



Matériaux composites à matrice organique pour garnitures de frein : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique

Nesrine Hentati

► **To cite this version:**

Nesrine Hentati. Matériaux composites à matrice organique pour garnitures de frein : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique : analyse des liens entre le procédé d'élaboration, la microstructure, les propriétés et le comportement tribologique. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Centrale de Lille; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2014. Français. NNT : 2014ECLI0012 . tel-01328083

HAL Id: tel-01328083

<https://theses.hal.science/tel-01328083>

Submitted on 7 Jun 2016

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

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

N° d'ordre : 249

ÉCOLE CENTRALE DE LILLE

THESE

Présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

Spécialité : MECANIQUE

par

Nesrine HENTATI

**DOCTORAT DELIVRE SIMULTANEMENT PAR L'ECOLE CENTRALE DE LILLE ET L'ECOLE NATIONALE
D'INGENIEURS DE SFAX DANS LE CADRE D'UNE COTUTELLE INTERNATIONALE DE THESE**

Titre de la thèse :

**MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE ORGANIQUE POUR GARNITURES DE
FREIN : ANALYSE DES LIENS ENTRE LE PROCEDE D'ELABORATION, LA
MICROSTRUCTURE, LES PROPRIETES ET LE COMPORTEMENT
TRIBOLOGIQUE**

Soutenue le 26 juin 2014 devant le jury d'examen :

Président	Ali ZGHAL, Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tunis
Rapporteur	Jean DENAPE, Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes
Rapporteur	Mohamed KHARRAT, Professeur, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax
Examineur	Hamid ZAIDI, Professeur, Université de Poitiers
Directeur de Thèse	Yannick DESPLANQUES, Professeur, Ecole Centrale de Lille
Directeur de Thèse	Riadh ELLEUCH, Professeur, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax
Invitée	Anne-Lise CRISTOL, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lille
Invité	Mohamed REGAYEG, Ingénieur PDG, Groupe SOPAL, Sfax

Thèse préparée dans
le Laboratoire de Mécanique de Lille et le Laboratoire des Systèmes Électro-Mécaniques de Sfax
Ecole Doctorale SPI 072 (ECLille) - Ecole Doctorale ST (ENISfax)
PRES Université Lille Nord-de-France

Table des matières

Table des matières.....	1
Introduction générale.....	6
Chapitre I : Etat de l'art.....	9
I. Matériaux composites à matrice organique.....	11
1. <i>Les liants</i>	11
2. <i>Les fibres de renforcement</i>	14
3. <i>Les charges</i>	15
II. Procédé de fabrication des matériaux composites à matrice organique.....	16
1. <i>Etape de mélange</i>	17
2. <i>Etape de préformage</i>	18
3. <i>Etape de moulage à chaud</i>	19
4. <i>Etape de post cuisson</i>	20
III. Performances en freinage.....	21
1. <i>Phénomènes mis en jeu en service</i>	22
1.1. <i>Phénomènes thermiques</i>	22
1.2. <i>Phénomènes tribologiques</i>	24
1.2.1. <i>Formation de troisième corps</i>	24
1.2.2. <i>Frottement</i>	27
1.2.3. <i>Usure</i>	28
1.3. <i>Couplage des phénomènes mécaniques, thermiques et tribologiques</i>	29
1.3.1. <i>Couplage mécanique-thermique</i>	29
1.3.2. <i>Couplage thermique-tribologie</i>	30
2. <i>Lien matériau- procédé – propriétés et performance</i>	32
3. <i>Expertise d'un matériau de friction industriel usé en service</i>	33

3.1. <i>Matériau de friction expertisé</i>	34
3.2. <i>Zones expertisées du matériau de friction</i>	35
3.2.1. <i>Entrée de contact</i>	35
3.2.2. <i>Sortie de contact</i>	37
3.2.3. <i>Zone fissurée</i>	39
IV. Conclusion	41
Chapitre II : Elaboration d'un matériau modèle	42
I. Analyse du procédé industriel	44
1. <i>Mélange</i>	44
2. <i>Préformage</i>	45
3. <i>Moulage à chaud</i>	45
4. <i>Trempe dans l'eau</i>	49
5. <i>Post cuisson</i>	50
II. Elaboration du matériau modèle	51
1. <i>Formulation du matériau modèle</i>	51
2. <i>Fabrication du matériau modèle</i>	53
2.1. <i>Mélange à l'échelle laboratoire</i>	54
2.1.1. <i>Définition des paramètres de tamisage</i>	54
2.1.2. <i>Recherche d'une granulométrie similaire au mélange industriel Mi</i>	56
2.2. <i>Essais de validation des paramètres de mélange</i>	57
III. Propriétés et performances	60
1. <i>Caractérisation microstructurale</i>	60
2. <i>Transformations thermo induites</i>	61
2.1. <i>Analyse thermogravimétrique</i>	61
2.2. <i>Dilatation thermique</i>	62
3. <i>Etude des propriétés thermo-physiques et mécaniques</i>	63
3.1. <i>Propriétés thermo- physiques</i>	63

3.2. Propriétés mécaniques : modules de compression.....	67
4. Comportement en frottement et en usure.....	71
4.1. Programme des essais d'usure.....	71
4.2. Température de masse du disque et du pion.....	72
4.3. Frottement.....	74
4.4. Taux d'usure spécifique.....	76
5. Comportement en freinage.....	76
5.1. Tribomètre de freinage et programme d'essai.....	76
5.2. Comportement en freinage.....	79
5.2.1. Essai de freinage d'efficacité ordinaire.....	79
5.2.2. Essai de perte d'efficacité.....	80
IV. Conclusion.....	81
Chapitre III : Etude du moulage à chaud.....	83
I. Etude du couple de paramètres de moulage à chaud (Température, durée)..	85
1. Détermination des durées de polymérisation de la résine à différentes températures.....	85
1.1. Essais DSC.....	85
1.2. Essais Kinemat.....	86
2. Caractérisation des matériaux moulés	89
2.1. Polymérisation de la résine.....	89
2.2. Réticulation de la résine.....	89
2.3. Microstructure.....	91
3. Caractérisation des matériaux post cuits	93
3.1. Propriétés thermo-physiques.....	93
3.2. Propriétés mécaniques.....	94
4. Comportement en frottement et usure des matériaux post cuits.....	96
4.1. Frottement.....	96

4.2. <i>Usure</i>	98
4.3. <i>Mécanismes de frottement et d'usure</i>	99
5. Comportement en freinage des matériaux post cuits	104
5.1. <i>Essais de freinage d'efficacité ordinaire</i>	105
5.1.1. Comportement en frottement et à l'usure.....	105
5.1.2. Phénomènes thermomécaniques.....	106
5.1.3. Mécanismes de frottement et d'usure mis en jeu.....	111
5.2. <i>Essais de freinage de perte d'efficacité</i>	113
5.2.1. Comportement en frottement et à l'usure.....	113
5.2.2. Mécanismes de frottement et d'usure.....	116
II. Evolution de la microstructure et de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud	117
1. <i>Protocole expérimental d'élaboration des échantillons moulés</i>	118
2. <i>Développement d'une formulation M'</i>	119
2.1. <i>Formulation M'_M</i>	119
2.2. <i>Formulation M'_V</i>	121
3. <i>Evolution de la microstructure</i>	124
4. <i>Evolution de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud</i>	127
III. Conclusion	128
Chapitre IV : Etude de la post cuisson	130
I. Choix des durées de post cuisson en laboratoire	131
1. <i>Dispositif expérimental</i>	131
2. <i>Etude mécanique de différentes durées de post cuisson</i>	132
3. <i>Etude mécanique des durées de post cuisson 10h et 6h</i>	135
II. Influence de la durée de post cuisson sur les propriétés et le comportement en frottement	140
1. <i>Microstructure</i>	140
2. <i>Conductivité thermique</i>	141

3. Frottement et usure	141
3.1. <i>Comportement en frottement et à l'usure</i>	142
3.1.1. Comportement en frottement.....	142
3.1.2. Comportement en usure.....	144
3.2. <i>Mécanismes de frottement et d'usure</i>	145
III. Conclusion	154
Conclusion générale et perspectives	156
Références bibliographiques	160

Introduction générale

Étant donné leur rôle sécuritaire, les freins constituent l'un des organes les plus sensibles d'un véhicule. Leur efficacité et leur fiabilité dépendent directement du matériau de friction qui constitue la garniture de frein. Un matériau de friction doit présenter de multiples qualités telles que d'excellentes propriétés thermiques et mécaniques, un frottement peu sensible aux conditions d'exploitation et au fade, une bonne résistance à l'usure, une faible sensibilité aux excitations vibratoires, une facilité d'élaboration à un coût acceptable, etc.

Depuis l'exclusion de l'amiante, déclarée cancérigène, de la composition des matériaux de friction, la formulation des garnitures de frein à matrice organique s'est considérablement complexifiée depuis les deux dernières décennies pour satisfaire une demande de plus en plus exigeante du point de vue des performances et dans un contexte de développement durable. Les développements des matériaux de friction organiques, qui ont ainsi conduit à des formulations composées de plus d'une vingtaine de constituants, reposent essentiellement sur le savoir faire des industriels, le plus souvent acquis de l'expérience par une démarche essai-erreur, sans réelle compréhension du fonctionnement de la formulation et du rôle de son élaboration sur les performances.

L'une des raisons est la complexité du procédé de fabrication, qui comprend une succession d'étapes (mélange, préformage à froid, moulage à chaud sous pression, post-cuisson, parachèvements), qui dépend ainsi de nombreux paramètres, et qui contribue fortement aux propriétés et aux comportements des matériaux de friction organiques. L'amélioration des performances bute face cette complexité, abordée de façon heuristique plutôt que scientifique, dans un cadre fortement concurrentiel, dominée par l'industrie et la protection du savoir faire où peu d'informations sont partagées. Très peu d'efforts ont été effectués pour une démarche scientifique de compréhension de l'influence du procédé d'élaboration sur les performances des matériaux de friction.

Cette étude concerne les matériaux de friction composites à matrice organique utilisés dans les applications de freinage automobile. Elle vise à établir des liens entre le procédé d'élaboration, les propriétés et les performances de ces matériaux. Les travaux se sont focalisés sur les étapes de moulage à chaud et de post cuisson, plus spécifiquement sur l'étude et l'analyse de l'influence de la durée et de la température de moulage à chaud d'une part, de la durée de la post cuisson d'autre part.

Les travaux se sont déroulés en collaboration entre le Laboratoire des Systèmes Electro-Mécaniques à Sfax (LASEM) et le Laboratoire de Mécaniques de Lille (LML), dans le cadre d'une cotutelle entre l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Sfax (ENIS) et l'Ecole Centrale de Lille (ECL). Ils ont fait l'objet d'un projet conjoint du Partenariat Hubert Curien Utique/CMCU, dans le domaine du partenariat industriel avec la société tunisienne de Garnitures STUGAFREM (Groupe SOPAL), qui produit des garnitures de frein pour véhicule automobile.

La stratégie adoptée consiste à exploiter des matériaux « modèles » ayant une formulation simplifiée. Il s'agit de s'affranchir de la complexité des formulations industrielles dans un objectif de compréhension des phénomènes qui apparaissent au cours du frottement. Ces matériaux simplifiés, dérivés d'une formulation commercialisée, ont été développés en collaboration avec le partenaire industriel, avec une attention particulière à leurs performances qui doivent être suffisantes pour étudier ces matériaux modèles dans des conditions réalistes de l'utilisation des matériaux de friction pour garniture de frein.

Le présent mémoire est organisé en quatre chapitres :

- Le **premier chapitre** concerne, dans une première partie, l'**état de l'art** sur les différentes familles de constituants d'un matériau de friction à matrice organique pour garniture de frein. La seconde partie du chapitre présente le procédé de fabrication, le rôle de ses étapes successives, ainsi que les différentes stratégies industrielles adoptées pour la fabrication des matériaux de friction à matrice organique. La troisième partie de ce chapitre dresse un état de l'art des phénomènes multiphysiques induits par le freinage par friction, des couplages entre ces différents phénomènes, et de la relation entre le procédé, les propriétés et les performances. Ce chapitre est clôturé par une expertise d'un matériau de friction de formulation industrielle utilisé en service.
- Après une analyse détaillée du procédé industriel étudié, le **deuxième chapitre** met en place les **outils développés** pour conduire les travaux de recherche. En premier lieu, la mise au point d'une formulation simplifiée modèle « M » et de son élaboration est présentée. Cette formulation constitue la base des travaux menés sur le procédé d'élaboration. Le chapitre aborde ensuite la caractérisation de cette formulation. Au-delà des propriétés thermophysiques, mécaniques et tribologiques de ce matériau élémentaire, il s'agit de définir les protocoles expérimentaux qui seront utilisés, notamment pour étudier le comportement mécanique, le comportement en frottement et à l'usure, ainsi que les performances en freinage des matériaux étudiés.

- Le **troisième chapitre** est consacré à l'**étude du moulage à chaud**, plus spécifiquement du couple de paramètres température et durée de moulage. Dans une première partie, il s'agit d'établir le lien de ces deux paramètres avec les propriétés mécaniques et tribologiques, les mécanismes de frottement et d'usure et les performances de freinage des matériaux de friction. La seconde partie du chapitre traite de l'évolution du matériau de friction au cours du moulage à chaud, qui est analysée en terme de réticulation de la matrice du composite et de microstructure du matériau étudiée à partir d'observations en microscopie électronique à balayage et de mesures en tomographie à rayons X.
- Le **quatrième chapitre** traite de la **durée de la post cuisson**. L'étude est abordée par une analyse par indentation des propriétés mécaniques du matériau. Deux durées de post cuisson font ensuite l'objet d'approfondissements, en considérant leurs effets sur la microstructure, les propriétés thermiques, le comportement mécanique et tribologique du matériau, ainsi que les mécanismes de frottement et d'usure.

Chapitre I : Etat de l'art

Ce chapitre présente, dans une première partie, les différents constituants d'un matériau de friction à matrice organique pour garniture de frein qui sont regroupés en famille et le rôle de chaque famille dans la détermination des propriétés et des performances du matériau de friction.

Le procédé de fabrication et les différentes stratégies industrielles adoptées pour la fabrication du matériau de friction à matrice organique sont présentées dans une deuxième partie. Les différentes étapes du procédé de fabrication sont abordées en précisant leurs rôles et les paramètres déterminants de chaque étape.

La troisième partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des performances en freinage à travers l'étude des phénomènes multiphysiques mis en jeu au cours du freinage et au couplage entre ces différents phénomènes. Il s'agit également d'étudier, d'une part, le lien entre matériau et procédé, et d'autre part, le lien entre procédé-propriétés et performances du matériau de friction. Une expertise d'une garniture de frein de formulation industrielle utilisée en service termine le chapitre.

SOMMAIRE

I. Matériaux composites à matrice organique.....	11
1. <i>Les liants</i>	11
2. <i>Les fibres de renforcement</i>	14
3. <i>Les charges</i>	15
II. Procédé de fabrication des matériaux composites à matrice organique.....	16
1. <i>Etape de mélange</i>	17
2. <i>Etape de préformage</i>	18
3. <i>Etape de moulage à chaud</i>	19
4. <i>Etape de post cuisson</i>	20
III. Performances en freinage.....	21
1. <i>Phénomènes mis en jeu en service</i>	22
1.1. <i>Phénomènes thermiques</i>	22

1.2. <i>Phénomènes tribologiques</i>	24
1.2.1. Formation de troisième corps.....	24
1.2.2. Frottement	27
1.2.3. Usure	28
1.3. <i>Couplage des phénomènes mécaniques, thermiques et tribologiques</i>	29
1.3.1. Couplage mécanique-thermique.....	29
1.3.2. Couplage thermique-tribologie.....	30
2. Lien matériau- procédé – propriétés et performance	32
3. Expertise d'un matériau de friction industriel utilisé en service	33
3.1. <i>Matériau de friction</i>	34
3.2. <i>Zones expertisées du matériau de friction</i>	35
3.2.1. Entrée de contact.....	35
3.2.2. Sortie de contact.....	37
3.2.3. Zone fissurée.....	39
IV. Conclusion	41

I. Matériaux composites à matrice organique

Depuis une vingtaine d'années, ou plus précisément depuis l'interdiction de la fibre d'amianté dans les formulations des matériaux de friction, des études sont menées dans le but de développer un matériau répondant aux nombreuses qualités requises, en particulier, une stabilité de frottement à un niveau acceptable et une résistance à l'usure, indépendamment des conditions de freinage (vitesse, pression et température) [Kim et al. 00, Jacko and Rhee 92, Jacko et al. 84, Cho et al. 05], une faible compressibilité et une réduction des coûts de fabrication. Un seul matériau ne pouvant satisfaire simultanément à de tels critères sous des sollicitations variées de freinage, des matériaux composites multiconstitués sont développés. Parmi ceux-ci, les matériaux composites à matrice organique sont les plus répandus. Ils présentent une formulation renfermant plus d'une dizaine de constituants [Mutlu et al. 06, Hee and Filip 05]. Ces constituants se classent généralement en trois familles [Blau 01, Chan and Stachowiak 04] : une résine, des fibres de renforcement et différentes charges qui apportent aux matériaux les caractéristiques souhaitées. La nature et le dosage de l'ensemble de ces constituants sont le résultat d'un long processus d'élaboration dont les acteurs principaux sont le cahier des charges de l'application, les campagnes d'essais à différentes échelles et l'expérience acquise par les producteurs de ces matériaux.

1. Les liants

Les liants permettent d'assurer la cohésion de l'ensemble des constituants soit au cours de leur mélange (avec un mélange résine-caoutchouc), soit au cours de leur cuisson (avec une résine seule). Dans ce second cas, qui est celui que nous étudierons, le liant le plus utilisé dans la formulation des composites à matrice organique est la résine phénolique, appelée aussi phénol-formaldéhyde. C'est une résine thermodurcissable connue pour son faible coût, sa très bonne capacité de mouillage avec la plupart des constituants [Gardziella et al. 99, Gurunath and Bijwe 07] et sa bonne résistance mécanique aux températures élevées.

Ces résines peuvent aussi contribuer à modifier le comportement tribologique du matériau de friction. Cho a montré que le frottement augmente avec la teneur en résine phénolique de la formulation [Cho et al. 05]. Les propriétés physiques et chimiques de la résine affectent également la résistance au fade, la résistance à l'usure et la propension au bruit [Salamone 96].

Ce type de liant permet également d'améliorer la stabilité thermique du matériau, grâce à sa structure macromoléculaire [Hong et al. 09] et à sa résistance à l'oxydation à température élevée [Morshed and Haseeb 04]. La résine phénolique offre aussi des propriétés combinées de haut module d'Young et de résistance au fluage, en raison de sa structure fortement réticulée. Le degré de réticulation des polymères affecte leur comportement [Spurr 72]. Cependant, un degré de réticulation élevé conduit généralement à un comportement fragile [Reghunadhan et al. 01].

- Polycondensation et réticulation des résines phénoliques

Les résines phénoliques sont formées par polycondensation du phénol avec le formaldéhyde. Selon les conditions de réaction (pH, rapport molaire du phénol au formaldéhyde (P/F) ...), on synthétise soit une résine novolaque soit une résine résol [Shackelford 06].

Les résines novolaques sont obtenues avec excès de phénol en condition acide, tandis que les résines résols sont obtenues par des réactions avec excès de formaldéhyde en condition basique.

Pour les résines résols, chaque phénol est relié à un autre par des ponts méthylène, générant une seule macromolécule, et le système est entièrement réticulé. On obtient dans ce cas des résols qui ont une structure complexe 3D, même avant la cuisson. Dans le cas d'une résine novolaque, le durcissement ne se fait que par l'ajout d'un agent de réticulation, le rapport molaire du P/F étant supérieur à un. La réaction de polycondensation des résines novolaques s'arrête lorsque le formaldéhyde réactionnel est épuisé, laissant souvent jusqu'à 10% de phénol n'ayant pas réagi. L'agent de réticulation de la résine phénolique novolaque le plus courant est l'hexaméthylènetétramine, également connu sous les noms hexa, hexamine ou HMTA. Mélangé à la résine, l'hexa sert de source de formaldéhyde sous l'effet de la chaleur dégagée pendant le procédé de fabrication. En réticulant, la résine produit un dégagement d'eau, comme elle le fait au cours de sa polycondensation (Figure I-1). Le polymère obtenu est un réseau polymère tridimensionnel de liaisons covalentes et de haut poids moléculaire. La réticulation de la résine thermodursissable est fortement liée à sa température et durée de cuisson. Paris a signalé qu'en augmentant la température de polymérisation, la réticulation de la résine thermodurcissable s'effectue plus rapidement [Paris 11]. Les effets couplés de la température, de l'humidité et du temps régissent la qualité des liaisons créés par réticulation des résines thermodurcissables [Wang et al. 95, Harper et al. 01]. Par exemple, la polymérisation de la résine n'aboutira pas aux mêmes propriétés pour une réticulation à 110°C pendant 15 minutes et pour une autre à 180°C pendant 5 minutes bien qu'elle soit considérée comme complète dans les deux cas.

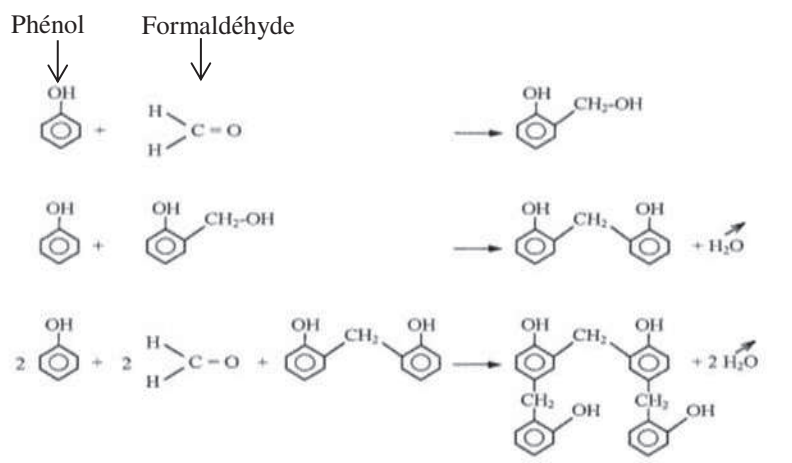


Figure I-1. Polycondensation phénol-formaldéhyde en milieu acide ($pH < 4$)

L'industrie se réfère communément à des résines novolaques comme des produits synthétisés « en deux étapes ». En effet, pour construire le réseau tridimensionnel de ces résines, il faut tout d'abord chauffer la résine dans une première étape. Un agent de réticulation est apporté dans une deuxième étape pour compléter la cuisson de la résine, car une élévation de la température seule ne permet pas de ramollir les résines novolaques (comportement thermoplastique) et ne les réticule pas [Trotignon *et al.* 94]. Les résines novolaques sont solides et peuvent être broyées. Le plus souvent, elles sont solides à température ambiante, se ramollissent et coulent entre 65 - 105°C. La résine novolaque est soluble dans plusieurs solvants organiques (alcool, acétone), elle ne l'est pas dans l'eau. Dans la formulation des matériaux de friction organiques pour application automobile, ce sont les résines novolaques qui sont les plus fréquemment utilisées [Kim *et al.* 03].

- Décomposition de la résine phénolique

Lorsqu'elle est soumise à une élévation de température, la résine phénolique commence à se dégrader à partir de 330-350°C [Bijwe *et al.* 05] par pyrolyse, en libérant de la vapeur d'eau, du monoxyde et du dioxyde de carbone. Cette dégradation se traduit par une incapacité progressive à remplir sa fonction de liant. La résine phénolique se transforme en charbon à 550°C [Hong *et al.* 09]. Selon Conley, le processus d'oxydation thermique est la principale voie de dégradation des résines phénoliques [Conley 70]. Pour la résine novolaque, Kristkova stipule que sa dégradation par oxydation, commence dès 300°C pour atteindre 100% avant 600°C [Kristkova *et al.* 04].

Il faut noter que les résines phénoliques ont une durée de vie limitée à température ambiante [Wang et al. 05].

2. Les fibres de renforcement

Les fibres sont utilisées pour améliorer les performances mécaniques, thermiques et tribologiques des matériaux de friction [Gopal et al. 94, Ho et al. 05]. Elles améliorent la rigidité et la résistance à l'usure et augmentent le frottement. Dans la composition des matériaux de friction, il existe différents types de fibres de renforcement : des fibres minérales (fibres de verre, de roche, céramique), des fibres organiques (fibres de cellulose, d'aramide, de carbone) et des fibres métalliques (acier, cuivre, laiton). La longueur des fibres et leur degré de fibrillation jouent un rôle important dans la résistance mécanique des préformes (mélange des constituants moulé sous pression). En effet, plus la longueur des fibres est grande, plus la charge à la rupture est élevée [Evans and Trainor 90] ; et plus le degré de fibrillation est élevé, plus il est facile de construire un réseau structural tridimensionnel dans le matériau, réseau qui assure à la préforme sa tenue mécanique.

- Les fibres minérales sont très utilisées dans les formulations des matériaux de friction. Elles assurent une bonne tenue mécanique associée à un faible impact sur l'environnement [Yun et al. 10] ainsi qu'une résistance thermique élevée comparable à celle de l'amiante. Ces fibres ont une faible conductivité thermique et sont ainsi de bons isolants thermiques. Pendant l'étape de moulage à chaud durant laquelle le matériau cuit elles jouent le rôle d'écran entre les constituants (notamment la résine) et les surfaces chaudes du moule, zones privilégiées de formation de cloques (soulèvement hémisphérique de la surface du matériau, sur un diamètre de quelques millimètres à une dizaine de centimètres). La formation des cloques est irréversible, car elle survient pendant la réticulation de la résine. Les fibres minérales permettent ainsi d'éviter le choc thermique, de diffuser progressivement la chaleur du moule dans le volume de la préforme lors du moulage à chaud, minimisant ainsi la dégradation des liants en profondeur.
- Pour les fibres organiques, elles ont l'avantage d'être fibrillées et de constituer ainsi un réseau. Ce réseau permet de retenir les petites particules et d'assurer un contact intime entre tous les constituants de la formulation du matériau de friction. C'est cette caractéristique qui permet également de conférer leur tenue mécanique aux préformes.

De plus, par rapport aux fibres monofilaments, les fibres fibrillées permettent au matériau de friction de présenter des propriétés isotropes.

- Les fibres métalliques améliorent quant à elles les propriétés thermiques, en particulier la diffusivité thermique, et les propriétés mécaniques notamment la rigidité [*Jang et al. 00*]. Ces fibres favorisent aussi le renouvellement du film de troisième corps et améliorent les performances tribologiques [*Jacko et al. 83*] grâce à leur non abrasivité [*Lepré 97*].

3. Les charges

Les charges peuvent être classées en 4 familles : les abrasifs (Al_2O_3 , SiO_2 ...), les modificateurs de friction (caoutchouc, ...), les lubrifiants solides (graphite, coke, ...) et les remplisseurs (BaSO_4 , CaCO_3 ...) [*Sallit et al. 98*, *Osterle et al. 01*, *Lu et al. 02*, *Eriksson et al. 99*, *Eriksson et al. 01*]. Elles sont présentes le plus souvent sous forme de poudre et parfois sous forme de fibres. Les charges sous forme de poudre sont plus recommandées pour obtenir une résistance à l'usure élevée [*Kumar and Bijwe 11*].

- Les abrasifs sont ajoutés pour contrôler le niveau d'efficacité de frottement grâce à leur dureté élevée [*Simm and Fretis 89*] : il s'agit d'obtenir un matériau ayant un frottement élevé et une bonne résistance à l'usure. L'abrasif le plus utilisé est l'alumine Al_2O_3 [*Lu and Wright 00*]. La teneur en abrasif doit être maîtrisée : Boza et Kurt ont montré que le coefficient de frottement le plus élevé a été obtenu en ajoutant 4% d'alumine dans la formulation, alors que l'ajout de 2% d'alumine a permis d'obtenir le coefficient de frottement le plus stable [*Boza and Kurt 07*]. Il a également été constaté qu'une formulation ne contenant pas d'alumine, présente le taux d'usure le plus élevé.
- L'un des modificateurs de friction couramment utilisé est le caoutchouc. C'est un élastomère, qui apporte son élasticité au matériau le rendant plus compressible et permettant ainsi un plus grand contact surfacique avec le disque [*Saffar et al. 12*] et donc une meilleure répartition des contraintes en surface. Ceci permet d'accroître la résistance à l'usure et d'améliorer le frottement. Le caoutchouc permet également de réduire le bruit grâce à son comportement viscoélastique qui contribue à amortir les

vibrations induites par le frottement en absorbant une partie de l'énergie produite au cours du freinage.

- Les lubrifiants solides servent à améliorer la stabilité du frottement [*Dutta et al. 02, The Bendix corporation : brevet français 79*]. Ils limitent l'élévation du frottement et préviennent ainsi d'un échauffement excessif des surfaces en contact qui provoquerait la dégradation du matériau et la chute brutale du frottement (« fade »). Ils permettent aussi d'amortir les vibrations générées par le freinage [*Kryachek and Jan 05*] et de protéger les surfaces frottantes contre une usure excessive en augmentant leur résistance à l'abrasion. Parmi les lubrifiants solides utilisés dans la formulation des matériaux de friction, on peut citer les constituants riches en carbone tel que le graphite et le coke [*Chau 84, Gardziella et al. 90*].
- Les remplisseurs utilisés dans les formulations des matériaux de friction sont généralement inertes. Ils ne nuisent pas aux propriétés du matériau et servent surtout à abaisser son coût. Parmi les remplisseurs les plus utilisés, on trouve le sulfate de baryum ou baryte (BaSO_4) et le carbonate de calcium (CaCO_3). Le sulfate de baryum a une masse volumique de $4,48 \text{ gcm}^{-3}$ [*Hanor 00*]. Ce constituant n'est pas totalement inerte car il permet d'augmenter la densité, la résistance à l'usure et la résistance mécanique du matériau de friction [*Handa and Kato 96*]. Il permet également d'améliorer la résistance au fade grâce à sa stabilité à haute température [*Nicholson 95*]. Le carbonate de calcium est une alternative à la baryte à moindre coût. Il conduit à des matériaux de friction pour garnitures de frein légers étant donné sa faible masse volumique ($2,7 - 2,9 \text{ gcm}^{-3}$). Il est également stable à des températures élevées [*Nicholson 95*].

II. Procédé de fabrication des matériaux composites à matrice organique

Le procédé conventionnel pour la fabrication des matériaux de friction à matrice organique comprend quatre étapes principales : le mélange des constituants, le préformage sous pression à froid pour obtenir une préforme manipulable, le moulage à chaud sous pression pour donner sa cohésion au matériau et la post cuisson pour terminer la cuisson de la résine et relaxer les contraintes résiduelles. Certains procédés de fabrication plus spécifiques présentent d'autres étapes : un préformage sous pression à chaud pendant une courte durée ne dépassant pas 1

min [Kim et al 01], un traitement thermique [El-Tayeb and Liew 09, Liew and Nirmal 13] ou une étape dite “scorching” où le matériau est chauffé à une température très élevée [Cho et al. 03, Jang and Kim 00, Cho et al. 06] après l'étape de post cuisson. Couplé à la composition, le procédé de fabrication joue un rôle majeur dans l'obtention des propriétés requises du matériau de friction. Il peut affecter, de manière significative, les propriétés mécaniques et physiques (particulièrement le taux de porosité) ainsi que les performances en frottement et à l'usure des matériaux [Kim et al. 03, Aleksendric and Senatore 12, Ertan and Yavuz 10]. Une modification des paramètres de moulage à chaud et de post cuisson peut modifier les propriétés tribologiques (frottement et usure) et physiques (rigidité de surface et taux de porosité) suite aux réactions pouvant s'établir entre la résine et les autres constituants du matériau de friction [Kim et al. 03]. Un changement de ces paramètres peut également diminuer le coût de fabrication des matériaux de friction en diminuant les coûts de maintenance et d'énergie liés à la durée et la température de fabrication [Upadhyaya 97].

1. Etape de mélange

Le mélange est une étape de malaxage de tous les constituants secs dans un mélangeur. Il permet d'obtenir une répartition homogène des constituants ainsi qu'un contact intime entre les différents constituants [Leprè 97].

Les paramètres majeurs de l'étape de mélange sont :

- la quantité de matière introduite dans le mélangeur : elle ne doit pas dépasser 80% du volume total du mélangeur pour que toutes les poudres puissent être mises en mouvement,
- l'ordre d'incorporation des constituants au cours du mélange : l'addition des constituants doit suivre une séquence particulière pour permettre à la résine de lier tous les constituants [Bijwe et al. 08],
- la durée de mélange : elle doit être suffisamment longue pour affiner les poudres, brasser tous les constituants et permettre aux fibres emmêlées d'être correctement séparées,
- la morphologie des fibres : plus une fibre est longue et fibrillée, plus sa dispersion dans le mélange est limitée [Evans and Trainor 90],
- la masse et la dimension des particules : une densité élevée des constituants poudreux peut nuire à leur rétention au cœur des amas de fibres car ils ont tendance à s'accumuler par gravité au fond du mélangeur. La granulométrie des constituants doit être aussi adaptée aux diamètres des fibres qui forment un réseau dans le matériau, de façon à ce que ces constituants soient retenus par le réseau. Les dimensions doivent être optimisées. En effet, une poudre fine

pénètre facilement au cœur des amas de fibres et y est bien retenue. Selon Leprè, les particules doivent cependant avoir une taille minimale de 50 μm au risque de s'agglomérer [Leprè 97].

2. Etape de préformage

Le préformage est réalisé par compression uniaxiale d'une quantité de mélange placé dans un moule sous une presse. Lorsque la pression est relâchée, le mélange conserve la forme compactée que le préformage lui a conférée. La tenue mécanique des préformes est appelée « résistance à cru ». On considère qu'elle est satisfaisante lorsque la préforme est manipulable sans détérioration de la presse de préformage à la presse de moulage à chaud.

Lors du préformage, l'épaisseur du mélange réparti dans un moule est réduite en fermant les espaces entre particules et fibres. Cette étape supprime par conséquent des vides et amène de nombreux constituants en contact les uns avec les autres. Ce rapprochement s'accompagne d'une imbrication des différentes fibres les unes dans les autres et d'un ancrage mécanique macroscopique lié aux diverses morphologies des particules en présence. A ce phénomène s'ajoute un retour élastique lorsque la pression est relâchée (tendance à desserrer les espaces entre particules et fibres et à créer ainsi des vides et séparer les constituants les uns des autres) [Leprè 97]. Ce retour conduit à une légère augmentation du volume de préforme.

Les paramètres majeurs lors de l'étape de préformage sont :

- la main de l'opérateur : la masse de matière introduite dans le moule de préformage doit être répartie manuellement d'une manière homogène, en secouant le moins possible le mélange et de façon à éviter toute ségrégation et conserver la dispersion des constituants. Il s'agit également de s'assurer qu'il n'y a pas de manque de matière qui occasionnerait une densité hétérogène du matériau de friction,
- la pression appliquée : plus elle est élevée, meilleure est la tenue des préformes. La pression est généralement limitée par les caractéristiques de la presse,
- les constituants du matériau : le comportement des différents constituants en contact après préformage est influencé par l'intensité relative des forces adhésives existant entre eux et des forces cohésives intervenant entre les molécules de ces constituants. Il existe en effet des forces adhésives d'origine mécanique (ancrage selon la forme, la porosité et la rugosité des surfaces de particules), et chimique (force de Van der Waals et liaison hydrogène).

3. Etape de moulage à chaud

Le moulage à chaud consiste en un pressage d'une quantité de mélange dans un moule chauffé : la résine fond et coule pour enrober puis fixer les autres constituants par un processus de réticulation conduisant progressivement à un état infusible. On obtient un matériau de friction avec une résine suffisamment transformée pour que les caractéristiques géométriques du matériau ne changent plus lors de l'étape de post cuisson en four. Généralement les paramètres de moulage à chaud des matériaux de friction sont définis par le fabricant de la résine. En effet, les conditions de fabrication dépendent principalement des propriétés thermiques de la résine telles que le temps de gélification [Mark 64, Friedrich 93, Salamone 96, Drava et al. 96] qui impacte la structure macromoléculaire de la résine [Hong et al. 09] directement liée à la résistance au fade [Liew and Nirmal 13, Gopal et al. 94]. L'étape de moulage à chaud a également un impact sur l'homogénéité [Kim et al. 03], les performances tribologiques et la densité du produit qui croît au cours de cette étape [Rahman 98].

Les paramètres majeurs de cette étape de fabrication sont la durée, la température et la pression. Les études [Kim et al. 03, Ertan and Yavuz 10, Aleksendric and Senatore 12] menées jusqu'à présent ont traité chaque paramètre indépendamment des autres pour déterminer son influence sur les propriétés et le comportement du matériau :

- durée de moulage à chaud : elle doit être suffisante pour créer des liaisons fortes entre la résine et les autres constituants, elle n'affecte pas significativement les propriétés physiques (densité) et tribologiques (coefficient moyen de frottement et taux d'usure spécifique). Lorsque la durée est insuffisante, on peut obtenir une structure du matériau qui se détériore facilement lors de son utilisation ce qui induit une diminution du frottement et une augmentation de l'usure [Ertan and Yavuz 10],

- température de moulage à chaud : des études ont montré que la stabilité du frottement diminue considérablement et que le taux d'usure spécifique augmente pour des températures de moulage élevées [Ertan and Yavuz 10]. Ils ont montré également que la densité, la rugosité et la conductivité thermique augmentent avec la température de moulage à chaud, ce qui permet d'améliorer la résistance au fade. Dans d'autres études [Aleksendric and Senatore 12], il a été rapporté que la température de moulage a une grande influence sur l'usure des matériaux de friction. En effet, à des températures élevées de moulage (200°C), le taux d'usure augmente à cause de la décomposition de la résine. Il a été mentionné aussi dans cette

étude que le frottement moyen n'a pas été affecté de manière significative par la température de moulage dans la gamme de température allant de 125 à 175°C,

- pression de moulage à chaud : l'application de pressions élevées est nécessaire pour réduire les effets néfastes du dégagement des composés volatils (la vapeur d'eau initialement existante, l'eau et les gaz formés comme sous-produit de la réaction de polymérisation de la résine phénolique à hautes températures, principalement l'ammoniac et les phénols). Les dégagements gazeux conduiraient notamment au développement d'une porosité incontrôlée. La pression est relâchée à plusieurs reprises afin de libérer les produits volatils [*Kovarík 97, Hee and Filip 05*]. De faibles valeurs de pression conduisent à une densité faible [*Fischmeister et al. 78, Arzt et al. 83*] et à un taux d'usure spécifique important [*Ertan and Yavuz 10*] du fait de surfaces de contact réduites et de forces de liaison insuffisantes entre les particules de poudre.

4. Etape de post cuisson

A l'issue de l'étape de moulage à chaud, on obtient un matériau cuit mais non stable [*Leprè 97*], qui nécessite une cuisson de stabilisation ou post-cuisson.

La post cuisson a pour objectif de compléter la cuisson lorsque la réticulation de la résine n'a pas été terminée pendant l'étape précédente [*Avoine 07, Leprè 97*]. Elle peut aussi contribuer au changement des propriétés mécaniques, indépendamment de la microstructure, [*Wolfrum and Ehrenstein 99*] et des propriétés physiques en diminuant la densité du matériau [*Ho et al. 05*]. Cette étape améliore également l'uniformité de cuisson, réduisant ainsi l'expansion thermique pendant le service [*Kim et al. 03*]. Elle permet également de relaxer les contraintes internes produites lors du traitement à haute pression [*Wang et al. 05*]. Dans ce cas, elle joue le rôle d'un recuit qui doit être conduit à des vitesses de chauffage et de refroidissement lentes comprises entre 0,5K/min et 2K/min. La durée de ce recuit dépend de l'épaisseur de la pièce, environ 15 min par mm d'épaisseur [*Koszkul and Kwiatkowski 06*].

Les paramètres majeurs de l'étape de post cuisson sont la durée et la température:

- durée de post cuisson : des études [*Askeland et al. 88*] ont considéré que le degré de réticulation augmente quand on augmente la durée de post cuisson, et que les pores peuvent être éliminés et le matériau ainsi densifié. Néanmoins, lorsque le matériau est maintenu pour une longue période à des températures élevées, la résine peut se décomposer ce qui peut causer une diminution de la résistance à l'usure et une diminution du coefficient de frottement [*Ertan and Yavuz 10*],

- température de post cuisson : elle ne doit pas être trop élevée. Une température excessive risque de dépasser le seuil de dégradation thermique de certains constituants du matériau. Ce qui provoquerait la détérioration de la structure du matériau, induisant ainsi une diminution de la résistance à l'usure et du frottement moyen [*Ertan and Yavuz 10*].

Tous les efforts fournis pour élaborer un matériau compact dont les constituants sont bien dispersés et bien liés entre eux ont abouti au final à un matériau poreux (taux de porosité pouvant dépasser 20% [*Kim et al. 01*]) et présentant, dans certains cas, une faible interface entre quelques constituants ; particulièrement le caoutchouc et les autres constituants [*Saffar et al. 12*].

III. Performance en freinage

Les phénomènes thermiques, tribologiques et mécaniques mis en jeu au cours du freinage, les relations entre ces phénomènes ainsi que leurs contributions dans la détermination des performances en freinage sont étudiés en premier lieu. Les liens entre les constituants du matériau de friction et le procédé de fabrication d'une part, et entre le procédé, les propriétés et la performance d'autre part, sont traités en second lieu. La dernière partie est une expertise d'un matériau de friction pour garniture de frein industrielle usée en service afin d'identifier les mécanismes d'usure mis en jeu au cours du freinage.

1. Phénomènes mises en jeu en service

1.1. Phénomènes thermiques

Du point de vue thermique, au cours de freinage, l'énergie cinétique d'un véhicule en mouvement est transformée principalement en chaleur à l'interface de contact entre les deux corps frottant : le matériau de friction (stator) et le disque (rotor). Une part moindre de l'énergie est dissipée sous d'autres formes (énergie de déformation, énergie de surface, vibrations, réactions chimiques, etc.) [*Uetz and Föhl 78*]. La chaleur dégagée s'évacue de deux manières : dans les deux corps en contact par conduction et accumulation dans les matériaux, et dans l'environnement par convection ou rayonnement. La répartition de la chaleur générée au contact entre les deux matériaux frottant est inégale et décrite par le coefficient de partage de flux p . Ce coefficient constitue une donnée déterminante pour les températures atteintes au niveau des deux surfaces de contact. Il définit la proportion de flux thermique absorbé par le disque. Dans l'hypothèse d'un contact parfait, il peut être estimé par la relation suivant :

$$p = \frac{(S_d \times \xi_d)}{(S_d \times \xi_d + S_g \times \xi_g)} \quad \text{Equation I-1}$$

avec S_d : surface de la piste de frottement du disque, S_g : surface de frottement du matériau de friction ξ_d : effusivité de disque, ξ_g : effusivité du matériau de friction.

Le flux thermique absorbé par le disque dépend ainsi essentiellement de ses propriétés thermiques et de l'interaction thermique entre les corps frottants [*Limpert 92*]. Des valeurs élevées de la conductivité thermique et de la diffusivité thermique du disque permettent de limiter les températures de surface et par conséquent, de réduire le risque de dégradation thermique des constituants du matériau de friction. Ainsi, une conductivité thermique élevée est considérée comme un critère majeur de conception de disque [*Bijwe 97*]. Le flux thermique absorbé par le matériau de friction à matrice organique dépend de ses propriétés thermiques, particulièrement sa conductivité [*Abbasi et al. 00*]. Une conductivité élevée favorise la dissipation de la chaleur par conduction à travers le matériau de friction. A l'inverse, une faible conductivité limite l'effusivité du matériau de friction, ce qui est favorable à l'absorption de la chaleur par le disque, limitant ainsi l'échauffement du matériau de friction pour garniture de frein. Il est à noter que les matériaux de friction à matrice polymère possèdent une faible conductivité thermique, à savoir inférieure à $1 \text{ W.m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Les fabricants des matériaux de friction peuvent faire varier le flux thermique absorbé par le matériau de friction en modifiant une ou plusieurs des propriétés suivantes : la masse volumique, la conductivité thermique et la capacité thermique massique. Pour une formulation donnée, une simple modification du taux de porosité peut, dans certains cas, être suffisante.

Suite aux élévations de température au cours du freinage, les premiers corps (matériau de friction pour garniture et disque) se dilatent ce qui peut induire des phénomènes de localisation thermique qui concernent aussi bien la piste de frottement du disque que la surface du matériau de friction.

- Au niveau du disque : les localisations thermiques qui se manifestent le plus souvent au cours du freinage sont des bandes chaudes qui migrent radialement sur la piste de frottement du disque. Dans le cas de freinages sévères, des points chauds peuvent se développer, au sein des bandes chaudes du fait de localisations circonférentielles, ou sous la forme de points chauds macroscopiques dont la position et l'intensité varient au cours du temps [*Dufrénoy et al. 98, Abbasi et al. 01, Panier et al. 04*]. L'explication de la formation de ces points chauds a fait l'objet de nombreux travaux

dont les principaux mettent en cause des instabilités thermoélastiques [Barber 69] ou un flambage avec déformation structurale du disque [Fan et Lippmann 96], ou encore des processus thermomécaniques de déformation ondulatoire et progressive du disque [Dufrénoy 03]. Vu l'amplitude de température et la forte localisation de leurs gradients thermiques, les points chauds sont considérés comme l'un des facteurs les plus critiques. Ils sont notamment responsables d'endommagement des corps en contact, de l'apparition de vibrations, ou encore de l'augmentation des distances d'arrêt par chute du frottement.

- Au niveau du matériau de friction : du fait de la résistance limitée de la résine à la chaleur, une élévation de température au-delà de sa température de décomposition peut engendrer une dégradation thermique du matériau. Les transformations que peuvent subir le matériau de friction suite à sa dégradation impliquent des modifications de ses propriétés.
 - une perte de masse à volume constant entraîne une augmentation de la porosité ouverte impliquant une diminution de la conductibilité thermique et de la résistance mécanique,
 - la dégradation thermique de la résine modifie la valeur de la capacité thermique massique du matériau de friction. Cette dégradation provoque le phénomène de perte d'efficacité traduit par la chute de niveau de frottement à un niveau non acceptable, réduisant ainsi l'efficacité et la fiabilité de freinage [Bijwe et al. 05, El-Tayeb and Liew 09].

1.2. Phénomènes tribologiques

Les phénomènes tribologiques, qui assurent la portance et l'accommodation de la vitesse sont essentiels au fonctionnement d'un frein à friction. La tribologie a ainsi dans ce travail une place de première importance. Berthier [Berthier 92] a défini la tribologie par la phrase suivante : « Si la mécanique est la science du mouvement, la tribologie peut être définie comme la science qui permet ce mouvement ». Dans le cas du freinage, un troisième corps naturel se forme et s'intercale entre les deux premiers corps en contact. Certains auteurs appellent le troisième corps « film de friction » [Jacko et al. 89, Wirth et al. 94], d'autres « couche de friction » [Scieszka 80, Österle et al. 01]. Filip et al. [Filip et al 02] ont introduit une distinction de ces deux expressions, « couche de friction » désignant le troisième corps

formé par compaction de débris d'usure et « film de friction » désignant la couche la plus extérieure de surface.

1.2.1. Formation de troisième corps

Le concept de la tribologie à trois corps, introduit par Maurice Godet [Godet 84, Berthier 96], permet une approche mécanique du contact pour l'analyse des phénomènes physiques et physico-chimiques induits par le frottement. Dans cette approche, le troisième corps prend un sens matériau et un sens cinématique en assurant à l'interface des deux premiers corps une continuité matérielle et une continuité cinématique (Figure I-2a). L'accommodation de vitesse entre les premiers corps met en compétition plusieurs modes (élastique, rupture, cisaillement, rotation) notés M_j dans la Figure I-2b, et qui peuvent s'établir dans un ou plusieurs sites S_i ($S1$ et $S5$ premiers corps, $S3$ troisième corps, $S2$ et $S4$ écrans) et impliquent différents débits de troisième corps. Berthier [Berthier 88] propose un concept de circuit tribologique basé sur 4 débits (Figure I-2c) : (1) le débit source qui se décompose en un débit source interne (particules détachées des deux premiers corps) et un débit source externe (particules provenant du milieu extérieur et qui entrent dans le contact), (2) le débit interne (particules qui restent et circulent à l'intérieur du contact), (3) le débit de re-circulation (particules qui rentrent à nouveau dans le contact) et (4) le débit d'usure (particules éjectées définitivement du contact). Le débit de re-circulation et le débit d'usure forment le débit externe des particules qui sortent du contact.

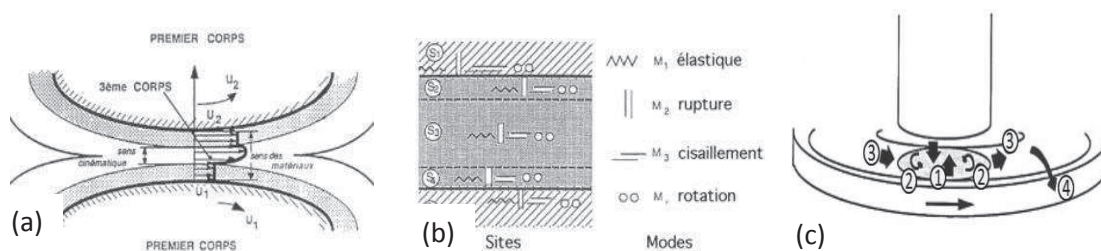


Figure I- 2. Concept du troisième corps (a), sites et mécanismes d'accommodation de vitesse (b), débits de troisième corps (c) [Berthier 88]

Le circuit tribologique impliqué dans le cas du freinage par friction a été étudié par plusieurs auteurs. Eriksson l'a abordé dans un objectif de compréhension des phénomènes qui conduisent au crissement. Il s'est attaché à décrire, pour de faibles vitesses de glissement et à une échelle mésoscopique, l'évolution de la localisation de la portance d'un matériau composite à matrice organique frottant sur un disque en fonte à graphite lamellaire [Eriksson et al. 99, Eriksson and Jacobson 00, Eriksson et al. 02] (Figure I-3). Copin a défini un

circuit tribologique dans le cadre du freinage du TGV, qui implique une garniture métallique frittée et un disque en acier allié, pour expliquer l'accommodation de la vitesse et la distribution de la portance en freinage à très grande vitesse [*Copin 00, Desplanques et al. 01, Desplanques et al. 09a*]. Roussette et Cristol ont étudié les mécanismes d'interactions du circuit tribologique avec les phénomènes de localisation thermique, dans le cas de garnitures en matériau composite à matrice organique utilisés en freinage ferroviaire [*Roussette 05, Cristol 06, Cristol et al. 07*].

Dans le cas du freinage automobile, qui implique le frottement d'une garniture en matériau composite à matrice organique et d'un disque généralement en fonte à graphite lamellaire, le circuit tribologique peut être défini l'enchaînement des étapes suivantes :

- les charges et les fibres du composite constituent les plateaux de contact « primaire »,
- les particules détachées du matériau composite provenant des charges arasées ou déformées par le contact se mêlent aux oxydes de fer provenant du disque en fonte et constituent des lits de poudre circulant dans le contact,
- des accumulations de poudre se créent dans les porosités, ainsi qu'en amont des fibres et charges du composite qui font obstacle à la circulation des particules. Ces lits de poudres s'étirent dans la direction de glissement,
- des plaques planes portantes se forment soit par écoulement plastique vers l'aval de certaines charges, soit par compactage de poudre en amont des plateaux de contact primaires,
- le développement des plaques planes portantes, également appelées plateaux de contact « secondaires », se poursuit par l'enchaînement des phases d'accumulation et de compactage. Les plaques s'étendent ainsi et peuvent, par coalescence, atteindre plusieurs centaines de micromètres,
- les oxydes de fer alimentent la surface des plaques planes pour former un film nanostructuré où se mêlent des particules de la garniture, de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur, et dans lequel la plus grande part de la vitesse de glissement s'accommode [*Österle and Urban 04, Österle et al. 10*],
- le déchaussement des fibres ou charges contre lesquelles les plaques sont formées, la fragmentation et l'écaillage des plaques planes conduisent à la destruction des plaques planes et au détachement de débris qui alimentent à leur tour le contact et contribuent le renouvellement des plaques planes pendant le freinage. La formation de ces plaques dépend fortement de l'évolution de la pression appliquée et de la température au cours du freinage, de la déformation et de l'usure [*Gurunath and Bijwe 07, Satapathy and Bijwe 04*]. Les plaques planes portantes ainsi que les plateaux de contact primaires assurent la transmission de la

charge appliquée et à l'accommodation de la vitesse de glissement entre les premiers corps, ils sont donc essentiels à la dissipation par frottement de l'énergie.

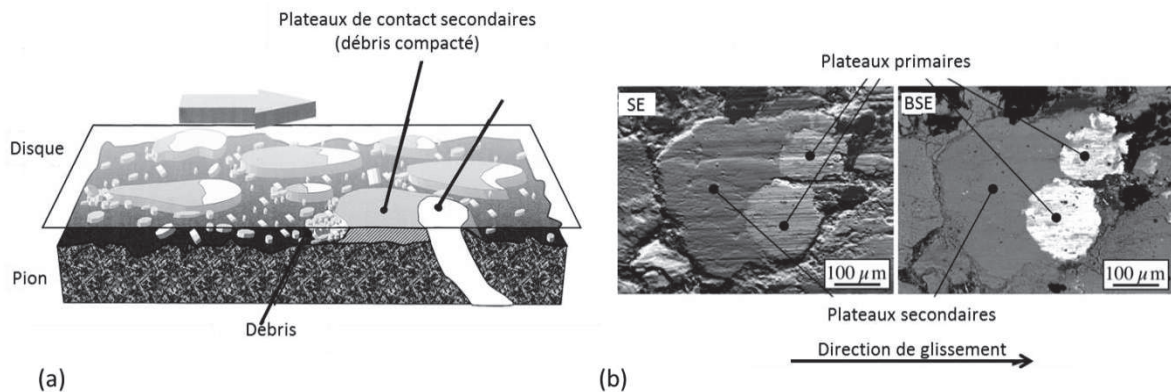


Figure I-3. (a) Schématisation de la situation de contact en freinage entre un matériau de friction à matrice organique et un disque, (b) les plateaux de contact sur un matériau de friction à matrice organique [Eriksson and Jacobson 00]

Selon W. Österle et al. [Österle et al. 09], les particules d'usure les plus grosses sont préférentiellement éjectées de la zone de contact, les fines particules adhèrent à la surface ou se retrouvent piégées dans des dépressions. Des études [Quinn et al. 84, Garbar 02, Österle and Urban 04] ont montré que ces débris d'usure sont constitués d'un mélange de fer et d'oxydes de fer provenant soit du matériau de friction, soit du disque en fonte. Concernant l'épaisseur de la couche de troisième corps, Blau a montré qu'elle varie entre 0,5 et 10 μm , cette épaisseur étant dépendante du type de véhicule, des conditions d'utilisation et de la composition du matériau de friction [Blau 03].

1.2.2. Frottement

Dans la littérature, il a été indiqué que les coefficients de frottement des matériaux de friction couvrent généralement une gamme variant de 0,1 à 0,7, mais en pratique, la plupart des véhicules fonctionnent au sein d'une gamme plus étroite. Les valeurs typiques du coefficient de frottement varient de 0,3 à 0,6 [Blau 01]. Ces valeurs dépendent essentiellement des conditions d'usage telles que la vitesse de glissement, la pression appliquée et la température à l'interface du matériau de friction et du disque de frein [Ravikiran and Jahanmir 01, Heussaff et al. 12] et du troisième corps qui s'y forme [Bahadur 00, Österle and Dimitriev 10]. Le frottement diminue en augmentant la vitesse de glissement [Rhee 74a] car à des vitesses élevées, la formation de la couche de troisième corps est plus rapide [Laden et al. 00]. Cette couche peut agir comme une couche de protection permettant de réduire le

frottement [*Shorowordi et al. 04*]. Pour la pression appliquée, une réduction progressive du frottement est observée avec l'augmentation de celle-ci [*Desplanques et al. 01, Natarjan et al. 06*]. Ceci est attribué au fait que la pression favorise le piégeage de troisième corps et la coalescence des plaques planes qui augmentent ainsi en taille [*Eriksson et al. 99*]. Concernant l'influence de la température sur le frottement, Rhee montre une diminution du coefficient de frottement avec l'augmentation de la température dans le cas d'une semelle en matériau composite organique frottant dans un tambour de frein (au-delà de 300°C) pour des essais réalisés à pression et à vitesse constantes [*Rhee 74a*]. Il est à noter que le frottement est plus sensible aux pressions appliquées et aux températures du tambour qu'aux vitesses de glissement [*Gopal et al. 95*]. Concernant l'impact du troisième corps sur le frottement, Blau a montré que la stabilité de frottement s'améliore lorsqu'une couche régulière de troisième corps est établie entre les deux surfaces en contact [*Blau 03*]. Des études ont montré que la formation des plaques de 3ème corps engendre une diminution du coefficient de frottement [*Shorowordi et al. 04*].

Par contre, d'autres chercheurs ont montré que le coefficient de frottement augmente avec la formation de plaques planes larges à l'interface des deux corps frottant [*Tayeb and Liew 09*]. Avoine a mis en évidence que le cisaillement à l'intérieur d'une couche épaisse de troisième corps était probablement à l'origine d'un frottement nettement plus élevé [*Avoine 07*]. Severin et Dorsch ont prouvé qu'une rétention de particules d'oxyde de fer provenant du disque ou du matériau de friction dans la couche de troisième corps conduit à une augmentation du frottement [*Severin and Dörsch 01*]. Ils ont montré également qu'une plus faible concentration de particules de fer dans le troisième corps est enregistrée dans des conditions de chargement thermique plus élevées. Osterle et Dimitriev attribuent le frottement au cisaillement du film nanostructuré qui se forme en surface des plateaux primaires et secondaires de troisième corps. Ils en ont étudié numériquement la rhéologie à l'aide d'une modélisation par automates cellulaires mobiles à l'échelle nanométrique des particules qui constituent ce film de troisième corps [*Oesterle and Dimitriev 10*]. Ils ont simulés le mélange de particules provenant du matériau de friction organiques aux oxydes de fer apportés par le disque et ont montré par la simulation une dépendance du frottement à la composition de ce film de friction.

