



Faculté des Sciences
Département de Physique

Année 2008

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

**Etude du comportement en frottement et usure
des matériaux céramiques Al_2O_3 et ZrO_2**

Option: Matériaux Avancés

Par

Malika LABIDI

DIRECTEUR DE MEMOIRE: Youcef BERRICHE Prof. C.U. Souk-Ahras

DEVANT LE JURY:

Président:

Abdelhamid SOUHI M.C Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Examineurs:

Seddik BOURAS Pr. Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Farid GHELDANE M.C Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Rachid MERABTINE M.C Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le laboratoire LAMA de l'Université Badji-Mokhtar de Annaba sous la direction de Monsieur Youcef Berriche, Professeur au département de Physique. Je tiens à le remercier vivement et lui rendre un grand hommage pour son encouragement, ses conseils précieux et l'aide efficace qu'il m'a apportée tout au long de ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je tiens à remercier Monsieur Abdelhamid SOUJHI Maître de Conférences à l'Université de Annaba, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Seddik BOURAS, Professeur à l'Université de Annaba, à Monsieur FARID GHELDANE Maître de Conférences à l'Université de Annaba, et Monsieur RACHID MERABTINE Maître de Conférences à l'Université de Annaba, pour avoir accepté de faire partie du jury et examiner mon mémoire de magister.

Je remercie très sincèrement tous les membres de l'Equipe des Matériaux Avancés, et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à avancer cette étude et pour leurs encouragements.

Je remercie également les responsables du département de physique pour l'aide qu'ils m'ont apportée lors de la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce mémoire à mes parents qui ont sacrifié leur vie pour notre éducation et surtout à ma très chère et tendre mère.

Mes sœurs et mes frères.

Mes meilleurs vœux aussi à:

Toutes mes amies.

Résumé

L'objectif de cette étude est de déterminer les propriétés mécaniques (dureté, ténacité) et le comportement en frottement et usure des matériaux céramiques.

Pour réaliser ce travail, on a fait quelques essais sur deux échantillons des céramiques de type oxyde: l'oxyde de l'aluminium (alumine) Al_2O_3 et l'oxyde de zirconium (zircone) ZrO_2 .

Nous avons utilisé la méthode de l'indentation Vickers pour déterminer la dureté et la ténacité des deux échantillons, c'est une méthode simple, qui se base sur un pénétrateur en diamant sous forme pyramidale à base carrée, et un angle de 136° , on le met sur la surface polie d'échantillons à une charge de 100 à 1000 gf, le chargement complet est normalement appliqué pendant 10 à 15 seconde. Cette opération provoque une empreinte microscopique sur la surface, et des fissures intérieures et extérieures, on peut calculer la dureté et la ténacité par le calcul de la moyenne de ces fissures à l'aide des relations théoriques données par des anciens chercheurs.

Pour étudier le comportement tribologique de notre échantillons, nous avons fait des expériences de frottement d'où on a utilisé une polisseuse, et une balance analytique de grande précision (10^{-4} g), sous les même condition et la même charge, à sec, et à une température ambiante à l'aide d'un papier abrasif de carbure de silicium (SiC) n°220, les résultats obtenus montre que la résistance à l'usure de la zircone (ZrO_2) est plus faible que celle de l'alumine, donc l'alumine est plus dure que la zircone, c'est ce que nous avons prouvé pour les tests d'indentation, d'où on a trouvé les résultats de la dureté et la ténacité de l'alumine 7,40GPa et $13,12 \text{ MPam}^{1/2}$ et pour la zircone 8,20 Gpa et $8,93 \text{ MPam}^{1/2}$.

Abstract

The aim of this study is to determine the mechanical properties (hardness, tenacity) and the behavior in friction and wear of two ceramic materials; the alumina Al_2O_3 and the oxide zirconia ZrO_2 . Vickers method of indentation is used to determine the hardness and the tenacity of the two samples method, which is based on a diamond penetrated in pyramidal form and with a square base, and an angle of 136° , on the polished surface of the samples with a load from 100 to 1000 gf. The complete loading is normally applied during 10 to 15 seconds. This operation causes a microscopic print on the surface, and internal and external cracks. Hardness and tenacity were calculated from the average of these cracks, using the theoretical relations published in literature.

To study the tribological behavior of our samples, we made friction experiments with a polishing machine (SiC n°220), and an analytical balance of high degree of accuracy (10-4g), under the same conditions and the same load, dry, and under room temperature. The results obtained show that the resistance to wear of the zirconia (ZrO_2) is weaker than that of l' alumina. Therefore the alumina is harder than zirconia. The hardness and the tenacity of alumina, 7,40 GPa and $13,12 \text{ MPam}^{1/2}$ and for the zirconia 8,20 Gpa and $8,93 \text{ MPam}^{1/2}$, respectively.

المخلص

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد الخصائص الميكانيكية (الصلابة، التشبث، الإحتكاك و التآكل)، و السلوك المبدئي إزاء الإحتكاك للمواد الخزفية.

من أجل إتمام هذه الدراسة أجريت بعض التجارب على نوعين من أنواع السيراميك من نوع الأكسيد: أكسيد الألمنيوم (الألومين) Al_2O_3 و أكسيد الزيركونيوم (الزيركون) ZrO_2 حيث قمنا باستعمال طريقة تسنين فيكرس للتعرف على صلابة و تشبث العيّنات المستعملة، وهي طريقة بسيطة، تعتمد على تطبيق ضاغط على شكل هرم، ذو قاعدة مربعة، يطبق على الجهة المصقولة للعيّنة بدلالة الحمولة المطبقة، والتي أخذت بين 100 إلى 1000 gf، حيث أنّ التحميل الكامل يطبق خلال 10 إلى 15 ثانية، هذه العملية تحدث طبعة مرئية مجهرية على السطح، بها تشققات داخلية و خارجية، قياس معدل أطوال هذه التشققات في المراجع العلمية يسمح بحساب صلابة و تشبث العيّنة باستعمال علاقات معطاة نظرياً.

و من أجل دراسة السلوك التروبولوجي لهذه العيّنات أجريت تجارب الإحتكاك حيث قمنا باستعمال آلة صاقلة و ميزان إلكتروني حساس بدقة $(10^{-4} g)$ ، حيث قمنا بالمحافظة على نفس الشروط و نفس الحمولة، كما حافظنا على جفاف العيّنات و درجة الحرارة العادية، باستعمال ورق نازف مكوّن من كريبير السيليسيوم (SiC) رقم 220. نتائج هذه التجارب بيّنت أنّ تآكل الزيركون كان أسرع من الألومين، إذن مقاومة الألومين للإحتكاك أكبر من الزيركون، وهذا ما أثبتته النتائج الأولى حسب تسنين فيكرس، حيث سجلت قيم الصلابة و التشبث للألومين على التوالي $7,40GPa$ و $13,12 MPam^{1/2}$ ، في حين عامل الصلابة و التشبث للزيركون كان على التوالي $8,20GPa$ و $9,83MPam^{1/2}$.

LISTE DES FIGURES

Figures	Titre	Page
I-1	<i>Les types de liaisons.</i>	9
I-2	Structure chimique d'alumine	10
I-3	Structure chimique de la zircone	11
I-4	Structure diamant	12
I-5	Structure chimique de carbure de silicium	12
I-6	Structure hexagonal de l'alumine.	14
I-7	Facteur d'intensité de contrainte de l'alumine en fonction de la température.	16
I-8	Variation de la contrainte à la rupture (flexion 4 points) de l'alumine avec la température.	16
I-9	Variation de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles.	17
I-10	la zircone cubique.	17
I-11	Représentation de l'environnement de l'ion zirconium des phases de la zircone.	18
I-12	l'empreinte provoquée par l'indenteur.	20
I-13	Schématisation de la séquence de formation de fissures sous l'action d'un indenteur Vickers: (1) empreinte du diamant Vickers; (2) fissure médiane; (3) fissure half penny; (4) fissure radiale primaire, (5) fissure radiale secondaire; (6) fissure latérale.	21
I-14	Représentation schématique d'une empreinte Vickers et les fissures radiales qui permettent de calculer K_{IC} .	22
II-1	Schéma décrivant les relations entre le frottement, l'usure et la lubrification	24
II-2	Schémas des quatre modes d'usure abrasive : découpe, fatigue, fracture et arrachage de grain, extraits de.	26
II-3	Amorçage de fissure sous la surface frottée à partir de défauts ou d'impureté du matériau.	29
II-4	Procédé de transfert de matière par adhésion.	30
II-5	Influence de la porosité et de la taille des grains sur l'endommagement d'une céramique	32

