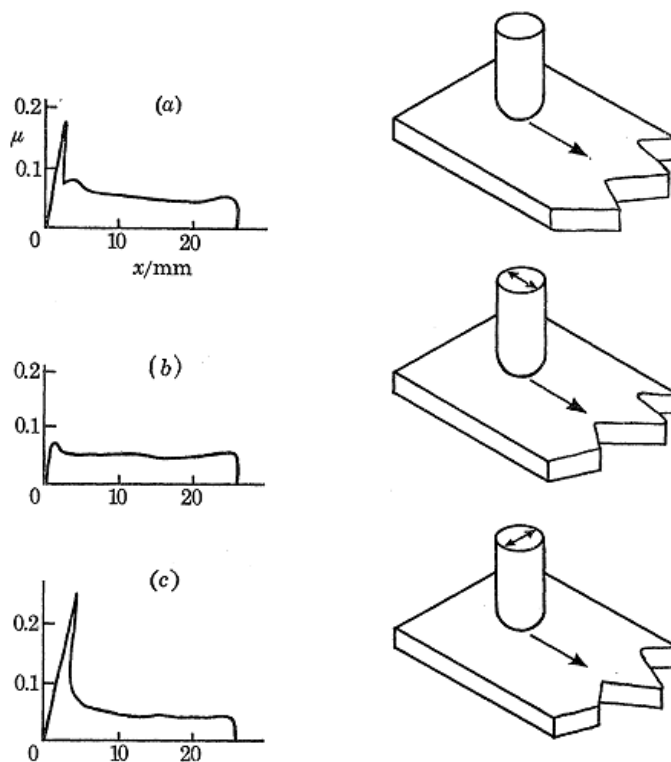


Figure I-30: Coefficient de frottement μ tracé en fonction de la distance x parcourue le long de la plaque de verre³⁸.

L'image (a) représente le premier passage, montre un frottement statique élevé suivi d'une faible valeur cinétique. L'image (b), deuxième passage parallèle au premier ; le frottement statique est à peu près le même que la valeur cinétique, (c) un autre passage après que la glissière a été tournée de 90° autour de son axe. Encore un frottement statique élevé³⁸. De manière générale, les résultats montrent qu'un polymère semi-cristallin ayant un profil moléculaire lisse présente un comportement typique du PTFE^{38,65}.

• Thermodurcissables

Ces matériaux subissent une réticulation lors de leur durcissement pour former des structures tridimensionnelles infusibles, relativement dures et cassantes. Ils se décomposent normalement à la chaleur, sans ramollissement ni fusion significatifs²⁹.

Les polymères thermodurcissables sont composés de longues chaînes (linéaires ou ramifiées) de molécules qui sont fortement réticulées les unes aux autres pour former des structures en réseau tridimensionnel. Les polymères réticulés ou thermodurcissables sont comme un ensemble de chaînes qui sont nouées les unes aux autres en plusieurs endroits et non pas seulement emmêlées. Les thermodurcissables sont généralement plus solides, mais

plus fragiles, que les thermoplastiques. Les thermodurcissables ne fondent pas à la chaleur, mais commencent à se décomposer. Ils ne peuvent pas être facilement recyclés après la réaction de réticulation, ce qui rend le recyclage difficile⁶⁶.

Comme il a été déjà cité bien avant, en tant que polymère thermodurcissable, l'époxy a été utilisé lors des essais expérimentaux de notre thèse. Même si ces résines époxy présentent généralement des coefficients de frottement relativement élevés lorsqu'elles glissent à sec contre des surfaces en acier. Les caractéristiques tribologiques de ces dernières seront améliorées par adjonction de différents additifs.

- **Elastomères**

Le sujet de "l'usure des élastomères" a évolué de manière assez distincte de celui de l'usure des autres polymères, où l'accent a été mis sur la compréhension du comportement des polymères semi-cristallins²⁸. Une large gamme de différents élastomères est couramment utilisée pour les applications tribologiques. Le caoutchouc naturel et le caoutchouc styrène-butadiène sont tous deux utilisés dans les pneumatiques, le nitrile (butadiène-aerylonitrile), le polyacrylate et les caoutchoucs fluorocarbonés sont utilisés pour les joints, et les polyuréthanes pour les revêtements résistants à l'abrasion^{29,67,68}.

I.5 Mesure du frottement des polymères

La tribologie des contacts polymère/métal et polymère/polymère est plus complexe que la tribologie métal/métal ou métal/céramique en raison de la souplesse relative des polymères par rapport aux métaux. Mais plus important encore, la tribologie des polymères ne suit pas les lois du frottement, car les coefficients de frottement, varient en fonction de plusieurs paramètres tels que la température, la charge normale et la pression.

Les polymères s'écoulent facilement à des pressions et des températures modestes. C'est pourquoi les polymères et les composites polymères sont utilisés à des charges, des vitesses et des températures relativement faibles, inférieures à celles des métaux et des céramiques. Les polymères ont généralement une faible conductivité thermique, ce qui se traduit par des températures d'interface élevées³⁰.

Comme la tribologie des polymères ne suit pas les lois de frottement établies, un lieu de fonction PV doit être déterminé pour chaque nouvelle application de polymère. Les conditions de conception doivent rester à l'intérieur de l'enveloppe PV de chaque polymère²⁷.

- effet de la température sur le frottement des polymères

Les polymères, en tant que matériaux viscoélastiques, sont très sensibles au chauffage par frottement. Il est bien connu que le frottement est un processus dans lequel l'énergie mécanique est convertie en chaleur. L'état thermique du contact de frottement est souvent un facteur décisif pour évaluer la performance du frottement⁶². Il est communément connu que la génération de chaleur lors du frottement résulte de la déformation du matériau sur des points de contact réels. Une autre source de chaleur peut être attribuée à la formation et à la rupture des liaisons adhésives⁶⁹.

Le comportement tribologique à la température de divers polymères a été étudié par Tabor et al³⁸. La Figure I-31(a) montre que lorsque la température est élevée, la résistance du polymère diminue et, à proximité de la température de transition vitreuse, on observe une usure soudaine.

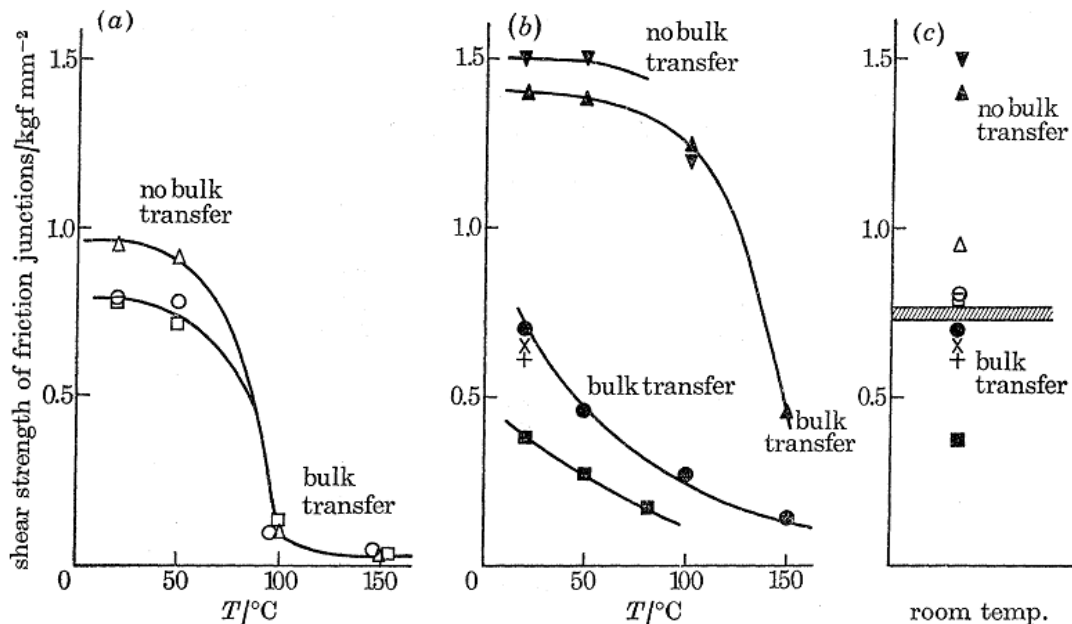


Figure I-31: Variation de la résistance au cisaillement par frottement en fonction de la température pour le frottement statique et cinétique, (a) Polymères amorphes : Δ, polystyrène ; O, PMMA ; □, PVC. (b) Polymères semi-cristallins : ▼, polypropylène ; ▲, PCTFE ; ●, TFE-HFP ; ■, PE basse densité ; x, PE haute densité ; +, PTFE (x, +, frottement statique uniquement), (c) Résumé des résultats à température ambiante pour tous les polymères³⁸.

Les coefficients de frottement au-dessus et en dessous de la valeur Tg d'un polymère sont généralement différents, reflétant la nature modifiée de la masse du polymère à la surface. Les contributions de la transition Tg aux performances de frottement et d'usure d'un

polymère, en particulier pour les couches de surface, ne sont pas souvent prises en compte dans la littérature. L'effet de la T_g , montre un autre mécanisme de frottement qui apparaît lorsqu'un polymère passe de l'état hautement élastique à l'état vitreux⁶².

- ***effet de la charge normale et de la vitesse de glissement:***

La charge normale et la vitesse de glissement doivent être indépendantes mais, dans le cas des polymères, les coefficients de frottement diminuent souvent avec l'augmentation de ces deux paramètres²⁷. Ceci est dû aux températures de contact par l'interaction des interfaces suite aux grandes vitesses qui engendrent l'échauffement par frottement ce qui affectera le comportement tribologique. Cet effet a été confirmé par N.Bekhet⁷⁰, L'effet de la vitesse de glissement sur μ est illustré à la Figure I-32. Lorsque la vitesse de glissement augmente, la température augmente, ce qui ramollit la surface du polymère et facilite le glissement relatif des surfaces de contact.

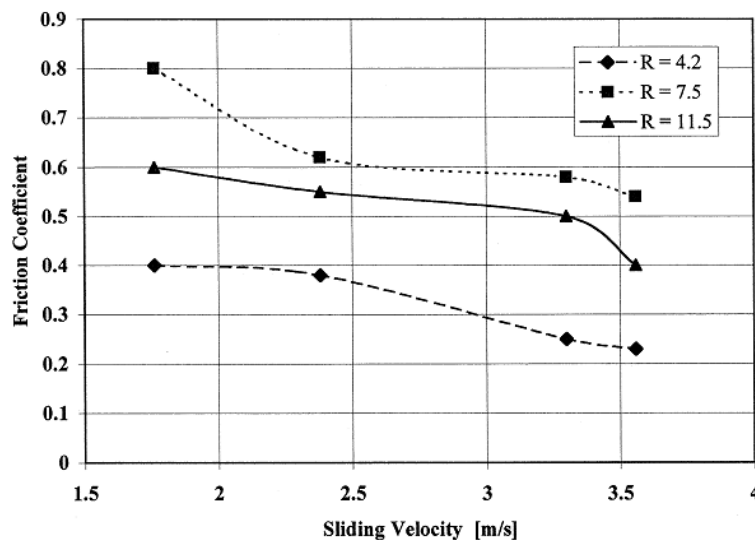


Figure I-32 : Influence de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement⁷⁰

Quant à l'effet de la pression, l'impact de cette dernière est d'augmenter la température de diverses transitions viscoélastiques dans le polymère. Il est également clair que dans de nombreux cas, le polymère à l'interface de glissement est soumis à d'énormes contraintes de cisaillement de sorte que, en fait, le processus de frottement implique la résistance au cisaillement du polymère^{35,45,67}.

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères et des lubrifiants solides, se dégradent et, dans certains cas, s'oxydent à des températures légèrement supérieures à la

température ambiante, ce qui les rend inutilisables à des températures élevées. L'augmentation de la température résulte du chauffage par frottement, qui est fonction d'un produit de la pression et de la vitesse connu sous le nom de limite PV. Ces matériaux sont classés en fonction de la limite PV. Comme les matériaux polymères et les lubrifiants solides présentent un faible coefficient de frottement et d'usure, qu'ils glissent contre eux-mêmes ou contre d'autres matériaux, ils sont couramment utilisés dans des applications non lubrifiées. Ils sont couramment utilisés contre des matériaux antagoniste plus durs³⁰.

I.6 Le produit PV

La tribologie des polymères ne suit pas les lois de frottement établies, un lieu de fonction PV doit être déterminé pour chaque nouvelle application de polymère. Les conditions de conception doivent rester à l'intérieur de l'enveloppe PV de chaque polymère.

Comme les polymères ont des points de fusion bien plus bas que le métal, liés à la charge normale et à la vitesse de glissement utilisée²⁷. Les températures d'interface générées pendant le glissement sont fonction de la pression normale multipliée par la vitesse de glissement (PV), c'est pourquoi les polymères et les lubrifiants solides sont classés en fonction d'une limite PV. Au-delà de la limite PV, les polymères commencent à fondre à l'interface même à température ambiante et le taux d'usure augmente rapidement³⁰.

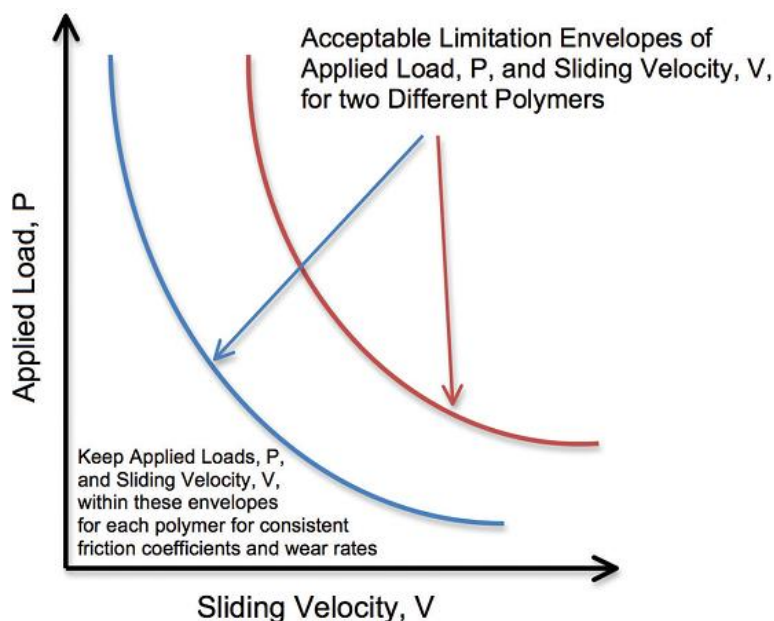


Figure I-33: Diagramme PV pour deux polymères différents²⁷

Le produit définit une zone de travail fiable pour une application polymère. Il est essentiel que le produit PV d'un polymère spécifié pour la conception d'un composant proposé soit connu pour éviter sa défaillance prématurée en service. La Figure I-33 montre l'enveloppe PV pour deux polymères différents, en soulignant que chaque enveloppe appropriée peut être différente²⁷.

I.6.1 Mesure du produit PV

L'une des méthodes utilisées pour mesurer le produit PV est celle qui montre que la limitation du PV est directement liée au frottement et à la température à l'interface des matériaux. Dans cette méthode d'essai, la charge des pas est effectuée à une vitesse constante tandis que la force de frottement et/ou la température de l'interface sont surveillées (Figure I-34). À un certain incrément de charge avancée, la force de frottement et/ou la température ne se stabilisent plus. La valeur de charge la plus élevée où la stabilisation se produit est multipliée par la vitesse constante pour établir la limite PV à la vitesse d'essai³⁰.

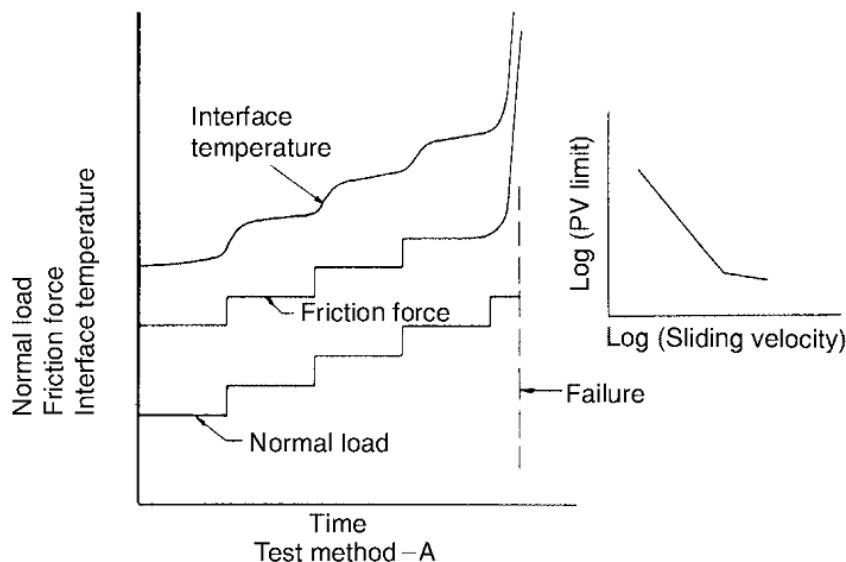


Figure I-34: Représentation schématisée des changements de frottement, de température d'interface pendant la détermination de la limite PV des matériaux³⁰.

Bien que les polymères non chargés (ou vierges) montrent d'excellentes propriétés tribologiques dans certains cas, ils sont rarement utilisés comme matériaux monolithiques à une phase. L'ajout d'une seconde phase sous forme de charges particulières, à fibres courtes et longues, pour la fabrication de composites, présente de nombreux avantages.

I.7 Tribologie des Polymères Composites

La compréhension des processus physiques et mécano-chimiques au niveau de la région de frottement et leur effet sur les caractéristiques de frottement des matériaux permet de trouver des moyens de régir les paramètres d'usure. L'un des moyens de réduire l'usure des paires de frottement métal-polymère consiste à contrôler les processus de développement des films de transfert et à utiliser des mélanges de polymères ayant des propriétés thermo-physiques différentes comme matériaux antifrottement⁴⁷. Les polymères, en général, ne sont pas utilisés en présence de lubrifiants. Néanmoins, les spécialistes en tribologie des polymères se sont intéressés à ce domaine ; rappelons qu'une des principales vertus des polymères organiques est leur capacité intrinsèque d'autolubrification.

Les matériaux composites polymères sont utilisés dans un certain nombre d'applications car ils offrent des propriétés qui ne peuvent être obtenues avec les seuls polymères. Citons par exemple les roulements industriels soumis à des fuites de lubrifiants ou d'eau, les plastiques ménagers soumis à l'humidité et les prothèses de hanche/genou humaines en polymère travaillant dans l'environnement du liquide synovial protéique²⁸.

Conclusion

L'ensemble des travaux traités dans ce chapitre montrent que la tribologie des polymères est un domaine en pleine expansion en raison de leurs applications croissantes dans l'industrie.

Dans ce chapitre nous avons traité l'ensemble de facteurs pouvant influencer les propriétés d'usure et de frottement des polymères tels que les propriétés mécaniques du polymère et les conditions mécaniques et géométriques du contact glissant, telles que la rugosité de la surface et la cinématique du contact.

Ainsi nous pouvons dire que les conditions de fonctionnement affectent le frottement et l'usure des interfaces. Ce qui veut dire que les paramètres tribologiques ne sont pas des propriétés matérielles, mais une réponse du système. Une raison pour laquelle les possibilités de modification des matériaux polymères par des charges, des lubrifiants et de nombreux autres additifs offrent de très bonnes perspectives pour trouver des composites polymères qui présentent d'excellentes propriétés tribologiques.

Chapitre II : Effets de l'autolubrification sur les propriétés tribologiques des polymères

Introduction

Bien que les polymères présentent un certain nombre d'avantages particuliers et généralement un faible frottement par rapport aux couples métal et céramique. Les caractéristiques de ces derniers montrent des limites au niveau de leur capacité de charge, leur résistance à la température ainsi que leurs utilisations en tribologie qui présentent quelques inconvénients liés au frottement telle que le cas, par exemple, de stick-slip qui est un phénomène à frottement élevé (Figure II-1).

L'un des concepts d'amélioration du comportement au frottement et à l'usure des matériaux polymères consiste à réduire leur adhérence au matériau antagoniste et à améliorer leur dureté, leur rigidité et leur résistance à la compression. L'utilisation d'additifs spéciaux permet d'obtenir des résultats très satisfaisants⁷¹. La lubrification interne, ou intrinsèque, visant à réduire le frottement des polymères utilise, idéalement, un matériau polymère à faible coefficient de frottement sans la lubrification externe à laquelle des lubrifiants solides et liquides sont ajoutés lors de l'injection au stade du moulage, de l'extrusion ou de la coulée. Parmi ces lubrifiants, nous trouvons le bisulfure de molybdène, le graphite et de PTFE sont utilisés²⁷. Afin de répondre aux exigences mécaniques, un renforcement par des fibres de verre ou de carbone améliore généralement la rigidité et la résistance des polymères.

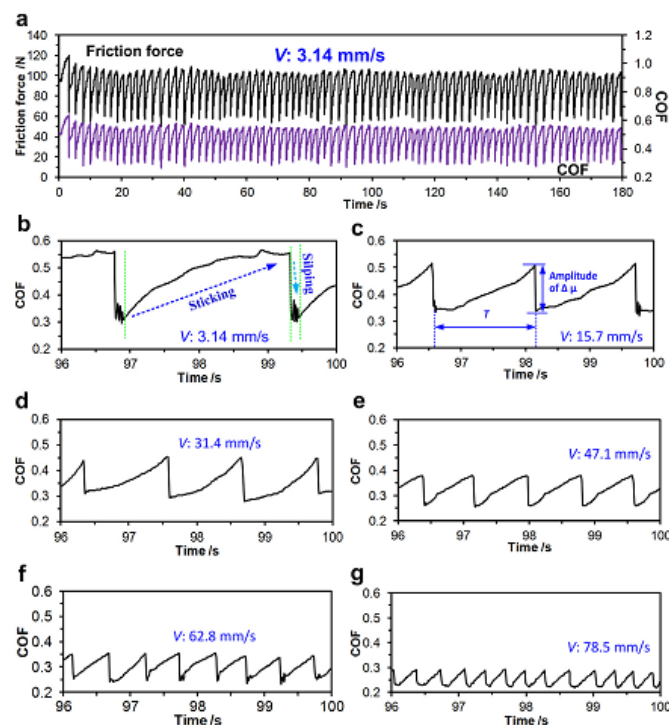


Figure II-1: Phénomènes de stick-slip entre les pions en plastique et les plaques en 1Cr18Ni9Ti avec une lubrification à l'eau⁷².

Ainsi de nombreux différents composites polymères peuvent être utilisés pour des applications de frottement et d'usure. Ils peuvent être adaptés en ce qui concerne leur capacité de charge, leur résistance à la température et au fluage, leur coefficient de frottement et leur résistance à l'usure en cas de glissement contre des matériaux antagonistes en acier⁷³.

II.1 Matériaux composites

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux ou plus, de natures différentes se complétant et permettant d'aboutir à un matériau hétérogène dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. Il y a trois points principaux à inclure dans la définition d'un matériau composite acceptable²⁶:

- (a) Il est constitué de deux ou plusieurs matériaux physiquement distincts et mécaniquement séparables.
- (b) Il peut être fabriqué en mélangeant les matériaux séparés de manière à ce que la dispersion d'un matériau dans l'autre puisse se faire de manière contrôlée pour obtenir des propriétés optimales.
- (c) Les propriétés sont supérieures, et éventuellement uniques à certains égards, aux propriétés des différents composants.

II.2 Additifs et autolubrification

Lors du glissement de matériaux à base de polymères contre des surfaces métalliques antagonistes, les charges jouent un rôle important dans les processus de frottement et d'usure en modifiant la topographie du matériau antagoniste, en raison du transfert, de l'abrasion ou de la corrosion. Les capacités de frottement et de charge des films lubrifiants solides déposés sur l'acier par transfert à partir d'un compact sont, en général, comparables à celles qui peuvent être obtenues avec des types plus conventionnels de revêtements collés⁷⁴. La plupart des additifs ajoutés aux polymères améliorent une ou plusieurs des propriétés suivantes²⁶ :

- a) les propriétés mécaniques, telles que la résistance à la déformation sous charge, la résistance aux chocs, ...etc.
- b) les propriétés thermiques, telles que la conductivité thermique, qui influent sur la température de fonctionnement;

c) les caractéristiques de frottement et d'usure.

Les lubrifiants solides les plus courants sont le graphite, le disulfure de molybdène (MoS_2) et le PTFE. Le graphite et le MoS_2 sont tous deux des matériaux naturels, tandis que le PTFE est un matériau organique synthétique. Aussi les courtes fibres de carbone présentent une bonne résistance à l'usure dans les composites ²⁶.

Ces additifs autolubrifiants peuvent être incorporés dans les polymères sous forme de charges particulières et leur confèrent des propriétés lubrifiantes intrinsèques. Le principal avantage de l'utilisation d'un lubrifiant interne pour les matériaux polymères est que le lubrifiant est libéré lentement mais régulièrement, exactement là où il est nécessaire.

- **Choix du matériau pour lubrification solide**

Les matériaux susceptibles d'être utilisés comme lubrifiants solides doivent remplir un certain nombre de conditions. En premier lieu, pour obtenir un faible coefficient de frottement, le matériau solide doit posséder une faible résistance au cisaillement dans le domaine de température correspondant à l'application envisagée. Dans le cas de matériaux lubrifiants poly-cristallins, le cisaillement s'effectue par un glissement dans une direction parallèle à la surface de certains plans cristallographiques. Cependant, cette première condition (faible valeur de τ) n'est pas suffisante ; le matériau lubrifiant doit adhérer fortement à la surface d'au moins un des matériaux en contact. De plus, les matériaux solides lubrifiants ne doivent pas être trop abrasifs, de manière à éviter une usure rapide par abrasion des surfaces lubrifiées due à des particules du lubrifiant formées dans le contact. Cette usure dépend du rapport entre la dureté du lubrifiant et celle des matériaux en contact. L'usure par abrasion due à des particules formées dans le contact autour du fonctionnement du système mécanique peut être minimisée en utilisant un matériau lubrifiant moins dur que les matériaux en contact. Par ailleurs, le solide lubrifiant doit être stable dans l'environnement et les conditions d'usage ainsi que dans les conditions de stockage. Généralement, on distingue quatre types différents de matériaux solides lubrifiants (Tableau II-1)⁷⁵.

Types	Exemples
Solides lamellaires	Dichalcogénures (MoS_2 , WS_2 , MoSe_2 ...) Graphite, composés d'intercalation $(\text{CF}_2)_n$ BN , CdCl_2 , PbCl_2
Composés carbonés	Graphite, diamant, carbone type diamant (CTD, i-C), carbone amorphe (a-C:H), polymères (PTFE...)
Métaux doux	Au, Ag, Pb, Sn, In
Autres composés inorganiques	Fluorures (Ca, Ba, Li, terres rares...), oxydes (Cd, Cu, Pb, Co), sulfures (Bi, Cd)

Tableau II-1 : Différents types de matériaux solides lubrifiants⁷⁵

- **Mécanismes de modification d'usure**

La résistance à l'usure des polymères est augmentée lorsqu'ils sont remplis de certaines charges et diminuée avec certaines autres. Cela soulève la question de savoir pourquoi certaines charges sont efficaces pour augmenter la résistance à l'usure alors que d'autres ne le sont pas. Ce sujet a fait l'objet de nombreuses recherches, mais il n'existe pas de réponse unique en raison de la complexité des processus impliqués⁶⁹.

Voici quelques-unes des principales idées qui servent à la réduction d'usure des composites polymères chargés :

1. Dans le cas des charges dures, la majeure partie de la charge est partagée entre les charges dures, de sorte que le polymère mou est soumis à une charge moindre. Cela permet de réduire efficacement les dommages causés à la surface de glissement du polymère.

2. Les charges contribuent à la formation d'un film de transfert sur le matériau antagoniste, ce qui favorise le glissement de la surface du polymère contre son propre film de transfert.

3. Les charges augmentent l'adhérence du film de transfert sur le matériau antagoniste de sorte que la perte de film de transfert de matériau antagoniste est réduite pendant le glissement, ce qui réduit efficacement l'usure⁶⁹.

II.3 Réduction du coefficient de frottement et du taux d'usure des polymères

II.3.1 Lubrifiants solides classiques

Parmi les additifs pouvant réduire le frottement, nous trouvons les additifs traditionnels tels que le PTFE, le graphite et le MoS_2 : Les lubrifiants solides, à savoir le graphite le MoS_2 , présentent un frottement aussi faible que 0,05, sont les lubrifiants solides les plus couramment utilisés. Le MoS_2 est le plus performant en termes de frottement et d'usure à faible humidité et

sous ultravide, tandis que le graphite est le plus efficace à forte humidité. Le PTFE se comporte bien dans tous les environnements. Ces lubrifiants - MoS₂ et graphite - sont utilisés sous forme de poudre, de films minces ou comme additif. La plupart des lubrifiants souples et solides qui lubrifient efficacement forment un film de transfert fortement adhérent sur la surface à lubrifier, de sorte qu'après une courte période de rodage pendant laquelle ce film se forme, le contact réel se fait entre le lubrifiant et le lubrifiant³⁰.