1.2.3. Usure

L'usure est un facteur important de l'usage des matériaux de friction. Elle doit être aussi minime que possible pour des raisons économiques (moins de rechange et moins de

maintenance) et de sécurité [Rhee et al. 91]. L'évaluation de l'usure se fait généralement par des mesures de perte en masse ou en épaisseur de garniture. Selon Bush et al. [Bush et al. 72], le taux d'usure moyen typique d'un matériau de friction pour application automobile est 0,5 μm par coup de frein. Cela correspond à environ 3 mg de perte de masse par coup de frein. Garg et al. [Garg et al. 00] ont estimé que le taux d'usure pour application automobile, est compris entre 3,2 et 8,8 mg/km, en fonction de la nature des matériaux de friction testés. L'usure dépend généralement de nombreux facteurs liés d'une part, aux conditions du freinage telles que la vitesse de glissement, la pression appliquée et la température et d'autre part au matériau de friction, notamment son taux de porosité et la température de dégradation de la résine [Blau and Jolly 05]. L'usure peut dépendre également du niveau de frottement et de la durabilité de la couche de troisième corps [Kim and Jang 00]. Concernant les conditions du freinage, il a été rapporté que des vitesses de glissement plus élevées conduisent à une formation plus rapide de la couche de troisième corps associée à un mécanisme de fragmentation – détachement des constituants plus rapide, formant ainsi des débris d'usure entraînant une importante perte de masse [Shorowordi et al. 04]. L'effet de la pression appliquée au cours du freinage sur l'usure est aussi important. Il a été cité que le taux d'usure augmentait avec l'intensité de la pression [Uyyuru et al. 07]. L'effet conjugué de la pression et de la vitesse de glissement sur l'usure est plus significatif [Satapathy and bijwe 06]. Concernant l'influence de la température atteinte pendant le freinage, la résine constituant la matrice du matériau de friction se dégrade à haute température ce qui entraîne une augmentation exponentielle du taux d'usure [Rhee 74b]. La dégradation des matériaux de friction à matrice organique commence à partir de 230°C et s'accroît fortement entre 270 et 400°C [Talib et al. 03]. Rhee a montré que l'usure est gouvernée par des mécanismes d'adhésion et d'abrasion à basse température et par un mécanisme de pyrolyse à haute température (au-dessus de 230°C) [Rhee 74b]. Concernant l'impact de la porosité, elle peut soit favoriser l'usure soit participer à sa réduction. En jouant le rôle d'isolant thermique, la porosité limite le transfert de la chaleur et provoque une augmentation importante de la température de l'interface de frottement. Cette augmentation de température peut entraîner la dégradation de la matrice du matériau de friction et conduire ainsi à l'augmentation de l'usure [Kurt and Ates 07]. La porosité peut aussi maintenir les particules abrasives dans le matériau, ce qui évite leur perte au cours de freinage [Esswein Junior et al. 08]. La porosité en surface du matériau de friction permet également aux débris d'usure d'être stockés pendant le frottement, avant d'être évacués hors du contact [Leprè 97]. Pour le rôle du troisième corps formé à l'interface des deux premiers corps en contact, Jiang a montré que la formation des

couches d'oxydes lisses à l'interface des deux premiers corps peut aider à réduire l'usure **[Jiang et al. 98]**.

1.3. Couplage des phénomènes mécaniques, thermiques et tribologiques

1.3.1. Couplage mécanique-thermique

L'aspect mécanique est fortement lié à la thermique. Le flux thermique absorbé par le matériau de friction à matrice organique est affecté par ses propriétés mécaniques **[Abbasi et al. 00]**. Un matériau de friction à faible module élastique de compression, par exemple, peut se conformer à la surface du contre matériau ce qui amène à une plus grande zone de contact, augmentant ainsi la conduction de la chaleur dans le matériau de friction. Le chargement mécanique peut aussi engendrer des écarts au niveau de la répartition de la pression causant une répartition non uniforme de la chaleur sur la surface de contact. En effet, une pression de contact non uniforme entraîne une localisation des échauffements et donc des dilatations thermiques qui modifient à leur tour le champ de pression.

1.3.2. Couplage thermique-tribologie

Les phénomènes de localisations thermiques, qui correspondent à la localisation de la portance dans le contact et qui sont mis en jeu au cours du freinage, interagissent avec le circuit tribologique par l'activation des débits sources et des débits de recirculation.

Les localisations thermiques type bandes chaudes sont traitées dans plusieurs études **[Roussette 05, Cristol 06, Desplanques et al. 09b]**. Ces études ont montré que la fermeture du contact durant la migration de bande chaude permet de piéger le troisième corps. L'ouverture de contact en dehors de la bande chaude laisse circuler le troisième corps. La migration de bande chaude est ainsi associée à la formation de lits de poudre recirculés par la rotation du disque, allongés dans le sens de glissement. Relativement à la cinématique de migration de bande chaude, ces lits de poudre s'accumulent en aval de la bande chaude et migrent radialement de façon concomitante à la migration de bande **[Cristol 06]**. Olivier Roussette **[Roussette 05]** a montré qu'une bande compacte de troisième corps, nourrie par les lits de poudre, se forme à la surface du patin dans le sillage de la bande chaude où se localise la portance (Figure I-4). Les mécanismes de détachement de débris, d'une part, et de piégeage et d'agglomération de particules, d'autre part, peuvent expliquer la formation de cette bande de troisième corps **[Desplanques et al. 09b]**.

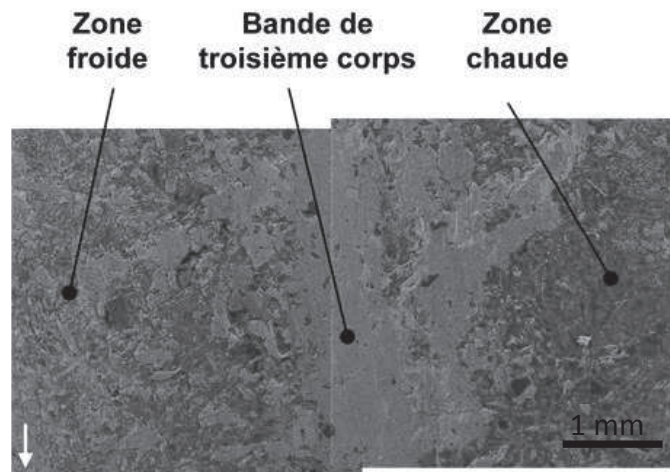


Figure I-4. *Bande de troisième corps formée dans une bande chaude [Roussette 05]*

La bande de troisième corps peut agir à son tour sur le flux de chaleur générée au cours du frottement. Pour étudier ce phénomène, Majcherczak a utilisé une simulation numérique dans laquelle est modélisée une couche de troisième corps continue et homogène, d'épaisseur variant de $1\ \mu\text{m}$ à $1\ \text{mm}$. Majcherczak a montré, grâce à ce modèle, que la couche de troisième corps peut jouer à la fois un rôle de résistance thermique et de stockage de la chaleur [Majcherczak 03] (qui contribue par ailleurs au partage de flux entre le disque et la garniture, évalué à 0,934 pour son étude). Le rôle de résistance thermique contribue à l'augmentation de la température de surface du matériau de friction alors que le rôle de stockage de la chaleur conduit à limiter cette température. La figure I-5a montre que le matériau de friction est soumis à des températures de surface nettement plus élevées que celles du disque du fait de la présence de la couche de troisième corps. Les figures I-5b et I-5c montrent l'effet de stockage de chaleur du troisième corps : la température maximale atteinte pendant le freinage se situe à l'intérieur de la couche de troisième corps. Majcherczak a montré également que pour des faibles épaisseurs de la couche de troisième corps, la température maximale enregistrée au sein de la couche de troisième corps est proche du matériau de friction (Figure I-5b). Plus l'épaisseur augmente, plus la température maximale migre vers le milieu de la couche de troisième corps (Figure I-5c). Majcherczak a montré aussi que plus l'épaisseur de cette couche augmente, plus l'effet de résistance thermique et l'effet de stockage augmentent. On a donc une compétition entre ces deux effets. L'effet de résistance thermique est important pour les faibles épaisseurs de troisième corps mais pour des épaisseurs élevées (au delà de $300\ \mu\text{m}$) ce serait l'effet de stockage qui l'emporte.

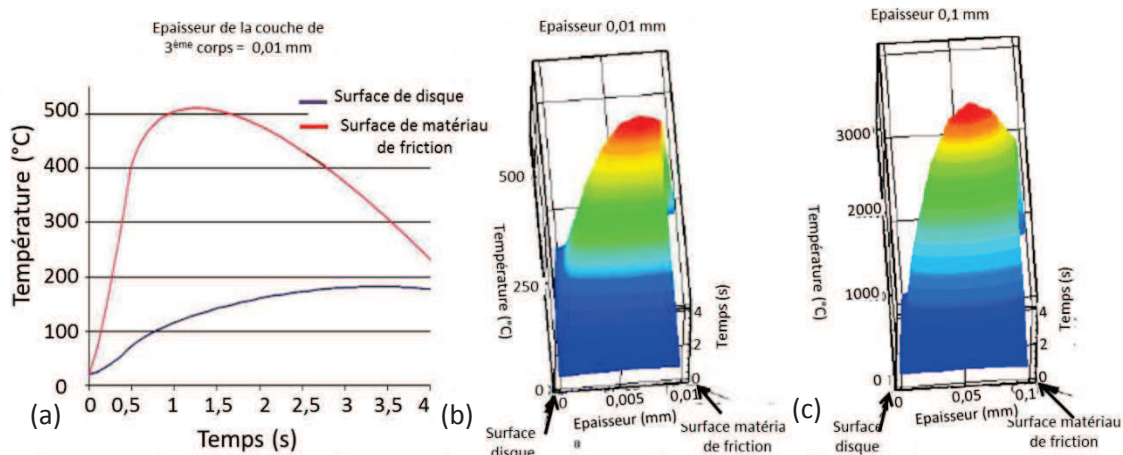


Figure I-5. Evolution des températures (a) en surface du disque et du matériau de friction (b) et (c) au sein du troisième corps [Majcherczak 03]

2. Lien matériau - procédé - propriétés et performance

Un matériau de friction contient généralement plus de 20 constituants qui diffèrent par leurs nature, morphologie et taille mais également par leurs propriétés mécaniques, physiques, thermiques... Cette diversité confère au matériau de friction une microstructure et des propriétés locales hétérogènes. Ces propriétés sont également définies par le procédé de fabrication qui est lui-même influencé par la composition chimique du matériau de friction. En effet, une modification de la formulation des matériaux de friction engendre une modification du procédé de fabrication. Par exemple, l'étape de mélange est facilitée par la présence de particules de graphite jouant le rôle d'un lubrifiant. La cinétique de cuisson lors du moulage à chaud diffère d'une formulation contenant des fibres métalliques d'une autre qui ne renferme pas d'éléments conducteurs de la chaleur. Il a été montré par exemple que l'augmentation de la conductivité thermique du matériau de friction, par l'ajout des constituants conducteurs de la chaleur, peut contribuer à réduire de façon significative la durée de moulage à chaud [Shojaei 06].

Concernant l'impact du procédé sur les propriétés du matériau, chaque étape de fabrication impacte une ou plusieurs propriétés du matériau de friction.

- Pendant le mélange, on définit la morphologie et la taille des constituants qui contribuent aux propriétés du matériau et par suite à son comportement tribologique. Pendant cette première étape de fabrication, les fibres peuvent être enchevêtrées et

former des pelotes dans lesquelles la résine ne peut pas pénétrer, constituant ainsi une première source de porosités.

- Pendant l'étape de préformage, on définit la répartition des constituants, particulièrement celle des fibres qui, dès les premières applications de pression, s'orientent parallèlement au plan du plateau de la presse et par suite au plan de glissement lors du frottement du matériau de friction. La dispersion et l'orientation des autres constituants sont aussi définies dans cette étape. L'orientation préférentielle des fibres agit sur les propriétés et le comportement à l'usure du matériau. En effet l'orientation préférentielle de certains constituants, tout particulièrement les fibres, peut engendrer une modification de rigidité du matériau et peut favoriser l'aptitude du matériau à s'accommoder à la déformation induite sous sollicitation en freinage **[Baklouti 13]**. L'orientation des fibres peut agir aussi sur la portance : les fibres couchées, orientées parallèlement au plan de glissement, sont incapables de piéger le troisième corps, alors que les fibres debout, orientées perpendiculairement au plan de glissement, peuvent agir comme des plateaux primaires autour desquels le troisième corps s'accumule et se compacte pour former des plaques planes de portance **[Baklouti 13]**.
- Pendant l'étape de moulage à chaud, les porosités se forment davantage. Elles sont liées, d'une part, à la présence des pelotes de fibres enchevêtrées qui constituent des réservoirs limitant l'échappement des gaz (vapeur d'eau, ammoniac...) dégagés pendant la polymérisation de la résine, et d'autre part, à la cinétique de cuisson de la résine : la vitesse de réticulation étant beaucoup plus rapide que la vitesse de libération de la vapeur d'eau et la gélification de la résine ayant lieu avant l'évaporation de la totalité de la vapeur d'eau, des microcavités se forment dans le matériau de friction **[Kaynak and Tasan 06]**. La formation de porosités diminue en augmentant la pression du moulage à chaud **[Ertan and Yavuz 10]** ou la température de moulage à chaud **[Kim et al. 03]**. La porosité peut soit améliorer soit détériorer les performances du matériau de friction en modifiant ses propriétés dynamiques (amortissement vibratoire) et thermiques (conductivité thermique) **[Kim et al. 08]**. Une étude **[Cho et al. 05]** a confirmé qu'un matériau avec une porosité et compressibilité élevées présente une faible propension au bruit. En jouant le rôle d'isolants thermiques, les pores peuvent entraîner une réduction du frottement et une augmentation de l'usure **[Kurt and Boz 05]**. D'un autre point de vue, les microcavités formées peuvent affecter les performances de la résine **[Wolfrum and Ehrenstein 99]** et les propriétés

mécaniques du matériau. En effet, elles constituent des zones de faiblesse où les premières fissures peuvent être initiées et à travers lesquelles, elles peuvent se propager [Chau 84]. Des contraintes résiduelles peuvent aussi se développer à l'issue de l'étape de moulage à chaud [Wang et al. 05] et qui peuvent modifier les performances du matériau de friction. Elles sont attribuées au retrait chimique de la résine [Lange et al. 95] pendant sa cuisson (polymérisation) et à la différence de contraction thermique de refroidissement entre la résine et les fibres, provoquée par les écarts de coefficients de dilatation thermique entre la fibre de renforcement et la matrice. Pendant l'étape de moulage à chaud le matériau acquiert ses propriétés thermiques, chimiques, mécaniques et sa microstructure.

- L'étape de post cuisson sert à modifier les propriétés chimiques lorsque la cuisson du matériau n'est pas achevée pendant les étapes qui précèdent. Elle permet aussi de modifier les propriétés thermiques et mécaniques du matériau et peut contribuer à une relaxation des contraintes créées par les étapes précédentes [Wolfrum and Ehrenstein 99, Wang et al. 05].

3. Expertise d'un matériau de friction industriel utilisé en service

Cette partie concerne l'expertise d'un matériau de friction pour application automobile utilisé en service, dans le but d'identifier les mécanismes physiques mis en jeu au cours du freinage, de mieux cerner ses modes de dégradation et d'apporter ainsi des éléments de compréhension du comportement du matériau de friction en frottement et à l'usure.

La caractérisation du troisième corps et l'identification de ces mécanismes de frottement sont menées à partir d'observations et d'analyses post mortem. Les observations sont menées aux échelles microscopiques locales caractéristiques des mécanismes de frottement et d'usure à des observations macroscopiques capables de rendre compte des localisations de portance dans l'aire apparente de contact.

3.1. Matériau de friction

Le matériau de friction étudié est un matériau composite à matrice organique produit par La Société Tunisienne de Garnitures STUGAFREM. Sa composition est donnée dans le tableau I-2. Dans une matrice en résine phénolique, les fibres et les particules sont présentes respectivement pour 22 et 63,8% de la masse totale. Elles sont de natures minérales et organiques.

Tableau I-2. *Composition de la formulation A*

Classification		Constituant	% massique
Liant		Résine phénolique	14,2
Charges	Remplisseurs	Baryte, carbonate de calcium, craie	44,5
	Abrasifs	Oxyde d'aluminium	1,7
	Modificateurs de friction	Caoutchouc, poudre de friction	6,8
	Lubrifiants	Graphite, coke, noir de carbone	10,8
Fibres		Fibre de roche, cellulose, fibre de	22

Le matériau de friction expertisé a été utilisé en service sur un véhicule ISUZU et a frotté contre un tambour en fonte à graphite lamellaire. Il a été démonté suite à la constatation d'une usure prématurée (Figure I-5). Il est à noter qu'une partie du matériau de friction est manquante, un morceau s'étant détaché au démontage. Des observations macroscopiques de l'ensemble de la garniture permettent de distinguer deux zones :

- l'une en sortie de contact couverte d'une importante quantité de poudre laissant cependant certains constituants apparents
- et l'autre, en entrée de contact, ne présentant pas de poudre en surface mais un aspect plus lisse (Figure I-5a).

Des fissures macroscopiques sont également observées sur la surface frottante du matériau de friction (Figure I-5a) mais également sur la tranche du matériau (Figure I-5b). Sur les observations de surfaces frottées présentées dans ce travail, le sens de glissement est de la droite vers la gauche.

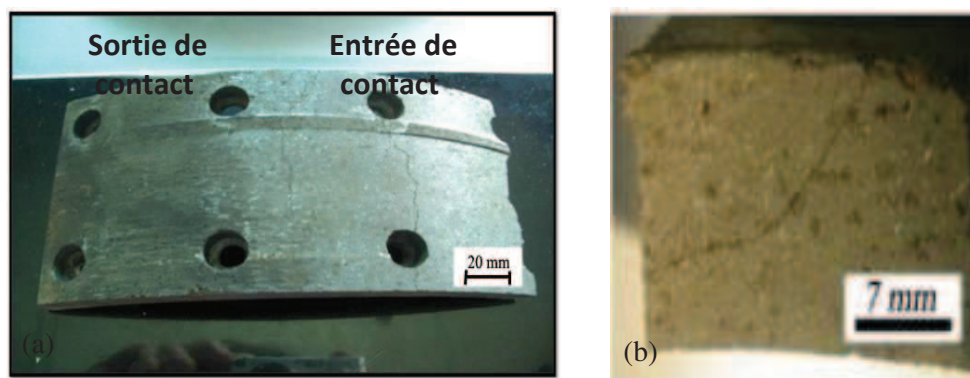


Figure I-5. *Observations macroscopiques du matériau de friction (a) Identification des zones d'entrée et de sortie de contact, (b) Fissure affectant l'épaisseur du matériau*

3.2. Zones expertisées du matériau de friction

3.2.1. Entrée de contact

Des observations en microscopie optique (MO) de la zone d'entrée de contact confirment que, dans cette zone, la surface du matériau de friction n'est que peu couverte de poudre. En effet, il est possible sur la figure I-6 de distinguer des points brillants correspondant à des constituants du matériau de friction.

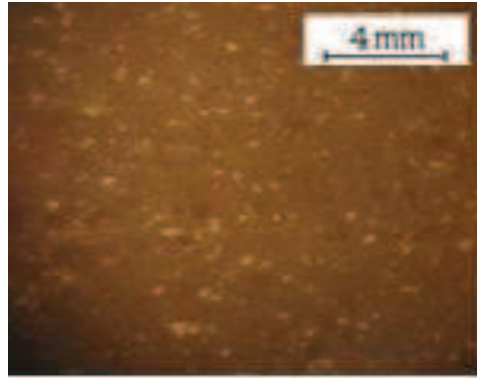


Figure I-6. Observation de la zone d'entrée de contact (MO)

La figure I-7 présente une observation en microscopie électronique à balayage (MEB) de cette zone. Des particules arasées par le frottement sont visibles en surface. Autour de ces particules, le matériau de friction apparaît peu couvert de poudre. La figure I-7b montre la formation d'une plaque plane de troisième corps en amont de la particule arasée. Les particules jouent ainsi le rôle de plateaux de portance primaires. Une analyse EDS réalisée sur la particule a permis d'identifier qu'il s'agit d'une particule minérale appelée « shot de roche » de même composition que les fibres de roche. Ces shots se distinguent des fibres de roche par un diamètre plus important pouvant atteindre plusieurs centaines de micromètres, alors que le diamètre des fibres n'excède pas 10 μm .

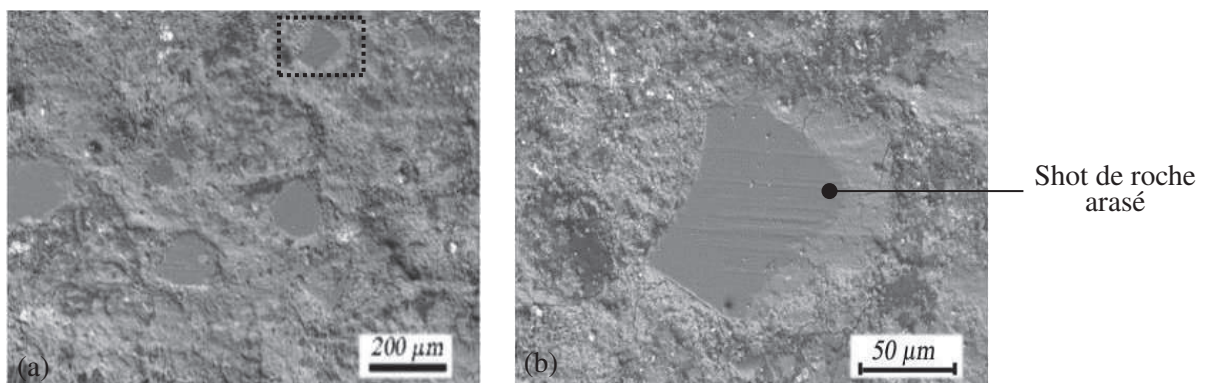


Figure I-7. Shots de roche arasées formant des plateaux de portance primaires, observées en MEB (mode BSE). La micrographie b) est une vue locale de la micrographie a).

L'entrée du contact présente également des zones couvertes plus largement par le troisième corps. Celui-ci est alors présent sous forme de plaques millimétriques couvrant la surface du

matériau et ne laissant apparentes que des particules de grandes tailles. Sur la figure I-8a, les particules apparentes visibles en noir sont des particules carbonées. La figure I-8b présente une zone couverte de troisième corps localement fragmenté et montrant des traces de frottement. Cette figure montre également un shot de roche arasé autour duquel s'est accumulé et compacté du troisième corps.

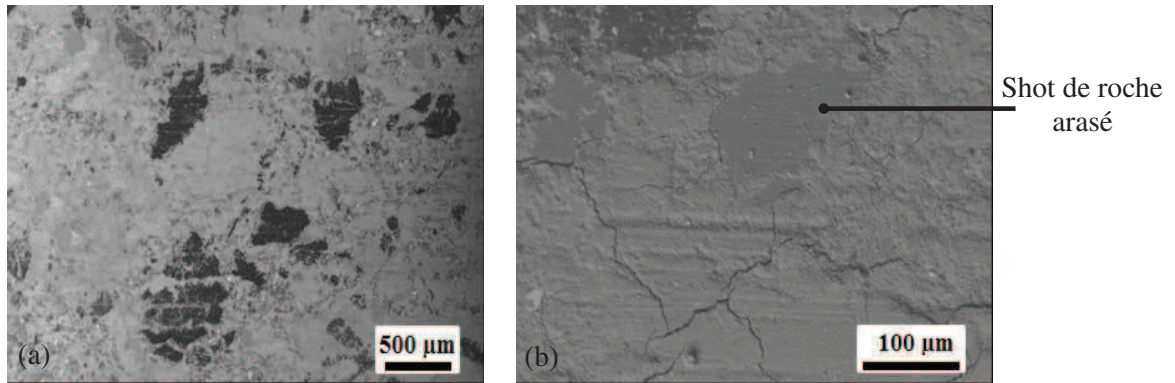


Figure I-8. *Troisième corps compacté et particules arasées observés en MEB (mode BSE) a) carbonées et b) minérales*

La figure I-9 présente une observation réalisée sur une plaque plane de troisième corps recouvrant partiellement une particule carbonée visible sur la figure I-9b. Les analyses EDS pratiquées sur la plaque ont montré la présence de fer issu du tambour contre lequel le matériau de friction a frotté. Il est d'ailleurs à noter que les particules apparaissant en blanc sur la figure I-9b sont des particules riches en fer. D'autres éléments tels que le silicium, l'aluminium, le calcium et le magnésium proviennent des constituants minéraux du matériau de friction, le calcium pouvant également provenir du carbonate de calcium ou de la craie. On trouve également du baryum issu de la baryte ainsi qu'un pic significatif pour l'oxygène. Cet oxygène est présent initialement dans certains constituants du matériau de friction mais aussi dans les nombreux oxydes, notamment les oxydes de fer, formés au contact.

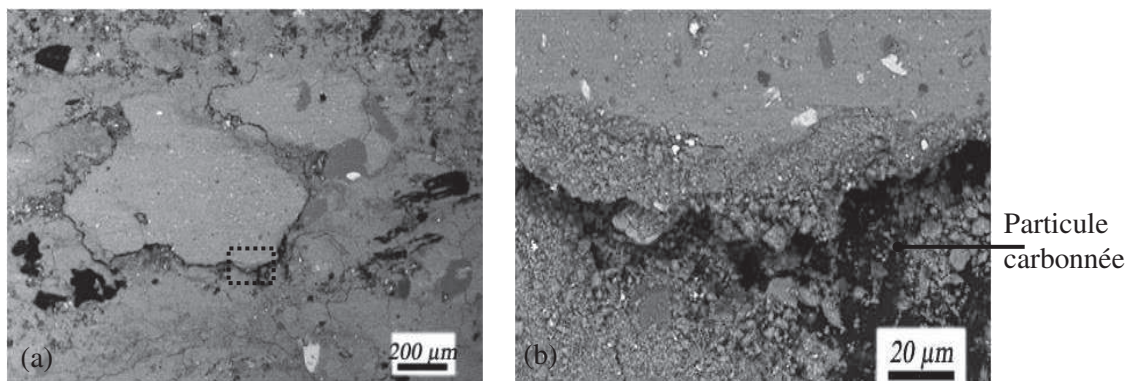


Figure I-9. *Plaques de troisième corps observées en MEB (mode BSE). La micrographie b) qui montre l'aspect d'un bord plaque est une vue locale de la micrographie a).*

En plus des shots de roche et des particules carbonées, les fibres de verre sont également visibles à la surface du matériau de friction. Sur la figure I-10, on peut en effet voir les paquets de fibres de verre émergeant du matériau. Certaines fibres sont rompues et d'autres sont arasées ce qui prouve leur participation au contact. Ces paquets de fibres constituent également des zones de piégeage des poudres de troisième corps sous forme plus ou moins compact. La figure I-10a présente une zone de fragmentation, il est cependant impossible de savoir s'il s'agit d'une fragmentation superficielle de poudres compactées ou d'une fissure plus profonde qui s'est développée au sein du matériau de friction.

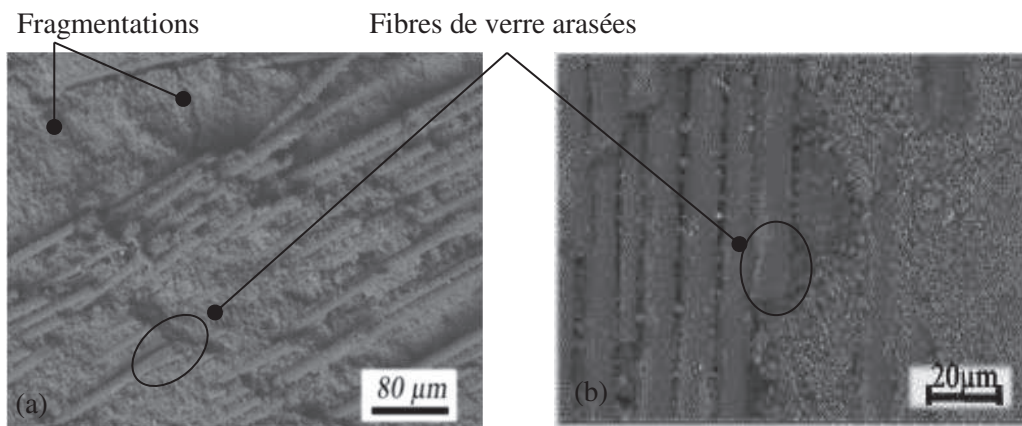


Figure I-10. *Paquets de fibres de verre émergeant à la surface et piégeage de poudre de troisième corps (MEB-BSE)*

En conclusion, on peut noter qu'en entrée de contact le matériau de friction présente à sa surface des fibres et des particules minérales arasées. Ces particules jouent le rôle de plateaux de portance primaires. Les plaques de troisième corps de taille importante se développent constituant ainsi des plateaux de portance secondaires. Le troisième corps analysé dans cette zone contient des éléments présents dans le matériau de friction ainsi que du fer issu de la fonte constitutive du tambour contre lequel le matériau de friction a frotté.

3.2.2. Sortie de contact

Dans la zone de sortie de contact, la surface du matériau de friction est quasiment totalement couverte de troisième corps et les constituants du matériau de friction ne sont plus visibles en microscopie optique (Figure I-11).

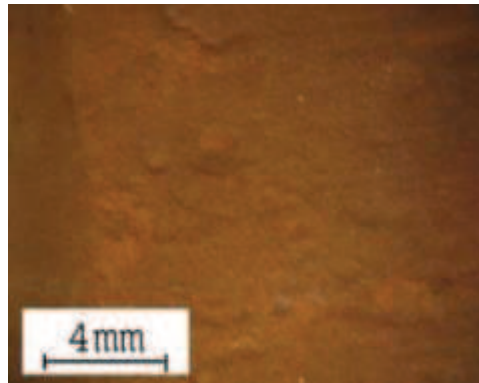


Figure I-11. Observation de la zone de sortie de contact (MO)

D'après les observations menées en MEB, deux zones différentes peuvent être distinguées : une zone couverte majoritairement de troisième corps sous forme de poudre et des particules de petites tailles issues du matériau de friction, et une zone présentant un troisième corps sous forme de plaques compactes et de poudre.

- Zone couverte de troisième corps sous forme de poudre et de particules issues du matériau de friction : la figure I-12a montre une zone du matériau de friction totalement couverte de troisième corps pulvérulent dans lequel aucune particule n'est identifiable. La zone présentée en figure I-12b est également couverte de poudre, on peut y distinguer également des particules et des fibres. Des analyses EDS dans cette zone ont permis d'identifier la nature de ces morceaux de constituants du matériau de friction dont la taille atteint plusieurs dizaines de micromètres. On note la présence de fragments de fibre de verre, de particules de baryte et de particules carbonées. Une analyse EDS d'une zone couverte de poudre a permis d'identifier tous les éléments issus des constituants du matériau de friction. On note également une faible présence de l'élément fer provenant de la fonte du tambour de frein.

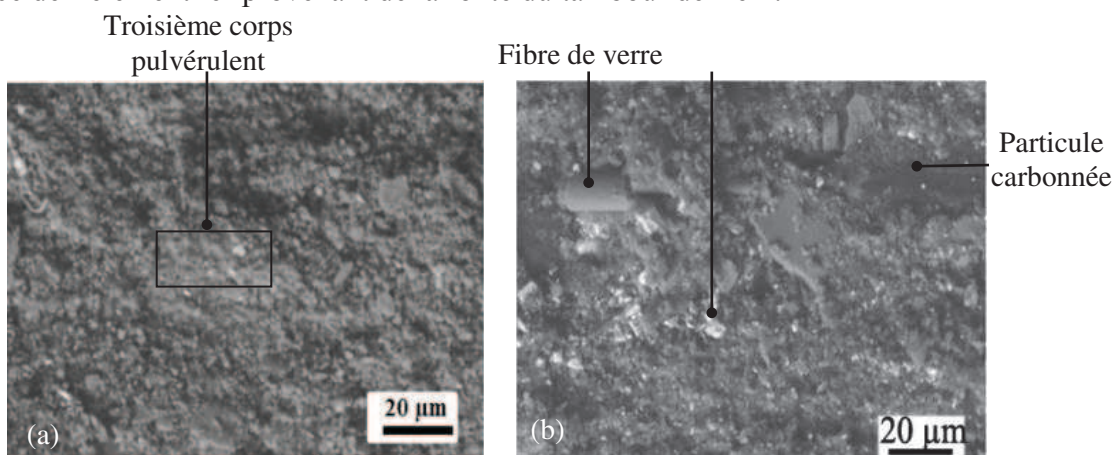


Figure I-12. Observations MEB de la zone majoritairement couverte de poudre (mode BSE)

- Zone couverte de plaques du troisième corps sous forme de poudre et de plaques : la zone du matériau de friction, dont l'observation est présentée en figure I-13, permet l'observation d'un troisième corps sous forme de plaques portantes entourées par de la poudre. Une particule carbonée reste apparente en surface (Figure I-13a). Une particule de fonte arrachée du tambour de frein au cours du frottement est également identifiée en surface par EDS. La composition du troisième corps sous forme de plaques planes (PL) ou sous forme de poudre (PO) a été analysée par EDS. On note que les éléments issus du matériau de friction ainsi que le fer issu de la fonte GL sont présents en quantité comparable.

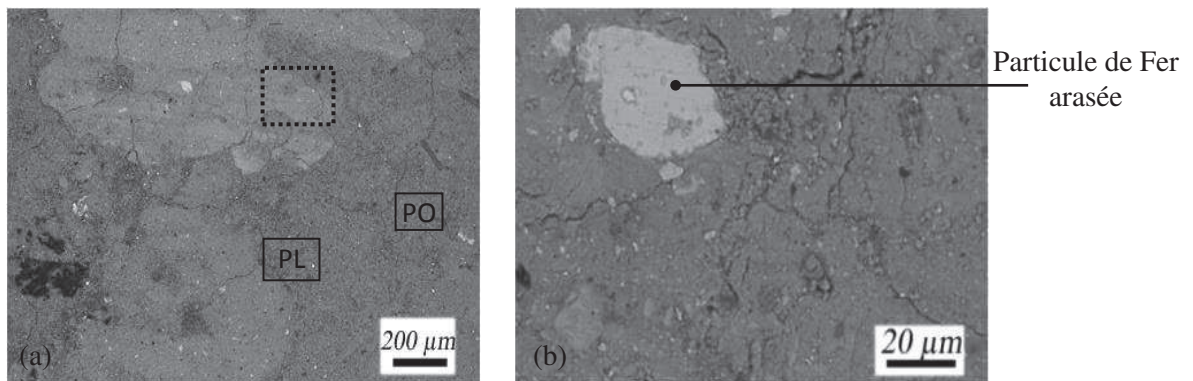


Figure I-13. Observations MEB de la zone constituée par des plaques de troisième corps et de la poudre (mode BSE)

En conclusion, la sortie du contact présente une quantité importante de troisième corps pulvérulent, qui atteste de débits de troisième corps dans le contact et qui constitue une réserve nécessaire à son renouvellement. La forme pulvérulente du troisième corps montre qu'il s'agit d'une zone de moindre portance. La quantité de poudre n'est pas répartie d'une manière homogène sur la surface.

3.2.3. Zone Fissurée

L'expertise du matériau de friction a révélé des fissures macroscopiques sur la surface de frottement mais également dans l'épaisseur du matériau de friction.

Les observations macroscopiques sur la surface latérale du matériau de friction ont montré que la fissure est ramifiée et suit un trajet curviligne. Des observations microscopiques ont été menées le long de la fissure. La figure I-14 présente l'exemple d'un des multiples cas observés le long de la fissure : des paquets de fibres de verres émergent de la fissure et présentent d'importantes décohésions avec la matrice. Ces décohésions facilitent la propagation de la fissure qui, suivant la localisation des paquets de fibres de verre, lui confère son caractère ramifié.

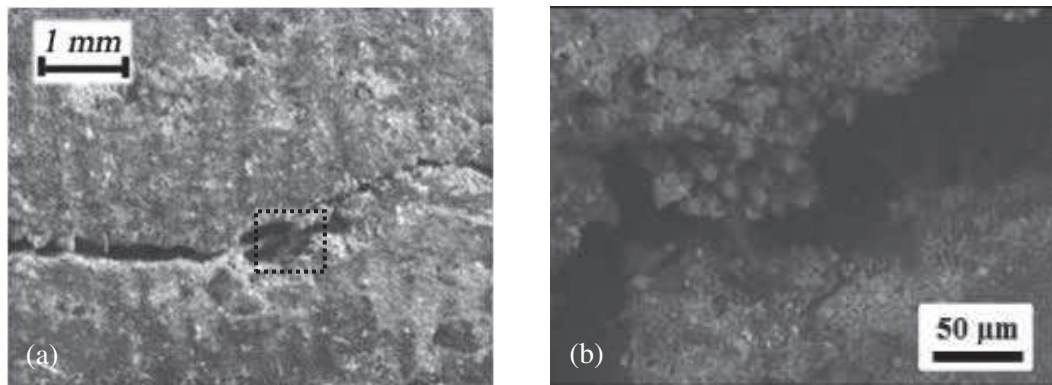


Figure I-14. Fissure macroscopique débouchant sur l'épaisseur du matériau de friction : a : observation par microscope optique, b: observation par MEB

Une fissure visible sur la surface de frottement a été observée permettant de mettre en évidence son aspect ramifié. Des observations menées au MEB (Figure I-15) ont permis d'identifier des paquets de fibres de verre orientés soit perpendiculairement (Figure I-15, zone 1), soit parallèlement (Figure I-15, zone 2) à la direction de la fissure. Lorsque les paquets de fibres émergent dans une direction orthogonale à la fissure, ils n'ont pas constitué un obstacle capable de bloquer la propagation de la fissure.

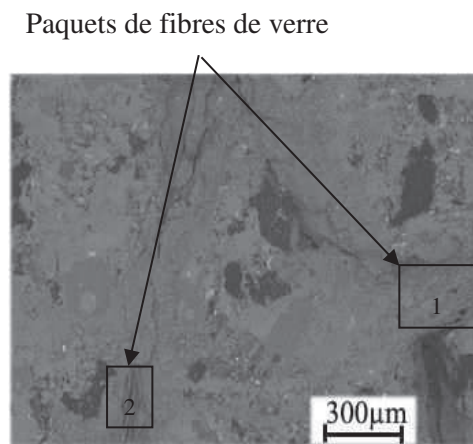


Figure I-15. Observation MEB d'une zone présentant une fissure macroscopique sur la surface de frottement

En conclusion, que ce soit sur la surface frottée ou dans l'épaisseur du matériau de friction, les paquets de fibres de verre constituent des zones de décohésion avec la matrice conduisant à une fissure ramifiée qui s'est propagée suivant la localisation des paquets de fibres.

Par conséquent, l'expertise d'une garniture de frein industrielle utilisée en service nous a permis de discerner des phénomènes d'endommagement spécifiques à ce matériau, notamment la présence de fissures macroscopiques, se développant dans l'épaisseur du matériau composite,

dont la propagation est influencée par des paquets de fibres de verre. Par ailleurs, l'expertise révèle la formation de plaques planes de troisième corps plus nombreuses en entrée de contact, et de grandes quantités de poudre non compactée, plus nombreuses en sortie de contact, signes d'une portance non uniforme, localisée en entrée de contact, et de débits importants de troisième corps, et donc d'un taux d'usure élevé.

IV. Conclusion

Un état de l'art des différentes familles de constituants formant les matériaux composites à matrice organique pour garniture de frein, des différentes étapes du procédé de fabrication, du comportement tribologique de ces matériaux composites et des phénomènes thermomécaniques induits par frottement est présenté. Ce chapitre montre notamment qu'il existe des liens entre la composition des matériaux de friction à matrice organique et le procédé de fabrication d'une part, et entre les différentes étapes du procédé de fabrication et les propriétés et les performances de ces matériaux. Ce premier chapitre montre aussi que les matériaux de friction sont extrêmement complexes et que leur comportement en frottement et à l'usure dépend de nombreux facteurs, propres aux matériaux (composition, microstructure, propriétés mécaniques et physicochimiques), au procédé de fabrication, aux conditions d'usage en freinage, à la nature de la surface de contact (particules générées, plateaux de troisième corps assurant la portance et l'accommodation de vitesse..), aux couplages multiphysiques (thermique, mécanique, chimique....) qui sont mis en jeu au cours du freinage. La complexité des matériaux de friction, et l'interaction entre composition - procédé de fabrication rendent difficile la compréhension du rôle du procédé sur les performances de freinage. Pour s'affranchir de la complexité des formulations industrielles l'étude repose, sur l'élaboration d'une formulation simplifiée, déduite de la formulation industrielle et contenant un nombre réduit de constituants. L'élaboration de cette formulation simplifiée et l'étude de ses propriétés et de ses performances en frottement et à l'usure sont présentées dans le second chapitre.

Chapitre II : Elaboration d'un matériau modèle

Dans un cadre préliminaire, une présentation approfondie du procédé industriel fait l'objet de la première partie de ce chapitre. Cette étape est primordiale avant d'envisager l'étude de paramètres de fabrication et de leur influence dans les performances des matériaux de friction. Pour faciliter la compréhension de la relation procédé - performances, une formulation simplifiée est proposée, notée formulation modèle « M », et fait l'objet de la deuxième partie de ce chapitre. Dérivée de la formulation industrielle complexe prise en référence, la formulation modèle contient un nombre réduit de constituants, l'objectif étant de limiter les effets synergiques entre les différents constituants, et entre la composition et le procédé. Dans un premier temps, on a défini le choix des matières premières de cette formulation modèle. Dans un second temps, la méthodologie et le procédé de mise en œuvre adopté pour l'élaboration du matériau modèle sont présentés. Enfin, on a étudié les propriétés de ce matériau modèle ainsi que son comportement en frottement et à l'usure au moyen d'un protocole spécifique sur un tribomètre d'usure et son comportement en freinage par des essais menés sur un tribomètre de freinage.

SOMMAIRE

I. Analyse du procédé industriel.....	44
1. <i>Mélange</i>	44
2. <i>Préformage</i>	45
3. <i>Moulage à chaud</i>	45
4. <i>Trempe dans l'eau</i>	49
5. <i>Post cuisson</i>	50
II. Elaboration du matériau modèle.....	51
1. <i>Formulation du matériau modèle</i>	51
2. <i>Fabrication du matériau modèle</i>	53

2.1. Mélange à l'échelle laboratoire.....	54
2.1.1. Définition des paramètres de tamisage.....	54
2.1.2. Recherche d'une granulométrie similaire au mélange industriel Mi.....	56
2.2. Essais de validation des paramètres de mélange.....	57
III. Propriétés et performances.....	60
1. <i>Caractérisation microstructurale</i>	60
2. <i>Transformations thermo induites</i>	61
2.1. Analyse thermogravimétrique.....	61
2.2. Dilatation thermique.....	62
3. <i>Etude des propriétés thermo-physiques et mécaniques</i>	63
3.1. Propriétés thermo- physiques.....	63
3.2. Propriétés mécaniques : modules de compression.....	67
4. <i>Comportement en frottement et en usure</i>	71
4.1. Programme des essais d'usure.....	71
4.2. Température de masse du disque et du pion.....	72
4.3. Frottement.....	74
4.4. Taux d'usure spécifique.....	76
5. <i>Comportement en freinage</i>	76
5.1. Tribomètre de freinage et programme d'essai.....	76
5.2. Comportement en freinage.....	79
5.2.1. Essai de freinage d'efficacité ordinaire.....	79
5.2.2. Essai de perte d'efficacité.....	80
IV. Conclusion.....	81

I. Analyse du procédé industriel

Le procédé de fabrication du partenaire industriel permet de produire deux géométries de matériaux de friction : des matériaux de friction pour frein à disques (planes, fabriquées sous forme de plaques) et des matériaux de friction pour frein à tambour (cintrées, fabriquées sous forme dites de segments).

La fabrication des plaques comprend les étapes suivantes : un mélange de constituants préalablement pesés, un préformage sous pression à froid, un moulage sous pression à chaud, une trempe à l'eau, une post cuisson et enfin des opérations de parachèvements (mise aux côtes, rectification, perçage, ...). Concernant les segments, leur fabrication diffère de celle des plaques par l'absence de l'étape de préformage et par la géométrie cintrée du moule utilisé pour le moulage à chaud.

1. Mélange

Avant l'étape de mélange, chaque constituant est pesé avec précision suivant la formulation choisie. Les constituants sont ensuite introduits dans le mélangeur. Le mélangeur utilisé est un mélangeur industriel de capacité 100 kg (Figure II-1). L'arbre qui supporte les pales projeteuses permettant de brasser les constituants en les soulevant de la paroi du tambour tourne à une vitesse de 965 tr/min. En parallèle, deux coteaux rotatifs à 2895 tr/min accélèrent l'effet de mélange en séparant les fibres emmêlées de la formulation, en dispersant les paquets et les agglomérats. L'introduction des constituants dans le mélangeur est effectuée selon un ordre d'incorporation bien particulier dont la première étape consiste à mélanger, pendant une durée de 9 min, l'ensemble des constituants excepté des fibres de verre. Ces dernières sont ajoutées dans une deuxième étape, pour préserver au mieux leur longueur initiale, et malaxés pendant 1 min avec les autres constituants de la formulation. La durée totale du malaxage du mélange industriel (noté M_i) est de 10 min.



Figure II-1. *Mélangeur industriel*

2. Préformage

Cette étape concerne seulement la fabrication des garnitures sous forme de plaques. Le moule de préformage (Figure II-2a) est posé sur une plaque métallique placée sur le plateau inférieur d'une presse DARAGON. Le mélange préparé est versé et réparti manuellement dans le moule préalablement couvert de papier cellophane. La masse de mélange nécessaire à la réalisation d'une préforme est déterminée en fonction des dimensions et de la densité souhaitées de la plaque après post cuisson. La densité cible de l'industriel est de $2,13 \text{ g/cm}^3$. Par exemple, pour obtenir une plaque de matériau final de dimensions $40 \times 40 \times 1,6 \text{ cm}^3$, la masse de mélange nécessaire est de 6,5 kg. Une pression de 15 MPa est ensuite appliquée à froid. On obtient à l'issue de l'opération une préforme (Figure II-2 b) suffisamment rigide et cohésive pour être manipulée de la plaque métallique de préformage à la presse de moulage à chaud.

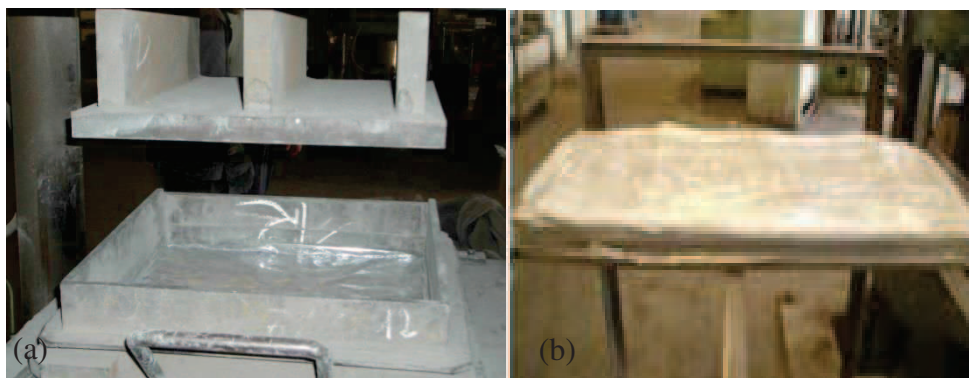


Figure II-2. Poste de préformage : (a) moule, (b) préforme

3. Moulage à chaud

Le moulage à chaud est réalisé sur une presse DARRAGON dont la surface de piston est de 1256 cm^2 . La température de la presse peut être réglée de 100 à 200 °C. L'industriel réalise l'étape de moulage à chaud à 140 °C. La durée de moulage dépend de l'épaisseur brute de la plaque (avant opérations de parachèvement) : à chaque millimètre d'épaisseur correspond 1 min de moulage à chaud. Cependant, Williams et al. [Williams et al. 85] ont montré que la durée de moulage à chaud n'est pas nécessairement proportionnelle à l'épaisseur de la pièce. L'opération de moulage à chaud permettant d'avoir des plaques est appelée « moulage à chaud à plat ». Les garnitures en forme de segments cintrés sont obtenues par un « moulage à chaud sous forme ».

- Moulage à chaud à plat (Figure II-3): la presse dédiée à ce type de moulage est constituée de trois plateaux chauffants : un plateau supérieur fixe et deux plateaux mobiles verticalement (plateau intermédiaire et plateau inférieur). Les plateaux sont chauffés par des résistances noyées. Les préformes sont déposées dans des moules plats préalablement placés sur les plateaux de la presse, préalablement chauffés à 140°C.



Figure II-3. *Moulage à chaud à plat*

- Moulage à chaud sous forme (Figure II-4b) : la presse utilisée est constituée de 3 moules. Chaque moule est composé de deux parties : une partie inférieure comportant l'empreinte et une partie supérieure comportant le poinçon. Les deux parties du moule sont fixées de façon symétrique sur deux plateaux chauffants de la presse. La quantité nécessaire de mélange est placée dans un sac en polyéthylène, ce dernier est ensuite positionné dans l'empreinte du moule préalablement chauffé à 140°C.

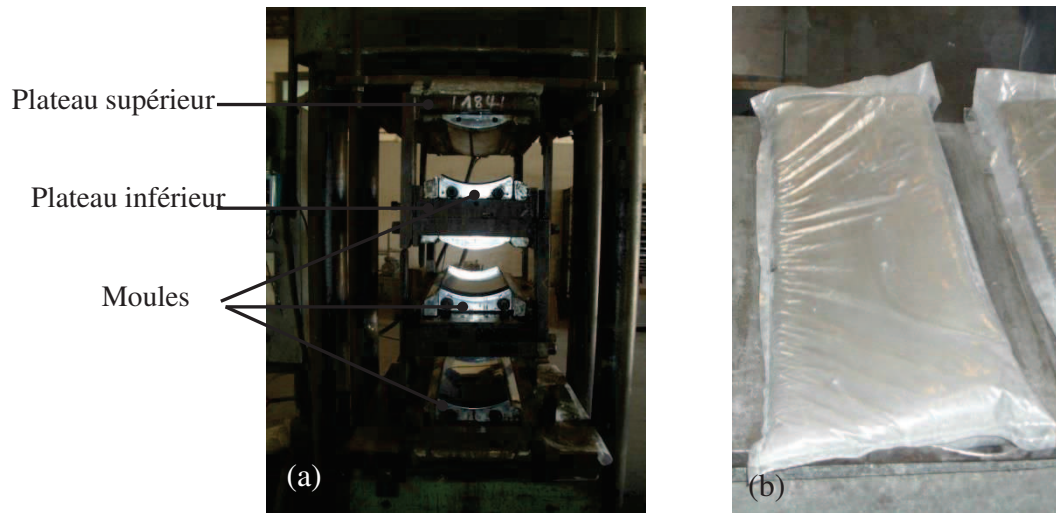


Figure II-4. Moulage à chaud sous forme, (a) presse équipée de moules, (b) sac contenant le mélange des constituants

Pour les deux types de moulage à chaud, sous application de la température et de la pression, la résine phénolique réticule. La charge appliquée par le vérin de la presse est déterminée en fonction de la surface du moule utilisé, de la pression spécifique de moulage qui est fixée à 15 MPa, et de la surface de piston de la presse. Par exemple, pour préparer une plaque de dimensions $40 \times 40 \text{ cm}^2$, le vérin de la presse doit fournir une force de 2 500 kN (soit une pression de vérin de 20 MPa, la pression maximale admissible de la presse industrielle). La température est maintenue constante pendant toute la durée de moulage à chaud, tandis que la pression est relâchée plusieurs fois par ouverture de la face supérieure de la plaque. Les cycles de relâchement permettent d'évacuer des gaz produits par la cuisson du matériau, d'où le nom de « dégazage ». La figure II-5 illustre l'étape de moulage à chaud industriel avec ses cycles de dégazage. Le nombre de dégazages dépend de la durée de moulage à chaud. Leur fréquence est plus élevée en début de cuisson et leur durée est de 20 s environ.

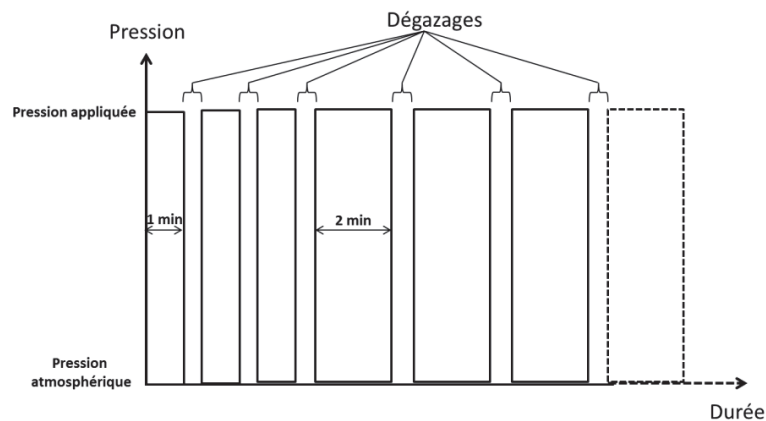


Figure II-5. Cycles de dégazage du moulage à chaud

Pour notre étude, le choix s'est porté sur le moulage à chaud à plat qui permet d'obtenir des plaques de géométrie simple et d'épaisseur uniforme. La taille choisie de $40 \times 40 \times 1,6 \text{ cm}^3$ correspond aux dimensions maximales des plaques réalisables sur la chaîne de production. Dans ce qui suit, le terme « moulage à chaud à plat » est simplifié en « moulage à chaud ». Comme le moulage à chaud s'effectue avec un dégazage par la face supérieure des plaques, des différences de propriétés sont attendues entre les deux faces. Ainsi, les deux faces d'une plaque seront distinguées lors de la fabrication par une flèche tracée sur la tranche des plaques et indiquant la face supérieure.

Afin de connaître les gradients thermiques et leur évolution dans le volume des plaques au cours du moulage à chaud, des mesures de température de masse ont été réalisées dans une plaque pendant cette étape en conditions industrielles (à 140°C pendant 18 min sous une pression de 15 MPa). Pour ce faire, 7 thermocouples ont été implantés pendant l'étape de préformage à différentes positions dans un plan médian de la plaque, en profondeur et au voisinage de la surface (Figure II-6).

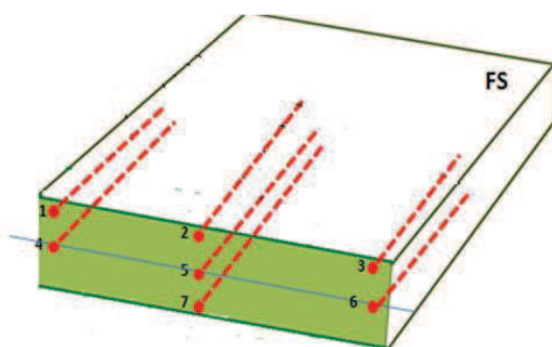


Figure II-6. Localisation des thermocouples dans une plaque de dimensions $40 \times 40 \times 1,6 \text{ cm}^3$

Les thermocouples 1, 2 et 3 sont positionnés à proximité de la face supérieure afin de contrôler l'homogénéité de la température au niveau de la surface de la plaque. Les thermocouples 2, 5 et 7 sont utilisés pour évaluer les gradients thermiques dans l'épaisseur. Les thermocouples 1 et 4 (implantés dans le côté gauche de la préforme) et 3 et 6 (implantés dans le côté droit) servent quant à eux à investiguer l'influence d'effets de bords sur l'évolution de la température de masse de la plaque.

Les résultats des mesures sont illustrés dans la figure II-7. Les mesures du thermocouple 1 n'ont pas pu être exploitées à cause d'un problème d'acquisition au cours de l'essai. On peut noter des grandes variations de température qui sont induites par les phases de dégazage. On peut également constater que, dès le 3^{ème} dégazage, la température de la préforme a largement

dépassée 100 °C. On peut penser qu'à cette température toute l'eau résiduelle contenue dans les matières premières et le mélange est évacuée par le dégazage. Ces essais ont également permis de constater une homogénéité des températures après le 6^{ème} dégazage, pour les thermocouples 2, 4, 5 et 7 d'une part, et pour les thermocouples 3 et 6 d'autre part. Une dizaine de minutes semblent ainsi nécessaires pour homogénéiser la température dans l'épaisseur de la plaque. On peut aussi remarquer que les températures T3 et T6 sont inférieures d'environ 8°C aux températures T2, T5 et T7. Donc, on peut noter un effet des bords pour le côté droit de la plaque, alors que pour le côté gauche, l'effet de bord n'a pas été constaté (T4 est homogène avec T2, T5 et T7). Notons que, lors de la première mise sous pression, la compression de la préforme conduite à une réduction d'un quart de son épaisseur. La position initiale des thermocouples a ainsi été assez affectée, ce qui peut expliquer ce résultat. De ces mesures, on peut conclure que les températures sont homogènes en profondeur mais hétérogènes en surface et qu'un effet de bords existe également.

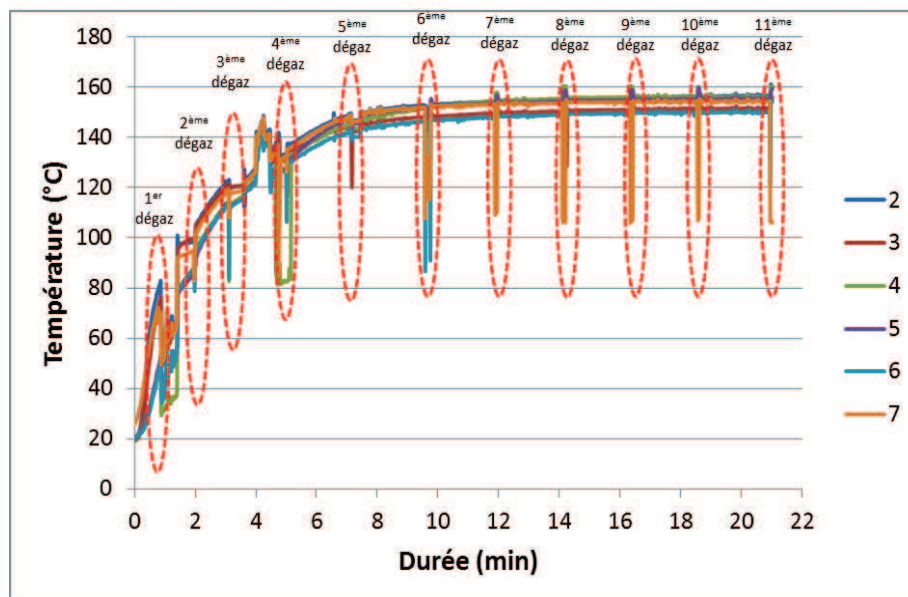


Figure II-7. Evolution des températures de masse de la plaque pendant le moulage à chaud industriel

4. Trempe dans l'eau

Les plaques issues de l'étape de moulage à chaud sont plongées dans un bac rempli d'eau initialement à température ambiante mais qui s'échauffe au fur et à mesure des trempes. Cette trempe rigidifie le matériau par refroidissement, ce qui fige la plaque et limite ses déformations, permettant ainsi de maîtriser la forme et les dimensions du produit moulé.

5. Post cuisson

La post cuisson est réalisée dans un four industriel à gaz (Figure II-8). Les matériaux moulés sont introduits dans le four à température ambiante. Les plaques sont placées directement sur les plateaux du four. Les segments eux sont rangés dans des moules spécifiques pour maintenir leur rayon ; chaque moule est placé sur l'un des plateaux du four. Le four est fermé par une porte à deux battants. La post cuisson dure 10 h et s'accompagne d'une élévation de température jusqu'à 160 °C affichée en consigne.



Figure II-8. Four industriel pour post cuisson

L'évolution thermique de la plaque pendant l'étape de post cuisson a été étudiée en exploitant les mesures des mêmes thermocouples que précédemment, noyés dans la plaque lors du moulage à chaud. Les résultats sont présentés en figure II-9. On note la présence de deux fluctuations de grande amplitude de la température, avec un maximum à environ 150°C et un minimum à environ 100°C, pendant les premières 5 heures et demi de l'essai. Au-delà de cette durée, des fluctuations d'amplitude moins importante autour de 110°C sont observées jusqu'à la fin de l'essai. On peut conclure de cet essai que les températures atteintes au cours de la post cuisson sont fluctuantes et restent inférieures à la consigne, difficultés sans doute liées au système de régulation en température du four industriel. Les résultats mettent aussi en évidence l'homogénéité thermique de la plaque pendant la post-cuisson, que ce soit en surface ou dans son volume, les écarts de température n'excédant jamais 6 K.