II-6	Correspondance entre : (a) un essai de traction sous la contrainte d'une éprouvette contenant un défaut de taille t, et (b) la propagation d'une fissure de taille t à l'arrière du contact glissant d'une sphère contre un plan.	33
II-7	Mécanismes d'usure douce (ductile) et sévère (fragile) des céramiques.	34
II-8	Mécanismes d'usure au sein du contact métal-céramique : tribo-oxydation du film de transfert métallique et endommagement thermique de la céramique	36
II-9	Evolution du facteur d'usure et du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement.	38
II-10	Usure de l'inconel contre l'alumine en fonction de la charge.	38
III-1	échantillon d'alumine pour l'essai d'indentation.	41
III-2	échantillon de zircone pour l'essai d'indentation.	41
III-3	Une finisseuse.	41
III-4	échantillon d'alumine pour l'essai de frottement.	42
III-5	échantillon de zircone pour l'essai de frottement.	42
III-6	Microduromètre Vickers Matsuzawa MXT70 de la série MXT70	43
III-7	Table du Microduromètre Vickers Matsuzawa MXT70	44
III-8	Principe de mesure des diagonales de l'empreinte.	44
III-9	pénétration de l'indenteur	45
III-10	molette pour changer les charges	45
III-11	polisseuse tournante à différentes vitesses	47
III-12	balance analytique de (10^{-4} g) de précision.	47
IV-1	Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge	49
IV-2	Variation de la longueur des fissures 2C (μm) en fonction de la charge (N)	51
IV-3	Variation de la ténacité ($\text{MPam}^{1/2}$) en fonction de la charge (N).	52
IV-4	Variation du facteur d'intensité de contrainte critique en fonction de la longueur des fissures C (μm).	52

LISTE DES FIGURES

IV-5	variation de la dureté Vickers (GPa) en fonction de la charge appliquée (N).	53
IV-6	Variation de la dureté Vickers est en fonction de la longueur moyenne des diagonales.	54
IV-7	Variation de la longueur moyenne des diagonales d (μm) en fonction de la charge	54
IV-8	Variation de la longueur des fissures $2C$ (μm) en fonction de la charge (N).	55
IV-9	Variation de K_{Ic} en fonction de la charge (N)	56
IV-10	Variation de K_{Ic} en fonction de la longueur des fissures $2C$	56
IV-11	Variation de la dureté Vickers H_v en fonction de la charge appliquée (N)	57
IV-12	Variation de la dureté Vickers H_v est en fonction de la longueur moyenne des diagonales d (μm).	58
IV-13	Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)	58
IV-14	variation de la longueur des fissures $2C$ en fonction de la charge (N)	59
IV-15	Variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la charge (N)	60
IV-16	Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge (N)	60
IV-17	variation de la perte en masse (g) en fonction de la charge (N)	62
IV-18	variation de la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m).	63
IV-19	la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)	64
IV-20	la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)	65
IV-21	la perte en masse (m) en fonction du temps (s)	67
IV-22	la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m)	68
IV-23	la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)	69
IV-24	la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)	70
IV-25	comparaison de la perte en masse (m) en fonction du temps (t) entre Al_2O_3 et ZrO_2 .	71

LISTE DES FIGURES

IV-26	comparaison de la perte en masse (m) en fonction de la distance parcourue (m) entre Al_2O_3 et ZrO_2 .	72
IV-27	comparaison perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s) Al_2O_3 et ZrO_2	72
IV-28	comparaison perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m) Al_2O_3 et ZrO_2 .	73

LISTE DES PHOTOS

Photos	Titre	Page
IV-1	les différentes empreintes	50
IV-2	structure de l'alumine avant l'essai de frottement.	61
IV-3	structure de l'alumine après l'essai de frottement.	66
IV-4	structure de la zircone avants l'essai de frottement.	66
IV-5	structure de la zircone après l'essai de frottement.	71
IV-6	Différents types des fissures selon la charge d'indentation.	74

LISTE DES SYMBOLES

σ	Contrainte appliquée	(MPa)
σ_f	Contrainte à la rupture	(MPa)
E	Module de Young	(GPa)
L	Longueur de l'échantillon	(mm)
B	Largeur de l'échantillon	(mm)
W	Epaisseur de l'échantillon	(mm)
P	Force appliquée	(N)
U_e	Variation d'énergie de déformation élastique	(J)
σ_f	Contrainte à la rupture	(MPa)
ν	Coefficient de poisson	
γ_s	L'énergie de surface.	(J/m ²)
SZ	La Zirconne stabilisée	
PSZ	La Zirconne Partiellement stabilisée	
D	Diamètre de particule	(μm)
H	Dureté	(MPa)
H_v	Dureté Vickers	(MPa)
K_{IC}	Ténacité	(MPa m ^{1/2})
$d_1 \text{ et } d_2$	Diagonales de l'empreinte	(μm)
a	Longueurs de fissures	(μm)
C	Longueurs moyennes de fissures	(μm)
P	Charge appliquée	(N)
P_f	Charge à la rupture	(N)
V	Volume d'usure	(mm ³)
μ	Coefficient de frottement	
τ_j	Contrainte de cisaillement	(MPa)
Δm	Perte en masse	(mg)
R_a	Rugosité	(μm)

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
<u>CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</u>	
I-1-Les céramiques	3
I-1-1- Définition	3
I-1-2- Les grandes caractéristiques des céramiques.....	3
I-1-3- Les domaines d'applications	4
I-2-L'élaboration et la mise en forme des céramiques	4
I-2-1- Les poudres	4
I-2-2- La préparation.....	4
I-2-3- La caractérisation des poudres	5
I-2-4- Le conditionnement des poudres.....	5
I-2-5- La mise en œuvre d'une céramique massive.....	6
a- La mise en forme d'une pièce à vert.....	6
b - Le frittage d'une pièce mise en forme.....	6
I-2-6- Les revêtements céramiques	7
I-3- Les céramiques structurales et fonctionnelles	7
I-3-1- Les céramiques structurales.....	7
I-3-2- Les céramiques fonctionnelles.....	8
I-4- structures des céramiques	8
I-4-1- Microstructure des céramiques.....	9
I-4-1-1- Céramiques ioniques et covalentes.....	9
I-4-1-2- Les céramiques ioniques.....	9
I-4-1-3- Les céramiques covalentes.....	10

I-4-2- Les céramiques ioniques simples.....	10
I-4-2-1- L'alumine.....	10
I-4-2-2- La zircone cubique (ZrO ₂).....	11
I-4-3- Les céramiques covalentes simples.....	11
I-4-3-1- Le diamant.....	11
I-4-3-2- Le carbure de silicium.....	12
I-5- Applications des Céramiques.....	12
I-6- Caractérisations générales des céramiques.....	13
I-7- Caractérisation mécanique des céramiques.....	14
I-8- Généralités sur les matériaux de l'étude.....	14
I-8-1- Céramique type oxyde.....	14
a- L'alumine.....	14
a-1- Utilisation.....	15
a-2- Intérêt et propriétés.....	15
b- La zircone ou oxyde de zirconium (ZrO ₂).....	17
b-1- Utilisation.....	19
b-2- Intérêts.....	19
b-3- La zircone métastable tétragonale.....	20
I-9- Caractérisation mécanique des matériaux céramiques.....	20
I-9-1- Indentation Vickers.....	20
I-9-2- Dureté Vickers.....	21
I-9-3- La ténacité.....	22
I-10- Conclusion.....	23

CHAPITRE II : LA TRIBOLOGIE DES CERAMIQUES

II-1. Introduction	24
II-2. Tribologie des céramiques	25
II-3. Les principaux modes d'usure	25
II-4. Usure par abrasion, érosion ou cavitation	26
II-4-1. Usure abrasive	26
II-4-2. Usure par érosion.....	27
II-4-3. Usure par cavitation.....	27
II-4-4. Usure par fatigue et délamination.....	28
- Influence de l'oxygène.....	28
- Fissuration en sous couche.....	28
II-4-5.Usure adhésive.....	29
II-4-6-Usure corrosive.....	31
II-5- frottement et usure des céramiques	31
II-6. Critères de rupture	31
II-7. Frottement céramique-céramique non lubrifié	33
- Influence de la température.....	34
- Influence de l'humidité.....	34
II-8. Frottement métal-céramique non lubrifié	35
- Influence de la température.....	36
- Influence de l'humidité.....	36
II-9- Comportement du 3^{ème} corps	36
II-9-1. Paramètres influençant l'usure des céramiques.....	37
a. Influence de la charge et de la vitesse.....	37
b- Influence de la taille des grains.....	39
II-10- Conclusion	39

CHAPITRE III : METHODES EXPERIMENTALES ET TECHNIQUES DE MESURES

III-1- Description et préparation des échantillons	40
III-1-1- Description des matériaux étudiés	40
III-1-1-1- Alumine	40
III-1-1-2- Zircone	40
III-2- Préparation des échantillons	40
III-2-1- pour l'indentation Vickers	40
III-2-2- étude de frottement et usure	41
III-3- description des techniques de mesures	42
III-3-1- description de la dureté Vickers	42
III-3-1-1- caractéristiques de l'appareil	42
III-3-1-1-1- microduromètre Matsuzawa de série MXT70	42
III-3-1-1-2- procédé de mesure	43
III-3-1-2- principe de calcul	44
a- dureté Vickers	44
b- la ténacité	46
III-3-2- détermination de frottement et usure des céramiques	46
III-3-2-1- caractéristiques des appareilles utilisées	46
III-4-Conclusion	48