1) Le PTFE.

Déjà cité au chapitre I. Le PTFE est un thermoplastique semi-cristallin qui est l'un des additifs utilisés pour réduire le coefficient de frottement et, de ce fait, parfois aussi le taux d'usure des composites polymères. Les propriétés tribologiques uniques du PTFE sont dues à sa structure moléculaire et morphologique particulière. L'un des mécanismes permettant la réduction du coefficient de frottement est que le PTFE peut facilement former un film de transfert (un troisième corps) lorsqu'il glisse contre des matériaux en acier⁷⁶.

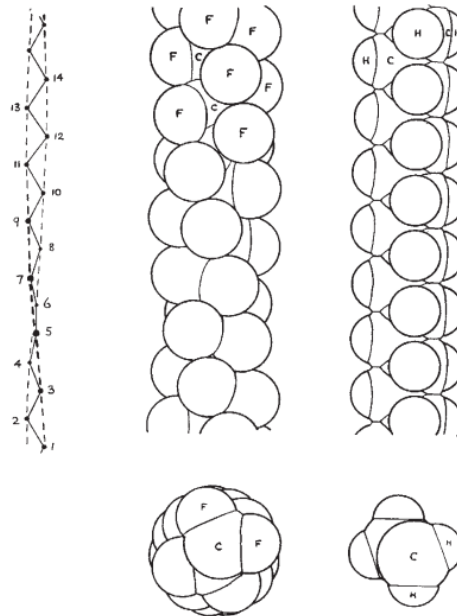


Figure II-2: A gauche : Chaîne en zigzag tordu que l'on trouve dans les fluorocarbures. Au centre : Molécule de fluorocarbure (vues de côté et de face). A droite : Molécule d'hydrocarbure⁷⁷.

L'effet du PTFE comme charge ou comme matrice de base sur le frottement des polymères a été étudié par de nombreux chercheurs^{7,13,14,76,78-81}. L'ensemble des recherches montrent que ce matériau présente des caractéristiques tribologiques intéressantes et diminue

considérablement le coefficient de frottement des polymères lorsqu'il est ajouté comme additif.

- **PTFE comme matrice de base :**

Le polytétrafluoroéthylène (PTFE) est largement utilisé en tribologie car il présente un excellent coefficient de frottement lorsqu'il glisse contre une surface métallique. Mais le taux d'usure du PTFE est trop élevé s'il n'est pas modifié avec additifs⁸². Ce qui fait que l'utilisation de PTFE comme matrice de base se fait par incorporation d'additifs qui améliorent d'autres caractéristiques en plus de celles d'usure. Ainsi le PTFE peut être renforcé par des matériaux inorganiques tels que les fibres de verre, les fibres de carbone, le graphite ou le MoS_2 pour obtenir une résistance à la traction, une résistance à la compression et un module élastique élevés^{14,82}.

Une étude menée par Unal et al¹⁴, utilisant le PTFE comme matrice de base frottant contre un disque en acier sous diverses charges et vitesses de glissement, montre que le PTFE peut être considérés comme un très bon tribo-matériau lorsqu'il est amélioré par des additifs. Les tests d'usure ont été effectués sur un tribomètre pion sur disque (Figure II-3) à température ambiante et dans des conditions de frottement à sec. Les échantillons (pions) cylindriques ont été testés contre un disque en acier inoxydable AISI 440C.

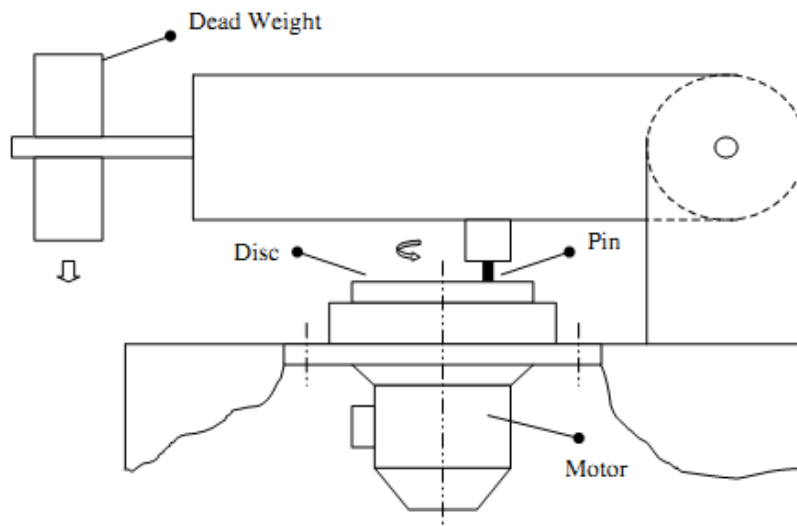


Figure II-3 : Schéma du banc d'essai d'usure¹⁴.

Le PTFE a une résistance à l'usure relativement faible en raison de sa nature souple, ce qui peut être un inconvénient lorsqu'il est utilisé comme matériau unique dans certaines applications pratiques⁵.

Par conséquent, le renforcement du PTFE par des fibres telles que les fibres de verre améliore la capacité de charge, ce qui réduit le taux d'usure de PTFE (Figure II-4)¹⁴.

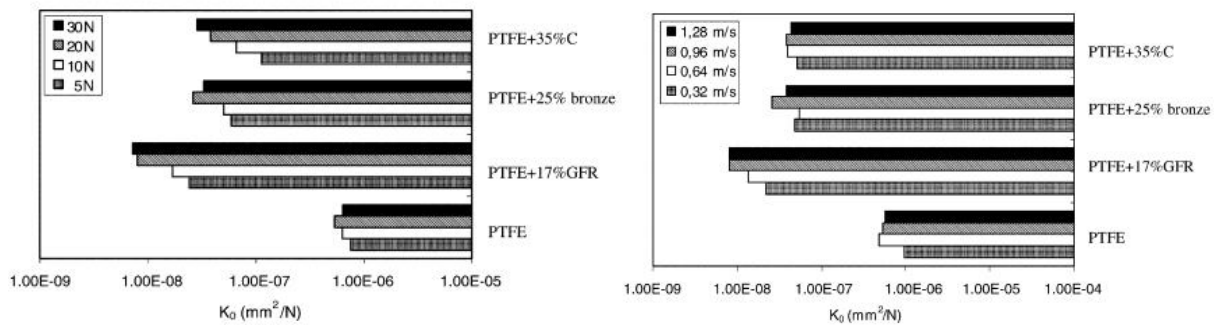


Figure II-4: Taux d'usure moyen (échelle logarithmique) du PTFE et de ses composites par rapport à l'acier inoxydable : à gauche (vitesse de glissement 0,96 ms⁻¹). A droite (Charge=20 N)¹⁴.

Pour la gamme spécifique de charge et de vitesse explorée dans l'étude. La charge a un effet plus important sur le comportement à l'usure du PTFE et de ses composites que la vitesse de glissement¹⁴. Le coefficient de frottement du PTFE pur et de ses composites diminue lorsque la charge appliquée augmente (Figure II-5).

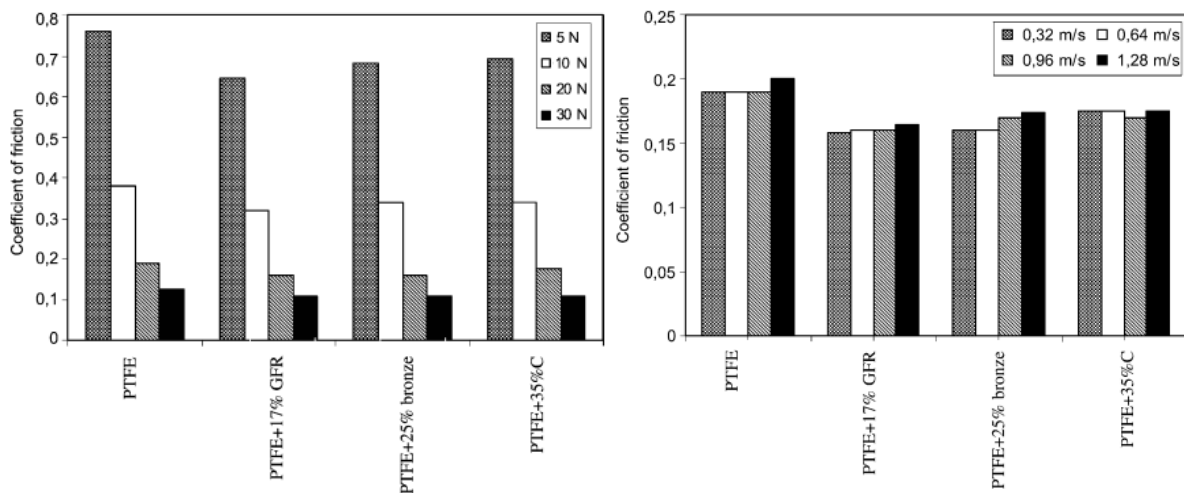


Figure II-5: Coefficient de frottement du PTFE et de ses composites contre l'acier inoxydable : à gauche (vitesse de glissement 0,32 ms⁻¹). A droite (Charge=20 N)¹⁴.

Tanaka et al⁷⁶ indiquent que les additifs diminuent le taux d'usure du PTFE parce que toute charge incorporée dans le PTFE empêche la destruction à grande échelle de sa structure en bandes. Cela signifie que tout additif, quelle que soit sa composition chimique, serait tout aussi efficace pour réduire l'usure du PTFE.

La Figure II-6 montre une réduction du taux d'usure du PTFE grâce à l'adjonction d'additifs. Le taux d'usure du PTFE non chargé a été mesuré entre $0,4$ et $10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, qui est réduit à $10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ par l'incorporation de 10 % en poids de plaquettes de graphène⁶. On constate l'influence des plaquettes de graphène qui servent d'excellents réducteurs d'usure lorsqu'elles sont incorporées comme additifs dans une matrice de PTFE.

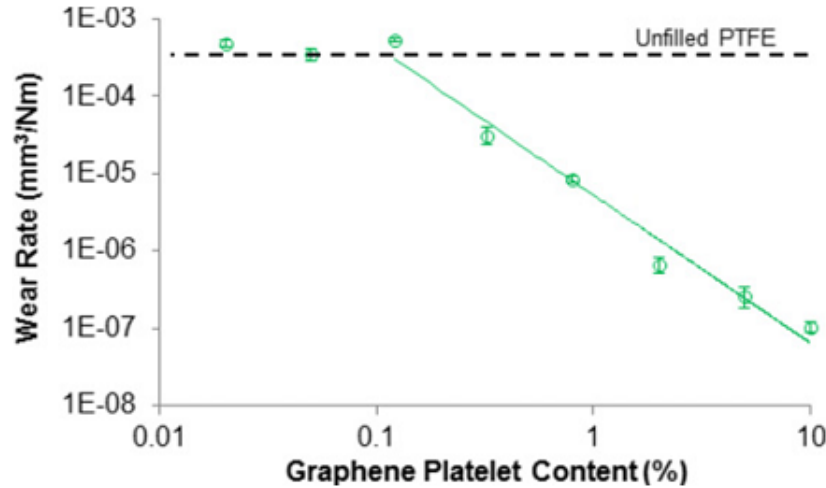


Figure II-6: Taux d'usure à l'état stable en fonction de la teneur en charge pour les composites plaquettes de graphène-PTFE. Le taux d'usure du PTFE non chargé est indiqué par la ligne discontinue⁶.

• PTFE utilisé comme additif

Le PTFE est un lubrifiant solide qui peut être ajouté comme additif dans la matrice polymère. Plusieurs études^{9,32,83} montrent que l'adjonction du PTFE comme additifs présente des résultats intéressants concernant le coefficient de frottement. Quant au taux d'usure, les pourcentages d'adjonction de PTFE sont limités et ce à cause de sa faible résistance à l'usure.

Les propriétés tribologiques du polyoxyméthylène (POM), modifiées par le nanopolytétrafluoréthylène (nano-PTFE), ont été étudiées par Ting Huang et al⁸³. Cette étude montre que les nanoparticules de PTFE sont efficaces pour diminuer le coefficient de frottement et le taux d'usure des composites POM et que le principal mécanisme d'usure des composites POM/nano-PTFE est l'usure adhésive. La Figure II-7 montre le schéma de contact du couple de frottement dans un tribomètre d'usure bloc sur anneau (block-on-ring).

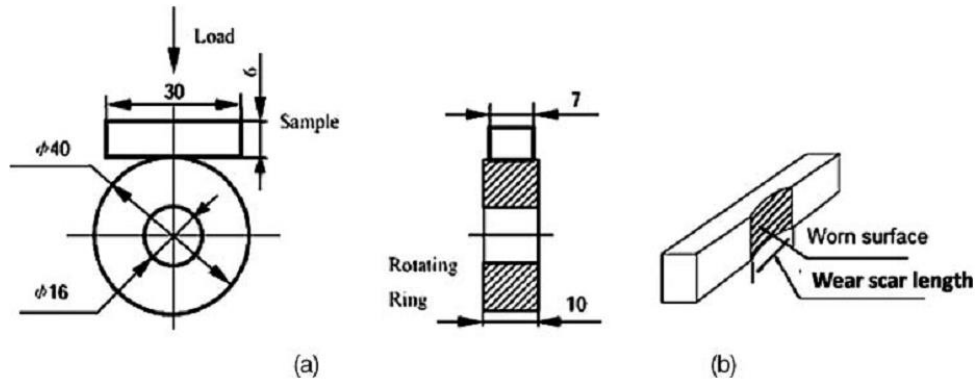


Figure II-7 : Schéma de contact du couple de frottement (a) et de la surface usée de l'échantillon (b) (unité : mm)⁸³.

Comme le montre la Figure II-8, le taux d'usure diminue à la valeur la plus faible lorsque la concentration des nanoparticules de PTFE est de 2 %. Tandis que le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation de la concentration de nano-PTFE⁸³.

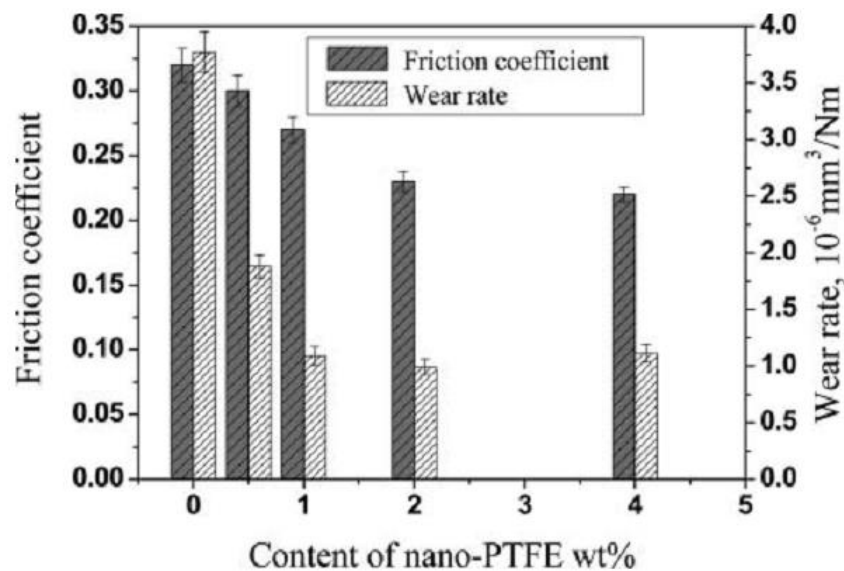


Figure II-8: Effet de la concentration de nano-PTFE sur le coefficient de frottement et le taux d'usure des composites POM/nano-PTFE (charge : 200 N, vitesse de glissement : 0,42 m/s)⁸³.

Dans la même étude, des tests montrent que le coefficient de frottement du POM modifié par des nanoparticules de PTFE est plus faible et plus stable que celui du POM modifié par des microparticules de PTFE, ceci peut-être en raison de la formation de films de transfert réguliers et continus.

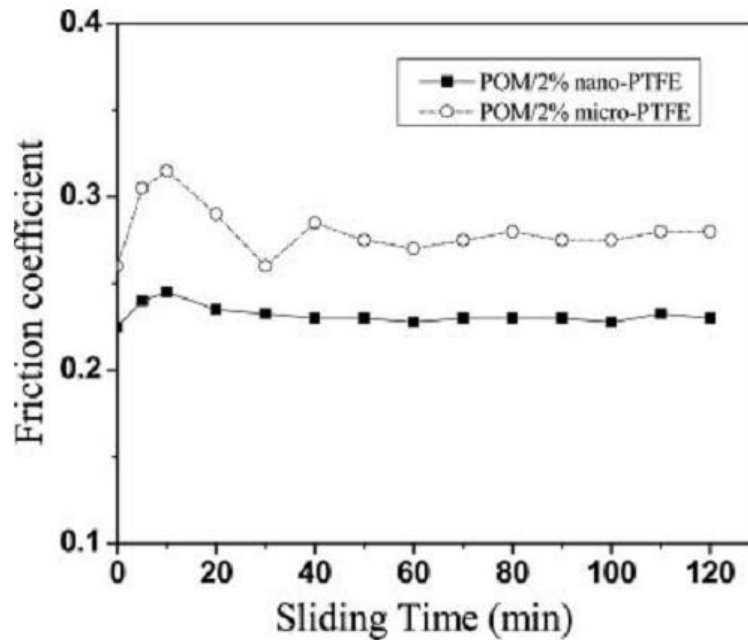


Figure II-9 : Variation du coefficient de frottement avec le temps de glissement pour le POM/2% nano-PTFE et le POM/10% micro-PTFE (charge : 200 N, vitesse de glissement : 0,42 m/s)⁸³.

Les matériaux polymères sont transférés à la surface du matériau antagoniste pendant le glissement. Il est bien connu que le film de transfert des polymères sur le matériau antagoniste se produit lors de glissement et que le matériau transféré joue un rôle important dans leurs caractéristiques d'usure. Lorsque le PTFE glisse sur une surface de verre ou d'acier très lisse à très faible vitesse, il produit un film transféré très fin⁷.

Une comparaison de plusieurs coefficients de frottement obtenus pour différents polymères chargés de PTFE avec ceux des polymères non chargés a été effectuée par S. Bahadur³², cette comparaison révèle que le PTFE possède une capacité exceptionnelle à réduire le frottement. Les coefficients de frottement en régime permanent des polymères remplis de PTFE sont donnés à la Figure II-10³².

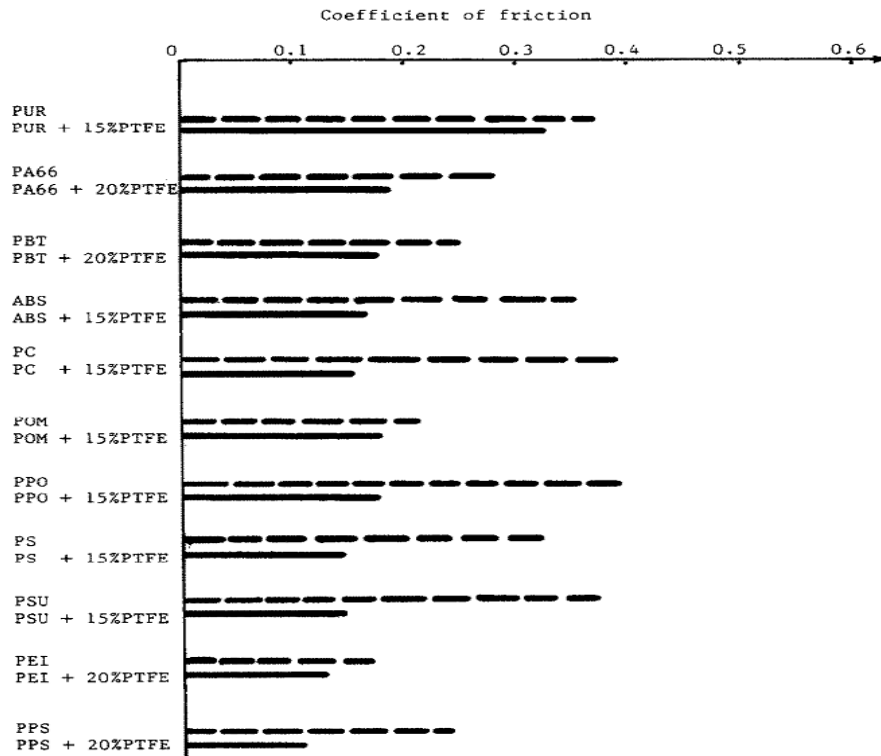


Figure II-10: Coefficients de frottement de différents polymères et leurs composites remplis de PTFE glissant contre l'acier.³²

Tabor et al³⁸ suggèrent que le faible frottement et le transfert de film du PTFE pendant le glissement, correspond à un glissement très facile entre les chaînes de PTFE une fois qu'elles sont alignées et résulte essentiellement de leurs profils moléculaires lisses.

2) Le Graphite.

Le graphite est une molécule plane, qui a une structure hexagonale en couches avec un grand nombre de couches parallèles dans la séquence d'empilement ABAB le long de l'axe c, empilées à 0,3354 nm l'une de l'autre (Figure II-11). Dans chaque couche (plan), les atomes sont disposés en structure hexagonale, chaque atome de carbone étant lié (distance C-C = 0,1415 nm) à trois autres atomes de carbone, disposés aux sommets d'un triangle équilatéral³⁰. Ces couches sont reliées par de faibles liaisons de van der Waals, qui peuvent être facilement rompues par des forces de cisaillement dans des conditions de glissement.

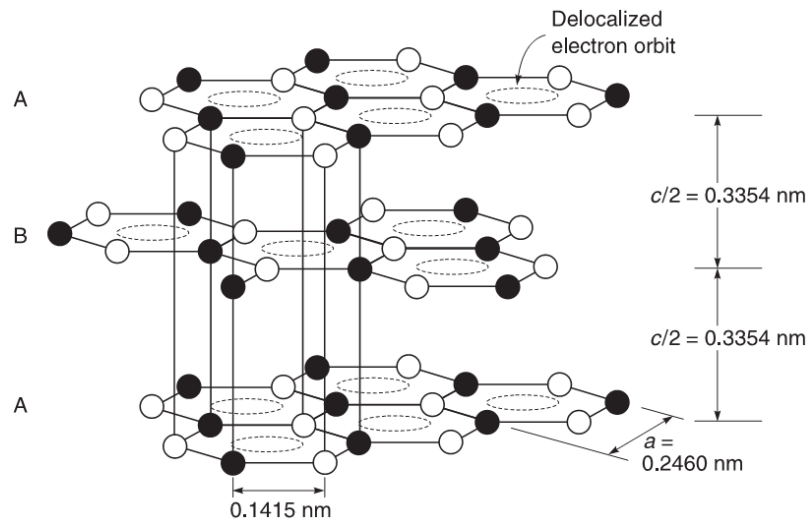


Figure II-11: Structure cristalline du graphite³⁰

La capacité de lubrification de graphite repose sur deux hypothèses qui sont fonction, premièrement, du degré d'énergie de liaison inter-lamellaire et, deuxièmement, de la disponibilité d'agents réducteurs et préventifs pour la liaison entre les couches²¹.

L'adsorption de certaines molécules est nécessaire pour assurer un faible coefficient de frottement. L'admission d'une trace d'oxygène ou de vapeur d'eau réduit à nouveau le frottement. La présence de certains matériaux adsorbés sur le graphite, dans des conditions atmosphériques normales, est un facteur essentiel de son comportement de frottement. En l'absence de films adsorbés, la résistance de la liaison entre les lamelles semble être élevée, ce qui entraîne un déchirement des lamelles par glissement⁸⁴.

- **Influence de la pression de la vapeur d'eau sur le graphite.**

Le pouvoir lubrifiant du graphite est fortement influencé par la pression ainsi que par d'autres gaz tels que le propane, l'alcool méthylique et l'alcool propylique. Lorsque la pression du gaz augmente, le taux d'usure du graphite diminue. Lorsque la taille des particules de graphite est très petite, l'influence des gaz est plus remarquable. Dans un état de vide, une fois que l'air, l'oxygène, la vapeur d'eau ou les gaz de benzène, d'ammoniac, d'éthanol, d'acétone ou d'heptane sont introduits dans le graphite, le coefficient de frottement de ce dernier diminue^{85,86}.

L'adsorption de l'eau réduit l'énergie de liaison entre les plans hexagonaux du graphite à un niveau inférieur à l'énergie d'adhésion entre un matériau antagoniste et le graphite⁸⁶. La Figure II-12 montre le taux d'usure du graphite en fonction de la teneur en vapeur d'eau de

l'environnement et des conditions de frottement impliqué, l'oxygène peut agir soit comme lubrifiant ou un agent pour l'usure tribochimique⁸⁵.

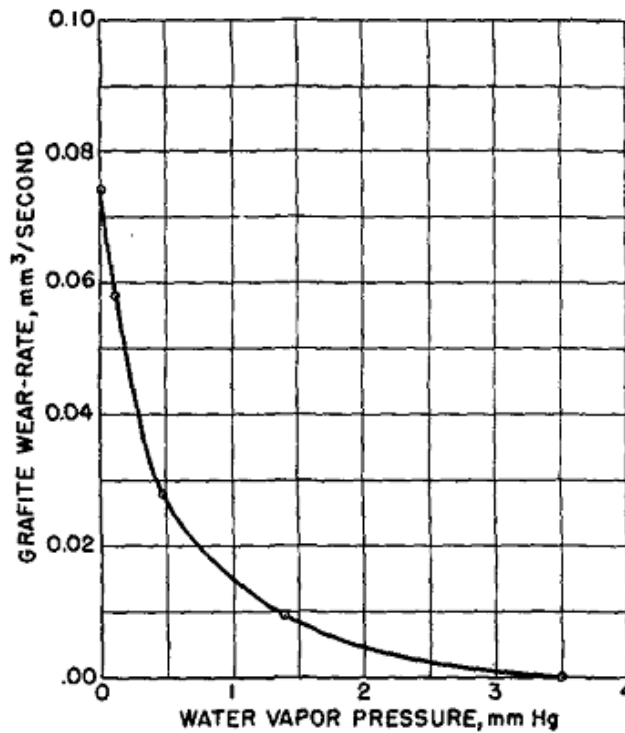


Figure II-12: Taux d'usure du graphite en fonction de la pression de la vapeur d'eau⁸⁵.

Le comportement au frottement et à l'usure des matériaux ne sont pas des propriétés intrinsèques, mais des propriétés extrinsèques ; en d'autres termes, ils peuvent varier considérablement en fonction des tests et des conditions environnementales. A l'air ambiant, l'humidité est l'un de ces paramètres extrinsèques⁸⁷.

Dans le cas du graphite, le comportement de frottement élevé et irrégulier dans le vide est connu sous le nom de "poussiérage (dusting)" en raison de la désintégration rapide du graphite en un nuage de débris fins ressemblant à de la poussière⁸⁸. A l'air humide, le coefficient de frottement du graphite varie de 0,07 à 0,15, selon les conditions d'essai, la configuration du contact glissant, la forme du graphite utilisé (poudre, volume, film mince, pureté, orientation de la cristallite) et la machine d'essai⁸⁹.

L'étude effectuée par B.K.Yen⁸⁸, montre l'effet de la vapeur d'eau sur le frottement du graphite lorsque les milieux secs et humides de l'azote sont alternés. La Figure II-13 montre l'effet de la vapeur d'eau sur le frottement du graphite en alternant les environnements d'azote sec et humide. Le comportement de frottement élevé et irrégulier dans l'azote sec indique

que les pions de graphite subissent un dépoussiérage "dusting" dû à l'absence de vapeurs lubrifiantes dans l'environnement. Le frottement chute brusquement lorsque de l'azote humide est admis dans la chambre, ce qui illustre clairement l'effet lubrifiant de la vapeur d'eau sur le graphite.

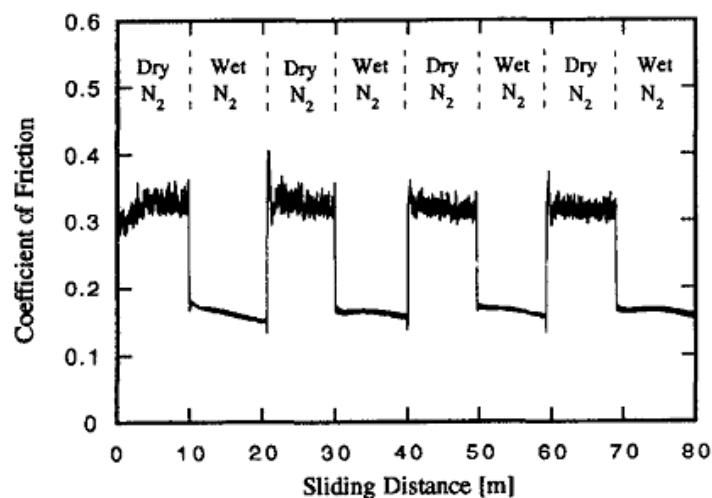


Figure II-13 : Changement du frottement de graphite en alternant les environnements secs et humides d'azote⁸⁸.