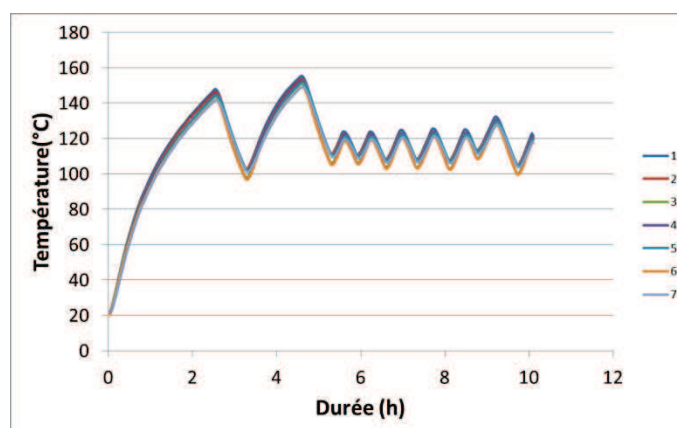


Figure II-9. Evolution des températures de masse de la plaque pendant l'étape de post-cuisson industrielle à 160°C

II. Elaboration du matériau modèle

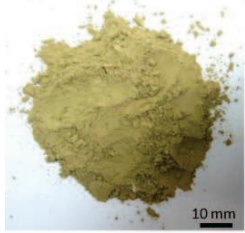
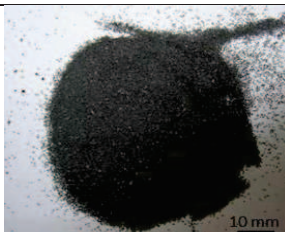
L'élaboration du matériau modèle est basée, d'une part sur un choix des matières premières et des proportions massiques appropriées, et d'autre part sur la fabrication du matériau selon les étapes citées dans la partie I de ce chapitre. Les paramètres de fabrication du partenaire industriel sont conservés, sauf pour l'étape de mélange qui est effectuée à l'aide d'un mélangeur de laboratoire pour obtenir une préparation en quantité adaptée à une fabrication de plaque à l'unité. Il s'agit donc de reproduire le mélange industriel à échelle réduite. La démarche adoptée est présentée dans cette partie. Le critère de sélection des paramètres de mélange est la conservation de la granulométrie. Des mesures de densité d'Archimède et une caractérisation en frottement sont réalisées sur la formulation industrielle élaborée aux 2 échelles, à titre de comparaison et d'appréciation de la qualité du mélange à échelle réduite.

1. Formulation du matériau modèle

Afin de limiter la complexité des effets synergiques entre la composition et le procédé de fabrication, il est proposé d'élaborer une formulation simplifiée « modèle » renfermant un nombre réduit de constituants. Cette formulation est dérivée d'une formulation industrielle composée de 13 constituants divisés en 3 grandes classes : le liant, les fibres de renfort et les charges qui subdivisent elles même en 4 sous classes : remplisseur, abrasif, modificateur de friction et lubrifiants. Pour élaborer la formulation modèle, un constituant de chaque des 6 classes est conservé : le constituant qui présente la proportion massique la plus élevée pour une classe donnée, la proportion massique de l'ensemble de la classe lui étant attribué dans la

formulation modèle. La composition de la formulation ainsi simplifiée du matériau modèle est donnée dans le tableau II-1.

Tableau II-1. *Formulation modèle : Composition et observations optiques des constituants*

Classe	Constituant	Observation optique	% massique
Liant	Résine phénolique		14
Remplisseur	Baryte		45
Fibre de renforcement	Fibre de roche		22
Abrasif	Alumine		2
Modificateur de friction	Caoutchouc		7
Lubrifiant	Graphite		10

2. Fabrication du matériau modèle

La fabrication du matériau modèle est effectuée selon les étapes de fabrication industrielle : un mélange des constituants, un préformage, un moulage à chaud, une trempe dans l'eau, une post cuisson et enfin des opérations de parachèvement. Toutes ces étapes sont réalisées sur la chaîne industrielle excepté l'étape de mélange. Deux raisons nous ont poussés à réaliser les mélanges à l'échelle du laboratoire. La première est d'ordre économique : le mélangeur industrielle permet de préparer une centaine de kilogrammes de mélange ce qui dépasse largement notre besoin en matière première. En effet, pour élaborer des plaques de dimensions $40 \times 40 \times 1,6 \text{ cm}^3$ (plaques suffisamment grandes pour découper des échantillons représentatifs pour le déroulement de notre étude) 6,5 kg de mélange suffit. La deuxième raison est la volonté de maîtriser l'étape de mélange et d'assurer une reproductibilité des mélanges.

Pour élaborer le mélange à l'échelle du laboratoire, nous disposons d'un mélangeur d'une capacité de 9 kg (Figure II-10). Il est équipé d'un arbre horizontal tournant suivant l'axe du tambour (vitesse de rotation 32 tr/min) et sur lequel sont montées deux hélices qui permettent l'homogénéisation de l'ensemble des constituants. Ce mélangeur possède également deux coteaux rotatifs (vitesse de rotation 2800 tr/min) qui peuvent être actionnés et arrêtés indépendamment de l'arbre. La quantité nécessaire à la préparation d'une plaque (6,5 kg de matières premières) occupe environ 80% de la capacité volumique totale du mélangeur.



Figure II-10. *Vue globale du mélangeur de laboratoire*

Nous avons vu dans le chapitre I que le mélangeur détermine la morphologie de la préparation et donc en grande partie la microstructure et les propriétés du matériau élaboré. Avant de se lancer dans la préparation de mélanges à l'aide du mélangeur de laboratoire, il est donc nécessaire d'en acquérir une maîtrise. Une première étape a été la reproduction du mélange de

la formulation industrielle (noté M_i) constituée des 13 constituants. Le premier critère que doit satisfaire le mélange élaboré en laboratoire est d'avoir une répartition granulométrique similaire au mélange élaboré industriellement. La répartition granulométrique des préparations est évaluée par tamisage. Après avoir déterminé les paramètres de tamisage (masse à introduire et durée), l'ordre d'introduction des constituants dans le mélangeur de laboratoire est adapté pour obtenir la granulométrie du mélange industriel. Le deuxième critère est que le mélange en laboratoire, avec ordre et durée d'introduction adaptés, permette d'aboutir à un matériau de friction noté A' ayant une densité et un comportement en frottement et à l'usure similaire à celui du matériau noté A élaboré dans le mélangeur industriel.

2.1. Mélange à l'échelle laboratoire

La démarche adoptée pour le passage de l'échelle industrielle à l'échelle du laboratoire repose tout d'abord sur la définition de paramètres de tamisage des constituants du matériau de friction (masse initiale à tamiser et durée de tamisage) puis sur la recherche d'un mélange de la formulation simplifiée dont la granulométrie est similaire à celle du mélange (M_i) à 13 constituants élaboré dans le mélangeur industriel.

2.1.1. Définition des paramètres de tamisage

Les tests de tamisage sont réalisés sur le mélange industriel M_i . Ces tests consistent à tamiser, par vibration, une quantité du mélange pendant une durée définie dans un tamiseur présentant un fond et 8 tamis dont la taille de maille décroît de 600 à 53 μm (Figure II-11). Ces tamis sont superposés par maille croissante. Le « refus » de chaque tamis, i.e. la matière retenue par chaque tamis, est pesé à l'aide d'une balance précise à 0,1 g.

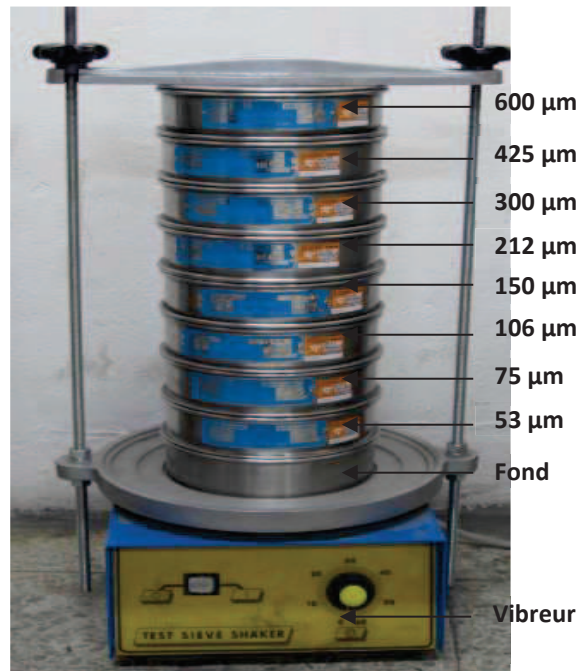


Figure II- 11. Tamiseur composé de 8 tamis et d'un fond, utilisé pour les essais de tamisage

La quantité de mélange à introduire dans le tamiseur doit répondre à deux critères : la non saturation des tamis et la représentativité du mélange. Afin de définir la masse (M) à introduire et la durée de tamisage (t_m), la norme NF EN933-1 [11] a été exploitée. La masse doit satisfaire l'inéquation suivante :

$$M \leq \frac{S\sqrt{d}}{K}$$

Equation II- 1

avec :

M : masse introduite dans le tamiseur (g)

S : aire du tamis supérieur (mm^2)

d : taille de la maille du tamis (mm)

$K = 200 \text{ mm}^{5/2} \text{ g}^{-1}$, constante donnée par la norme

Pour $S = 28338 \text{ mm}^2$ et $d = 0,6 \text{ mm}$, la masse seuil (M seuil) calculée est de l'ordre de 110 g. Deux masses sont choisies (50 et 100 g) et testées. Les essais de tamisage ont été dupliqués. Les résultats ont montré qu'une masse de 50 g permet d'avoir la meilleure reproductibilité des essais pour une durée fixée initialement à 20 min.

Concernant la durée de tamisage (t_m), la norme EN933-1 considère qu'un tamisage est terminé lorsque le refus des tamis évolue de moins de 1% par minute de tamisage. Pour répondre aux exigences de cette norme, plusieurs essais de tamisage de 50 g de mélange

sont réalisés en incrémentant la durée de l'essai d'une minute. L'ensemble des résultats a montré que la différence de pesée des refus est inférieure à 1% par minute de tamisage au delà de 26 min de tamisage (Figure III-12). Par conséquent, les paramètres de tamisage adoptés sont une masse de 50 g à introduire dans le tamiseur pour une durée d'essai de 26 min.

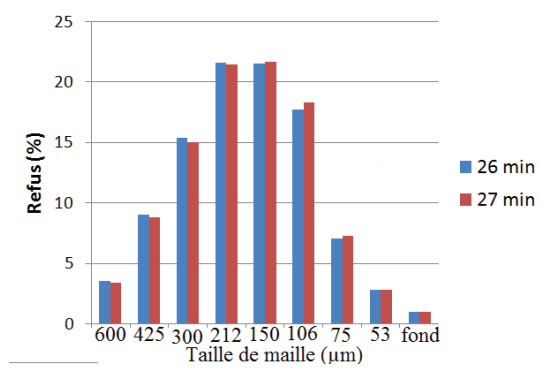


Figure II-12. Répartition granulométrique du mélange *Mi* pour des durées de tamisage de 26 et 27 min

2.1.2. Recherche d'une granulométrie similaire au mélange industriel *Mi*

Les paramètres de mélange (durée et ordre d'introduction des constituants) sont étudiés par tamisage avec les paramètres de masse introduite et de durée de tamisage fixés précédemment. On considère que la durée et l'ordre d'introduction des constituants dans le mélangeur seront adéquats lorsque ces paramètres permettent d'obtenir un refus pour chaque taille de maille similaire à celui du mélange industriel de référence *Mi*.

Les ajustements de la durée et de l'ordre d'introduction sont basés sur l'évolution de l'aspect du mélange ainsi que sur les essais de tamisage. Pour tous les mélanges testés, une dispersion liée à la présence de la cellulose et des fibres de verre est remarquée. Une première séquence est dédiée à la cellulose seule afin de séparer les enchevêtrements de fibres tout en conservant la morphologie fibreuse. Les fibres de verre quant à elles sont introduites lors d'une dernière séquence plus courte afin de ne pas casser les faisceaux de fibre. Des essais multiples de tamisage ont permis de converger vers un mélange noté A5 ayant une granulométrie très proche de celle du mélange industriel *Mi* (Figure II- 13).

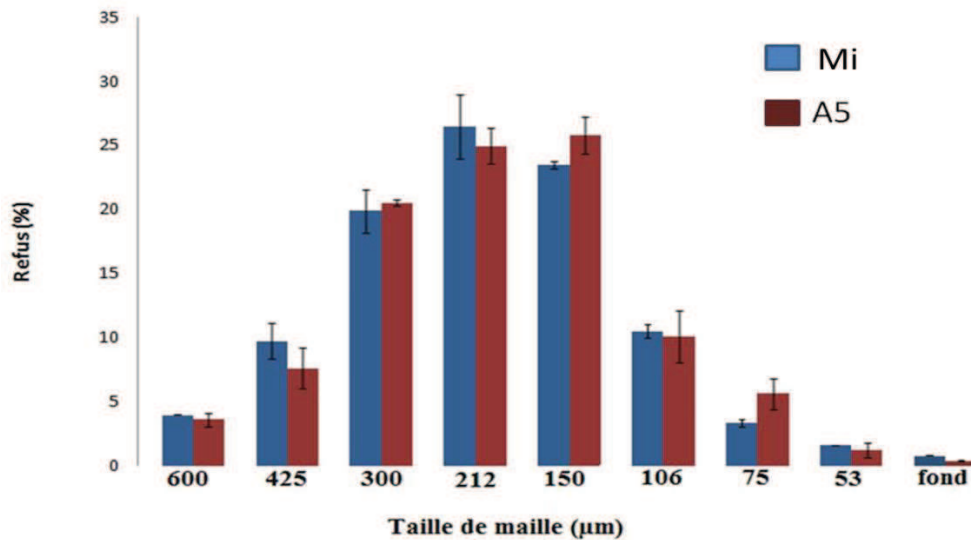


Figure II-13. Répartitions granulométriques des mélanges Mi et A5

Le protocole du mélange A5 est une dispersion de la cellulose seule pendant 30 min, puis l'ajout des autres constituants exceptés les fibres de verre l'ensemble étant mélangé pendant 13 min, puis l'incorporation des fibres de verre mélangés pendant 7 min. La durée totale de l'étape du mélange est de 50 min (Tableau II-2).

Tableau II-2. Paramètres de mélange du mélange A5

Constituants	Séquence d'introduction et durée de la séquence
Cellulose	Séquence 1, 30 min
Tous les constituants exceptés la cellulose et les fibres de verre	Séquence 2, 13 min
Fibres de verre	Séquence 3, 7 min

2.2. Essais de validation des paramètres de mélange

Afin de valider les paramètres du mélange A5, deux matériaux, notés A et A', sont fabriqués à partir des mélanges Mi et A5 respectivement. Ces deux matériaux sont comparés de point de vue masse volumique et du comportement en frottement et à l'usure. Les masses volumiques, qui ont été mesurées par poussée d'Archimède, sont très proches, $2,13(0,04) \text{ g cm}^{-3}$ et $2,15(0,05) \text{ g cm}^{-3}$ respectivement pour A et A'. L'évaluation du comportement tribologique a été réalisée grâce à des essais tribologiques plus simples que les essais de freinage, menés sur un tribomètre d'usure de type pion-disque (Figure II-14). Ces essais permettent une évaluation

préliminaire des performances des deux matériaux développées A et A' en frottement et à l'usure. Le tribomètre d'usure utilisé permet la réalisation d'essais de frottement à vitesse de rotation et à charge normale constantes, jusqu'à 3000 tr.min^{-1} et 2 kN, force imposée par un système hydraulique.

Le pion en matériau de friction a une forme cylindrique de diamètre 14 mm et d' hauteur 16 mm. Le disque en fonte est de diamètre 80 mm et d'épaisseur 20 mm. Le rayon moyen de frottement est de 32 mm.

L'instrumentation du tribomètre permet de suivre l'évolution des grandeurs thermiques et tribologiques au cours de l'essai :

- la composante tangentielle de l'effort du pion sur le disque est mesurée par un capteur de force et permet de calculer le coefficient de frottement μ connaissant l'effort normal imposé,
- les températures du matériau de friction et du disque sont mesurées par deux thermocouples de type K. Le thermocouple de mesure de température du pion (TP) est placé sur le rayon moyen de frottement à 3 mm sous la surface de frottement. Le thermocouple de mesure de température de masse du disque (TD) est inséré sur le rayon moyen à une distance de 2 mm de la surface frottée. Cette mesure de température du disque est utilisée pour le pilotage en température des essais d'usure.

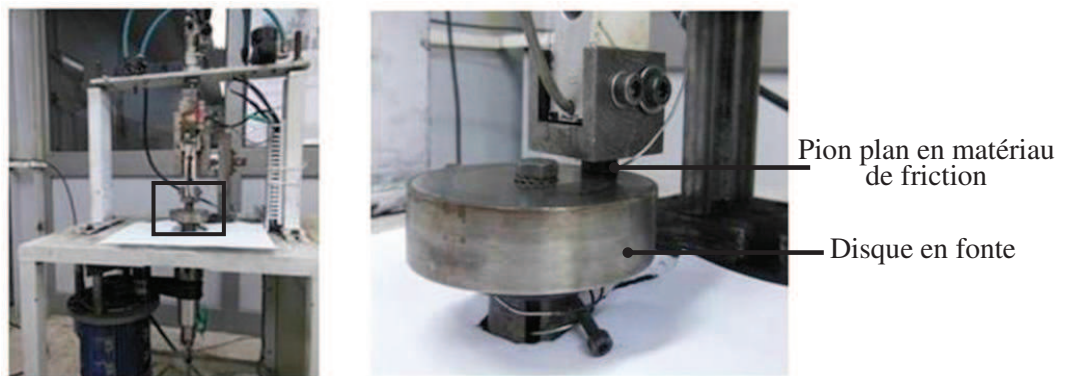


Figure II-14. *Vue d'ensemble du tribomètre d'usure*

Trente cycles d'essai d'usure sont effectués dans des conditions de températures en relation avec des sollicitations douces de freinage. Après une première montée en température jusqu'à 150°C , les cycles d'usure sont réalisés à une température entre 100 et 150°C , une vitesse de glissement de 3 m/s et une pression apparente de $0,6 \text{ MPa}$. Il convient de noter que ces cycles sont précédés d'une phase de rodage constituée d'une succession de cycles entre 70 et 100°C ,

avec les mêmes conditions de vitesse et de pression que l'essai, jusqu'à ce que la surface de pion soit 100% frottée.

La Figure II-15a montre l'évolution du coefficient de frottement au cours du cycle N°10 pour les matériaux A et A'. Pour le matériau A, l'essai démarre avec un coefficient de frottement de 0,4 qui croît pour atteindre 0,5 après 50 s. Il se stabilise à cette valeur jusqu'à $t = 200$ s pour croître à nouveau et atteindre 0,6 à la fin de l'essai. Le matériau A' présente un frottement un peu plus élevé que le matériau A. L'évolution du coefficient de frottement ne présente pas de stabilisation mais une évolution continue de 0,48 à 0,7.

La figure II-15b montre que le matériau A' s'échauffe plus rapidement que celui du matériau A, ce qui est cohérent avec les frottements mesurés. L'essai étant piloté en température, la durée de contact est plus courte pour l'essai du matériau A', ce qui est en concordance avec son niveau de frottement plus élevé. Le taux d'usure spécifique W ($\text{cm}^3/(\text{Nm})$) des deux matériaux, évalué après les 30 cycles d'essai, est déterminé par la relation suivante, donnée par la norme TSE 555(1992) [TS 555 92] :

$$W = \frac{1}{2\pi Rn} \times \frac{1}{f_m} \times \frac{\Delta m}{\rho} \quad \text{Equation II-2}$$

avec :

R : rayon moyen de frottement (m),

f_m : force de friction (N),

n : nombre de tours,

$\Delta m = m_1 - m_2$: variation de masse de pion durant l'essai (g) avec m_1 la masse du pion avant essai (g) et m_2 le masse du pion après essai (g),

ρ : masse volumique du matériau de friction (g/cm^3)

Les calculs montrent que le taux d'usure de A' est comparable à celui de A avec $W_{A'} = 1,4 \times 10^{-8} \text{ cm}^3/(\text{Nm})$ et $W_A = 1 \times 10^{-8} \text{ cm}^3/(\text{Nm})$.

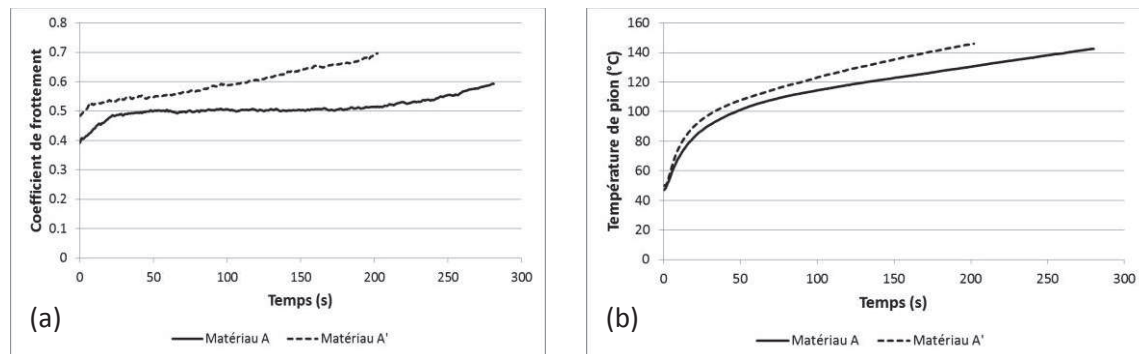


Figure II-15. Résultats des essais de frottement sur matériaux A et A'
a) Coefficient de frottement, b) Température des pions.

Ces résultats confortent le choix des paramètres de mélange en laboratoire, le matériau de friction A', obtenu à partir de ce mélange, ayant une densité et un comportement en frottement et à l'usure comparable au matériau A, de même formulation et élaboré à partir du mélange industriel. Le matériau A' répond donc aux qualités souhaitées et reproduit de manière satisfaisante le matériau fabriqué chez le partenaire industriel. Les paramètres du mélange résumés dans le tableau II-2 sont ainsi adoptés pour l'élaboration la formulation modèle. Cette formulation ne contient ni fibres de cellulose, ni fibres de verre, les six constituants qu'elle contient sont introduits au même instant dans le mélangeur de laboratoire et mélangés continuellement pendant 20 min. Les autres étapes de fabrication (moulage à froid, moulage à chaud sous pression, trempe et post-cuisson) sont réalisées sur la ligne de production industrielle. Le matériau obtenu est noté matériau modèle 14018-16010 ; cette notation se réfère aux paramètres industriels de température et durée pour les étapes de moulage à chaud (140 °C pendant 18 min) et de post cuisson (160 °C pendant 10 h).

III. Propriétés et performances

Ce paragraphe présente l'étude des propriétés et des performances du matériau modèle. Il présente la caractérisation de la microstructure du matériau et de propriétés mécaniques, physiques et thermiques, ainsi qu'une analyse de sa dégradation en thermogravimétrie et de sa dilation thermique. Il se termine par une étude des performances en frottement, à l'usure et en freinage du matériau modèle.

1. Caractérisation microstructurale

La microstructure du matériau modèle 14018-16010 est observée au MEB (Figure II-16). On identifie des particules de caoutchouc et de graphite en noir, le caoutchouc de taille d'environ 500 µm se distinguant par une cohésion partielle à la matrice. La baryte et l'alumine, apparaissant en blanc, se retrouvent distribuées dans la matrice sous forme de particules de tailles de quelques dizaines de micromètres. Des shots de roche (de forme sphérique ayant un diamètre moyen de 200 µm) et des fibres de roche (de diamètre variant de 2 à 10 µm) sont observés. Des porosités pouvant atteindre des diamètres millimétriques sont également présentes à la surface, elles sont formées autour d'amas de fibres de roches.

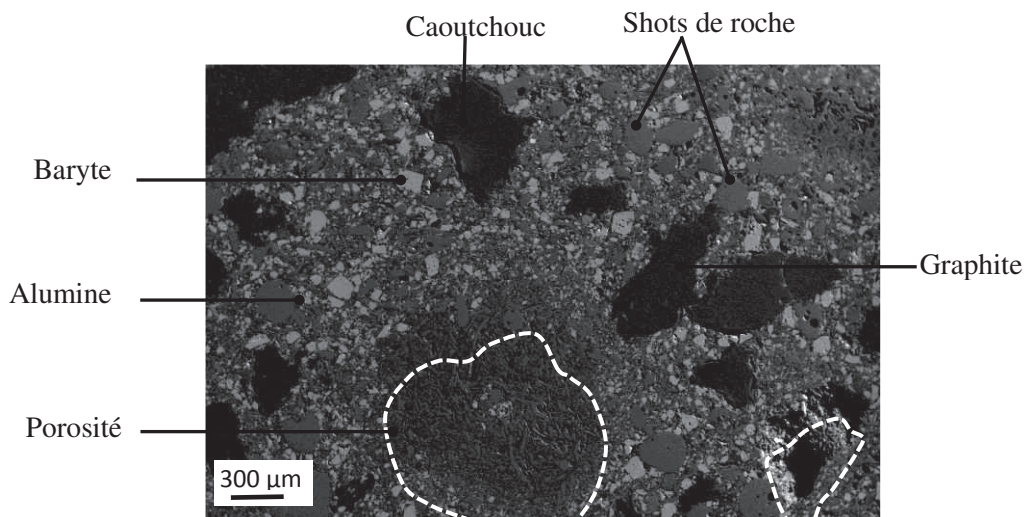


Figure II-16. Observations MEB de la surface du matériau modèle 14018-16010

2. Transformations thermo induites

2.1. Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique permet la mesure de la perte de masse d'un échantillon sous l'effet d'une sollicitation thermique. Elle est réalisée afin d'évaluer l'impact de la température sur la stabilité chimique du matériau de friction et d'en déduire les températures de dégradation. Les températures de dégradation identifiées dépendent des paramètres d'essai (vitesse de chauffe, durée) ainsi que de la masse de l'échantillon à analyser. Le choix des paramètres a été fait suite à l'étude de travaux menés sur des matériaux similaires : masse de l'échantillon de 10 à 40 mg selon la densité apparente des matériaux [Avoine 07], vitesse de chauffage de 10°C/min [Yun et al. 10], plage de température de l'ambiante jusqu'à des températures supérieures à 1000°C [Ingo et al. 04, Cho et al. 06, Kim et al. 06, Cristol 06, Avoine 07]. Les paramètres d'essai retenus pour notre étude sont : une masse d'échantillon de 30 mg, une vitesse de chauffe de 10°C/min, une montée en température de l'ambiante jusqu'à 1200°C et une atmosphère oxydante (20% O₂ et 80% N₂).

La variation de masse en fonction de la température pour le matériau modèle 14018-16010 est donnée en figure II-17. Elle montre que le matériau modèle se dégrade en deux étapes : une première dégradation significative de 32% entre 270 et 890°C, et une seconde qui commence à 1100 °C et semble se poursuivre au-delà de 1200°C. D'après les analyses thermogravimétriques réalisées sur les six constituants, on peut attribuer la dégradation du matériau modèle à la dégradation de ses constituants. En effet, la résine phénolique présente une première dégradation significative de 370°C à 580°C puis une deuxième de 580°C jusqu'au fin de l'essai. Le caoutchouc commence sa dégradation à 230°C jusqu'à 470°C puis

il reprend de 480°C à 1100°C. Dans l'intervalle de température 600-1200°C, ce sont les dégradations du graphite et de la baryte qui s'ajoutent. Il est à noter qu'on ne peut pas attribuer la dégradation du matériau modèle ni à l'alumine ni aux fibres de roches car on n'a pas enregistré de dégradation de ces deux constituants dans la gamme de température choisie.

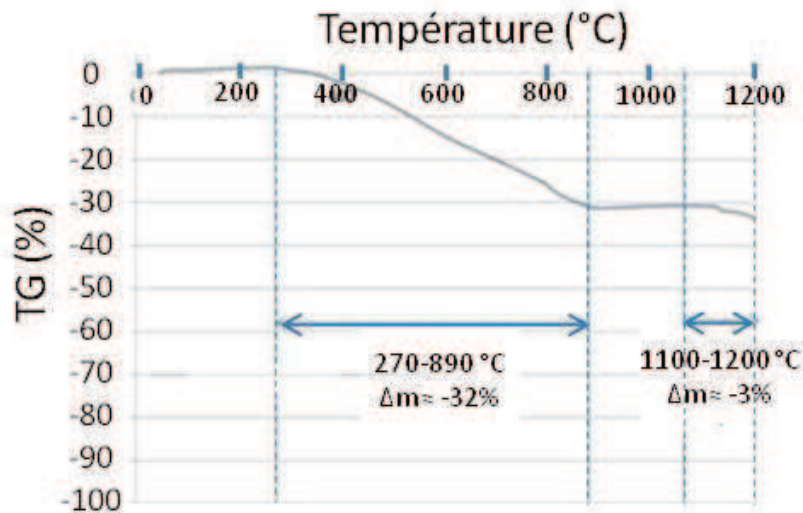


Figure II-17. Variation de masse en fonction de la température du matériau modèle 14018-16010

2.2. Dilatation thermique

Les mesures de dilatation thermique sont réalisées sur un appareil Netzsch Dil 402c. Elles consistent en la mesure de l'allongement d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une élévation contrôlée de température. L'échantillon est maintenu en position sur le support grâce à un poussoir qui applique un effort de quelques micro-newtons sur l'échantillon. En chauffant, l'ensemble (poussoir, support et échantillon) se dilate, un calibrage préalable du système avec un matériau étalon est donc réalisé. Le résultat de l'essai est une courbe de dilatation de l'échantillon en fonction de la température du four. Les échantillons sont des cylindres de 10 mm de diamètre et 16 mm de hauteur. Ils sont prélevés de la plaque du matériau modèle 14018-16010 suivant la direction normale N et dans la direction tangentielle T (Figure II-18).

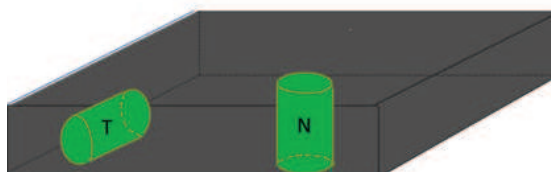


Figure II-18. Prélèvements des échantillons dans la direction normale N et dans la direction tangentielle T

Le cycle de température du four utilisé pour la mesure de dilatation, correspond à une isotherme à 30 °C pendant 15 min suivie d'une montée progressive de température de 30 °C à 200 °C avec une vitesse de 0,5 °C par minute suivie d'un deuxième palier à 200°C pendant 150 min puis une descente de température de 200 °C à 30 °C à la même vitesse que lors de la montée en température. Le cycle est répété deux fois. La Figure II-19 présente les évolutions de l'allongement pour les échantillons prélevés dans les directions normale N et tangentielle T au cours des deux montées en température. Les comportements dans les deux directions sont similaires : lors du premier cycle, le matériau subit une modification irréversible qui entraîne sa compression se traduisant par un raccourcissement de l'échantillon de 0,032 mm et de 0,02 mm par rapport à la longueur initiale dans la direction normale et dans la direction tangentielle de prélèvement, respectivement. Puis lors du second cycle, il n'est plus affecté de manière irréversible. Le coefficient de dilatation du matériau modèle est déterminé en calculant la pente de la courbe au cours de la deuxième montée en température. Le coefficient de dilatation est le même dans les deux directions normale et tangentielle et vaut $2 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$.

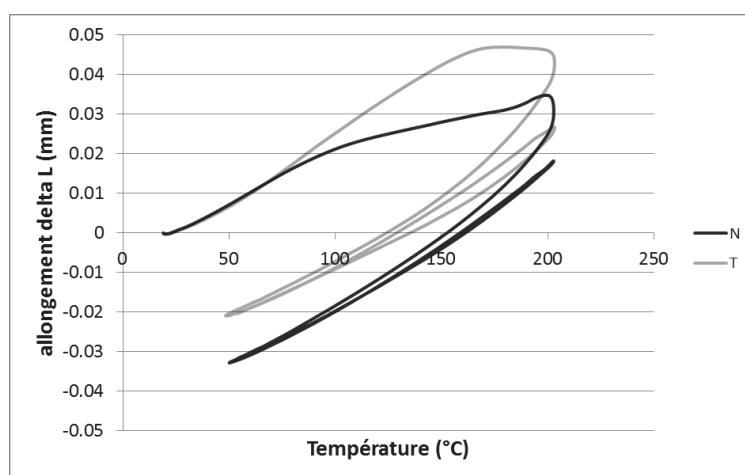


Figure II-19. Evolution de l'allongement en fonction de la température pour les échantillons prélevés dans les directions normale N et tangentielle T du matériau modèle 14018-16010.

3. Etude des propriétés thermo-physiques et mécaniques

3.1. Propriétés thermo- physiques

Les caractéristiques thermiques telles que la conductivité thermique λ et la capacité thermique massique C_p sont mesurées à température ambiante à l'aide d'un appareil Hot-Disc. Les mesures de conductivités thermiques sont basées sur la technique TPS (Transient Plane Source). Le principe de la mesure consiste à chauffer deux échantillons posés l'un sur l'autre

à l'aide d'un disque chauffant plat placé au milieu des deux éprouvettes (Figure II-20). Ce disque est constitué de spires métalliques concentriques qui font à la fois office de source de chaleur et de sonde thermique. Cette sonde impose un flux en échelon aux échantillons et leurs réponses thermiques engendrent une variation de la résistance thermique de cette même sonde qui est mesurée à l'aide d'un pont de Wheatstone. La courbe de température moyenne de la sonde, dans sa phase d'abord transitoire puis stationnaire, fournit les valeurs de conductivité grâce à un modèle thermocinétique [Gustaffson 91, He 05]. L'utilisation de ce modèle impose des conditions fortes sur la forme des échantillons. Ils doivent avoir les mêmes dimensions et les faces en contact avec la sonde parallèles. Ces dimensions doivent être suffisamment grandes par rapport à la taille de la sonde pour permettre l'hypothèse d'un milieu infini. Les échantillons utilisés pour la mesure de la conductivité thermique sont cylindriques de diamètre 50 mm et d'épaisseur 16 mm.



Figure II-20. *Mesure de conductivité thermique*

Pour la mesure de capacité thermique massique, il faut insérer un échantillon de diamètre 14 mm et d'épaisseur 5 mm dans une capsule liée à une sonde capton C2201 (Figure II-21). La méthode consiste à injecter une quantité de chaleur Q , générée par une puissance électrique P , dans l'échantillon ; l'appareil mesure alors la variation de la quantité de chaleur reçue par l'échantillon $Q = mC_p \Delta T$.

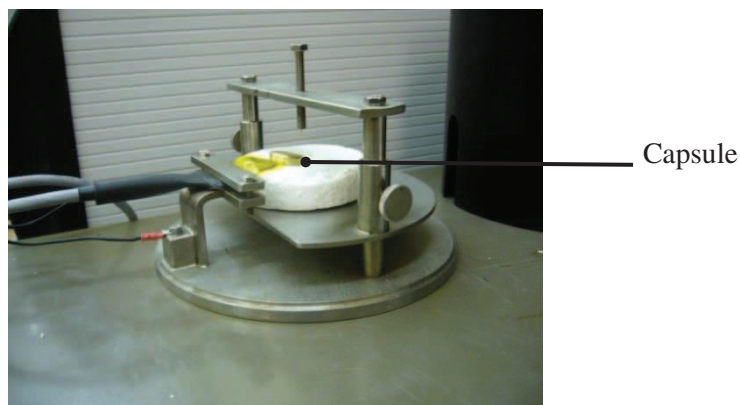


Figure II-21. *Mesure de capacité thermique massique*

L'effusivité des matériaux post cuits est déduite des valeurs de conductivité thermique λ et capacité thermique massique C_p , en tenant compte de la masse volumique mesurée par poussée d'Archimède ρ de l'échantillon (Equation II-3).

$$\xi = \sqrt{\rho \lambda C_p} \quad \text{Equation II-3}$$

La diffusivité thermique D ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) est calculée en divisant la conductivité thermique par le produit de la capacité thermique massique et la masse volumique de l'échantillon.

Deux échantillons sont utilisés pour la mesure de λ et de C_p . Cinq mesures sont effectuées par échantillon. Les résultats des mesures thermiques sont donnés dans le tableau II-3.

Tableau II-3. *Caractéristiques thermiques du matériau modèle14018-16010*

	Matériau modèle14018-16010
Capacité thermique massique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	675,84 (1,18)
Conductivité thermique ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	1,145 (0,047)
Effusivité ($\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{s}^{1/2} \cdot \text{m}^{-2}$)	1262
Diffusivité ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	0,80

*Les valeurs entre parenthèses indiquent l'écart type

Une mesure de porosité est également effectuée. Elle est déterminée par un calcul du taux de densification :

$$\text{Porosité}(\%) = 1 - \text{Taux de densification}(\%) \quad \text{Equation II-4}$$

$$\text{Taux de densification}(\%) = \frac{\rho_m}{\sum \frac{m_i \times \rho_i}{100}} \times 100 \quad \text{Equation II-5}$$

avec

ρ_m = masse volumique apparente de la garniture égale à 2.13 g/cm^3 ,

m_i = pourcentage massique de chaque constituant formant le mélange (%),

ρ_i = masse volumique absolue de chaque constituant de la formulation (g/cm^3).

Les masses volumiques absolues de chaque constituant sont déterminées à l'aide d'un pycnomètre à hélium de marque Micromeritics AccuPyc 1330 (Figure II-22). Ce type de pycnomètre remplace avantageusement les pycnomètres à liquide en évitant tout gonflement du matériau étudié dans le liquide et il permet donc une détermination plus précise de la masse volumique (précision à $0,001 \text{ g/cm}^3$). Le gaz utilisé est l'hélium, un gaz qui explore les pores les plus fins en raison de son faible diamètre moléculaire. Le principe de la pycnométrie

consiste en la mesure de la masse volumique absolue à partir de la mesure très précise du volume d'un échantillon solide de masse connue. Le principe de la mesure est d'injecter un gaz à une pression donnée dans une enceinte de référence, puis à détendre ce gaz dans l'enceinte de mesure contenant l'échantillon en mesurant la nouvelle pression du gaz dans cette enceinte [Degallais et Ilschner 07]. L'application de la loi de Boyle-Mariotte permet alors d'établir la relation suivante (équation II-6):

$$P_1.V_1 = P_2 (V_0 + V_1 - V_E) \quad \text{Equation II-6}$$

$$\text{soit } V_E = V_0 - V_1 (P_1/P_2 - 1)$$

avec : V_1 est le volume de l'enceinte de référence, V_0 est le volume de l'enceinte de mesure, V_E est le volume de l'échantillon, P_1 est la pression du gaz dans l'enceinte de référence, P_2 est la pression du gaz après détente dans l'enceinte de mesure.



Figure II-22. Pycnomètre à hélium

Les valeurs des masses volumiques absolues, de chaque constituant sont données dans le Tableau II-4. En s'appuyant sur ces valeurs, la porosité calculée à partir de l'équation II-4 est de 20%.

Tableau II-4. Masses volumiques absolues de chaque constituant de la formulation modèle

Constituant	ρ absolue (g/cm ³)
Fibre de roche	2,87
Résine phénolique	1,32
Baryte	4,49
Caoutchouc	1,3
Graphite	2,21
Alumine	2,55

3.2. Propriétés mécaniques : modules de compression

Des essais de compression cycliques ont été menés sur une machine Instron d'une capacité de charge 10 kN et équipée d'une cellule de mesure à courant de Foucault (Figure II-23). Trois capteurs à courant de Foucault ont été utilisés pour mesurer le déplacement du plateau supérieur et en déduire la déformation. La vitesse de charge-décharge est de $0,1 \text{ kN.s}^{-1}$

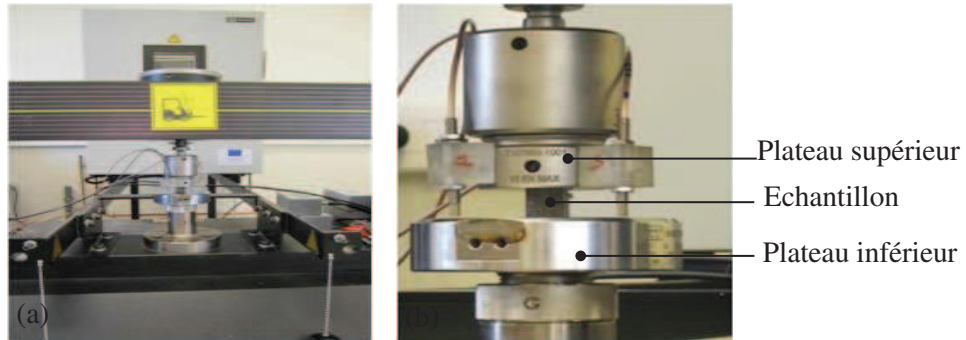


Figure II-23. Machine de compression a) vue globale, b) plateaux de compression et échantillon

Pour mener convenablement des essais de compression, il faut satisfaire aux conditions suivantes :

- Echantillon cylindrique,
- Hauteur de l'échantillon supérieure à 2 fois son diamètre, qui permet de négliger l'influence de déformation en tonneau de l'échantillon.
- Faces d'appui de l'échantillon parallèles
- Etat de surface parfait pour éviter une faible raideur de surface qui altère les résultats aux faibles charges. Des calculs par éléments finis simulant un essai de compression avec une surface d'appui présentant un défaut de bombée montre qu'un profil de surface d'amplitude $5 \mu\text{m}$ peut être toléré, l'enjeu étant d'obtenir des résultats exploitables à partir d'une contrainte de 1 MPa.

Le premier point est vérifié pour tous les échantillons à tester. Le deuxième point ne peut pas être respecté : un diamètre de 14 mm est nécessaire pour obtenir un volume représentatif de l'ensemble du matériau fortement hétérogène mais la hauteur d'échantillon est limitée par l'épaisseur de la plaque du matériau de friction qui est de 16 mm. Pour contrôler les deux derniers points, orientation et état de surface des échantillons, des mesures de profil sont effectuées à l'aide d'un profilomètre interférométrique sur les faces d'appui supérieure et inférieure. Il faut noter que le plateau du profilomètre est préalablement dégauchi pour

permettre une mesure d'orientation (parallélisme). Deux bandes traversant les faces échantillon (Figure II-24) selon deux directions 1 et 2 orthogonales sont analysées. Les résultats des mesures réalisées sur un échantillon ayant des faces d'appui brutes de rectification ont montré la présence d'un écart de forme de l'ordre de $35\text{ }\mu\text{m}$ et d'un écart d'orientation de l'ordre de $60\text{ }\mu\text{m}$. De telles valeurs risquent de fausser les résultats des essais de compression.

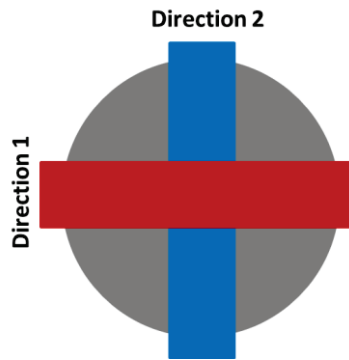


Figure II-24. Localisation des bandes d'analyse en profilométrie interférométrique des faces d'appui des échantillons

Pour remédier à ces défauts, les surfaces de chaque échantillon ont été préparées avec les étapes suivantes :

- polissage des échantillons avec un montage spécialement conçu pour maintenir la face polie orthogonale à la direction de l'échantillon cylindrique. Un papier abrasif grade 600 est utilisé, ce dernier ayant été choisi après des essais préliminaires.
- vérification du profil de surface pour avoir une rugosité et un écart de parallélisme inférieurs à $5\text{ }\mu\text{m}$.

Une fois que les conditions de l'essai liées aux échantillons sont satisfaites, on passe à l'essai proprement dit. Pour choisir la contrainte sous laquelle les essais seront effectués, on s'est appuyé sur la littérature sur l'utilisation des matériaux de friction en freinage. En service, un matériau de garniture de frein frottant contre un disque doit supporter une pression qui varie entre $0,5$ à 4 MPa [Avoine 07]. Dans des situations extrêmes de freinage la pression pourrait atteindre 10 MPa [Eriksson et al. 02]. Par conséquent, pour conduire les essais de compression cyclique, trois niveaux de chargement sont choisis : 2 , 5 et 10 MPa . Pour chaque cycle, le niveau de chargement minimal est fixé à $0,3\text{ MPa}$. Pour chaque niveau, 5 cycles sont réalisés avec une vitesse de charge de 10 N.s^{-1} (Figure II-25).

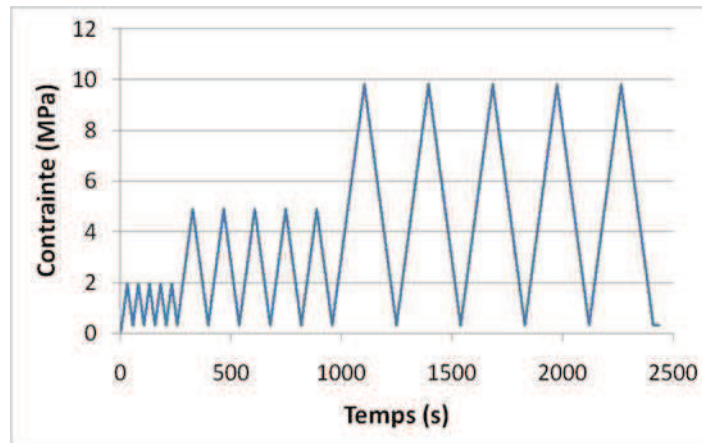


Figure II-25. Cycles de contrainte lors des essais de compression

Avant de positionner l'échantillon sur les plateaux de compression, une couche de graphite a été déposée sur les deux faces d'appui afin de limiter le frottement échantillon-plateau et réduire ainsi la déformation en tonneau de l'échantillon.

Trois éprouvettes ont été testées dans la direction normale (N-P1, -P2, -P3) et trois dans la direction tangentielle (T-P1, -P2, -P3) de prélèvement. Les résultats de ces essais sont donnés dans la figure II-26. Les courbes obtenues dans la direction tangentielle paraissent plus raides que celles de la direction normale. Le matériau modèle 14018-16010 apparaît donc plus rigide dans la direction tangentielle.

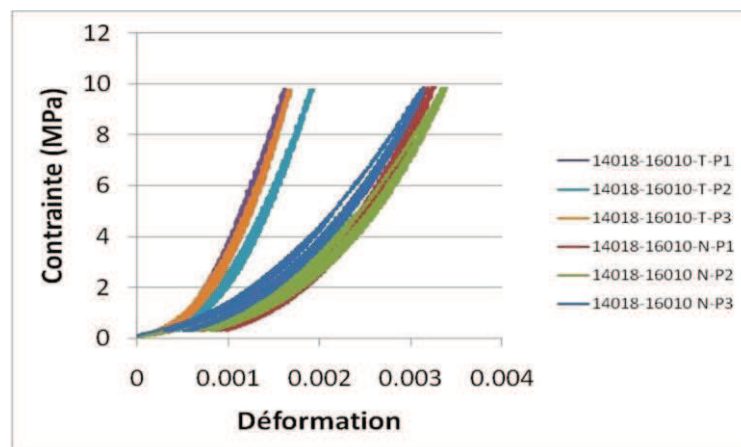


Figure II-26. Courbes contrainte-déformation du matériau modèle 14018-16010 selon deux directions de prélèvement normale N et tangentielle T

Cette différence de rigidité peut être expliquée par l'orientation préférentielle de certains constituants, tout particulièrement les fibres de roche, suivant la direction tangentielle. Cette anisotropie peut être induite par le procédé de mise en forme. En effet, au moment de

l'application de la charge du moulage à chaud, la préforme est fortement comprimée avec une réduction d'épaisseur d'un quart de sa valeur, ce qui entraîne une orientation préférentielle des fibres longues parallèle aux faces supérieures et inférieures de la plaque. En plus de cette orientation des fibres, du fait de la pression normale, les porosités formées lors du moulage à chaud des matériaux de friction ont une forme d'ellipsoïde aplatie dans la direction tangentielle (Figure II-27). Par conséquent, la porosité influe également sur l'anisotropie du matériau [Magnier *et al.* 13].

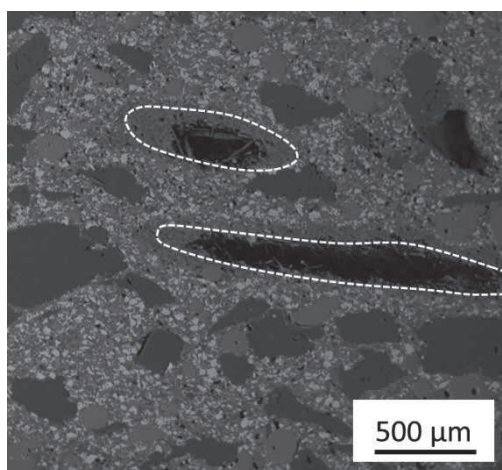


Figure II-27. Orientation des porosités macroscopiques du matériau modèle 14018-16010 (Observation MEB en coupe transverse d'une plaque)

Une détermination des modules de compression par niveau de contrainte (2, 5 et 10 MPa) est réalisée. Le calcul de ces modules est fait à la décharge, pour chaque cycle, selon une régression linéaire. L'examen des courbes de décharge de chaque cycle et pour chaque niveau de contrainte a montré des fluctuations importantes des mesures à 1 MPa, rendant difficile l'évaluation des modules de compression à ce niveau de contrainte. A 2 MPa, on a constaté une réduction des dispersions de mesure, qui deviennent négligeables à 5 et 10 MPa, ce qui rend le calcul des modules plus précis. Pour ces raisons, la détermination des modules de compression ont été effectués pour les niveaux de contrainte de 2, 5 et 10 MPa ; les résultats sont donnés dans le tableau II-5.

Dans les deux directions de prélèvement, le module de compression augmente avec la contrainte. Une explication de ce comportement peut être donnée en lien avec la porosité. En effet, à faible contrainte (2 MPa), les pores commencent à se fermer. Si on augmente la contrainte, la compression du matériau ferme davantage les pores, conduisant à une augmentation de la rigidité.

Tableau II-5. *Modules de compression par niveau de contrainte du matériau modèle 14018-16010*

Sens de prélèvement	Modules (MPa)		
	2	5	10
N	2739 (240)	4848 (396)	7794 (624)
T	5337 (722)	8638 (508)	11065 (543)

* L'écart type est mentionné entre parenthèses

4. Comportement en frottement et en usure

4.1. Programme des essais d'usure

Les essais d'usure sont réalisés sur le tribomètre d'usure donné dans la figure II-14. Le pion en matériau de friction a un diamètre de 14 mm et une hauteur de 16 mm. Le disque en fonte a un diamètre de 80 mm et une épaisseur de 20 mm. Le rayon moyen de frottement est de 32 mm. Le choix des paramètres des essais d'usure a été défini en fonction de niveaux thermiques distincts pouvant être atteints en freinage. Il s'agit d'obtenir cette sollicitation thermique par le frottement, en ajustant la puissance dissipée. Trois niveaux de sollicitation thermique sont proposés en considérant des seuils de température en relation avec des sollicitations de freinage douces, modérées et sévères. Ceci permettra d'analyser l'impact de telles sollicitations sur le comportement en usure du matériau de friction ainsi que sur les mécanismes de frottement associés. Les trois types d'essai d'usure sont désignés par « Sollicitation Douce SD », « Sollicitation Modérée SM » et « Sollicitation Sévère SS ». Les conditions expérimentales de ces essais sont données dans le tableau II-6. Les essais ont été doublés pour chaque type de sollicitation. Ils sont précédés d'une phase de rodage constituée d'une succession de cycles entre 70 et 100°C, avec une vitesse de glissement de 3 m.s⁻¹ et une pression de 0,6 MPa jusqu'à ce que l'aire apparente de contact du pion soit entièrement frottée. Après une première montée en température de 50°C jusque la température maximale T2 définie pour l'essai (cycle d'initiation), 30 cycles de frottement sont effectués dans la gamme de températures [T1-T2] fixée pour chaque type de sollicitation, la période de décharge de chaque cycle permettant le refroidissement du disque de T2 jusqu'à T1.

Tableau II-6. Conditions expérimentales des essais d'usure ,a) sollicitation douce SD, b) sollicitation modérée SM, c) sollicitation sévère SS

	Sollicitation		
	Douce SD	Modérée SM	Sévère SS
Gamme de températures (°C) [T1-T2]	100-150	200-250	300-350
Vitesse de glissement (m/s)	3	6	9
Pression (MPa)	0,6	1,2	1,8

Comme les essais d'usure sont contrôlés en température en considérant l'évolution de la température du disque, cette dernière ainsi que la température du pion sont mesurées respectivement à 2 et 3 mm de la surface de frottement. Le coefficient de frottement en fonction du temps de cycle et le taux d'usure spécifique sont également déterminés.

4.2. Température de masse du disque et du pion

Les évolutions de température de disque et de pion sont représentées dans la figure II-28, pour chaque cycle de frottement et pour chaque niveau de sollicitation, pour le matériau modèle 14018-16010.

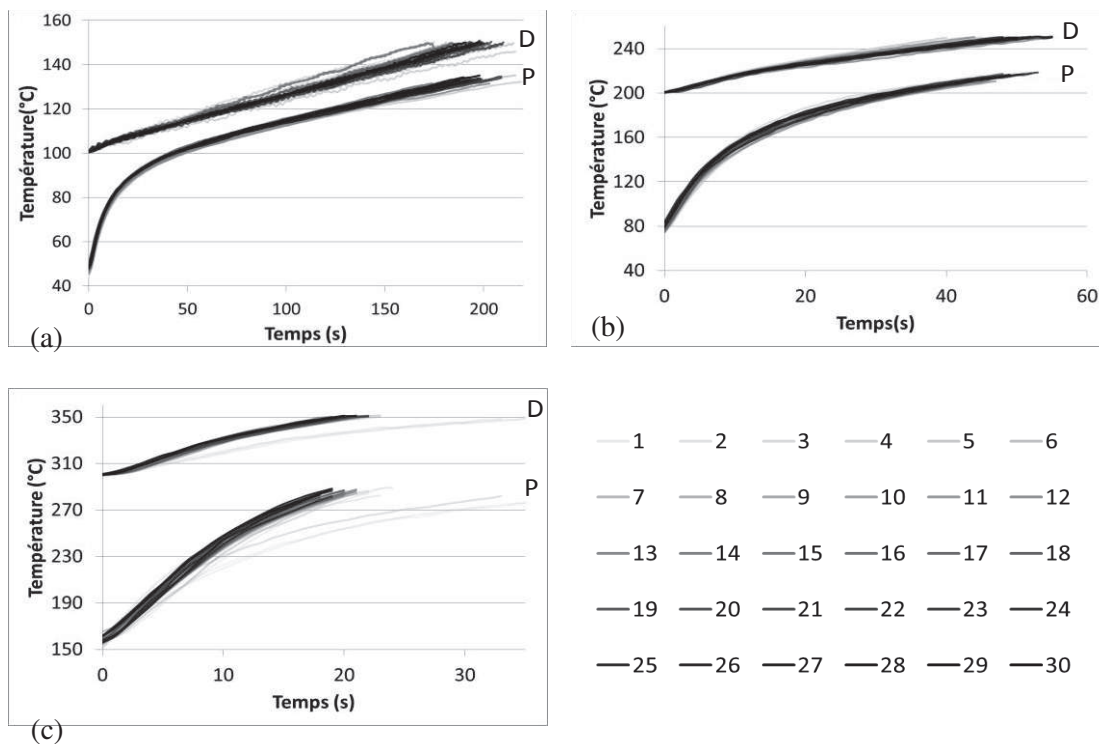


Figure II-28. Evolution des températures de disque et de pion du premier (gris clair) au 30^{ème} cycle (gris foncé) du matériau modèle 14018-16010 a) sollicitation douce, b) sollicitation modérée et c) sollicitation sévère (D : disque, P : pion)

On peut remarquer que la température de pion demeure inférieure à celle enregistrée pour le disque quel que soit le niveau de sollicitation. Ceci résulte évidemment de la différence de diffusivité thermique entre les deux matériaux, la diffusivité thermique étant 10 fois plus élevée pour le disque en fonte (de 10 à 20 mm².s⁻¹ selon la teneur en carbone). On peut également remarquer que l'écart entre les températures des deux matériaux frottants devient de plus en plus faible avec la sévérité de la sollicitation. Pour la sollicitation douce, la température de pion augmente de 50 à 130 °C, tandis que la température de disque s'élève de façon continue de 100 à 150 °C en 230 secondes. Pour la sollicitation modérée, la température de pion commence à 75 °C jusqu'à atteindre 210 °C, alors que l'élévation de la température du disque varie de 200 à 250 °C en 60 secondes. Concernant la sollicitation sévère, la température de pion augmente de 150 à 290 °C en 22 secondes, à l'exception des trois premiers cycles qui nécessitent une durée plus longue pour atteindre 290 °C dans le pion et 350 °C dans le disque. Ceci peut être expliqué par le fait que la température du disque est enregistrée à 2 mm sous la surface de frottement, tandis que le cœur du disque est encore froid pendant les premiers cycles. Ainsi, plusieurs cycles sont nécessaires pour élever la température de l'ensemble du volume du disque qui atteint un équilibre thermique après une dizaine de cycles de frottement. Il convient de souligner que, pour la sollicitation sévère, la température atteinte par le pion dépasse la température de dégradation du matériau de friction (270°C), comme mentionné dans la partie 3.1 de ce chapitre.

4.3. *Frottement*

La mesure de la force de frottement rapportée à la force normale appliquée permet de définir un coefficient de frottement. La figure II-30 présente les résultats pour les 3 niveaux de sollicitation dont la présentation est détaillée ci-après. Chaque sollicitation se caractérise par une évolution cyclique propre du frottement et il est possible d'extraire des mesures un cycle caractéristique de frottement, pour chaque niveau de sollicitations, présenté dans la figure II-29. Ce cycle représentatif de la sollicitation est atteint après quelques cycles lorsque l'on obtient une bonne reproductibilité du frottement d'un cycle à l'autre.

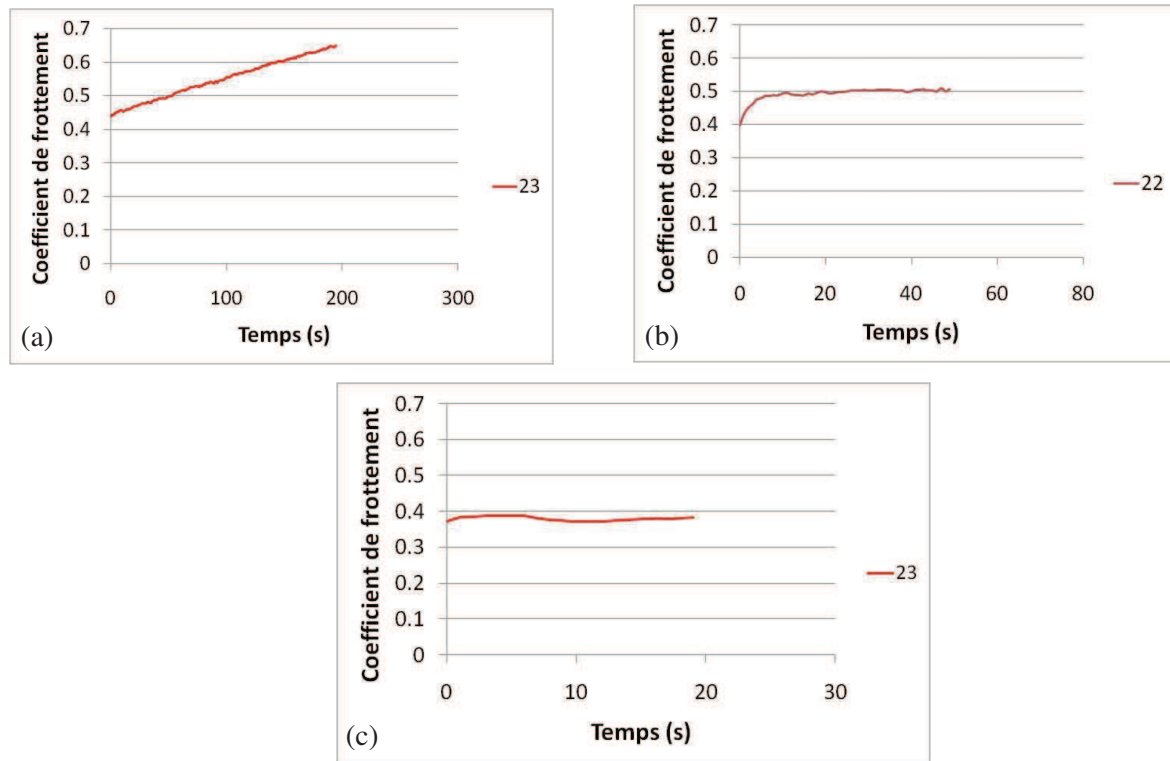


Figure II. 29. Évolution du cycle caractéristique de frottement :
a) sollicitation douce, b) sollicitation modérée et c) sollicitation sévère

Pour l'essai d'usure en sollicitation douce, le cycle caractéristique du frottement correspond au cycle 23 de la succession. Le coefficient de frottement augmente de manière linéaire de 0,43 à 0,65.