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV-1- Introduction	49
IV-2- Indentation Vickers	49
IV-2-1- Cas de l'alumine	49
a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)	49
b- Variation de la longueur des fissures $2C$ (μm) en fonction de la charge (N)	51
c- Variation de la ténacité K_{Ic} ($\text{MPam}^{1/2}$) en fonction de la charge (N)	52

d- Variation de la ténacité en fonction de la longueur des fissures C (μm).....	52
e- Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge appliquée.....	53
IV-2-2- Cas de la zircone.....	54
a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N).....	54
b- Variation de la longueur des fissures 2C (μm) en fonction de la charge (N).....	55
c- Variation de K_{Ic} en fonction de la charge (N).....	56
d- Variation de K_{Ic} en fonction de la longueur des fissures 2C.....	56
e- Variation de la dureté Vickers H_v en fonction de la charge appliquée (N).....	57
IV-2-1-1- Comparaison des résultats obtenus.....	58
a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N).....	58
b- Variation de la longueur des fissures 2C en fonction de la charge (N).....	59
c- Variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la charge (N).....	60
d- Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge (N).....	60
IV-3 frottement et usure.....	61
IV-3-1 Cas de l'alumine.....	61
a- la perte en masse en fonction du temps.....	62
b- la perte en masse en fonction de la distance parcourue.....	63
c- la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s).....	64
d- la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m).....	65
IV-3-2- Cas de la zircone.....	66
a- la perte en masse (g) en fonction du temps (s).....	67
b- la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m).....	68
c- la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s).....	69
d- la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m).....	70
IV-3-3- Comparaison des courbes de frottement et usure.....	71
a- la perte en masse (g).....	71
b- perte en masse cumulée.....	72

IV-4-Analyse des différents types des fissures	73
Conclusion générale	75
Références bibliographiques	77

Introduction générale

Les céramiques sont des matériaux très anciens, et si de façon courante, on les associe aux produits de terre cuite connus depuis le néolithique, les "tuiles" de la navette spatiale sont en céramique... C'est à dire si ce matériau accompagne l'histoire de l'humanité, d'hier à demain et à l'heure actuelle, son emploi s'avère indispensable dans pratiquement tous les domaines de l'activité humaine.

Les céramiques techniques sont présentes dans les secteurs nucléaires, aéronautiques et spatiaux, informatiques et électroniques, médicaux par exemple. Bien connues du grand public, les céramiques dites " traditionnelles " sont représentées par exemple, par la porcelaine, la faïence, la poterie, ou encore les tuiles et briques, les carreaux de sols et murs et les céramiques sanitaires, et contribuent au confort de notre vie quotidienne.

Par définition, les céramiques sont des matériaux non métalliques, non organiques, et qui sont obtenus par l'action de fortes températures.

Les progrès extraordinaires de la science des matériaux ont élargi le champ des propriétés potentiellement riches en applications : propriétés électriques, magnétiques, optiques, piézoélectriques, mécaniques, nucléaires... et la nature des matières premières, des oxydes et des non oxydes (carbures et nitrures), produits de l'industrie chimique.

Si à l'origine, l'argile, silicate d'alumine hydratée (SiO_2 Al_2O_3 H_2O) constituait la matière première fondamentale pour la fabrication des céramiques décoratives, de carreaux, de sanitaires et de quelques réfractaires, l'emploi de nouvelles matières premières naturelles ou synthétiques de type alumine frittée, silice, composés silico-alumineux ou silico-magnésiens (cordiérite, mullite, stéatite) a favorisé l'essor des céramiques techniques. Les progrès de la chimie ont élargi le choix des atomes. Ces derniers, les alcalino-terreux, le carbone, l'azote ont permis de développer des phases nouvelles : oxynitride, sialon, carbure.... utilisés dans les céramiques de pointe. La notion de matière première a donc beaucoup évolué. Il s'agit de matériaux ayant subi une préparation extrêmement complexe.

Dans les dernières décennies, l'essor des céramiques techniques a été remarquable. En effet, leurs hautes performances, même à température élevée, permettent des applications là où les métaux ont atteint leur limite. Ainsi, l'utilisation de ces nouveaux matériaux en remplacement des métaux dans ces applications s'impose en vertu des propriétés intéressantes qu'elles offrent.

Parmi les caractéristiques exceptionnelles des céramiques en trouve:

1. faible réactivité chimique, bonne tenue aux corrosions;
2. haute température de fusion ou de décomposition;
3. haute dureté;
4. hauts modules d'élasticité;
5. charge à la rupture élevée;
6. bas coefficient de frottement, bonne résistance à l'usure.

Cependant, le problème majeur présenté par les céramiques est leur fragilité, c'est à dire une tendance à se rompre brutalement, sans déformation plastique appréciable. Ce caractère fragile rend leur utilisation délicate par crainte de manque de fiabilité dû essentiellement à une grande sensibilité aux défauts d'élaboration tels que la porosité. Le présent mémoire se compose de quatre parties :

La première partie comporte une étude bibliographique dans laquelle on fait appel aux matériaux céramiques et leurs caractéristiques principales. Dans la deuxième partie, nous présentons la tribologie des matériaux céramiques et les mécanismes de frottement et d'usure d'une manière générale et plus particulièrement ceux des céramiques. Un bref rappel des propriétés des matériaux utilisés dans cette étude sera présenté en fin de cette deuxième partie. Dans la troisième partie, nous présentons les matériaux étudiés : élaboration et préparation des échantillons pour les essais d'indentations et les essais de frottement ainsi que les techniques de mesure (dispositif de frottement et usure) et les méthodes d'observation et d'analyse des fissures dans notre étude. Dans la quatrième partie, nous analysons les résultats expérimentaux et les propriétés mécaniques de l'alumine et la zircon et leur résistance à l'usure.

Chapitre I

Etude

bibliographique

I-1-Les céramiques

I-1-1- Définition

La racine grecque du mot céramique est Kéramos qui signifie argile. On trouvera dans le dictionnaire la définition du mot "céramique" : objet issu de la cuisson d'une terre argileuse qui peut être émaillée ou vitrifiée en surface pour donner de la faïence, de la porcelaine... Si l'étude des produits issus de la cuisson d'une pâte argileuse (porcelaine, briques, tuiles...) ou non (produits cimentaires) peut être l'objet d'un thème de recherche des céramistes, le thème "céramique" a été largement étendu. Tout d'abord aux oxydes réfractaires, dont Al_2O_3 , SiO_2 qui peuvent être issus de la cuisson de la pâte argileuse, puis à d'autres composés réfractaires tels que les carbures, nitrures, borures, et même jusqu'au carbone et à ses dérivés: carbone et graphite aggloméré, diamant, DLC (Diamond Like Carbon ou carbone adamantin), pyrocarbone, électrodes prégraphitiques...

Tous ces matériaux, dits céramiques, sont des matériaux non organiques (hors précurseurs carbonés et liants), non métalliques (ce qui correspond à la meilleure définition des céramiques) et qui peuvent éventuellement englober les verres qui sont essentiellement des oxydes ou halogénures non cristallisés, mais qui ne présentent pas d'ordre à grande distance.

I-1-2- Les grandes caractéristiques des céramiques

Les matériaux céramiques présentent une caractéristique essentielle par rapport à d'autres matériaux, les atomes ou constituants de leur réseau cristallin sont en général très solidement liés entre eux par des liaisons fortes.

Dans la majorité des céramiques oxydes (Al_2O_3 , ZrO_2 , UO_2 , TiO_2 ...) les liaisons sont du type ionique. Les cations métalliques cèdent leurs électrons aux anions d'oxygène. Il n'y a pas à priori d'électrons disponibles jusqu'à des températures élevées pour la conductibilité électronique. Il en découle des particularités remarquables générales dues à ce type de liaison: température de fusion élevée, inertie chimique, barrière thermique, grande dureté accompagnée malheureusement de son corollaire : une grande fragilité. On trouve une partie de ces particularités dans les céramiques de type carbures, nitrures, borures et jusque dans certains composés du carbone : les liaisons entre atomes sont fortes de type covalent, les électrons des constituants étant mis en commun pour assurer cette liaison. Les forces interatomiques sont moins élevées que dans les liaisons ioniques, mais on retrouve les principales caractéristiques : une température de fusion élevée, l'inertie chimique et, en général, une

grande dureté. Par contre, les caractéristiques d'isolation thermique et de non conductibilité électrique peuvent être moins marquées (en particulier pour certains carbones).

I-1-3- Les domaines d'applications

L'ensemble de ces propriétés remarquables conduit à des domaines d'applications privilégiés : composants soumis à des températures élevées, outils de coupe, pièces d'usure, filières, matrices, creusets et becs de coulée de métaux en fusion.... On parlera pour ces applications de céramiques structurales.

Mais les céramiques peuvent aussi présenter pour des compositions, des structures spécifiques, des caractéristiques autres que mécaniques et thermiques.

Certaines céramiques peuvent être conductrices ioniques, supraconductrices, avoir un comportement de semi-conducteur, peuvent présenter des caractéristiques ferro- et piézoélectriques, magnétiques, optiques, physico-chimiques remarquables. On parlera pour ces applications de céramiques fonctionnelles.

Pour leurs différents types d'applications, les céramiques structurales et fonctionnelles sont élaborées et étudiées dans des laboratoires régionaux sous forme de poudres (ou solides divisés) qui sont mises en forme et frittées, de revêtements ou de composés massifs. Les recherches peuvent avoir un caractère fondamental mais elles sont principalement ciblées sur l'optimisation de l'application structurale ou fonctionnelle visée.