Afin d'expliquer le comportement au frottement du graphite en présence de l'eau. Les réactions chimiques entre l'eau et le graphite ont été examinées par Friedrich et al⁹⁰. Du graphite synthétique de haute pureté a été broyé dans un broyeur planétaire à cinq billes dans un bocal en acier inoxydable. Lors du broyage en présence d'eau, une analyse quantitative de la phase gazeuse et du matériau broyé a été effectuée. À partir des résultats de l'expérience, un mécanisme de chimisorption a pu être proposé pour expliquer comment les propriétés lubrifiantes du graphite dépendent de l'eau⁹⁰.

D'une part, la jarre scellée permet de montrer que les gaz (l'eau dans cette étude) réagissent chimiquement avec le graphite sous une contrainte mécanique ; la jarre est donc un triboréacteur. D'autre part, il a été observé que le mode de broyage dépend du coefficient de frottement dans le bocal. Par conséquent, il a été possible de relier la chimie au comportement mécanique et de proposer de nouvelles connaissances sur la tribologie du graphite⁹⁰.

La transition de frottement dans le triboréacteur aussi étanche est due à la disparition progressive de l'eau libre par chimisorption. Par la suite ; la quantité d'eau sélectionnée qui a été chimisorbée sur les liaisons du graphite a été mesurée par désorption programmée en température couplée à la spectrométrie de masse (TPD-MS).

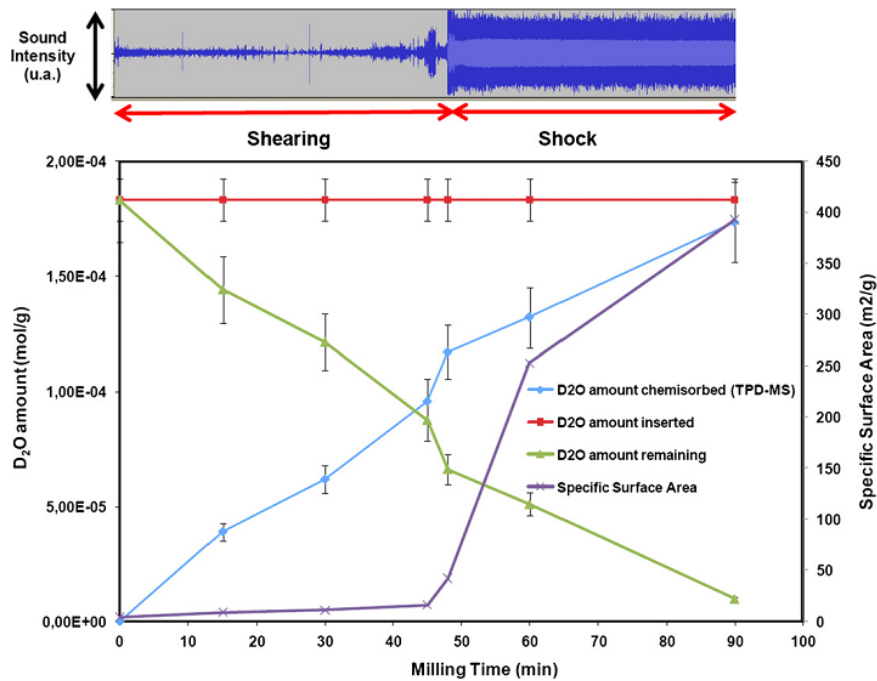


Figure II-14: Évolution de la quantité de D₂O chimisorbée par le matériau, de la quantité de D₂O restant dans le récipient et de la surface spécifique du matériau en corrélation avec l'intensité sonore enregistrée lors du broyage⁹⁰.

Le faible frottement s'avère être dû à la présence d'une couche (de frottement) en graphite orienté qui ne peut être formée que si les liaisons de carbone attachées (dûes à la contrainte mécanique) sont désactivées par la chimisorption dissociative de l'eau. Le régime de frottement élevé se produit dès que la quantité d'eau devient insuffisante pour neutraliser les liaisons imminentes. Ces liaisons attachées par des processus d'adhésion dans le contact peuvent désorganiser la couche de frottement. Par conséquent, en tribologie du graphite, la chimisorption des gaz semble être un mécanisme clé pour expliquer le comportement au frottement⁹⁰.

3) Bisulfure de molybdène (MoS₂)

Plusieurs études⁹¹⁻⁹³ se sont concentrées sur le MoS₂ et ont permis de mieux comprendre les mécanismes de frottement et d'usure de ce lubrifiant solide. Cette compréhension est, à son tour, utilisée pour développer de nouvelles et meilleures pratiques de lubrification qui sont largement utilisées par l'industrie aujourd'hui.

Le disulfure de molybdène (MoS₂) est l'un des composés stratifiés spécifiques, qui est particulièrement important pour la lubrification solide ou comme additif pour les huiles et les graisses lubrifiantes. La structure lamellaire du MoS₂ est composée de fortes liaisons

covalentes S-Mo-S à l'intérieur des couches et de la faible force de van der Waals entre les couches⁹¹. La structure des MoS₂ est illustrée à la Figure II-15. Le MoS₂ a une structure hexagonale et constitué de plans d'atomes de molybdène alternant avec des plans d'atomes de soufre⁹³.

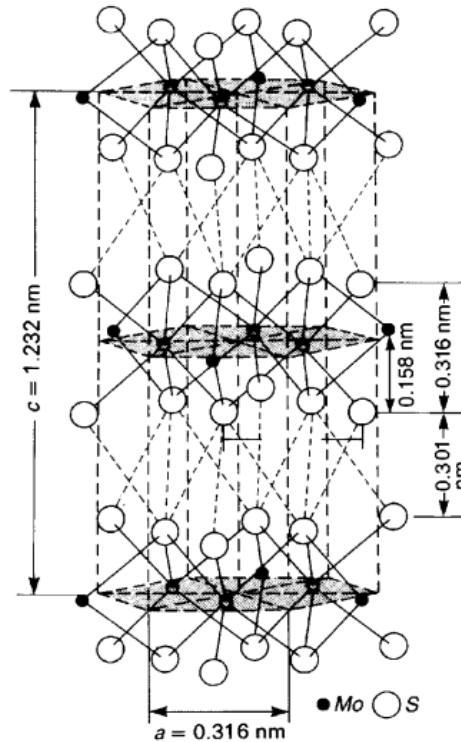


Figure II-15: Structure cristalline hexagonale du disulfure de molybdène⁹³.

Le MoS₂ est comme le graphite a une structure lamellaire. Sa structure cristalline est telle que des couches ou des feuilles au sein de ses réseaux cristallins, dans lesquels les atomes sont très serrés et la liaison entre les atomes est covalente et forte⁹³.

Le molybdène est entouré de six atomes de soufre sous la forme d'un prisme triangulaire. La plus petite distance MO-MO n'est que de 3,15 Å. La polarisation produit une déformation du nuage d'électrons d'un gros atome par un voisin électropositif de telle sorte qu'une partie du nuage d'électrons est tirée vers le métal, comme le montre la Figure II-16⁹⁴.

Lorsque les atomes de soufre sont polarisés en dipôles, le disulfure de molybdène se cristallise dans un réseau de couches dans lequel les couches de MoS₂, qui sont équilibrées électrostatiquement, sont disposées les unes au-dessus des autres (Figure II-16).

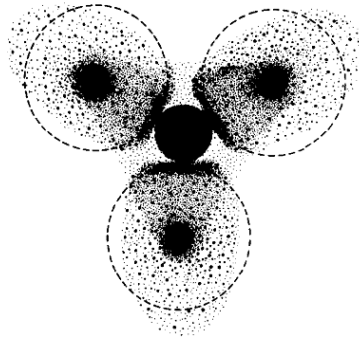


Figure II-16: Polarisation des atomes de soufre⁹⁴

Les bonnes propriétés lubrifiantes du disulfure de molybdène sont dues à (1) la bonne adhérence du MoS_2 , aux surfaces métalliques ; et (2) l'excellente propriété de formation d'un film homogène grâce au glissement relativement facile des lamelles du MoS_2 . Le glissement des couches de MoS_2 n'est important que lors du rodage. Après la formation d'un film homogène et lisse sur les deux surfaces de glissement, les couches de soufre des surfaces en contact glissent sans déplacement des couches de MoS_2 ⁹⁴. Ces bonnes propriétés lubrifiantes du MoS_2 , s'expliquent par la forte polarisation des atomes de soufre qui explique la structure de la couche, la bonne adhérence à la surface métallique, une certaine adhérence entre les plans de base du MoS_2 , le glissement facile des lamelles de MoS_2 et la formation d'un film continu homogène. La structure des couches est le résultat de la forte polarisation⁹⁴.

L'effet du MoS_2 , comme additif, sur le frottement des polymères a été étudié par de nombreux chercheurs⁹⁴⁻⁹⁷. Une étude effectuée par Qiu et al⁹⁶ où une poudre de PI (Polyimide) et des nano-feuilles de MoS_2 ont été mélangées. Les mélanges ont été comprimés sous la pression de 30MPa et chauffés à 350°C pendant 30min dans le moule. Après refroidissement démoulage, le composite PI/ MoS_2 d'une taille de $\phi = 30 \times 4 \text{ mm}^2$ a été obtenu. Les fractions en masse de MoS_2 est de 1 %, 3 %, 5 %, 7 % et 10 %. Cette étude montre que les nano-plaques ultra-minces de MoS_2 possèdent de bonnes propriétés d'autolubrification et constituent un additif prometteur pour améliorer les propriétés tribologiques du polymère.

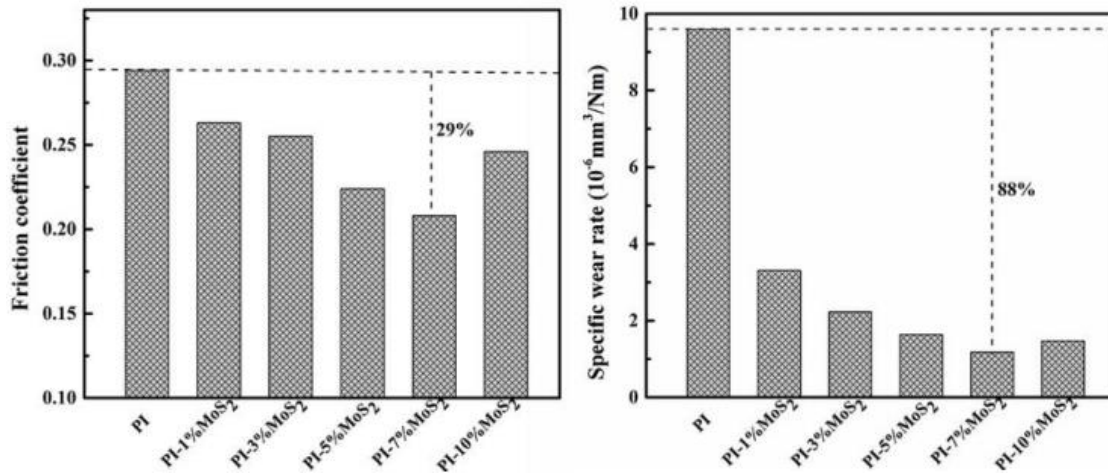


Figure II-17: Propriétés de frottement et d'usure des composites PI avec diverses nano-feuilles de MoS₂. (Charge : 4,5N ; vitesse de glissement : 500 tr/min ; durée : 20min)⁹⁶.

La Figure II-17 montre que les nano-feuilles de MoS₂ ont augmenté les propriétés anti-frottement et anti-usure du PI. Le coefficient de frottement et le taux d'usure des composites à base de PI ont d'abord diminué, puis ont légèrement augmenté avec la teneur en MoS₂. En particulier, lorsque la teneur en MoS₂ est de 7 % en poids, le coefficient de frottement et le taux d'usure du composite correspondant diminuent respectivement de 29 % et 88 %. Plus important encore, le composite PI-7% en poids de MoS₂ présente toujours un faible coefficient de frottement et un faible taux d'usure sous une charge élevée ou un taux de glissement élevé.

L'effet de l'adjonction de MoS₂ est différent d'une étude à l'autre. Ceci est dû aux conditions d'essais. Un exemple de tests d'usure d'un composite à base d'époxy a été réalisé comme revêtement lubrifiant pour les plaques de base des interrupteurs à glissière. Les essais d'usure d'échantillons du composite époxy chargés de MoS₂ contre une surface en acier A36, ont été effectués sur un tribomètre bloc sur anneau (**Block-on-Ring**) de type M200 dans des conditions de lubrification à l'air⁹⁵. Ces tests montrent que le MoS₂ peut améliorer efficacement la résistance à l'usure du composite en limitant le transfert d'époxy de la surface du composite à la surface de l'acier A36. Mais le MoS₂ dans le composite époxy se transforme en MoO₃ lors des tests d'usure. Par conséquent, le coefficient de frottement (époxy/acier) ne peut pas être diminué car le MoO₃ n'a pas de structure en couches⁹⁵. La Figure II-18 montre l'effet du MoS₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites à base d'époxy.

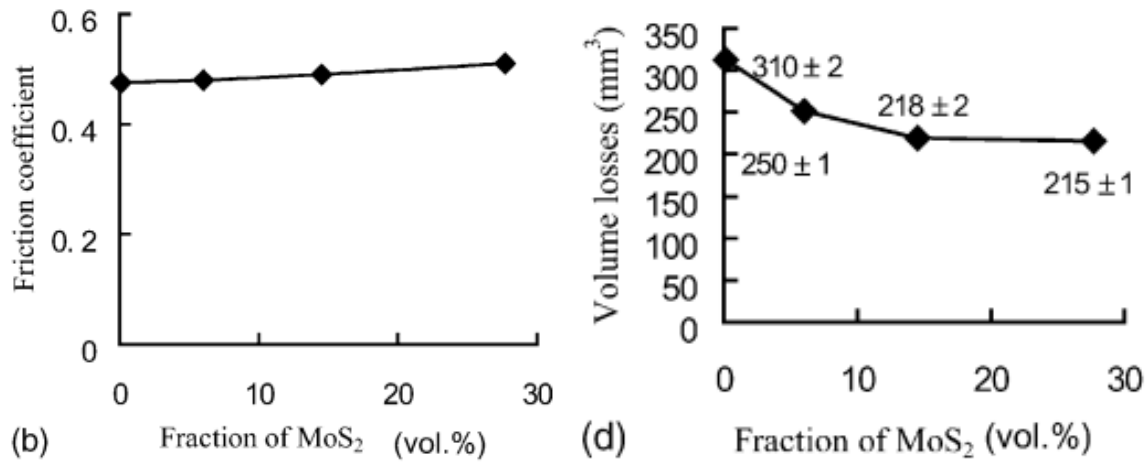


Figure II-18: L'effet du MoS₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites époxy associées à l'acier A36⁹⁵.

Au cours du processus d'usure, le MoS₂, à structure lamellaire, devient MoO₃ en raison de l'effet thermique du frottement et des contraintes de compression ou de cisaillement. C'est pourquoi ce MoS₂ a peu d'effet sur le coefficient de frottement.

Dans la même étude⁹⁵, une combinaison d'additifs composée de MoS₂ et de graphite a été effectuée dans des conditions de lubrification à sec. Les tests tribologiques de cette combinaison montrent des effets importants sur le coefficient de frottement et la résistance à l'usure lorsque le composite entre en contact avec l'acier A36.

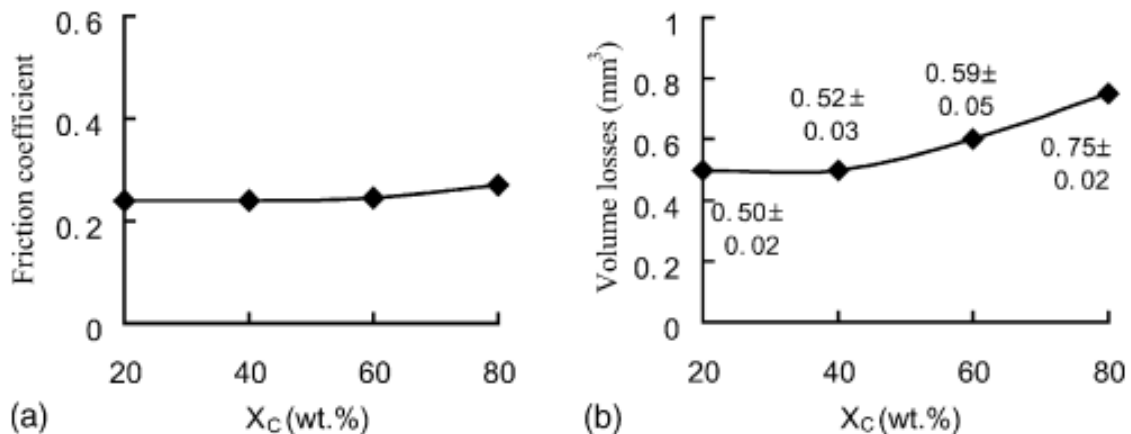


Figure II-19: L'effet du graphite et du MoS₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites époxy associées à l'acier A36⁹⁵.

$$\text{Avec : } X_c = \frac{M_c}{M_c + M_m}$$

Où M_c est le poids du graphite et M_m le poids de MoS₂.

La Figure II-19 montre l'effet du graphite et du MoS₂ sur le coefficient de frottement et les pertes de volume des composites à base d'époxy. Lorsque le composite contient à la fois du graphite et du MoS₂, le coefficient de frottement peut être aussi bas que 0,25 et le volume d'usure tombe à 0,5 mm³ ⁹⁵.

Des facteurs tels que la taille des grains et l'humidité peuvent influencer le comportement au frottement de MoS₂. Il peut être confirmé que le coefficient de frottement pendant le processus de rodage dépend de la taille des grains de la poudre de MoS₂, ce qui signifie que le déplacement des grands plans de MoS₂ nécessite des forces de cisaillement plus importantes que celles requises pour le remplacement des petits plans de base. Cependant, le coefficient de frottement après le processus de rodage ne dépend pas de la taille des grains et est une valeur constante ; c'est-à-dire qu'aucune autre lamelle n'est déplacée ⁹⁴. Quant à l'influence de l'humidité. Des études montrent que les propriétés de frottement du MoS₂ sont affectées par la vapeur d'eau et ont un effet opposé à celui observé pour le graphite: la vapeur d'eau lubrifie la surface du graphite mais augmente le frottement du MoS₂ ¹⁴.

- **Dépendance de MoS₂ avec l'humidité**

Plusieurs études ^{17,94,97} montrent que l'humidité n'améliore pas les performances tribologiques de MoS₂. L'étude effectuée par Johnson et al ⁹⁷ d'un cas d'une lubrification par poudre de MoS₂, montre que l'usure augmente avec l'augmentation de l'humidité. Les coefficients de frottement sont plus élevés avec une humidité élevée qu'avec de l'air sec. La poudre de MoS₂ n'adhère pas aux surfaces en acier à un taux d'humidité élevé et, par conséquent, le contact métallique est plus important et le frottement augmente. La Figure II-20 montre que l'usure est plus importante à mesure que les niveaux d'humidité relative augmentent.

Les acides corrosifs formés au contact de l'eau avec le MoS₂ peuvent être le produit de l'oxydation du MoS₂. La corrosion des échantillons d'acier, par des acides formés au contact de l'humidité avec du MoS₂ lorsque l'humidité est fournie par l'air humide, a augmenté avec l'humidité et peut expliquer en partie l'usure accrue ⁹⁷.

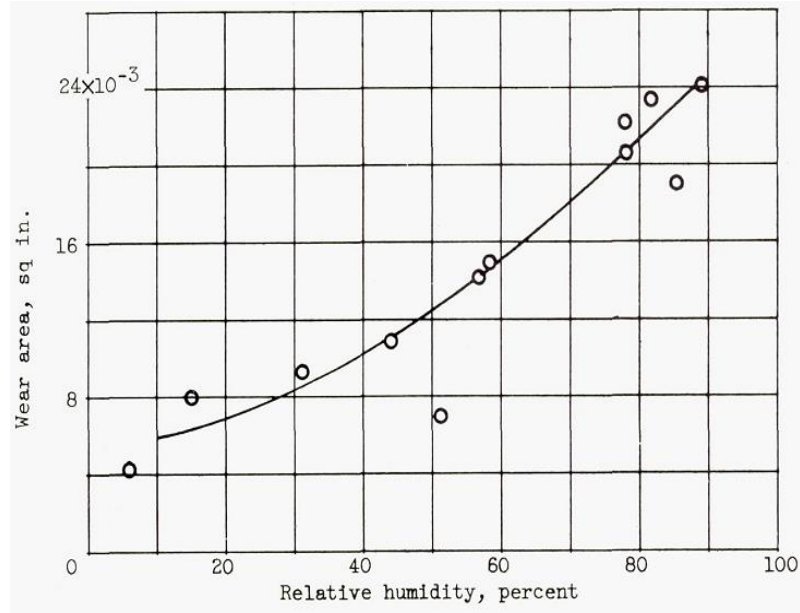


Figure II-20: Effet d'humidité relative sur la zone d'usure après 6 heures de glissement; échantillons d'acier lubrifiés avec de la poudre de MoS_2 ⁹⁷.

Pour explorer le mécanisme tribologique du MoS_2 à l'humidité, en présence de vapeur d'eau, une série d'expériences a été menée par X.Zhao et al¹⁷. La Figure II-21 montre un résultat obtenu en mode cyclique sur une même piste d'usure. D'abord à 10 % d'humidité relative, le coefficient de frottement atteint un niveau stable autour de 0,04 après une courte période de rodage. Lorsque l'humidité passe de 30 à 70%, le coefficient de frottement continue d'augmenter et fluctue de manière rapide entre 0,20 et 0,30. Plus intéressant encore, le coefficient de frottement diminue au fur et à mesure que l'humidité diminue.

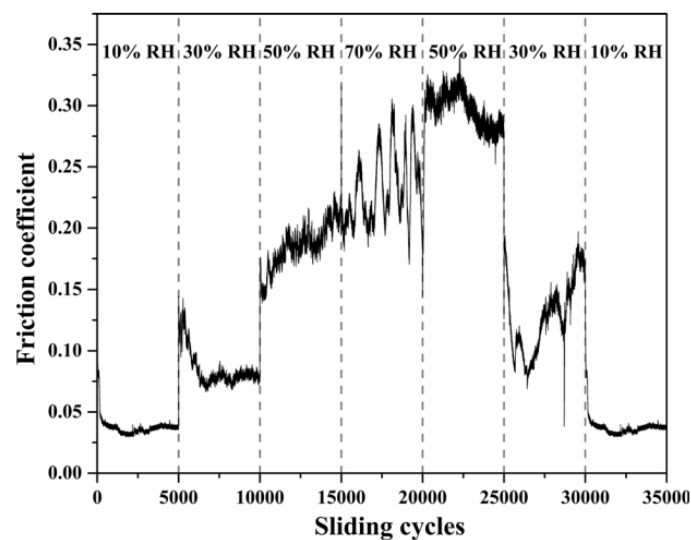


Figure II-21: Coefficient de frottement en fonction des cycles de glissement du revêtement MoS_2 dans des conditions d'humidité cyclique¹⁷.

Lorsque l'humidité revient à 30%, le coefficient de frottement diminue rapidement et passe à 0,15 à la fin. Finalement, le coefficient de frottement se rétablit indépendamment de l'origine tribologique puisque l'humidité revient à 10% d'humidité relative, ce qui indique que l'interaction entre les interfaces tribologiques est réversible.

La relation humidité-MoS₂ avec l'usure a été expliquée par Holinski et al⁹⁴. Les molécules d'eau se lient par une liaison hydrogène, reliant ainsi les deux surfaces de glissement et augmentant le coefficient de frottement. Le nombre de liaisons hydrogène correspond proportionnellement à la quantité d'eau adsorbée qui est liée à l'humidité. Lorsque la pression augmente, les deux surfaces de glissement se rapprochent. Cela réduit la capacité d'adsorption de l'eau, ce qui réduit le nombre de liaisons hydrogène et donc aussi le coefficient de frottement. Comme l'adsorption des molécules polaires sur le MoS₂ est moindre dans le vide que dans l'air, le coefficient de frottement est beaucoup plus faible dans le vide. A 0% d'humidité, aucune dépendance du coefficient de frottement par rapport à la pression n'est mesurable⁹⁴.

II.3.2 Autolubrification liquide des polymères

Un autre procédé d'autolubrification est la lubrification liquide qui permet de diminuer considérablement le coefficient de frottement et réduire le taux d'usure ainsi que l'amélioration du produit PV des polymères. Le principal avantage de l'utilisation d'un lubrifiant interne pour les matériaux polymères est que le lubrifiant est libéré lentement mais régulièrement, exactement là où il est nécessaire.

L'incorporation de lubrifiants liquides tels que l'huile aux polymères est une approche qui a été étudiée par de nombreux chercheurs^{98,99}. L'effet lubrifiant d'huile piégée, dans la résine, puis libérée offre un matériau composite avec un faible coefficient de frottement et un faible taux d'usure. Parmi ces polymères ; les résines époxy qui présentent généralement des taux d'usure et des coefficients de frottement relativement élevés lorsqu'elles glissent à sec contre des surfaces en acier.

Une étude a été effectuée par Qing bing guo et al⁹⁸. En incorporant de microcapsules contenant de l'huile lubrifiante dans les composites à base d'époxy. Cette technique d'autolubrification permet d'obtenir des matériaux à caractéristiques tribologiques améliorées comme le montre la Figure II-22.

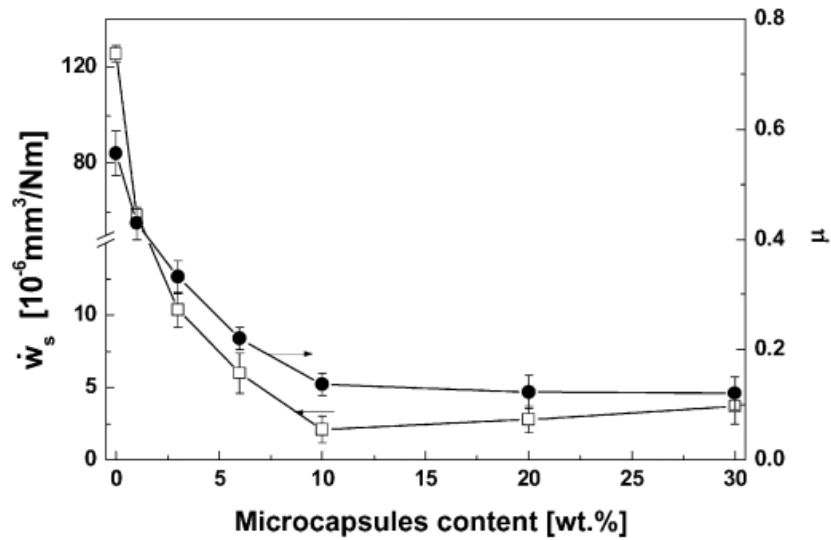


Figure II-22: Coefficient de frottement et taux d'usure spécifique du composite époxy en fonction de la teneur des microcapsules chargées d'huile lubrifiante⁹⁸.

Lors des essais d'usure par glissement, les microcapsules sont endommagées par le grattage des aspérités du matériau antagoniste en acier libérant l'huile dans la zone de contact. L'huile lubrifiante libérée forme une fine couche (film) sur la face de contact.

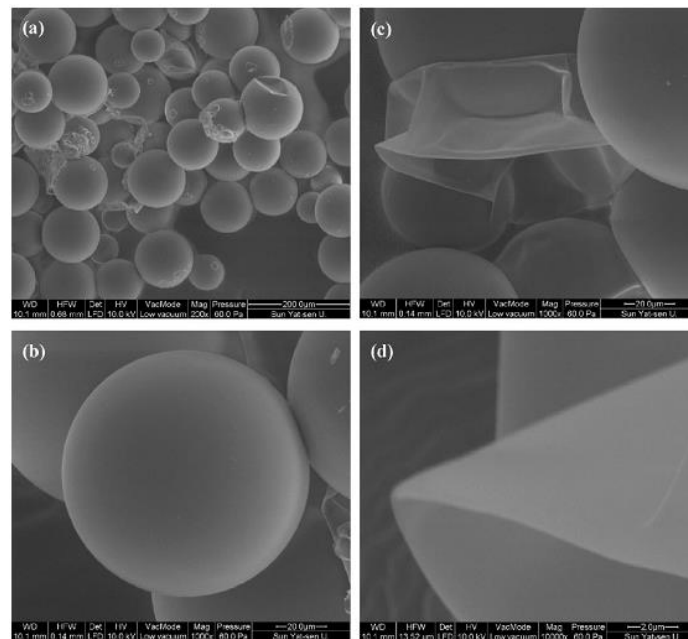


Figure II-23: Micrographies au MEB des microcapsules chargées d'huile lubrifiante. (a) et (b) : Plans, (c) et (d) : vue rapprochée de l'enveloppe des capsules⁹⁸.