Pour la sollicitation modérée, le cycle 22 a été choisi représentatif du frottement. Au démarrage du cycle, le coefficient de frottement de 0,4 augmente pour atteindre après 10 s de frottement une valeur stable de 0,5 jusqu'à la fin du cycle.

En ce qui concerne la sollicitation sévère, le cycle 23 est considéré représentatif de la série de cycles. A ce niveau de sollicitation, le coefficient de friction est pratiquement stable à 0,39. Il convient de noter que le coefficient de frottement diminue en passant de la sollicitation modérée à la sollicitation sévère.

La figure II-30 présente l'évolution du frottement pour le matériau modèle 14018-16010 au cours des 30 cycles d'essai, pour les trois niveaux de sollicitations. Rappelons que le cycle caractéristique est atteint après quelques cycles transitoires.

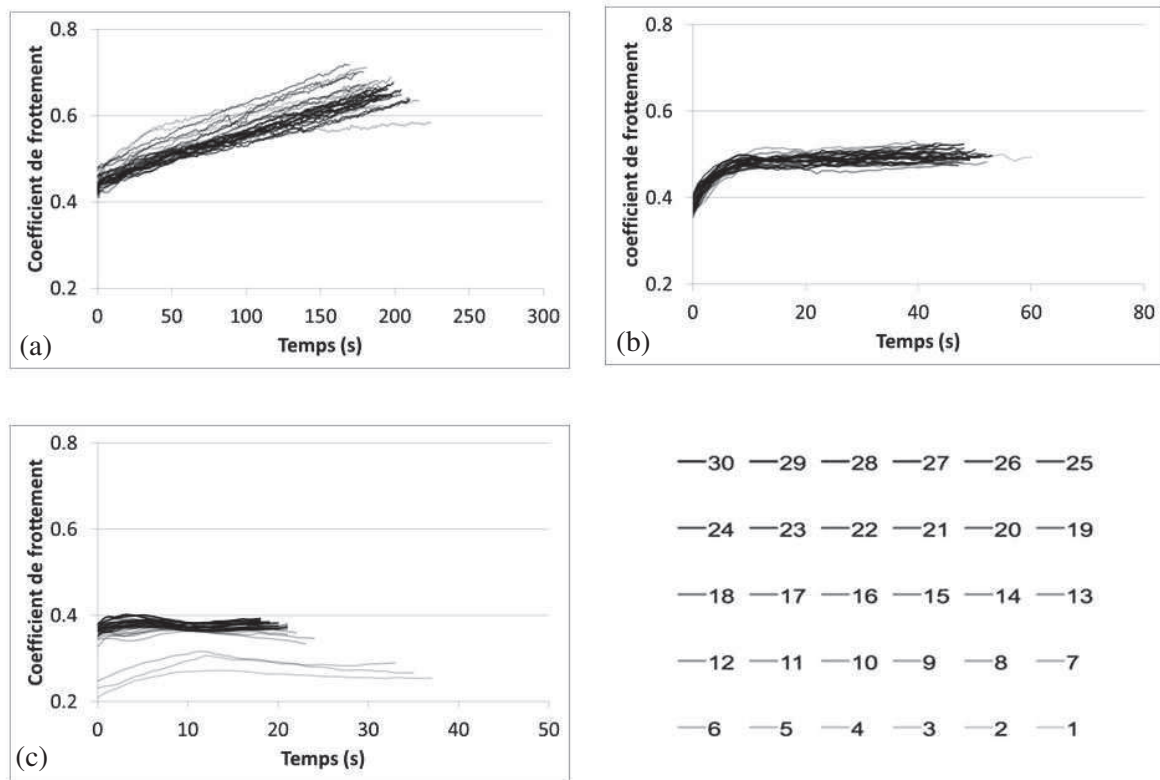


Figure II-30. Variation du frottement pour chaque cycle d'essai, du premier (gris clair) au 30^e cycle (gris foncé) : a) sollicitation douce, b) sollicitation modérée et c) sollicitation sévère

Pour la sollicitation douce, le frottement est le plus élevé au cours des trois premiers cycles, il diminue ensuite avant d'augmenter de nouveau au milieu de la série de cycles. En fin d'essai, le frottement se stabilise. Pour la sollicitation modérée, le frottement est plus stable au cours des 30 cycles comparativement à la sollicitation douce. Quant à la sollicitation sévère, les premiers cycles révèlent un faible niveau de frottement. Le frottement augmente ensuite et le cycle de frottement se stabilise à partir du 10^e cycle à partir duquel un équilibre thermique est atteint.

4.4. Taux d'usure spécifique

Un taux d'usure spécifique ($\text{cm}^3/(\text{Nm})$) a été déterminé pour les deux échantillons du matériau modèle 1408-16010 pour chacune des sollicitations (figure II-31). On note que le taux d'usure augmente logiquement avec la sévérité de la sollicitation. Ceci est en effet cohérent avec la dégradation du matériau de friction qui augmente avec la température.

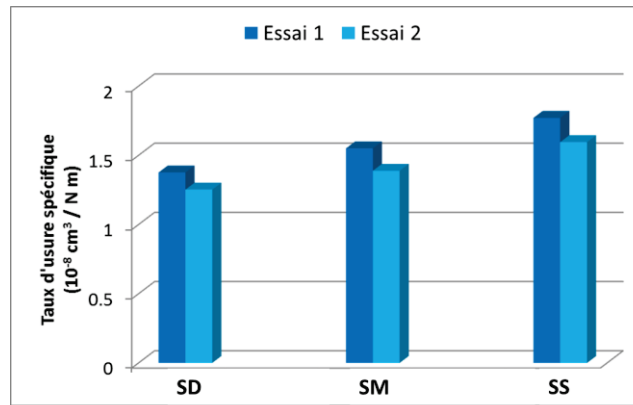


Figure II-31. Taux d'usure spécifique du matériau modèle 1408-16010 en fonction de la sollicitation

5. Comportement en freinage

5.1. Tribomètre de freinage et programme d'essai

Le tribomètre de freinage utilisé au LML est dédié à la simulation de freinages [Desplanques et Degallaix 96]. Par sa conception, son dimensionnement et les règles de similitudes qui sont appliquées [Copin 00], il est destiné à l'étude du comportement tribologique des couples de matériaux de friction sous des sollicitations représentatives des conditions d'exploitation qu'elles soient du domaine ferroviaire ou automobile [Desplanques et al. 03]. Le tribomètre de freinage est un banc d'essais inertiel (volant d'inertie de 3,35 kg.m²) de type patin-disque. La vue d'ensemble de la cellule d'essai est présentée dans la figure II-32. Il est équipé d'un moteur électrique qui entraîne en rotation une ligne d'arbre à l'extrémité de laquelle se trouve le disque d'essai. Sa vitesse maximale de rotation est de 4000 tr.min⁻¹.

La pression est imposée par deux vérins hydrauliques qui exercent la poussée sur une platine mobile en translation sur laquelle est monté le patin d'essai. L'effort normal maximal qui peut être imposé est de 1200 N et, en fonction de la géométrie du patin, la pression apparente de contact peut atteindre quelques mégapascals pour une aire de contact de quelques centimètres carrés. Le disque utilisé pour mener les essais de freinage de cette étude est un disque en fonte à graphite lamélaire (EN-GJL 250), dont la piste de frottement à un diamètre externe de 217 mm et d'épaisseur 22 mm. Le rayon moyen de frottement R_{moy} est de 100 mm. Le patin possède une forme de secteur-angulaire d'arc 82 mm qui couvre un neuvième de la piste de frottement et de largeur 16 mm qui définit la largeur de la piste de frottement.

Le coefficient de frottement est défini à partir des composantes normales et tangentielles mesurées par un capteur d'effort 3D piézoélectrique implanté à l'arrière du patin. Les températures de masse du disque et du patin sont mesurées par des thermocouples de type K.

Pour le patin, le thermocouple noté TP est implanté au centre à 2 mm de profondeur sous la surface de frottement. Pour le disque, les thermocouples TE, TM et TI correspondent aux températures mesurées à 2 mm sous la piste de frottement, sur les rayons extérieur, moyen et intérieur de disque respectivement. Un collecteur tournant monté sur la broche permet la transmission des signaux des thermocouples placés dans le disque.

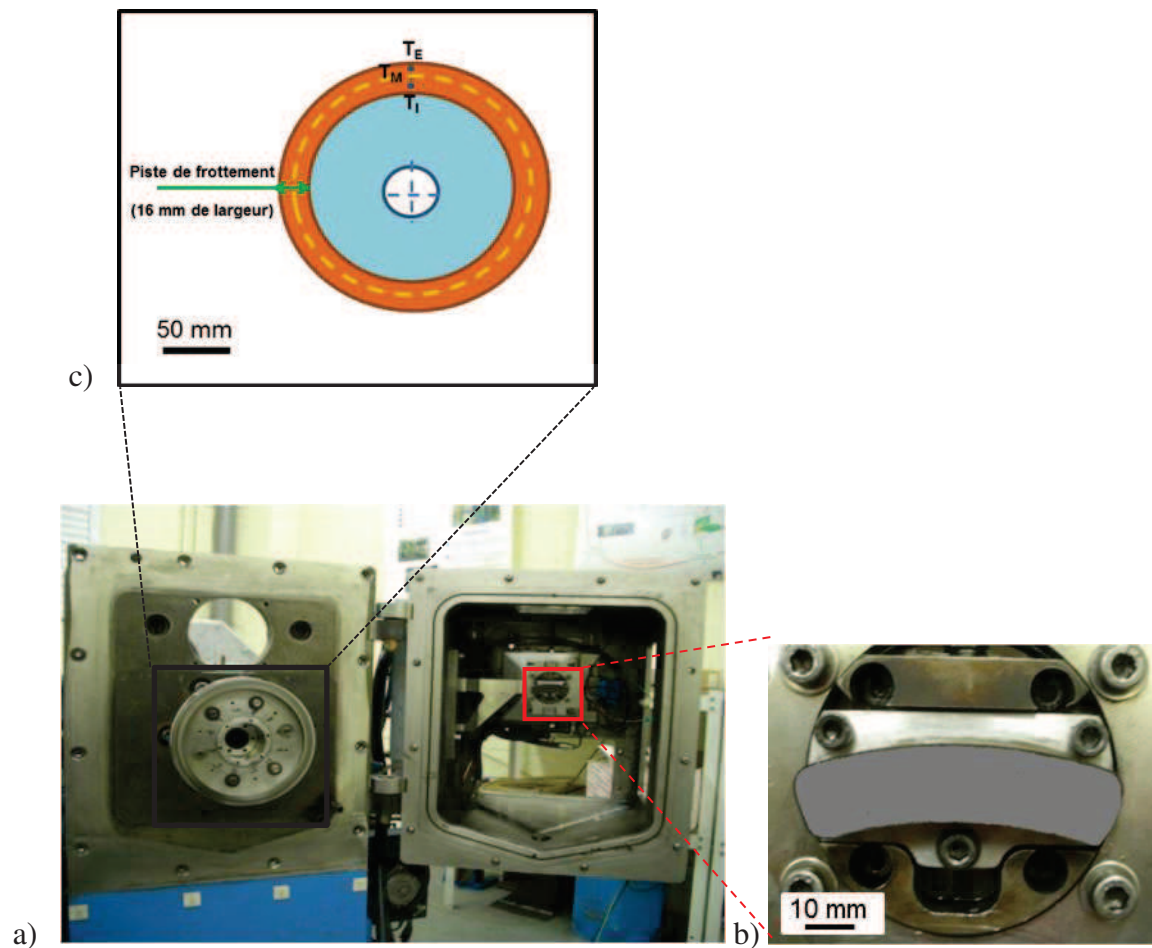


Figure II- 32. Tribomètre de freinage : a) cellule d'essai ouverte avec le disque à droite, le patin à gauche, b) patin et c) disque avec indication de la localisation des thermocouples

- Programme d'essai de freinage

La représentativité des essais de freinage à échelle réduite vis-à-vis de l'échelle 1 est un point important qui a fait l'objet de plusieurs études au LML sur le tribomètre de freinage, plus particulièrement en ce qui concerne l'élévation de la température induite par la puissance et l'énergie dissipées par frottement [Copin 00, Desplanques et al. 01, Roussette et al. 03,

Desplanques et al. 06, Baklouti 11]. Ainsi, une règle de similitude a été définie liant l'énergie dissipée à l'échelle 1(E1) Q et celle dissipée à l'échelle réduite (ER) q (Equation II-7).

$$\frac{Q}{q} = \frac{S_g}{s_g} = \frac{S_d}{s_d} \quad \text{Equation II-7}$$

Avec S_g et S_d : surface frottante de la garniture et de disque à l'échelle 1, respectivement

s_g et s_d : surface frottante de la garniture et de disque à l'échelle réduite, respectivement

La règle de changement d'échelle repose sur le modèle de Newcomb [Newcomb 60] qui estime l'élévation de la température moyenne de surface du disque $\Delta\theta$ au cours du freinage. Il suppose que toute l'énergie cinétique est dissipée en chaleur et que le contact est parfait, c'est-à-dire avec des températures de surface du disque et du patin égales. L'égalité des élévations de température permet de déduire une relation qui lie le triplet de paramètres pression, vitesse et durée de freinage [Roussette et al. 03] :

$$pv_0\sqrt{t_f} = \gamma PV_0\sqrt{T_f} \quad \text{Equation II-8}$$

avec p : pression apparente, v_0 : de la vitesse initiale de glissement, t_f : du temps de freinage adimensionnés et γ : facteur d'échelle (une constante) qui dépend des effusivités des matériaux et des surfaces de frottement des disques et garnitures.

Dans la présente étude, les essais ont été définis pour étudier les performances des garnitures au cours de 2 types de freinage : des freinages d'arrêt avec une vitesse initiale de 60 km/h, qui permettent d'évaluer l'efficacité ordinaire à froid, et 28 freinages de ralentissement répétés de 60 à 30 km/h avec cumul de chaleur, qui permettent de soumettre le matériau à des sollicitations thermiques sévères et évaluer ainsi sa perte d'efficacité.

Le Tableau II-7 présente les conditions expérimentales retenues pour les freinages d'arrêt à 30 et à 60 km/h, comparées aux conditions de freinage à l'échelle 1. Les valeurs de ce tableau ont été établies en considérant une valeur constante du coefficient de frottement à 0,3. La vitesse de glissement du disque V_g sur le rayon moyen de disque R_{moy} peut être calculée comme suit :

$$V_g = R_{\text{moy}} / R_{\text{pneu}} V_{\text{véhicule}} \quad \text{Equation II-9}$$

Pour notre application, le rayon du pneu R_{pneu} à l'échelle 1 est 478 mm et la décélération en freinage est de 5 m.s⁻².

Tableau II.7. Conditions expérimentales retenues pour les essais de freinage à 30 et 60 km/h, comparées aux conditions de freinage à l'échelle 1 [Baklouti 11]

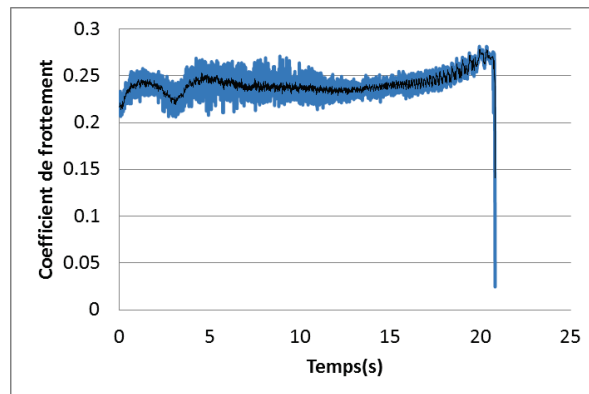
Paramètres	Freinage d'arrêt à 30 km/h		Freinage d'arrêt à 60 km/h	
	E1	ER	E1	ER
Pression apparente : p (MPa)	4,2	0,6	4,2	0,6
Vitesse de glissement initiale : v_0 (m/s)	3,1	11	6,3	22
Durée de freinage ($\mu=0,3$) : t_f (s)	1,7	6,7	3,3	14
Elévation de température $\Delta\theta$ (K)	40	40	100	100
Densité d'énergie dissipée Q_s (10^6 J/m ²)	6,6	7,1	26,2	27,4
Densité de flux initial Φ_{0s} (10^6 W/m ²)	3,9	0,6	7,9	1,2

Afin d'obtenir un contact plan satisfaisant entre les échantillons, les essais de freinage sont précédés d'une phase de rodage constituée d'une succession de freinages d'arrêt à 30 km/h jusqu'à ce que le patin soit frotté sur une aire égale à 80% de sa surface. La température initiale de freinage est de 50°C, valeur mesurée sur le rayon moyen de disque à 2 mm sous la surface de la piste frottée.

5.2. Comportement en freinage

5.2.1. Essai de freinage d'efficacité ordinaire

La vitesse de rotation de disque est augmentée graduellement jusqu'à simuler un freinage à une vitesse initiale de 60 km/h. L'évolution du frottement au cours du freinage d'efficacité ordinaire est donnée dans la figure II-33. Elle montre que le matériau modèle 14018-16010 présente un coefficient de frottement de l'ordre de 0,25, valeur plus basse que celle requise pour un freinage efficace (valeur oscillant entre 0,35 et 0,4) [Kato and Magario 94].

**Figure II-33.** Evolution du frottement pour le matériau modèle 14018-16010 dans le cas d'un freinage d'efficacité ordinaire (60 km/h)

La perte de masse du matériau modèle 14018-16010 est évaluée pour ce type de freinage. Elle est déterminée en calculant la différence de masse du patin après la phase du rodage et après l'essai de freinage. Elle est égale à 0,16 g, valeur inférieure à celle du matériau industriel A investigué par une étude antérieure de notre équipe de recherche [Baklouti 11].

5.2.2. Essai de perte d'efficacité

Une succession de 28 ralentissements répétés est réalisée en limitant le temps de refroidissement du disque entre chaque ralentissement afin d'accumuler la chaleur et évaluer ainsi les performances à chaud du matériau modèle. Les évolutions du frottement en fonction du temps pour les freinages 7, 16 et 23 de la succession sont représentées sur la figure II-34. Ces freinages représentatifs de la série sont choisis afin d'évaluer l'évolution du frottement au cours de la succession. On peut ainsi constater que la variation des cycles de frottement est assez similaire au cours des 28 cycles de freinage, sans que l'on puisse définir de palier de stabilisation du frottement : le coefficient de frottement chute pendant les 4 premières secondes, puis augmente jusqu'à la 7^{ème} seconde avant de diminuer de nouveau pour atteindre environ 0,17 en fin de freinage, une valeur plus élevée que celle obtenue par Baklouti dans le cas du matériau industriel A [Baklouti 13].

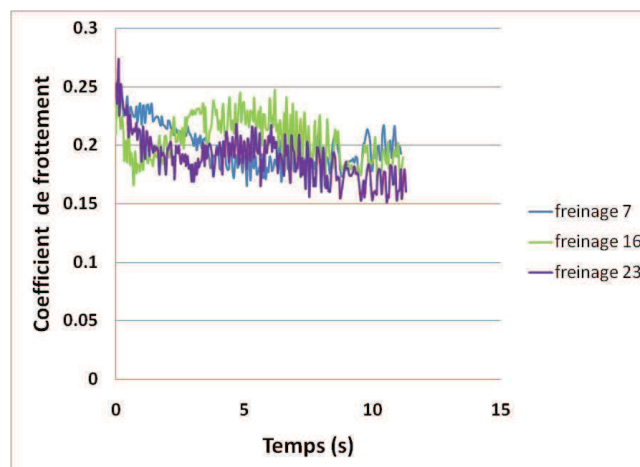


Figure II-34. Evolution du frottement pour le matériau modèle 1408-16010 dans le cas d'un freinage de perte d'efficacité

La perte de masse du matériau modèle 14018-16010 est aussi calculée pour le freinage de perte d'efficacité. Elle est égale à 0,24 g. Notons qu'une perte de masse supérieure a été évaluée pour le matériau industriel A [Baklouti 13].

IV. Conclusion

Ce chapitre a présenté les outils mis en place pour les travaux expérimentaux de la thèse, principalement le développement d'un matériau « modèle » à formulation simplifiée, également les outils de caractérisation des propriétés des matériaux et des protocoles adaptés aux matériaux de friction organiques, ainsi qu'un essai d'usure spécifique, à même de comparer les performances tribologiques des matériaux sous des conditions définies au regard de la sévérité thermique de la sollicitation de frottement. L'enjeu des essais d'usure est de se soustraire à la complexité de la sollicitation de freinage (localisations thermiques, conditions de frottement transitoires liées à la dissipation d'une énergie cinétique, etc.) et de disposer d'un essai élémentaire capable d'étudier le frottement et l'usure dans des plages de température prédéfinies, cohérentes avec la sollicitation de freinage, la sollicitation thermique couplée au frottement étant l'un des points les plus critiques pour les matériaux de friction organiques. Dans une démarche scientifique, il s'agit d'étudier les matériaux dans un cadre volontairement simplifié, favorable à la recherche de voies d'amélioration des performances des garnitures de frein à travers la compréhension de l'influence des paramètres de procédé de fabrication. Ainsi, le matériau « modèle » a été développé afin de limiter les effets synergiques entre constituants, entre composition et procédé. La recherche de la formulation modèle « M », à nombre réduit de constituants s'est construite sur une démarche expérimentale. Une difficulté est le passage de l'échelle de production industrielle à une élaboration en petites quantités, adaptée aux études de laboratoire et représentative du procédé industriel. De ce point de vue, l'étape la plus critique est la reproduction du mélange des constituants, réalisé en petite quantité dans un mélangeur de laboratoire de petite capacité. Pour valider cette étape, la formulation industrielle prise en référence a été reproduite à partir de mélanges réalisés à l'aide de ce mélangeur, le protocole de mélange étant validé sur des critères de granulométrie et de performances à l'usure. Ainsi, la formulation modèle M est préparée dans le mélangeur de laboratoire, les autres étapes de fabrication du matériau modèle étant réalisé directement sur la chaîne de production, dans les mêmes conditions que la fabrication de la formulation industrielle de référence. L'étude du matériau modèle a montré qu'il présente des propriétés thermo-physiques, mécaniques et tribologiques satisfaisantes, ainsi que des performances pertinentes en freinage par rapport au matériau industriel de référence, étudié par Baklouti [Baklouti 13]. La formulation modèle « M » ainsi développée est utilisée dans la suite des travaux comme une formulation de base pour l'étude du rôle du procédé dans les performances des matériaux de friction à matrice organique, s'agissant

notamment des paramètres couplés que sont la température et la durée du moulage à chaud d'une part, de la durée de la post cuisson d'autre part, sur lesquels se concentrent les travaux de thèse et qui font l'objet des deux chapitres suivants de ce mémoire. Une seconde formulation, notée « M' », dérivée de la formulation modèle M et adaptée à la tomographie à rayons X, a été développée afin d'étudier l'impact de la durée de la cuisson lors du moulage à chaud sur la microstructure des matériaux de friction.

Chapitre III : Etude de moulage à chaud

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'influence de la durée et de la température de moulage à chaud sur les propriétés et les performances du matériau de friction organique.

- La première partie de ce chapitre traite de la stratégie adoptée pour déterminer la durée et la température de moulage qui conduisent à une polymérisation avancée de la résine. Une caractérisation des matériaux moulés pour deux couples température/durée ainsi que de ces mêmes matériaux post cuits est réalisée pour déterminer l'influence du changement des paramètres sur les propriétés et les performances des matériaux. Les matériaux moulés sont étudiés du point de vue chimique et microstructural. Les matériaux post cuits sont comparés, d'une part, par leurs propriétés thermophysiques et mécaniques, et d'autre part, par leur comportement tribologique et les mécanismes d'usure activés.

-La deuxième partie du chapitre est consacrée au suivi de l'évolution du matériau de friction au cours du moulage à chaud en terme de microstructure et de réticulation de la résine. Une formulation « M' », développée sans baryte et dérivée de la formulation modèle « M », est étudiée pour permettre des analyses de la microstructure dans le volume du matériau composite à partir d'images obtenues en tomographie à rayons X. L'étude repose sur la comparaison de six échantillons moulés à chaud simultanément, prélevés de la presse à différents instants du moulage.

SOMMAIRE

I. Etude du couple de paramètres de moulage à chaud (Température, durée)...	85
1. Détermination des durées de polymérisation de la résine à différentes températures.....	85
1.1. Essais DSC.....	85
1.2. Essais Kinemat.....	86
2. Caractérisation des matériaux moulés	89
2.1. Polymérisation de la résine.....	89
2.2. Réticulation de la résine.....	89
2.3. Microstructure.....	91
3. Caractérisation des matériaux post cuits	93

3.1. Propriétés thermo-physiques.....	93
3.2. Propriétés mécaniques.....	94
4. Comportement en frottement et usure des matériaux post cuits.....	96
4.1. Frottement.....	96
4.2. Usure.....	98
4.3. Mécanismes de frottement et d'usure.....	99
5. Comportement en freinage des matériaux post cuits.....	104
5.1. Essais de freinage d'efficacité ordinaire.....	105
5.1.1. Comportement en frottement et à l'usure.....	105
5.1.2. Phénomènes thermomécaniques.....	106
5.1.3. Mécanismes de frottement et d'usure mis en jeu.....	111
5.2. Essais de freinage de perte d'efficacité.....	113
5.2.1. Comportement en frottement et à l'usure.....	113
5.2.2. Mécanismes de frottement et d'usure.....	116
II. Evolution de la microstructure et de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud.....	117
1. Protocole expérimental d'élaboration des échantillons moulés.....	118
2. Développement d'une formulation M'	119
2.1. Formulation M'_M	119
2.2. Formulation M'_V	121
3. Evolution de la microstructure.....	124
4. Evolution de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud.....	127
III. Conclusion.....	128

I. Etude du couple de paramètres de moulage à chaud (température et durée)

Dans cette partie, la méthodologie adoptée et les techniques utilisées pour la détermination concomitante de la température et de la durée de moulage à chaud sont décrites. Une caractérisation des propriétés chimiques et microstructurales est réalisée sur les matériaux moulés avec les paramètres de moulage à chaud (température et durée) retenus pour cette étude. Après leur post cuisson, ces matériaux sont caractérisés en termes de propriétés thermophysiques et mécaniques dans un premier temps. Des essais d'usure SD, SM et SS et des essais de freinage sont réalisés dans un deuxième temps, sur les matériaux post cuits pour étudier leur comportement en frottement et usure.

1. Détermination des durées de polymérisation de la résine à différentes températures

1.1. Essais DSC

Lors de la fabrication des matériaux de friction, le moulage à chaud est une étape majeure dans la détermination des propriétés du matériau. Les principaux paramètres du moulage à chaud sont la pression, la durée et la température. La pression est déterminée en fonction de la densité finale souhaitée ; la durée et la température sont liées à la polymérisation de la résine phénolique. Afin de déterminer la température de polymérisation de la résine étudiée, une analyse par Calorimètre Différentielle à Balayage DSC est réalisée (Figure III-1). Un échantillon de résine de 30 mg est placé dans un creuset en aluminium muni d'un couvercle et placé dans un four ; un autre creuset vide sert de référence. La DSC rend compte de l'aspect endothermique ou exothermique des transformations de la résine au cours d'un cycle de température représentant sa cuisson.

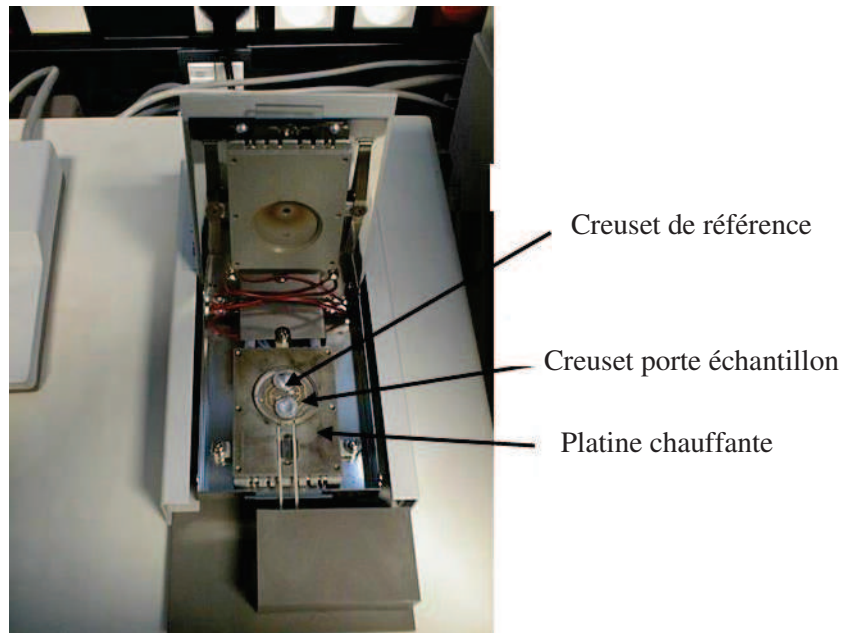


Figure III-1. Calorimètre Différentiel à Balayage

Pour calibrer la température dans le four, l'indium est utilisé. La vitesse de chauffage de 10K/min est choisie en se référant à plusieurs études [Avoine 07, Wang et al. 05]. Le résultat de l'analyse montre un pic entre 120°C et 190°C avec un maximum à 147°C, correspondant à la réaction exothermique de polymérisation de la résine (Figure III-2).

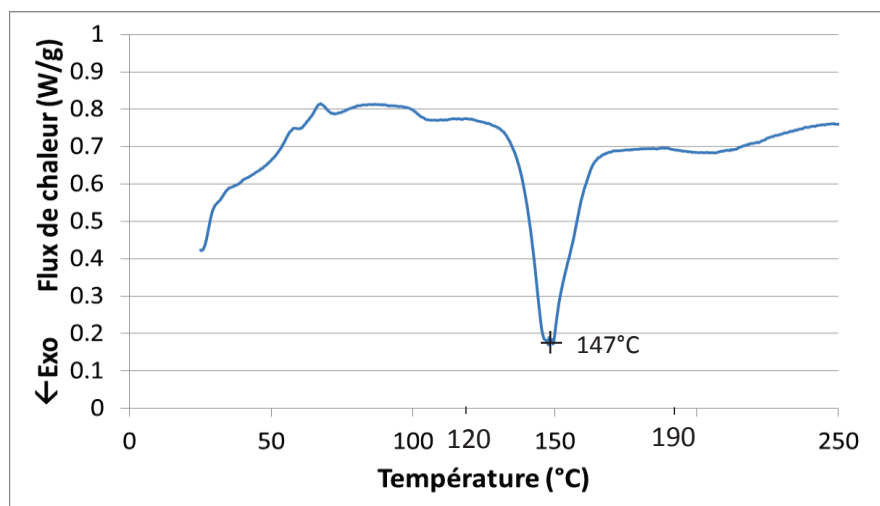


Figure III-2. Analyse par DSC de la résine phénolique

1.2. Essais Kinemat

Afin de déterminer la durée de polymérisation de la résine dans la gamme de température 120-190°C identifiée par DSC, un simulateur de cuisson Kinemat est utilisé (Figure III-3).

Cet appareil est équipé d'une enceinte thermique régulée qui permet une montée en température puis une stabilisation à la température de consigne. Son principe consiste à appliquer sur un échantillon une sollicitation de torsion alternée d'amplitude et de période réglables, sous une température bien déterminée. Le couple transmis par l'échantillon en fonction du temps est enregistré. Dans notre étude, les résultats permettent de suivre l'état de polymérisation d'une résine maintenue à une température fixe, le couple augmentant lors de la polymérisation. Une masse de résine variant de 1 à 2 g a été déposée entre deux tissus de fibres de verre. L'ensemble est couvert par du papier aluminium formant une éprouvette de dimension 50mm x 20mm x 1mm. L'éprouvette élaborée est mise entre les deux mors du Kinemat et l'enceinte thermique est ensuite fermée. Chaque éprouvette est testée sous une sollicitation de torsion alternée avec un angle égal à $31,5^\circ$ et pour des températures et durées imposées. La durée est fixée à 45 min pour les températures 120 et 130 °C, et à 30 min pour les autres températures. La vitesse de chauffage est de 12K/min.

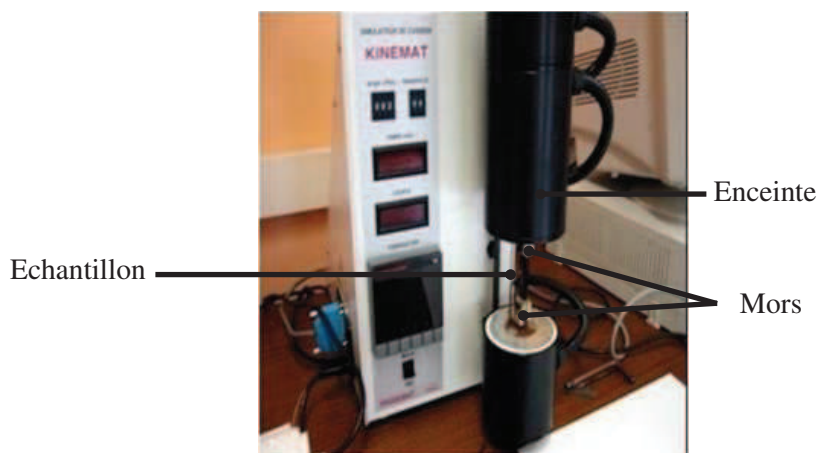


Figure III-3. *Simulateur de cuisson Kinemat*

L'évolution du couple transmis par l'éprouvette en fonction du temps pour les températures testées est illustrée dans la figure III-4a. Excepté pour l'essai à 120°C, trois stades d'évolution peuvent être distingués :

- Un premier stade où le couple diminue ce qui est caractéristique de l'état ramolli de la résine phénolique.
- Un deuxième stade où le couple augmente progressivement suite à la polymérisation progressive de la résine.
- Un dernier stade où le couple atteint un maximum et devient quasi-stable : la polymérisation de la résine est avancée.

Pour la température de 120°C, la courbe ne présente pas de palier de stabilisation, étant donné que cette température ne permet pas la polymérisation de la résine. La courbe correspondant à 130°C est beaucoup moins raide que celles des autres températures car cette température est encore trop basse pour assurer une polymérisation avancée. Pour les températures supérieures à 140°C, la résine est polymérisée et le temps de polymérisation est considéré comme étant le temps nécessaire pour atteindre la valeur maximale du couple. Cette valeur n'est toutefois pas significative que de l'avancement de la réaction de polymérisation : elle peut être influencée par la quantité de la poudre de résine déposée.

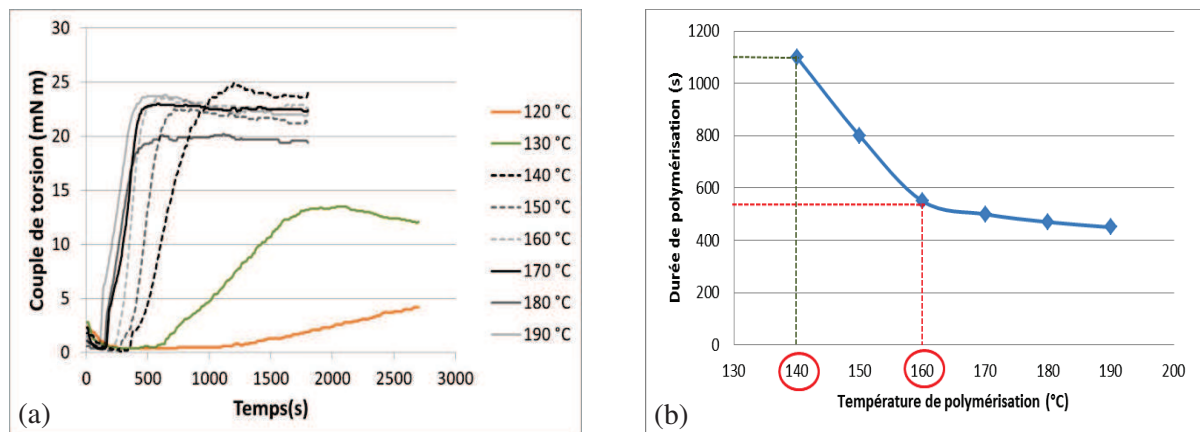


Figure III-4. Résultats des essais kinemat, a) évolution du couple transmis par l'échantillon pour la gamme de températures 120-190°C, b) durée de polymérisation de la résine phénolique en fonction de la température

Le temps de polymérisation relatif à chaque température est donné dans la figure III-4b. Cette figure montre que le temps nécessaire pour polymériser la résine à 140°C est de 1100 s (18 min). Ces paramètres correspondent à ceux utilisés par notre partenaire industriel. La durée de polymérisation est de 550 s (9 min) pour une température de 160°C. Au-delà de cette température, la durée a tendance à se stabiliser. Le gain en durée de moulage à chaud devient non significatif par rapport au surcoût énergétique induit par une température plus élevée. Par conséquent, les paramètres de moulage à chaud retenus pour la suite de l'étude sont (140°C, 18 min) et (160°C, 9 min). Les matériaux élaborés avec ces paramètres de moulage à chaud sont désignés par 14018 et 16009.

Afin d'étudier l'influence des paramètres retenus de moulage à chaud sur les propriétés thermophysiques, mécaniques et sur le comportement tribologique, les deux matériaux moulés sont post cuits suivant les conditions industrielles à 160°C pendant 10 h. Ces

matériaux sont désignés par 14018-P et 16009-P. Il convient de noter que le matériau 14018-P correspond exactement au matériau modèle 14018-16010 étudié dans le chapitre II.

2. Caractérisation des matériaux moulés

Les matériaux moulés 14018 et 16009 sont caractérisés du point de vue chimique (polymérisation et pourcentage de résine non réticulée) et microstructural.

2.1. Polymérisation de la résine

Pour évaluer la polymérisation des matériaux moulés, des essais en DSC sont réalisés sur des échantillons des matériaux 14018 et 16009. Les résultats sont donnés par la figure III-5. Le pic exothermique correspondant à la polymérisation de la résine phénolique est absent dans le cas des matériaux moulés. Leur polymérisation est donc significativement avancée après moulage à chaud.

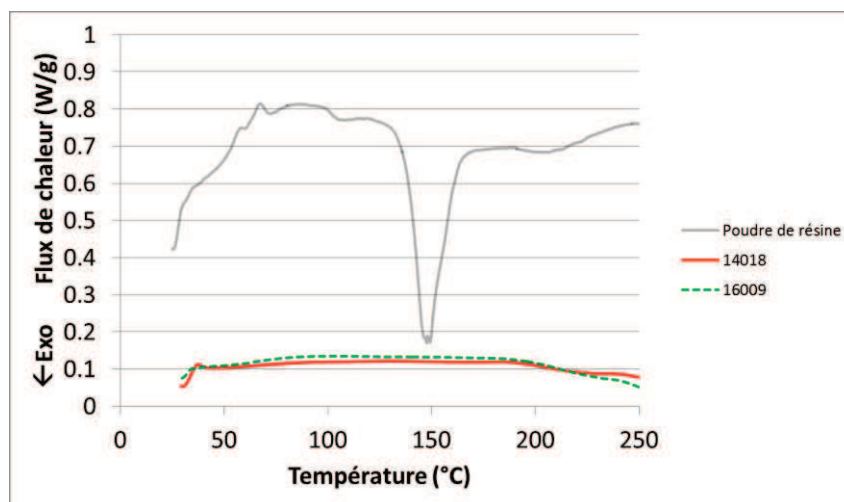


Figure III-5. Analyses par DSC de la résine phénolique et des matériaux moulés 14018 et 16009

2.2. Réticulation de la résine

Pour évaluer le pourcentage de résine non réticulée par extraction à l'acétone, une méthode gravimétrique par extraction au Soxhlet des échantillons des matériaux 14018 et 16009 est réalisée. Elle est souvent utilisée pour déterminer la quantité de résine soluble dans l'acétone des matériaux de friction [Kumar and Bijwe 10]. Une résine phénolique non réticulée est

entièrement soluble dans l'acétone et au fur et à mesure qu'elle réticule, elle devient de plus en plus insoluble. Connaître la quantité de résine phénolique soluble dans l'acétone permet ainsi d'évaluer l'avancement de la réaction de réticulation. Le dispositif utilisé est constitué des éléments suivants : un extracteur Soxhlet, un ballon en verre, un réfrigérant et un système de chauffage (Figure III-6). L'essai suit la norme NFT 51-004 [*NFT 51-004, 78*]. La technique consiste à broyer finement l'échantillon du matériau pour constituer une prise de 5 g. Cette masse est introduite dans une cartouche en cellulose, maintenue dans le siphon de l'extracteur. Le ballon (100 ml pour notre dispositif) est rempli au deux tiers par de l'acétone pur qui est chauffé à 80°C pour permettre l'évaporation du solvant. La vapeur de l'acétone monte à travers l'extracteur jusqu'à se condenser dans le réfrigérant. La vapeur condensée s'accumule ensuite dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon. Ainsi, le liquide mélangé avec la résine non réticulée est récupéré dans le ballon. Le solvant continue à s'évaporer, alors que la résine extraite reste dans le ballon. L'extraction dure 24 h. A la fin de l'essai, le mélange récupéré dans le ballon est placé en étuve afin d'obtenir un extrait sec. Le pourcentage de l'extraction à l'acétone de la résine non réticulée est défini par le rapport de la masse de l'extrait sec sur la masse de la prise d'essai. Des études ont montré que ce pourcentage varie entre 0,14 et 1,51 % pour des matériaux de friction à matrice organique post cuits suffisamment réticulés [*Leprè 97, Bijwe et al. 08*]. Pour notre étude, les pourcentages de l'extraction à l'acétone de la résine non réticulée dans les matériaux 14018 et 16009 sont respectivement 1,2 et 0,8%. Le pourcentage de résine réticulée est calculé à partir du pourcentage de l'extraction à l'acétone, en considérant le pourcentage massique de la résine dans la formulation. Ce pourcentage est égal à 92,95% et à 95,3% pour les matériaux 14018 et 16009, respectivement. Par conséquent, la réticulation de la résine des matériaux moulés est avancée après moulage à chaud dans les conditions retenues de température et de durée.

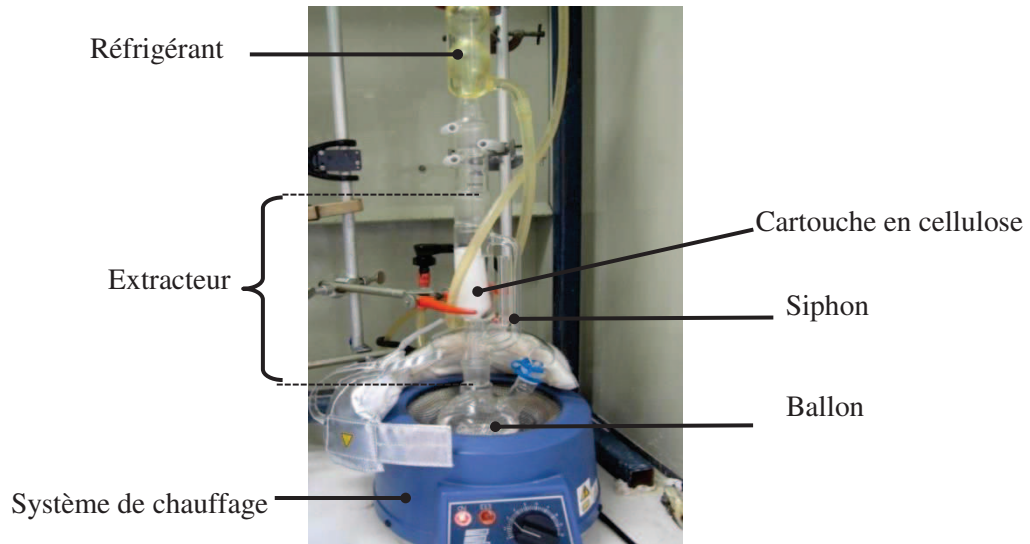


Figure III-6. Dispositif pour extraction de la résine non réticulée

2.3. Microstructure

Afin d'évaluer l'influence du changement des paramètres de moulage à chaud sur la cohésion constituants-matrice, des observations MEB (en mode BSE) des surfaces des échantillons prélevés des plaques des deux matériaux moulés 14018 et 16009 sont réalisées à différentes échelles.

Les figures III-7a et III-7b montrent les surfaces des deux matériaux à faible grossissement. A cette échelle, aucune différence n'est perceptible entre les deux matériaux. On note la présence de tous les constituants dispersés à la surface des deux matériaux. Les particules de caoutchouc et de graphite sont nombreuses, des fibres de roche sont enchevêtrées et forment des pelotes, conduisant à des porosités macroscopiques après moulage à chaud (les pelotes sont délimitées d'une ligne interrompue).

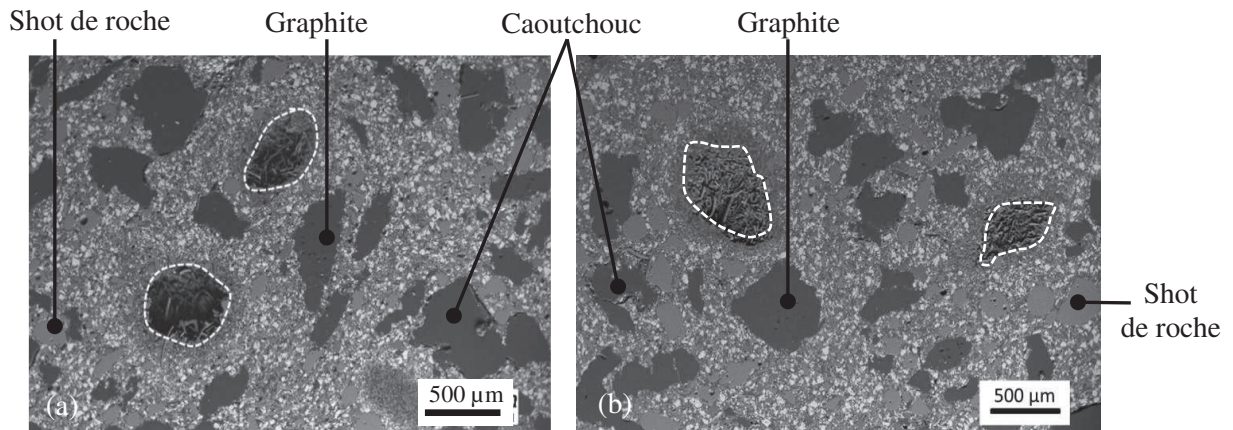


Figure III-7. Surfaces des matériaux (a) 14018 et (b) 16009 à faible grossissement

A moyen grossissement, on peut constater pour les deux matériaux une cohésion partielle entre les particules de caoutchouc et la matrice (Figure III-8a et III-8c). Une bonne cohésion avec la matrice des particules de graphite et des shots de roche est observée pour les deux matériaux (Figure III-8b et III-8d).

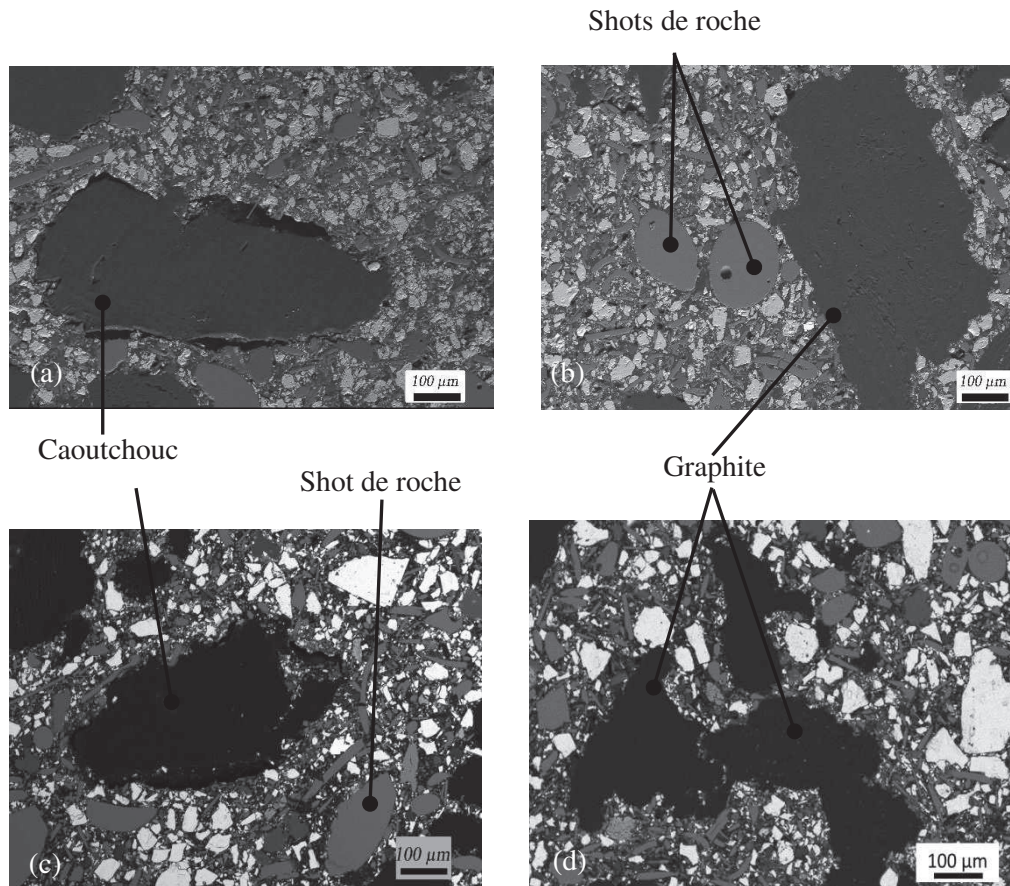


Figure III-8. Surfaces des matériaux (a), (b) 14018 et (c), (d) 16009 à moyen grossissement

Pour étudier l'influence des paramètres de moulage à chaud sur la cohésion des autres constituants dont la taille ne dépasse pas quelques dizaines de μm , des observations MEB à fort grossissement des surfaces de matériaux 14018 et 16009 sont réalisées (Figure III-9a et III-9 b). Ces observations montrent que les particules de baryte et d'alumine ainsi que les fibres de roches sont bien ancrées à la matrice, quel que soit les paramètres de moulage à chaud.

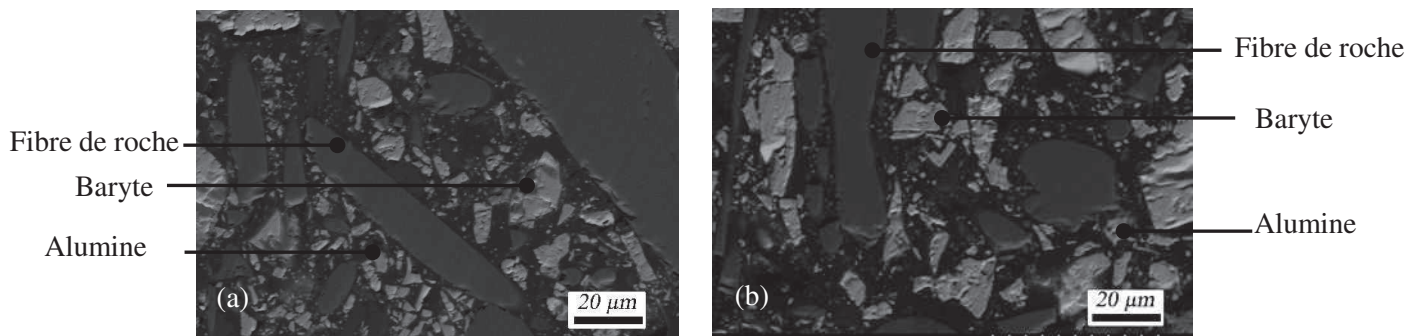


Figure III-9. Surfaces des matériaux (a) 14018 et (b) 16009 à fort grossissement

3. Caractérisation des matériaux post cuits

Les propriétés thermo-physiques des matériaux post cuits 14018-P et 16009-P sont étudiées dans un premier temps, par des mesures de conductivité thermique λ , de capacité thermique C_p , de dilatation thermique α et de porosité. Le comportement mécanique est étudié dans un second temps, les modules de compression sont déterminés pour les deux matériaux 14018-P et 16009-P. Les moyens utilisés et le protocole expérimental de chaque mesure sont présentés dans le chapitre II.

3.1. Propriétés thermo-physiques

Deux échantillons ont été utilisés pour la quantification de λ et de C_p . Cinq mesures pour chaque échantillon sont effectuées. Pour les essais de dilatation thermique, trois mesures sont faites sur trois échantillons de chaque matériau, pour chaque direction de prélèvement (normale et tangentielle). Pour déterminer les taux de porosité, deux échantillons sont utilisés pour chaque matériau.

Les résultats des mesures de λ , de C_p et de α réalisées sur les matériaux 14018-P et 16009-P sont donnés dans le tableau III-3. Les résultats montrent que les deux matériaux ont des capacités massiques thermiques similaires et des coefficients de dilatation thermique identiques. La conductivité thermique, la diffusivité et l'effusivité du matériau 16009-P sont plus faibles que celles du matériau 14018-P. La porosité du 16009-P est relativement plus élevée, ce qui peut être la raison de sa plus faible conductivité thermique. Lors de l'essai de dilatation thermique, le matériau 16009-P montre une dilatation plus faible que le matériau 14018-P dans la direction tangentielle (0,27%) et une dilatation comparable dans la direction normale. On peut noter également que le matériau 14018-P présente la même dilatation thermique dans les deux sens de prélèvement des échantillons, alors que le matériau 16009-P présente une dilatation plus faible dans la direction tangentielle que dans la direction normale.

On peut constater que le caractère anisotrope en dilatation thermique que présente le matériau 16009-P n'est pas présent dans le cas du matériau 14018-P.

Tableau III-3. *Propriétés thermo-physiques des matériaux 14018-P et 16009-P*

	14018-P	16009-P
Capacité thermique massique ($J^{-1}.kg^{-1}.K^{-1}$)	675,84 (1,18)	668,55 (1,95)
Conductivité thermique ($W. m^{-1}.K^{-1}$)	1,145 (0,047)	0,924 (0,006)
Effusivité ($J.K^{-1}. s^{-1/2}.m^{-2}$)	1262	1136
Diffusivité ($mm^2.s^{-1}$)	0,80	0,65
Porosité (%)	20	23
Dilatation (%) -direction normale	0,34 (0,02)	0,34(0,03)
Dilatation (%) -direction tangentielle	0,33(0,04)	0,27(0,05)

*Les valeurs entre parenthèses représentent l'écart type

A l'exception de la capacité thermique massique, les propriétés thermiques telles que conductivité thermique, effusivité et diffusivité ainsi que les propriétés physiques telle que porosité sont influencées par les paramètres de moulage à chaud. Une augmentation de la température et une réduction de la durée de moulage à chaud conduisent à une diminution de la conductivité thermique, et par conséquent de l'effusivité et de la diffusivité thermiques, en cohérence avec une augmentation de la porosité. La température et la durée de moulage à chaud agissent également sur l'isotropie du matériau vis-à-vis de la dilatation thermique, celle-ci diminuant dans la direction tangentielle lorsque le matériau est moulé à plus haute température et pendant une durée courte.

3. 2. *Propriétés mécaniques*

Afin d'étudier l'influence du couple de paramètres de moulage à chaud (température, durée) sur le comportement mécanique en compression, trois échantillons de chaque matériau sont prélevés dans la direction normale et trois dans la direction tangentielle relativement au plan des plaques, c'est-à-dire relativement à la direction de la pression appliquée aux matériaux lors de l'élaboration. Ils sont soumis aux essais de compression cyclique présentés au chapitre II, les moyennes des modules de compression sont déterminées pour chacun des cinq cycles de chaque niveau de contraintes (2, 5 et 10 MPa). Les résultats sont présentés dans la figure III-10. On peut constater que :

- pour les deux matériaux, les modules présentent des écarts types élevés traduisant une dispersion importante des valeurs, la dispersion étant plus grande dans la direction tangentielle que dans la direction normale, particulièrement pour le matériau 16009-P,
- les moyennes des modules sont comparables pour les deux matériaux dans la direction normale, elles sont plus faibles pour le matériau 16009-P dans la direction tangentielle
- les échantillons prélevés dans la direction tangentielle sont plus rigides que ceux prélevés dans la direction normale, pour les deux matériaux,
- la rigidité des matériaux augmente avec la sollicitation de compression pour les deux matériaux.

Comme indiqué dans le chapitre II, la plus forte rigidité des matériaux dans la direction tangentielle peut s'expliquer par l'anisotropie de la microstructure qui présente une orientation des fibres longues et une forme allongée des pores dans cette direction du fait des compressions subies lors de l'élaboration, pendant les étapes de préformage et de moulage à chaud. L'augmentation de la rigidité avec la sollicitation de compression peut être logique liée la fermeture des pores. L'effet est plus marqué dans la direction normale en cohérence avec la forme aplatie des pores dans cette direction, leur fermeture est ainsi plus rapide que dans la direction tangentielle.

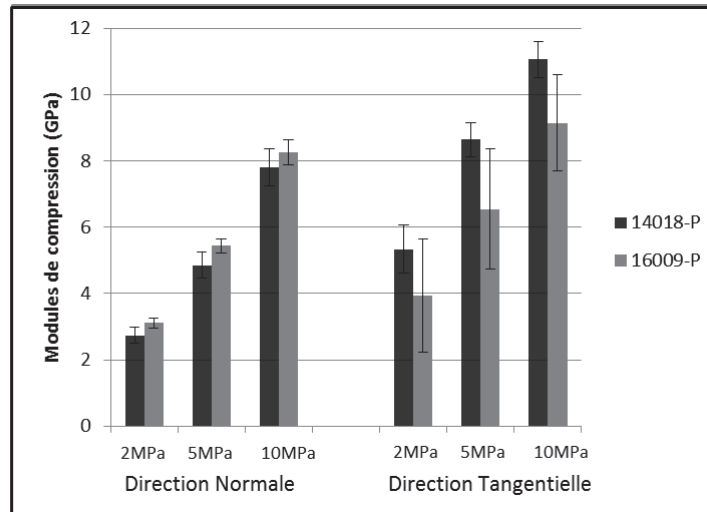


Figure III-10. Modules de compression des matériaux 14018-P et 16009-P

Le rapport T/N, du module de compression tangentiel sur le module de compression normal permet d'apprécier le degré d'anisotropie mécanique des matériaux. Il est donné dans le tableau III-4 pour les 2 matériaux et les 3 niveaux de contraintes. Le rapport T/N est plus élevé pour le matériau 14018-P, ce qui indique une anisotropie mécanique plus marquée de ce matériau.

Tableau III-4. *Rapport T/N des modules de compression des matériaux 14018-P et 16009-P*

	Rapport T/N		
	2 MPa	5 MPa	10 MPa
14018-P	2	1,8	1,4
16009-P	1,3	1,2	1,1

En conclusion, les propriétés mécaniques du matériau de friction sont influencées par les paramètres de moulage à chaud (température, durée). Ces paramètres de fabrication agissent, d'une part, sur la rigidité du matériau et d'autre part, sur son degré d'anisotropie en rigidité : une augmentation de la température et une réduction de la durée de moulage à chaud conduit à un matériau moins rigide en compression dans la direction tangentielle avec une anisotropie moins marquée.