I-2-L'élaboration et la mise en forme des céramiques

I-2-1- Les poudres

Si l'on excepte les revêtements de surface obtenus par voie chimique ou à partir de gaz, les céramiques sont utilisées directement sous forme de poudres : pour l'élaboration de pièces massives ou de revêtements céramiques, ou encore en dispersion de poudres (ou fibres) céramiques dans une matrice comme renfort.

I-2-2- La préparation

C'est une étape importante et parfois un passage obligé pour la mise en œuvre d'une céramique massive ou d'une céramique utilisée comme renfort dans une matrice. Les caractéristiques de la poudre peuvent conditionner les propriétés du produit fini qu'il s'agisse de poudres abrasives, de poudres pour la catalyse, de poudres en vue d'une compaction par frittage pour obtenir un produit massif, en vue d'une dispersion dans une matière métallique,

céramique, organique, en vue de l'alimentation d'un dispositif de projection thermique pour des revêtements...

Les poudres sont élaborées à partir de précurseurs par deux types de procédés qualifiés de voie sèche (calcination, pyrolyse, broyage mécanique...) et de voie humide (précipitation à partir d'une solution, d'un sel fondu, coprécipitation, procédé sol-gel).

Une trentaine de laboratoires a été recensée pour l'étude des céramiques. Plus de la moitié étudie ou dispose de moyens d'élaboration de fibres ou de poudres par voie sèche, par voie humide et plus particulièrement par le procédé sol-gel.

I-2-3- La caractérisation des poudres

Les poudres sont caractérisées par des techniques traditionnelles de mesure de densité, granulométrie, surface spécifique, composition, structure cristallographique si nécessaire... mais aussi, selon la vocation ou les thèmes de recherches du laboratoire, par les mesures de propriétés physiques spécifiques, les propriétés magnétiques par exemple.

Plusieurs laboratoires régionaux ont une activité dédiée aux techniques de fabrication de poudres ou de solides divisés, à l'étude de certaines de leurs caractéristiques mécaniques pour des abrasifs par exemple, physiques, physico-chimiques comme les réactions de surface, l'oxydation, l'évolution structurale au cours des traitements thermiques. Dans les autres laboratoires, les poudres fabriquées sont destinées à la préparation de produits massifs, dépôts, dispersion dans une matrice, dont l'étude des propriétés est l'un des thèmes de recherche du laboratoire dans le domaine des céramiques.

I-2-4- Le conditionnement des poudres

Les poudres doivent être conditionnées pour être mises en œuvre industriellement. Le conditionnement est étudié par plusieurs laboratoires.

Il peut concerner la sphéroïdisation des poudres ou leur agglomération en agrégats grâce à des dispositifs d'atomisation séchage. Cette géométrie permet de contrôler et d'assurer une alimentation homogène des matrices (pour la fabrication de comprimés avant frittage), des dispositifs de projection de poudres (pour revêtements) ou pour mise en lit fluidisé (dans certaines applications). Outre la géométrie, l'agglomération permet de préparer, par mélange de poudres, la composition "macroscopique" souhaitée.

Le conditionnement peut également être relatif à la dispersion homogène des poudres dans une solution, dans un liant fluide, hydraulique pour les matériaux cimentaires, dans une pâte. Ce stade concerne les préparations pour le remplissage de moules, la préparation de

barbotines pour produire des céramiques. Il est étudié par plusieurs laboratoires qui regardent plusieurs aspects liés aux interactions entre particules, à leur non agglomération, à la formulation de la solution, aux adsorptions en surface... Ces études peuvent viser la mise au point de modèles.

Le conditionnement peut relever enfin de l'étude de la rhéologie de ces solutions, fluides ou pâtes complexes, multicomposants pour certaines applications dont le remplissage de moules, le coulage en barbotine, le coulage en bandes... Ce stade est étudié par différents laboratoires pour fabriquer des céramiques. Les aspects fondamentaux de la rhéologie de ces systèmes sont plus particulièrement étudiés et modélisés dans un laboratoire grenoblois avec notamment des applications à la fabrication de tuiles, brique ou de matériaux cimentaires.

I-2-5- La mise en œuvre d'une céramique massive

a- La mise en forme d'une pièce à vert

Avant le frittage qui permettra d'obtenir par chauffage une céramique massive, les particules de poudre enrobées ou non d'un liant, voire d'additifs, sont comprimées dans une matrice qui préfigure la forme définitive de la pièce frittée. Le produit issu de la compression est appelé "comprimé", "pièce à vert" ou "cru". La compression permet de mettre en contact les particules de poudres, de diminuer la porosité et de donner une tenue mécanique au produit avant frittage. Cette étape de compression peut conditionner les caractéristiques du produit fini. Son étude nécessite la connaissance de la comprimabilité (aptitude à la compaction) de la poudre, la répartition des porosités et de l'alignement des particules sous l'effet de la pénétration et du retrait de l'outil de compression, du frottement sur les parois de la matrice. Cette étape fait l'objet de recherches qui visent à modéliser le procédé en vue d'un frittage ultérieur pour réaliser des outils de coupe, des pièces d'usure en céramique... ou en vue de la fabrication d'excipients pour l'industrie pharmaceutique.

b - Le frittage d'une pièce mise en forme

Après un déliantage éventuel et grâce à des mécanismes de diffusion en surface et aux joints de grains qui permettent le transport d'atomes et qui sont activés thermiquement (ou au moyen d'autres additifs facilitant ce processus), le frittage permet la densification des comprimés, tout d'abord par soudage des grains de poudre, puis par diminution progressive de la taille des porosités. Le frittage est généralement effectué à une température voisine des 2/3 de la température absolue de fusion. Il permet d'atteindre des densités de l'ordre de 95 %

de la densité théorique, densités très proches ou égales à la densité théorique sous l'effet d'une pression ou d'une compression isostatique.

Une dizaine de laboratoires régionaux disposent d'installations de frittage, avec notamment la compression isostatique à chaud. Elles permettent la réalisation de produits obtenus par frittage naturel, sous atmosphère, sous charge, en phase liquide, par frittage-réaction, par sinter-hip (High Isostatic Pressure ou compression isostatique à chaud)...

Les études peuvent concerner les mécanismes du frittage et leurs aspects «métallurgiques». Elles ont pour objectif la modélisation des mécanismes en vue, notamment, d'apprécier les retraits résultant de la densification du comprimé pour obtenir une pièce frittée avec des dimensions proches des cotes désirées. Elles visent aussi la modélisation des conditions de frittage (température, pression, atmosphère...) pour obtenir un design des microstructures les mieux adaptées à l'application visée.

Mais les installations de frittage permettent le plus souvent d'obtenir des produits massifs destinés à l'étude d'une propriété spécifique, structurale ou fonctionnelle, qui constitue l'un des thèmes de recherche du laboratoire. C'est le cas par exemple des céramiques de type structural où l'on vise une bonne résistance mécanique pour des pièces de structure ou des outils de coupe. C'est le cas également pour des applications de type fonctionnel : ferro et piézoélectrique, diélectrique, conduction ionique supraconductivité...

I-2-6- Les revêtements céramiques

Les dépôts de céramique peuvent conférer à la surface d'un substrat quelconque des propriétés spécifiques permettant d'éviter sa dégradation : durcissement, barrière thermique ou barrière à la corrosion. Ils peuvent également apporter des propriétés fonctionnelles : optiques, optoélectroniques, magnétiques, électriques ... Dans ce cas, le substrat n'intervient que comme support passif.

Ces propriétés ouvrent des perspectives d'applications très importantes.

I-3- Les céramiques structurales et fonctionnelles

I-3-1- Les céramiques structurales

Les céramiques possèdent par rapport aux métaux et alliages des avantages incontestables grâce à leur température de fusion élevée, à leur relative inertie chimique, à leur grande dureté accompagnée d'une bonne résistance à l'usure, à l'abrasion... Aussi, les alumine, zircone, sialons (oxynitrides à base de silicium et d'aluminium) et autres oxydes, les nitrides de silicium, d'aluminium, de bore, de titane, les carbures de silicium, de tungstène, de

titane, les carbones type DLC, les composites carbone/carbone... sont des matériaux d'excellence pour leur résistance, notamment à chaud (dans une atmosphère appropriée), à différentes sollicitations d'ordre mécanique. Leurs applications vont des composants type pièces d'usure, outils de coupe, filières, poinçons... jusqu'aux prothèses biomédicales en passant par les aubes de turbine et des composants des moteurs d'avions, des propulseurs... Mais leur durée de vie peut être limitée par leur fragilité. Cette fragilité est intrinsèque. Elle résulte de la force des liaisons inter-atomiques qui limite la mobilité des dislocations. Or, dans les métaux, c'est cette mobilité des dislocations qui véhiculent la déformation qui conduit à la plasticité. Aussi, à la différence des métaux et alliages qui peuvent s'accommoder des concentrations locales de contraintes par relaxation plastique, les céramiques résistent ou cassent par ouverture et propagation d'une fissure.

I-3-2- Les céramiques fonctionnelles

La pureté, la composition, les additions spécifiques, la microstructure, peuvent conférer aux céramiques des propriétés physiques ou physico-chimiques remarquables et leur permettre d'assurer une fonction spécifique.