La surface usée de la matrice chargée d'huile (Figure II-24a) est beaucoup plus lisse que celle de l'époxy non chargée (Figure II-24b). L'effet de lubrification d'huile libérée et le piégeage des particules d'usure dans les cavités laissées par les capsules rompues entraînent

une réduction significative du coefficient de frottement et du taux d'usure spécifique. Cette approche présente les avantages de la lubrification par fluide. Une quantité infime d'huile lubrifiante est suffisante pour améliorer sensiblement les propriétés tribologiques.

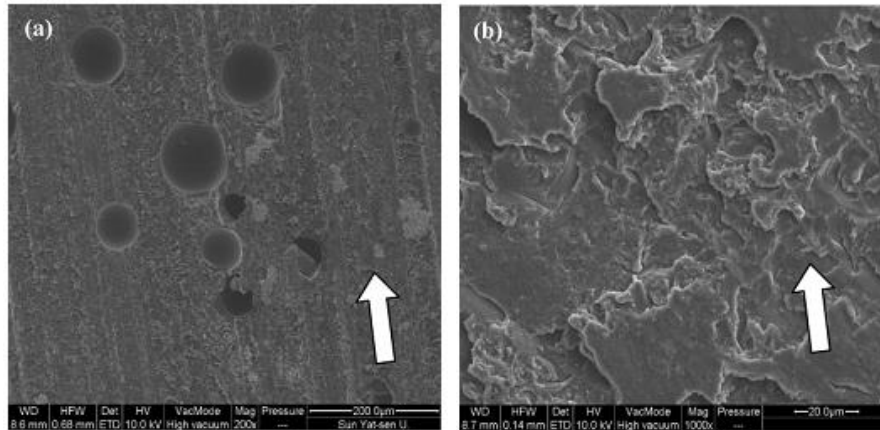


Figure II-24 : Micrographies au MEB de la surface usée de (a) composites époxy remplis de microcapsules à 10 % en poids, (b) époxy non rempli, et (c) vue rapprochée d'une cavité laissée par la capsule rompue. Les flèches indiquent la direction de glissement ⁹⁸.

L'adjonction de lubrifiants liquides dans les revêtements composites est un concept qui a été effectué par Vikram et al⁹⁹ sur des surfaces métalliques, cette application a été utilisée sur une surface cylindrique en acier et une bille d'acier comme matériau antagoniste.

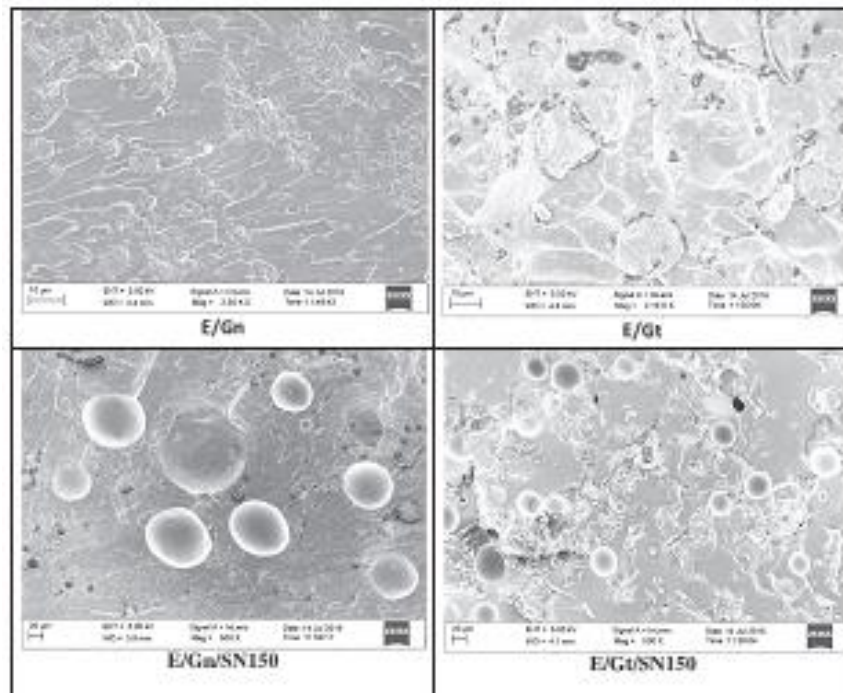


Figure II-25: Images FESEM des coupes transversales des revêtements⁹⁹

Lorsque l'additif liquide (une huile de type SN150) est ajouté dans le composite époxy (époxy/graphène et époxy/graphite), le coefficient de frottement diminue considérablement et la capacité de charge augmente également⁹⁹. La Figure II-25 présente les différents modèles chargés d'huile, et montre les cavités laissées par l'huile libérée lors du frottement qui sont semblables à celle de la Figure II-24(a) et celle de notre étude obtenues expérimentalement (Figure III-34c).

Le revêtement à base d'époxy chargé de graphène et de lubrifiant SN150 a fourni un coefficient de frottement de 0,09 avec des cycles d'usure dépassant 200 000 et un taux d'usure spécifique de $5,4 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$.

L'effet de la vitesse sur le frottement a également été évalué⁹⁹. La Figure II-26 montre que la variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement est presque identique pour les charges de 3 N, 10 N et 12 N. À basse vitesse, le coefficient de frottement est faible (0,04 -0,06) et augmente fortement avec une vitesse allant jusqu'à 0,42 m/s, puis devient presque constant ($\text{CoF} \sim 0,09$) dans la plage de vitesse de 0,42 m/s à 2,51 m/s pour tous les composites⁹⁹.

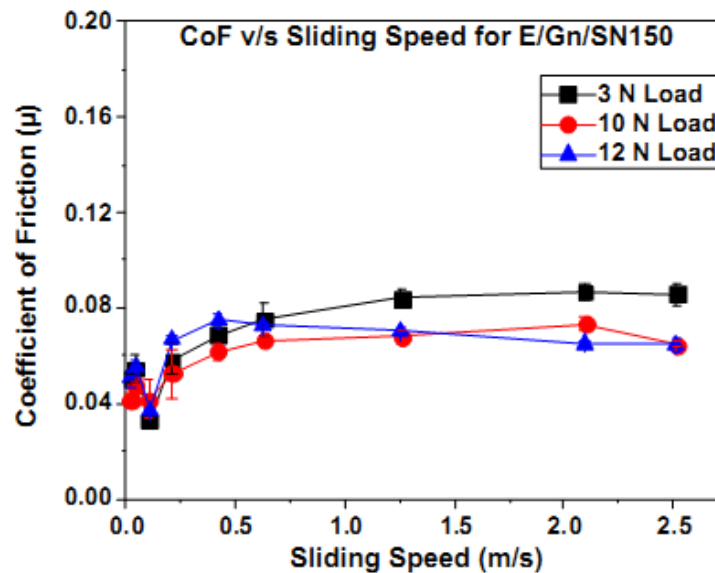


Figure II-26: Variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement du composite époxy/graphène/SN150 avec lubrifiant liquide appliqué sur la surface cylindrique de l'acier pour trois charges différentes⁹⁹.

La lubrification solide présente certains avantages par rapport à la lubrification liquide. Fondamentalement, le lubrifiant solide peut être fourni sous forme de revêtement sur la surface tribologique ou à l'intérieur d'un matériau composite³¹.

II.3.3 Influence de la teneur de lubrifiants sur le composite

Les proportions d'additifs affectent les taux d'usure des polymères chargés, pour permettre un équilibre entre le comportement au frottement, une résistance à l'usure et la rigidité, une concentration maximale et appropriée d'additifs doit être retrouvée.

Comme la plupart des lubrifiants solides sont des matériaux souples ayant une faible résistance au cisaillement, une grande proportion du lubrifiant dans le polymère entraîne une détérioration des propriétés mécaniques du polymère, ce qui a un effet négatif sur le comportement à l'usure. La plupart des données expérimentales indiquent que 10-15 % en poids de PTFE ou 15-20 % en poids de MoS₂ dans un polymère est la proportion optimale pour une résistance maximale à l'usure³².

Afin d'évaluer l'effet de la teneur en graphite sur les caractéristiques tribologiques des composite à base d'époxy. Des tests d'usure ont été effectués sur un banc d'essai de type "block sur anneau (block-on-ring)", type M-200. L'échantillon supérieur, de 15 mm × 8 mm × 8 mm, est en résine composite, tandis que l'échantillon inférieur est en acier A36 dans des conditions de lubrification à l'air⁹⁵. Les résultats montrent que les proportions d'additifs affectent les taux d'usure des polymères chargés. La Figure II-27 présente la variation du taux d'usure du composite graphite-époxy avec une teneur variable en graphite. Si la teneur en graphite est supérieure à 30 % en volume (Figure II-27), le volume d'usure du composite augmente considérablement.

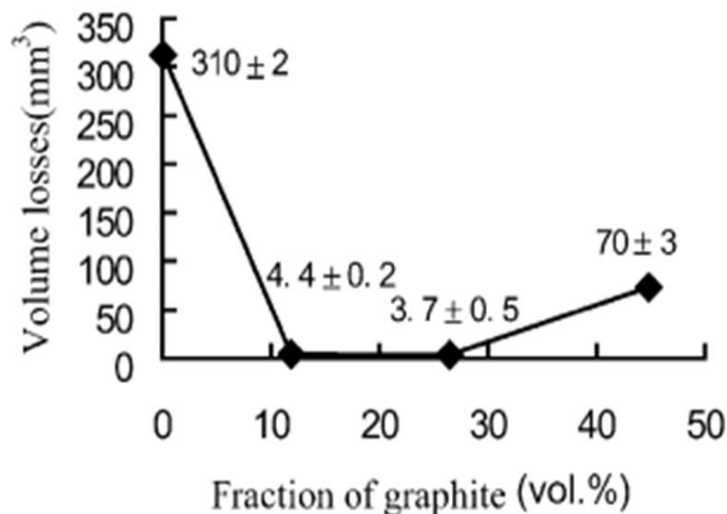


Figure II-27: L'effet du graphite sur les pertes de volume des composites époxy glissant contre l'acier A36⁹⁵.

Une autre étude évaluant l'effet de la présence de fortes teneurs en graphite sur les propriétés mécaniques et tribologiques des composites à matrice époxy contenant de 0 à 30 % en poids de graphite a été effectuée par R.Baptista et al¹⁰⁰. Cette étude montre que la présence de graphite dans la matrice époxy augmente la résistance à l'usure et la rigidité de la matrice époxy de manière significative par l'ajout d'une forte teneur en graphite. Cependant, la quantité maximale de graphite dans les systèmes étudiés est limitée par les propriétés de traction. Des teneurs élevées en graphite rendent difficile le mélange dans l'époxy, introduisant des vides et des agglomérats de graphite non humidifiés¹⁰⁰.

Tel que le cas de notre étude, la teneur en additifs dans le composite à base d'époxy est limitée à 31 % huile et 6 % du charbon activé, une proportion qui semble adéquate pour de bonnes caractéristiques mécaniques et tribologiques du modèle même sous charges et vitesses importantes. Au-delà de cette quantité, le mélange présente une mauvaise polymérisation ainsi que des cavités qui fragilisent les caractéristiques mécaniques.

II.3.4 Le rôle du film de transfert

Dans la plupart des expériences de frottement, de films de transfert minces se forment sur les surfaces des matériaux antagonistes de glissement. Ces couches de transfert semblent importantes pour obtenir une plus longue durée de vie à l'usure et peut même réduire le frottement⁹³. Les lubrifiants solides peuvent réduire l'usure car ils forment un film de transfert de faible résistance au cisaillement sur le matériau antagoniste. L'étude effectuée par Jain et al¹¹ montre que le film transféré avec le lubrifiant solide probablement contribue à une rugosité optimale du matériau antagoniste pour une usure réduite. La Figure II-28 montre la micrographie MEB illustrant l'aspect du disque tournant dans le sens (1) après seulement 3 passages du pion à 275°C. L'analyse de l'image montre la présence d'une particule exceptionnellement grosse (2) empêche de former un contact direct avec une zone (3), le film mince (4) apparaît comme un fond plus sombre sur les autres zones et les petites particules discrètes (5)²⁰.

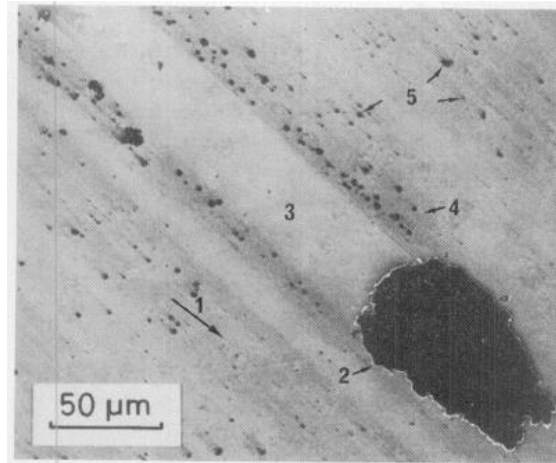


Figure II-28 : Micrographie MEB illustrant l'aspect surfacique du disque en frottement²⁰.

Les travaux de J. K. LANCASTER⁷⁴ montrent que les films de graphite se dégradent lorsque la température moyenne de surface dépasse environ 100°C, probablement en raison de la désorption de la vapeur d'eau. Les températures moyennes limites de surface auxquelles la dégradation du film se produit sont indiquées dans le Tableau II-2. Les valeurs indiquent que le graphite cède à des températures beaucoup plus basses que le MoS₂. La température de détérioration du graphite peut cependant être augmentée en incorporant du PTFE ou en appliquant le film sur une surface phosphatée.

Le lubrifiant	Charge (Kg)	Température de dégradation de (°c)
Graphite	0.1	105
Graphite	1.0	117
Graphite sur acier phosphaté	1.0	235
Graphite + 2% résine époxy	1.0	113
Graphite + PTFE+ argent	1.0	200
MoS ₂	0.1	>250
MoS ₂ + 2% résine époxy	1.0	>250

Tableau II-2 : Températures de dégradation pour divers lubrifiants à une vitesse de 60 cm par seconde et une charge de 20Kg⁷⁴.

II.4 Renforcement des composites polymères

Après adjonction de lubrifiants solides ou liquides, le comportement tribologique des polymères est souvent amélioré en les renforçant avec de courtes fibres de verre, de carbone ou d'aramide, généralement dans des proportions de 30 ou 40 % en poids²⁶.

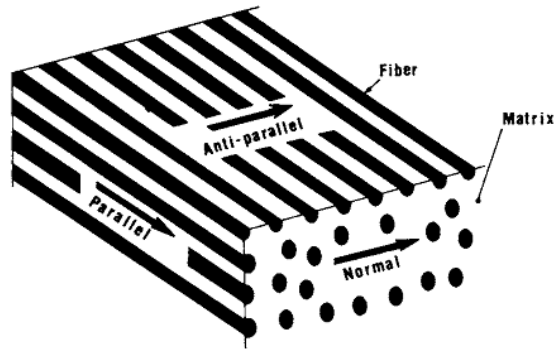


Figure II-29: Bloc en plastique renforcé de fibres indiquant les directions de glissement²⁶.

Un tel renforcement améliore généralement la rigidité et la résistance du polymère ce qui permet à ce dernier de supporter des charges et des taux de glissement plus élevés avant de se ramollir sous l'effet de la chaleur et des contraintes. En général, des fibres sont ajoutées aux polymères afin de répondre à une ou plusieurs demandes tribologiques, qui peuvent être regroupées en quatre grandes catégories :

1. Support de charge privilégié par additif résistant à l'usure ;
2. Prévention de la formation d'un film à grande échelle ;
3. Augmentation de l'adhérence du film de transfert et de la surface ;
4. Le contrôle des dimensions des débris d'usure.

Les composites à matrice polymère renforcés par des fibres courtes (coupées) sont de plus en plus utilisés dans différents composants techniques, tels que les cames, les engrenages et les éléments de palier. Les raisons en sont le faible coût, la facilité de production et leur capacité à fonctionner sans aucun lubrifiant externe^{26,101}.

1) Fibres courtes de carbone

Pendant que le lubrifiant interne (Graphite, PTFE, ...etc.) réduit le coefficient de frottement. Les fibres de carbone courtes présentent une grande résistance à la rupture et de bonnes performances tribologiques¹⁰². Il a été démontré que le SCF (courtes fibres de carbone) augmente la résistance à la compression et au fluage de la matrice polymère³¹.

Les composites polymères renforcés avec ces fibres sont généralement une à quatre fois plus résistants et plus rigides que leurs équivalents non chargés. C'est pourquoi ils deviennent des tissus couramment utilisés pour la fabrication de tribo-composants et de structures d'avion

qui rencontrent des conditions de fonctionnement difficiles, telles que des contraintes, des vitesses, des températures élevées,... etc²⁶.

Les travaux^{102,103} ont utilisé les fibres courtes de carbone afin d'améliorer les performances tribologiques des polymères. Une illustration schématique du processus d'usure des composites est représentée sur la Figure II-30 où les micrographies caractéristiques des surfaces usées du composite à matrice époxy rempli de SCF/PTFE/graphite sont éclairées en conséquence.

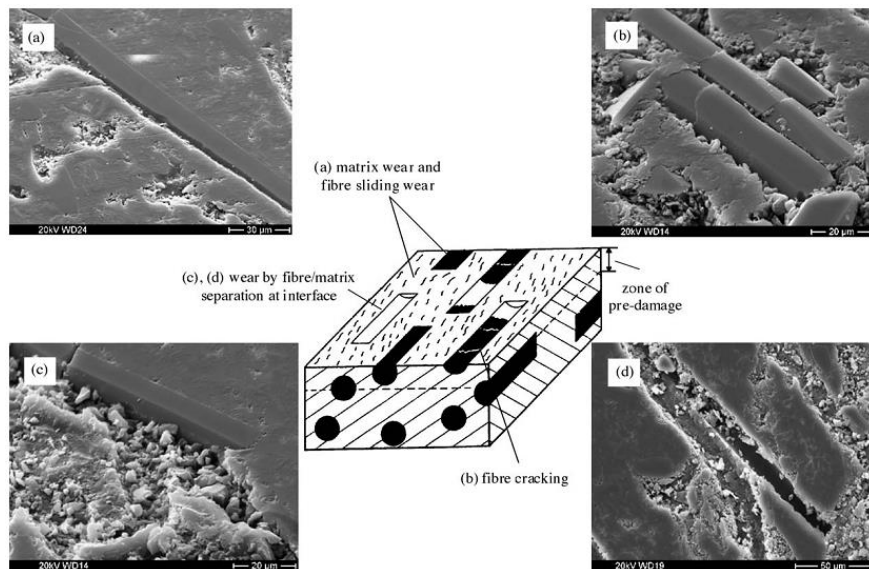


Figure II-30: Illustration schématique du processus d'usure d'un composite époxy renforcé par des fibres¹⁰³.

L'image (a) montre l'usure de la matrice et l'amincissement des fibres, (b) la rupture des fibres, (c) le décollement interfacial de la matrice et des fibres et (d) l'enlèvement des fibres. Les performances d'usure des composites renforcés de fibres de carbone sont fortement liées à la procédure de pelage des fibres. L'amélioration de la résistance à l'usure des nano-composites époxy est généralement associée à une réduction de l'enlèvement des fibres¹⁰³.

2) Fibres courtes de verre

L'étude expérimentale de Kumar et al³⁷ portée sur le comportement mécanique et tribologique de l'époxy chargé de fibres de verre, montre que les propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction, la résistance au cisaillement inter-laminaire et la résistance à la flexion du composite sont fortement améliorées par la charge de fibres et d'additifs. Les recherches effectuées révèlent que les propriétés mécaniques sont supérieures à celles des

composites non chargés, ce qui peut être dû à une meilleure résistance chimique entre la matrice et les particules de charge.

Une autre étude effectuée sur les caractéristiques de frottement et d'usure des composites polymères renforcés de fibres de verre a été faite par Agrawal et al¹⁰⁴. L'étude expérimentale a été menée dans trois environnements de glissement différents, (a) glissement à sec, (b) glissement lubrifié à l'huile et (c) glissement dans un gaz inerte (Argon).

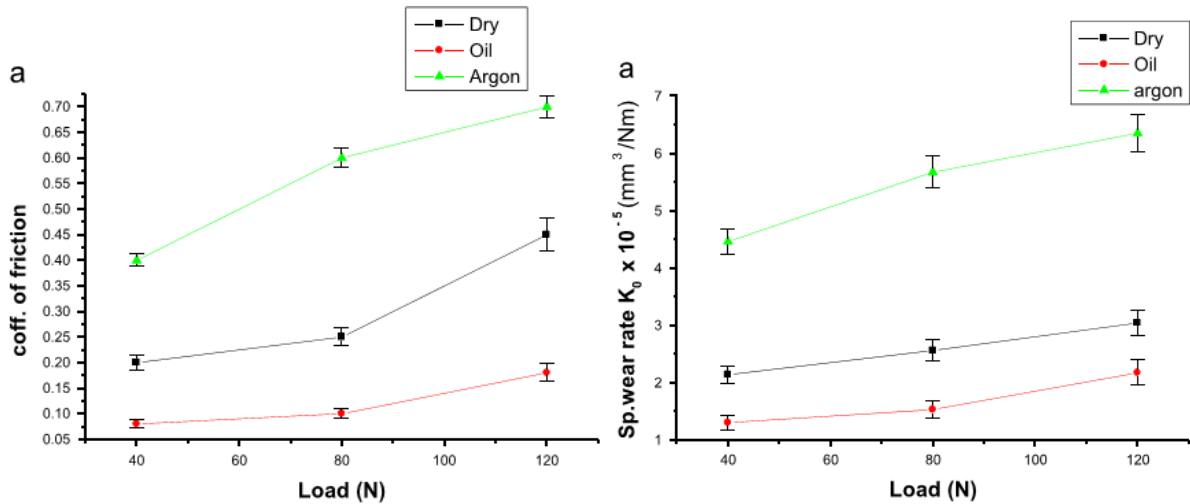


Figure II-31: Coefficient de frottement et taux d'usure en fonction de la charge normal pour polymère renforcé de fibre de verre, glissant à sec, à lubrification à l'huile et milieu en Argon¹⁰⁴.

En glissement à sec, les valeurs obtenues pour le coefficient de frottement se situent entre les deux autres environnements (lubrification à l'huile et milieu en Argon). Elles sont obtenues grâce à un dépôt consécutif de débris de fibres qui adoucit le processus de frottement. Les fibres subissent une légère flexion aux extrémités, ce qui entraîne un effet de cisaillement facile. En conséquence, on obtient des valeurs inférieures pour le taux d'usure (Figure II-32).

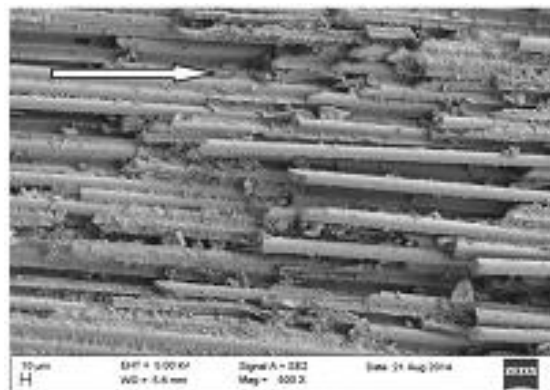


Figure II-32 : Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement à sec¹⁰⁴.

Dans le cas du glissement lubrifié à l'huile, la valeur minimale du coefficient de frottement est obtenue grâce à la formation d'une couche de film de transfert. En outre, les débris mous sont insérés entre les fibres entre les couches composites et entraînent une réduction de la valeur du coefficient de frottement (Figure II-33).

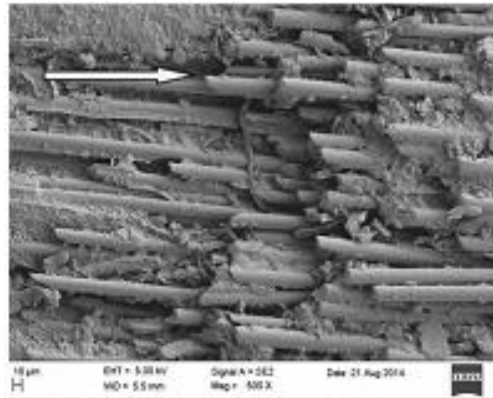


Figure II-33 : Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement lubrifié à l'huile¹⁰⁴.

Les valeurs obtenues des coefficients de frottement et des taux d'usure pour le milieu gazeux inerte (Argon) sont supérieures par rapport au glissement à sec et au glissement lubrifié à l'huile et diminuent progressivement (Figure II-31). Ceci est dû au contact continu de nouvelles fibres avec le matériau antagoniste dans le cas d'un milieu de gaz inerte. Les taux d'usure plus élevés obtenus dans ce cas sont également dus au rôle important du composant ramolli de la résine époxy en raison d'une plus grande génération de chaleur (Figure II-34).

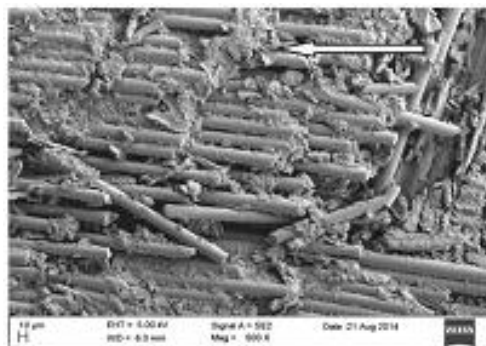


Figure II-34: Fibres de verre sur une surface usée lors de glissement dans un gaz inerte¹⁰⁴.

3) Adjonction de charges métalliques

Le PTFE comme matrice de base peut être renforcé par des charges métalliques. La présence de l'une des charges métalliques (qui sont toutes considérées plus résistantes que le PTFE) dans le polymère contribuent pour augmenter la résistance au cisaillement. Cela entraîne une usure du composite sous forme de minuscules particules qui peuvent se lier mécaniquement au matériau antagoniste et ainsi développer un film de transfert protecteur afin que le taux d'usure diminue³². La Figure II-35 montre que toutes les charges métalliques pures étudiées augmentent la résistance à l'usure du polymère PTFE.

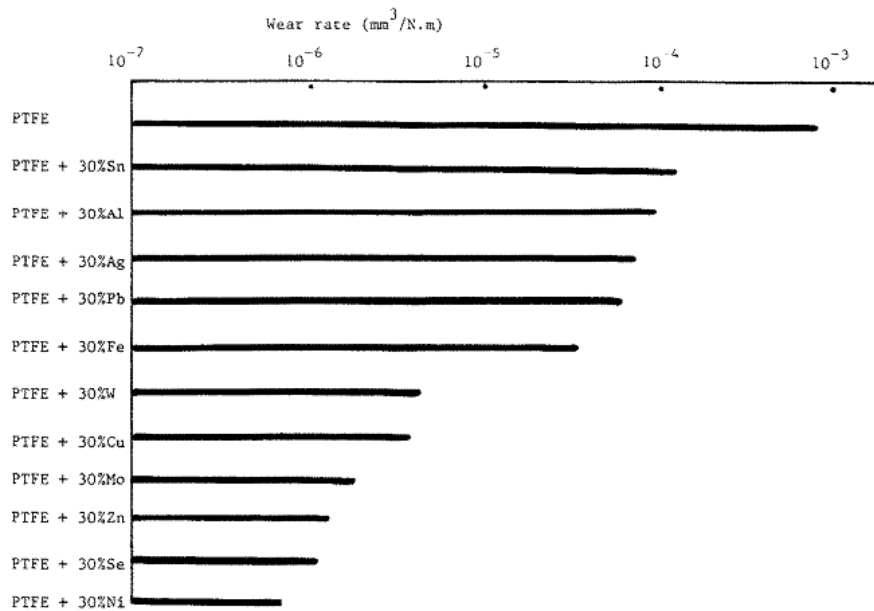


Figure II-35 : Taux d'usure PTFE chargé de poudres métalliques glissant sur l'acier³².

L'effet des charges métalliques telles que le fer, le cuivre, l'étain et le zinc sur le taux d'usure du PA11 (polyamide 11) a été étudié par Bahadur et al³². La Figure II-36 montre l'ensemble des taux d'usure du polymère (PA11) chargé de poudres métalliques.