4. Comportement en frottement et usure des matériaux post cuits

Des essais de frottement et d'usure sont menés sur le tribomètre d'usure de type pion-disque sur les matériaux 14018-P et 16009-P. La description détaillée du tribomètre ainsi que le protocole expérimental sont indiqués dans le chapitre II. Deux essais notés 1 et 2 sont réalisés pour chaque matériau et pour chaque essai d'usure SD (solicitation douce), SM (solicitation modérée) et SS (solicitation sévère). Comme déjà cité, les paramètres des essais d'usure sont choisis de manière à solliciter les matériaux de garniture dans une gamme de sollicitations mécaniques et thermiques pertinente vis-à-vis de situations rencontrées en freinage, notamment du point de vue de la température induite par la dissipation d'énergie

4.1. Frottement

Les évolutions du frottement du matériau 16009-P durant les 30 cycles successifs des essais d'usure sont représentées par la Figure III-11 pour chaque sollicitation. Pour chaque graphe, les premiers cycles sont tracés en gris clair et les derniers en noir. De même que pour le matériau 14018-P représenté dans le chapitre II, sous sollicitation douce SD on observe une augmentation continue du frottement pendant chaque cycle de frottement (Figure III-11 a). Comme le matériau 14018-P sous cette sollicitation, le frottement augmente d'un cycle de frottement à l'autre en début de la série puis diminue à la fin de la série. Sous sollicitations modérée SM et sévère SS (Figures III-11 b et III-11c), le frottement, qui est bas en début de séries, augmente d'un cycle à l'autre jusqu'à se stabiliser notamment pour les derniers cycles,

comme cela a été également observé pour le matériau 14018-P. Il convient de noter que le niveau de frottement diminue pendant le cyclage pour les deux matériaux.

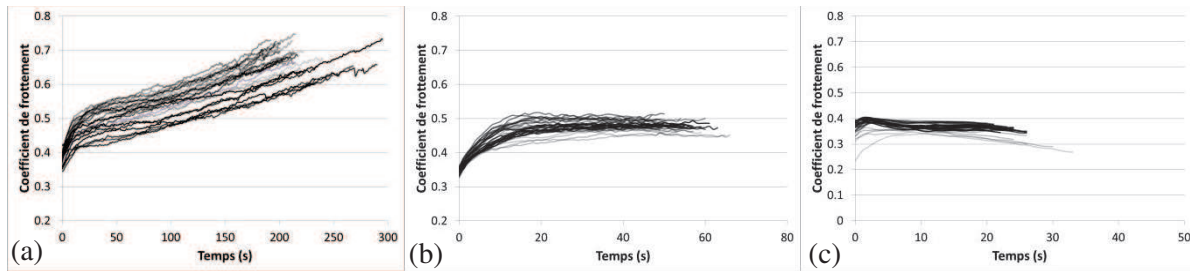


Figure III-11. Evolution du frottement du 1er (gris clair) au 30ème (gris foncé) cycle pour le matériau 16009-P sous sollicitations (a) SD, (b) SM, (c) SS

Une meilleure reproductibilité du frottement est aussi observée pour les 20 derniers cycles de chaque essai. Ainsi, des courbes représentatives de la variation du coefficient de frottement des matériaux 14018-P et 16009-P prises de la fin du cyclage sont considérées pour comparer le comportement des deux matériaux sous chaque sollicitation (Figure III-12).

Sous sollicitation douce SD, le frottement plus bas pour le matériau 16009-P en début d'essai augmente rapidement, les 2 matériaux ont ensuite un frottement très proche pendant toute la seconde partie du cycle (Figure III-12a). Sous sollicitation modérée SM, le coefficient de frottement est moins élevé pour le matériau 16009-P, variant de 0,38 jusqu'à stabilisation à 0,48, valeur atteinte au bout de 20 s (Figure III-12b). Sous sollicitation sévère SS, le coefficient de frottement est plus stable que sous les sollicitations SD et SM pour les deux matériaux, autour d'une valeur commune de l'ordre de 0,38 (Figure III-12c). Il convient de noter que la durée de cycle pour le matériau 16009-P est plus élevée dans le cas des essais sous sollicitations SM et SS, l'échauffement du disque étant plus lent pendant les essais avec ce matériau.

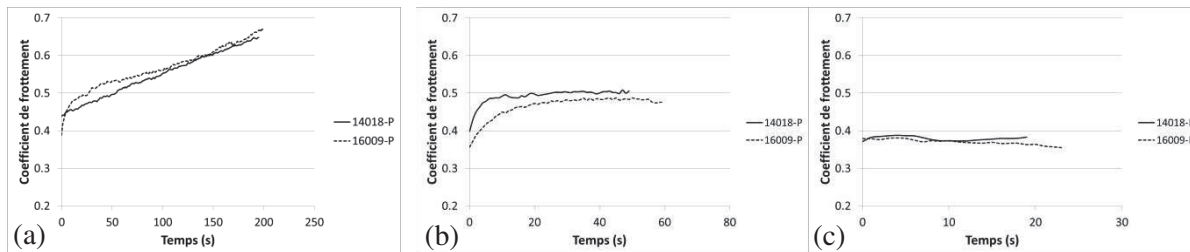


Figure III-12. Courbes de frottement caractéristiques des cycles d'usure pour les matériaux 14018-P et 16009-P sous sollicitations (a) SD, (b) SM et (c) SS

Un frottement moyen peut être associé aux sollicitations modérées SM et sévère SS pour chaque matériau en considérant les 10 derniers cycles d'usure, lorsque le frottement est stable

d'un cycle à l'autre. Le frottement moyen est déterminé par la moyenne temporelle du coefficient de frottement de chaque cycle. Sous sollicitation douce SD, le frottement étant continuellement croissant au cours des cycles d'usure, il n'est pas possible de définir de frottement moyen par cycle sous cette sollicitation. La figure III-13 donne le frottement moyen pour chacun des 10 derniers cycles des essais d'usure sous sollicitation SM et SS pour 2 échantillons de chaque matériau. On retrouve les résultats établis à partir des cycles d'usure caractéristiques présentés précédemment : le frottement est d'autant plus faible que la sollicitation est sévère : sous sollicitation modérée SM, le coefficient de frottement moyen est plus élevé pour le matériau 14018-P, variant d'un cycle à l'autre de 0,48 à 0,52, alors qu'il varie de 0,43 à 0,46 pour le matériau 16009-P ; sous sollicitation sévère SS, les coefficients de frottement moyen sont similaires pour les deux matériaux, variant de 0,36 à 0,4.

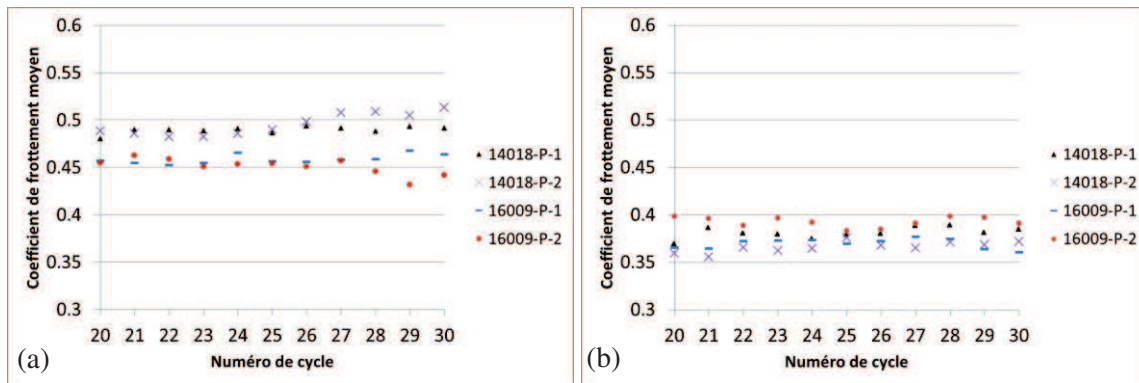


Figure III-13. Coefficients de frottement moyen par cycle d'usure, pour les matériaux 14018-P et 16009-P sous sollicitations (a) SM et (b) SS

4.2. Usure

Les taux d'usure spécifique W (cm^3/Nm) des deux matériaux à la fin des 30 cycles sont donnés dans la figure III-14, pour les trois essais d'usure SD, SM et SS. On peut constater que la résistance à l'usure des deux matériaux diminue quand la sollicitation devient plus sévère. Le matériau 16009-P présente une usure moindre pour les essais SD, alors que pour SM et SS les résultats s'inversent. On peut remarquer aussi que la différence de taux d'usure entre les deux essais SD et SM ou entre SM et SS est plus marquée dans le cas du matériau 16009-P.

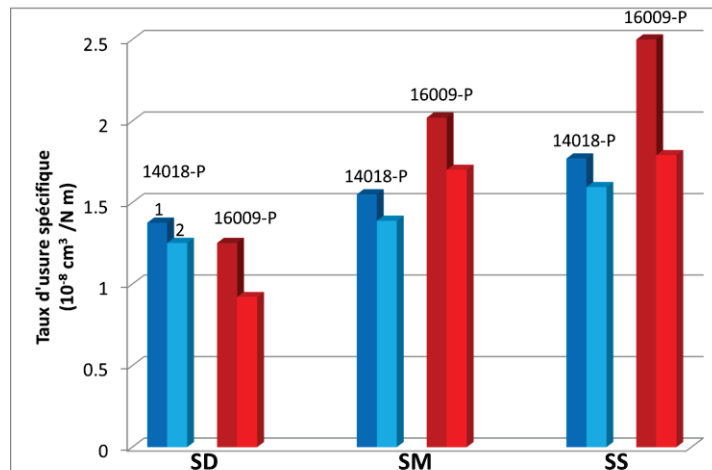


Figure III-14. Taux d'usure spécifique des matériaux 14018-P et 16009-P sous sollicitation SD, SM, et SS

4.3. Mécanismes de frottement et d'usure

Les mécanismes de frottement et d'usure des matériaux 14018-P et 16009-P sont étudiés à partir d'observations MEB en mode BSE et SE après les trois essais d'usure (SD, SM et SS). Le mode BSE est notamment utilisé pour analyser la distribution du troisième corps à la surface des matériaux. Le mode SE, qui rend compte de la texture de surface, est utilisé pour étudier le comportement des constituants vis-à-vis la sollicitation à laquelle est soumis le matériau de friction. Sur les micrographies, la direction de glissement est indiquée par une flèche.

- Essais sous sollicitation douce

Les deux matériaux présentent des mécanismes de frottement et d'usure similaires pour les sollicitations douces, notamment concernant le développement du troisième corps et des plaques planes de portance qui couvrent partiellement les constituants. Ces plaques ont une taille pouvant atteindre le millimètre pour les deux matériaux (Figure III-15). Les particules de caoutchouc présentent une faible cohésion par rapport à la matrice. Ce manque de cohésion est comparable à celui observé sur les surfaces vierges des matériaux (Figures III-8a et III-8c).

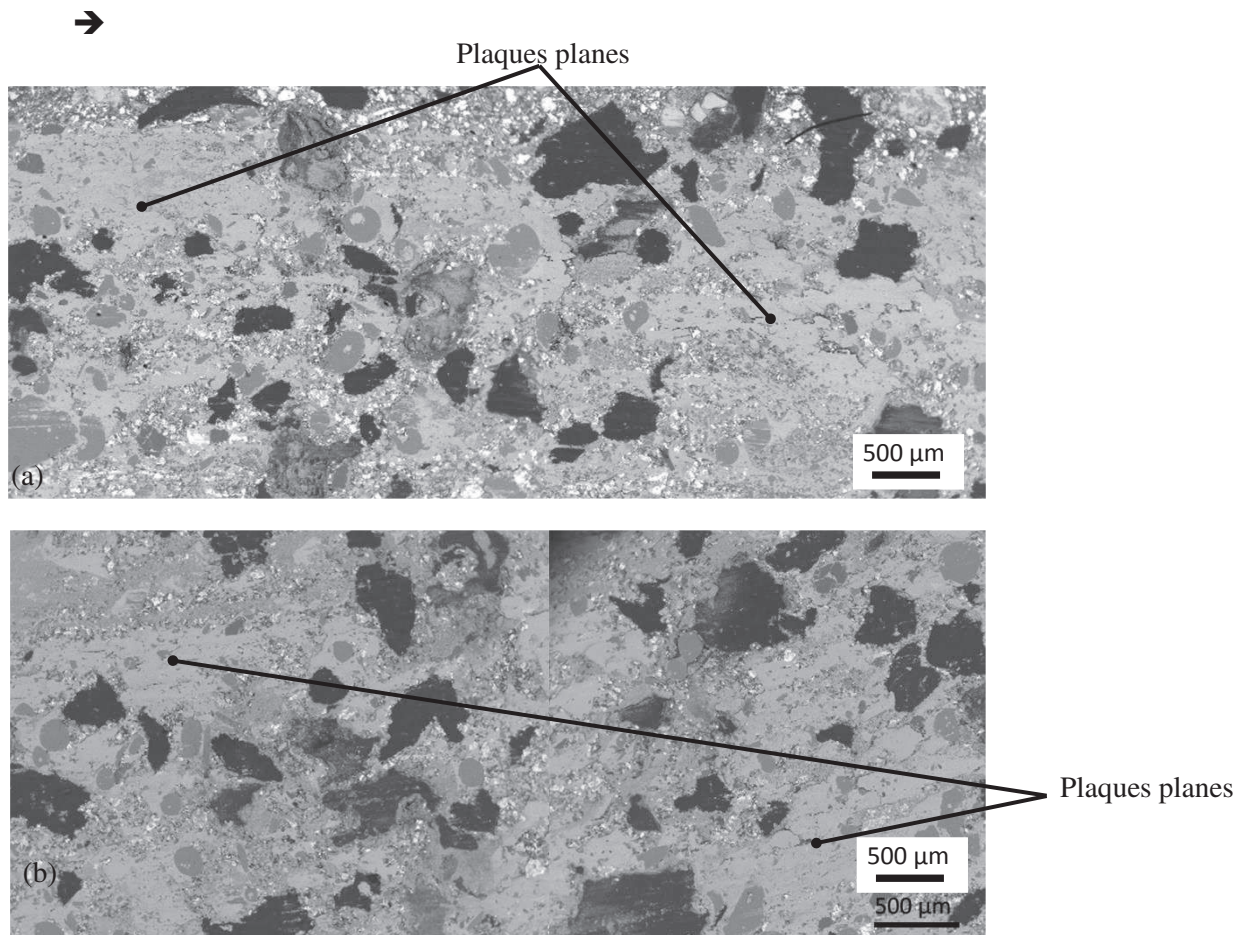


Figure III-15. *Distribution des plaques planes de troisième corps et plaques planes sous sollicitation SD (a)14018-P et (b) 16009-P (Observation MEB en mode BSE)*

La figure III-16 montre que la poudre de troisième corps entoure les particules de caoutchouc et se dépose à leur surface, laissant suggérer que ces particules ne participent pas au frottement. Les autres particules ne semblent pas particulièrement affectées par les températures atteintes pendant les essais d'usure sous sollicitation SD. Les shots de roche et les particules de graphite sont visibles, arasés et maintenus ancrés à la matrice. Ils constituent des plateaux primaires, entourés des plaques planes.

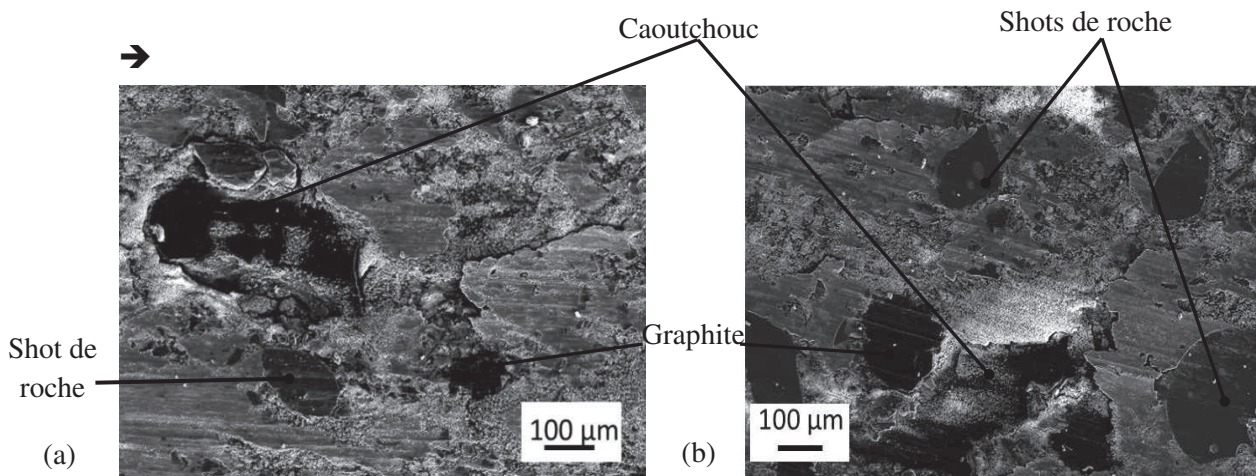


Figure III-16. *Comportement des constituants carbonés et des shots de roche sous sollicitation SD (a) 14018-P et (b) 16009-P (Observation MEB en mode SE)*

- Essais sous sollicitation modérée

Pour les essais d'usure sous sollicitation SM (Figure III-17), les plaques planes sont plus visibles pour le matériau 16009-P et couvrent davantage de particules carbonées et de shots de roche que dans le cas du matériau 14018-P. Les plaques formées sous sollicitation SM, sont plus grandes que celles présentes sous sollicitation SD pour le matériau 16009-P. Ces plaques sont moins bien discernables et plus petites que celles formées sous sollicitation SD pour le matériau 14018-P, ce qui peut paraître surprenant puisque le taux d'usure mesuré du matériau 14018-P, est plus important sous sollicitation SM que SD. En effet, sous sollicitation SM, le débit source de troisième corps étant plus élevé pour le matériau 14018-P, on pourrait s'attendre à un enrichissement de sa surface en troisième corps, favorable à la formation des plaques planes. Plusieurs explications peuvent être apportées pour comprendre la faible présence des plaques planes sur la surface du matériau 14018-P à SM par rapport à SD. D'une part, la durée d'un cycle de frottement pour le matériau 14018-P, qui est de 210 s sous sollicitation SD et de 50 s sous sollicitation SM, est probablement un facteur qui influe sur la cinétique de formation de ces plaques planes. La durée de contact joue effectivement un rôle important sur l'expansion de ces plaques. D'autre part, il peut y avoir une compétition plus sévère entre la formation des plaques et leur destruction à SM qu'à SD du fait de la dégradation plus rapide du matériau 14018-P, les plaques se détachant plus rapidement de leurs supports (shots et graphite) pendant les essais d'usure SM. Enfin, la température élevée des essais sous sollicitation SM peut altérer la propension de la surface du matériau 14018-P à piéger et agglomérer les particules de troisième corps ou réduire la capacité de la surface du disque de recirculer les particules éjectées du contact.

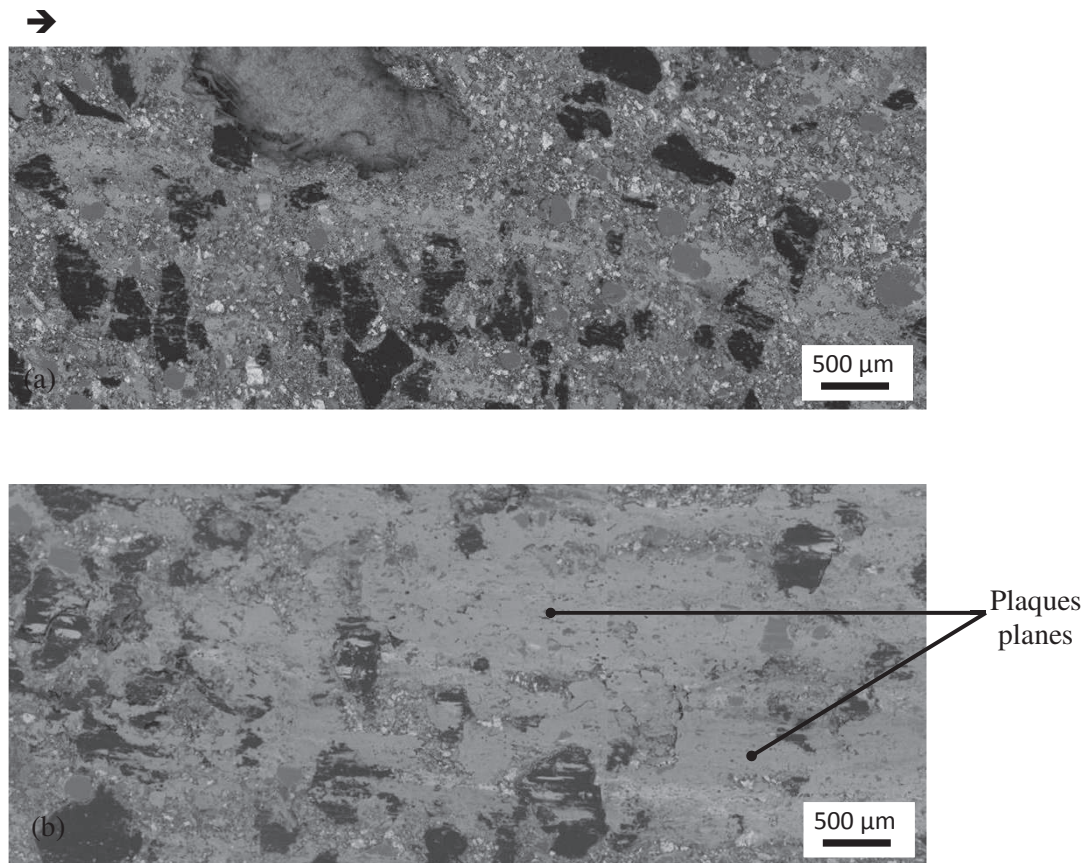


Figure III-17. *Distribution du troisième corps et plaques planes sous sollicitation SM (a) 14018-P et (b) 16009-P*

Le comportement des particules de caoutchouc sous sollicitation modérée SM est donné dans la figure III-18. Cette figure montre que, pour les deux matériaux 14018-P et 16009-P, les particules de caoutchouc sont fragmentées en plusieurs morceaux.

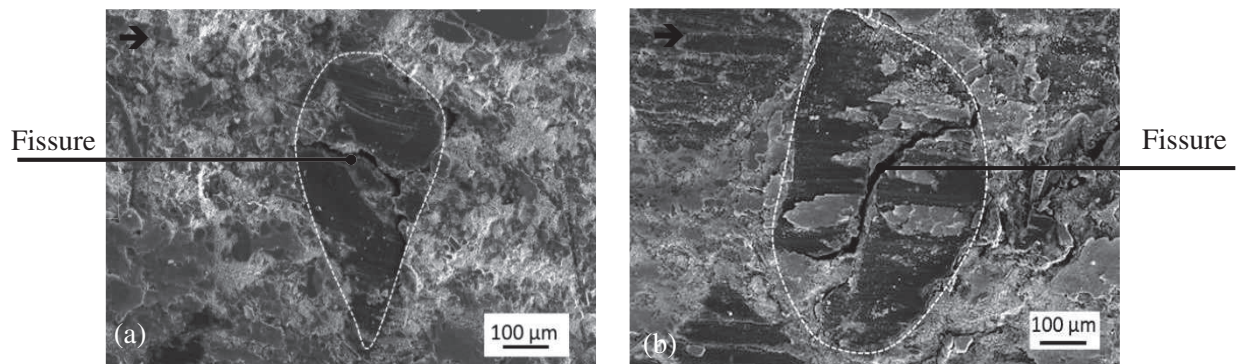


Figure III-18. *Fragmentation des particules de caoutchouc sous sollicitation SM (a) 14018-P et (b) 16009-P*

- Essais sous sollicitation sévère

Concernant la sollicitation sévère SS, la surface frottée du matériau 16009-P paraît plus riche en troisième corps que celle du matériau 14018-P avec une présence plus importante de plaques planes (Figure III-19). Ceci peut être attribué :

- à la durée relativement plus élevée des cycles de frottement (25 s pour le matériau 16009-P, et 18 s pour le matériau 14018-P).
- à l'usure plus élevée du matériau 16009-P qui permet de nourrir le contact par un débit source de troisième corps élevé à la faveur d'un développement plus rapide des plaques planes.

Outre les plaques planes, le troisième corps est également piégé dans le contact sous une forme de poudre par les nombreux amas de fibres de roches qui émergent des porosités du matériau.

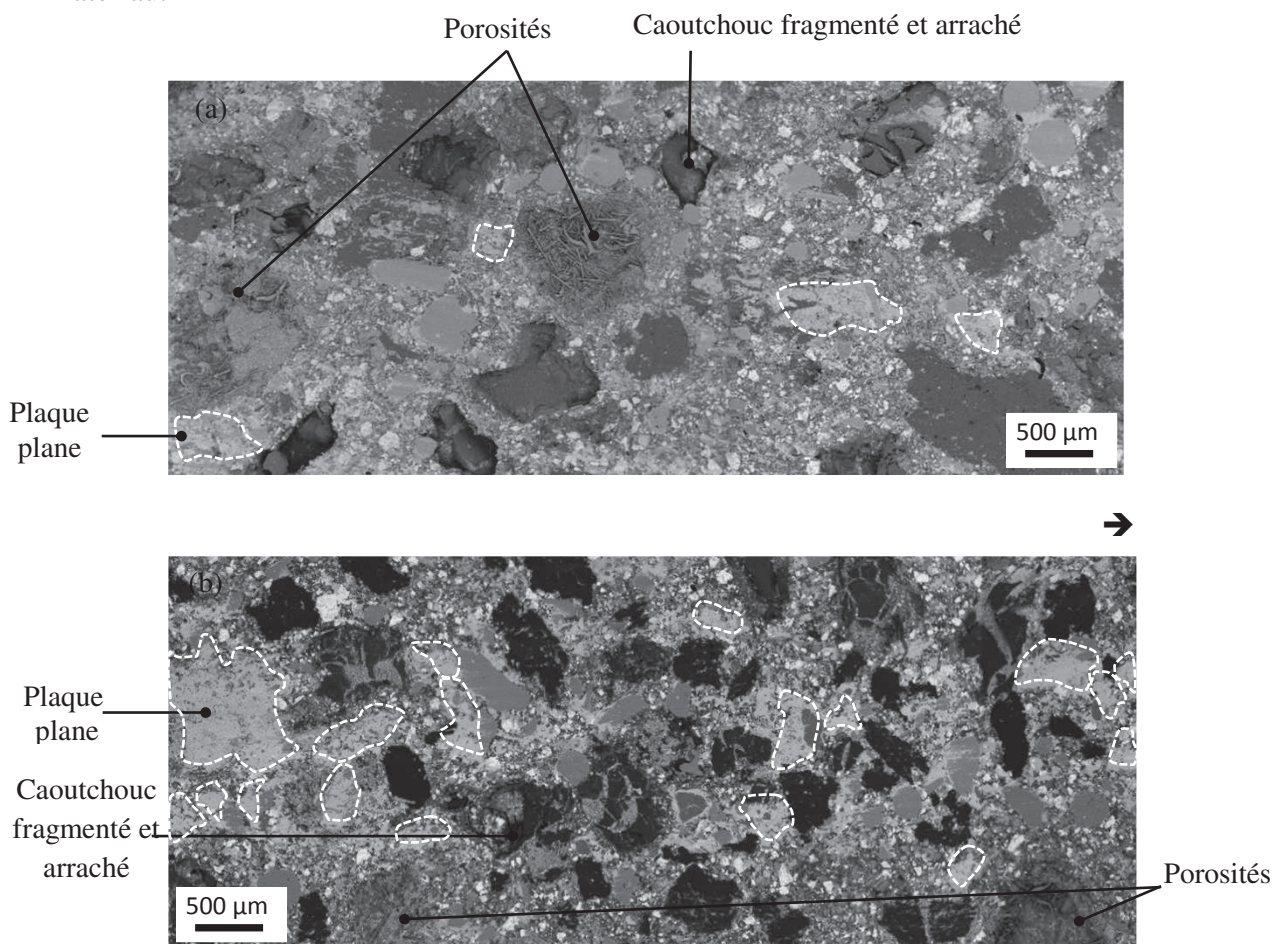


Figure III-19. Distribution du troisième corps et plaques planes sous sollicitation SS a) 14018-P et (b) 16009-P

Les figures III-20a et b montrent de nombreuses particules de caoutchouc qui apparaissent fragmentées et déchaussées, observées à la surface des deux matériaux. Le graphite et les shots de roche, ancrés dans la matrice, constituent des plateaux de portance primaires qui piègent un troisième corps pulvérulent et compacté (Figure III-20 c et d).

Pour les deux matériaux, comparativement aux surfaces obtenues sous sollicitation SD et SM, très peu de troisième corps compacté subsiste en surface, tandis qu'une quantité importante de poudre de troisième corps est emprisonnée dans les porosités et dans les cavités formées par l'arrachement des particules de caoutchouc.

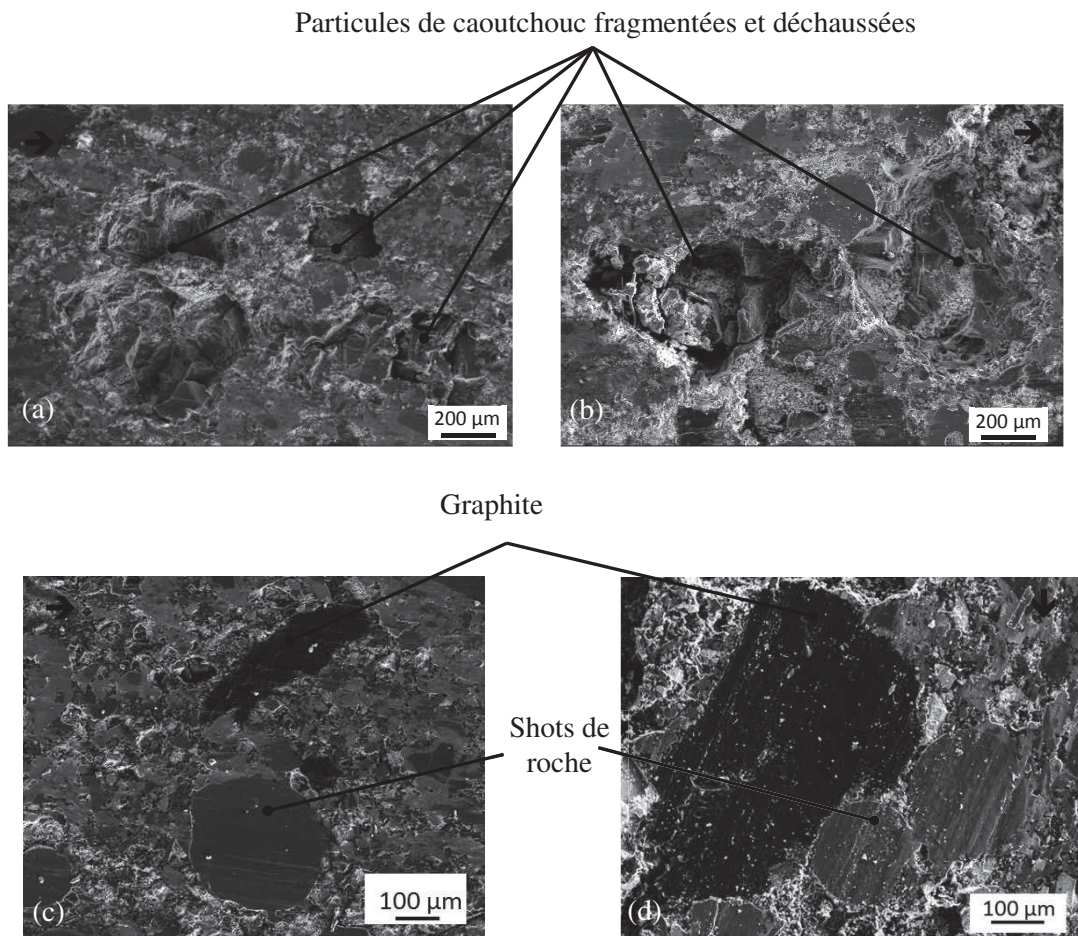


Figure III-20. (a), (b) déchaussement et fragmentation de particules de caoutchouc, (c), (d) Particules de graphite et shots minérales constituant des plateaux primaires, sollicitation SS (a), (c) 14018-P et (b), (d) 16009-P

5. Comportement en freinage des matériaux post cuits

Les essais de freinage ont été effectués sur le tribomètre de freinage. Deux freinages sont étudiés : freinage d'efficacité ordinaire et freinage de perte d'efficacité. La description du

tribomètre ainsi que le protocole expérimental utilisé et le programme adopté lors des deux essais sont indiqués dans le chapitre II.

5.1. Essais de freinage d'efficacité ordinaire

5.1.1. Comportement en frottement et à l'usure

- Le comportement en frottement des matériaux 14018-P et 16009-P est évalué par le suivi de l'évolution de coefficient de frottement en fonction du temps au cours du freinage d'efficacité ordinaire (figure III-21). Le matériau 14018-P commence à frotter avec un niveau de friction égal à 0,22, puis celui-ci augmente jusqu'à atteindre 0,24 au bout d'une seconde et demi pour diminuer jusqu'à atteindre une valeur de 0,22 à 3 s. Une deuxième montée du coefficient de frottement est alors constatée avec un maximum de 0,25 atteint au bout de 5 s. Le coefficient devient quasi stable à partir de la 8^{ème} seconde jusqu'à la 14^{ème} seconde, puis il augmente de nouveau pour atteindre une valeur de 0,28 à la fin de l'essai. Le matériau 16009-P présente trois montées du coefficient de frottement au cours de l'essai. Les valeurs maximales de la première et de la deuxième montées sont égales à 0,25 et sont enregistrées à $t = 3$ s et $t = 8$ s respectivement. La troisième montée est enregistrée à $t = 16$ s avec un maximum à 0,28 s. Par conséquent le frottement des deux matériaux présentent des fluctuations tout au long de l'essai. Il est à noter que la durée de freinage des deux matériaux est similaire.

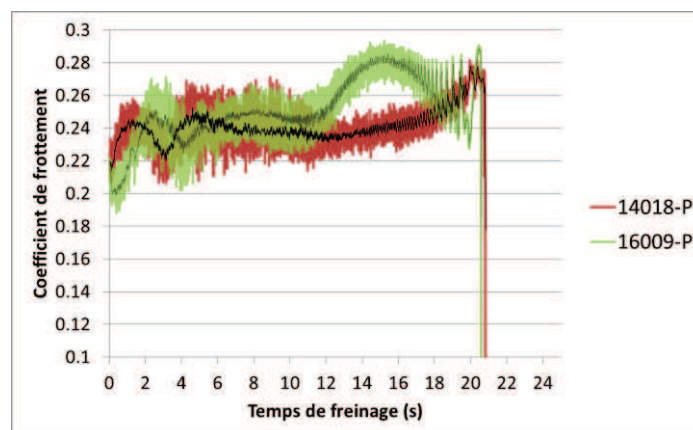


Figure III-21. Evolution du frottement en fonction du temps au cours d'un freinage d'efficacité ordinaire ; matériaux 14018-P et 16009-P

- Le comportement à l'usure est évalué par l'estimation de la perte de masse des deux matériaux après essai de freinage (Figure III-22). Les pertes de masse mesurées sont

respectivement de 0,16 g et 0,12 g pour le matériau 14018-P et le matériau 16009-P. Ces mesures montrent que, pour les conditions de freinage investiguées, le matériau élaboré avec les paramètres industriels de moulage à chaud s'utilise davantage.

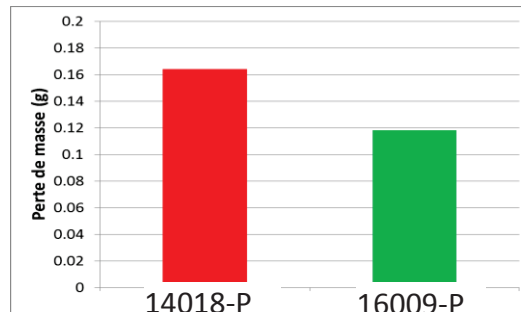


Figure III-22. *Perte de masse des matériaux 14018-P et 16009-P, freinage d'efficacité ordinaire*

5.1.2. Phénomènes thermomécaniques

La sollicitation thermique au cours du freinage d'efficacité ordinaire est étudiée par l'intermédiaire de deux types de mesures. D'une part, des mesures de température par thermocouples implantés à 2 mm de la surface frottée permettent de suivre l'évolution des températures de masse, dans le disque sur les rayons de frottement extérieur (RE), moyen (RM) et intérieur (RI) de la piste de frottement, et dans le patin sur rayon moyen de frottement (noté TP). D'autre part, l'utilisation d'une caméra infrarouge au cours des essais permet d'observer les localisations thermiques et leurs gradients évoluant à la surface du disque pendant le freinage. Ces mesures thermiques visent à évaluer la sévérité de la sollicitation subie par les matériaux pendant les essais.

➤ Localisations thermiques

La caméra infrarouge utilisée est une caméra JADE de la société CEDIP, placée à une distance de 1 m de la piste de frottement. Le champ d'observation de la caméra infrarouge couvre un huitième de la piste de frottement. Les résultats de thermographie infrarouge sont présentés en termes de degrés numériques de luminance (DL – Digital Level) correspondant à l'intensité du rayonnement infrarouge de la surface, sans être converti en température de surface.

En effet, la température réelle de surface ne peut pas être calculée puisque l'émissivité de la surface est inconnue [Bauer et al. 03] et varie durant le freinage [Thevenet et al. 10] avec l'apparition de phénomènes transitoires et de phénomènes locaux (usure, oxydation...). Les Figures III-23 et III-24 présentent, respectivement pour chaque matériau 14018-P et 16009-P,

les thermogrammes du rayonnement infrarouge d'une même zone du disque observée par caméra infrarouge à 5 instants de freinage répartis sur la durée totale de freinage. Sur les thermogrammes, les nuances de gris du plus foncé au plus clair correspondent aux rayonnements thermiques du plus faible au plus élevé.

Au début du freinage ($t = 0,26$ s), une bande chaude continue se forme circonférentiellement sur le rayon extérieur de la piste de frottement du disque, pour les deux matériaux. De $t = 0,26$ à $7,7$ s, la bande chaude migre de l'extérieur vers l'intérieur de la piste du disque pour le matériau 14018-P. Cette migration s'accompagne de l'apparition de gradients thermiques circonférentiels locaux au sein de la bande chaude. La présence de ces gradients est due à des localisations circonférentielles du contact dans la bande chaude compte tenu des imperfections de la géométrie du disque et de son battement. Ces gradients s'intensifient et forment de points chauds larges à partir de la 11^{ème} seconde, qui sollicitent fortement le rayon moyen de la piste de frottement. Les points chauds s'étendent sur l'intérieur de la piste de frottement jusqu'à la fin de freinage.

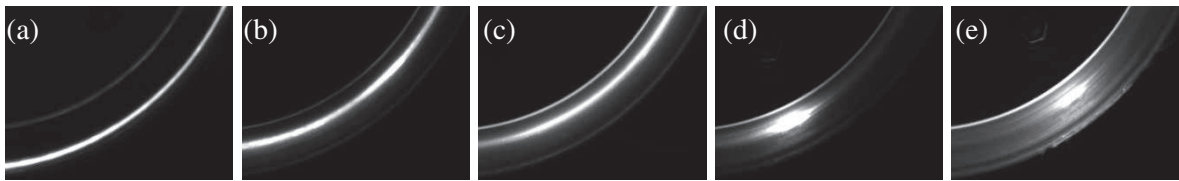


Figure III-23. Rayonnement infrarouge d'une même zone du disque à 5 instants différents du freinage d'efficacité ordinaire (a) 0,26 s, (b) 4,24 s, (c) 7,7 s, (d) 11,16 s et (e) 18,8 s ; matériau 14018-P

Concernant le matériau 16009-P, les gradients thermiques sont intenses et se présentent, sur le rayon moyen à partir de la 5^{ème} seconde, sous forme d'une bande chaude avec gradients circonférentiels plus denses que dans le cas précédent. La bande chaude migre ensuite du rayon moyen RM vers le rayon intérieur RI, elle perd en intensité dans la partie intérieure de la piste dont le rayonnement thermique s'homogénéise en fin de freinage.



Figure III-24. Rayonnement infrarouge d'une même zone du disque à 5 instants différents du freinage d'efficacité ordinaire (a) 0,26 s, (b) 4,94 s, (c) 8,78 s, (d) 11,16 s et (e) 18,8 s ; matériau 16009-P

Afin de mieux percevoir et de comparer la dynamique des localisations thermiques et leurs gradients, l'évolution temporelle du rayonnement thermique est analysée par traitement des thermogrammes sur les rayons extérieur (RE), moyen (RM) et intérieur (RI). Pour chaque

rayon, on considère pour chaque thermogramme le maximum d'intensité du rayonnement thermique émis par un arc, suffisamment court pour séparer les localisations circonférentielles et suffisamment long pour en capter l'intensité maximale (Figure III-25).

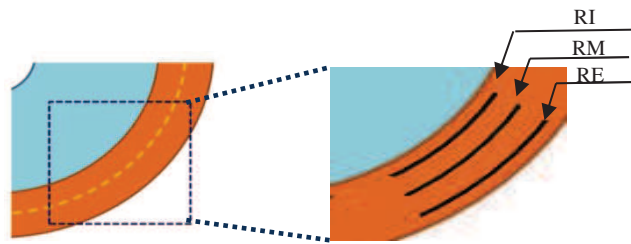


Figure III-25. Localisation des trois arcs d'analyse du rayonnement thermique de la piste de frottement du disque

Les résultats de l'analyse sont présentés dans la Figure III-26. Les courbes présentent des fluctuations qui sont révélatrices des gradients circonférentiels, les maximums étant significatifs du rayonnement thermique maximal des localisations, les minimums du rayonnement thermique minimal entre les localisations. Les courbes enveloppes des fluctuations permettent ainsi d'apprécier l'évolution temporelle des maximums et des minimums du rayonnement thermique alors que l'amplitude des fluctuations rend compte de la sévérité des gradients circonférentiels. Les courbes enveloppes présentent un pic temporel significatif de la migration radiale et de l'intensité de la bande chaude, qui atteint le rayon RE après 2 à 3 secondes de freinage, passe sur le rayon moyen RM après 6 à 7 secondes et sur le rayon RI vers 14 à 15 secondes de freinage. On notera, à certains instants du freinage, une absence de fluctuations (notamment vers 6 et 12 s) qui est un artefact du traitement des thermogrammes. En effet, du fait du freinage, la fréquence de rotation du disque décroît alors que la fréquence d'acquisition des images est constante. Ces instants correspondent à des périodes de synchronisation pendant lesquelles les deux fréquences sont multiples. Selon la forme et le battement de la piste de frottement, seules quelques localisations circonférentielles sont dominantes, aussi la faible probabilité d'une synchronisation fréquentielle lorsque les localisations dominantes sont dans le champ de la caméra explique l'absence de pics des fluctuations à ces instants. Par exemple, l'absence de pics des courbes (b) et (c) au voisinage de 6 et 7 secondes ne signifie pas une chute brutale et temporaire du rayonnement thermique sur le rayon moyen, elle est due à une synchronisation des fréquences de rotation et d'acquisition sans localisation thermique circonférentielle significative dans le champ de la caméra. Comme le montre l'enveloppe des minimums, cette synchronisation intervient au moment du passage de la bande chaude sur le rayon moyen, l'intensité thermique de ses

localisations n'est donc pas captée par ces courbes, et il est probable qu'elle y ait été particulièrement élevée.

Les résultats montrent que le rayonnement thermique est maximal dans la bande chaude, avec des maximums atteints entre 5 et 10 secondes de freinage, lorsque la bande chaude franchit le rayon moyen de la piste de frottement. L'intensité du rayonnement thermique ainsi que l'amplitude des fluctuations y apparaissent plus élevées pour le matériau 14018-P alors que les fluctuations sont plus denses pour le matériau 16009-P, en cohérence avec la densité des localisations circonférentielles observée sur les thermogrammes. La localisation thermique plus intense constatée pour le matériau 14018-P correspond à des points chauds induits par la forme et le battement du disque qui forcent localement la sollicitation mécanique du contact. En début de freinage, le passage de la bande chaude sur l'extérieur de la piste apparaît plus sévère et plus rapide pour le matériau 14018-P, alors que sur le centre et l'intérieur de la piste la fenêtre temporelle de la migration de la bande est plus étroite pour le matériau 16009-P, que l'on peut associer à une bande chaude plus étroite. Par ailleurs, le faible rayonnement thermique du centre et de l'intérieur de la piste du disque pendant les premières secondes d'essai montre qu'elle n'est pas soumise au frottement en aval de la bande chaude, alors qu'inversement, l'extérieur de la piste n'est plus ou peu sollicitée par le frottement en fin de freinage.

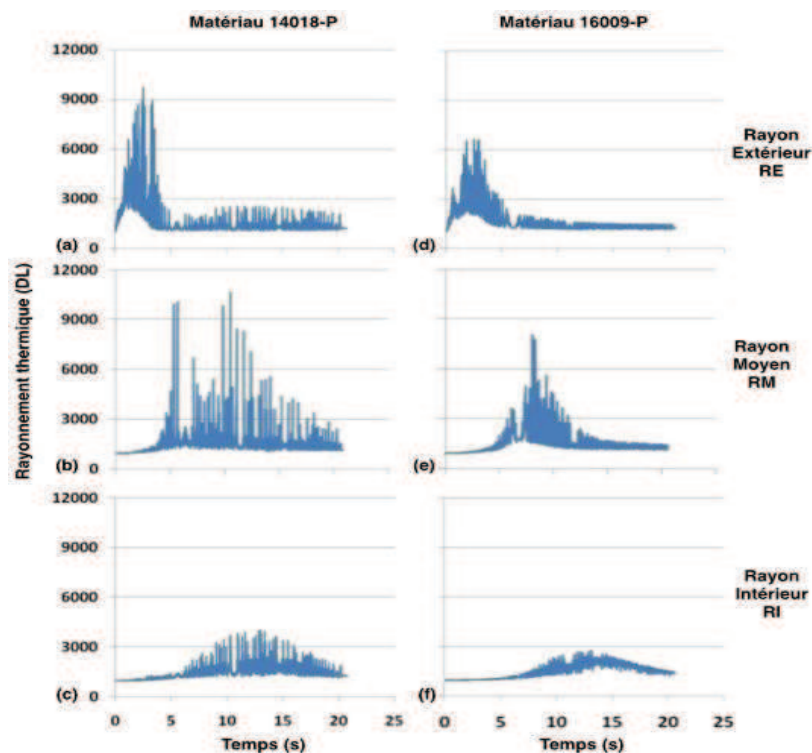


Figure III-26. Evolution du rayonnement thermique en fonction du temps, pour les rayons (a) (d) extérieur RE, (b)(e) moyen RM et (c) (f) intérieur RI, freinage d'efficacité ordinaire, matériaux (a), (b), (c) 14018-P et (d),(e),(f) 16009-P

➤ Températures de masse

La figure III-27 montre l'évolution des températures de masse mesurées dans le disque sur les rayons extérieurs, moyens et intérieurs (TE, TM et TI) à 2 mm de la surface de contact et dans le patin (TP) au cours du freinage d'efficacité ordinaire pour les matériaux 14018-P et 16009-P. Pour les deux matériaux étudiés, les températures initiales du patin et de disque sont 30°C et 50°C respectivement. La température TP du matériau 14018-P augmente imperceptiblement pour atteindre 37°C à la fin de l'essai. Pour le matériau 16009-P, la température TP augmente plus sensiblement, durant la seconde moitié de la durée de freinage et atteint une valeur maximale de 48°C en fin de freinage. Concernant les températures de disque, elles augmentent après quelques secondes de freinage, plus tôt pour la température TE, plus tard pour les températures TM puis TI, en concordance avec la migration de la bande chaude, de l'extérieur vers l'intérieur de la piste de frottement du disque. L'élévation des températures est d'autant plus rapide que la mesure est faite vers l'extérieur de la piste de frottement, en cohérence avec la décroissance de la puissance dissipée au cours de la migration de bande chaude, la vitesse de glissement diminuant au fur et à mesure du freinage. On peut constater également que les évolutions des températures TM et TI sont assez similaires pour le matériau 14018-P tandis qu'elles sont décalées dans le temps dans le cas du matériau 16009-P, en cohérence avec la fenêtre temporelle étroite de la migration de bande chaude dans ce cas. Ainsi comme observé en thermographie, la sollicitation thermique apparaît davantage localisée radialement pour le matériau 16009-P. Les températures TM et TI associées au matériau 14018-P sont supérieures à la température TE, respectivement de 155, 160 et 135°C. Ceci est attribué, d'une part, à la migration radiale très rapide de la bande chaude sur l'extérieur de la piste en début de freinage, d'autre part, à l'installation de la localisation thermique sur la moitié intérieure de la piste pendant la seconde partie du freinage. Pour le matériau 16009-P, on note également que la température TI est plus élevée que les températures TE et TM, respectivement 130 et 140°C. En fin de freinage, les 3 températures s'homogénéisent du fait de la diffusion de la chaleur dans le disque alors que la puissance dissipée devient très faible proche de l'arrêt. On peut remarquer aussi que les températures de masse de disque sont plus élevées pour le matériau 14018-P que pour le matériau 16009-P.

De manière générale, les températures de masse atteintes dans le disque sont supérieures à celles atteintes dans le patin et l'augmentation de la température mesurée dans le patin intervient plus tardivement que celles mesurées dans le disque. Ces deux différences de

comportement sont dues au partage du flux thermique entre le disque et le patin et aux différences de propriétés thermiques entre leur matériau et notamment une effusivité et une diffusivité thermiques du matériau composite très inférieures à celles de la fonte à graphique lamellaire du disque.

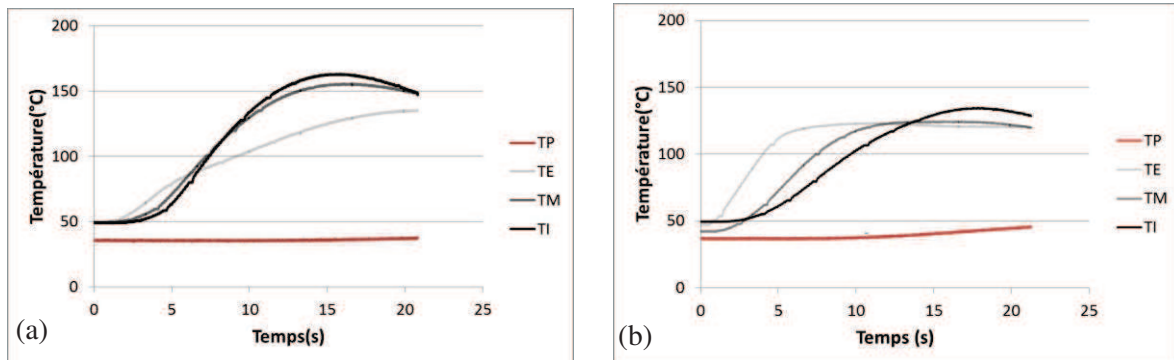


Figure III-27. Evolution des températures de masse du disque et du patin pendant l'essai de freinage d'efficacité ordinaire, matériaux a) 14018-P et b) 16009-P

5.1.3. Mécanismes de frottement et d'usure mis en jeu

Les mécanismes d'endommagement et d'usure induit par le frottement sont déterminés à l'aide d'observations MEB et d'analyses EDS réalisées sur les surfaces des deux matériaux 14018-P et 16009-P après essai de freinage, avec l'objectif de discerner par comparaison l'effet des paramètres de moulage à chaud. La figure III-28 montre des observations optiques de l'aire apparente des surfaces des deux matériaux. A cette échelle macroscopique, la surface du matériau 14018-P paraît homogène, sur laquelle on peut discerner les particules composant le matériau, tandis que la surface du matériau 16009-P paraît plus couverte d'une couche de troisième corps.

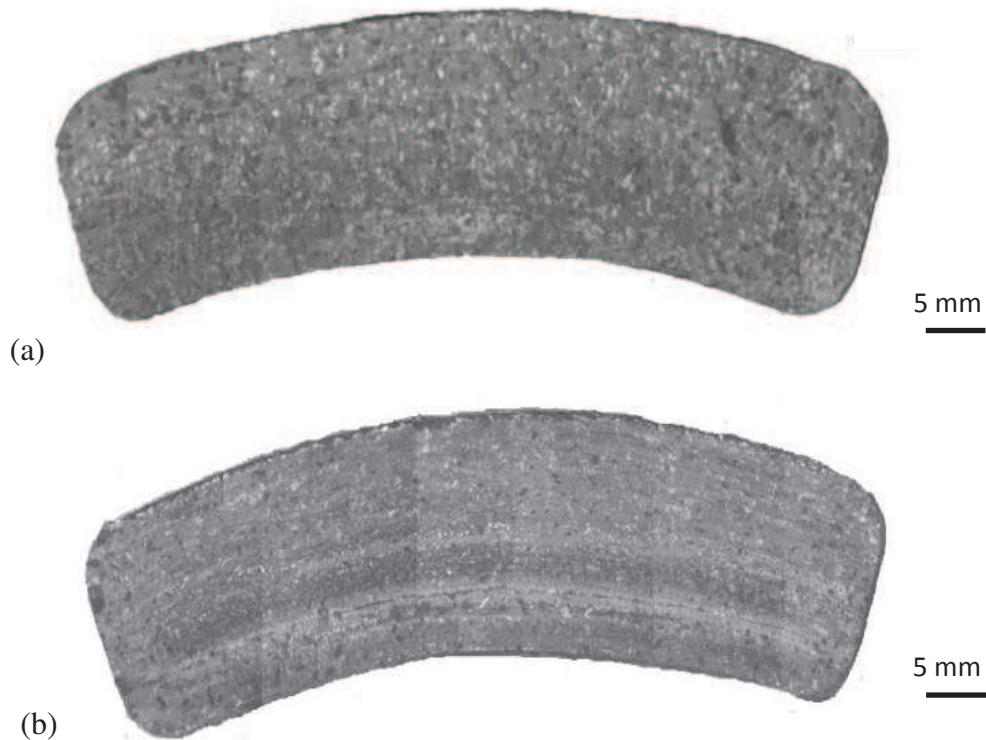


Figure III-28. *Observations optiques de la surface frottée du patin, matériaux a) 14018-P et b) 16009-P*

Les observations MEB présentées dans la Figure III-29 sont révélatrices des mécanismes de frottement et d'usure qui caractérisent le fonctionnement des deux matériaux 14018-P et 16009-P. Le sens de glissement est indiqué par une flèche. Ces observations montrent la répartition du troisième corps à une échelle mésoscopique. Des plaques planes ayant une taille de quelques centaines de micromètres sont présentes à la surface du matériau 14018-P. Au voisinage de ces plaques, la surface du patin apparaît en dépression, dépourvue de troisième corps compacté. Concernant la surface du matériau 16009-P, de larges zones, de taille millimétrique, sont couvertes de plaques planes étendues dans le sens de glissement. Les shots de roche arasés et les particules de graphite constituent des plateaux primaires qui supportent les plaques planes de troisième corps pour les deux matériaux.

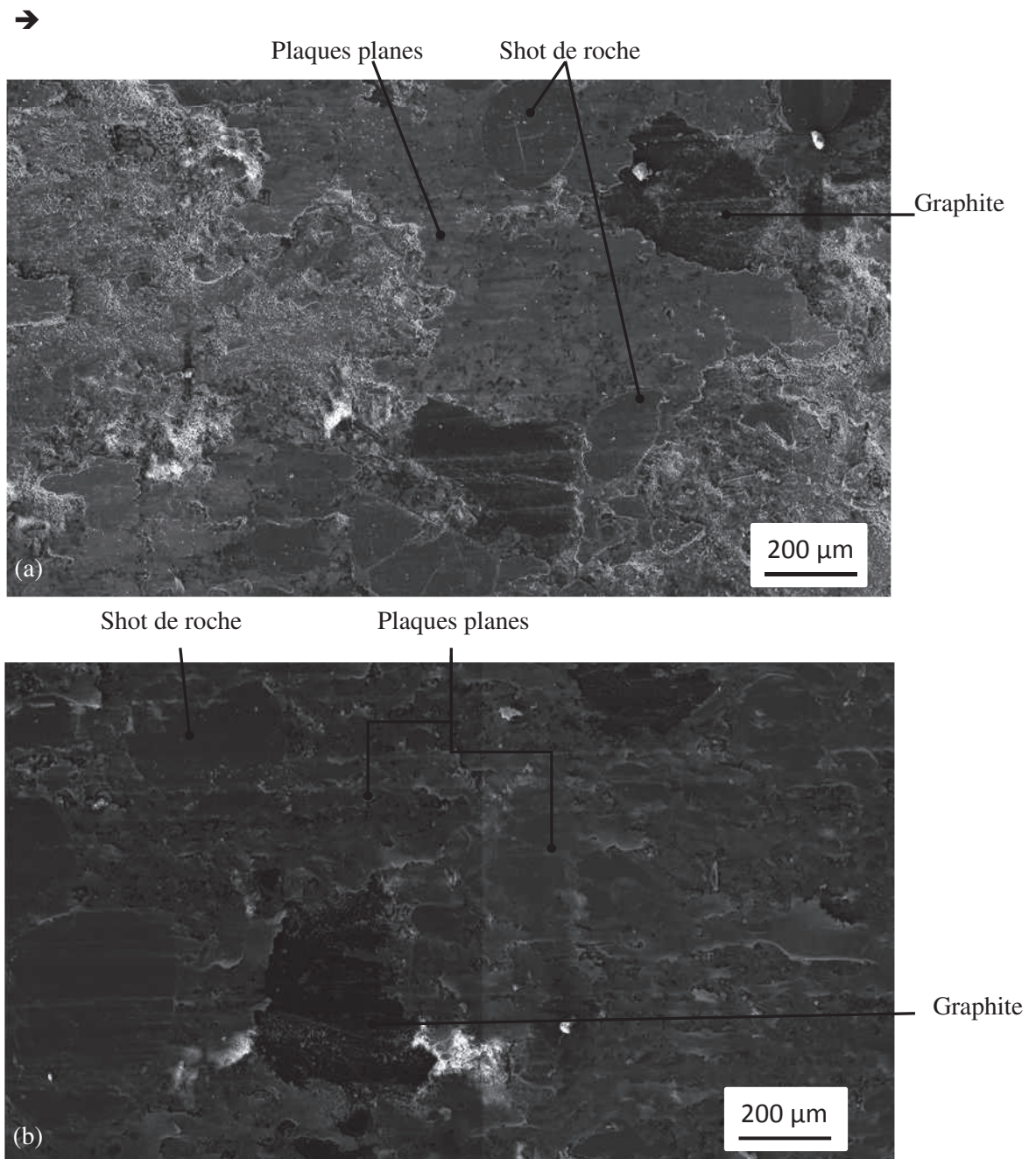


Figure III-29. Observations MEB (mode SE) des matériaux (a) 14018-P et (b) 16009-P

5.2. Essais de freinage de perte d'efficacité

5.2.1. Comportement en frottement et à l'usure

Les essais de freinage de perte d'efficacité consistent en une succession de 28 freinages de ralentissement de 60 à 30 km/h avec cumul de chaleur. Les évolutions du frottement en fonction du temps sont présentées dans la figure III-30 pour quatre cycles de freinage de perte d'efficacité caractéristiques de la succession, pour les matériaux 14018-P et 16009-P. Pour le matériau 14018-P, le coefficient de frottement, fluctue au voisinage de 0,25 pour le cycle N°3

de la succession. Pour les cycles N°7, 16 et 23, le frottement est plus faible, le coefficient de frottement fluctuant autour de 0,2. Pour le matériau 16009-P, le coefficient de frottement correspondant au cycle N°3 décroît pendant le ralentissement, de 0,28 à 0,2. Les coefficients de frottement associés aux cycles N°7, 16 et 23 chutent au début de cycle pendant 6 secondes, puis fluctuent au voisinage de 0,15. La durée de ralentissement plus courte pour le matériau 14018-P est révélatrice d'un frottement plus élevé. Ceci est déjà observé durant les essais d'usure réalisés sur les deux matériaux 14018-P et 16009-P (Figure III-12). Des fluctuations de frottement de plus forte amplitude sont notées pour le matériau 16009-P en comparaison au matériau 14018-P, qui pourraient être expliquées par le battement plus important du disque pour ce matériau.