I-4- structures des céramiques

Les matériaux céramiques ont des propriétés électroniques et mécaniques remarquables par rapport aux métaux et aux polymères, comme nous avons déjà dit dans la partie précédente les céramiques ont une haute température de fusion, et une dureté importante, on peut expliquer cela par la structure électronique, autrement dit les types des liaisons chimiques qui sont en général ioniques ou covalentes (iono-covalent), on ne trouve pas tous les électrons de valence des éléments en présence, donc il n'y a pas d'électrons libres, ce qui rend les céramiques de mauvais conducteurs électriques et thermiques.

Les liaisons ioniques et covalentes sont des liaisons stables et fortes, et grâce à leur stabilité, les céramiques réagissent mieux aux effets de l'environnement, elles possèdent une grande inertie chimique et ne sont pas sujettes à la dégradation par corrosion comme le sont les métaux. Et puisque leur liaison est forte, ces matériaux ont une rigidité importante (module de Young élevée).

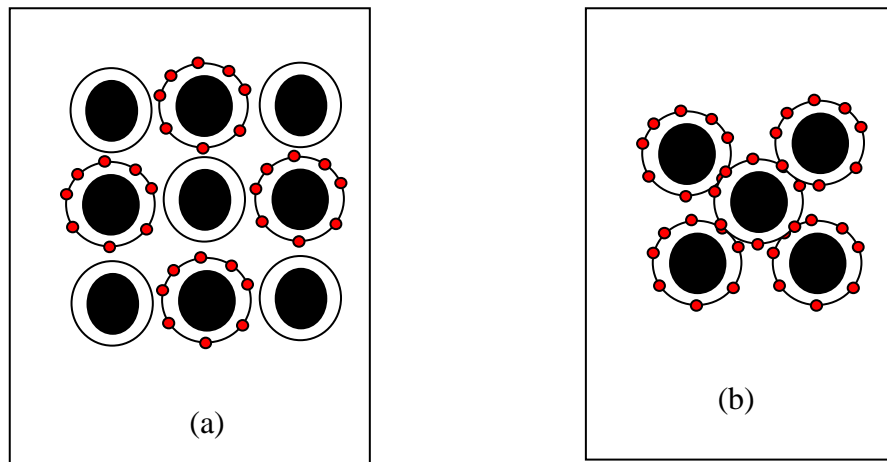


Figure I-1- les types de liaisons (a) Liaison ionique, (b) liaison covalente

I-4-1- Microstructure des céramiques

On peut séparer les céramiques en deux grandes classes, suivant qu'elles sont cristallines ou amorphes.

I-4-1-1- Céramiques ioniques et covalentes

On différencie les céramiques à caractère majoritairement covalent et celles à caractère majoritairement ionique dans leurs liaisons atomiques.

I-4-1-2- Les céramiques ioniques

Elles sont composées d'un métal et d'un non-métal, exemples :

- Chlorure de Sodium (NaCl)
- Magnésie (MgO)
- Alumine (Al_2O_3)
- Zircon (ZrO₂)

L'attraction électrostatique entre charges de signes opposés constitue la source principale de liaison. Les ions adoptent un empilement dense afin de minimiser les distances entre charges de signes opposés. Cet empilement est aussi contrôlé par une restriction que les charges de même signe ne se touchent pas. La structure de ce type de céramique est généralement cristalline.

I-4-1-3- Les céramiques covalentes

Elles sont composées de deux non-métaux ou d'éléments purs. Exemples :

- Silice (SiO_2)
- Diamant (C)
- Silicium (Si)

La cohésion du solide est assurée par la présence de liaisons covalentes, c'est-à-dire le partage des atomes avec ses voisins. L'énergie est minimum, non par le développement d'un empilement dense comme pour les céramiques ioniques, mais par la formation de chaînes, feuilletés ou réseaux. Les céramiques à liaisons covalentes sont plus fréquemment amorphes.

I-4-2- Les céramiques ioniques simples

La plupart des céramiques ioniques de formules AB ont une structure proche de celle du chlorure de sodium (NaCl) qui est utilisé comme sel de table.

I-4-2-1- L'alumine

L'alumine est une céramique structurale utilisée dans les outils de coupe et les meules.

Sa structure cristallographique est constituée d'un empilement HC d'ions oxygène avec des ions Al^{3+} situés dans les sites octaédriques. La structure HC présente un site octaédrique et deux sites tétraédriques (comme les CFC).

Les ions Al^{3+} sont entourés par 6 ions O^{2-} , mais pour que le cristal soit électroneutre, le nombre d'ions Al correspond au remplissage des 2/3 des sites. Deux sites sont donc vacants.

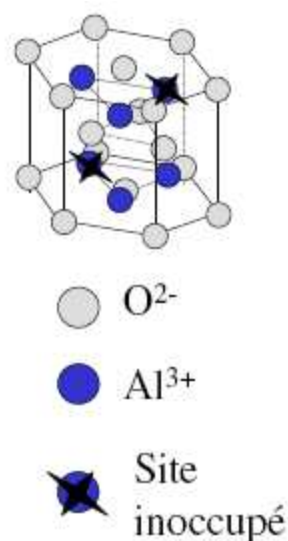


Figure I-2-Structure chimique d'alumine

I-4-2-2- La zircone cubique (ZrO_2)

La zircone est une céramique de plus en plus répandue industriellement. Sa structure cristalllographique est constituée d'un empilement CFC de Zirconium, avec des ions O^{2-} dans les sites tétraédriques.

Comme il existe 2 sites tétraédriques par atome de réseau, la formule de la zircone est ZrO_2 .

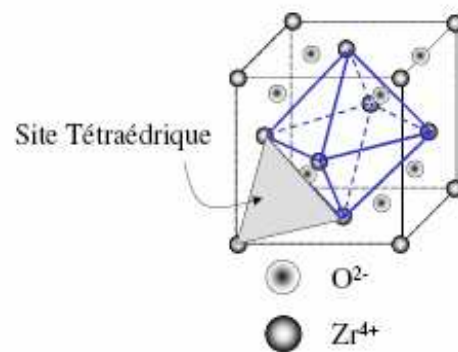


Figure I-3- Structure chimique de la zircone

I-4-3- Les céramiques covalentes simples

I-4-3-1- Le diamant

Le diamant est la céramique covalente type, utilisée pour sa résistance à l'usure mécanique.

Chaque atome est lié à 4 voisins. Il se trouve au centre d'un tétraèdre et ses 4 liaisons sont dirigées vers les 4 sommets du tétraèdre. La densité du diamant est relativement faible (3.52) car les atomes de carbones sont peu massifs. Cette densité, très supérieure à celle du graphite (2.25), traduit cependant un état bien ordonné.

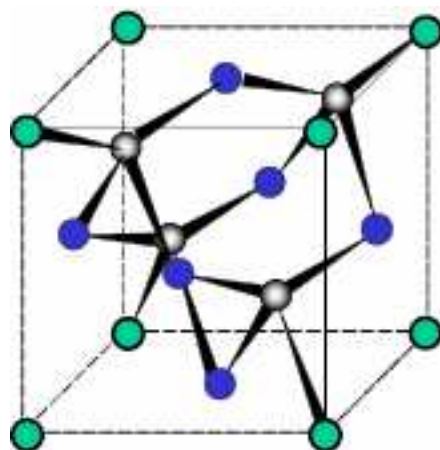


Figure I-4- Structure diamant.

I-4-3-2- Le carbure de silicium

Le carbure de silicium (SiC) a une structure proche du diamant, on remplace un atome de carbone sur 2 par du silicium.

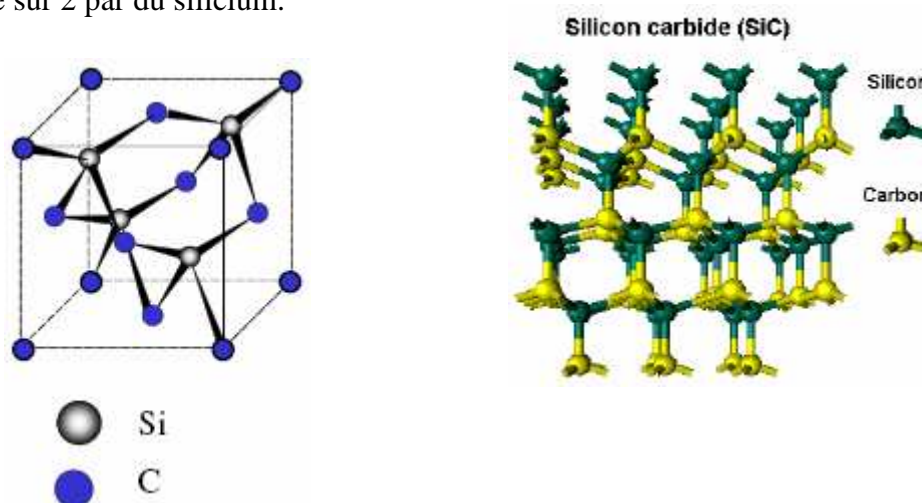


Figure I-5- Structure chimique de carbure de silicium.

Remarque

Après le diamant, les carbures de silicium sont une des substances les plus dures.

I-5- Applications des Céramiques

Les progrès accomplis dans la conception et la fabrication de nouvelles microstructures ont permis aux céramistes d'imaginer des classes entières de matériaux nouveaux dont les propriétés exceptionnelles ne sont égalées par aucun autre matériau métallique ou organique. De ce fait, les céramiques ont joué et continueront à jouer un rôle

important, voire critique, dans le développement des produits nouveaux, des procédés de fabrication originaux et dans l'industrie toute entière.