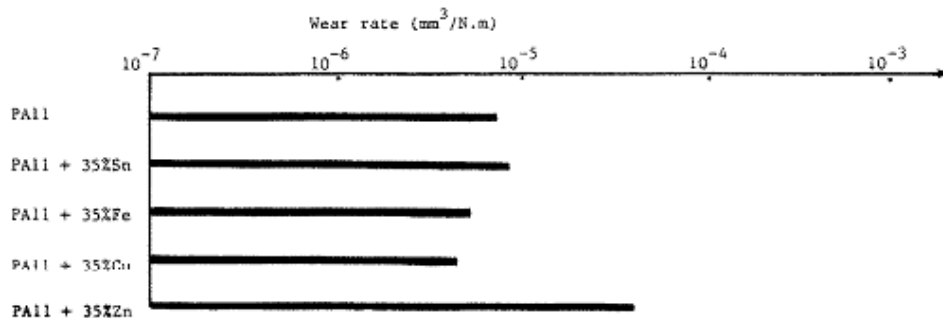


Figure II-36 : Taux d'usure du polymère (PA11) chargé de poudres métalliques glissant sur l'acier³².

Les résultats indiquent que les additifs tels que le cuivre et le fer qui ont réduit de manière significative le taux d'usure du PTFE, sont à peine efficaces pour réduire le taux d'usure du PA11. D'autre part, l'incorporation d'étain ou de zinc comme charge dans le PA11 a même augmenté le taux d'usure du PA11.

II.5 Amélioration de la conductivité thermique des polymères

Comme les polymères sont viscoélastiques et très sensible à la température, l'amélioration de la conductivité thermique de ces derniers reste un aspect primordial en tribologie. Le principal problème d'une utilisation plus large des matériaux à base de polymères est la forte dépendance de leurs comportement à la température qui se reflète dans leurs propriétés mécaniques, ainsi que leur faible conductivité thermique, leur tendance au fluage et leur sensibilité aux effets environnementaux¹⁰⁵.

Les additifs qui améliorent la conductivité thermique sont souvent très avantageux, surtout si les effets de l'augmentation de la température dans la zone de contact doivent être évités afin de prévenir une augmentation du taux d'usure spécifique⁷¹. Parmi ces additifs qui peuvent améliorer la conductivité thermique, on trouve les fibres de carbone qui présentent non seulement une résistance et un module élevés, mais aussi une excellente stabilité thermique et une inertie chimique¹⁰⁶.

En plus de l'amélioration apportée au coefficient de frottement par adjonction de nano-TiO₂, ce dernier réduit aussi la température de contact. Lors du processus de glissement du PEI pur et des composites sans et avec nano-TiO₂¹⁰⁷. La Figure II-37 montre les variations du coefficient de frottement et de la température de contact en fonction du temps de glissement pour le PEI pur, par rapport aux deux autres composites. Il est évident que les deux paramètres sont fortement corrélés.

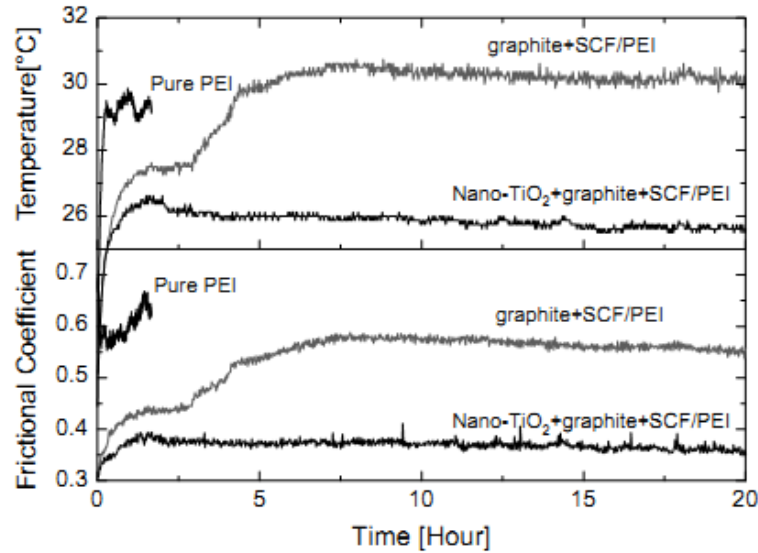


Figure II-37 : Variations du coefficient de frottement et de la température de contact en fonction du temps de glissement¹⁰⁷.

Afin d'optimiser les caractéristiques tribologiques, mécaniques et thermiques des composites polymères, une combinaison de plusieurs additifs semble nécessaire. La Figure II-38 montre les limites de température de quelques matériaux et leurs combinaisons en polymère utilisés. Le frottement varie en fonction des conditions d'essai, d'un solide à l'autre et de type additif. En général, aucun lubrifiant ne peut à lui seul fournir des coefficients de frottement raisonnablement bas et constants dans des conditions d'essai, des températures et des environnements variés⁹³.

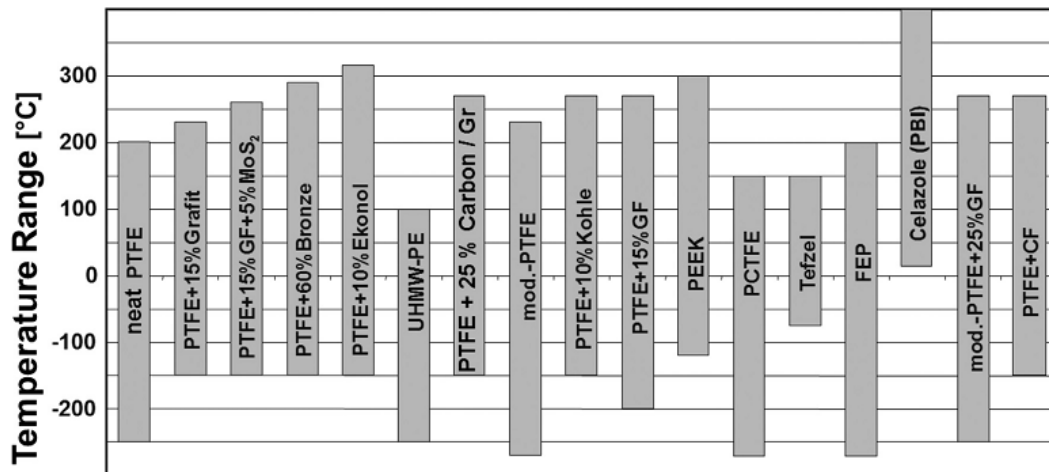


Figure II-38 : Limites de température de quelques matériaux et leurs combinaisons en polymère¹⁰⁸.

II.6 Amélioration du produit PV

Il y a plusieurs raisons d'ajouter différents matériaux aux polymères afin de former des composites. Par exemple, le renforcement avec des fibres courtes (verre ou carbone) est utilisé, principalement pour augmenter la résistance mécanique, et donc la capacité de charge des composites polymères. Les effets d'additifs lubrifiants peuvent être mis en synergie par une composition appropriée de composites. Les nano-composites chargés d'additifs révèlent des résultats performant en termes d'usure, avec un faible coefficient de frottement stable et la plus grande résistance à l'usure, en particulier dans des conditions de PV extrêmement élevées¹⁰⁹.

L'amélioration du produit PV (Produit de la **P**ression x la **V**itesse) est l'un des objectifs que l'on cherche afin d'augmenter la gamme d'utilisation des composites en tribologie. L'ensemble d'additifs solides ou liquides, permettent l'augmentation de la gamme de pressions et vitesses de glissement, et donc l'amélioration du produit PV^{4,109-111}.

Dans des conditions de glissement à sec. Le comportement au frottement et à l'usure d'une résine époxy renforcée par une fibre de verre (G/EP) ou un tissage hybride carbone/aramide (CA/EP) a été examiné dans neuf conditions différentes de pression-vitesse a été étudié par Thomas et al¹¹¹. En utilisant un tribomètre de type pion-disque (Figure II-39), un pion composite est chargé perpendiculairement contre un disque rotatif en acier au chrome trempé (100 Cr6) en appliquant des poids propre (W_N). Le pion est monté dans un bras de levier par l'intermédiaire d'un porte-échantillon. Le bras de levier peut tourner librement grâce à des roulements à billes, mais il est maintenu dans une position fixe par un capteur de force qui mesure la force de frottement (F_t).

La vue de dessus (image A) montre les parties mécaniques : 1, capteur de température à infrarouge ; 2, capteur de charge ; et 3, poulie pour l'étalonnage du capteur de charge. (B) Vue latérale d'un axe composite chargé contre le disque d'acier en rotation : 4, poids ; 5, bras de levier ; 6, axe composite; 7, disque en acier ; et 8, boîtier en alumine avec roulements à billes.

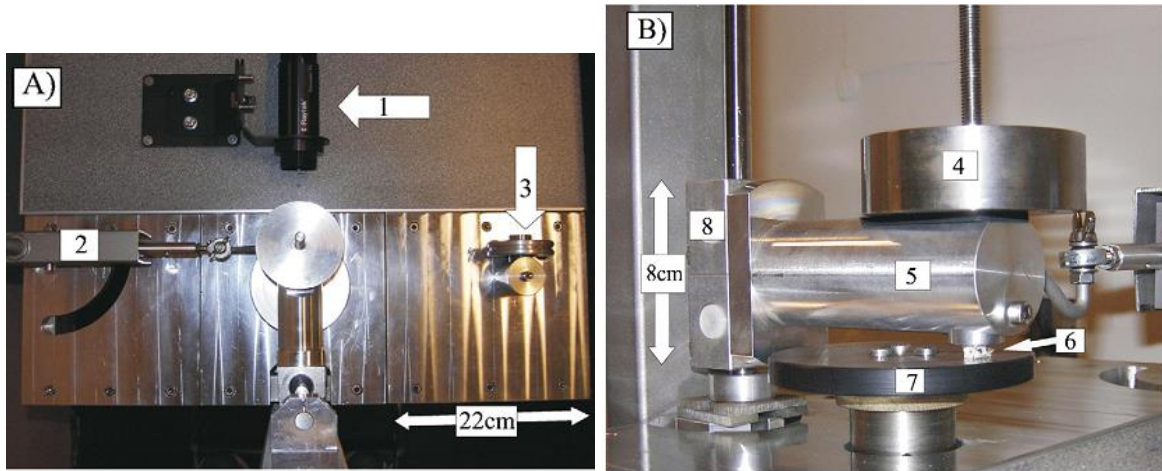


Figure II-39 : Tests d'usure sur le tribomètre de type pion-disque¹¹¹

L'objectif de cette étude est de comparer systématiquement les performances des différents matériaux renforcés tout en passant de conditions de glissement modérées aux conditions sévères. La Figure II-40 montre les valeurs mesurées du coefficient de frottement pour les compositions G/EP (Tissage de fibres de verre (G)/Epoxy) et CA/EP (Tissage hybride carbone-aramide/ Epoxy) dans différentes conditions du produit PV. Le niveau moyen de μ pour G/EP est de 0,63 contre 0,41 pour CA/EP, ce qui signifie qu'une diminution générale d'environ 35% est obtenue en remplaçant le tissage de la fibre de verre par le tissage carbone/aramide. Cette différence dans le niveau de μ peut être attribuée à la dureté des fibres de verre qui provoquent une rugosité et une usure importantes du matériau antagoniste en acier dans certaines conditions.

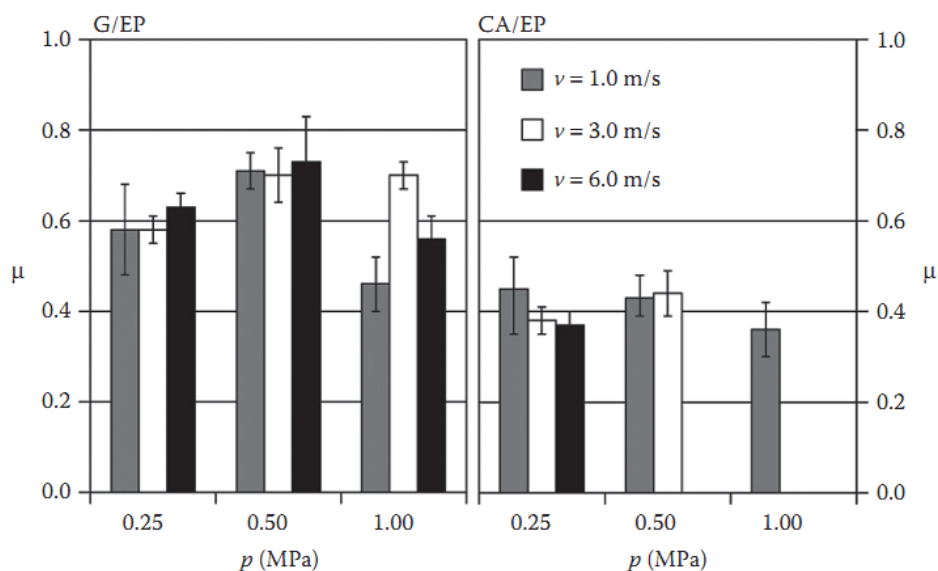


Figure II-40 : Coefficients de frottement μ mesurés dans différentes conditions de PV pour G/EP et CA/EP. EP, résine époxy¹¹¹.

Avec : G, tissage en fibre de verre et CA, tissage hybride carbone/aramide

En général, aucun lubrifiant ne peut à lui seul fournir des coefficients de frottement raisonnablement bas et constants dans des conditions d'essai, des températures et des environnements variés. Chaque lubrifiant énuméré dans le Tableau II-3, fonctionne bien dans certaines conditions d'essai, mais pas dans toutes les conditions.

Classification	Exemple d'additifs	Gamme de coef de frot	Classification	Exemple d'additifs	Gamme de coef de frot
Solides lamellaires	MoS ₂	0.002-0.25	Mono-oxydes	B ₂ O ₃	0.15-0.6
	WS ₂	0.01-0.2		Re ₂ O ₇	0.2
	HBN	0.15-0.7		MoO ₃	0.2
	Graphite	0.07-0.5		TiO ₂	0.1
	Graphite fluoride	0.05-0.15		ZnO	0.1-0.6
	H ₃ BO ₃	0.02-0.2	Halides et sulfates d'alcalins	CaF ₂ , BaF ₂ , SrF ₂	0.2-0.4
Métaux doux	Ag	0.2-0.35	Métaux de terre (Earth metals)	CaSO ₄ , BaSO ₄ , SrSO ₄	0.15-0.2
	Pb	0.15-0.3	Solides à base de carbone	Diamant	0.02-1
	Au	0.2-0.3		Carbone de type diamant (Diamond-like carbon)	0.003-0.5
	In	0.15-0.25		Carbon vitreux	0.15
	Sn	0.2		Nanotubes de carbone creux	--
				Fullerènes	0.15
Oxides mixés	CuO-Re ₂ O ₃	0.3-0.1		Composites à base carbon-carbon et carbon-graphite	0.05-0.3
	CuO-MoO ₃	0.35-0.2	Materiaux organiques/polymères	Stéarite de zinc	0.1-0.2
	PbO-B ₂ O ₃	0.2-0.1		Cires	0.2-0.4
	CoO-MoO ₃	0.47-0.2		Savons	0.15-0.25
	Cs ₂ O-MoO ₃	0.18		PTFE	0.04-0.15
	NiO-MoO ₃	0.3-0.2			
	Cs ₂ O-SiO ₂	0.1			
Composite en volume ou en film épais (>50 µm)	Composites à matrice métallique, polymère et céramique constitués de graphite, Ws ₂ , MoS ₂ , Ag, CaF ₂ , BaF ₂ , etc	0.05-0.4			
Composites à film minces (<50µm)	Films de Ni et Cr déposés par électrolyse, composés de particules de PTFE, GRAPHITE, diamant, B, C, etc. comme lubrifiants.	0.1-0.5			
	Revêtements nanocomposites ou multicouches constitués de MoS ₂ , de Ti, de DLC, etc.	0.05-0.15			

Tableau II-3 : Matériaux solides avec capacité d'autolubrification⁹³

Les valeurs de frottement indiquées dans ce tableau représentent les mesures de frottement effectuées sur chaque lubrifiant solide dans une large gamme de conditions d'essai, d'environnements et de températures. Les chercheurs combinent deux ou plusieurs de ces lubrifiants pour élargir la gamme opérationnelle. L'objectif est de montrer comment le frottement varie en fonction des conditions d'essai, ainsi que d'un solide à l'autre⁹³.

Conclusion

Ce chapitre montre que les lubrifiants solides et liquides tels que le graphite, le PTFE et le MoS₂ ont beaucoup à offrir pour des applications tribologiques. La plupart de ces lubrifiants sont utilisés comme additifs dans les composites autolubrifiants polymères. Ces lubrifiants solides et liquides peuvent être incorporés dans les polymères sous forme de charges particulières et leur confèrent des propriétés lubrifiantes intrinsèques.

L'amélioration du comportement tribologique et mécanique est principalement due à la modification des propriétés du polymère telles que le module de rigidité, la résistance à la rupture et la conductivité thermique. En général, une forte adhérence et la formation d'un film aux interfaces de glissement semble être la clé pour obtenir un faible frottement et une longue durée de vie dans la plupart des surfaces lubrifiées par des solides. Une augmentation de la résistance mécanique par adjonction de fibres ou de charges métalliques dans les matrices polymères augmente considérablement la résistance à l'usure.

Chapitre III : La partie expérimentale

Introduction

Les résines époxy présentent des taux d'usure et des coefficients de frottement relativement élevés lorsqu'elles glissent à sec contre des surfaces en acier^{4,99,100}. Afin d'améliorer les caractéristiques tribologiques de l'époxy, une approche de lubrification par incorporation d'un pourcentage élevé d'huile lubrifiante dans la matrice polymère a été envisagée. L'élaboration des composites montre que le taux d'huile retenu dans la matrice est limité à un niveau de 22% en poids, un taux au-delà duquel l'huile est rejetée par la matrice. Une solution pour augmenter la teneur en huile est l'ajout de charbon actif qui permet un piégeage d'huile dans la matrice polymère qui atteint 31%.

Ce chapitre contient deux parties :

La première partie traite la réalisation et la mise en marche d'un tribomètre pion-disque qui permet de prendre des mesures et d'effectuer facilement des tests d'usure et de récupérer les données en temps réel. Ce tribomètre est équipé d'un capteur à jauges de contraintes, avec deux ponts de Wheatstone, pour mesurer simultanément et indépendamment la force normale et la force tangentielle pendant le processus d'usure.

La deuxième partie porte sur l'amélioration des performances tribologiques de l'époxy où l'ensemble des tests d'usure que nous avons effectué montrent que l'incorporation de lubrifiants liquides tels que l'huile aux polymères est une autre approche qui améliore les performances tribologiques des composites à base d'époxy^{98,99}; l'effet lubrifiant d'huile libérée, piégée dans la résine, offre une résine époxy avec un faible coefficient de frottement et un faible taux d'usure.

III.1 Partie I : Mise en marche du tribomètre pion/disque

III.1.1 Présentation du tribomètre

Afin de déterminer les caractéristiques tribologiques des composites à base d'époxy, des tests dans des conditions de frottement à sec ont été effectués sur un tribomètre de type pion-disque conçu et réalisé à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Cette réalisation entre dans le cadre de la recherche et de développement dans le domaine de l'instrumentation et de mesure tribologique. Le tribomètre est conforme aux normes ASTM G-99¹¹². Il permet de réaliser des tests tribologiques en configuration pion/disque.

La représentation du dispositif expérimental des essais de frottement est donnée à la Figure III-1. Ce dernier permet d'effectuer des tests d'usures et de récupérer les données en temps réel.



Figure III-1 : Tribomètre de type pion disque

Le tribomètre assure le frottement avec une configuration de contact de type pion-disque. Pendant que le disque tourne en position horizontale, le pion immobile supporte la charge normale en contact verticale avec le disque.

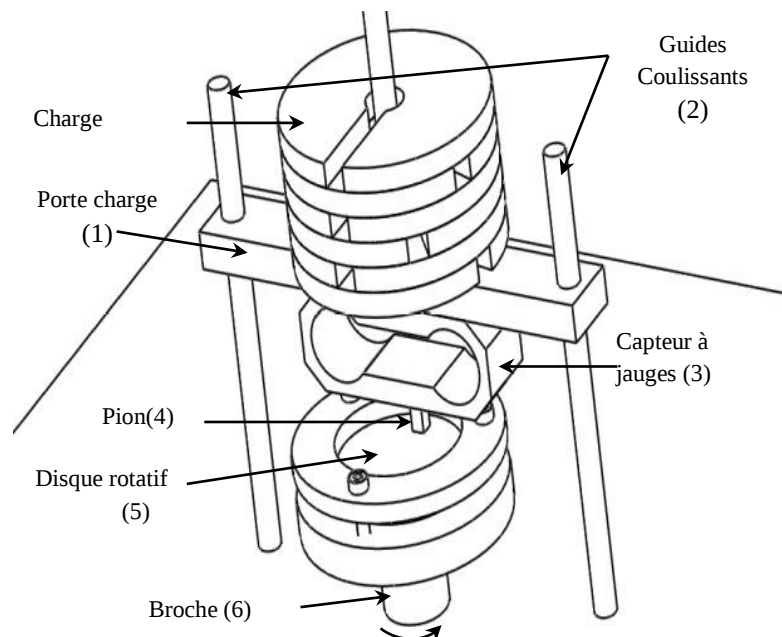


Figure III-2: Représentation schématique du tribomètre

La mise en charge est réalisée par un système de masse. La charge est appliquée dans la direction verticale posée sur le support du capteur (1) guidé en translation sur deux glissières (2). Le support transmet à son tour l'effort au capteur (3) qui le transmet au pion (4) en contact avec le disque (5) fixé sur la broche libre en rotation (6) entraînée par un moteur électrique à courant alternatif triphasé (8). L'un des avantages du tribomètre est la possibilité de modifier la masse du support sans changer la charge appliquée et ce via la masse morte (11). Il permet aussi d'appliquer des charges très faibles.

III.1.2 Réglage de la vitesse de glissement

Le tribomètre est équipé de deux mécanismes distincts de réglage de la vitesse de glissement. Le premier permet la variation de la vitesse linéaire en changeant le rayon de la piste de glissement du pion (4) sur le disque (5) grâce à la liaison glissière (9) de la plaque coulissante (10) (Figure III-3).

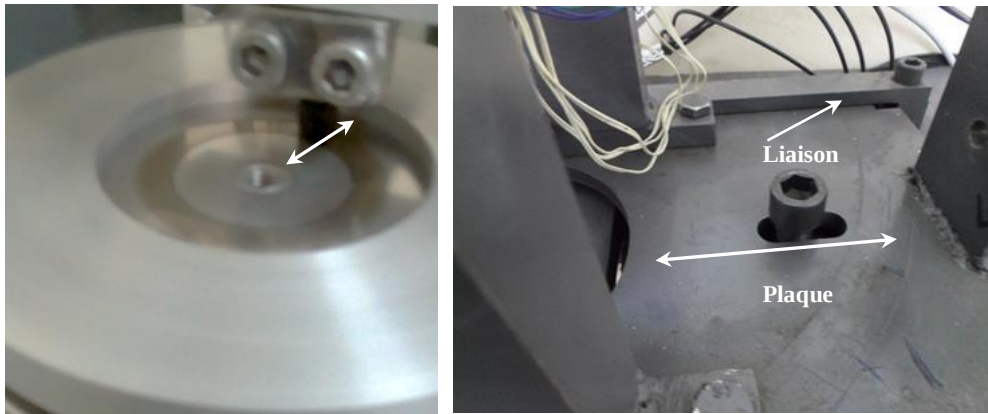


Figure III-3 : Glissière de réglage du rayon de glissement

Le deuxième système est un variateur de vitesse CHINT série NVF2G qui permet la variation de la vitesse du moteur électrique (Figure III-4). Grâce au variateur électrique de vitesse (7), nous pouvons avoir avec précision la régulation de la vitesse glissement.

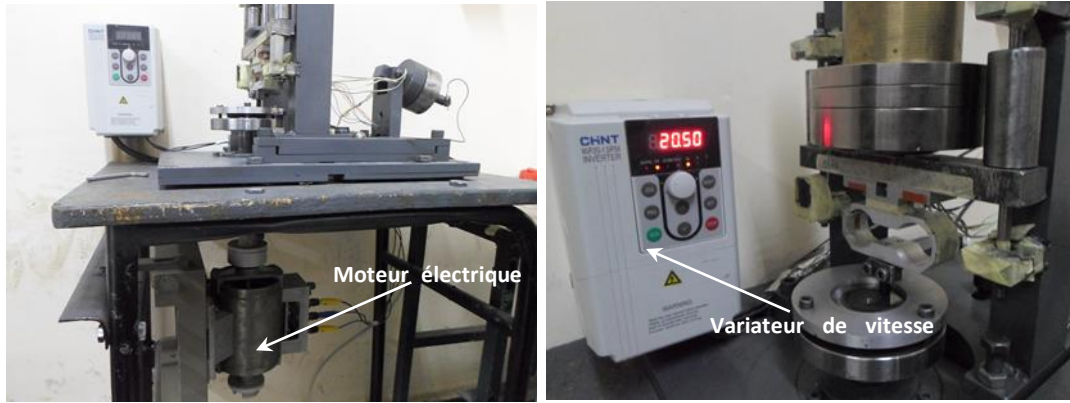


Figure III-4 : Moteur électrique équipé d'un variateur de vitesse

Ces deux mécanismes de réglage de vitesse présentent l'avantage de régler la vitesse de glissement d'une manière exacte, allant de 0 jusqu'à 3600 tour par minute, sur un rayon du disque qui varie de 0 à 25mm. Ces deux mécanismes offrent une gamme réglage de vitesse de glissement au niveau du contact entre 0,01 et 10 m/s.

III.1.3 Impact des vibrations

La dispersion des résultats d'essais de frottement est un frein important à l'utilisation de ce type d'essais, notamment dans le monde industriel. La Figure III-5 montre un exemple d'acquisition des données de l'effort normal lors d'un test d'usure effectué au moment de la mise en marche du tribomètre pion/disque.

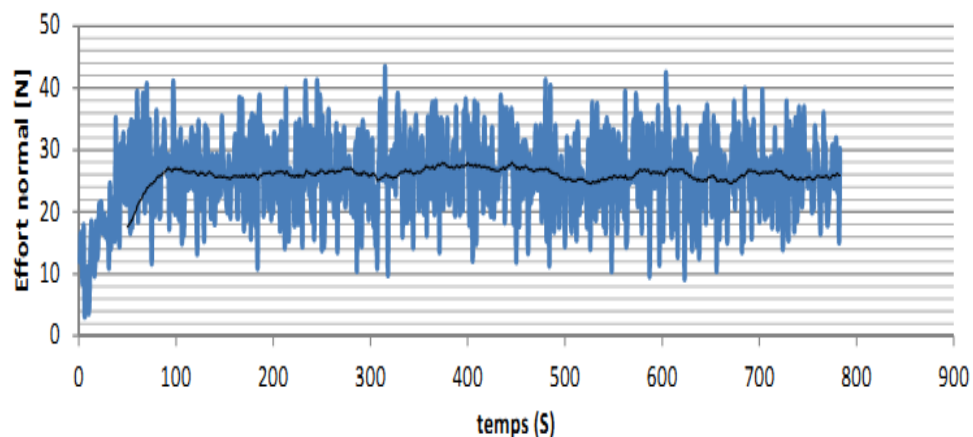


Figure III-5 : Evolution de l'effort normal en fonction du temps

La courbe présente des fluctuations, les vibrations qui sont la principale cause de cette dispersion peuvent être liées à différents phénomènes tels que la mauvaise planéité du disque,

la rugosité des surfaces, la résonance du tribomètre ainsi que les moyens d'acquisition et de traitement du signal.

- **Réglage de la planéité du disque**

Le tribomètre est équipé d'un système de réglage de planéité qui permet d'assurer la planéité de la surface du disque en contact sur le plan horizontal (Figure III-6). Le disque est déposé sur trois supports en caoutchouc collés sur la broche porte éprouvette fixé sur l'arbre du moteur.



Figure III-6 : Supports disque pour réglage de planéité

Après serrage du disque, un comparateur palpeur est monté sur la table du tribomètre et positionné sur la surface de contact du disque. Le réglage de la planéité se fait au fur et mesure que nous tournons manuellement le disque, la position de l'aiguille est remise à la position 0 selon que nous serrons ou bien nous desserrons les vis de fixation (Figure III-7).



Figure III-7: Réglage de planéité lors du montage du disque

Le réglage de la planéité permet d'éviter les vibrations, ce qui minimise les impacts de l'échantillon contre le disque. Ainsi ; nous obtenons les données de frottement plus juste sans aucun traitement sur Excel.

III.1.4 Mesure de frottement et acquisition des données

Le processus d'acquisition des données du frottement a été effectué par une chaîne d'acquisition qui contient un capteur à jauge de contraintes, un conditionneur, une carte de conversion analogique numérique et un ordinateur sur lequel l'évolution du coefficient de frottement est affichée et enregistrée en temps réel. Le cheminement du signal de sortie depuis sa sortie du capteur jusqu'à l'ordinateur est donné par la Figure III-8.