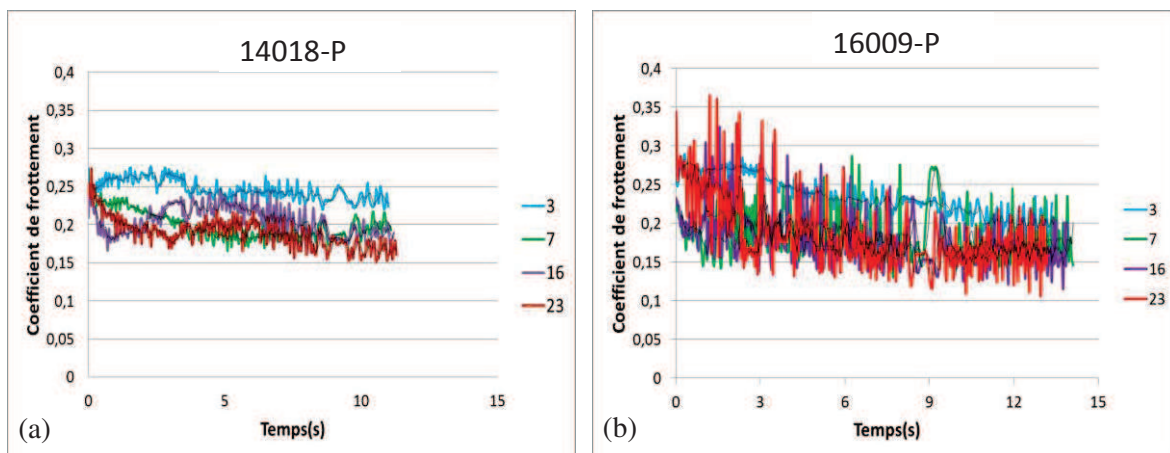


Figure III-30. Evolution du coefficient de frottement des matériaux a) 14018-P et b) 16009-P pendant l'essai de perte d'efficacité (cycles N° 3, 7, 16 et 23)

La progression du frottement moyen et de la température maximale T_M du disque pour les cycles de freinage de perte d'efficacité pour les matériaux 14018-P et 16009-P sont données dans la figure II-31. Notons que le frottement moyen est une moyenne temporelle du coefficient de frottement mesuré pour chaque freinage, et que la température maximale T_M correspond à la valeur maximale de la température du disque mesurée à 2 mm sous la surface et sur le rayon moyen de la piste de frottement pour chaque freinage.

Ce résultat montre que le coefficient moyen de frottement augmente pendant les trois premiers ralentissements de la succession, puis diminue et se stabilise à environ 0,2 du 8^{ème} cycle jusqu'au 15^{ème} cycle, à partir duquel une seconde baisse se manifeste, le coefficient moyen de frottement se stabilisant ensuite à 0,18 jusque la fin de la série de freinage. Pour le matériau 16009-P, le coefficient de frottement moyen devient quasi stable à une valeur de 0,18 à partir du 7^{ème} ralentissement de la succession. Le même coefficient de frottement moyen est enregistré ainsi pour les deux matériaux à partir du 19^{ème} ralentissement. On peut

aussi noter que la succession rapide de freinages induit une accumulation de chaleur qui est responsable de l'augmentation de la température maximale, rapide de 100 °C à 220°C et de 120 à 250°C au cours des 8 premiers freinages respectivement pour les matériaux 14018-P et 16009-P. Cette augmentation de la température devient ensuite de plus en plus douce, au fur et à mesure que le système disque-patin atteint un équilibre thermique. La température maximale TM est de 270°C et 300°C à la fin des ralentissements successifs pour les matériaux 14018-P et 16009-P, respectivement.

La température élevée du disque frotté contre le matériau 16009-P peut être attribuée à la plus faible valeur de conductivité thermique de ce matériau, ce qui favorise l'absorption par le disque d'une plus grande part de la chaleur produite par le frottement pendant le freinage.

Les résultats montrent une réduction significative du frottement de 25% et 28% à haute température pour les matériaux 14018-P et 16009-P respectivement. Cette baisse peut être expliquée par la chaleur accumulée au cours de la série de ralentissements qui a conduit à des températures supérieures à la température de dégradation thermique des matériaux, notamment de la résine phénolique.

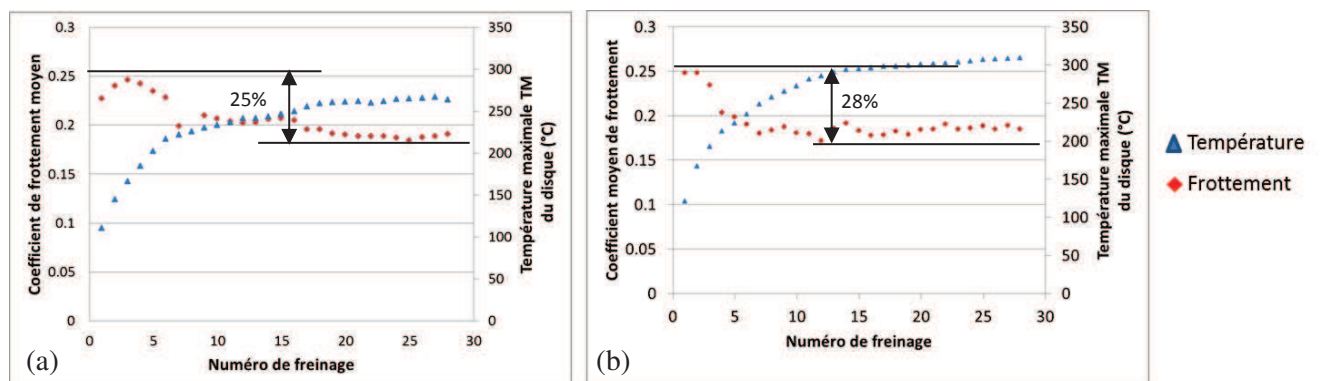


Figure III-31. Progression du frottement moyen et de la température maximale TM de disque au cours de l'essai de perte d'efficacité pour les matériaux (a) 14018-P et (b) 16009-P

La détermination de la perte de masse entre la phase de rodage et l'essai de freinage de perte d'efficacité (figure III-32) montre que l'usure du matériau 14018-P est moindre, ce résultat étant en concordance avec les écarts de perte de masse mesurés après les essais d'usure sous sollicitation modérée SM et sévère SS.

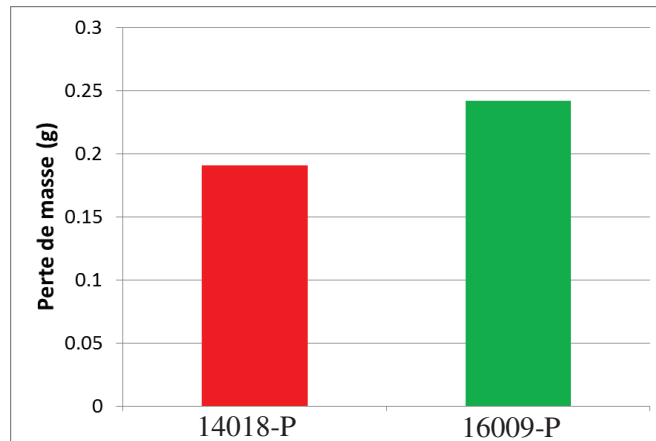


Figure III-32. *Perte de masse au cours de l'essai de perte d'efficacité*

5.2.2. Mécanismes de frottement et d'usure

Les surfaces frottées qui résultent des essais de freinage de perte d'efficacité des matériaux 14018-P et 16009-P sont présentées dans la figure III-33. Les surfaces apparaissent extrêmement dégradées pour les deux matériaux, fissurées sur plusieurs centaines de micromètres. Cette fissuration peut être attribuée aux fortes sollicitations thermiques subies par le matériau de friction, provoquant la dégradation de la résine qui perd ainsi sa capacité à lier les constituants. Le matériau 16009-P présente, en plus, des arrachements de particules et de nombreuses poudres de troisième corps, qui témoignent d'une dégradation plus importante que celle du matériau 14018-P. Pour les deux matériaux, les shots de roche observées en surface demeurent ancrés dans la matrice et les particules de graphite sont fortement marquées par le frottement. Il est à noter que les surfaces frottées présentées dans la figure III-33 sont très semblables aux surfaces frottées après les essais d'usure sous sollicitation sévère SS (Figure III-19), seule la fissuration du matériau apparaît spécifique aux essais de freinage.

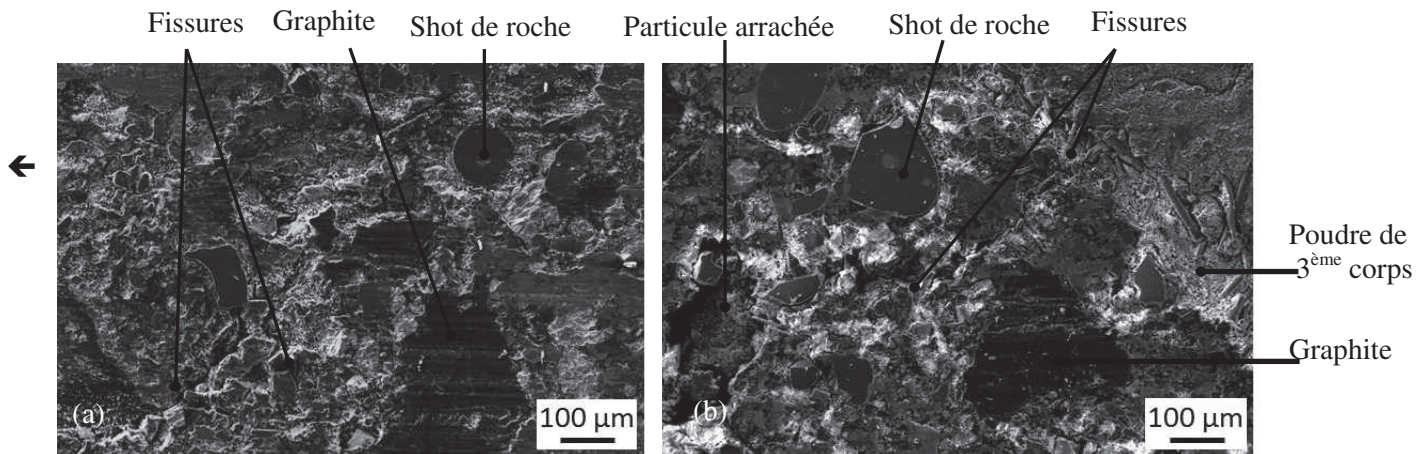


Figure III-33. Observation MEB (mode SE) des surfaces frottées des matériaux (a) 14018-P et (b) 16009-P

Ainsi le comportement des matériaux est différent d'un essai de freinage d'efficacité ordinaire à un essai de freinage de perte d'efficacité. Le freinage d'efficacité ordinaire montre que le matériau 16009-P présente une usure plus faible corrélée avec des localisations thermiques moins intenses en surface de disque en cohérence avec les températures de masses moins importantes dans le disque. Pour le freinage de perte d'efficacité, le matériau 16009-P montre une perte de masse plus importante, des températures de masses dans le disque plus importantes, ainsi une perte de performance plus importante.

II. Evolution de la microstructure et de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud

Cette partie concerne l'étude du moulage à chaud, plus spécifiquement l'évolution de la microstructure en fonction de la durée de moulage, donc en particulier de la réticulation de la résine. Une formulation spécifique, notée M', a été développée pour la fabrication des échantillons avec l'objectif de faciliter l'étude microstructurale de l'évolution du matériau composite selon le stade du moulage à chaud. Le protocole expérimental adopté pour l'élaboration des échantillons à des stades intermédiaires de moulage est décrit. La microstructure des matériaux est examinée en MEB (en mode BSE) aux différents stades de moulage à chaud. Des essais d'extraction au Soxhlet sont effectués pour évaluer l'influence de la durée de moulage à chaud sur le pourcentage de résine réticulée. La microstructure en trois dimensions des matériaux est analysée en tomographie à rayons X pour des durées de moulage à chaud de 9 et 18 min, avec une attention particulière à l'interface entre les particules de caoutchouc et la matrice.

1. Protocole expérimental d'élaboration des échantillons moulés

Pour suivre l'évolution de la microstructure du matériau de friction au cours du moulage à chaud à 140°C, six stades intermédiaires du moulage sont étudiés, correspondant à des durées de moulage de 5, 7, 9, 11, 13 et 18 min. Le dernier stade correspond au stade final de moulage. L'étude de la réticulation de la résine, présentée au chapitre 2, a montré que l'on ne pouvait pas espérer un état solide en deçà de 5 minutes de polymérisation.

Afin d'éviter toute dispersion liée au lot de matières premières, aux paramètres de fabrication ou à tout agent extérieur (humidité, température ambiante, opérateur, etc.), les échantillons sont élaborés simultanément, à partir du même mélange de préparation de la formulation, et à différents stades du moulage par prélèvement. Pour cela, un moule spécifique a été réalisé, constitué d'un cadre en bois résistant aux sollicitations mécaniques du moulage. Ce cadre, de dimensions intérieurs 410x410x16 mm³, est divisé en six compartiments séparés de barres en bois de 2 cm de largeur. Onze sacs en polyéthylène sont préparés, remplis d'une quantité du mélange de la formulation adaptée à la taille des compartiments : six sacs sont placés dans les six compartiments du moule pour l'étape de moulage à chaud. A chaque stade intermédiaire, un sac est prélevé à l'ouverture de la presse, remplacé par un sac non utilisé, comblant le vide laissé par le prélèvement de manière à conserver une répartition homogène de pression sur toutes les échantillons. A l'issue de cette opération, on dispose de 6 plaques de dimension 120x195x16 mm³ moulées aux différents stades du moulage à chaud.

Les opérations successives de l'élaboration des plaques moulées sont :

- le mélange des constituants dans le mélangeur de laboratoire,
- le remplissage et pesée des sacs plastiques,
- la mise en place de six sacs dans le moule en bois déposé sur une plaque métallique (Figure III-34). Chaque sac est repéré par la durée de moulage avant prélèvement. Les faces supérieures des sacs sont repérées,
- le perçage des sacs pour évacuer l'air emprisonné et permettre le dégazage,
- le moulage à chaud à 140°C, sous une pression de 20 MPa.
- le prélèvement des sacs aux stades successifs du moulage à chaud, l'échantillon moulé à la durée choisie est enlevé de la presse et remplacé par un sac en attente non utilisé,
- la trempe à l'eau après prélèvement de chaque plaque moulée qui en fige la géométrie.



Figure III-34. *Echantillons constitués de sacs remplis de mélange de constituants et placés dans le moule en bois*

2. Développement d'une formulation M'

L'objectif principal dans cette partie du chapitre III est de suivre l'évolution de la microstructure du matériau composite pendant le moulage à chaud, en particulier l'interface des particules de caoutchouc avec matrice. La tomographie à rayons X, une technique d'imagerie non destructive, est utilisée. Elle permet de reconstituer le volume du matériau à partir d'une série de mesures effectuées par tranche de ce matériau. Son principe repose sur l'analyse multidirectionnelle de l'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière et par enregistrement du rayonnement transmis après traversée du matériau. Parmi les constituants de la formulation modèle M développée dans le chapitre II, la baryte présente une masse volumique élevée ($4,49 \text{ g/cm}^3$). Ce constituant relativement lourd, nécessite une énergie de rayonnement X élevée pour traverser l'échantillon, au détriment du contraste pour les autres constituants plus légers et par suite au détriment de la résolution d'image. Pour surmonter ce problème, la baryte est substituée par un autre remplisseur moins dense : le carbonate de calcium (de masse volumique absolue de $2,91 \text{ g/cm}^3$). La formulation obtenue est notée formulation M'. Cette formulation est préparée dans un premier temps en considérant le pourcentage massique des constituants de la formulation modèle M. Elle est notée dans ce cas M'_M . Dans un second temps, la formulation M' est préparée en considérant le pourcentage volumique des constituants, elle est notée M'_V .

1.1. Formulation M'_M

Dans la composition de la formulation M'_M , la baryte formant le remplisseur de la formulation modèle M est remplacée par du carbonate du calcium en gardant le % massique des constituants. La composition de la formulation M'_M est donnée dans le tableau III-5.

Tableau III-5. *Composition de la formulation M'_M*

Classes	Constituant	% massique
<i>Liant</i>	Résine phénolique	14
<i>Remplisseur</i>	Carbonate de calcium	45
<i>Fibres de renforcement</i>	Fibre de roche	22
<i>Abrasif</i>	Oxyde d'aluminium	2
<i>Modificateur de friction</i>	Caoutchouc	7
<i>Lubrifiant</i>	Graphite	10

Le matériau élaboré à partir de la formulation M'_M et moulée à 140°C pendant 18 min est noté M'_M-18min. Des observations de la surface de ce matériau sont réalisées au MEB après polissage jusqu'au papier abrasif de granulométrie 4000. Elles sont comparées aux observations réalisées pour le matériau 14018, étudié dans la partie I de ce chapitre III (matériau élaboré à partir de la formulation modèle M et moulé à 140°C pendant 18 min). Les observations MEB du matériau 14018 sont données dans les figures III-7a et III-8a et celles du matériau M'_M-18min sont présentées dans la Figure III-35. On peut constater que le matériau M'_M-18min se distingue du matériau 14018 par une mauvaise cohésion des particules de caoutchouc pouvant conduire à l'arrachement de ces particules (Figure III-35a). La figure III-35b montre une particule de caoutchouc peu adhérente à la matrice qui apparaît poudreuse au voisinage de la particule.

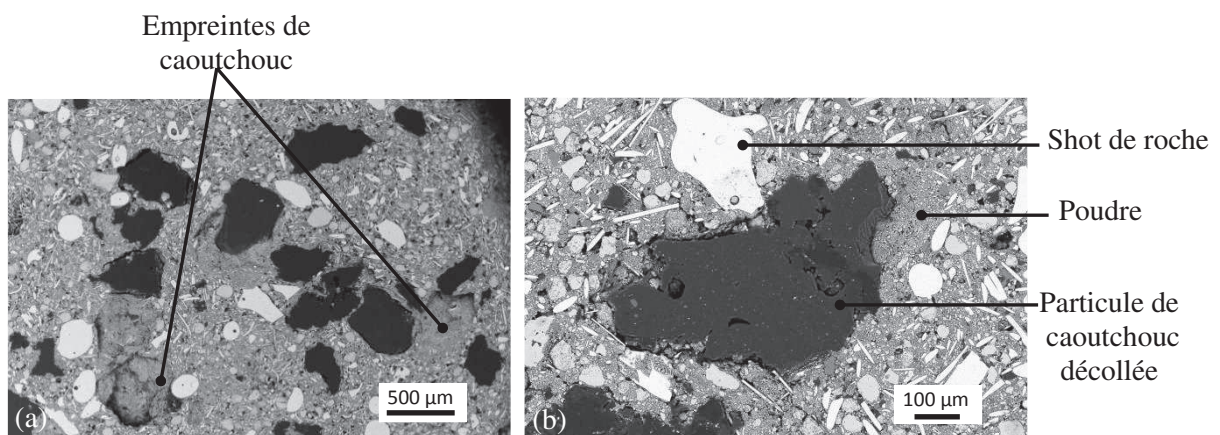


Figure III-35. Matériau M'_M-18min (a) *microstructure* (b) *décohésion d'une particule de caoutchouc environnée d'une matrice poudreuse*

L'aspect poudreux de la surface du matériau M'_M-18min, ainsi que la présence des empreintes de particules de caoutchouc suggère que la quantité de résine est insuffisante pour lier l'ensemble des constituants conduisant à un matériau peu cohésif. En effet, la résine (le liant)

représente en volume 24% de la formulation (M'_M), proportion inférieure à celle du carbonate de calcium (le remplisseur) qui représente 35% en volume du matériau composite. Dans la formulation modèle (M) les proportions volumiques du liant et du remplisseur (baryte) sont similaires. Outre la quantité très importante de carbonate de calcium au détriment des autres constituants, particulièrement la résine, s'ajoute le fait que la conductivité thermique du carbonate de calcium est moins élevée que celle de la baryte, facteur défavorable à la diffusion de la chaleur dans le mélange, donc à la cinétique de cuisson lors le moulage à chaud. Ces deux raisons peuvent expliquer une polymérisation plus difficile de la résine dans le cas de la formulation (M'_M).

1.2. Formulation M'_V

Pour remédier aux problèmes de cuisson que présente la formulation M'_M , les proportions en volume des différentes classes de constituants de la formulation modèle M sont considérées. La formulation obtenue est ainsi désignée par M'_V . Sa composition est donnée dans le tableau III-6.

Tableau III-6. Composition de la formulation M'_V

Classes	Constituant	% massique
<i>Liant</i>	Résine phénolique	17
<i>Remplisseur</i>	Carbonate de calcium	35
<i>Fibres de renforcement</i>	Fibre de roche	26
<i>Abrasif</i>	Oxyde d'aluminium	2
<i>Modificateur de friction</i>	Caoutchouc	8
<i>Lubrifiant</i>	Graphite	12

Le matériau élaboré à partir de la formulation M'_V et moulé à 140°C pendant 18 min (noté M'_V -18min) est caractérisé en terme de microstructure et en terme de propriétés mécaniques. Les observations MEB réalisées sur la surface du matériau M'_V -18min sont données dans la figure III-36. On peut constater que ce matériau présente la même qualité de microstructure que celle du matériau 14018. Tous les constituants sont bien ancrés à la matrice, à l'exception des particules du caoutchouc qui présentent une cohésion partielle, phénomène aussi observé dans le matériau 14018.

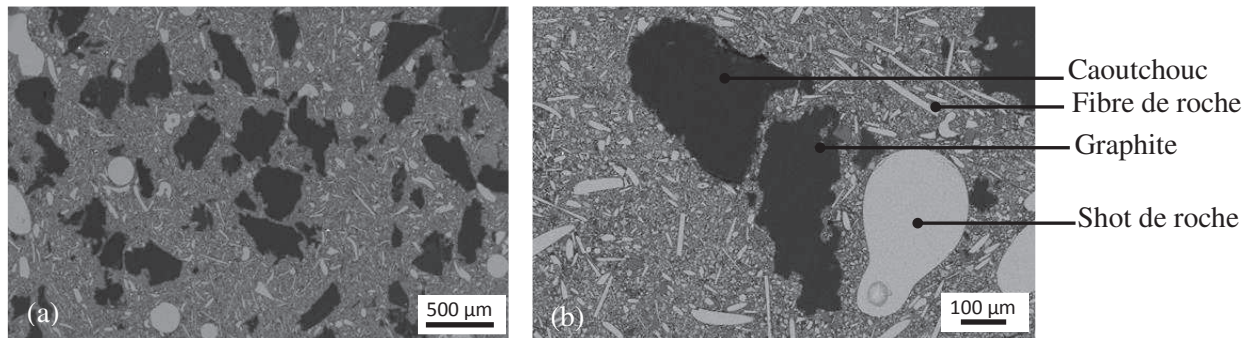


Figure III-36. *Microstructure du matériau M'_v -18 min*

Comme l'imagerie par tomographie à rayons X permet d'isoler et d'extraire un constituant spécifique ou une porosité, l'interface caoutchouc-matrice est analysée. La figure III-37a présente une vue d'une particule de caoutchouc (en blanc). Sur la figure III-37b, la porosité résultant de manque de cohésion entre la particule de caoutchouc et la matrice est représentée en couleur sur la particule de caoutchouc. Ce manque de cohésion se trouve à divers endroits tout autour de la particule de caoutchouc sans orientation préférentielle.

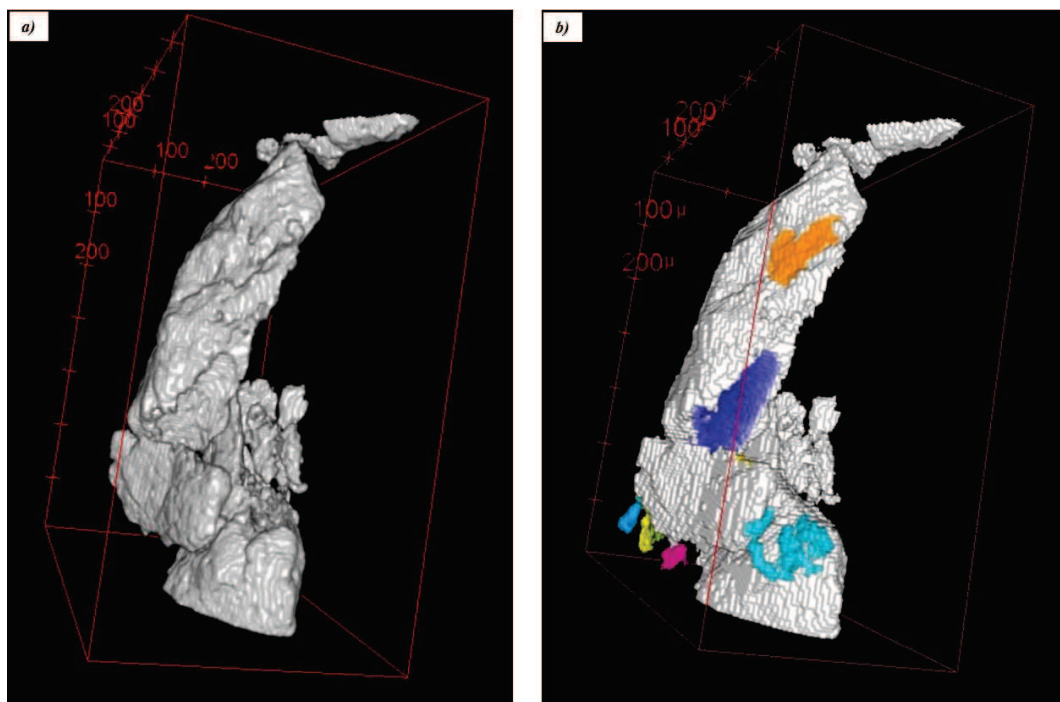


Figure III-37. *Image par tomographie à rayons X : a) particule de caoutchouc, b), mise en évidence de manque de cohésion caoutchouc-matrice (en couleur) (durée de moulage à chaud de 18 min)*

Du point de vue mécanique, 3 échantillons du matériau M'_v -18min ont été soumis aux mêmes essais de compression que le matériau 14018. La machine utilisée et le protocole d'essai sont

définis dans le chapitre II. Les résultats sont données dans la figure III-38 et le tableau III-7 en comparaison des résultats obtenus pour le matériau 14018. Le matériau M'v-18min présente un comportement mécanique très similaire au comportement du matériau 14018, avec une anisotropie à la faveur d'une rigidité plus forte dans la direction tangentielle que la direction normale, en cohérence avec l'orientation des constituants des matériaux. Les valeurs des modules de compression sont très voisines pour les 2 matériaux, peut-être légèrement supérieures pour le matériau M'v-18min, ce qui serait néanmoins à confirmer par des essais supplémentaires.

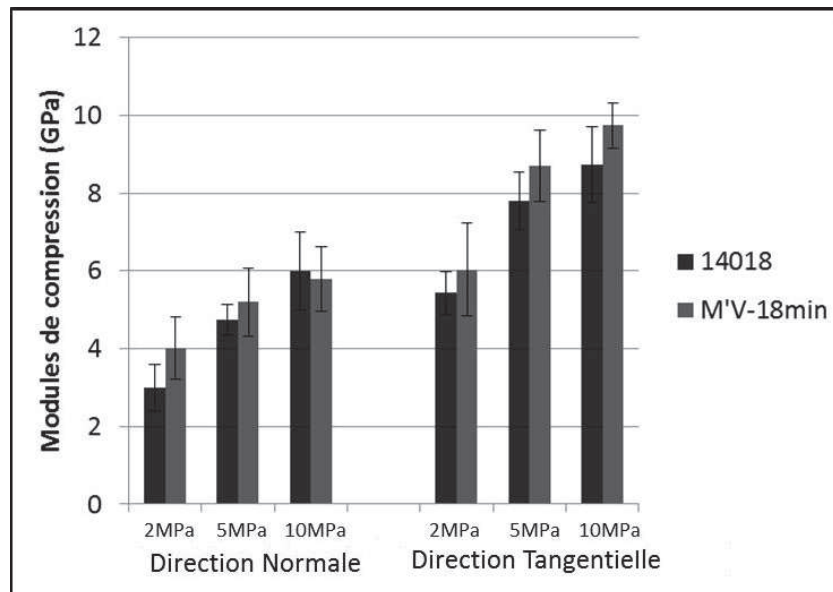


Figure III-38. Modules de compression des matériaux 14018 et M'v-18 min

Tableau III-7. Rapport (T/N) des modules de compression des matériaux 14018 et M'v - 18min

	Rapport T/N		
	2 MPa	5 MPa	10 MPa
14018	1,8	1,6	1,5
M'v-18 min	1,5	1,7	1,7

On peut conclure que, relativement à la formulation modèle M, la formulation M'v permet d'obtenir une microstructure du matériau et des propriétés mécaniques similaires.

Pour la suite de ce chapitre, la formulation M'v est utilisée pour l'étude des 6 stades intermédiaires du moulage à chaud, suivant le protocole expérimental décrit dans II.1 de ce chapitre. Les matériaux ainsi moulés à 140°C pendant 18, 13, 11, 9, 7 et 5 min sont désignés

par M'_V -18min, M'_V -13min, M'_V -11min, M'_V -09 min, M'_V -07min et M'_V -05min respectivement.

3. Evolution de la microstructure

Les microstructures des matériaux moulés pendant les six durées choisies de moulage à chaud sont examinées par MEB. Les figures III-39 et III-40 montrent les microstructures des matériaux M'_V -13min et M'_V -11min, respectivement. Pour une durée de 13 min, les particules de graphite, les fibres et les shots de roche sont bien ancrées dans la matrice. Le caoutchouc présente une faible cohésion avec la matrice. Cette faible cohésion a conduit au déchaussement de certaines particules au cours du polissage. Le fond d'une empreinte de particule déchaussée révèle une matrice pulvérulente, signe de sa faible réticulation (Figure III-39b).

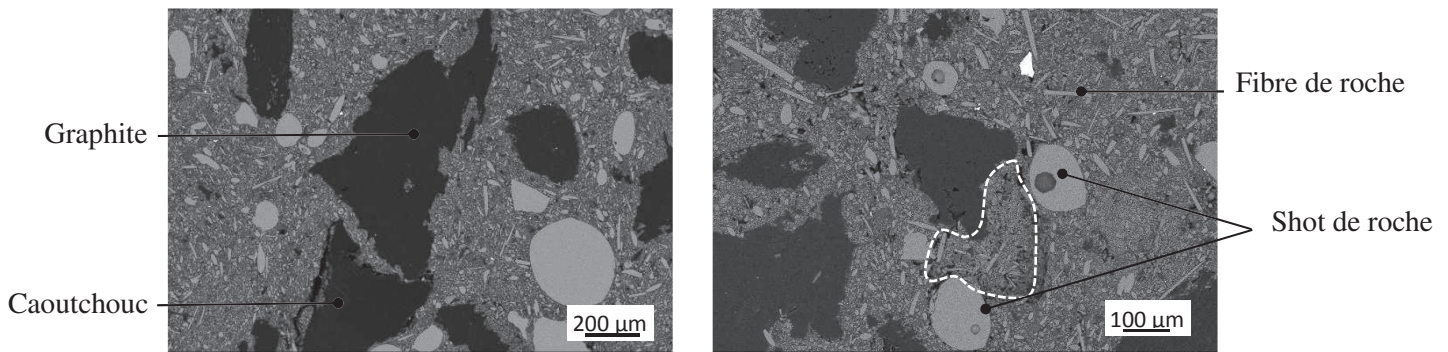


Figure III-39. Observations MEB du matériau M'_V -13min

Un moulage à chaud pendant 11 min conduit aux mêmes phénomènes que ceux observés pour un moulage à 13 min (Figure III-40).

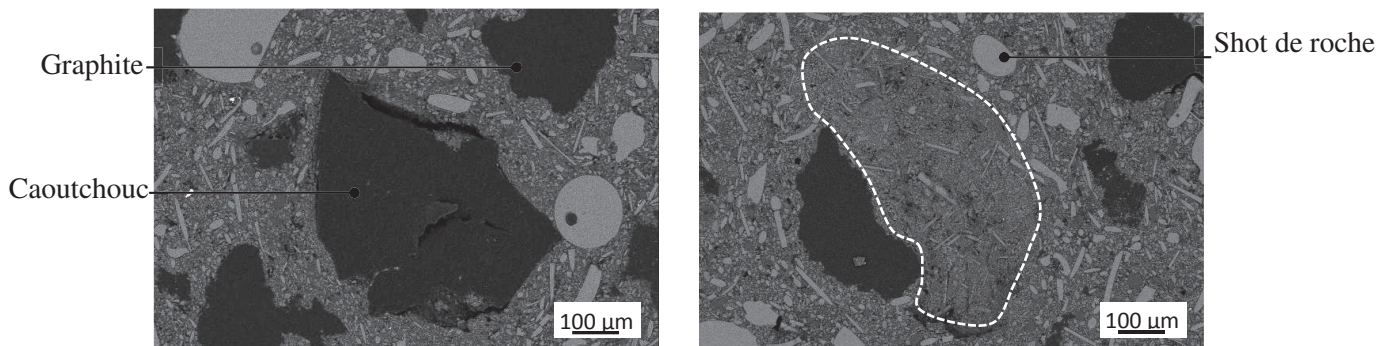


Figure III-40. Observations MEB du matériau M'_V -11min

Pour le matériau moulé pendant 9 min, la figure III-41 montre des observations MEB réalisées à sa surface. Cette figure montre que les particules et les fibres du matériau sont ancrées à la matrice sauf les particules de caoutchouc qui présentent une mauvaise cohésion conduisant au détachement de certaines particules lors du polissage. Le matériau apparaît poudreux aussi bien dans le fond des empreintes de particules détachées qu'à la surface polie du matériau (présentée en pointillé), signe d'une agrégation partielle des constituants.

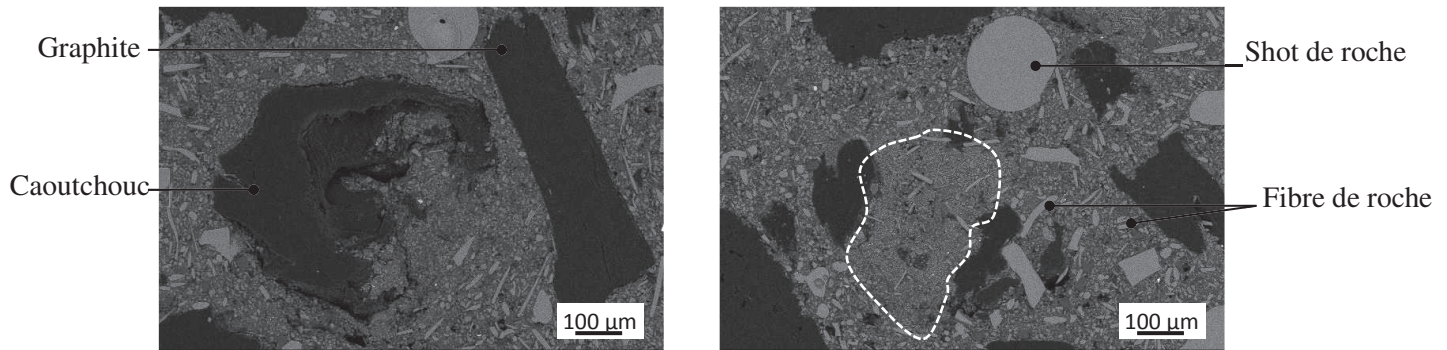


Figure III-41. Observations MEB du matériau $M'_{v-09min}$

Une particule de caoutchouc extraite à l'aide de l'imagerie par tomographie à rayons X est indiquée sur la figure III- 42a. Les zones de manque de cohésion de cette particule sont mises en évidence en couleur dans la figure III-42b. Par rapport à ce qui a été observé sur le matériau moulé pendant 18 min (Figure III-36b), le manque de cohésion est plus étendu pour cette durée de moulage à chaud.

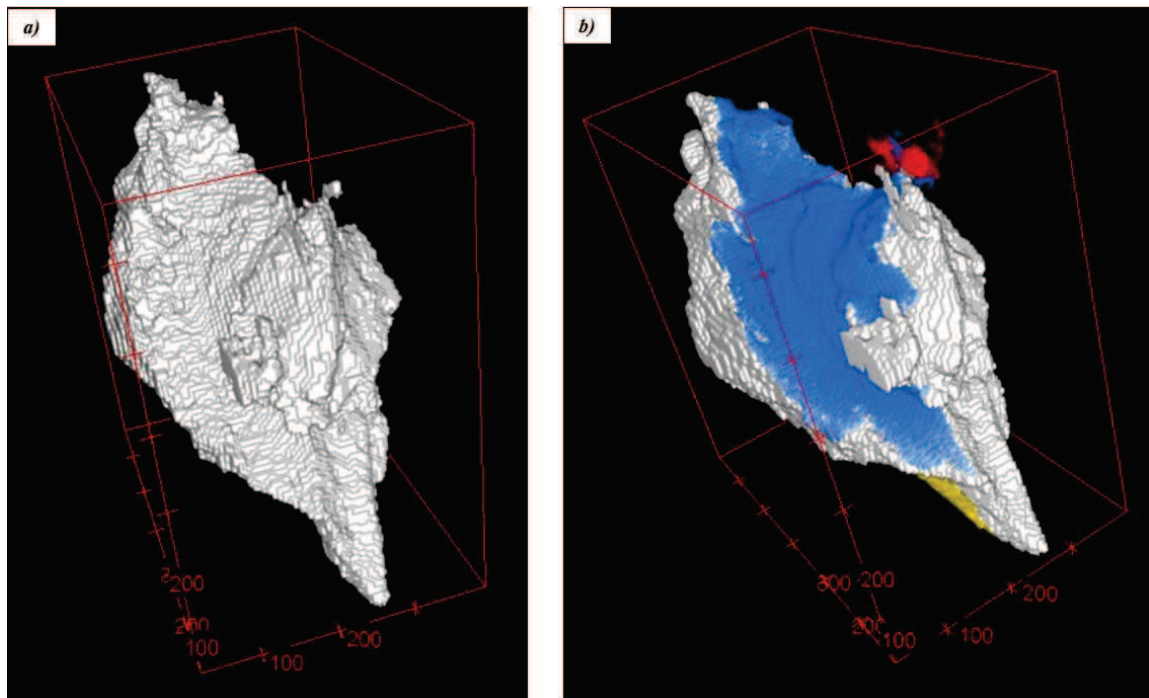


Figure 42. Image par tomographie à rayons X : a) particule de caoutchouc, b) mise en évidence de manque de cohésion caoutchouc-matrice (en couleur) (durée de moulage à chaud de 9 min)

Les observations de surface du matériau $M'_{V-07min}$ sont données dans la figure III-43. Cette figure montre qu'une durée de moulage à chaud de 7 min aboutit à une faible agrégation des constituants. En effet, la cohésion des particules de caoutchouc est très faible (Figure III-43a). A la surface polie du matériau $M'_{V-07min}$, plusieurs particules de caoutchouc sont décollées. De nombreuses poudres sont présentes, emprisonnées dans les empreintes de particules de caoutchouc déchaussées lors du polissage (Figure III-43b).

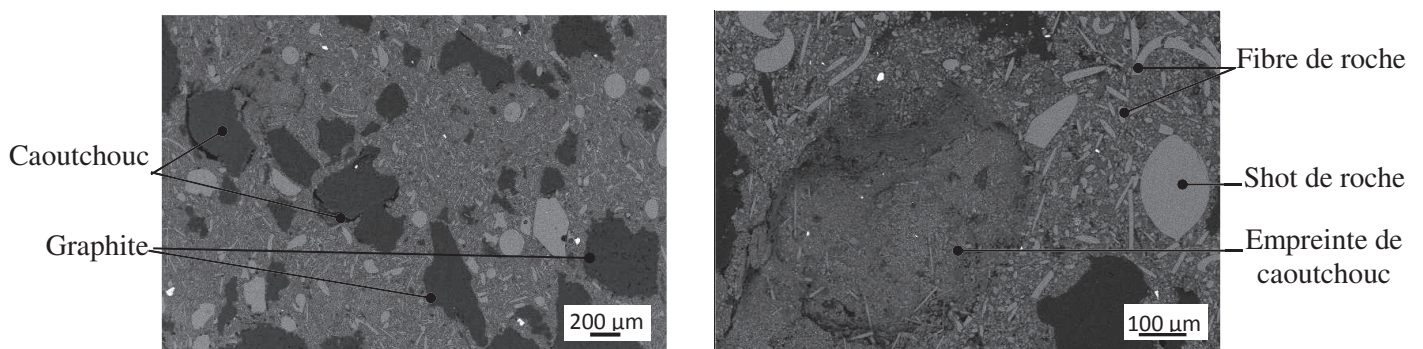


Figure III-43. Observations MEB du matériau $M'_{V-07min}$

Concernant le matériau $M'_{V-05min}$, sa surface montre plusieurs particules de caoutchouc décollées ainsi que plus d'empreintes de particules de caoutchouc déchaussées par rapport au matériau $M'_{V-07min}$. Dans le fond de ces empreintes, le matériau est poudreux, signe d'une

mauvaise agrégation des particules de caoutchouc (Figure III-44a). Les autres constituants du matériau sont bien ancrés dans la matrice (Figure III-44b).

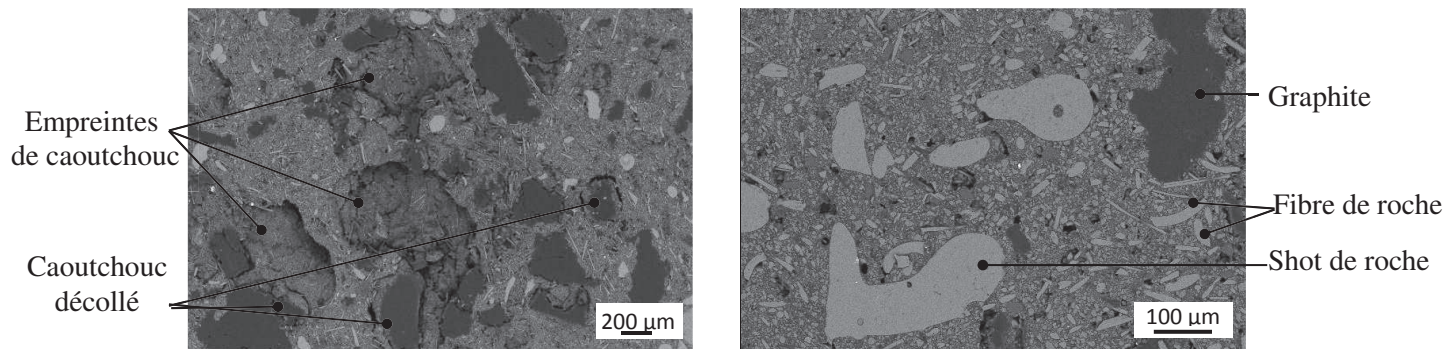


Figure III-44. Observations MEB du matériau $M'_v-05min$

4. Evolution de la réticulation de la résine du matériau de friction au cours du moulage à chaud

Des essais d'extraction au Soxhlet sont réalisés sur les différents matériaux moulés pendant 5, 7, 9, 11, 13 et 18 min, afin de corrélérer les microstructures observées des matériaux moulés avec la réticulation de la résine. L'appareil et le protocole expérimental utilisés pour ces essais sont présentés dans la partie I de ce chapitre. Le pourcentage de résine réticulée est calculé à partir du pourcentage de l'extraction à l'acétone, en considérant le pourcentage massique de la résine dans la formulation. L'évolution du pourcentage de résine réticulée au cours du moulage à chaud est donnée dans la Figure III-45. Le pourcentage de la résine réticulée pour une durée de 5 min de moulage à chaud est de 60%. Ce pourcentage augmente de 25 % pour une durée de moulage de 7 min, il augmente ensuite de manière moins significative pour les durées de 7 à 9 min. Au-delà de 9 min, le pourcentage de résine réticulée évolue légèrement de 85% pour atteindre 91,8 % à une durée de 18 min. Ce dernier pourcentage est similaire à celui du matériau 14018, suffisamment réticulé (91,3%).

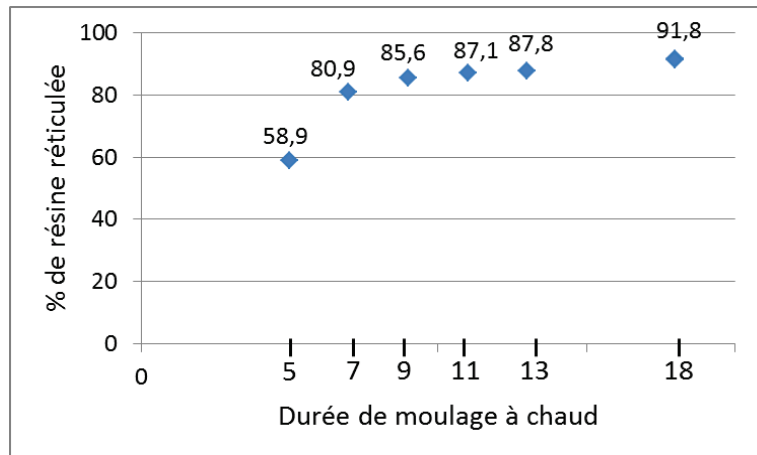


Figure III-45. *Évolution du pourcentage de résine réticulée en fonction de la durée de moulage à chaud*

III. Conclusion

Le moulage à chaud est une opération complexe qui modifie la qualité et les propriétés du matériau de friction à matrice thermodurcissable. Parmi les nombreux paramètres à prendre en compte dans l'étude de moulage à chaud du matériau de friction, la polymérisation de la résine constitue un verrou important, puisque c'est elle qui définit la durée et la température adéquates pour obtenir un matériau suffisamment et convenablement polymérisée. Dans ce contexte, la température et la durée de moulage à chaud d'un matériau de friction à matrice organique sont déterminées par une approche originale combinant le comportement thermique et mécanique de la résine phénolique. Deux conditions de moulage à chaud permettant une polymérisation avancée de la résine sont retenues : 140 ° C pendant 18 min (correspondant exactement aux paramètres du partenaire industriel) et 160 ° C pendant 9 min. L'influence des paramètres couplés de moulage à chaud sur la microstructure, les propriétés thermo-physiques et mécaniques et sur le comportement tribologique est étudiée. Il a été montré que les paramètres de moulage à chaud n'affectent ni la microstructure ni la capacité massique thermique, ni la rigidité en compression dans la direction normale tandis que la conductivité thermique, l'effusivité et la diffusivité thermique diminuent et la rigidité en compression dans la direction tangentielle et la porosité augmentent pour le matériau moulé à une température plus élevée et pendant une courte durée. Les paramètres de moulage à chaud affectent aussi l'anisotropie du matériau s'agissant de la dilatation thermique ou de la rigidité en compression. L'impact tribologique de la modification des paramètres de moulage à chaud est analysé à travers des essais de frottement spécialement développés pour étudier le comportement à l'usure du matériau sous sollicitations douce (SD), modérée (SM) et sévère

(SS), ces essais étant complémentaires aux essais de freinage (essai d'efficacité ordinaire et essai de perte d'efficacité). Ces essais d'usure se distinguent des essais de freinage par leur simplicité de mise en œuvre et d'analyse.

Pour les résultats des essais d'usure, il a été constaté que la modification de paramètres de moulage à chaud n'a pas d'incidence significative sur le niveau de frottement. En revanche, les paramètres de moulage à chaud ont un impact significatif sur la résistance à l'usure et les mécanismes d'usure, particulièrement la taille et le nombre de plaques planes. En effet, le moulage à haute température pendant une courte durée conduit à un taux d'usure moins élevé sous sollicitation douce SD, plus important sous sollicitations modérée SM et sévère SS, favorisant le développement de plaques planes portantes. Concernant les résultats des essais de freinage : la modification des paramètres de moulage à chaud semble ne pas modifier significativement le niveau de frottement. Du point de vue thermique, la température enregistrée pour le matériau moulé à une basse température pendant une longue durée est moindre et les températures du disque frottant contre ce matériau sont plus élevées en corrélation à sa localisation thermique plus élevée, pour l'essai d'efficacité ordinaire. Sa surface frottée est moins couverte de plaques planes de troisième corps et sa perte en masse est plus importante. Du point de vue de la perte d'efficacité, le moulage à chaud à haute température pendant une courte durée engendre des températures du disque antagoniste plus élevées, une perte de masse et une perte d'efficacité plus importante.

Le deuxième volet traité dans cette étude du moulage à chaud vise à mieux connaître l'évolution de la microstructure du matériau composite organique en fonction du temps pendant le moulage. Pour cette étude, une formulation spécifique, dérivée de la formulation modèle M, par substitution de la baryte par du carbonate de calcium a été développée et utilisée. Afin d'étudier l'impact du temps de moulage à chaud sur la microstructure du matériau de friction, les échantillons, prélevés à différents stades du moulage à chaud, sont étudiés en microscopie électronique à balayage et en tomographie à rayons X. Cette étude a montré qu'une longue durée de moulage à chaud, permettant d'avoir un taux de réticulation de la résine supérieur à 85%, réduit la microporosité de la matrice et permet d'améliorer la cohésion des constituants. Ceci peut être attribué à une polymérisation plus homogène de la matrice, en particulier à l'interface avec les particules de caoutchouc. Inversement, pour des durées plus courtes de moulage à chaud, correspondant à un taux de réticulation de la résine inférieur à 85%, la microstructure du matériau composite paraît poreuse et pulvérulente, les constituants sont faiblement ancrés dans la matrice.

Chapitre IV : Etude de la post cuisson

Du point de vue contextuel, la réduction de la durée de post cuisson est un enjeu industriel et environnemental. D'une part, elle permet un gain en productivité conséquent et une réduction de l'immobilisation des installations, d'autre part elle contribue à contenir la consommation énergétique du procédé de fabrication, d'où l'importance de s'intéresser au rôle de la post-cuisson sur les performances des formulations composites organiques. Dans ce contexte, les effets de la durée de la post cuisson sont étudiés, sans aborder la question de la température qui demeure fixe dans l'étude, égale à 160°C. Deux durées de post cuisson sont ciblées, sélectionnées par une analyse en indentation. Elles font l'objet d'approfondissements vis-à-vis de l'impact sur la microstructure, la conductivité thermique, le comportement tribologique et les mécanismes de frottement et d'usure. Les études présentées dans ce chapitre ont toutes été menées à l'aide de la formulation modèle M présentée au chapitre II.

SOMMAIRE

I. Choix des durées de post cuisson en laboratoire.....	131
1. <i>Dispositif expérimental.....</i>	131
2. <i>Etude mécanique de différentes durées de post cuisson.....</i>	132
3. <i>Etude mécanique des durées de post cuisson 10h et 6h.....</i>	135
II. Influence de la durée de post cuisson sur les propriétés et le comportement en frottement.....	140
1. <i>Microstructure.....</i>	140
2. <i>Conductivité thermique.....</i>	141
3. <i>Frottement et usure.....</i>	141
3.1. <i>Comportement en frottement et à l'usure.....</i>	142
3.1.1. <i>Comportement en frottement.....</i>	142
3.1.2. <i>Comportement en usure.....</i>	144
3.2. <i>Mécanismes de frottement et d'usure.....</i>	145
III. Conclusion.....	154

I. Choix des durées de post cuisson en laboratoire

Dans cette partie, on a décrit le protocole expérimental adopté pour conduire convenablement en laboratoire une post cuisson du matériau moulé 14018. Cette post cuisson est réalisée pour quatre différentes durées (10h, 8h, 6h et 4h) à une température de 160°C. Un choix de durées, parmi les quatre, est aussi effectué par une caractérisation par indentation de la surface des matériaux post cuits, pour mener la suite de l'étude.

1. Dispositif expérimental

L'objectif de mener les essais de post cuisson dans un four de laboratoire est d'une part, de s'affranchir des problèmes liés à la régulation en température du four industriel, notamment d'obtenir une température égale à la température de consigne souhaitée (chapitre II), et d'autre part, d'acquérir une meilleure reproductibilité et homogénéité de la post-cuisson des matériaux. Des échantillons de dimensions 65x65x16 mm³ sont prélevés de la plaque moulée à chaud selon les conditions industrielles (140°C pendant 18 min). Ils sont ensuite introduits dans le four de laboratoire pour subir une post cuisson selon les conditions industrielles (160°C pendant 10 h). Le contrôle de la température dans le matériau est réalisé à l'aide de deux thermocouples type K, notés T1 et T2, distants de 10 mm et implantés respectivement à 10 et 2 mm de la surface (Figure IV-1).

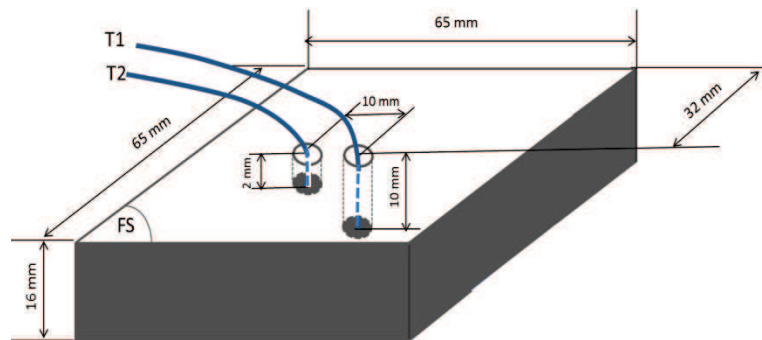


Figure IV-1. Positions des thermocouples dans l'échantillon du matériau

Le suivi de la température dans le four du laboratoire est réalisée moyennant un troisième thermocouple, noté TF. Un système d'acquisition (ordinateur et boîtier piccolog) a permis d'enregistrer les températures T1, T2 et TF (Figure IV-2a). L'échantillon, ainsi que le thermocouple TF, sont positionnés sur une plaque métallique dans la chambre du four. La face supérieure (FS), qui dégage pendant l'étape de moulage à chaud, est indiquée par des flèches sur la tranche de l'échantillon (Figure IV-2-b).

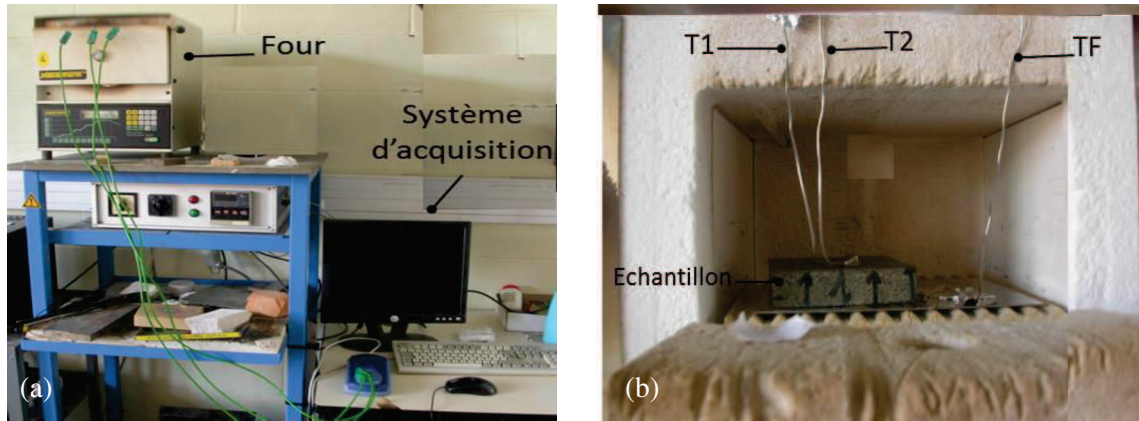


Figure IV-2. Four de laboratoire : a) vue d'ensemble, b) échantillon placé dans le four et instrumenté de thermocouples

La figure IV-3 montre un exemple de mesures de température réalisées sur un échantillon au cours de sa post cuisson. Cette mesure montre que la température dans la masse de l'échantillon est homogène durant les 10 h. La température dans le matériau atteint 160 °C après 1 h et demi puis se stabilise à cette température. La post cuisson dans le four du laboratoire a donc permis de remédier aux problèmes de stabilité thermique rencontrés dans le four industriel.

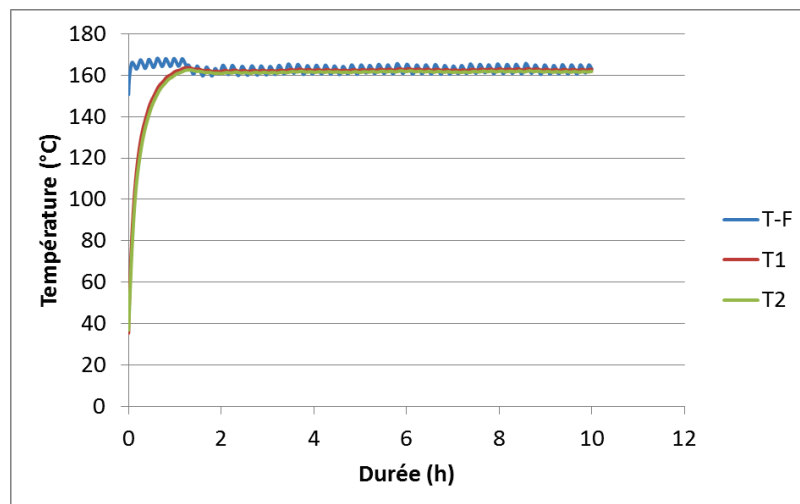


Figure IV- 3. Températures enregistrées dans le four et dans la masse de l'échantillon au cours de sa post cuisson à 160 °C pendant 10 h

2. Etude mécanique de différentes durées de post cuisson

Pour pousser l'étude de la post cuisson, quatre durées sont choisies dans le four de laboratoire : 4, 6, 8 et 10 h. Quatre échantillons sont post cuits pour chaque durée : ils sont notés M-04h, M-06h, M-08h et M-10h. La question de la caractérisation de ces échantillons est posée. On

sait qu'une caractérisation chimique ne pourra pas être un moyen pour étudier l'impact de la durée de post-cuisson car l'étude du moulage à chaud a montré que la polymérisation est achevée, avec un pourcentage de résine réticulée important avant même l'étape de post-cuisson. Une caractérisation mécanique locale des surfaces des matériaux post cuits à différentes durées est proposée. Cette caractérisation est effectuée par macro-indentation instrumentée (machine ZWICK). Elle consiste à enregistrer une courbe d'évolution de la force (F) en fonction de la profondeur de pénétration (z) d'un indenteur de géométrie connue. Afin de tester le matériau et non ses différents constituants, un indenteur de grande taille est choisi ; il s'agit d'un indenteur sphérique de diamètre 10 mm utilisé pour des essais de type Brinell. La force maximale exercée sur l'échantillon est de 700 N. L'application est effectuée à vitesse de déplacement imposé : la force augmente progressivement jusqu'à 700 N (chargement à vitesse constante de 500 $\mu\text{m}/\text{min}$), elle est ensuite maintenue constante pendant 10 secondes (plateau de fluage), puis relâchée progressivement à la même vitesse que la charge (décharge). L'analyse de la courbe de la force F en fonction de la profondeur de pénétration z obtenue permet d'évaluer certains paramètres tels que l'énergie emmagasinée pendant la phase de charge. Cette énergie est évaluée par la méthode des trapèzes [Fredon 06]. La méthode des trapèzes consiste à approcher la courbe représentative de la force F par une ligne polygonale, et d'approcher la surface sous la courbe par des trapèzes et d'en calculer l'aire (Figure IV-4a, b).