La résistance à l'usure et les qualités de frottement des céramiques en font des matériaux de choix, non seulement pour les outils de coupe [1] et pour les pièces de frottement et d'usure, mais également pour les prothèses chirurgicales, par exemples : les prothèses de la hanche[2, 3,4].En électronique [5,6] les céramiques sont utilisées en tant que pièces pour mémoires magnétiques, sans lesquels la rapidité des ordinateurs modernes n'aurait pu être atteinte ou dans un grand nombre de substrats. Les céramiques thermomécaniques sont en train de prendre une place grandissante de part leur potentiel d'usage à des températures supérieures à celles des métaux, de leurs alliages et des super alliages [7, 8, 9].

L'exemple le plus spectaculaire de ce type d'application correspond à celui des moteurs et turbines où les expériences d'augmentation des températures de fonctionnement ont conduit à de multiples études [10, 11, 12, 13, 14].

I-6- Caractérisations générales des céramiques

Les domaines d'application des matériaux céramiques sont vastes, même à température élevée si on les compare aux métaux, c'est grâce à leurs propriétés suivantes :

- Haut module d'élasticité (Young).
- Masse volumique faible.
- Température de fusion (ou de décomposition) élevée.
- Faible conductivité électrique et thermique.
- Faible réactivité chimique, bonne tenue aux corrosions.
- Grande dureté, mais associée à une fragilité incontestable.
- Bonne résistance à la compression.
- Bas coefficient de frottement et bonne résistance à l'usure.
- Mauvaise tenue aux chocs.
- Faible résilience.

Mais ils sont des matériaux fragiles, donc on trouve une absence de ductilité. Cette fragilité constitue l'inconvénient commun à toutes les céramiques et impose des limitations dans les techniques de fabrication et d'emploi, mais en revanche, au niveau atomique, les caractéristiques qui rendent fragile les céramiques sont en même temps celles qui leur confèrent les propriétés désirées de dureté, réfractarité, résistance chimique ...etc. Les avantages et les inconvénients sont deux aspects de même phénomène de base.

I-7- Caractérisation mécanique des céramiques

Les propriétés mécaniques des matériaux céramiques sont en général: le module de Young (E), la dureté (H), la ténacité (K_{IC}), la résistance à la rupture (σ_f). Chaque propriété a sa méthode de caractérisation. La dureté et la ténacité des céramiques peuvent être déterminées par la technique d'indentation Vickers.

I-8- Généralités sur les matériaux de l'étude

I-8-1- Céramique type oxyde

Les matériaux que nous avons utilisés dans cette étude sont des céramiques de type oxyde. Pour nous familiariser avec ce type de matériaux, nous allons faire une description générale du principe d'élaboration ainsi que la nature de ces matériaux et ces propriétés, leur résistance à l'usure, et leur perte en masse.

a- L'alumine

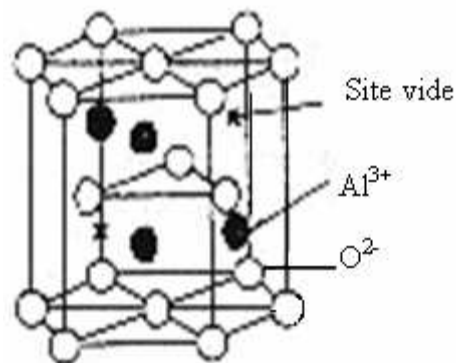


Figure I-6- Structure hexagonale de l'alumine.

L'oxyde de l'aluminium Al_2O_3 naturel diversement coloré, est une céramique de type oxyde qu'on l'utilise dans des domaines où on ne peut pas utiliser d'autres métaux rigides comme l'acier, à cause de ses propriétés et surtout sa réfractarité. La matière la plus importante des matières premières pour sa production est la bauxite (alumine hydratée $Al(OH)_3$). Elle est faite de 25% en poids des roches de la surface terrestre, souvent sous forme de silicate, et d'un pourcentage important de pierres précieuses (rubis et saphir).

L'alumine peut se présenter sous plusieurs formes cristallographiques dont la plus stable est l'alumine α appelée aussi corindon [15]. Elle se cristallise dans le système rhomboédrique, qui se présente généralement dans un repère hexagonal. La structure de l'alumine α est faite d'un assemblage hexagonal compact d'atome d'oxygène O^{2-} suivant une

périodicité ABAB, les atomes d'aluminium Al^{3+} occupent deux sites octaédriques sur trois, le tiers restant est constitué de sites vacants suivant les (figure I-2 et I-6).

a-1- Utilisation

On utilise l'alumine dans plusieurs domaines, on la trouve dans les domaines :

Mécanique : outils de coupe et de forage (en particulier pour les applications sévères où de hautes vitesses d'usinage sont souhaitées), abrasion (sous forme de poudres, ou agglomérés, et liés entre eux sous forme de meules, de papiers abrasifs...), frottement et usure (joints de robinetterie, joints de pompe à eau d'automobile, guide - fils pour l'industrie textile), joints d'étanchéité, buses, paliers, roulements, abrasif.

Thermomécanique : turbines, moteurs, aubes, soupapes, tuyères.

Thermique : fibres réfractaires

Électronique : isolant (substrats et boîtiers), pour Al_2O_3 conduction ionique, transmission
Optique, sonde à oxygène (conductivité ionique) Al_2O_3 , permet dans le cas de circuits d'interconnexion sur substrat d'espacer les conducteurs de 50 mm seulement.

Biomédical : implants, ciment, prothèses dentaires et articulaires.

Chimique: membranes minérales pour les procédés de microfiltration et d'ultrafiltration, emploi d'alumine à porosité très fine pour l'enrichissement isotopique de l'uranium par diffusion gazeuse, ceci s'est étendu à la séparation eau / huile, osmose inverse, filtration du lait, stérilisation du vin.

Optique : éclairage, fenêtres transmission IR.

Nucléaire : protections.

Militaire : blindage, détection, écrans thermiques.

a-2- Intérêt et propriétés : légèreté, propriété de transfert thermique, de leur résistance au choc thermique et à la rupture, charge à la rupture 200 - 400 MPa, haute température de fusion, capables de résister aux agressions des hautes températures (fluage, corrosion), module d'élasticité 400 GPa, bas coefficient de dilatation ($8.10^{-6} K^{-1}$) entre 20 et 800°C, dureté de 1800 Vickers, fragile, isolant électrique, médiocre conducteur thermique [16], transparent à la lumière visible et résistant à la plupart des attaques chimiques, ténacité notable $3,5 MPa m^{1/2}$, un emploi jusqu'à 1700°C, grains céramiques très durs, bio-inertes, forte dilatations thermiques, elle à un point de fusion très élevé, il est de 2050 °C, et avec l'augmentation de la température les performances mécaniques chutent assez vite.

Suivant la (figure I-7) qui montre la variation de la ténacité en fonction de la température [17] on remarque que la ténacité diminue jusqu'à 600 °C puis elle continue la diminution quand la température augmente, à 1400 °C, la valeurs de K_{Ic} est de l'ordre de 1 $\text{MPam}^{1/2}$, c'est une valeur très faible.

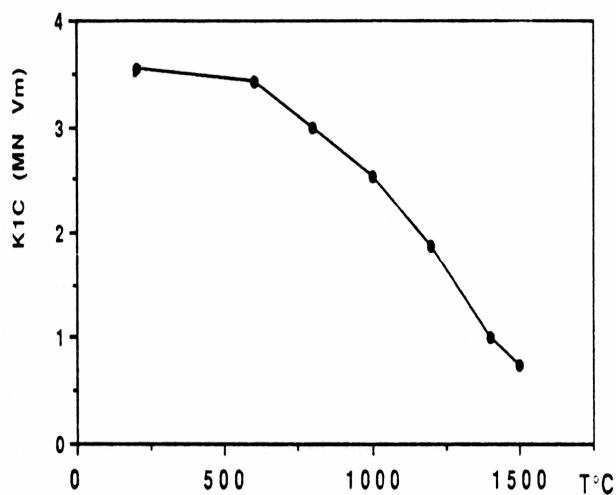


Figure I-7- Facteur d'intensité de contrainte de l'alumine en fonction de la température [17].

La figure I-8 montre les variations de la contrainte à la rupture en fonction de la température [18]. On remarque qu'elle reste pratiquement constante jusque vers 1000 °C, au delà de cette température cette caractéristique se dégrade.

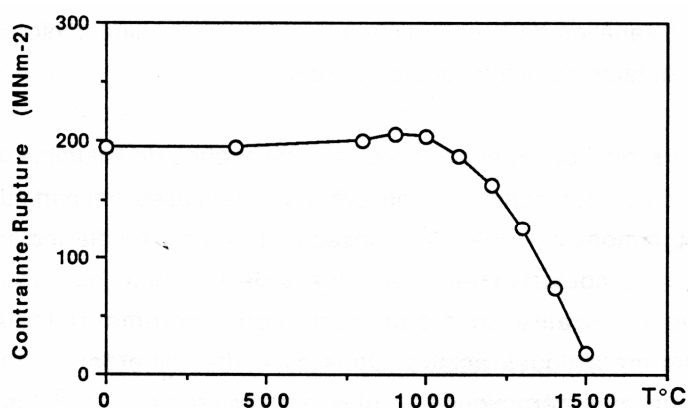


Figure I-8- Variation de la contrainte à la rupture (flexion 4 points) de l'alumine avec la température [18].