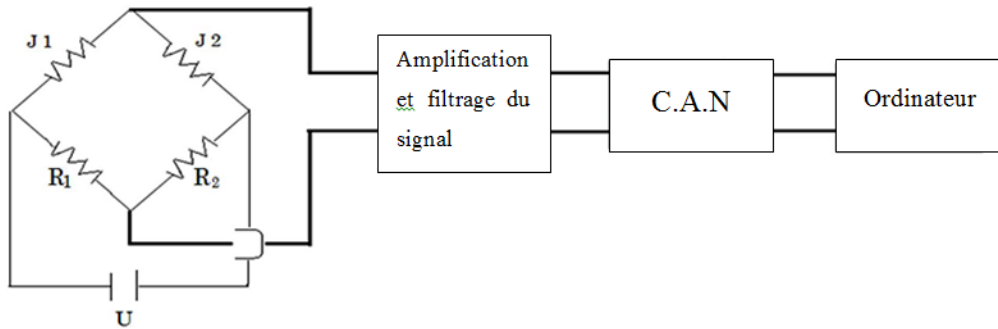
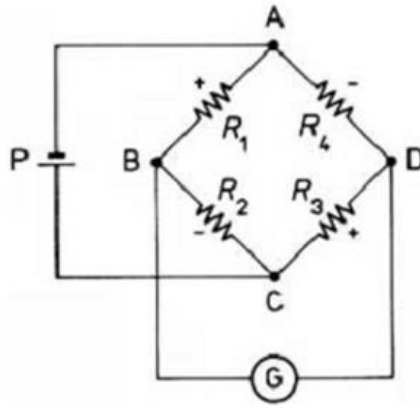


Figure III-8: Cheminement du signal de sortie

La mesure de la force normale et tangentielle est obtenue grâce à un capteur à base des jauges de contraintes. Il permet d'obtenir l'évolution du coefficient de frottement en continu du couple pion/disque. Deux capteurs à jauges sont installés sur le corps du capteur pour mesurer la force normale et la variation de la force de frottement.

1) Le capteur de force

La conception du capteur permet de faire deux mesures simultanément et indépendamment l'une de l'effort normal et l'autre de l'effort tangentiel. Chaque mesure est obtenue par un montage à base du pont de Wheatstone dont les quatre résistances sont des jauges électriques collées sur le corps du capteur. Ce montage en pont complet est considéré comme le cas le plus fréquent (Figure III-9).

Figure III-9: Montage en pont de Wheatstone¹¹³

Les jauges d'extensométrie (Figure III-10) sont les capteurs résistifs les plus employés lorsqu'il s'agit de déterminer les faibles déformations d'une structure soumise à des contraintes mécaniques. Autrement dit les jauges de contraintes sont des fils électriques dont la résistance varie avec les déformations subies.

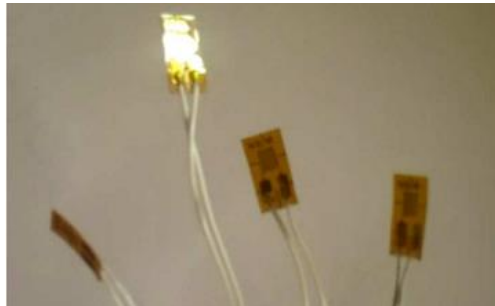


Figure III-10 : Exemple de jauges de contraintes

La forme du corps du capteur et l'emplacement judicieux des 8 jauges permettent de mesurer simultanément et indépendamment l'effort tangentiel de frottement F_T et l'effort normal F_N de contact (Figure III-11). Les quatre jauges de contraintes (G1 G2 G3 G4) ne mesurent que la force normale, l'effet de la force tangentielle s'annule automatiquement grâce à l'alternance des signes dans la tension de sortie du pont de Wheatstone (équation 1). Il en est de même pour la mesure de la force tangentielle.

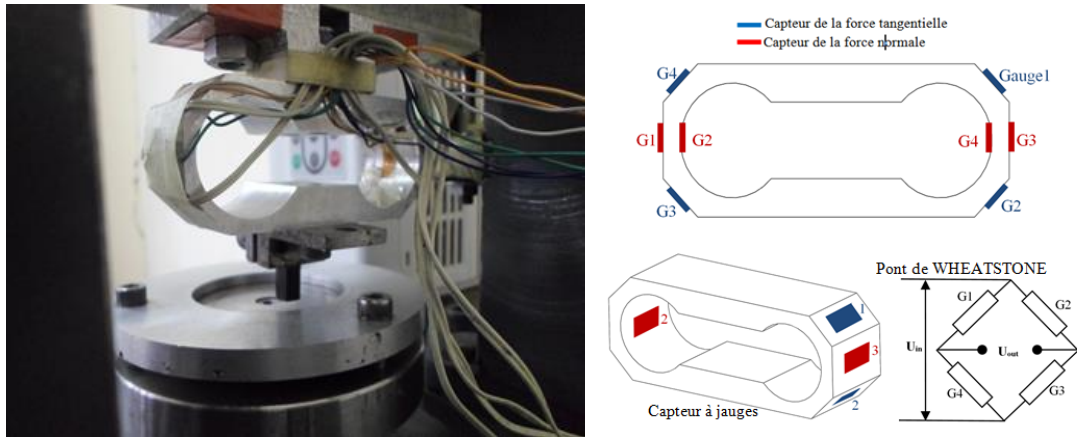


Figure III-11: Capteur à deux ponts de Wheatstone

Une des difficultés d'utilisation des jauges d'extensométrie réside dans leur sensibilité à la température surtout pendant les longues périodes de tests d'usure en raison des fluctuations de la température ambiante ou de la température imposée à l'échantillon. Le tribomètre pion-disque élimine la dérive thermique qui se produit grâce à la configuration du montage en pont complet des deux capteurs de force de frottement, l'effet de la température s'annule automatiquement suite à l'alternance des signes dans la tension de sortie du pont de Wheatstone (eq.1).

$$V_{out} = \frac{V_{in}}{4} \left(\frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} + \frac{\Delta R_3}{R_3} - \frac{\Delta R_4}{R_4} \right) \quad (1)$$

- **Etalonnage du capteur de force**

Tous les tribomètres doivent être étalonnés régulièrement afin de s'assurer que les données mesurées sont exactes et précises. Le tribomètre pion/disque permet aux utilisateurs d'effectuer eux-mêmes l'étalonnage de la force de frottement et celui de l'effort normale qui consiste à faire correspondre à chaque chargement effectué une valeur numérique.

Les résultats sont reproduits sur une courbe qui représente le signal de sortie (valeurs numériques) en fonction de la charge appliquée ($S=f(N)$), où la tangente de la droite correspond au facteur d'étalonnage.

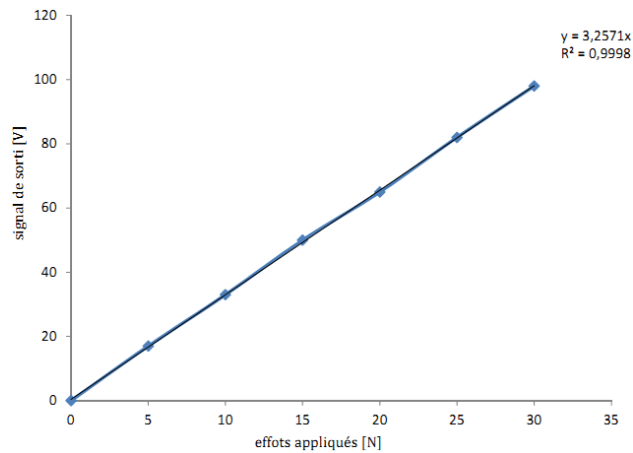


Figure III-12 : Représentation du signal de sortie en fonction de l'effort normal

- **Le circuit de conditionnement du signal :**

Le signal électrique issu de capteur (thermocouple, ponts de mesure) est généralement de faible niveau, susceptible d'être bruité...etc. La sortie des capteurs doit être transformée via un circuit de conditionnement. Ce dernier modifie alors le signal en une forme compatible avec l'entrée d'un CAN (convertisseur analogique numérique). Ce conditionnement peut assurer l'amplification, la remise à zéro (l'offset) et le filtrage.

L'appareil utilisé de fabrication « Vischay Micromesure », est constituée de dix entrées analogiques et dix sorties (Figure III-13).



Figure III-13 : Système d'acquisition

Cet appareil assure l'alimentation des deux ponts de Wheatstone avec une tension qui peut atteindre 12V. Le signal délivré par le capteur (en microvolt μv) est amplifié 2000 fois environ puis filtré. Par la suite, le signal est reçu par la carte CAN.

- **Le convertisseur analogique-numérique ou CAN**

Un convertisseur analogique – numérique (CAN) est un dispositif électronique permettant la conversion d'un signal analogique en un signal numérique. Les convertisseurs se présentent généralement sous forme de carte.

Nous avons utilisé la carte "Arduino". Cette carte assure une liaison entre le conditionneur et l'ordinateur pour acquérir les données des essais tribologiques. Elle possède 6 entrées analogiques qui permettent la conversion des tensions comprises entre 0V et 5V avec une précision de 10 bits avec une fréquence d'échantillonnage de 15 valeurs par seconde.



Figure III-14 : Carte Arduino

- **Le bus d'ordinateur**

Une fois que le signal est conditionné, la lecture des données se fait sur un ordinateur. Le matériel d'acquisition peut se connecter à un ordinateur par le biais d'un port. Le bus d'ordinateur joue le rôle d'interface de communication entre l'ordinateur et le matériel d'acquisition pour permettre le transfert des différentes instructions et données mesurées. Enfin, le signal de sortie est récupéré par l'ordinateur dans le but d'analyser et traiter les résultats grâce aux logiciels compatibles avec carte arduino tel que le logiciel arduino, Matlab, labview ...etc.

III.1.5 Exemples de résultats (courbes)

Le tribomètre mesure et enregistre les valeurs de l'effort normal ' F_N ' et de l'effort tangentiel de frottement ' F_T ' en fonction du temps. Pour illustration, un exemple de ces valeurs, à partir desquelles sont tracées des courbes, est présenté en (Figure III-15 et Figure III-16). La courbe d'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps (Figure III-17) est déduite des courbes de $F_N(t)$ et $F_T(t)$ en effectuant le rapport $F_T(t) / F_N(t)$.

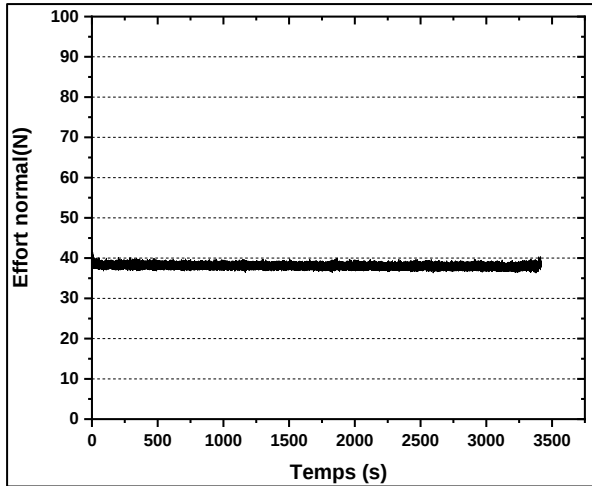


Figure III-15 : Effort normal

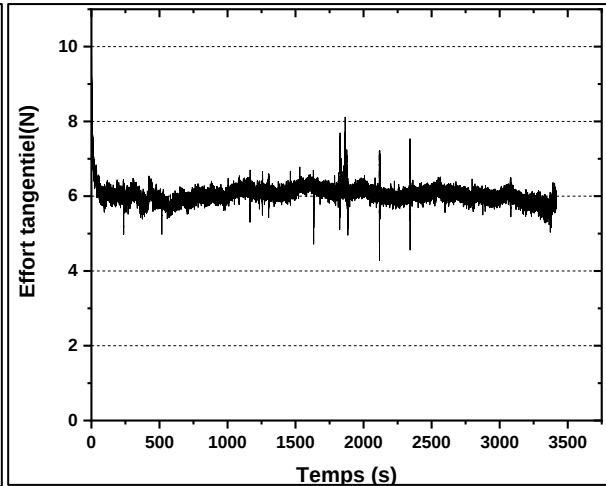


Figure III-16 : Effort tangentiel

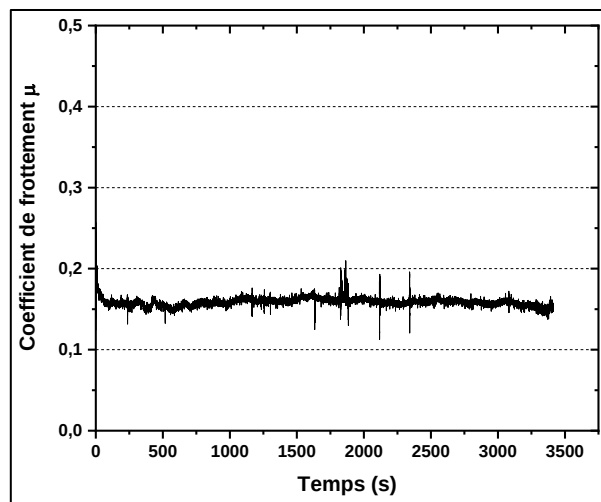


Figure III-17: Coefficient de frottement

Nous constatons que l'effort normal est constant durant toute la période de l'essai ((Figure III-15), cette stabilité montre la fiabilité du capteur face à la variation de la température ainsi que la fiabilité du matériel d'acquisition de données. La légère bande de fluctuations enregistrées est le bon résultat obtenu par le système de réglage de planéité, cette bande est probablement due aux légères vibrations du système et aux battements de la surface du disque en contact avec le pion que nous n'avons pas pu supprimer en entier. Quant au coefficient de frottement ' μ ', il présente la même allure que l'effort tangentiel, nous constatons que cette allure est bonne et ne nécessite ni rectification ni traitement sur le graphe (Figure III-17).

Afin de répondre aux normes exigées par l'ASTM G-99. Le tribomètre pion/disque sera instrumenté et équipé de différents capteurs tels qu'un capteur qui permet la mesure des pertes de masse, un thermocouple...etc. Un matériel d'acquisitions de données sera développé au sein de notre laboratoire LMSE avec une équipe spécialisée dans le domaine. Ce matériel contiendra un conditionneur approprié à notre tribomètre pion/disque qui va assurer l'amplification, le filtrage, la remise à zéro...etc. Un logiciel avec différents modes de paramétrage et modes d'analyse pour satisfaire tous les besoins d'essais (différentes vitesses, charges, conditions d'essais... etc.). Une interface graphique pour utilisateurs permettra un traitement facile de données.

III.2 Partie II : Amélioration des performances tribologiques de l'époxy

III.2.1 Elaboration des échantillons

Les dimensions du disque et du pion sont représentées sur la Figure III-18. Les pions de forme prismatique ($6 \times 6 \text{ mm}^2$ de section et 17 mm de longueur) obtenus à partir de plaques époxy chargées à différents pourcentages d'additifs dont la masse d'huile et de charbon actif en poudre. Les plaques sont obtenues par moulage puis découpées sous forme parallélépipédique.

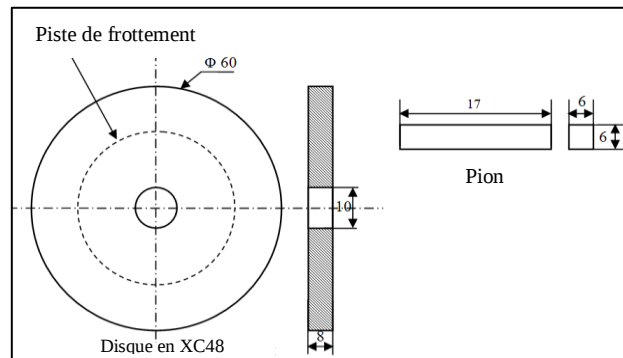


Figure III-18: Formes et dimensions du pion et du disque

Les disques (60 mm de diamètre et 8 mm d'épaisseur), sont utilisés comme matériau antagoniste, ces disques sont obtenus par tournage à partir de rondelles d'acier XC48 trempé.

Avant de réaliser nos essais, tous les disques ont subi un polissage sous papier abrasif 400. Les paramètres de rugosités des disques ont été mesurés à l'aide du rugosimètre à palpeur de marque MITITOYO SJ.201. Ainsi la valeur de la rugosité moyenne indique approximativement $R_a = 0,12$.

La préparation des plaques composites, pour différentes compositions, est obtenue à partir une matrice de résine époxy (type R123, résine époxy bisphénol A/F) et un durcisseur (type R614) fourni par SOLOPLAST-VOSSCHEMIE. L'huile lubrifiante utilisée est de marque Singer. Le charbon actif de faible densité (CAS : 7440-44-0) ajouté à la matrice de résine est fourni par la BIOCHIMIE-CHIMOPHARMA. Les propriétés du charbon activé utilisé sont données dans le Tableau III-1.

Propriétés	Graphite industriel
Densité (kg/m ³)	1400-2266
Point de fusion (°C)	3652-3697
Point d'ébullition (°C)	4250
Module de Young (GPa)	3-12
Résistance à la compression (MPa)	14-42
Résistance à la flexion (MPa)	5-21
Conductivité thermique (W/m.K)	85-350
Capacité thermique spécifique (J/kg.K)	709
Coefficient de dilatation thermique linéaire (10 ⁻⁶ /K)	1,3-3,8
Résistivité électrique (μ Ω.cm)	1385

Tableau III-1 : Propriétés générales du charbon activé

Les mélanges sont ensuite homogénéisés l'un après l'autre à l'aide d'un agitateur équipé de deux hélices en acier inoxydable. Après homogénéisation, les mélanges sont versés dans les moules correspondants préalablement préparés. Après polymérisation et démoulage, les plaques sont coupées aux dimensions requises.

Les proportions d'additifs affectent les taux d'usure des polymères chargés, pour permettre un équilibre entre le comportement au frottement, une résistance à l'usure et la rigidité, une concentration maximale et appropriée d'additifs doit être retrouvée. Ainsi différentes compositions avec différents pourcentage ont été préparées:

- Epoxy (nommé Ep)
- Epoxy/Carbone activé
 - Ep/ 8% en poids Ca (nommée Ep/8Ca)
- Epoxy/Huile
 - Ep/19 % en poids Huile (nommée Ep/19H)
 - Ep/22% en poids Huile (nommée Ep/22H)
- Epoxy/ Charbon actif/Huile
 - Ep/ 3.5% en poids Ca / 31 % en poids Huile (nommée Ep/3.5Ca/31H)
 - Ep/ 6 % en poids Ca / 31% en poids Huile (nommée Ep/6Ca/31H)
 - Ep/ 7.5 % en poids Ca / 31 % en poids Huile (nommée Ep/7.5Ca/31H)

III.2.2 Tests tribologiques des différentes compositions

1) Tests de frottement

Les essais ont été effectués à température ambiante dans des conditions de charge et de vitesse de glissement contrôlées. Pour chaque essai, nous enregistrons les graphiques de la force normale F_N et de la force de frottement tangentielle F_T en fonction du temps. L'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps est déduite des graphiques de $F_N(t)$ et $F_T(t)$ en effectuant le rapport $F_T(t) / F_N(t)$.

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (2)$$

A partir des données de l'effort normal et tangentiel, la relation de coulomb (2) permet le calcul et la visualisation du coefficient de frottement en fonction du temps sur le graphe. Au moins quatre essais ont été réalisés pour chaque composition. Nous avons sélectionné les courbes montrant la reproductibilité des résultats pour chaque composition lors des essais d'usure.

Dans des conditions de glissement à sec, le disque tourne et frotte contre le pion composite pendant une heure environ à température ambiante. L'ensemble des tests de frottement ont été effectués dans les conditions de glissement standard de 1MPa et 1m/s.

- **Epoxy (nommé Ep)**

Les résines époxy présentent généralement des coefficients de frottement relativement élevés lorsqu'elles glissent à sec contre des surfaces en acier. Cela est essentiellement dû à la structure moléculaire réticulée, qui empêche la formation d'un film de transfert efficace et se traduit par un degré de fragilité relativement élevé⁹³.

La mesure du frottement a été effectuée sur des échantillons en époxy pure. La courbe d'évolution (Figure III-19) montre un coefficient de frottement qui atteint 0.7.

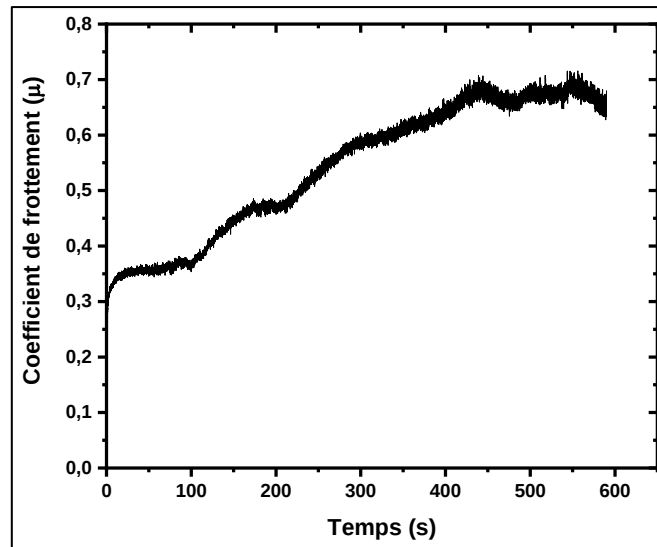


Figure III-19 : Evolution du coefficient de frottement d'époxy (Ep)

Comme le montre la Figure III-19, les essais d'usure de la composition (Ep) ont été souvent interrompus au bout de 10 minutes d'essai environ en raison de la déformation et de la rupture des pions pendant le test (Figure III-20).



Figure III-20 : Échantillon Ep rompu lors des tests d'usure à 1Mpa.m/s

Afin d'améliorer les caractéristiques tribologiques de l'époxy, l'autolubrification de ce dernier a été réalisée par adjonction d'additifs à savoir l'huile et le charbon activé.

- **Epoxy/Carbone (nommé Ep/8Ca)**

Une seule composition à base d'époxy contenant 8% de charbon activé a été testé sous les conditions standard de frottement et à température ambiante.

Des essais à sec ont été effectués pour cette composition. La courbe montre un coefficient de frottement qui atteint une valeur de 0.45. Le pion se rompt suite aux grands efforts tangentiels engendrés par l'adhérence du pion sur le disque.

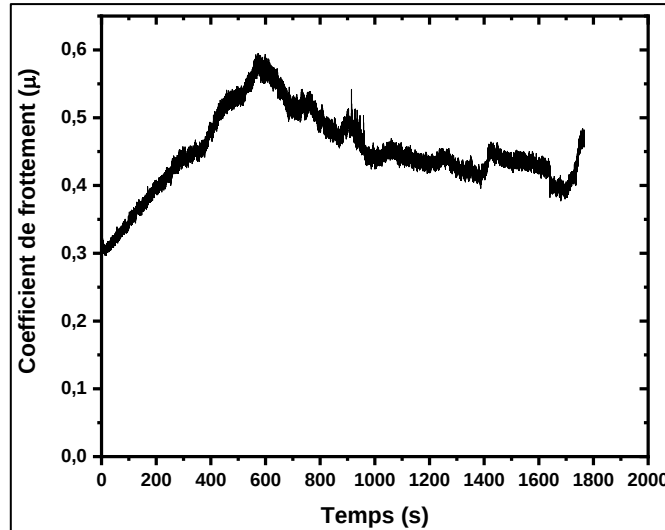


Figure III-21 : Coefficient de frottement pour la composition (Ep/8Ca)

La Figure III-21 montre que l'époxy chargé de charbon activé présente un comportement de frottement élevé. Le frottement des matériaux en carbone dans l'air ambiant augmente avec la distance de glissement en raison de l'aplatissement progressif des aspérités par l'usure, ce qui entraîne une plus grande surface de contact réelle et donc un frottement plus élevé⁵². D'où un coefficient de frottement élevé et la rupture des échantillons au cours des essais.

Comme le montre la Figure III-21, les essais d'usure ont été interrompus pour la composition Ep/Ca en raison de la déformation et de la rupture des pions pendant l'essai (Figure III-22).



Figure III-22 : Échantillon Ep/8Ca rompu lors du test d'usure à 1Mpa.m/s

- **Epoxy/Huile (nommée Ep/H)**

L'adjonction d'huile lubrifiante dans la matrice polymère à différents pourcentages en poids se fait en ajoutant de l'huile petit à petit pour déterminer le pourcentage d'huile maximum que la matrice peut contenir pour de meilleures caractéristiques tribologiques.

- **Une composition Ep/19H**

Une quantité d'huile de 19% a été introduite dans la matrice polymère à base d'époxy. Après polymérisation cette quantité a été retenue en entier dans la matrice. Des essais dans des conditions standard ont été effectués avec cette composition pour mesurer le coefficient de frottement (Figure III-23).

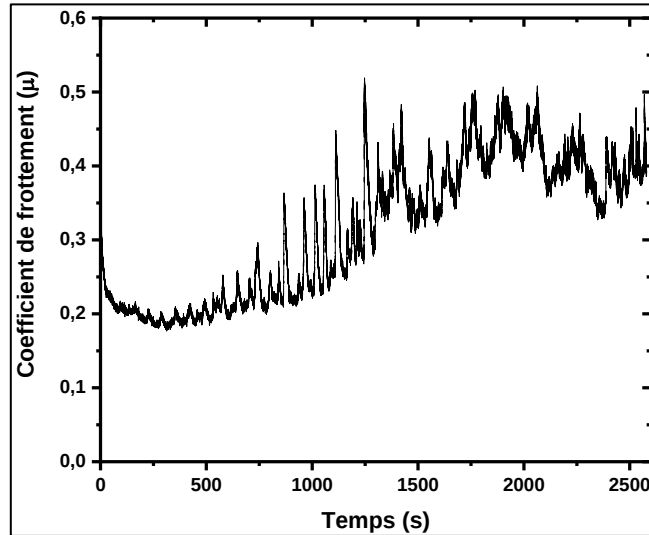


Figure III-23 : Coefficient de frottement pour la composition Ep/19H

Cette quantité d'huile (19%) semble insuffisante pour réduire le coefficient de frottement de l'époxy. Ceci se voit sur l'évolution de la courbe du coefficient de frottement qui atteint une valeur de 0,45 (Figure III-23). Aussi nous voyons que la courbe présente des pics qui peuvent être interprétées comme instabilité due à l'adhésion du pion sur le disque. Mais d'après les résultats d'essais obtenus de cette composition, nous pouvons dire que les performances tribologiques du composite époxy peuvent être grandement améliorées par augmentation des taux d'huile.

- **Une composition nommée Ep/22H**

Un composite à base d'époxy contenant un taux d'huile qui dépasse 22% a été élaborées. Après polymérisation, nous remarquons qu'une quantité d'huile remonte à la surface du composite (Figure III-24). La mesure approximative de l'excédent d'huile montre qu'environ 22 % en poids d'huile a été retenue dans la matrice. Ce qui nous amène à dire que la matrice ne retient qu'un taux d'huile qui n'excède pas 22 % en poids.

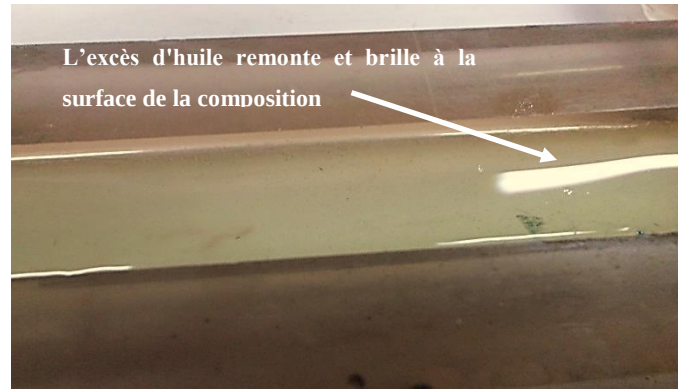


Figure III-24 : L'excès d'huile remontée à la surface après polymérisation de la composition Ep/22H

Bien que la composition ne retienne qu'une quantité d'huile limitée à 22%, les essais d'usure montrent des résultats du coefficient du frottement qui sont réduits de 0.7 pour atteindre une valeur d'environ 0.25 (Figure III-25).

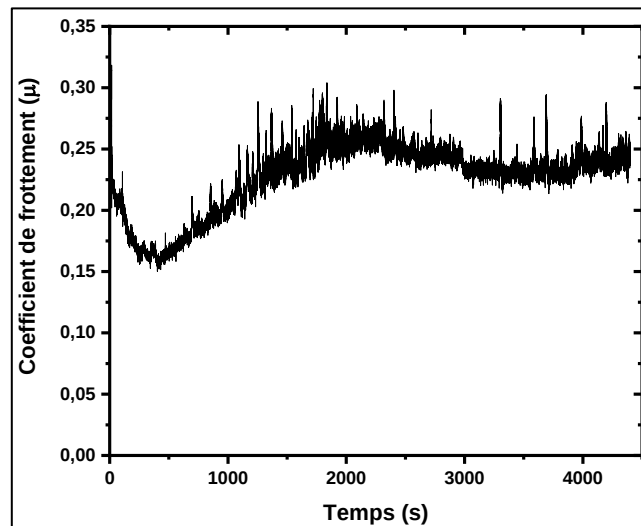


Figure III-25 : Coefficient de frottement de la composition (Ep/22H)

Une quantité infime d'huile lubrifiante est suffisante pour améliorer sensiblement les performances tribologiques. Pendant le glissement, l'huile lubrifiante piégée dans la matrice est libérée et crée un film d'huile qui aide à séparer les surfaces en contact qui réduit le contact adhésif. Ce qui entraîne une réduction significative du coefficient de frottement.