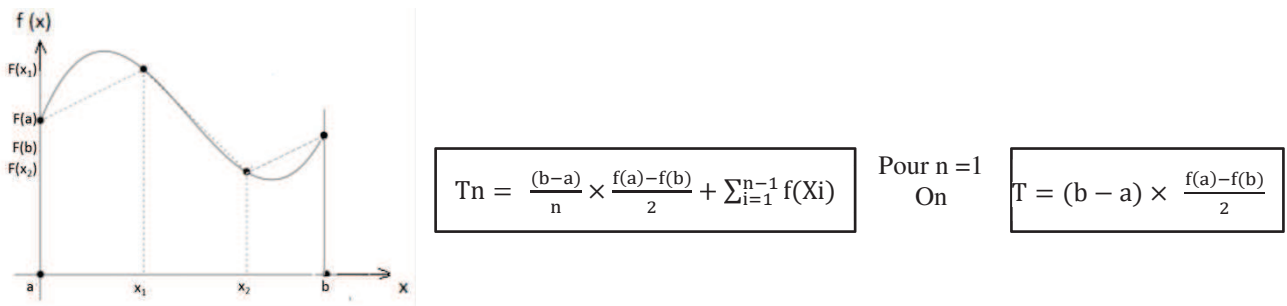


Figure IV- 4. *Intégration par la méthode des trapèzes*

Avant de réaliser les essais de macro indentation, les échantillons sont polis à sec pour assurer un état de surface similaire pour tous les échantillons. Les essais d'indentation sont effectués sur la face supérieure FS et la face inférieure FI de chaque échantillon. Neuf essais sont effectués par face. Pour respecter l'indépendance des mesures, un espacement minimum est respecté entre deux sites de mesure, de l'ordre de cinq fois le diamètre de l'empreinte laissée par l'indenteur. Dans notre cas l'espacement doit être supérieur ou égal à 10 mm. Une calibration sur un matériau de référence (acier), dont la microstructure est moins hétérogène

que celle du matériau de friction, est réalisée avant les essais afin de s'assurer d'une bonne répétabilité de la machine d'un essai à un autre.

La Figure IV-5 présente les courbes d'évolution de la force en fonction de la pénétration pour les 9 mesures effectuées sur chaque face FS et FI du matériau M-10h. On peut constater que les courbes force-pénétration ne se superposent pas et que donc les valeurs d'énergie d'indentation sont différentes. Cette variabilité peut être liée à la forte hétérogénéité microstructurale du matériau. De plus, on peut constater que l'effort évolue de manière irrégulière à l'approche du plateau de fluage. Cette irrégularité intervient dans l'intervalle de force [650 N ; 700 N] et correspond probablement à un effet d'asservissement de la machine à mesure que la force appliquée se rapproche de la force maximale visée de 700N. Afin d'éviter ces probables problèmes d'asservissement, le calcul de l'énergie d'indentation sera effectué seulement sur l'intervalle d'effort [0 ; 600N].

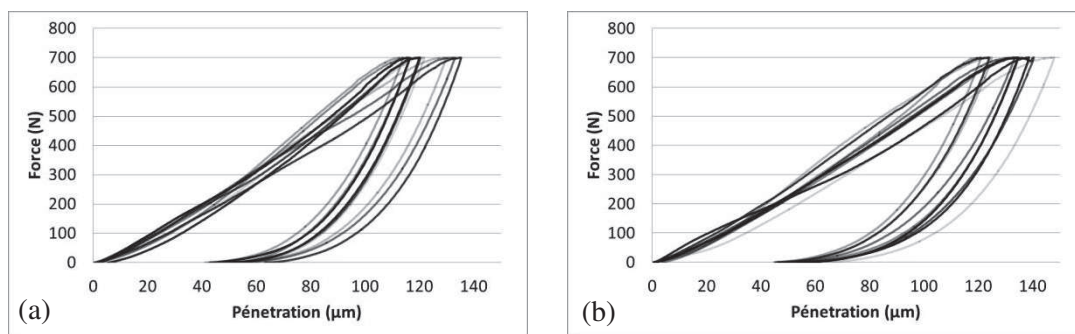


Figure IV-5. *Courbes force-pénétration pour le matériau M-10h, a) FS, b) FI*

Les énergies correspondantes aux indentations effectuées sur les faces FS et FI des matériaux moulés ainsi que des matériaux post cuits pendant les différentes durées choisies sont représentées sur la figure IV-6. Nous remarquons que les énergies d'indentation moyennes obtenues pour les faces supérieure et inférieure des échantillons moulés sont supérieures à celles des matériaux post-cuits. L'énergie décroît fortement pour les post-cuissons courtes (4 h ou 6 h) et elle se stabilise ensuite pour des durées de post-cuisson supérieures à 6 h avec des valeurs très proches pour les faces supérieure et inférieure. Cette première analyse montre que la post-cuisson agit sur les propriétés mécaniques et qu'une durée de 6h semble intéressante. Néanmoins, la dispersion expérimentale est assez forte d'un site d'indentation à l'autre. Pour approfondir l'étude, des mesures complémentaires sont effectuées sur les matériaux post-cuits à 6 et 10 h.

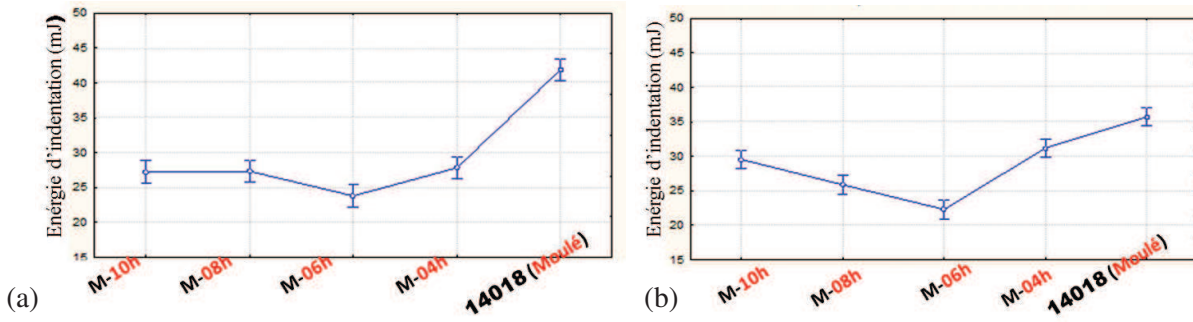


Figure IV-6. Energies d'indentation sur les faces (a) supérieure FS et (b) inférieure FI des échantillons en fonction de la durée de post-cuisson

3. Etude mécanique des durées de post-cuisson 10 h et 6 h

Afin de déterminer si une durée de 6 h est équivalente à une durée de 10 h d'un point de vue mécanique, les essais d'indentation ont été répétés sur les matériaux M-06h et M-10h en augmentant le nombre d'échantillons et le nombre de sites d'indentation. Trois échantillons sont utilisés pour la post cuisson pendant 10h (10h-1, 10h-2 et 10h-3), et deux pour la post cuisson pendant 6h (06h-1 et 06h-2). 18 indentations sont réalisées cette fois pour chaque face de chaque échantillon (Figure IV-7).

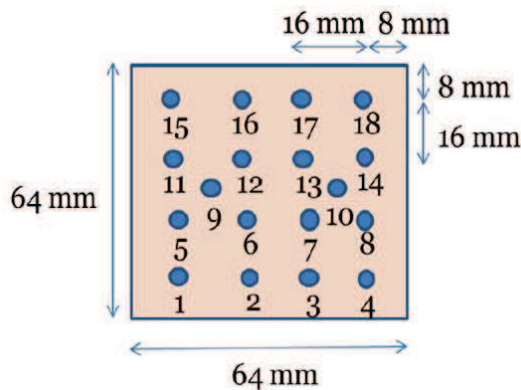


Figure IV-7. Localisation et référence des sites d'indentation pour chaque face d'échantillon

Les énergies d'indentation correspondantes sont illustrées dans la figure IV-8. Les résultats sont présentés avec un intervalle de confiance de 95% pour chaque échantillon. On peut constater que les énergies attribuées au matériau post cuit pendant 6 h sont différentes entre les deux échantillons. Cette différence est plus marquée pour la face inférieure. Concernant le matériau post cuit pendant 10 h, il est difficile de tirer des conclusions. En effet, si on compare les échantillons 1 et 2 ou les échantillons 2 et 3, les différences enregistrées ne semblent pas significatives puisque les barres d'erreur se recouvrent fortement, mais en

comparant les échantillons 1 et 3, on remarque que les énergies associées semblent différentes puisque les barres d'erreurs ne se recouvrent que très faiblement.

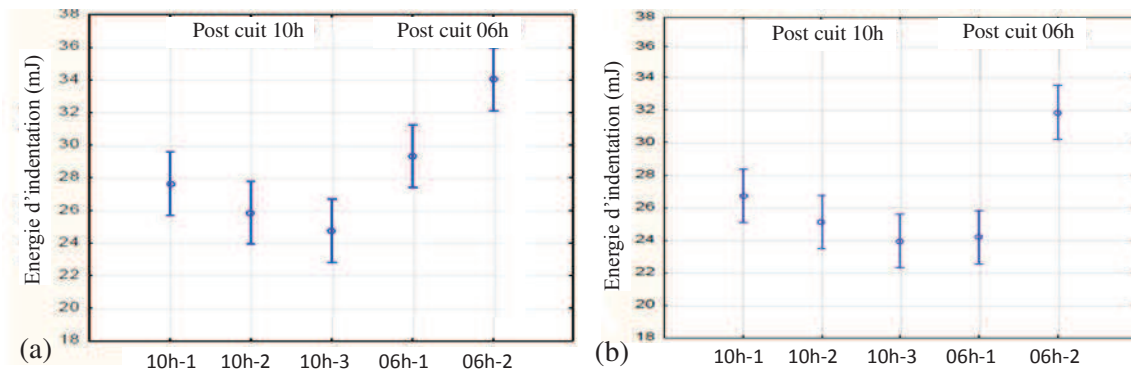


Figure IV-8. *Energie d'indentation moyenne correspondante à un intervalle de confiance de 95% pour les faces (a) FS et (b) FI des matériaux post cuits pendant 10 et 6 h*

Pour valider les constats visuels de la figure IV-8, une comparaison statistique des mesures par analyse de la variance (ANOVA) a été réalisée à l'aide du logiciel STATISTICA. Cette analyse doit satisfaire 3 hypothèses :

- Indépendance des mesures entre elles. Elle est vérifiée par la cartographie des sites d'indentations (Figure IV-7)
- Normalité de la distribution des données
- Egalité des variances de chaque groupe de donnés. Cette égalité se vérifie par le test de LEVENE qui permet de tester l'hypothèse dite « hypothèse nulle H_0 ». Concrètement, nous définissons un seuil de confiance $1 - \alpha$ pour le test d'hypothèse, ce qui signifie que nous nous autorisons un risque d'erreur α sur le verdict. Ce risque, généralement pris à 5% (ou 0,05 si exprimé en probabilité), est appelé risque de première espèce [Geoffrey et al. 80]. Le test LEVENE permet de calculer une valeur p-LEVENE qui peut être vue comme le risque qu'il y a de rejeter à tort l'hypothèse nulle H_0 :

-si $p - \text{LEVENE} < \alpha$, l'homogénéité des variances n'est pas respectée et l'utilisation de l'ANOVA peut être mise en cause.

- si $p - \text{LEVENE} > \alpha$, nous pouvons considérer que les variances sont homogènes et l'ANOVA peut être utilisée avec un minimum de risque.

Une fois ces trois hypothèses vérifiées, l'analyse de la variance ANOVA permet de tester une deuxième hypothèse nulle H_0' « toutes les moyennes sont égales ». Il est basé sur le même principe que le test de LEVENE : calcul d'une valeur p-ANOVA, comparée au seuil de risque 5% :

- si ce risque $p\text{-ANOVA} < \alpha$, l'hypothèse H_0' est rejetée : « parmi les groupes de données testés, il y en a au moins un dont la valeur moyenne diffère des autres »,
- si ce risque $p\text{-ANOVA} > \alpha$, les moyennes sont considérées comme égales.

Dans notre étude, pour mener l'analyse de la variance, on a défini deux groupes : le premier noté G1 concerne les échantillons post cuit pendant 10 h et le deuxième noté G2 traite les échantillons des matériaux post cuits pendant 6 h. L'analyse ANOVA de chaque groupe est donnée dans le tableau IV-1, sans distinguer les faces supérieures des faces inférieures. On peut constater que les valeurs moyennes d'énergie d'indentation sont différentes pour les faces des échantillons du matériau post cuit pendant 10 h (groupe G1) aussi bien que les faces des échantillons du matériau post cuit pendant 6 h (groupe G2), vu que $p\text{-ANOVA} < 0,05$. Les valeurs de p-LEVENE confirment l'homogénéité de la variance ce qui justifie l'utilisation de l'ANOVA.

Tableau IV-1. Analyse ANOVA : Comparaison des surfaces des échantillons

Durée de post cuisson	Groupe	p-ANOVA	p-LEVENE
10h	G1	0,0017	0,389
6h	G2	0	0,315

Par conséquent, les facteurs « échantillon » et « face » ont une influence sur les données ; reste à déterminer leur influence respective. Le niveau d'analyse reste encore trop global pour conclure. Donc on a défini deux facteurs pour l'étude :

-Facteur « échantillon » relatif à la zone de prélèvement dans la plaque initiale, sur une face donnée

-Facteur « face » relatif à la face supérieure ou inférieure, à échantillon donné.

Pour l'étude du facteur « échantillon », une analyse ANOVA sur les faces supérieures FS ainsi que sur les faces inférieures FI pour chaque groupe est réalisée. Les résultats sont donnés dans le tableau IV-2. Concernant les faces FS, les échantillons 10h-1, 10h-2 et 10h-3, présentent une valeur de p-ANOVA très proche de α , ne permettant pas de conclure sur l'égalité des énergies moyennes. Les variances sont homogènes pour l'analyse de ces échantillons, signe de la crédibilité du test ANOVA. Pour les échantillons post cuits pendant 6h (06h-1 et 06h-2), les valeurs des énergies moyennes d'indentation sont différentes. Le test

de LEVENE confirme que les variances sont homogènes, donc les conclusions de l'ANOVA sont pertinentes pour cette analyse. Pour les faces FI, les tests ANOVA et LEVENE montrent que les énergies d'indentation des échantillons de matériaux post cuits pendant 10 h sont différentes. Pour les échantillons, 06h-1 et 06h-2, leurs faces FI sont différentes. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus pour les faces FS de ces échantillons.

Tableau IV-2. Analyse ANOVA : comparaison des faces FS et des faces FI de chaque groupe

Face supérieure FS			
Groupe	Echantillons	p-ANOVA	p-LEVENE
G1	10h-1,10h-2 et 10h-3	0,064	0,322
G2	06h-1et 06h-2	0,006	0,888
Face inférieure FI			
	Echantillons	p-ANOVA	p-LEVENE
G1	10h-1,10h-2 et 10h-3	0,021	0,616
G2	06h-1et 06h-2	0	0,352

Pour interpréter plus efficacement, il convient d'affiner encore l'analyse, échantillon par échantillon pour le matériau post cuit pendant 10h. En effet, parmi les échantillons de ce groupe, il y en a peut-être un qui contribue à créer des différences plus fortes par rapport aux deux autres. Les résultats sont donnés dans le tableau IV-3. Pour les faces FS, on peut constater que la face supérieure de l'échantillon 10h-1 est différente de celle de l'échantillon 10h-3 ; les faces supérieures des échantillons 10h-1 et 10h-2 ont, quant à elles, la même énergie d'indentation moyenne. Idem pour les faces supérieures des échantillons 10h-2 et 10h-3. Concernant les faces FI, nous retrouvons également les mêmes tendances : les échantillons 10h-1 et 10h-2 ou 10h-2 et 10h-3 ont les mêmes énergies d'indentation en moyenne alors que pour la face de l'échantillon 10h-1 est différente de celle de l'échantillon 10h-3. LEVENE donne de la crédibilité à nos conclusions pour les faces FS ainsi que les faces FI puisqu'il vérifie l'homogénéité des variances. Par conséquent, une différence sensible est constatée seulement pour les échantillons 10h-1 et 10h-3. En retournant au graphe de la figure IV-8, on constate que les barres d'erreur de ces deux échantillons se recouvrent partiellement aussi bien pour les faces supérieures que pour les faces inférieures, alors que pour les échantillons 06h-1 et 06h-2 du matériau post cuit pendant 6 h, les barres d'erreur ne se recouvrent pas ni pour les faces supérieures ni pour les faces inférieures. En conclusion, on peut déduire qu'une réduction de variabilité est associée aux échantillons du matériau post cuit pendant 10h et qu'une post cuisson pendant une longue durée confère des propriétés de surface plus homogènes.

Tableau IV- 3. *Analyse ANOVA : comparaison des échantillons deux à deux pour chaque face*

FS		
	p-ANOVA	p-LEVENE
10h-1/ 10h-2	0,151	0,162
10h-1/ 10h-3	0,035	0,703
10h-2/ 10h-3	0,34	0,238
FI		
	p-ANOVA	p-LEVENE
10h-1/ 10h-2	0,1	0,492
10h-1/ 10h-3	0,005	0,295
10h-2/ 10h-3	0,263	0,857

Pour l'étude du facteur « face », une analyse ANOVA (Tableau IV-4) a été effectuée entre les faces FS et FI de chaque échantillon des deux matériaux post cuits pendant 10 h et 6 h. Excepté de l'échantillon 06h-1, l'ANOVA nous permet de dire que les faces supérieure et inférieure, observées échantillon par échantillon, ont des énergies d'indentation moyennes semblables. Ces conclusions sont validées par le test de LEVENE, qui vérifie l'homogénéité des variances dans tous les cas.

Tableau IV-4. *Analyse ANOVA : comparaison entre FS et FI pour chaque échantillon*

Durée de post cuisson	FS/FI	p-ANOVA	p-LEVENE
10h	10h-1	0,437	0,095
	10h-2	0,451	0,684
	10h-3	0,474	0,466
6h	06h-1	0	0,118
	06h-2	0,145	0,387

Par conséquent, l'analyse des résultats de caractérisation mécanique des matériaux M-10h et M-06h montre que :

- le facteur « échantillon » (zone de prélèvement dans la plaque initiale, sur une face donnée) a une plus grande influence sur les données que le facteur « face » (supérieure ou inférieure, pour un échantillon donné),
- une durée de post cuisson plus longue permet d'homogénéiser les propriétés mécaniques sur une face donnée.

Dans ce qui suit, on va étudier l'influence de ces deux durées de la post cuisson sur la microstructure, la conductivité thermique et sur le comportement tribologique du matériau de friction.

II. Influence de la durée de post cuisson sur les propriétés et le comportement en frottement

1. Microstructure

Etant donné que la distribution et l'orientation des constituants sont déterminées lors des étapes qui précèdent la post cuisson, à savoir le préformage et le moulage à chaud, le critère de comparaison des microstructures des deux matériaux M-06h et M-10h est la cohésion entre la matrice et les constituants.

La figure IV-9 montre des observations MEB réalisées sur la face supérieure du matériau M-10h. A faible grossissement (Figure IV-9a) on peut observer que certaines particules de caoutchouc ne présentent qu'une cohésion partielle avec la matrice. Ce phénomène avait déjà été observé en sortie de moulage à chaud et n'est donc pas le résultat de la post-cuisson. A fort grossissement, la cohésion matrice-constituants (fibre de roche, shots de roche, baryte et alumine) paraît satisfaisante. Des microporosités (marquées en pointillés) de quelques dizaines de micromètres sont présentes à la surface du matériau (Figure IV-9b).

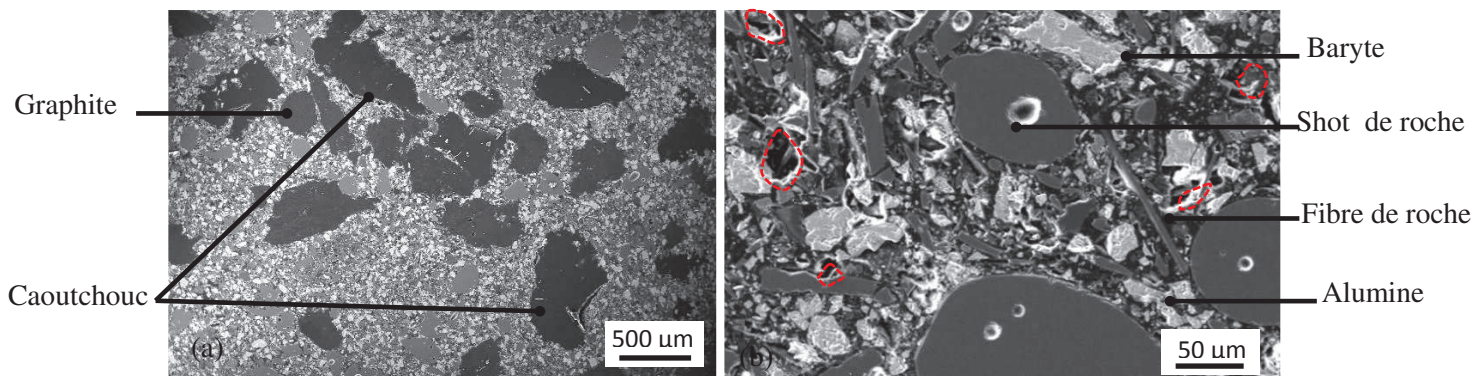


Figure IV-9. Observations MEB de la face FS du matériau M-10h, (a) faible grossissement, (b) fort grossissement

La microstructure du matériau M-06h est présentée dans la figure IV-10. Les observations à faible et fort grossissements permettent d'aboutir aux mêmes conclusions que pour le matériau post-cuit pendant 10h. Les particules de caoutchouc présentent une faible liaison avec la matrice (Figure IV-10a), alors que l'interface de la matrice avec les autres constituants est cohésive (Figure IV-10b). On peut constater également la présence de porosités de taille variant de quelques micromètres à une dizaine de micromètres, marquées en pointillées dans la figure IV-10b.

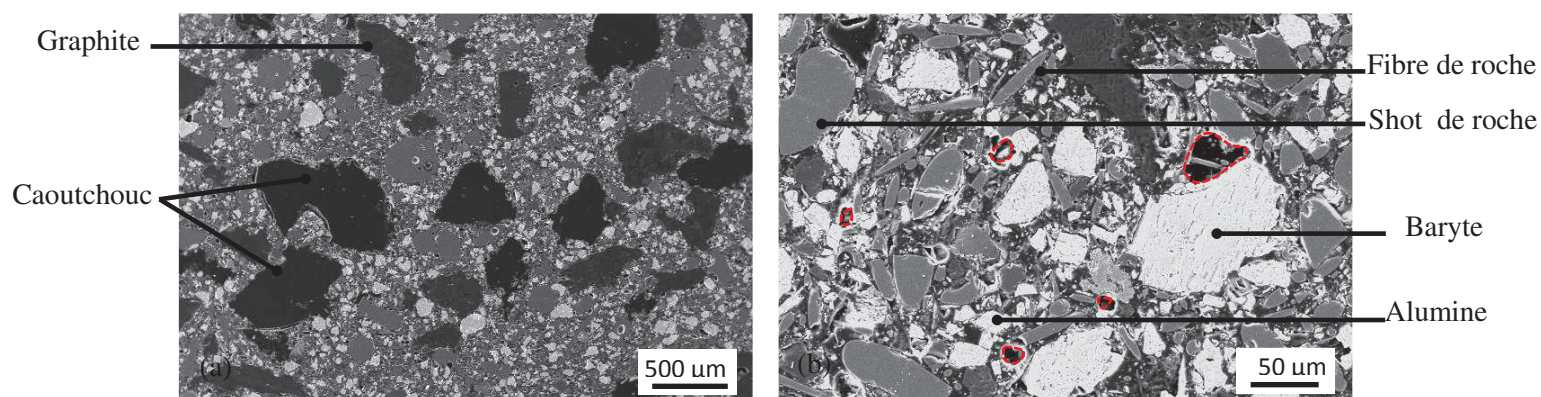


Figure IV-10. Observations MEB de la face FS du matériau M-06h, (a) faible grossissement, (b) fort grossissement

Par conséquent, les deux matériaux M-10h et M-06h présentent une microstructure similaire caractérisée par une faible cohésion des particules de caoutchouc et une forte cohésion des autres constituants par rapport à la matrice.

2. Conductivité thermique

Cinq mesures de conductivité thermique sont réalisées sur chacun des deux échantillons des matériaux M-10h et M-06h par la méthode « hot disc ». Les résultats sont donnés dans le tableau IV-5. Ils montrent qu'une durée de post cuisson plus élevée provoque une légère diminution de 6% de la conductivité thermique du matériau de friction.

Tableau IV-5. Conductivité thermique des matériaux M-10h et M-06h

	M-10h	M-06h
Conductivité thermique ($\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$)	1,12 (0,003)	1,19 (0,008)

*Les valeurs entre parenthèses représentent l'écart type

3. Frottement et usure

Dans cette partie, le comportement tribologique des deux matériaux M-10h et M-06h est étudié par des essais d'usure réalisés sous différentes sollicitations (SD, SM et SS). Le protocole expérimental et les conditions des essais sont donnés dans le chapitre II. Les essais sont doublés pour chaque matériau. Le comportement ainsi que les mécanismes de frottement et d'usure sont étudiés.

3.1. Comportement en frottement et à l'usure

3.1.1. Comportement en frottement

Le comportement en frottement des deux matériaux est donné dans la figure IV-11 par l'évolution du coefficient de frottement observé durant les 30 cycles d'usure, pour les trois niveaux de sollicitations. Les niveaux de gris, du clair ou foncé, donnent la chronologie des cycles, du 1^{er} cycle au 30^{ème} cycle respectivement. On peut constater que, pour tous les essais d'usure SD, SM et SS, les premiers cycles correspondent à une période transitoire, caractérisée par des changements notables de frottement d'un cycle à l'autre.

Pour sollicitation douce SD, pour le matériau M-10h, le frottement, plus faible au début du cyclage, augmente pour atteindre des valeurs maximales au cours des derniers cycles. Pour le matériau M-06h, le frottement est le plus élevé lors des premiers cycles, il diminue au cours du cyclage pour augmenter lors des dix derniers cycles.

Sous sollicitation modérée SM, pour le matériau M-10h, le frottement augmente du premier aux derniers cycles d'usure pour lesquels le cycle se stabilise. Le comportement diffère un peu pour le matériau M-06h, le frottement augmente d'un cycle à l'autre jusqu'au milieu cyclage, puis diminue avant de se stabiliser pour les derniers cycles.

Sous sollicitation sévère SS, le frottement le plus faible est observé pour les premiers cycles d'usure pour les deux matériaux. D'une manière similaire aux essais sous sollicitation modérée, le frottement augmente cycle après cycle puis se stabilise pour les dix derniers cycles pour le matériau M-10h, tandis que pour le matériau M-06h, le cycle de frottement marque un maximum vers le dixième cycle avant de décroître pour atteindre un cycle stabilisé en fin de cyclage.

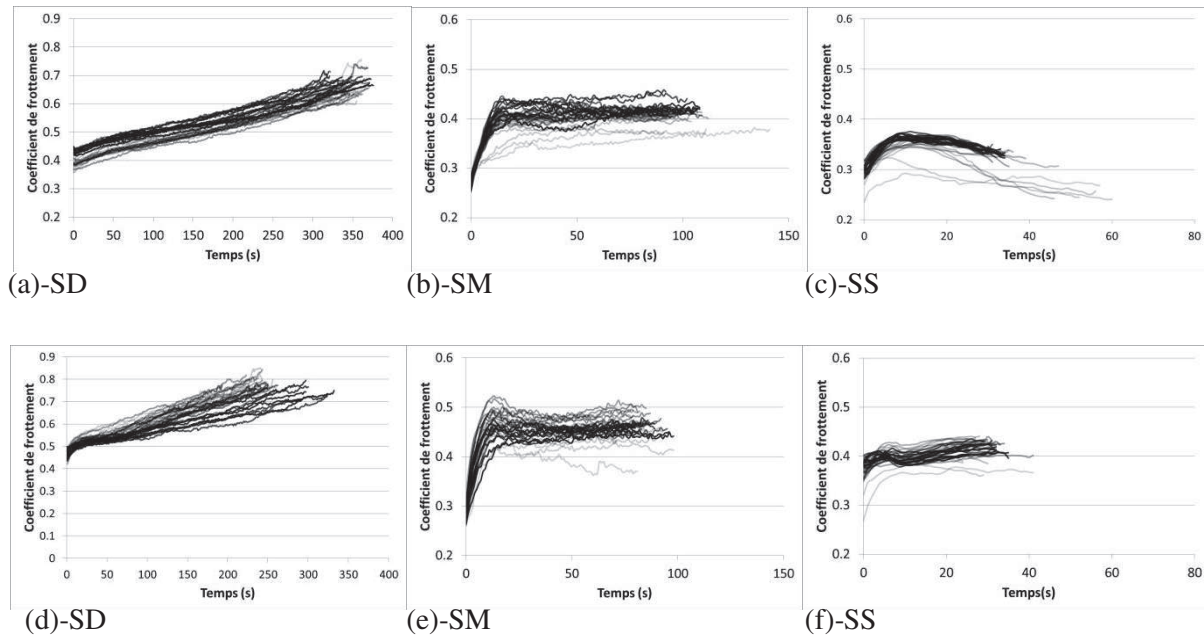


Figure IV-11. Evolution du frottement du 1er (gris clair) au 30ème (gris foncé) cycle, pour les matériaux (a), (b), (c) M-10h et (d), (e), (f) M-06, respectivement sous sollicitations SD, SM et SS

Les courbes représentatives de la variation du coefficient de frottement des matériaux M-10h et M-06h sont données dans la figure IV-12 pour les deux matériaux sous chaque sollicitation. Elles sont prises des 10 derniers cycles de chaque sollicitation où une meilleure reproductibilité du frottement est observée. Pour SD, le frottement augmente linéairement de 0,4 jusqu'au 0,7 pour le matériau M-10h et de 0,48 jusqu'au 0,75 pour le matériau M-06h. Sous sollicitation SM, les cycles stabilisés, caractéristiques de la sollicitation, sont similaires pour les deux matériaux, avec une élévation rapide du coefficient de frottement pendant les 15 premières secondes suivi d'un plateau au voisinage de 0,4 pour le matériau M-10h, et de 0,45 pour le matériau M-06h. Sous sollicitation SS, le cycle de frottement stabilisé diffère d'un matériau à l'autre. Pour le matériau M-10h, le coefficient de frottement augmente de 0,3 à un maximum de 0,38 au bout de 12 s, puis chute jusque 0,33 à la fin du cycle sans marqué de plateau. Pour le matériau M-06h, le coefficient de frottement augmente également en début de cycle, de 0,39 à un premier maximum de 0,41 au bout de 3s, puis diminue légèrement jusqu'à 12s et augmente de nouveau pour marquer un plateau un peu au dessus de 0,4 pendant les 10 dernières secondes du cycle.

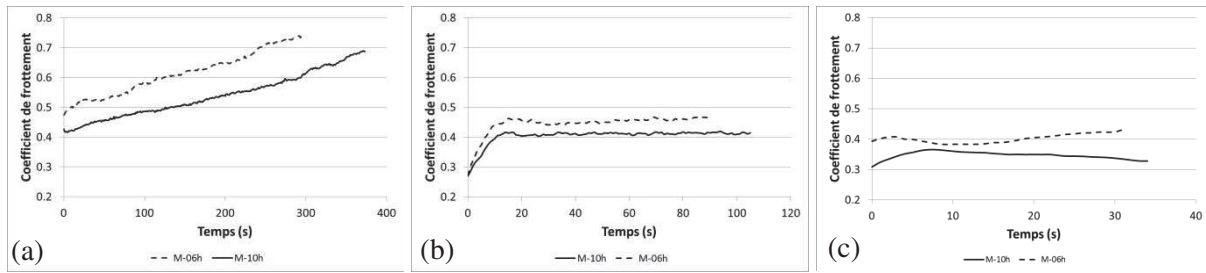


Figure IV-12. *Courbes de frottement caractéristiques des cycles d'usure pour les matériaux M-10h et M-06h sous sollicitations (a) SD, (b) SM et (c) SS*

La durée de contact est relevée pour deux échantillons de chaque matériau et pour chaque sollicitation dans la figure IV-13. Elle est logiquement plus courte pour les essais sur le matériau M-06h qui frotte plus fort, la température de consigne de fin de cycle étant atteinte plus tôt du fait d'une puissance dissipée plus élevée quelque soit la sollicitation. Il est à noter que la différence de durée de contact entre les deux matériaux est plus significative pour la sollicitation SD.

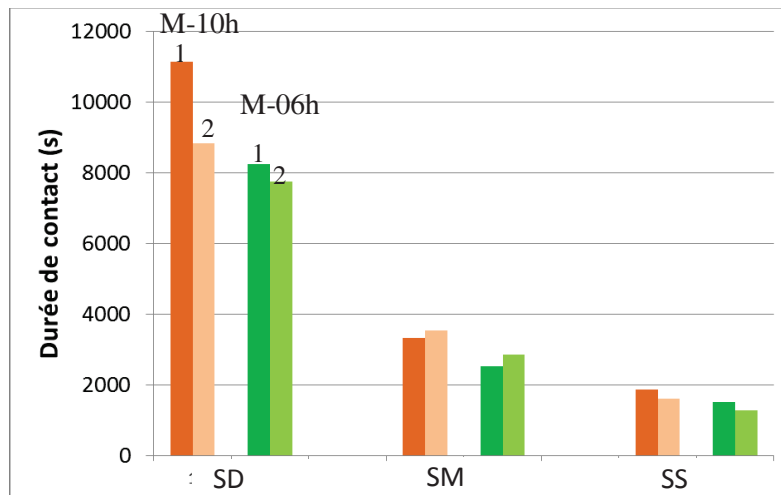


Figure IV-13. *Durée de contact des essais d'usure pour les matériaux M-10h et M-06h sous sollicitations SD, SM et SS*

3.1.2. Comportement en usure

Les taux d'usure spécifique pour les matériaux M-10h et M-06h sont présentés dans la figure IV-14. Cette figure montre que le taux d'usure des deux matériaux augmente avec la sévérité des conditions de l'essai. Cela peut être attribué à la dégradation de la résine phénolique, qui se manifeste dès 230°C, ce qui altère la cohésion des constituants. Sous sollicitation SD, pour laquelle la sollicitation thermique conduit à des températures inférieures à la température de dégradation de la résine, les deux matériaux présentent des taux d'usure similaires. Dans le cas des sollicitations SM et SS, le matériau post cuit pendant 6 h présente un taux d'usure plus

important. Une explication peut être sa conductivité thermique plus élevée, favorisant la diffusion de chaleur dans le matériau, ce qui entraîne une augmentation plus élevée de sa température de masse, et donc une dégradation plus élevée du matériau.

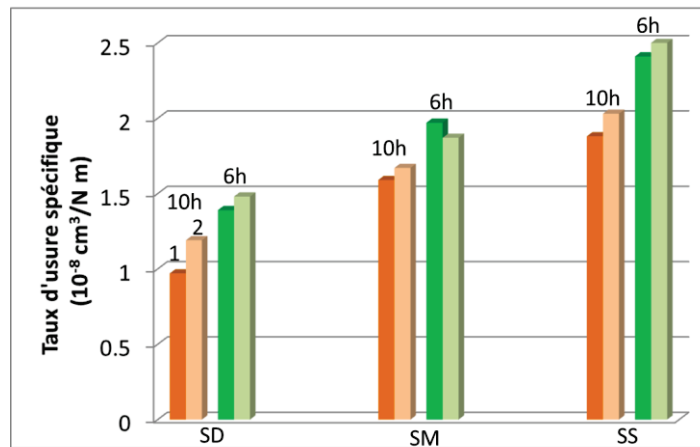


Figure IV-14. Taux d'usure pour les matériaux M-10h et M-06h pour SD, SM et SS

On peut conclure qu'une durée plus courte de post-cuisson conduit à un frottement plus élevé et à une faible résistance à l'usure pour le matériau.

3.2. Mécanismes de frottement et d'usure

Les observations présentées dans ce paragraphe ont été effectuées à différentes échelles, du macro au micro, dans l'objectif de dégager les principaux mécanismes de frottement et d'usure activés dans le contact en fonction des sollicitations et de discerner des écarts de comportement en fonction de la durée de post cuisson du matériau. Dans les figures suivantes, une flèche indique le sens de glissement.

La figure IV-15 présente les aires apparentes de frottement des pions usés pour les matériaux M-10h et M-06h après les essais d'usure sous sollicitations SD, SM et SS. A cette échelle macroscopique, des constatations communes peuvent se dégager pour les deux matériaux. Sous sollicitation SD, les différentes particules constituant la formulation des matériaux sont aisément discernables en surface. Les particules carbonées (graphite et caoutchouc), apparaissant en gris clair, et des shots de roche figurant en noir sont dispersés sur la surface. Dans le cas de la sollicitation SM, la surface des pions des matériaux M-10h et M-06h est couverte d'une couche de troisième corps dont la distribution est orientée par la direction de glissement. Sous sollicitation SS, la surface frottée des deux matériaux semble être moins couverte de troisième corps, laissant apparaître assez distinctement les particules comparativement aux surfaces après l'essai SM.

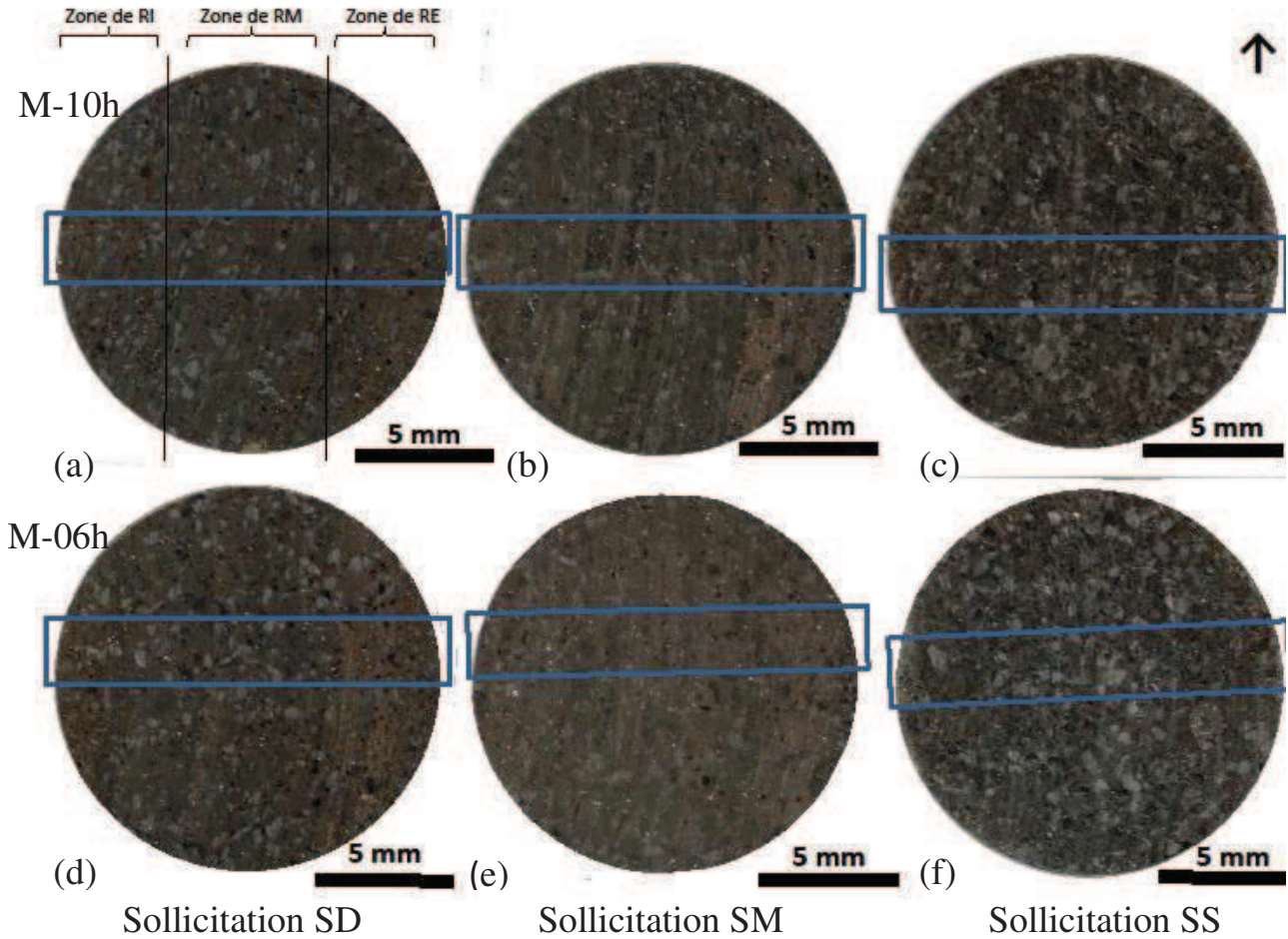


Figure IV-15. Observations de l'aire apparente de frottement des pions usés sous sollicitations (a), (d) SD, (b), (e) SM et (c), (f) SS, pour les matériaux (a), (b), (c) M-10h et (d), (e), (f) M-06h les rectangles bleus localisent les surfaces observés au MEB en Figure IV-16

Pour permettre l'identification des mécanismes de frottement et d'usure, une bande de 3 mm de largeur, transversale au pion dans une direction orthogonale au glissement, allant du rayon intérieur (RI) au rayon extérieur (RE) relativement à la piste de frottement du disque, est étudiée au MEB. La localisation de ces bandes est indiquée dans la figure IV-15 et les observations MEB correspondantes sont présentées dans la figure IV-16. On peut distinguer des plaques portantes (délimitées d'un trait pointillé), résultant de la compaction de poudre de troisième corps, dont la taille et la distribution varient selon les conditions d'essai d'usure.

Sous sollicitation douce SD, on note la présence de quelques plaques portantes dispersées sur la surface frottée des deux matériaux. Ces plaques ont une taille moyenne de 300 et 600 μm respectivement pour les matériaux M-10h et M-06h (Figure IV-16 a et b). Sous sollicitation modérée SM, les plaques planes, plus étendues que sous sollicitation douce SD, atteignent une

taille millimétrique. Cette constatation est en accord avec les résultats de Eriksson qui montre que dans le cas d'une haute température et d'une forte pression, les plaques s'étendent et peuvent atteindre des tailles millimétriques, couvrant la majorité de la surface du matériau de friction [Eriksson and Jacobson 00]. La distribution de ces plaques sur l'aire apparente frottée des pions diffère entre les deux matériaux. Pour le matériau M-10h (Figure IV-16c), des plaques planes, allongées dans la direction de glissement sont présentes au niveau des rayons moyen (RM) et intérieur (RI) mais pas dans la zone du rayon extérieur (RE). Dans le cas du matériau M-06h, elles sont observées dans la zone du rayon moyen RM. Cependant, de petites plaques planes sont présentes au niveau du rayon RI. La zone extérieure RE paraît dépourvue de plaques planes (Figure IV-16d). Sous sollicitation sévère SS, la taille des plaques planes est plus petite comparativement à l'essai SM (Figure IV-16e et 16f). Ces plaques sont réparties sur la totalité de la surface pour les deux matériaux. Elles sont plus nombreuses et plus grandes dans le cas du matériau M-06h. Ceci peut être attribué, d'une part, à la durée de contact plus élevée du matériau M-06h, et d'autre part, à son usure plus élevée, donc à un débit source plus important favorisant le développement des plaques planes. Pour tous les essais SD, SM et SS, on distingue sur la surface frottée des deux matériaux les particules carbonées qui apparaissent en noir, les shots de roche en gris, et les particules de baryte et d'alumine en blanc.

Les résultats d'analyse par EDS de la composition chimique des plaques planes de troisième corps formées pendant les essais sont présentés dans le tableau IV-6. Ils révèlent que le troisième corps contient du fer dans le cas des deux matériaux et quelle que soit la sollicitation. Le fer étant absent de la composition de la formulation modèle M utilisée pour les essais, il provient du disque qui est en fonte à graphite et qui s'oxyde pendant les essais sous l'action combinée de la température et du frottement. On note que la proportion de fer contenue dans le troisième corps, importante sous sollicitation douce SD, diminue lorsque la sévérité de l'essai d'usure augmente, au bénéfice de la proportion des éléments provenant du matériau de friction qui augmente.

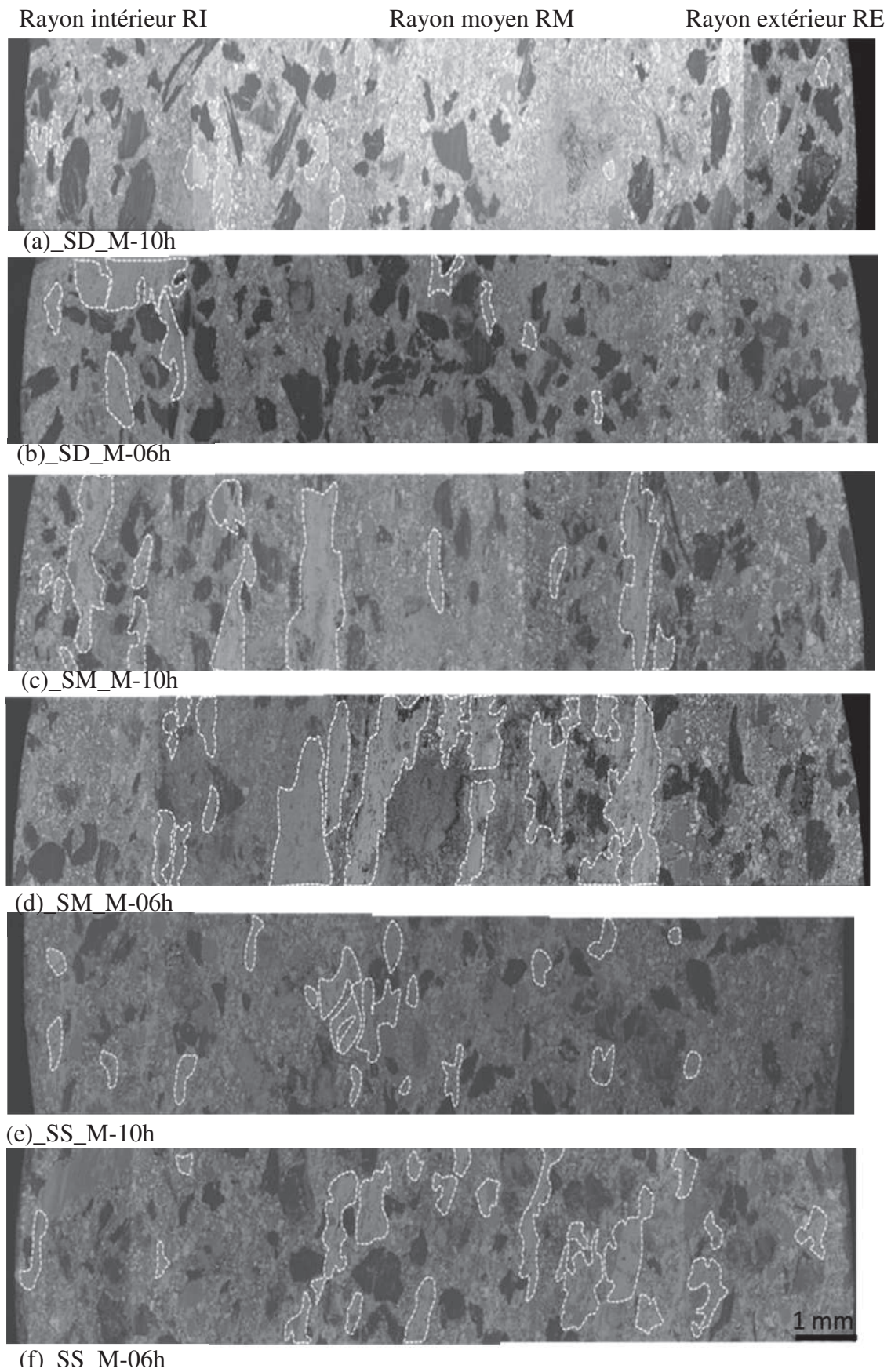


Figure IV-16. Observations MEB des surfaces frottées des matériaux (a), (c), (e) M-10h et (b), (d), (f) M-06h sous sollicitations (a) (b) SD, (c) (d) SM et (e) (f) SS

Cette évolution, en particulier pour le fer, est particulièrement marquée lors du passage de la sollicitation SD à la sollicitation SM. Ce résultat peut paraître surprenant dans la mesure où une sollicitation sévère conduit à des températures élevées donc propices à l'oxydation du disque. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer la diminution de la proportion de fer dans le troisième corps lorsque la sévérité augmente.

- La première est relative à la dégradation thermique du matériau composite et l'usure associée qui fournit ainsi un débit source de troisième corps d'autant plus élevé que la sollicitation est sévère. Il y aurait donc une compétition entre l'augmentation des débits source provenant de la fonte du disque d'une part, et du matériau composite du pion d'autre part, au bénéfice du débit source du pion, qui se traduit par une concentration plus faible de l'élément fer dans le troisième corps [Severin and Dörsch 01]. On peut remarquer que la proportion de fer dans la composition chimique des plaques planes est moins importante pour le matériau ayant la durée de post cuisson la plus courte, alors que les proportions de baryte, d'alumine et de fibres de roches sont plus importantes. Ceci corrobore l'idée d'une compétition des débits source, le matériau M-06h, ayant un taux d'usure plus élevé que le matériau M-10h, est plus capable d'alimenter le troisième corps.

- La seconde explication est relative au renouvellement rapide des plaques planes lorsque la sollicitation est sévère, du fait de leur propre dégradation ou de la dégradation du substrat sur lequel elles ne peuvent plus prendre appui. Les plaques planes actives dans le contact auraient une durée de vie courte et seraient ainsi trop jeunes pour avoir le temps d'accumuler les oxydes de fer fournis par le disque, ce qui en expliquerait la faible concentration.

Notons parmi les résultats fournis dans le tableau IV-6 les proportions du carbone et de l'oxygène pour lesquels il n'est pas possible de dégager une tendance particulière. Il s'agit d'éléments légers, difficiles à quantifier par analyse EDS.

Tableau IV-6. Composition chimique du 3ème corps constituant les plaques planes portantes selon la sollicitation SD, SM et SS et le matériau M-10h et M-06h, en pourcentage massique

		C	O	Na	Mg	Al	Si	S	Ca	Fe	Ba
SD	M-10h	12,29	23,75	0,74	0,35	1,74	4,99	2,18	1,51	37,04	15,41
	M-06h	12,95	30,97	0,71	0,4	2,03	5,72	2,78	2,14	25	17,3
SM	M-10h	14,03	27,58	1,02	0,77	2,94	7,39	3,97	3,51	17,38	21,31
	M-06h	13,74	33,32	1,26	1,08	3,54	7,76	4,71	3,78	7,46	23,35
SS	M-10h	12,91	29,04	1,09	0,87	4	10,38	4,4	4,2	8,04	25,07
	M-06h	11,88	30,51	1,93	1,19	4,74	10,55	5,2	4,71	3,14	26,15

Des observations MEB en électrons retrodiffusés des plaques planes formées pendant les essais d'usure à différentes sollicitations sont présentées dans la figure IV-17. Pour toutes les micrographies, les plaques se sont formées au voisinage de particules et de fibres de roches arasées qui constituent des plateaux de portance primaires. S'il n'est pas possible de discerner de différences d'un matériau à l'autre, les plaques planes se différencient selon des conditions des essais d'usure. Sous sollicitation douce SD (Figure IV-17 a et d), les plaques planes ont un aspect très homogène à cette échelle, qui montre que le troisième corps résulte d'un mixage et d'un compactage « parfait » de particules très fines, de taille submicronique, et que les plaques ont pu se constituer très progressivement au cours du frottement. Sous sollicitation modérée SM (Figure IV-17 b et e), l'aspect des plaques portantes révèle un mélange hétérogène de constituants. Les particules de taille supérieures au micromètre sont visibles, révélatrices d'un troisième corps jeune, ces particules ayant séjournées pendant un temps suffisamment court pour ne pas être réduites en taille par des actions mécaniques et physicochimiques dans le contact. Sous sollicitation sévère SS, on peut distinguer dans le troisième corps des fragments de fibres de roches, de taille millimétrique, qui ont donc très peu circulé dans le contact. La présence plus marquée de fragments de constituants du matériau de friction avec la sévérité de la sollicitation est en accord avec la composition chimique des plaques portantes donnée par l'analyse EDS.

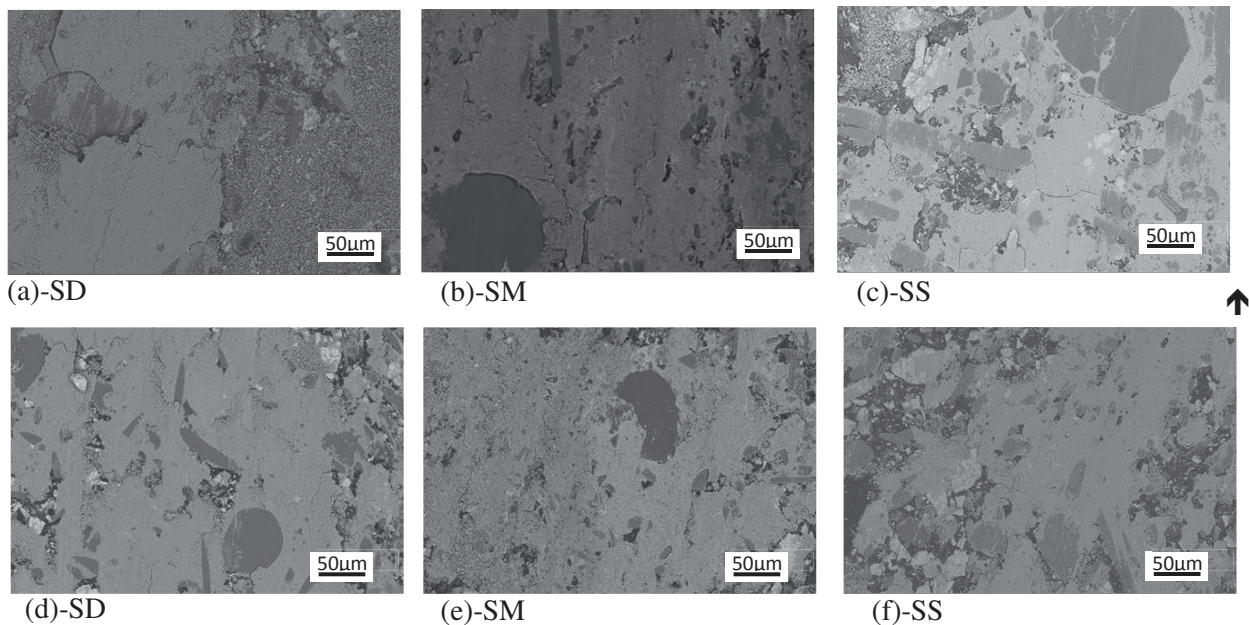


Figure IV-17. Observations des plaques planes formées sous sollicitations SD, SM et SS pour les matériaux (a), (b) et (c) M-10h et (d), (e) et (f) M-06h

Des observations à plus fort grossissement (Figures IV-18, 19 et 20) permettent d'apprécier les mécanismes de frottement et d'usure et le comportement des particules au cours des différents types d'essai d'usure pour les matériaux M-10h et M-06h.

- Sous sollicitation douce SD, pour les deux matériaux, les traces de glissement présentes en surface des particules de graphite prouvent que ces particules ont participé à la portance. Des plaques planes sont formées à proximité de ces particules et peuvent s'y étendre (Figure IV-18b et 18d). Les shots de roche sont visibles, arasés et maintenus ancrés à la matrice. Ils constituent des plateaux primaires de portance, entourés d'ilots de poudre compactée formant des plaques planes comme cela a été montré antérieurement [El-Tayeb and Liew 09]. La baryte apparaît à la surface sous forme de taches blanches qui restent attachées à la matrice (Figures IV-18 a et 18c). On note une décohésion partielle avec la matrice des particules de caoutchouc autour desquelles se trouve un troisième corps poudreux (Figures IV-18 a1 et 18c1). La présence de cette poudre peut être attribuée aux déformations du caoutchouc pendant le frottement, qui s'opposerait ainsi au maintien d'un troisième corps compacté à son voisinage.

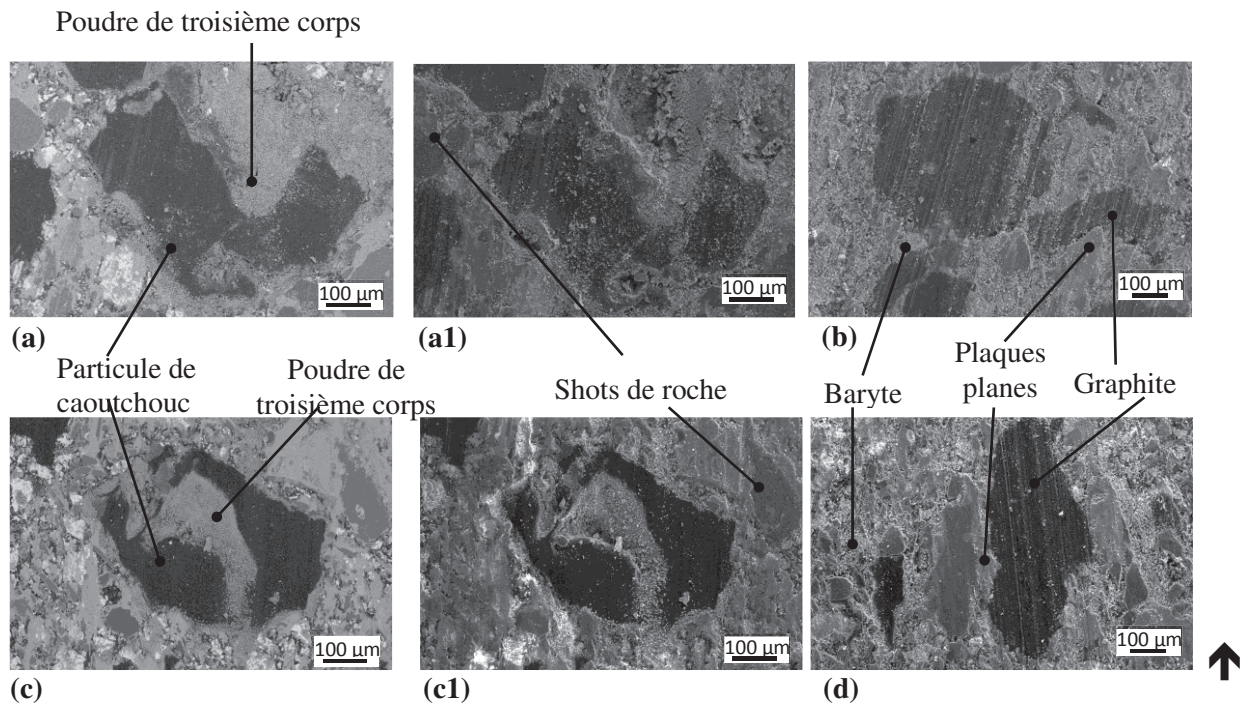


Figure IV-18. Comportement des particules sous sollicitation SD pour les matériaux (a), (a1), (b) M-10h et (c), (c1), (d) M-06h (a et c : mode BSE, a1, b, c1 et d : mode SE)

- Sous sollicitation modérée SM, les particules de graphite et les shots de roche, constituant les aires de contact primaires, sont couverts de plaques troisième corps bien développées (Figure IV-19a et 19c), plus particulièrement pour le matériau M-06h en cohérence à son taux d'usure élevé, donc qui est une plus grande source de troisième corps. Une décohésion plus prononcée des particules de caoutchouc est à noter pour ce type de sollicitation. Des particules de caoutchouc paraissent fragmentées (Figures IV-19b et d). La dégradation du caoutchouc est plus fréquente dans le cas du matériau M-06h là encore en cohérence avec son taux d'usure plus élevé.