En outre, il faut signaler que les propriétés de l'alumine dépendent beaucoup des défauts existants, (porosité, microfissures). La figure I-9 montre un exemple de variation de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles [20].

Par contre, plusieurs études [21] ont montré que l'alumine présente un bon comportement en tribologie ainsi qu'en coupe.

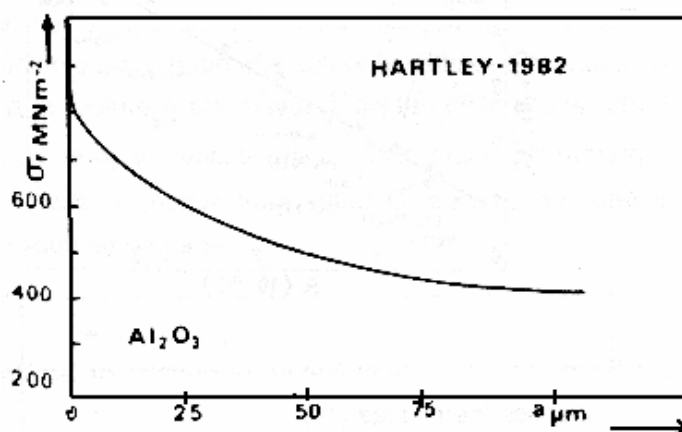


Figure I-9- Variation de la contrainte à la rupture d'alumine contenant des défauts de différentes tailles [20].

En conclusion, on notera que les caractéristiques de l'alumine sont souvent trop modestes pour certaines applications potentielles en particulier, comme matériau thermomécanique. Mais à cause de son faible coût, elle sert toujours comme un matériau de référence pour les composites à fibres et à dispersoïdes possédant ses avantages (neutralité chimique, corrosion, frottement) mais avec des paramètres mécaniques accrus.

b- La zircone ou oxyde de zirconium (ZrO_2)

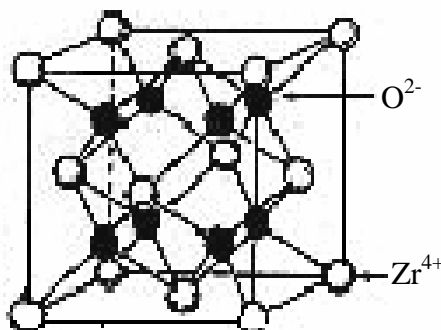


Figure I-10- la zircone cubique

La zircone est également l'un des matériaux céramiques de type oxyde les plus étudiés et est utilisé dans de nombreux domaines. Ces principales propriétés sont un fort indice de réfraction, une bonne conductivité ionique, un polymorphisme à température ambiante, une très bonne résistance mécanique et une très importante réfractarité. Il est également important de noter que contrairement à la silice, la zircone n'existe pas sous forme amorphe et cristallise spontanément.

La zircone existe à pression atmosphérique sous trois variétés polymorphiques, les phases monoclinique, tétragonale et cubique. La forme naturelle de la zircone (baddeleyte), stable à faible température est cristallisée dans le système monoclinique. A 1170°C est se transforme en phase tétragonale et devient cubique à partir de 2370°C. Cette dernière forme est stable jusqu'à sa température de fusion qui est de 2680°C [22].

La phase cubique est de type fluorine (groupe d'espace Fm3m) et présente un ion Zr^{4+} au centre d'un cube parfait de huit anions oxyde, que l'on peut considérer comme la somme de deux tétraèdres réguliers identiques. La structure de la variété quadratique (groupe d'espace P42/nmc) dérive de celle de la phase cubique et est obtenue par une distorsion du réseau de la fluorine, l'atome de zirconium est toujours en coordinence 8 mais le cube anionique est cette fois déformé. Enfin, la structure de la variété monoclinique correspond également à une déformation de la structure fluorine et admet le groupe d'espace P21/c. Cette fois, l'atome de zirconium prend une coordinence de 7. Une représentation schématique de ces différentes structures est donnée en figure I-11.

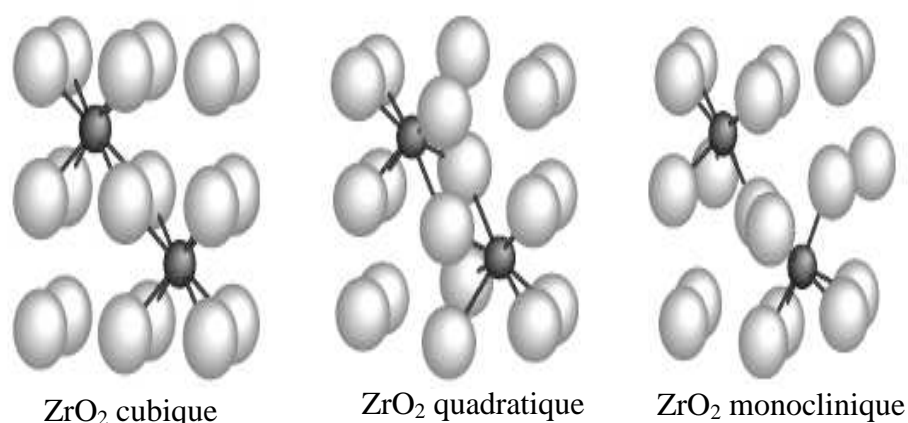


Figure I-11- Représentation de l'environnement de l'ion zirconium des phases de la zircone [22].

La transition de phase cubique vers quadratique est displacive avec un déplacement des atomes d'oxygène le long de l'axe c, ce qui n'induit que peu de contraintes au sein du

matériau. Par contre la transition quadratique vers monoclinique est de type martensitique et s'accompagne d'une augmentation importante du volume spécifique de la maille (de 3 à 5%). Cette importante différence de volume de la maille a des conséquences catastrophiques pour un matériau massif. Cela induit en effet lors du passage de la température de transition une très importante fissuration du matériau ce qui peut conduire à sa ruine complète. C'est pourquoi la zircone pure n'est jamais utilisée pour des applications thermomécaniques. Pour pallier cet inconvénient, la zircone peut être stabilisée à basse température dans sa phase quadratique ou cubique par l'ajout d'un dopant, généralement des oxydes de calcium, de magnésium ou d'yttrium.

b-1- Utilisation

On utilise la zircone dans plusieurs domaines, on la trouve dans les domaines :

Thermomécanique : turbines, moteurs, aubes, soupapes, tuyères.

Thermique : fibres réfractaires, radiateurs IR

Mécanique : avec les zircons partiellement stabilisés qui tolèrent des transformations partielles, menant à des contraintes résiduelles de compression favorables (obstacles à la propagation des fissures), on réalise des couteaux ou ciseaux très dur et qui n'ont pas besoin d'être réaffûtés, non magnétiques, isolants, et résistant aux corrosions, joints d'étanchéité, buses, paliers, roulements (frottement et usure).

Électrique : la réalisation d'éléments chauffants de fours électriques à haute température (propriétés de conductivité ou de semi-conductivité)

Électronique : conduction ionique (sonde à oxygène) pour ZrO_2 alliée, ZrO stabilisée utilisée comme élément chauffant.

Chimique : membranes minérales pour les procédés de microfiltration et d'ultrafiltration.

Biomédical : ciments, prothèses dentaires et articulaires.

b-2- Intérêts : légèreté, résistance au choc thermique et à la rupture. Sous forme de fibres permettent pour les réfractaires isolants, un emploi au-delà de $1900^{\circ}C$. Les zircons partiellement stabilisés ont une charge à la rupture, à température ambiante qui peut atteindre 2500 MPa (idem que aciers). La zircone stabilisée peut atteindre $2000^{\circ}C$, forte dilatation thermique, conductivité ionique pour la zircone stabilisée par 5 à 7 % de CaO ou de Y_2O_3 . La conductivité est due aux anions.

b-3- La zircone métastable tétragonale

De nombreuses études ont traité de la métastabilité de la phase quadratique à basse température, c'est en particulier le cas rencontré lors de l'élaboration de zircone par voie solgel. R.C.Garvie explique, à partir de considérations thermodynamiques, qu'en dessous d'une certaine taille critique des cristallites (~ 30 nm), la phase quadratique est stable car elle présente une énergie de surface inférieure à celle de la phase monoclinique dans les mêmes conditions [23-24]. D'autres auteurs pensent que la formation et la stabilisation de la phase quadratique résultent des similitudes structurales importantes entre le précurseur amorphe et cette phase métastable à basse température [25, 26]. Ces deux considérations expliquent l'obtention à basse température de zircone tétragonale métastable.

I-9- Caractérisation mécanique des matériaux céramiques

Les propriétés mécaniques des matériaux de types céramiques sont en général: le module de Young (E), la résistance à la rupture (σ_f), la dureté (H) et la ténacité (K_{Ic}). Dans cette étude nous allons déterminer la dureté et la ténacité des matériaux céramiques (Al_2O_3 et ZrO_2), par la technique d'indentation Vickers, cette méthode connue sous le nom de DCM (Direct Crack Measurements).