La composition **Ep/22H** présente une amélioration remarquable du coefficient de frottement qui atteint 0,25. Mais après une heure de fonctionnement dans des conditions d'usure standard, le composite commence à se déformer plastiquement suite à l'augmentation de la température (Figure III-26).



Figure III-26 : Échantillons Ep/22H rompu lors du test d'usure à 1MPa.m/s

- **Epoxy/ Charbon actif / Huile**

En plus de l'adjonction d'huile qui a améliorée le comportement tribologique de l'époxy, plusieurs compositions avec 3.5, 6 et 7% du charbon activé ont été envisagées et testées afin d'analyser l'influence du charbon activé sur le comportement tribologique et le piégeage d'huile.

- **Une composition nommée Ep/3.5Ca/31H**

Une composition à 31% d'huile et 3.5% charbon activé a été élaborée. Après polymérisation, une quantité d'huile a été rejetée et montée à la surface du composite. La matrice ne retient qu'une quantité d'huile inférieure à 31%. Ceci signifie que la quantité de charbon activé semble insuffisante pour piéger tout le taux d'huile injecté dans la matrice.

Les essais tribologiques (Figure III-27) montrent une valeur du coefficient de frottement qui dépasse 0.2. Ceci peut s'expliquer par la présence du contact adhésif suite au faible taux d'huile dans le composite.

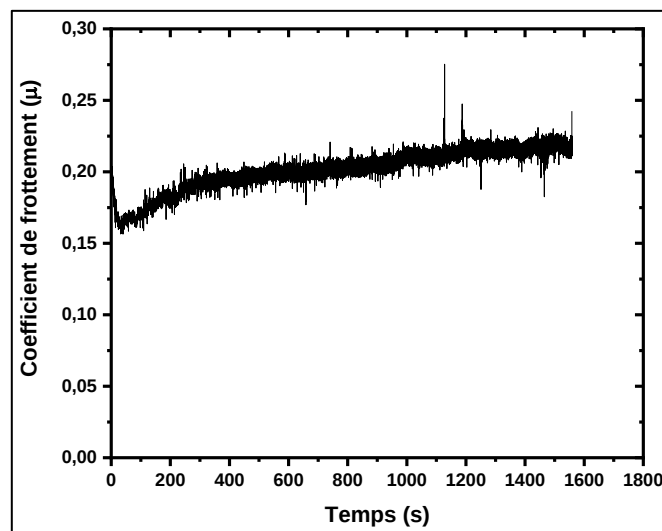


Figure III-27 : Coefficient de frottement de la composition Ep/3.5Ca/31H

- **Une composition nommée Ep/6Ca/31H**

Une autre composition avec une augmentation de la quantité du charbon activé à 6% et 31% d'huile a été élaborée. Après polymérisation, le taux d'huile a été piégé dans la matrice. Ce résultat montre que lorsqu'il y a présence du charbon activé dans la matrice à quantité suffisante peut avoir un effet bénéfique sur le maintien d'huile à des taux intéressants dans la matrice. Ce taux d'huile de son côté montre son impact sur les caractéristiques tribologiques du polymère. La Figure III-28 montre l'efficacité de la quantité d'huile pour réduire le coefficient du frottement.

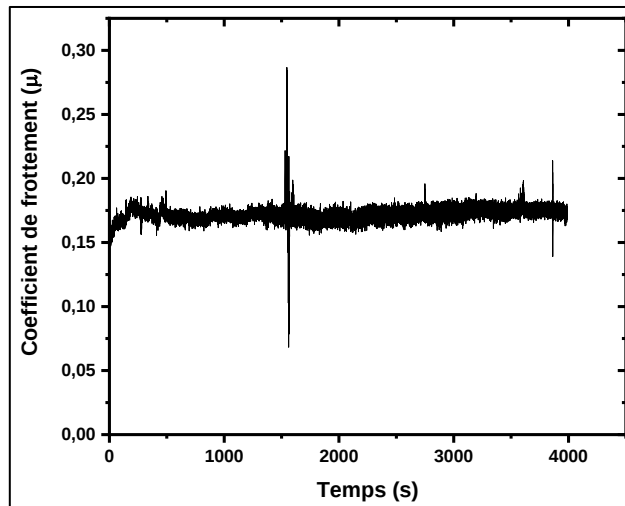


Figure III-28 : Coefficient de frottement de la composition **Ep/6Ca/31H**

La composition **Ep/6Ca/31H** a permis de vérifier la capacité du charbon activé à piéger l'huile dans la matrice époxy et montre que le taux de piégeage d'huile est en relation avec la quantité de charbon activé introduite dans la matrice. Ceci s'explique du fait que le charbon actif se caractérise par la présence d'un grand nombre de micropores ouverts qui agissent comme des sites d'adsorption²². Probablement en raison de cette caractéristique, le charbon actif permet de piéger et de maintenir ce niveau d'huile dans la matrice, un niveau (31%) à partir duquel la matrice est saturée et la polymérisation ne peut pas se faire.

- **Une composition nommée Ep/7.5Ca/31H**

Afin de vérifier l'impact du charbon activé sur les performances tribologiques, une composition à 7.5% de charbon activé a été testée.

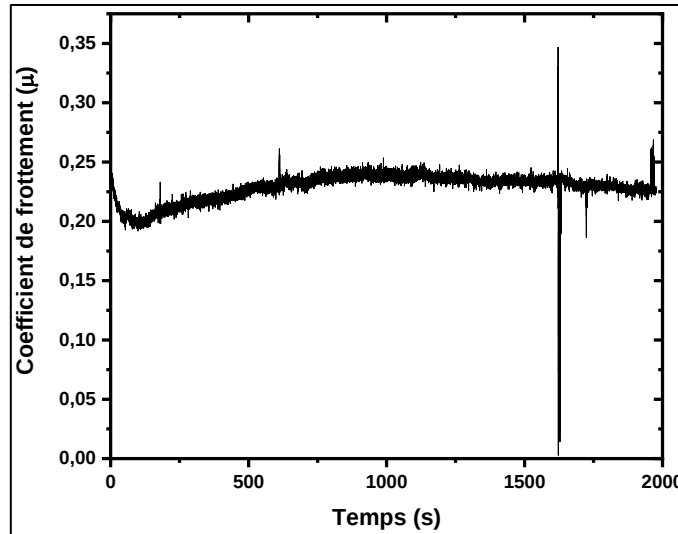


Figure III-29 : Coefficient de frottement de la composition Ep/7.5Ca/31H

En comparant les résultats de mesure du coefficient de frottement de cette composition à celle de **Ep/6Ca/31H**, nous remarquons que le coefficient de frottement augmente de 0.16 à 0.24 comme montré sur la Figure III-29. Les essais des compositions **Ep/6Ca/31H** et **Ep/7.5Ca/31H** montrent que l'augmentation des taux de charbon activé dans la matrice augmentent davantage le frottement du composite à base d'époxy.

En plus de toutes ces compositions et tests effectués, d'autres tests élaborés avec 40 % d'huile et 10 % de charbon actif présentent une mauvaise polymérisation suite au taux d'huile qui a saturé la matrice. Une polymérisation complète et idéale n'est assurée qu'à une concentration d'huile égale à 31%.

2) Comparaison et discussion des Résultats

- **Influence des taux d'huile sur le frottement**

Pour mieux comprendre l'influence d'adjonction d'huile sur les performances tribologiques d'époxy, les courbes du frottement de quatre compositions à différent taux d'huile ont été sélectionnées et données sur la Figure III-30.

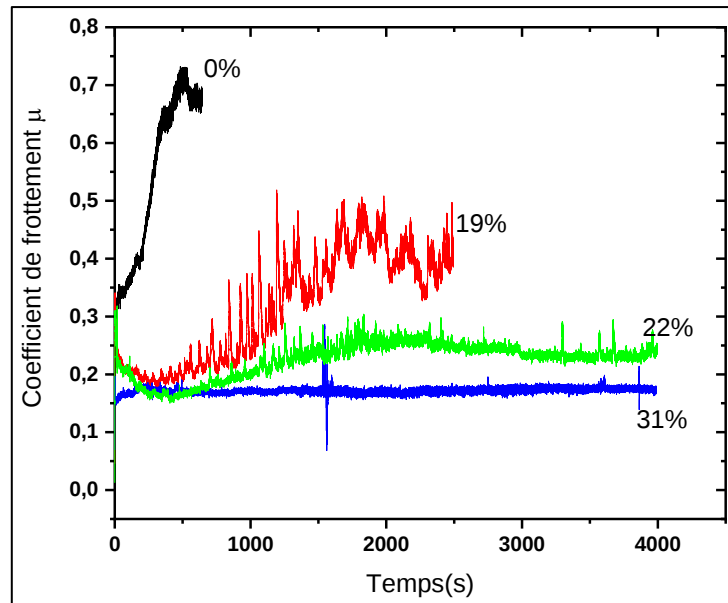


Figure III-30 : Influence des différents taux d'huile sur le coefficient de frottement d'époxy

Les courbes montrent que l'augmentation des taux d'huile dans la matrice époxy réduit significativement le frottement. Ceci s'explique par le fait qu'au cours d'usure, l'huile lubrifiante est libérée et forme une fine couche sur la surface de contact (Figure III-31), ce film d'huile aide à séparer les deux surfaces de contact, réduisant ainsi l'adhérence du couple de contact composite-acier.



Figure III-31 : Fine couche d'huile sur la surface du contact du disque

- **Analyse du rôle des additifs sur le frottement et sur le piégeage d'huile**

Le rôle des additifs sur le frottement ainsi que l'influence de l'adjonction du charbon actif sur le piégeage d'huile dans la matrice époxy a été analysé pour les compositions **Ep**, **Ep/8Ca**, **Ep/22H** et **Ep/6Ca/31H**. L'ensemble des courbes de frottement des quatre compositions sont données sur la Figure III-32.

Les compositions **Ep** et **Ep/8Ca** présentent un frottement élevé et instable de 0,7 et 0,45 respectivement. En raison de la rupture des échantillons au bout de 10 à 20 minutes environs, nous ne sommes pas en mesure d'enregistrer un nombre suffisant de points pour les courbes de frottement.

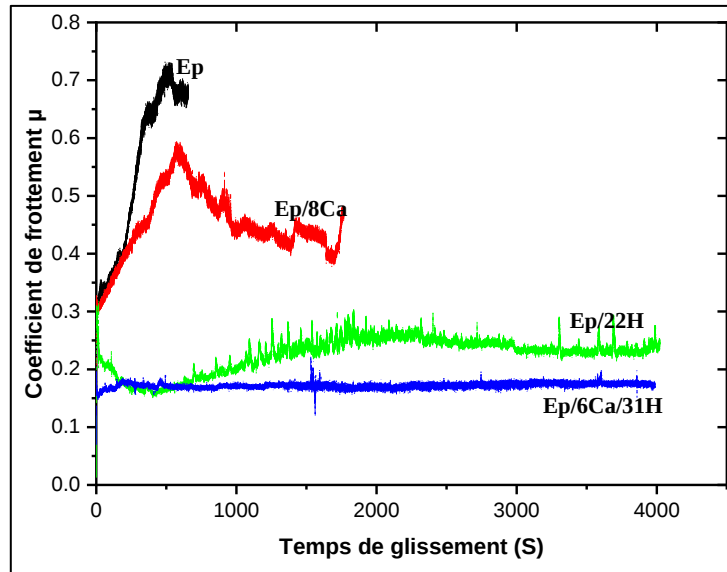


Figure III-32 : Coefficient du frottement des quatre compositions

À cause de l'effet d'huile lubrifiante piégée dans la matrice et libérée lors du frottement qui provoque une réduction du frottement, les compositions **Ep/22H** et **Ep/6Ca/31H** présentent un meilleur frottement par rapport à **Ep** et **Ep/8Ca**.

Les proportions d'additifs affectent l'usure des polymères chargés, pour permettre un équilibre entre une rigidité et une résistance à l'usure et un piégeage suffisant d'huile, une concentration maximale de charbon actif a été trouvée. Une valeur optimale de 6% de charbon actif a permis de réduire le frottement et de piéger un taux d'huile maximal qui est de 31%. Comme cité aux paragraphes précédents, moins de 6% de charbon activé, le piégeage d'huile dans la matrice n'atteint pas 31%. Plus de 6%, les résultats de la Figure III-29 montrent que le frottement augmente.

Nous constatons qu'au moment où les compositions **Ep**, **Ep/8Ca** et **Ep/22H** se déforment à une capacité de charge inférieure à 1 MPa et 1 m/s (Figure III-20 et Figure III-22), la composition **Ep/6Ca/31H** avec un taux d'huile de 31% montre une amélioration remarquable de la résistance à la déformation ainsi qu'un coefficient de frottement d'époxy réduit de 0,7 à 0,16. De ces résultats nous déduisons que l'adjonction du charbon activé ne

présente pas les qualités d'un lubrifiant solide, mais présente une influence positive sur le piégeage et l'augmentation des taux d'huile, par piégeage, qui atteint 31% pour la composition **Ep/6Ca/31H**.

3) Tests d'usure

Pour quantifier la perte de masse et le taux d'usure, les échantillons (pions) ont été pesés avant et après chaque expérience à l'aide d'une balance électronique d'une précision de 10^{-5} g. Le taux d'usure spécifique du matériau a été calculé à l'aide de l'équation (3).

$$\omega_s = \frac{\Delta m}{\rho \cdot F_N \cdot L} \left(\frac{\text{mm}^3}{\text{Nm}} \right) \quad (3)$$

Dans laquelle F_N est la charge normale appliquée à l'échantillon pendant le glissement, Δm est la perte de masse de l'échantillon, ρ est la densité de l'échantillon, et L est la distance totale de glissement.

Les tests d'usure ont été effectués pour les quatre compositions essentiellement déjà choisies (**Ep**, **Ep/8Ca**, **Ep/22H** et **Ep/8Ca/31H**). Les compositions qui ont l'huile comme additifs ont été testées dans les conditions de glissement standard de 1MPa et 1m/s. Quant aux compositions **Ep** et **Ep/8Ca** qui montrent des fragilités dans les conditions d'essais standards, les tests ont été effectués à une vitesse de glissement $V=1\text{m/s}$ et une pression de contact $P=0,5\text{Mpa}$.

La Figure III-33 représente l'évolution des taux d'usure des quatre compositions. Nous en déduisons que pour les compositions étudiées **Ep/8Ca**, **Ep/22H** et **Ep/6Ca/31H**, le taux d'usure diminue avec la distance de glissement. Pour la composition **Ep**, en raison de la rupture de l'échantillon après une distance de 800 mètres, nous ne sommes pas en mesure d'enregistrer un nombre suffisant de points pour obtenir un graphique du taux d'usure.

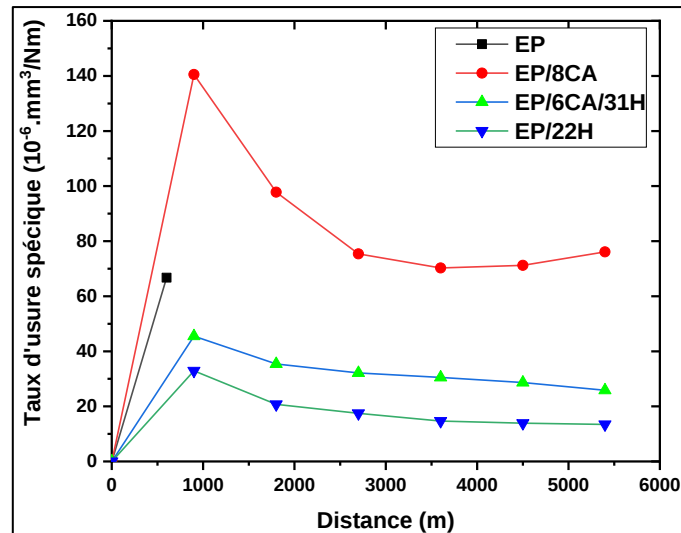
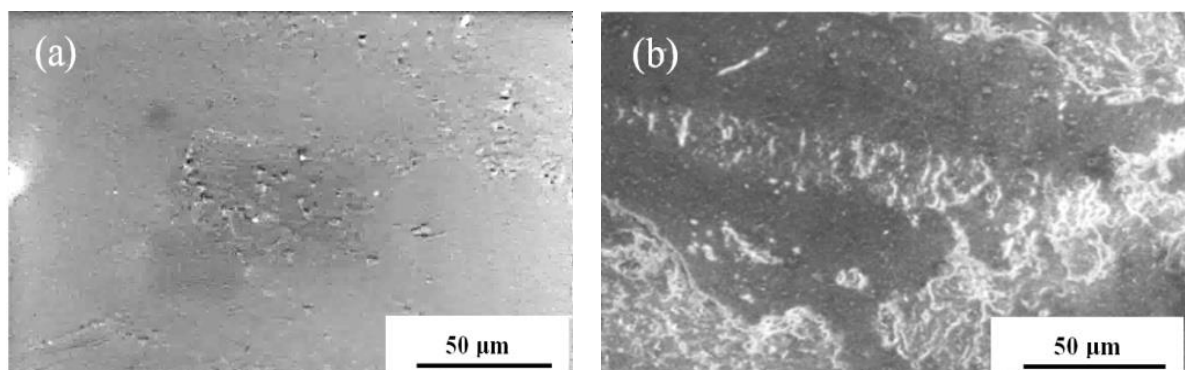


Figure III-33 : Taux d'usure spécifique des quatre compositions

Après les tests d'usure, les surfaces usées des quatre compositions ont été examinées au moyen d'un microscope électronique à balayage (MEB). Les compositions **Ep** et **Ep/8Ca** ont un taux d'usure élevé. La morphologie des surfaces usées des pions est donnée dans la Figure III-34 (a, b). Les images montrent que la surface usée est lisse ; l'usure adhésive agit comme le principal mécanisme d'usure qui conduit à la rupture des échantillons. La formation de micro-surfaces lisses sur la surface de cette composition améliore le contact du couple pion-disque, ce qui entraîne un plus grand frottement (Figure III-34b).

Figure III-34 : MEB de la surface du contact des pions de **Ep** (a) et **Ep/8Ca** (b) à une vitesse de glissement de 0.5m/s et une pression de contact de 1MPa

Les compositions **Ep/22H** et **Ep/6Ca/31H** présentent une meilleure résistance à l'usure avec des taux de $15 \cdot 10^{-6}$ et $25 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ respectivement. Pour la composition **Ep/22H**, l'effet lubrifiant d'huile libérée lors du frottement provoque une réduction du frottement et de l'usure. La Figure III-35(c) montre que les débris d'usure sont piégés dans les cavités laissées par les bulles d'huile libérée lors de glissement. Ainsi, la réduction de la quantité de débris

d'usure affaiblit l'effet abrasif des débris d'usure en tant que troisième corps dans la zone de contact⁹⁸.

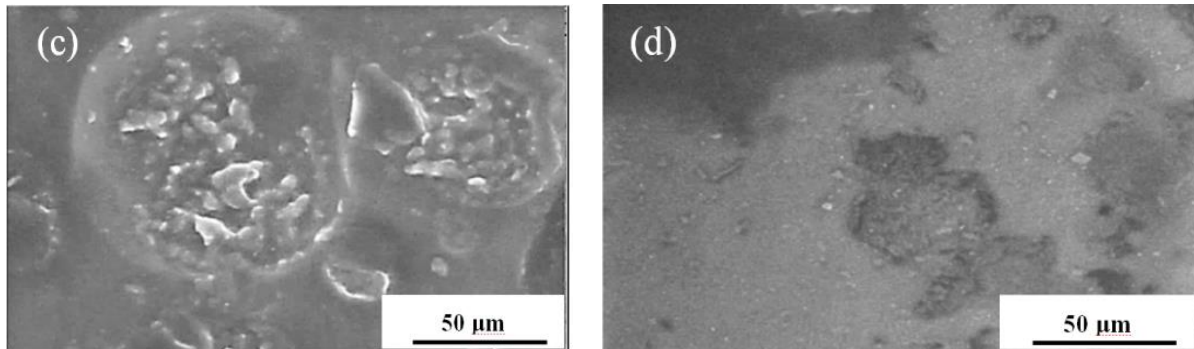


Figure III-35: MEB de la surface du contact des pions de **Ep/22H** (c) et **Ep/6Ca/31H** (d) à une vitesse de glissement de 1m/s et une pression de contact de 1MPa

Comme le montre la Figure III-35(d), l'usure de la composition **Ep/6Ca/31H** est probablement due à un mécanisme d'usure principalement causé par les débris d'usure du charbon actif qui forment un troisième corps provoquant ainsi une usure abrasive. L'ajout du charbon activé a une influence mineure sur le comportement tribologique de l'époxy (Figure III-32 et Figure III-33) avec un gain significatif qui est le piégeage d'huile dans la matrice.

III.2.3 Effet de la variation de la vitesse et de la variation de la pression sur le comportement tribologique de Ep/6Ca/31H

Parmi toutes les compositions testées, la composition **Ep/6Ca/31H** présente le plus faible frottement et une meilleure résistance à la déformation dans les conditions de glissement standard de 1MPa et 1 m/s. Afin d'évaluer le comportement au frottement et à l'usure de cette composition, différents tests d'usure ont été effectués dans des conditions de frottement plus sévères, sous différentes vitesses de glissement et différentes pressions allant de 1 à 3 MPa et une vitesse de glissement de 0,5 à 1,5 m/s. Les essais ont été effectués sur une durée d'une heure.

1) Effet de la variation de la vitesse et de la variation de la pression sur le coefficient de frottement

La Figure III-36 montre l'évolution du frottement du composite à différentes vitesses de glissement et à différentes pressions. Un seul test a été effectué dans chaque condition.

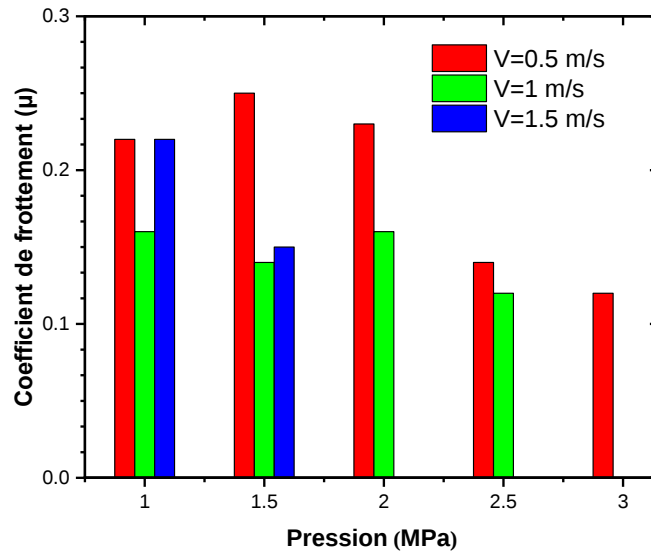


Figure III-36 : Effet de la variation de la vitesse et de la pression sur le coefficient de frottement

La figure ci-dessus montre que le frottement diminue à 1m/s mais augmente à nouveau à la vitesse de 1,5m/s. Pour cette gamme de vitesses (0,5 à 1,5 m/s), nous pouvons voir que le frottement présente une variation à rapprocher d'un comportement style courbe de Stribeck, probablement induite par la variation d'épaisseur du film lubrifiant¹¹⁴. Quant à l'influence de la pression nous remarquons que le coefficient du frottement diminue en s'approchant de 2,5 et 3Mpa.

2) Effet de la variation de la vitesse et de la variation de la pression sur le taux d'usure

L'essai d'usure consiste d'abord à prendre la pesée de l'échantillon avant le test, les pions ont été pesés sur une balance d'analyse électrique à plateau unique (Kern) dont la précision est de 10^{-5} g. À la fin de chaque test, les échantillons sont à nouveau repesés. Le taux d'usure indiqué dans la Figure III-37 est la valeur moyenne de 3 tests effectués pendant le processus d'usure.

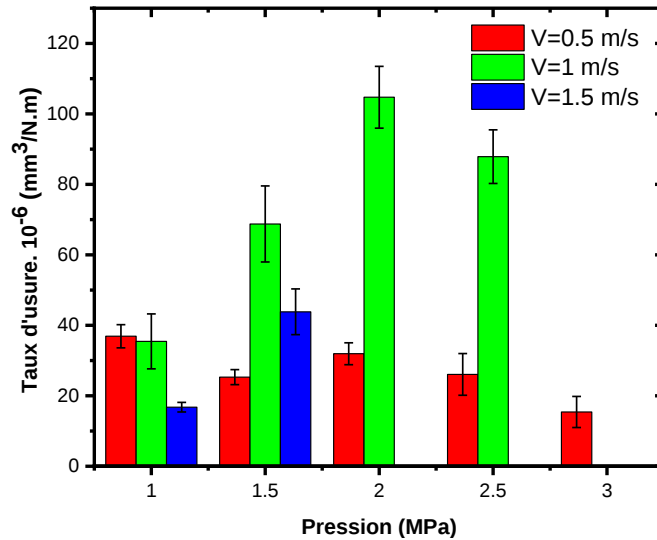


Figure III-37 : Taux d'usure sous différentes vitesses et pressions de contact

Selon le diagramme de la Figure III-37, l'influence de la vitesse de glissement sur le taux d'usure montre qu'à 1 m/s, le taux d'usure présente des pics importants par rapport aux vitesses de 0,5 m/s et 1,5 m/s. Pour les différentes vitesses utilisées, nous constatons que le taux d'usure augmente et atteint $104 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ à 2 MPa et 1m/s, à partir de cette pression, il commence à diminuer pour atteindre $15 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ à 3 MPa et 0.5 m/s. Le Tableau III-2 résume l'ensemble des résultats d'essais à vitesse et pression variable pour évaluer le produit PV.

Facteur PV		Coefficient de frottement (μ)	Taux d'usure [$10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$]
Pression	Vitesse		
1 MPa	0,5 m/s	0,22	41,7
	1 m/s	0,16	31,3
	1,5 m/s	0,22	19,4
1,5 MPa	0,5 m/s	0,25	22,6
	1 m/s	0,14	56,5
	1,5 m/s	0,15	38
2 MPa	0,5 m/s	0,23	97,7
	1 m/s	0,16	102
	1,5 m/s	0,15 pion déformé	14,3
2,5 MPa	0,5 m/s	0,14	96,1
	1 m/s	0,12	15,5
	1,5 m/s	0,15 pion déformé	94,2
3 MPa	0,5 m/s	0,12	7,96
	1 m/s	0,16 pion déformé	46,9

Tableau III-2 : Résumé des résultats des essais à vitesse et pression variables

Le produit PV a été remarquablement amélioré (atteint 3Mpa.m/s). A partir cette valeur le composite commence à subir des déformations (plastique) suite à l'augmentation de la vitesse, de la charge et de la température (Figure III-38).



Figure III-38: L'échantillon **Ep/6Ca/31H** déformé lors du test d'usure à 3Mpa.m/s

L'amélioration des caractéristiques tribologiques et du produit PV de l'époxy est due à l'ajout de charbon actif qui permet de piéger de grandes quantités d'huile dans la matrice. Cette approche (adjonction d'huile) présente l'avantage de la lubrification par fluide. Une quantité infime d'huile lubrifiante est suffisante pour améliorer sensiblement les propriétés tribologiques.

Conclusion

Après réalisation et mise en marche du tribomètre pion-disque. Les performances tribologiques des composites à base d'époxy chargé d'huile lubrifiante et de charbon actif dans diverses proportions et combinaisons ont été étudiées dans des conditions de glissement standard, c'est-à-dire à 1 MPa et 1 m/s.

Pour l'ensemble des composites élaborés, le charbon actif ajouté comme additif a montré la caractéristique de piégeage d'huile dans la matrice polymère à base d'époxy. Une caractéristique qui a permis le piégeage d'une quantité d'huile qui atteint une concentration de 31 % en poids dans la matrice. Les résultats des tests d'usure montrent que l'adjonction d'huile est un additif incontournable pour réduire le frottement et améliorer la résistance à l'usure, en particulier à des pressions et vitesses de glissement importantes. La composition contenant des additifs combinés, soit 31w% d'huile lubrifiante et 6w% de charbon actif en masse, présente une réduction de frottement et permet d'atteindre une pression de 3MPa et une vitesse de glissement de 1,5m/s. Cela signifie que la capacité de charge de l'époxy est améliorée par l'ajout de l'ensemble d'additifs solides et liquides.