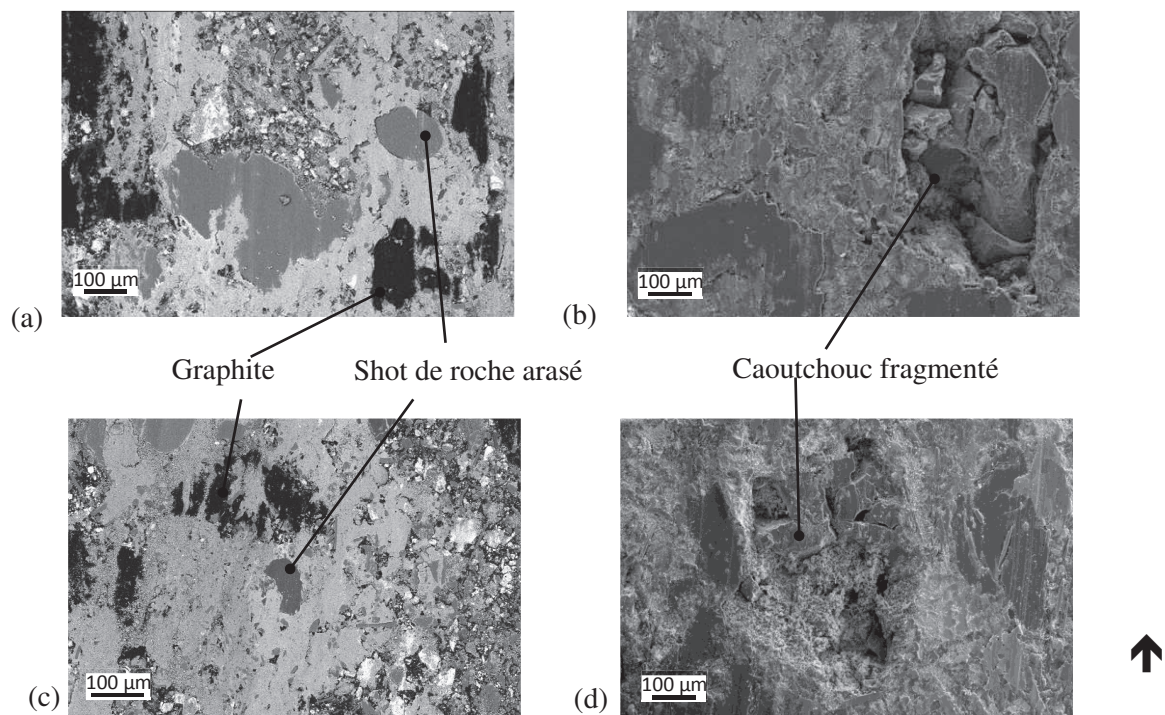


Figure IV-19. *Comportement des constituants sous sollicitation SM pour les matériaux (a), (b) M-10h et (c), (d) M-06h (a et c : mode BSE; b et d : mode SE)*

- Concernant la sollicitation SS, le caoutchouc apparaît être le constituant le plus affecté par la sévérité de la sollicitation. La majorité des particules de caoutchouc sont partiellement arrachées pour le matériau M-10h (Figure IV-20a), alors que pour le matériau M-06h, elles sont totalement déchaussées (Figure IV-20c). Cela peut être à nouveau mis en lien avec le taux d'usure plus élevée de ce matériau. Les particules de graphite et les shots de roche restent ancrés à la matrice et soutiennent les îlots de troisième corps compacté (Figures IV-20b et 20d).

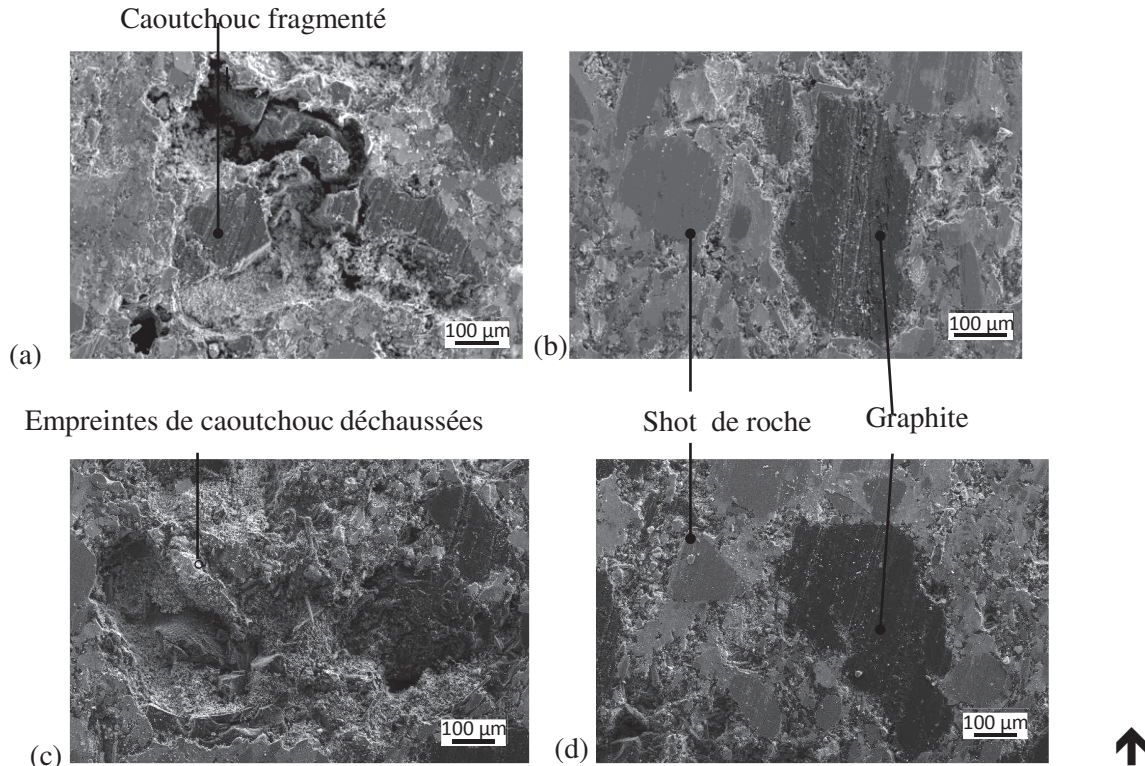


Figure IV-20. Comportement des constituants sous sollicitation SS pour les matériaux (a),(b) M-10h, et (c), (d) M- 06h (mode SE)

De cette étude, on peut conclure que les matériaux post cuits pendant 6 h et 10 h présentent des mécanismes de frottement et d'usure communs : présence de plaques planes de troisième corps dont la composition dépend de la sévérité de la sollicitation, présence de shots de roche et de graphite arasés constituants des plateaux primaires favorables à la formation de ces plaques et qui ne semblent pas affectées par la sévérité des essais. On peut distinguer certaines différences de comportement entre les deux matériaux, qui ont trait, d'une part, aux plaques planes (notamment taille, nombre et composition), et d'autre part, au nombre de particules affectées par la sévérité de la sollicitation. En effet, les plaques planes formées à la surface du matériau post cuit pendant 6 h sont de plus grande taille, elles s'étendent de quelques centaines de micromètres à quelques millimètres. L'analyse chimique des plaques planes, pour les deux matériaux et pour les trois sollicitations SD, SM et SS, révèle une proportion de fer moins importante pour le matériau post cuit pendant 6 h au bénéfice d'une proportion plus importantes d'éléments provenant du matériau de friction. Cette moindre proportion de fer dans les plaques ainsi que leur plus grande étendue sont cohérents avec un débit source élevé de troisième corps provenant du matériau composite, ce que corrobore le taux d'usure plus élevé du matériau post cuit pendant 6 h. La seconde différence notable entre les deux

matériaux concerne la cohésion plus faible des particules de caoutchouc au sein du matériau composite dans le cas de la post cuisson de 6h, ce manque de cohésion contribuant également à la mauvaise performance à l'usure de ce matériau.

III. Conclusion

Ce chapitre a traité de l'étude de la post cuisson dans le but de mieux en comprendre le rôle sur les propriétés et les performances des matériaux de friction composites organiques, alors que la cuisson de la matrice organique pouvant être considérée complète à l'issue de l'étape de moulage à chaud, compte tenu du taux élevé de réticulation de la résine.

L'étude a été réalisée à l'aide de la formulation modèle M, effectuée en laboratoire pour une meilleure maîtrise des conditions expérimentales. Quatre durées de post cuisson ont été investiguées, de 4, 6, 8 et 10 h, la température étant fixée à 160°C, la post cuisson industrielle étant d'une durée de 10 h à cette température. Une première étude par indentation instrumentée a révélé une forte évolution du comportement mécanique des matériaux pour des durées de cuisson inférieures à 6 h. L'étude de la durée de post cuisson a ainsi été poursuivie de manière approfondie en ciblant cette durée comparée à la durée de 10 h du procédé industriel.

Une étude statistique de mesures par indentation instrumentée a montrée qu'une durée de post cuisson plus longue homogénéise les propriétés mécaniques du matériau. L'analyse microstructurale n'a pas permis de différencier les deux matériaux, la microstructure étant effectivement principalement déterminée par les étapes de mélange, de préformage et de moulage à chaud. Du point de vue thermo-physique, l'augmentation de la durée de post cuisson semble réduire de quelques pourcents la conductivité thermique. Concernant le comportement en frottement et à l'usure, les résultats montrent qu'une durée de post cuisson plus élevée réduit le frottement et améliore la résistance à l'usure, ce dernier résultat pouvant être corroborer à la moindre conductivité thermique qui contribue à limiter l'échauffement du matériau composite pendant le frottement, donc à le protéger des dégradations thermiques.

L'étude des mécanismes de frottement et d'usure a permis de conforter la meilleure performance du matériau post cuit pendant 10 h. La réduction de la durée de cuisson conduit, d'une part, à un troisième corps en plus grande quantité dans le contact, riche en éléments provenant du matériau composite et appauvri en fer, d'autre part, à une cohésion plus faible du matériau comme en ont témoigné les déchaussements des particules de caoutchouc, plus particulièrement lorsque les conditions de frottement sont sévères. Ce résultat est cohérent

avec la moindre rigidité du matériau comme l'a montré l'étude effectuée en indentation. Il semble donc à l'issue de cette étude que le gain de performances apporté par une post cuisson longue puisse être attribué à un renforcement des liaisons entre la matrice et les constituants du matériau composite.

Conclusion générale et perspectives

Préserver les performances des matériaux de friction en toute situation de freinage (urgence, ralentissement, arrêts fréquents, etc.) est indispensable pour répondre aux exigences de sécurité routière. Ce contexte a conduit au développement de matériaux de friction dont la complexité rend difficile la maîtrise de la relation entre la formulation, l'élaboration et les performances. C'est ainsi que s'est développé le sujet de cette thèse dont l'objectif principal est la compréhension de l'influence de certaines étapes du procédé de fabrication sur les performances des matériaux de friction à matrice organiques. Cette étude traite des étapes de moulage à chaud et de post cuisson, en s'intéressant à l'influence de la température et de la durée du moulage à chaud, d'une part, de la durée de la post cuisson d'autre part, dans un objectif de compréhension de la relation élaboration – propriétés - performances.

Cet objectif auquel a répondu notre étude est en étroite relation avec la problématique industrielle d'amélioration des performances des garnitures de frein au regard de la maîtrise du procédé de fabrication du partenaire industriel « Société Tunisienne de Garnitures STUGAFREM ». Pour cela, nous avons mené la méthodologie d'étude suivante.

Dans une première phase, nous avons établi un état de l'art sur les matériaux de friction à matrice organique pour garniture de frein, à savoir leur composition, leur élaboration et leur comportement tribologique. Cette première étape a permis de cerner les difficultés de compréhension du continuum composition-élaboration-propriétés-performances, notamment du fait de synergies entre les constituants du matériau composite, qui agissent au sein même de l'élaboration qui évolue ainsi d'une formulation à l'autre, ce qui complexifie la lecture des performances en frottement et à l'usure et de leur lien avec la composition et l'élaboration. L'état de l'art est également révélateur de la dépendance du comportement en freinage à de nombreux facteurs, propres aux matériaux, à la sollicitation, aux multiples phénomènes qui sont induits par le frottement et qui interagissent, de l'échelle thermomécanique du système et des corps frottant aux échelles mésoscopiques et microscopiques des mécanismes de frottement et d'usure. La compréhension du lien entre le procédé et les performances des matériaux de friction ne peut donc s'envisager qu'à travers des situations simplifiées, tant du point de vue des matériaux que des sollicitations qu'ils subissent.

Etant donné la complexité de la formulation industrielle qui limite la démarche de compréhension, nous avons développé un matériau de friction à composition simplifiée en se basant sur une méthodologie originale de passage de l'échelle industrielle à l'échelle du laboratoire. Deux formulations simplifiées, à nombre réduit de constituants, sont ainsi développées afin de limiter les effets synergiques entre composition et procédé. Une première formulation « modèle M » dérive de la formulation industrielle. Elle renferme 6 constituants appartenant chacun à une classe bien déterminée de la formulation industrielle : liant (résine phénolique), fibres de renforcement (fibres de roches), remplisseurs (baryte), abrasifs (alumine), modificateurs de friction (caoutchouc) et lubrifiants (graphite). Cette formulation « M » constitue la formulation de base pour l'analyse expérimentale de l'influence des paramètres couplés température-durée de moulage à chaud et de l'impact de la durée de post cuisson sur les performances des matériaux de friction à matrice organique. La seconde formulation modèle « M' » est une adaptation en composition du matériau modèle « M » compatible aux analyses par tomographie à rayons X, afin d'étudier dans le volume du matériau composite organique l'évolution de sa microstructure au cours de l'étape de moulage à chaud. La fabrication des matériaux modèles est réalisée en étant fidèle au procédé industriel étudié, l'élaboration étant adaptée à partir d'une analyse granulométrique pour reproduire le mélange industriel des constituants en quantités appropriées aux études de laboratoire. L'évaluation des performances des matériaux de friction a fait l'objet d'essais de frottement spécifiques aux sollicitations, que subissent les garnitures de frein en service, notamment de point de vue thermique. D'une part, le comportement à l'usure est évalué par des essais de frottement sur un tribomètre pion-disque au cours desquels le matériau subit des séries de cycles d'usure notés « SD », « SM » et « SS », en référence aux sollicitations douce, modérée et sévère, dont la sévérité de sollicitation par frottement est croissante, notamment par le contrôle de la température des cycles de frottement. De point de vue du freinage, des essais d'efficacité ordinaire et de perte d'efficacité, instrumentés en thermographie infrarouge ont été réalisés sur un tribomètre de freinage inertiel. Les matériaux modèles se sont ainsi relevés pertinents par comparaison de leurs propriétés, et du comportement tribologique et des performances en freinage relativement au matériau industriel pris en référence, qui a été étudié antérieurement [*Baklouti 13*]. Les résultats ont révélé des niveaux de frottement adéquats, des taux d'usure moins élevés comparés à ceux du matériau industriel. Le matériau modèle révèle aussi un comportement en freinage plus performant dans les conditions expérimentales de cette étude, notamment pour les essais de freinage de perte d'efficacité.

L'étude de l'influence de moulage à chaud sur les performances des matériaux de friction, qui constitue un premier objectif de la thèse, a été entreprise par la détermination concomitante des paramètres « température » et « durée », primordiale, en se basant sur la polymérisation de la résine phénolique. Ce couple de paramètres a été investigué par une approche originale combinant le comportement thermique et le comportement mécanique de la résine phénolique. Deux conditions de moulage à chaud, conduisant à une polymérisation avancée de la résine, sont retenues : 140°C pendant 18 min (correspondant aux paramètres du procédé industriel) et 160°C pendant 9 min. L'étude a montré que :

- la variation des paramètres de moulage à chaud n'affecte ni la microstructure ni la capacité massique thermique,
- la conductivité thermique, l'effusivité et la diffusivité thermique diminuent et la rigidité en compression dans la direction tangentielle et la porosité augmentent pour le matériau moulé à une température plus élevée et pendant une courte durée.

Dans ce premier volet de l'étude des paramètres de moulage à chaud, leur impact tribologique a été analysé à travers des essais d'usure SD, SM et SS d'une part, et à travers des essais de freinage d'efficacité ordinaire et de perte d'efficacité d'autre part. Concernant le comportement en frottement et à l'usure, la modification de paramètres de moulage à chaud n'a pas d'incidence sur le niveau de frottement, alors qu'elle a un impact significatif sur l'usure. En effet, comparativement aux conditions de moulage industriel, le moulage à haute température pendant une courte durée conduit à un taux d'usure moins élevé sous sollicitation douce, plus important sous sollicitations modérée et sévère, favorisant sous ces sollicitations le débit source de troisième corps et la formation de plaques portantes étendues.

Concernant les résultats des essais de freinage d'efficacité ordinaire, la modification des paramètres de moulage à chaud ne modifie pas le niveau de frottement. La surface du matériau moulé à basse température pendant une longue durée est plus couverte de plaques planes de troisième corps et sa perte en masse est plus importante. Le disque frottant contre ce matériau montre des gradients thermiques plus intenses apparaissant à l'interface, donc plus affecté thermiquement. Pour l'essai de freinage perte d'efficacité, le moulage à chaud à haute température pendant une courte durée engendre une grande instabilité du frottement pendant un cycle de freinage, une augmentation de la perte de masse et une perte de performance plus importante que le moulage à chaud à basse température pour une courte durée.

Le deuxième volet dans l'étude de l'influence des paramètres de moulage à chaud s'intéresse à l'évolution de la microstructure du matériau composite et de la réticulation de sa matrice

organique en fonction du temps lors du moulage à chaud à une température de 140°C. Cette étude montre qu'une durée de moulage à chaud longue, aboutissant à un taux de réticulation de la résine supérieur à 85%, est favorable à la cohésion des constituants par une polymérisation plus homogène de la matrice, en particulier à l'interface des particules de caoutchouc. Au contraire, des durées plus courtes de moulage à chaud, correspondant à un taux de réticulation de la résine inférieur à 85%, conduisent à une microstructure du matériau composite poreuse et pulvérulente, les constituants étant faiblement ancrés dans la matrice.

Pour aborder le second objectif de la thèse, l'influence de la durée de post cuisson sur les propriétés mécaniques et thermiques et sur le comportement tribologique du matériau de friction, la phase de post cuisson a été étudiée en laboratoire en variant sa durée, et en considérant une température fixe de 160°C, qui correspond à la température du procédé industriel. Une première analyse en indentation instrumentée a montré une forte évolution des propriétés mécaniques dans le sens d'une augmentation de la rigidité avec la durée de post cuisson lorsque celle-ci est inférieure à 6h. L'étude a été approfondie au delà de cette durée, par comparaison des propriétés et des performances entre cette durée et 10 h qui correspond à la durée de la post cuisson du procédé industriel. Une analyse statistique de mesures obtenues en indentation instrumentée a montré que l'augmentation de la durée de post cuisson homogénéise les propriétés mécaniques du matériau composite, sans que l'on ait pu discerner de modification de sa microstructure. Du point de vue des propriétés thermiques, l'allongement de la durée de post cuisson semble réduire la conductivité thermique du matériau et par voie de conséquence son effusivité et sa diffusivité thermiques. L'impact de la durée de post cuisson sur le comportement tribologique a été étudié par des essais d'usure SD, SM et SS. Les résultats des essais d'usure montrent qu'une durée de post cuisson plus longue réduit le frottement et augmente la résistance à l'usure. L'analyse des mécanismes d'usure et de la composition du troisième corps est révélatrice d'un débit source de troisième corps élevé provenant du matériau composite lorsque la post cuisson est de courte durée, en cohérence avec son taux d'usure. La moins bonne cohésion des particules de caoutchouc au sein du matériau composite lorsque la durée de post cuisson est courte laisse penser, en cohérence avec les moins bonnes caractéristiques mécaniques observées en indentation, que la post cuisson contribue à renforcer les liaisons entre la matrice et les constituants du matériau composite.

Comme perspectives, ce travail de thèse peut tout d'abord être poursuivi par l'étude de l'interface entre les constituants et la matrice, qui apparaît déterminante pour les performances

à l'usure des matériaux de friction. Comme le laisse penser la morphologie pulvérulente de la matrice organique qui a pu être observée au voisinage des particules de caoutchouc, sa cohésion y semble plus difficile à obtenir. Il serait sans doute pertinent d'étudier les phases de moulage à chaud et de post cuisson au sein d'un matériau élémentaire, et d'investiguer les phénomènes à l'échelle de la microstructure pendant l'élaboration, dans une tentative d'explication de cette interaction entre la matrice et le caoutchouc lors du moulage à chaud ou de la post cuisson.

Les analyses d'évolution microstructurale des matériaux ont été menées après les étapes du procédé étudiées, le moulage à chaud et la post cuisson, c'est-à-dire après le refroidissement des échantillons. On peut ici s'interroger de l'effet de ce refroidissement, notamment sur les décohésions qui ont été observées. Une analyse in-situ en tomographie à rayons X, pendant ces phases d'élaboration serait très instructive, plus généralement sur l'évolution de la porosité au sein du matériau composite. Par ailleurs, le refroidissement peut également être générateur de contraintes résiduelles, d'autant que, dans le cas de la fabrication de plaques telles que nous l'avons étudié, le matériau subit une trempe à l'eau à l'issue du moulage à chaud afin de figer la géométrie de garniture. Cet aspect, qui pourrait justifier la post cuisson et sa durée, mériterait d'être étudié.

Du point de vue méthodologique, les travaux ont également montré la difficulté d'obtenir des mesures de propriétés du fait de leur grande variabilité, l'analyse statistique des propriétés mécaniques qui a été réalisée en indentation instrumentée en est une excellente illustration. Si cette variabilité peut constituer une qualité des matériaux de friction, elle constitue clairement un obstacle au discernement du facteur élaboration dans leurs performances. De ce point de vue, l'idée de matériaux modèles, à formulation simplifiée, doit être poursuivie dans un objectif de réduction de leur hétérogénéité. Une voie de recherche serait de réduire la diversité de la composition et de la microstructure de par la taille et la morphologie des constituants, avec l'objectif d'obtenir des matériaux suffisamment performants pour être étudiés dans des situations représentatives des sollicitations subies par les matériaux industriels.

Références bibliographiques

- [**Abbasi et al., 00**] Abbasi F., Shojael A., Katbab A.A., Thermal interaction between polymer-based composite friction materials and counterfaces, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 81, 2000, p. 364-369
- [**Aleksendric et Senatore 12**] Aleksendric D., Senatore A., Optimization of manufacturing process effects on brake friction material wear, *Journal of Composite Materials*, vol. 46, 2012, p. 2777-2791
- [**Alonso et al. 06**] Alonso M.V., Oliet M., Garcia J., Rodriguez F., Echeverria J., Gelation and isoconversional kinetic analysis of lignin-phenol-formaldehyde resol resins cure, *Chemical Engineering Journal*, vol. 122, 2006, p. 159–166
- [**Arzt et al. 83**] Arzt E., Ashby M.F., Easterling K.E., Practical applications of hot-isostatic pressing diagrams: four case studies, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 14, 1983, p. 211–221
- [**Askeland et al. 88**] Askeland D.R., Randall J., Denton M., *The Science and Engineering of Materials*, 2nd edition, Taylor & Francis, 1988
- [**Avoine et al. 05**] Avoine J., Degallaix G., Dufrénoy P., Caractérisation d'une garniture de frein – transformation physico-chimique au contact, *Actes du CRIEC'05*, 2005
- [**Avoine 07**] Avoine J., Analyse expérimentale et modélisation de couplages multiphysiques dans un contact frottant / acier-matériau de friction modèle, thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2007
- [**Bahadur 00**] Bahadur S., The development of transfer layers and their role in polymer tribology, *Wear*, vol. 245, 2000, p. 92–99
- [**Baklouti et al. 11**] Baklouti M., Cristol A-L., Najjar D., Desplanques Y., Elleuch R., Caractérisation expérimentale des performances en freinage d'un matériau composite organique pour garniture poids lourd, *Journées internationales francophones de tribologie 2011-Aspects Nanométriques et Micrométriques dans la Tribologie*, Obernai-France, 11-13 mai 2011
- [**Baklouti 13**] Baklouti M., Analyse tribologique du rôle de constituants dans les performances de matériaux composites organiques pour garnitures de frein, thèse de doctorat, Ecole Centrale de lile - Université de Sfax, 2013
- [**Bagheri et al. 10**] Bagheri K., Abadi S., Khavandi A., Kharazi Y., Effects of Mixing the Steel and Carbon Fibers on the Friction and Wear Properties of a PMC Friction Material, *Applied Composite Materials*, vol. 17, 2010, p. 151-158
- [**Barber 69**] Barber J.R., Thermoelastic instabilities in the sliding of conforming solids, *Proceedings of the Royal Society A*, vol. 312, 1969, p. 381-384
- [**Bauer et al. 03**] Bauer W., Oertel H., Rink M., Spectral emissivity of bright and oxidized metals at high temperatures, *Fifteen Symposium on Thermophysical Properties*, Boulder, USA, 2003
- [**Bendix Corporation brevet français 79**] The bendix corporation, « matière de friction à base organique, notamment pour garniture de friction », brevet français, n°2 427 514,1979
- [**Berthier 88**] Berthier Y., Mécanismes et tribologie, Thèse de doctorat, Université Claude Bernard, 1988
- [**Berthier 92**] Berthier Y., Tribologie : science carrefour, *Actes des Journées Européennes du Freinage*, Lille, 1992
- [**Berthier 96**] Berthier Y., Maurice Godet's third body approach, Proceedings of the 22nd Leeds-Lyon Symposium, The third body concept : Interpretation of tribological phenomena, *Tribology Series*, vol. 31, 1996, p. 21-30

- [Bijwe 97] Bijwe J., Composites as friction materials: recent developments in nonasbestos fiber reinforced friction materials, *Polymer Composite*, vol. 18, 1997, p. 378–396
- [Bijwe et al. 05] Bijwe J., Majumdar N.N., Satapathy B.K., Influence of modified phenolic resins on the fade and recovery behavior of friction materials, *Wear*, vol. 259, 2005, p. 1068–1078
- [Bijwe et al. 08] Bijwe J., Kumar M., Gurunath P.V., Desplanques Y., Degallaix G., Optimization of brass contents for best combination of tribo-and thermal conductivity of non-asbestos organic (NAO) friction composites, *Wear*, vol. 265, 2008, p. 699–712
- [Bijwe and Kumar 07] Bijwe J., Kumar M., Optimization of steel wool contents in non-asbestos organic (NAO) friction composites for best combination of thermal conductivity and tribo-performance, *Wear*, vol. 263, 2007, p. 1243–1248
- [Blau 01] Blau P. J., Compositions, Functions and Testing of Friction Brake Materials and Their Additives, metal and ceramics division, rapport technique, U.S. Departement of energy-Office of Transportation Technologies-Oak Ridge National Laboratory, 2001
- [Blau 03] Blau P.J., Microstructure and detachment mechanism of friction layers on the surface of brake shoes, *Journal of Materials Engineering Performance*, vol. 12, 2003, p. 56–60
- [Blau and Jolly 05] Blau P.J., Jolly B.C., Wear of truck brake lining materials using three different test methods, *Wear*, vol. 259, 2005, p. 1022-1030
- [Borchardt and Daniels 56] Borchardt H.J., Daniels F., The application of DTA to the study of reaction kinetics, *Journal of the American Chemical Society*, vol. 79, 1956, p. 41–46
- [Boza and Kurt 07] Boza M., Kurt A., The effect of Al₂O₃ on the friction performance of automotive brake friction materials, *Tribology International*, vol. 40, 2007, p. 1161–1169
- [Bush et al. 72] Bush H. D., Rowson D. M., Warren S. E., The Application of Neutron Activation Analysis to the Measurement of the Wear of a Friction Material, *Wear*, vol. 20, 1972, p. 211-225
- [Chanterenne 95] Chanterenne P., Détermination des paramètres d'un modèle thermique du contact sec-glissant. Application aux roulements en ambiance cryogénique, thèse de doctorat, INSA de Lyon, 1995
- [Chan and Stachowiak 04] Chan D., Stachowiak G.W., Review of automobile brake friction materials, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers- Part D, Journal of Automotive engineering*, vol. 218, 2004, p. 953-966
- [Chau 84] Chau V-V., Optimisation des liants phénoliques pour composites de friction, thèse de doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg, 1984
- [Cho et al. 03] Cho M.H., Kim S.J., Basch R.H., Fash J.W., Jang H., Tribological study of gray cast iron with automotive brake linings: The effect of rotor microstructure, *Tribology International*, vol. 36, 2003, p. 537–545
- [Cho et al. 05] Cho M. H., Kim S. J., Kim D., Jang H., Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study, *Wear*, vol. 258, 2005, p.1682–1687
- [Cho et al. 06] Cho M.H., Ju J., Kim S.J., Jang H., Tribological properties of solid lubricants (graphite, Sb₂O₃, MoS₂) for automotive brake friction materials, *Wear*, vol. 260, 2006, p. 855-860
- [Conley 70] Conley R.T., Thermal stability of polymers. New York: Marcel Decker, 1970
- [Copin 00] Copin R., Etude du comportement tribologique de couples de matériaux industriels sur tribomètre reproduisant les conditions de freinage ferroviaire, thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2000
- [Cristol 06] Cristol A-L., Caractérisation expérimentale du contact frottant disque garniture sous sollicitations sévères de freinage. Prise en compte des interactions tribologie, thermique et physico-chimie, thèse de doctorat, Ecole Centrale de lille, 2006

- [**Cristol et al. 07**] Cristol A-L., Desplanques Y., Degallaix G., Coupling between friction physical mechanisms and transient thermal phenomena involved in pad–disc contact during railway brakings, *Wear*, vol. 263, 2007, p. 1230–1242
- [**Degallaix et Ilschner 07**] Degallaix S., Ilschner B., Caractérisation expérimentale des matériaux I, Propriétés physiques, mécaniques et thermiques, *Traité des matériaux*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2007
- [**Desplanques et al. 01**] Desplanques Y., Degallaix G., Copin R., Berthier Y., A tribometer for the study of materials under braking condition, In: Tribology research: from model experiment to industrial problem, a century of efforts in mechanics, materials science and physico-chemistry, 27th Leeds–Lyon symposium on tribology, *Tribology series*, vol. 39, 2001, p.381-391
- [**Desplanques et al. 03**] Desplanques Y., Roussette O., Degallaix G., Dauphin J.Y., Avoine J., Démarche expérimentale pour l'étude des matériaux de friction en freinage, *Actes du colloque Tilt 2003*, 2003, p. 501-509
- [**Desplanques et al 06**] Desplanques Y., Roussette O., Degallaix G., Copin R., Berthier Y., Analysis of tribological behaviour of pad-disc contact in railway braking. Part 1: Laboratory test developpement, compromises between actual and simulated tribological triplets, *Wear*, vol. 262, 2006, p.582-591
- [**Desplanques et al. 09a**] Desplanques Y., Degallaix G., Genesis of the third-body at the pad-disc interface: case study of sintered metal matrix composite lining material, *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*, vol. 2, 2009, p. 25-32
- [**Desplanques et al. 09b**] Desplanques Y., Degallaix G., Interactions between third-body flows and localisation phenomena during high-energy railways stop-braking, *SAE International Journal of Passenger Cars - Mechanical Systems*, vol. 1, 2009, p. 1267-1275
- [**Desplanques et Degallaix 96**] Desplanques Y., Degallaix G., Qualification du tribomètre de freinage, Pôle Frein, rapport final convention de recherche Région Nord-Pas de Calais N°95-11-000-1,1996
- [**Dragan et al. 10**] Dragan A., David C.B., Branko V., Prediction of brake friction materials recovery performance using artificial neural networks, *Tribology International*, vol. 43, 2010, p. 2092–2099
- [**Dragan 10**] Dragan A., Neural network prediction of brake friction materials wear, *Wear*, vol. 268, 2010, p. 117–125
- [**Dufrénoy 03**] Dufrénoy P., Analyse et prédiction des comportements thermomécanique et dynamique de structures en contact frottant- Application au freinage , Habilitation à Diriger des Recherches , Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003
- [**Dufrénoy et al. 98**] Dufrénoy P., Panier S., Weichert D., Etude sur les points chauds dans les freins à disque ferroviaire, *Actes des Journées Européennes du Freinage*, Lille, 1998, p. 245-257
- [**Dutta et al. 02**] Dutta D., Mohan G., Chatterjee B., Krishnadas Nair C.G., Development of sintered metalloceramic friction material for the wheel brakes of a military transport aircraft, *Composites: Science and Technology* (ISBN 81-224-1251-3), New Delhi., 2002, p. 94- 114
- [**El-tayeb and Liew 09**] EL-Tayeb N.S.M., Liew K.W., On the dry and wet sliding performance of potentially new frictional brake pad materials for automotive industry, *Wear*, vol. 266, 2009, p. 275–287
- [**Eriksson and Jacobson 00**] Eriksson M., Jacobson S., Tribological surfaces of organic brake pads, *Tribology International*, vol. 33, 2000, p. 817–827
- [**Eriksson et al. 01**] Eriksson M., Lord J., Jacobson S., Wear and contact conditions of brake pads: Dynamical in situ studies of pad on glass, *Wear*, vol. 249, 2001, p. 272–278
- [**Eriksson et al. 02**] Eriksson M., Bergman F., Jacobson S., on the nature of tribological contact in automotive brakes, *Wear*, vol. 252, 2002, p. 26–36

- [**Eriksson et al. 99**] Eriksson M., Bergman F., Jacobson S., Surface characterisation of brake pads after running under silent and squealing conditions, *Wear*, vol. 232, 1999, p. 163–167
- [**Ertan and Yavuz 10**] Ertan R., Yavuz N., An experimental study on the effects of manufacturing parameters on the tribological properties of brake lining materials, *Wear*, vol. 268, 2010, p. 1524–1532
- [**Esswein Junior et al. 08**] Esswein Junior J.A.L., Arrieche F. E., Schaeffer L., Analysis of Wear in Organic and Sintered Friction Materials Used in Small Wind Energy Converters, *Materials Research*, Vol. 11, 2008, p. 269-273
- [**Evans and Trainor 90**] Evans R.E., Trainor J.T., acrylic fibers in non-asbestos friction materials, In 8th Annual SAE Brake Colloquium: Brake, Atlantic City, New Jersey, 15-17 oct 1990
- [**Fan and Lippmann 96**] Fan X., Lippmann H.X., Elastic-plastic buckling of plates under residual stress, *Advances in Engineering plasticity and its applications*, Amsterdam Pergamon Press, 1996, p. 95-100
- [**Fillip et al. 02**] Filip P., Weiss Z., Rafaja J., On friction layer formation in polymer-matrix composite materials for brake applications, *Wear*, vol. 252, 2002, p. 189–198
- [**Fischmeister et al. 78**] Fischmeister H.F., Artz E., Olsson L.R., Particle deformation and sliding during molding of spherical powders: a study by quantitative metallography, *Powder Metallurgy*, vol. 21, 1978, p. 179–187
- [**Fredon 06**] Fredon D., Aide-mémoire mathématiques (Intégrales définies, Analyse dans IR), juillet 2006, p. 52-53
- [**Friedrich 93**] Friedrich K., Wear models for multiphase materials and synergistic effects in polymeric hybrid composites, Part II : tribology of polymer composites, *Advances in Composites Tribology*, 1993, p. 209-270
- [**Gabilondo et al 07**] Gabilondo N., Lopez M., Ramos J.A., Echeverria J.M., Mondragon I., *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 90, 2007, p. 229–236
- [**Garbar 02**] Garbar I.I., Gradation of oxidational wear of metals, *Tribology International*, vol. 35, 2002, p.749–755
- [**Gardziella et al. 90**] Gardziella A., Schwieger K-H ., Adolphs P., Suren J., Meier B., Bindemittelgemisch, brevet allemand, n° DE 40 15 440 C I, 1990
- [**Gardziella et al. 99**] Gardziella A., Pilato L., Knop A., Phenolic Resins: Chemistry, Applications, Standardization, Safety, and Ecology, 2nd edition, Springer, 1999
- [**Garg et al. 00**] Garg B.D., Cadle S.H., Mulawa P.A., Groblicki P.J., Brake wear particulate matter emissions, *Environmental Science and Technology*, vol. 34, 2000, p. 4463–4469
- [**Gaussorgues 99**] Gaussorgues G., La thermographie infrarouge : principes, technologies et applications, chapitre III-partie camera IR, Edition Tec&Doc, 1999
- [**Geoffrey et al. 80**] Geoffrey K., William H., Sauflay Jr., Introduction to design and analysis: a student's handbook, 1980
- [**Godet 84**] Godet M., The third body approach, a mechanical view of wear, *Wear*, vol. 100, 1984, p. 437-452
- [**Gong et al. 85**] Gong K.C., Cheng Y.C., Huang Y.Y., The High temperature Resistance of Polymeric Brake Composites, ASME Wear of Materials Conference Proc., New York, 1985, p. 765-770
- [**Gopal et al. 94**] Gopal P., Dharani L.R., Blum F.D., Fade and wear characteristics of a glass fibre reinforced phenolic friction material, *Wear*, vol. 174, 1994, p. 119–127
- [**Gopal et al. 95**] Gopal P., Dharani L.R., Blum F. D., Load, speed and temperature sensitivities of a carbon-fiber-reinforced phenolic friction material, *Wear*, vol. 181–183, 1995, p. 913–920
- [**Gurunath et Bijwe 07**] Gurunath P.V., Bijwe J., Friction and wear studies on brake-pad materials based on newly developed resin, *Wear*, vol. 263, 2007, p. 1212–1219

- [Gustaffson 91]** Gustaffson S.E., Transient plan source technique for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials, *Revue of Scientific Instruments*, vol. 62, 1991, p. 797-804
- [Handa et Kato 96]** Handa Y., Kato T., Effects of Cu powder BaSO₄ and cashew dust on the wear and friction characteristics of automotive brake pads, *Tribology Transactions*, vol. 39, 1996, p. 346–353
- [Hanor 00]** Hanor J., Barite-celestine geochemistry and environments of formation, *Mineralogy*, vol. 40, 2000, p.193–275
- [Harper et al. 01]** Harper D., Wolcott M.P., Rials T.G., Evaluation of the cure kinetics of the wood/pMDI bondline, *International Journal of Adhesion & Adhesives*, vol. 21, 2001, p. 137-144
- [He 05]** He Y., Rapid thermal conductivity measurement with a hot disk sensor. Part I Theoretical considerations, *Thermochimica Acta*, vol. 436, 2005, p. 122-129
- [Hee 05]** Hee K.W., Filip P., Performance of ceramic enhanced phenolic matrix brake lining materials for automotive brake linings, *Wear*, vol. 259, 2005, p. 1088–1096
- [Hee et Filip 05]** Hee K.W., Filip P., Performance of ceramic enhanced phenolic matrix brake lining materials for automotive brake linings, *Wear*, vol. 259, 2005, p.1088–1096
- [Ho et al. 05]** Ho S.C., Chern Lin J.H., Ju C.P., Effect of fiber addition on mechanical and tribological properties of a copper/phenolic-based friction material, *Wear*, vol. 258, 2005, p. 861–869
- [Heussaff et al. 12]** Heussaff A., Dubar L., Tison T., Watremez M., Nunes R.F., A methodology for the modelling of the variability of brake lining surfaces, *Wear*, vol. 289, 2012, p. 145–159
- [Hong et al. 09]** Hong U.S., Jung S.L., Cho K.H., Cho M.H., Kim S.J., Jang H., Wear mechanism of multiphase friction materials with different phenolic resin matrices, *Wear*, vol. 266, 2009, p. 739-744
- [Ingo et al. 04]** Ingo G.M., D'Uffizi M., Falso G., Bultrini G., Padeletti G., Thermal and microchemical investigation of automotive brake pad wear residues, *Thermochimica Acta*, vol. 418, 2004, p. 61-68
- [Jacko et al. 84]** Jacko M.G., Tsang P.H.S., Rhee S.K., Automotive friction materials evolution during the past decade, *Wear*, vol. 100, 1984, p.503–515
- [Jacko et al. 89]** Jacko M.G., Tsang P.H.S., Rhee S.K., Wear debris compaction and friction film formation of polymer composites, *Wear*, vol. 133, 1989, p. 23– 38
- [Jacko and Rhee 92]** Jacko M.G., Rhee S.K., Brake linings and clutch facings, Kirk – Othmer encyclopedia of chemical technology, 4th edition, New York, Wiley, 1992
- [Jang et al. 04]** Jang H., Ko K., Kim S. J., Basch R. H., Fash J. W., The effect of metal fibers on the friction performance of automotive brake friction materials, *Wear*, vol. 256, 2004, p. 406-414
- [Jang and Kim 00]** Jang H., Kim S. J., The effects of antimony trisulfide Sb₂S₃ and zirconium silicate ZrSiO₄ in the automotive brake friction material on friction, *Wear*, vol. 239, 2000, p. 229–236
- [Jiang et al. 01]** Jiang G., Daehn G.S., Wagoner R.H., Inclusion particle size effects on the cyclic molding of powder composites, *Scripta Materialia*, vol. 44, 2001, p. 1117–1123
- [Jiang et al. 98]** Jiang J., Stott F.H., Stack M.M., The role of tribo particulates in dry sliding wear, *Tribology International*, vol. 31, 1998, p. 245–256
- [Kato and Magario 94]** Kato T., Magario A., the wear of aramid fiber reinforced brake pads : the role of aramid fibers, *Tribology Transactions*, vol.37, 1994, p.559-565
- [Kaynak and Tasan 06]** Kaynak C., Tasan C. C., Effects of production parameters on the structure of resol type phenolic resin/layered silicate nanocomposites, *European Polymer Journal*, vol. 42, 2006, p.1908–1921

- [**Kim et al 03**] Kim S.J., Kim K.S., Jang H., Optimization of manufacturing parameters for a brake lining using Taguchi method, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 136, 2003, p. 202–208
- [**kim et al. 08**] Kim Y. C., Cho M.H., Kim S.J., Jang H., The effect of phenolic resin, potassium titanate and CNSL on the tribological properties of brake friction materials, *Wear*, vol. 264, 2008, p. 204-210
- [**Kim et al. 06**] Kim S.J., Cho M.H., Cho K.H., Jang H., Complementary effects of solid lubricants in automotive brake lining, *Tribology International*, vol. 40, 2007, p. 15-20
- [**Kim and Jang 00**] Kim S.J., Jang H., Friction and wear of friction materials containing two different phenolic resins reinforced with aramid pulp, *Tribology International*, vol. 33, 2000, p. 477–484
- [**Koszkul and Kwiatkowski 06**] Koszkul J., Kwiatkowski D., Influence of annealing on dynamical mechanical properties of polyamide 6 /fiber glass composites, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 19, 2006, p. 16-20
- [**kovarik 97**] Kovarik L., Analysis of the surface layers formed on the semi metallic automotive brakes and characterization of their formation, PhD thesis, Southern Illinois University at Carbondale, 1997
- [**Kristkova 04**] Kristkova M., Filip P., Weiss Z., Peter R., Influence of metals on the phenol-formaldehyde resin degradation in friction composites , *Polymer Degradation and Stability*, vol. 84, 2004, p. 49-60
- [**Kryachek 05**] Kryachek V. M., Friction composites: Traditions & new solutions- parts 2, Composites materials, *Powder Metallurgy & Metal Ceramics*, vol. 44, 2005, p. 05-16
- [**Kumar and Bijwe 10**] Kumar M., Bijwe J., NAO friction materials with various metal powders: tribological evaluation on full scale inertia dynamometer, *Wear*, vol. 269, 2010, p. 826–837
- [**Kumar and Bijwe 10**] Kumar M., Bijwe J., Studies on reduced scale tribometer to investigate the effects of metal additives on friction coefficient – Temperature sensitivity in brake materials, *Wear*, vol. 269, 2010, p. 838-846
- [**Kumar and Bijwe 11**] Kumar M., Bijwe J., Non-asbestos organic (NAO) friction composites: Role of copper, its shape and amount, *Wear*, vol. 270, 2011, p. 269–280
- [**Kurt and Boz 05**] Kurt A., Boz M., Wear behavior of organic asbestos based and bronze based powder metal brake linings, *Materials and Design*, vol. 26, 2005, p. 717–721
- [**Kurt and Ates 07**] Kurt A., Ates H., Effect of porosity on thermal conductivity of powder metal materials, *Materials and Design*, vol. 28, 2007, p. 230-233
- [**Laden et al. 00**] Laden K., Guerin J. D., Watremez M., Bricout J. P., Frictional characteristics of Al-SiC composite brake discs, *Tribology Letters*, vol. 8, 2000, p. 237-247
- [**Lange et al.95**] Lange J., Toll S., Manson J-A.E., Residual stress build-up in thermoset films cured above their ultimate glass transition temperature, *Polymer*, vol. 36, 1995, p. 3135–3141
- [**Lee et al. 03**] Lee Y.K., Kim D.J., Kim H.J., Hwang T.S., Rafailovich M., Sokolov J., Activation energy and curing behavior of resol- and novolac-type phenolic resins by differential scanning calorimetry and thermogravimetric analysis, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 89, 2003, p. 2589–2596
- [**Leprè 97**] Lèprè N., Synthèse et élaboration d'un matériau composite pour garnitures de freins. Caractérisations physico-chimique et mécanique du matériau, thèse de doctorat, Université du Havre, 1997
- [**Liew and Nirmal 13**] Liew K.W., Nirmal U., Frictional performance evaluation of newly designed brake pad materials, *Materials and Design*, vol. 48, 2013, p.25-35
- [**Limpert 92**] R. Limpert, Brake design and safety. USA: SAE Publication Group; 1992;
- [**Lu et al. 02**] Lu Y., Tang C-F., Wright MA., Optimization of a commercial brake pad formulation, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, 2002, p.2498–2504

- [**Lu and Wright 88**] Lu Y., Wright, M. A., Optimizing friction formulation technique with emphasis on relational grade analysis. 45th International SAMPE symposium, May 21–25, 2000, p. 1972–1978
- [**Majcherczak 03**] Majcherczak D., Etude thermique d'un contact glissant : approche numérique et expérimentale, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003
- [**Morshed and Haseeb 04**] Morshed M.M., Haseeb A.S.M.A., Physical and chemical characteristics of commercially available brake shoe lining materials: a comparative study, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 155-156, 2004, p. 1422-1427
- [**Magnier 13**] Magnier V., Colliat J-B., Dufrenoy P., Multi-Scale Modeling of Friction Materials Taking into Account the Porosity: Consequence on the Squeal, *Eurobrake conference*, 2013
- [**Mutlu et al. 06**] Mutlu I., Eldogan O., Findik F., Tribological properties of some phenolic composites suggested for automotive brakes, *Tribology International*, vol. 39, 2006, p. 317-325
- [**Nam et al. 99**] Nam J.D., Seferis J.C., Yoon S.C., A viscoelastic study of glass transition and degradation process of phenolic resin/carbon fiber composite, *Korean Journal of Rheology*, vol. 11, 1999, p. 9–17
- [**Natarjan et al. 06**] Natarjan V., Vijayarangan S., Rajendran I., Wear behaviour of A356/25SiC_p aluminium matrix composites sliding against automobile friction material, *Wear*, vol. 261, 2006, p. 812-822
- [**Newcomb 60**] Newcomb T.P., Temperatures reached in friction clutch transmissions, *Journal of Mechanical Engineering Science*, vol. 2, 1960, p. 273-287
- [**NFT 51-004, 78**] Pièces moulées à base de phénoplastes- détermination des matières solubles dans l'acétone, norme française, NFT 51-004, AFNOR, Paris La Défense(1978)
- [**Nicholson 95**] Nicholson G., Fact about friction: a friction material manual, almost all you need to know about manufacturing, P&W Price Enterprises, Inc., Croydon, 1995
- [**Österle et al. 01**] Österle W., Griepentrog M., Gross Th., Urban I., Chemical and microstructural changes induced by friction and wear of brakes, *Wear*, vol. 251, 2001, p. 1469–76;
- [**Österle et al. 01**] Österle W., Urban I., Severin D., Trepte S., Correlations between surface modification and tribological performance of brake pads, *Surface Engineering*, vol. 17, 2001, p. 123–125
- [**Österle and Urban 04**] Österle W., Urban I., Friction layers and friction films on PMC brake pads, *Wear*, vol. 257, 2004, p. 215–226
- [**Österle et al. 09**] Österle W., Dörfel I., Prietzel C., Rooch H., Cristol A.L., Degallaix G., Desplanques Y., A comprehensive microscopic study of third body formation at the interface between a brake pad and brake disc during the final stage of a pin-on-disc test, *Wear*, vol. 267, 2009, p. 781–788
- [**Österle et al. 10**] Oesterle W., Prietzel C., Dmitriev A.I., Investigation of surface film nanostructure and assessment of its impact on friction force stabilization during automotive braking, *International journal of materials research*, vol. 101, 2010, p. 669-675
- [**Oesterle and Dmitriev 10**] Oesterle W. and Dmitriev A.I., Functionality of conventional brake friction materials - Perceptions from findings observed at different length scales, *Wear*, vol. 271, 2011, p. 2198-2207
- [**Pajani 89**] Pajani D., Mesure par thermographie infrarouge, ISBN 2-9504171-0-8, ADD Editeur, 1989
- [**Panier et al. 04**] Panier S., Dufrénoy P., Weichert D., An experimental investigation of hot spots in railway disc brakes, *Wear*, vol. 256, 2004, p. 764–773

- [Paris 11] Paris C., Étude et Modélisation de la Polymérisation Dynamique de Composites à Matrice Thermodurcissable, thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011
- [Pena et al. 06] Pena C., Martin M.D., Tejado A., Labidi J., Echeverria J.M., Mondragon I., *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 1013, 2006, p. 2034–2039
- [Quinn et al. 84] Quinn F., Sullivan J.L., Rowson D.M., Origins and development of oxidational wear at low ambient temperatures, *Wear*, vol. 94, 1984, p. 175–191
- [Rahman 98] Rahman M.M., Thermomechanical modelling of powder molding process, PhD thesis, University Kebangsaan Malaysia, Bangi, 1998
- [Ravikiran and Jahanmir 01] Ravikiran A., Jahanmir S., Effect of contact pressure and load on wear of alumina, *Wear*, vol.251, 2001, p. 980–984
- [Reghunadhan et al. 01] Reghunadhan Nair C.P., Bindu R.L., Ninan K.N., Thermal characteristics of addition-cure phenolic resins, *Polymer Degradation and Stability*, vol. 73, 2001, p. 251-257
- [Rhee 74a] Rhee S. K., Friction properties of a phenolic resin filled with iron and graphite sensitivity to load, speed and temperature, *Wear*, vol. 28, 1974, p. 217-281
- [Rhee 74b] Rhee S.K., Wear mechanisms for asbestos-reinforced automotive friction materials, *Wear*, vol. 29, 1974, p.391–203
- [Rhee et al. 91] Rhee S.K., Jacko M.G., Tsang P.H.S., The role of friction film in friction, wear and noise of automotive brakes, *Wear*, vol. 146, 1991, p.89-97
- [Roussette et al 02] Roussette O., Desplanques Y., Degallaix G., Avoine J., Gallo Y., Comportement tribologique en freinage à haute énergie de garniture en matériaux organiques, Actes des Journées Internationales Francophones de Tribologie, 2001, p. 36-48
- [Roussette et al 03] Roussette O., Desplanques Y., Degallaix G., Thermal representativity of tribological reduced-scaled testing, *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 331, 2003, p.343-349
- [Roussette 05] Roussette O., *Etude tribologique de couples de matériaux sous sollicitations de freinage très sévères, Application à un frein à performance améliorées*, thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lille, 2005
- [Saffar et al. 12] Saffar A., Shojaei A., Effect of rubber component on the performance of brake friction materials, *Wear*, vol. 274-275, 2012, p. 286-297
- [Salamone 96] Salamone J.C., *Polymeric Materials Encyclopedia*, vol.7, CRC Press, Boca Raton, 1996
- [Sallit et al. 98] Sallit I., Richard C., Adam R., Robbe-Valloire F., Characterization methodology of a tribological couple: metal matrix composites/brake pads, *Materials Characterization*, vol. 40, 1998, p. 169–188,
- [Sanders et al. 01] Sanders P.G., Dalka T.M., Basch R.H., A reduced-scale brake dynamometer for friction characterization, *Tribology International*, vol. 34, 2001, p. 609-615
- [Satapathy and Bijwe 04] Satapathy B. K., Bijwe J., Performance friction materials based on variation in nature of organic fibers – Part I. Fade and recovery behavior, *Wear*, vol.257, 2004, p. 573–584
- [Satapathy and Bijwe 06] Satapathy B. K., Bijwe J., Composite friction materials based on organic fibres : sensitivity of friction and wear to operating variables, *Composites Part A*, vol. 37, 2006, p. 1557-1567
- [Scieszka 80] Scieszka S.F., Tribological phenomena in steel-composite brake material friction pairs, *Wear*, vol. 64, 1980, p. 367–378
- [Severin and Dörsch 01] Severin D., Dörsch S., Friction mechanism in industrial brakes, *Wear*, vol. 249, 2001, p. 771–779
- [Severin and Musiol 95] Severin D., Musiol F., Der Reibprozeß in trockenlaufenden mechanischen Bremsen und Kupplungen, *Konstruktion*, vol. 47, 1995, p. 59–68
- [Shackelford 06] Shackelford J.F., *Introduction to Materials Science for Engineers*, 3rd edition, Macmillan, 1992, p.435-437

- [**Shojaei 06**] Shojaei A., A numerical investigation on the cure characteristics of railroad composite brake blocks during the compression molding process, *International Polymer Processing*, vol. 21, 2006, p. 421–431
- [**Shorowordi et al. 04**] Shorowordi K. M., Haseeb A., Celis J.P., Velocity effects on the wear, friction and tribochemistry of aluminum MMC sliding against phenolic brake pad, *Wear*, vol. 256, 2004, p. 1177-1178
- [**Simm and Fretis 89**] Simm W., Freti S., Abrasive wear of multiphase materials, *Wear*, vol. 129, 1989, p. 105-121
- [**Spurr 72**] Spurr R. T., Fillers in Friction Materials, *Wear*, vol. 22, 1972, p. 367-409
- [**Talib et al. 03**] Talib R.J., Muchtar A., Azhar C.H., Microstructural characteristics on the surface and subsurface of semi metallic automotive friction materials during braking process, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 140, 2003, p. 694–709
- [**Thevenet et al. 10**] Thevenet J., Siroux M., Desmet B., Measurements of brake disc surface temperature and emissivity by two-colour pyrometry, *Applied Thermal Engineering*, vol. 30, 2010, p. 753–759
- [**Trotignon et al. 94**] Trotignon J.P., Verdu J., Piperaud M., Dobraczynski A., Précis de matières plastiques - structures, propriétés, mise en œuvre et normalisation, 2^{ème} Edition, Afnor-Nathan, 1994
- [**TS 555 92**] TS 555. Highway vehicles, brake systems, brake pads for frictional brake. Ankara: TSE; 1992 in Turkish
- [**Uetz and Föhl 78**] Uetz H., Föhl J., Wear as an energy transformation process, *Wear*, vol. 49, 1978, p. 253-264
- [**Upadhyaya 97**] Upadhyaya G.S., Powder Metallurgy Technology, Cambridge International Science Publishing, 1997
- [**Uyyuru et al. 07**] Uyyuru R.K., Surappa M.K., Brusethaug S., Tribological behavior of Al-Si-SiCp composites/automobile brake pad system under dry sliding conditions, *Tribology International*, vol. 40, 2007, p. 365-373
- [**Wang et al. 95**] Wang X-M., Riedl B., Geimer R.L., Christiansen A.W., The effects of temperature and humidity on phenol-formaldehyde resin bonding, *Wood Science and Technology*, vol. 29, 1995, p. 253-266
- [**Wang et al. 05**] Wang M., Wei L., Zhao T., A novel condensation–addition-type phenolic resin (MPN): Synthesis, characterization and evaluation as matrix of composites, *Polymer*, vol. 46, 2005, p. 9202–9210
- [**Wirth et al. 94**] Wirth A., Eggleston D., Whitaker R., A fundamental tribochemical study of the third-body layer formed during automotive friction braking, *Wear*, vol. 179, 1994, p. 75–81
- [**Williams et al. 85**] Williams R. J. J., Rojas A. J., Marciano J. H., Ruza M. M., Hack H. G., General trends in the curing of thermosets in heated molds, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 24, 1985, p. 243
- [**Wolfrum and Ehrenstein 99**] Wolfrum J., Ehrenstein G.W., Interdependence between the curing, structure and the mechanical properties of phenolic resins, *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 74, 1999, p. 3173–3185
- [**Yun et al. 10**] Yun R., Filip P., Lu Y., Performance and evaluation of eco-friendly brake friction materials, *Tribology International*, vol. 43, 2010, p. 2010-2019.

MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE ORGANIQUE POUR GARNITURES DE FREIN : ANALYSE DES LIENS ENTRE LE PROCEDE D'ELABORATION, LA MICROSTRUCTURE, LES PROPRIETES ET LE COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE

Résumé :

Les matériaux composites organiques pour garniture de frein à friction sont le fruit d'une élaboration complexe, composée d'une succession d'étapes (mélange de constituants, préformage à froid, moulage à chaud, post-cuisson) ce qui rend difficile la maîtrise du lien entre procédé, propriétés et comportement de ces matériaux en particulier du fait des synergies entre les constituants formant le mélange d'une part, et entre la composition et le procédé de fabrication d'autre part. Les travaux de thèse se sont focalisés sur deux étapes de fabrication, le moulage à chaud et la post cuisson, avec l'objectif de mieux comprendre l'influence de certains paramètres du procédé de fabrication sur les performances des matériaux : la température et la durée de moulage à chaud, la durée de post cuisson. L'analyse a porté sur la compréhension des liens entre la microstructure, les propriétés, le comportement tribologique et les mécanismes de frottement et d'usure, par le biais d'une démarche expérimentale fondée sur des formulations simplifiées de matériaux ainsi que sur des essais d'usure élémentaires, spécifiques aux sollicitations de freinage.

Mots clés : matériau composite à matrice organique, garniture de frein, moulage à chaud, post cuisson, frottement et usure, freinage par friction

ORGANIC MATRIX COMPOSITE MATERIALS FOR BRAKE LININGS: ANALYSIS OF RELATIONSHIPS BETWEEN MANUFACTURING PROCESS, MICROSTRUCTURE, PROPERTIES AND TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR

Abstract:

Organic composite friction materials for brake lining result from a complex elaboration made up of successive stages (mixture of constituents, cold preforming, hot molding, post-curing) that makes difficult the mastery of the link between process, properties and behaviour of friction material, especially because of synergies between constituents on one hand, and between composition and manufacturing process on the other hand. Two manufacturing stages were involved in this study, the hot molding and the post-curing, with the aim of a better understanding of the influence of certain parameters of the manufacturing process: the temperature and the duration of hot molding, and the duration of post-curing. The analysis has focused on the understanding the relationship between microstructure, properties, tribological behaviour and friction and wear mechanisms of materials. The experimental approach was based on the development of simplified formulations of friction material, and on an elementary wear test specifically designed for braking loadings.

Key-words: organic matrix composite material, brake lining, hot molding, post curing, friction and wear, braking by friction