Conclusion générale

Le travail présenté dans cette thèse est un travail de recherche dans le domaine de la tribologie des polymères et des composites. Les tribosystèmes polymères peuvent fonctionner sans lubrification. Les possibilités de modification des matériaux polymères par autolubrification solide ou liquide offrent de très bonnes perspectives pour trouver des composites polymères qui présentent d'excellentes propriétés tribologiques. Le but principal étant de montrer que nous pouvons améliorer le comportement tribologique du couple de frottement époxy-acier, et de vérifier l'influence du charbon actif comme additifs dans la matrice époxy.

Le premier chapitre de la thèse a présenté le contexte de la tribologie des polymères qui est un domaine en pleine expansion en raison de leurs applications croissantes dans l'industrie. Dans ce chapitre nous avons traité l'ensemble des facteurs pouvant influencer le frottement des polymères tels que les propriétés mécaniques du polymère et la façon dont ces propriétés mécaniques changent avec la température et les conditions environnementales. D'autres facteurs agissant sur les mécanismes d'usure sont l'adhésion et l'abrasion qui sont très importants dans l'analyse de frottement et d'usure des polymères.

Dans le deuxième chapitre, nous avons donné un aperçu bibliographique de l'ensemble des thématiques et des travaux effectués concernant l'utilisation des matériaux composites autolubrifiants en tribologie. Ce chapitre montre que les lubrifiants solides et liquides tels que le graphite, le PTFE et le MoS₂ ont beaucoup à offrir pour des applications tribologiques. La plupart de ces lubrifiants sont utilisés comme additifs dans les composites autolubrifiants polymères.

Le troisième chapitre contient deux parties expérimentales. La première partie traite la mise en marche d'un tribomètre pion-disque, conforme aux normes ASTM G-99, conçu et réalisé à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Ce tribomètre permet de prendre des

mesures et d'effectuer facilement des tests d'usure dans des conditions de frottement à sec et de récupérer les données en temps réel.

La deuxième partie porte sur l'amélioration des performances tribologiques de l'époxy chargés d'huile lubrifiante et de charbon actif dans diverses proportions et combinaisons ont été étudiées dans des conditions de glissement standard, c'est-à-dire à 1 MPa et 1 m/s. Les tests montrent que l'incorporation de lubrifiants liquides tels que l'huile aux polymères est une approche qui améliore les performances tribologiques des composites à base d'époxy^{98,99}; l'effet lubrifiant d'huile libérée, piégée dans la résine, offre une résine époxy avec un faible coefficient de frottement et un faible taux d'usure. L'amélioration du comportement tribologique est principalement due à la formation d'une fine couche de transfert sur les surfaces de glissement des matériaux antagoniste.

L'ensemble des tests effectués montrent que l'adjonction du charbon actif et son utilisation dans des conditions de frottement à sec, n'améliore pas les caractéristiques tribologiques de l'époxy. En revanche, l'adjonction du carbone actif présente une influence sur le piégeage d'huile dans la matrice époxy. Une possibilité de piéger des taux importants d'huile lubrifiante dans le composite qui peuvent atteindre une concentration de 31 % en poids. Un résultat pour lequel des analyses chimiques approfondies aideront certainement à mieux comprendre le phénomène de piégeage de l'huile dans la matrice.

Les perspectives de recherches futures feront l'objet d'équiper le tribomètre d'un thermocouple et d'un bain d'huile. Quant au polymère à base d'époxy, ce dernier sera renforcé de différents additifs pour améliorer ses caractéristiques mécaniques ainsi que sa conductivité thermique.

Références bibliographiques

1. Rymuza Z. Tribology of Polymers. *Arch Civ Mech Eng.* 2007;7(4):177-184. doi:10.1016/S1644-9665(12)60235-0
2. Zhang SW. State-of-the-art of polymer tribology. *Tribol Int.* 2002;31(1-3):49-60. doi:10.1016/S0301-679X(98)00007-3
3. Gao CP, Guo GF, Zhao FY, et al. Tribological behaviors of epoxy composites under water lubrication conditions. *Tribol Int.* 2016;95:333-341. doi:10.1016/j.triboint.2015.11.041
4. Chang L, Zhang Z, Breidt C, Friedrich K. Tribological properties of epoxy nanocomposites I. Enhancement of the wear resistance by nano-TiO₂ particles. In: *Wear.* Vol 258. ; 2005:141-148. doi:10.1016/j.wear.2004.09.005
5. Zhang Z, Breidt C, Chang L, Hauptert F, Friedrich K. Enhancement of the wear resistance of epoxy: Short carbon fibre, graphite, ptfе and nano-tio₂. *Compos Part A Appl Sci Manuf.* 2004;35(12):1385-1392. doi:10.1016/j.compositesa.2004.05.005
6. Kandanur SS, Rafiee MA, Yavari F, et al. Suppression of wear in graphene polymer composites. *Carbon N Y.* 2012;50(9):3178-3183. doi:10.1016/j.carbon.2011.10.038
7. Tanaka K. Effects of various fillers on the friction and wear of PTFE-based composites. 1986.
8. Wisander DW, Johnson RL. Friction and Wear of Nine Selected Polymers with Various Fillers in Liquid Hydrogen. 1969;(March 1969).
9. You YL, Li DX, Si GJ, Deng X. Investigation of the influence of solid lubricants on the tribological properties of polyamide 6 nanocomposite. *Wear.* 2014;311(1-2):57-64. doi:10.1016/j.wear.2013.12.018
10. Xu YM, Mellor BG. A comparative study of the wear resistance of thermoplastic and thermoset coatings. *Wear.* 2003;255(1-6):722-733. doi:10.1016/S0043-1648(03)00064-4
11. Jain VK, Bahadur S. Tribological behavior of unfilled and filled poly(amide-imide) copolymer. *Wear.* 1988;123(2):143-154. doi:10.1016/0043-1648(88)90096-8
12. Wang Q, Zhang X, Pei X, Wang T. Investigations of the tribological properties of carbon fabric reinforced phenolic polymer composites filled with several nanoparticles. *J Appl Polym Sci.* 2012;123(5):3081-3089. doi:10.1002/app.34915
13. Tanaka K, Ueda S. The mechanism of wear of polytetrafluoroethylene above the melting point. *Wear.* 1976;39(2):323-333. doi:10.1016/0043-1648(76)90058-2
14. Unal H, Mimaroglu A. Materials & Design Sliding friction and wear behaviour of polytetrafluoroethylene and its composites under dry conditions. 2004;25:239-245. doi:10.1016/j.matdes.2003.10.009
15. Jin Z, Chen X, Wang Y, Wang D. Thermal conductivity of PTFE composites filled with graphite particles and carbon fibers. *Comput Mater Sci.* 2015;102:45-50. doi:10.1016/j.commatsci.2015.02.019
16. Sun L, Yang Z, Li X. Tensile and tribological properties of PTFE and nanoparticles modified epoxy-based polyester fabric composites. 2008;497:487-494. doi:10.1016/j.msea.2008.07.049
17. Zhao X, Zhang G, Wang L, Xue Q. The Tribological Mechanism of MoS₂ Film under

- Different Humidity. *Tribol Lett.* 2017;65(2):1-8. doi:10.1007/s11249-017-0847-3
18. Paradecka A, Lukaszewicz K, Sondor J, Pancielejko M. Structure and tribological properties of MoS₂ low friction thin films. *ITM Web Conf.* 2017;15:06008. doi:10.1051/itmconf/20171506008
 19. Vazirisereshk MR, Martini A, Strubbe DA, Baykara MZ. Solid lubrication with MoS₂: A review. *Lubricants.* 2019;7(7). doi:10.3390/LUBRICANTS7070057
 20. Brendle M, Fatkin J, Turgis P, Gilmore R. Mechanisms of graphite transfer on steel as studied by image analysis. *Tribol Trans.* 1990;33(4):471-480. doi:10.1080/10402009008981978
 21. Bryant PJ, Gutshall PL, Taylor LH. A study of mechanisms of graphite friction and wear. *Wear.* 1964;7(1):118-126. doi:10.1016/0043-1648(64)90083-3
 22. Chung DDL. Review: Graphite. *J Mater Sci.* 2002;37(8):1475-1489. doi:10.1023/A:1014915307738
 23. Guo F, Tian Y, Liu Y, Wang Y. Tribological behaviors of graphite sliding against cemented carbide in CaCl₂ solution. *Surf Topogr Metrol Prop.* 2015;3(4). doi:10.1088/2051-672X/3/4/044003
 24. Palabiyik M, Bahadur S. Tribological studies of polyamide 6 and high-density polyethylene blends filled with PTFE and copper oxide and reinforced with short glass fibers. 2002;253:369-376.
 25. Sinha SK, Briscoe BJ. *Polymer Tribology*; 2009.
 26. Tewari US, Sharma SK, Vasudevan P. *Polymer Tribology*. Vol C29.; 1989. doi:10.1533/9781782421788.1
 27. Fox M. Lube-Tech Polymer Tribology Lube-Tech. *Eur Lubr Ind Mag.* 2016;135(106):32-37.
 28. Briscoe BJ, Sinha SK. Tribology of Polymeric Solids and Their Composites. *Wear - Mater Mech Pract.* 2014;216:223-267. doi:10.1002/9780470017029.ch10
 29. Evans DC, Lancaster JK. *The Wear of Polymers*. Vol 13. ACADEMIC PRESS, INC.; 1979. doi:10.1016/s0161-9160(13)70066-8
 30. Bhushan B. *PRINCIPLES AND APPLICATIONS OF TRIBOLOGY*; 2013.
 31. Omrani E, Rohatgi PK, Menezes PL. *Tribology and Applications of Self-Lubricating Materials*; 2017. doi:10.1201/9781315154077
 32. Bahadur S, Gong D. The action of fillers in the modification of the tribological behavior of polymers. *Wear.* 1992;158(1-2):41-59. doi:10.1016/0043-1648(92)90029-8
 33. Tewari US, Sharma SK, Vasudevan P. *Polymer Tribology*. Vol C29.; 1989. doi:10.1533/9781782421788.1
 34. Hokkirigawa K, Kato K. An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear. *Tribol Int.* 1988;21(1):51-57. doi:10.1016/0301-679X(88)90128-4
 35. Tabor D. Friction, Adhesion, and Boundary Lubrication of Polymers. *Am Chem Soc, Div Org Coatings Plast Chem* 1974. 1974;34(1):203-218.
 36. Mortazavi M, Nosonovsky M. Adhesion, Wetting, and Superhydrophobicity of Polymeric Surfaces. *Polym Adhes Frict Lubr.* 2013;177-226. doi:10.1002/9781118505175.ch5
 37. Kumar S. Physico-Mechanical and Tribological Properties of Glass Fiber based Epoxy Hybrid Natural Composite Sandeep. doi:03.AETS.2013.3.200
 38. Pooley CM, Tabor D, A PRSL. Friction and molecular structure: the behaviour of some thermoplastics. *Proc R Soc London A Math Phys Sci.* 1972;329(1578):251-274.

- doi:10.1098/rspa.1972.0112
39. Myshkin N, Kovalev A. Adhesion and surface forces in polymer tribology—A review. *Friction*. 2018;6(2):143-155. doi:10.1007/s40544-018-0203-0
 40. Fundamentals S. *Encyclopedia of Tribology*.; 2013. doi:10.1007/978-0-387-92897-5
 41. Sviridyonok AI, Bely VA, Smurugov VA, Savkin VG. A study of transfer in frictional interaction of polymers. *Wear*. 1973;25(3):301-308. doi:10.1016/0043-1648(73)90001-X
 42. Grigor'ev AY, Dubravin AM, Kovalev A V., Kovaleva IN, Komkov OY, Myshkin NK. Measurement of contact adhesion and attraction between engineering surfaces. *Trenie i Iznos*. 2003;24(4):405-412.
 43. Kovalev A V., Kovaleva IN, Myshkin NK. Phenomenological model of adhesion contact. *Trenie i Iznos*. 2005;26(6):575-585.
 44. M.H.J. *Surface Effects in Adhesion, Friction, Wear and Lubrication*. Vol 85.; 1983. doi:10.1016/0043-1648(83)90069-8
 45. Yoshizawa H, Chen YL, Israelachvili J. Fundamental mechanisms of interfacial friction. 1. Relation between adhesion and friction. *J Phys Chem*. 1993;97(16):4128-4140. doi:10.1021/j100118a033
 46. Chen N, Maeda N, Tirrell M, Israelachvili J. Adhesion and friction of polymer surfaces: The effect of chain ends. *Macromolecules*. 2005;38(8):3491-3503. doi:10.1021/ma047733e
 47. Bely VA, Sviridyonok AI, Smurugov VA, Nevzorov V V. Adhesive wear of polymers. *J Tribol*. 1977;99(4):396-400. doi:10.1115/1.3453232
 48. De T. Spectrométrie de masse Principe Théorie du contact Hertz - - Contacts ponctuels ou linéiques et appareillage Par : Théorie du contact de Hertz Contacts ponctuels ou linéiques. 2015;33(0).
 49. Derjaguin B V., Muller VM, Toporov YP. Effect of contact deformation on the adhesion of elastic solids. *J Colloid Interface Sci*. 1975;53(2):314-326. [http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0021979775900181%0Apapers3://publication/doi/10.1016/0021-9797\(75\)90018-1](http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0021979775900181%0Apapers3://publication/doi/10.1016/0021-9797(75)90018-1).
 50. Johnson KL, Kendall K, Roberts AD. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc R Soc London A Math Phys Sci*. 1971;324(1558):301-313. doi:10.1098/rspa.1971.0141
 51. Johnson KL, Greenwood JA. Johnson_Greenwood_1997. 1997;333(192):1-8. <papers://ab3587e6-c7a5-4d48-999f-f9c49d47016a/Paper/p49>.
 52. Prokopovich P, Perni S. Comparison of JKR- and DMT-based multi-asperity adhesion model: Theory and experiment. *Colloids Surfaces A Physicochem Eng Asp*. 2011;383(1-3):95-101. doi:10.1016/j.colsurfa.2011.01.011
 53. Taylor P, Maugis D. Journal of Adhesion Science and On the contact and adhesion of rough surfaces. *J Adhes Sci Technol*. 1996;10(June 2013):161-175. <http://dx.doi.org/10.1163/156856196X00832>.
 54. Myshkin NK, Kovalev A V. Chapter 1 adhesion and friction of polymers. *Polymer (Guildf)*. 5(i):3-5.
 55. Ciavarella M, Joe J, Papangelo A, Barber JR, Bari P, Japigia V. The role of adhesion in contact mechanics. 2019.
 56. Johnson KL. A note on the adhesion of elastic solids. *Br J Appl Phys*. 1958;9(5):199-200. doi:10.1088/0508-3443/9/5/307
 57. Horn RG, Israelachvili JN, Pribac F. Measurement of the deformation and adhesion of solids in contact. *J Colloid Interface Sci*. 1987;115(2):480-492. doi:10.1016/0021-9797(87)90065-8

58. Marley FJ, Scott W. *Adhesion between Bone Cement and Hip Prosthesis*. Vol 38. Elsevier Masson SAS; 2000. doi:10.1016/s0167-8922(00)80135-2
59. Viswanathan K, Sundaram NK, Chandrasekar S. Stick-slip at soft adhesive interfaces mediated by slow frictional waves. *Soft Matter*. 2016;12(24):5265-5275. doi:10.1039/c6sm00244g
60. Viswanathan K, Sundaram NK. Distinct stick-slip modes in adhesive polymer interfaces. *Wear*. 2017;376-377:1271-1278. doi:10.1016/j.wear.2016.12.017
61. Briscoe BJ, Sinha SK. Wear of polymers. *Proc Inst Mech Eng Part J J Eng Tribol*. 2002;216(6):401-413. doi:10.1243/135065002762355325
62. Myshkin NK, Petrokovets MI, Kovalev A V. Tribology of polymers: Adhesion, friction, wear, and mass-transfer. *Tribol Int*. 2005;38(11-12 SPEC. ISS.):910-921. doi:10.1016/j.triboint.2005.07.016
63. Budinski KG. Resistance to particle abrasion of selected plastics. *Wear*. 1997;203-204:302-309. doi:10.1016/S0043-1648(96)07346-2
64. Pooley CM, Tabor D. Friction and molecular structure: the behaviour of some thermoplastics. *Proc R Soc London A Math Phys Sci*. 1972;329(1578):251-274. doi:10.1098/rspa.1972.0112
65. Lancaster JK. Estimation of the limiting PV relationships for thermoplastic bearing materials. *Tribology*. 1971;4(2):82-86. doi:10.1016/0041-2678(71)90136-9
66. Askeland DR. *The Science and Engineering of Materials - Seventh Edition.*; 2016.
67. Ainbinder SB, Tyunina EL. Friction of polymeric materials. 4. effect of temperature and relative sliding velocity on the coefficient of friction of elastomers. *Polym Mech*. 1974;10(6):905-910. doi:10.1007/BF00856240
68. Ettles CM, Hardie CE. The friction of some polymers and elastomers at high values of pressure X velocity. 1988;110(88).
69. Basu B, Kalin M. *Tribology of Ceramics and Composites: A Materials Science Perspective.*; 2011. doi:10.1002/9781118021668
70. Bekhet NE. Tribological behaviour of drawn polypropylene. *Wear*. 1999;236(1-2):55-61. doi:10.1016/S0043-1648(99)00262-8
71. Friedrich K, Reinicke R, Zhang Z. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers , Part J: Journal of Engineering Tribology Wear of polymer composites. 2002. doi:10.1243/135065002762355334
72. Dong C, Yuan C, Bai X, Qin H, Yan X. Investigating relationship between deformation behaviours and stick-slip phenomena of polymer material. *Wear*. 2017;376-377:1333-1338. doi:10.1016/j.wear.2017.01.061
73. Friedrich K, Lu Z, Häger AM. Overview on polymer composites for friction and wear application. *Theor Appl Fract Mech*. 1993;19(1):1-11. doi:10.1016/0167-8442(93)90029-B
74. Lancaster JK. Lubrication by transferred films of solid lubricants. *ASLE Trans*. 1965;8(2):146-155. doi:10.1080/05698196508972088
75. Pauleau Y. Propriétés tribologiques de revêtements et couches minces anti-frottement à haute température. 1997.
76. Tanaka K, Uchiyama Y, Toyooka S. The mechanism of wear of polytetrafluoroethylene. *Wear*. 1973;23(2):153-172. doi:10.1016/0043-1648(73)90081-1
77. Bunn CW, Howells ER. Structures of molecules and crystals of fluoro-carbons. *Nature*. 1954;174(4429):549-551. doi:10.1038/174549a0
78. Makinson KR, Tabor D, A PRSL. The friction and transfer of polytetrafluoroethylene. *Proc R Soc London Ser A Math Phys Sci*. 1964;281(1384):49-61. doi:10.1098/rspa.1964.0168

79. Sawyer WG, Freudenberg KD, Bhimaraj P, Schadler LS. A study on the friction and wear behavior of PTFE filled with alumina nanoparticles. *Wear*. 2003;254(5-6):573-580. doi:10.1016/S0043-1648(03)00252-7
80. Bijwe J, Sharma M. Nano and Micro PTFE for Surface Lubrication of Carbon Fabric Reinforced Polyethersulphone Composites. doi:10.1007/978-3-642-33882-3
81. Zhang ZZ, Liu WM, Xue QJ. Effects of various kinds of fillers on the tribological behavior of polytetrafluoroethylene composites under dry and oil-lubricated conditions. *J Appl Polym Sci*. 2001;80(11):1891-1897. doi:10.1002/app.1286
82. Zibo Y, Xing H, Rongguang L. Sealing Performance and Wear Mechanism of PTFE Oil Seal. In: *Advanced Tribology*. Vol 27. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2009:287-291. doi:10.1007/978-3-642-03653-8_90
83. Huang T, Lu R, Wang H, Ma Y, Tian J, Li T. Investigation on the tribological properties of POM modified by nano-PTFE. *J Macromol Sci Part B Phys*. 2011;50(7):1235-1248. doi:10.1080/00222348.2010.503152
84. Bowden FP, Young JE. Friction of diamond, graphite, and carbon and the influence of surface films. *Proc R Soc London Ser A Math Phys Sci*. 1951;208(1095):444-455. doi:10.1098/rspa.1951.0173
85. Savage RH. Graphite Lubrication. 1948;1. doi:10.1063/1.1697867
86. Huang J, Zhou X, Wang J, Tang X, Kuang F. Influence of temperature on friction of polymeric materials in water. *Wear*. 2019;426-427(1178):868-876. doi:10.1016/j.wear.2019.01.115
87. Chen Z, He X, Xiao C, Kim SH. Effect of humidity on friction and Wear-A critical review. *Lubricants*. 2018;6(3):1-26. doi:10.3390/lubricants6030074
88. Yen BK. Influence of water vapor and oxygen on the tribology of carbon materials with sp² valence configuration. *Wear*. 1996;192(1-2):208-215. doi:10.1016/0043-1648(95)06807-4
89. Erdemir A. Solid lubricants and self-lubricating films. *Mod Tribol Handb Vol One Princ Tribol*. 2000:787-825. doi:10.1201/9780849377877.ch22
90. Rietsch J, Brender P, Dentzer J, Gadiou R, Vidal L, Vix-guterl C. Evidence of water chemisorption during graphite friction under moist conditions. *Carbon N Y*. 2012;55:90-97. doi:10.1016/j.carbon.2012.12.013
91. Hu KH, Wang J, Schraube S, Xu YF, Hu XG, Stengler R. Tribological properties of MoS₂ nano-balls as filler in polyoxymethylene-based composite layer of three-layer self-lubrication bearing materials. *Wear*. 2009;266(11-12):1198-1207. doi:10.1016/j.wear.2009.03.036
92. Rabaso P, Ville F, Dassenoy F, et al. Boundary lubrication: Influence of the size and structure of inorganic fullerene-like MoS₂ nanoparticles on friction and wear reduction. *Wear*. 2014;320(1):161-178. doi:10.1016/j.wear.2014.09.001
93. Bhushan B. *Modern Tribology Handbook*.; 2000.
94. Holinski R, Gänsheimer J. A study of the lubricating mechanism of molybdenum disulfide. *Wear*. 1972;19(3):329-342. doi:10.1016/0043-1648(72)90124-X
95. Li X, Gao Y, Xing J, Wang Y, Fang L. Wear reduction mechanism of graphite and MoS₂ in epoxy composites. *Wear*. 2004;257(3-4):279-283. doi:10.1016/j.wear.2003.12.012
96. Qiu S, Li X, Chen B. Fabrication of MoS₂ ultrathin nanosheets and its tribological properties as lubricating additive of polyimide. *Chalcogenide Lett*. 2017;14(12):511-519.
97. Johnson MBP and RL. FRIC TION AND WEAR INVESTIGATION OF MOL YBDENUM DISULFIDE. 1953.
98. Guo OB, Lau KT, Zheng BF, Rong MZ, Zhang MQ. Imparting ultra-low friction and wear rate

- to epoxy by the incorporation of microencapsulated lubricant? *Macromol Mater Eng.* 2009;294(1):20-24. doi:10.1002/mame.200800257
99. Kumar V, Sinha SK, Agarwal AK. Tribological studies of epoxy composites with solid and liquid fillers. *Tribol Int.* 2017;105(August 2016):27-36. doi:10.1016/j.triboint.2016.09.010
 100. Baptista R, Mendão A, Rodrigues F, Figueiredo-Pina CG, Guedes M, Marat-Mendes R. Effect of high graphite filler contents on the mechanical and tribological failure behavior of epoxy matrix composites. *Theor Appl Fract Mech.* 2016;85:113-124. doi:10.1016/j.tafmec.2016.08.013
 101. Tsukizoe T, Ohmae N. Friction and Wear Performance of Unidirectionally Oriented Glass, Carbon, Aramid and Stainless Steel Fiber-Reinforced Plastics. *Compos Mater Ser.* 1986;1(C):205-231. doi:10.1016/B978-0-444-42524-9.50011-9
 102. Tang H, Zeng X, Xiong X, Li L, Jizhao Zou. Mechanical and tribological properties of short-fiber-reinforced SiC composites. *Tribol Int.* 2009;42(6):823-827. doi:10.1016/j.triboint.2008.10.017
 103. L. Chang ZZ. Tribological properties of epoxy nanocomposites Part II. A combinative effect of short carbon fibre with nano-TiO₂. *wear.* 2006;260:869–878. doi:10.1016/j.wear.2005.04.002
 104. Agrawal S, Singh KK, Sarkar PK. A comparative study of wear and friction characteristics of glass fibre reinforced epoxy resin, sliding under dry, oil-lubricated and inert gas environments. *Tribol Int.* 2016;96:217-224. doi:10.1016/j.triboint.2015.12.033
 105. Brostow W, Vrsaljko D, Whitworth J. TRIBOLOGY OF POLYMERS AND POLYMER-BASED. 2010;32:273-290.
 106. Flöck J, Friedrich K, Yuan Q. On the friction and wear behaviour of PAN- and pitch-carbon fiber reinforced PEEK composites. *Wear.* 1999;225-229(I):304-311. doi:10.1016/S0043-1648(99)00022-8
 107. Chang L, Zhang Z, Zhang H, Friedrich K. Effect of nanoparticles on the tribological behaviour of short carbon fibre reinforced poly(etherimide) composites. *Tribol Int.* 2005;38(11-12 SPEC. ISS.):966-973. doi:10.1016/j.triboint.2005.07.026
 108. Friedrich K. Polymer composites for tribological applications. *Adv Ind Eng Polym Res.* 2018;1(1):3-39. doi:10.1016/j.aiepr.2018.05.001
 109. Chang L, Zhang Z, Ye L, Friedrich K. Tribological properties of epoxy nanocomposites. III. Characteristics of transfer films. *Wear.* 2007;262(5-6):699-706. doi:10.1016/j.wear.2006.08.002
 110. Zhang Z, Friedrich K. Tribological Characteristics of Micro- and Nanoparticle Filled Polymer Composites. In: *Polymer Composites*. Springer-Verlag; 2005:169-185. doi:10.1007/0-387-26213-x_10
 111. Larsen T, Andersen TL, Thorning B, Vigild ME. The effect of particle addition and fibrous reinforcement on epoxy-matrix composites for severe sliding conditions. *Wear.* 2008;264(9-10):857-868. doi:10.1016/j.wear.2006.12.078
 112. Method ST. Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus 1. *Wear.* 2011;05(Reapproved 2010):1-5. doi:10.1520/G0099-05R10.2
 113. Goër JLE, Avril J, Esl I, Technique É, Élève A, École D. Capteurs à jauges extensométriques Capteurs à jauges extensométriques. 2021;33(0).
 114. Mechanisms L. Video Course on Tribology Prof. Dr. Harish Hirani Department of Mechanical Engineering Indian institute of Technology, Delhi .

Abstract

The incorporation of lubricating oil at high levels in the epoxy composite materials takes it possible to obtain materials with low friction and wear. This thesis evaluates the wear behavior of an epoxy-based composite obtained by the addition of lubricating oil and activated carbon. An oil content of up to 31wt% is trapped and maintained in the matrix by the presence of activated carbon. The wear experiments are carried out on a pin-on-disk type tribometer designed and realized at the University Mouloud MAMMERI of Tizi-Ouzou. The tests are carried out on pins of different compositions sliding on steel discs (XC48) under dry friction conditions. The effect of various parameters such as speed and loading has been investigated. The wear surfaces are analyzed by using a scanning electron microscope to observe the different wear mechanisms. The results show that the addition of activated carbon made it possible to trap large quantities of oil in the matrix. This decreased greatly the coefficient of friction and increased the capacity of the sample to withstand higher values of sliding velocities and pressures.

Résumé

L'incorporation d'huile lubrifiante à des niveaux élevés dans les matériaux composites époxy permet d'obtenir des matériaux à faible frottement et faible usure. Cette thèse évalue le comportement à l'usure d'un composite à base d'époxy obtenu par l'ajout d'huile lubrifiante et de charbon actif. Une teneur en huile allant jusqu'à 31 % en poids est piégée et maintenue dans la matrice par la présence de charbon actif. Les expériences d'usure sont effectuées sur un tribomètre de type "pion-disque" conçu et réalisé à l'université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou. Les tests sont effectués sur des pions de différentes compositions glissant sur des disques en acier (XC48) dans des conditions de frottement à sec. L'effet de divers paramètres tels que la vitesse de glissement et la charge a été étudié. Les surfaces d'usure sont analysées en utilisant un microscope électronique à balayage pour observer les différents mécanismes d'usure. Les résultats montrent que l'ajout de charbon actif a permis de piéger de grandes quantités d'huile dans la matrice. Cela a permis de réduire considérablement le coefficient de frottement et d'augmenter la capacité de l'échantillon à supporter des valeurs plus élevées de vitesses de glissement et de pressions.