I-9-1- Indentation Vickers

Le principe de l'essai de l'indentation Vickers est de charger un matériau à l'aide d'un micro duromètre. Dans cet essai, l'indenteur est pointu, de forme pyramidale à base carrée, d'angle au sommet 136° . Cette méthode permet de déterminer à la fois la dureté et la ténacité des matériaux fragiles à l'aide de l'empreinte et des fissures qui apparaissent à la surface. Ces fissures se diffèrent et se développent suivant l'application des charges.

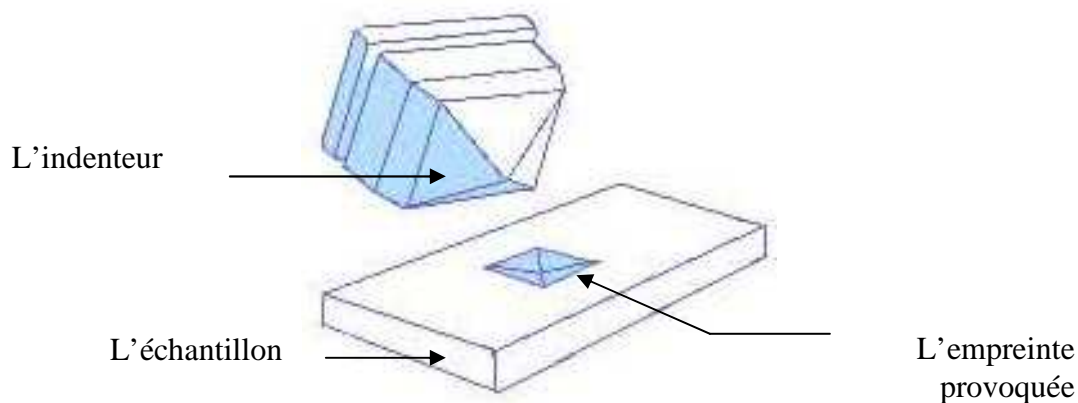


Figure I-12- l'empreinte provoquée par l'indenteur

A la charge critique, que c'est une certaine valeur de la charge, où il y a une initiation subite d'une fissure sous la zone de contact, la où la concentration des contraintes est la plus forte. Cette fissure se trouve dans un plan de symétrie : elle est appelée fissure médiane. Puis avec l'augmentation des charges cette fissure se développe aussi d'où en remarque:

- Des fissures radiales qui prennent naissance aux angles de l'empreinte et se développent sous l'action des contraintes résiduelles.

- Des fissures latérales qu'elles proviennent également de l'action des contraintes résiduelles et se développent parallèlement à la surface, elles sont responsables de l'écaillage.

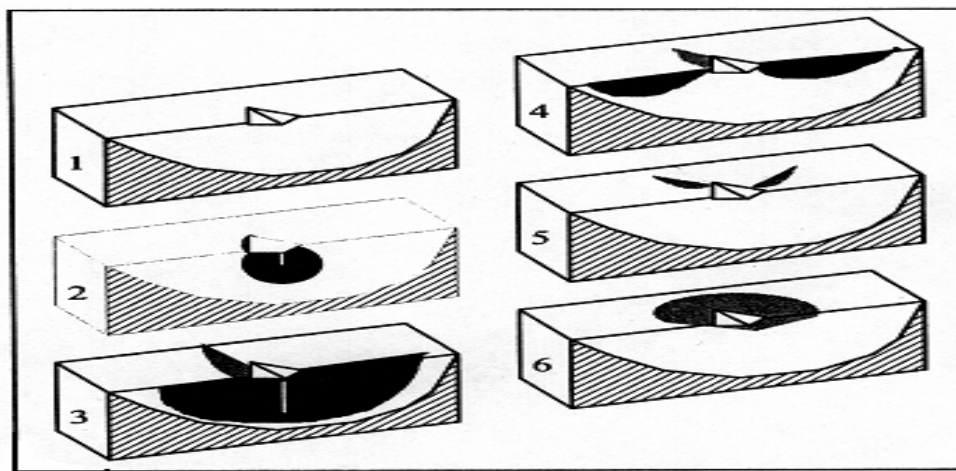


Figure I-13- Schématisation de la séquence de formation de fissures sous l'action d'un indenteur Vickers: (1) empreinte du diamant Vickers; (2) fissure médiane; (3) fissure half penny; (4) fissure radiale primaire, (5) fissure radiale secondaire; (6) fissure latérale [27].

I-9-2- Dureté Vickers

La dureté Vickers a été connue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un indenteur sous une charge donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° . La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 N. Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope.

La dureté Vickers (H_v) est calculée e à l'aide de la formule suivante :

$$H_v = 0,102 \frac{F}{S} = 0,102 \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \frac{P}{d^2} \quad (\text{I-1})$$

D'où :

p: est la charge appliquée,

S: surface imprimée sur l'échantillon,

d: diagonale de l'empreinte.

Cet essai est appliqué principalement aux métaux, mais peut l'être également appliqué aux céramiques avec de très faibles charges.

La norme de dureté Vickers a été adoptée en 1952 et celle de microdureté, en 1969.

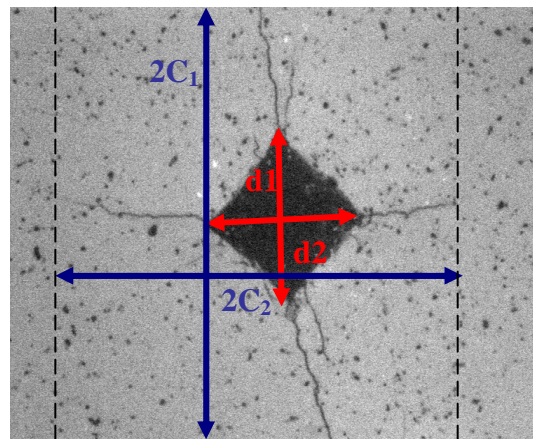


Figure I-14-Représentation schématique d'une empreinte Vickers et les fissures radiales qui permettent de calculer K_{IC} .

I-9-3- La ténacité

Le facteur critique d'intensité de contrainte et la contrainte à la rupture de nos matériaux sont mesurés par des essais de flexion. Le principe de la mesure du facteur d'intensité de contrainte d'un matériau, consiste à introduire dans l'échantillon un défaut de taille connue, et à appliquer à l'échantillon une sollicitation mécanique, plusieurs techniques sont proposées pour la détermination de la ténacité d'un matériau. Cependant, dans ce travail nos mesures sont réalisées par une méthode de la où en faisant appel à la technique d'indentation.

Les valeurs du facteur critique d'intensité de contrainte sont calculées à partir de la relation :

$$K_{Ic} = \sigma_r y \sqrt{a} \quad (I-2)$$

D'où :

σ_r : contrainte à la rupture donnée par l'expression.

Y : facteur géométrique qui peut dépendre de a et de la dimension des échantillons.

a : longueur de la fissure.

La ténacité est aussi mesurée dans ce travail en utilisant la méthode de l'indentation (LAWN et AL) montrent que sa valeur est proportionnelle à la dureté, H_v , la diagonale de l'empreinte d'indentation, d, au module d'Young, E, et la longueur de fissure produite par l'empreinte (voir la figure I-14).

La méthode de l'indentation Vickers permet de mesurer la ténacité K_{Ic} à partir des fissures radiales qui prennent naissance à côté de l'empreinte vickers. Cette méthode connue sous le nom de CDM (Direct Crack Measurements) a l'avantage d'être économique, car elle nécessite une petite surface polie. Tous les essais ont été réalisés à température ambiante et sur des surfaces parfaitement polies. Les trois types de fissure se combinent pour former un profil de fissure en fonction de la géométrie.

I-10-Conclusion du premier chapitre

Les céramiques sont des matériaux très anciens, on les associe aux produits de terre cuite connue depuis long temps, son emploi s'avère indispensable dans pratiquement tous les domaines de l'activité humaine, L'alumine est une céramique structurale utilisée dans les outils de coupe et les meules, elle peut se présenter sous plusieurs formes cristallographiques, dont la plus stable est l'alumine α ou corindon, elle se cristallise dans le système rhomboédrique. La zirconie est une céramique de plus en plus répandue industriellement. Sa structure cristallographique est constituée d'un empilement CFC de Zirconium, avec des ions O^{2-} dans les sites tétraédriques.

Les propriétés mécaniques des matériaux de types céramiques sont en général: le module de Young (E), la résistance à la rupture (σ_f), la dureté (H) et la ténacité (K_{Ic}).

Pour étudier la dureté d'un matériau, on peut utiliser l'indentation Vickers ou on doit charger un matériau à l'aide d'un micro duromètre. Dans cet essai, l'indenteur est pointu, de forme pyramidale à base carrée, d'angle au sommet 136° . Cette méthode permet de déterminer à la fois la dureté et la ténacité des matériaux fragiles à l'aide de l'empreinte et des fissures qui apparaissent à la surface. Ces fissures se diffèrent et se développent suivant l'application des charges.

Chapitre II

La tribologie des c ramiques

II-1. Introduction

La **tribologie** est la branche de la mécanique qui étudie le frottement, l'usure et la lubrification des surfaces de contact entre deux solides. La tribologie s'intéresse principalement aux corps solides ou à l'interaction entre un solide et un lubrifiant liquide (huile), onctueux (graisse) ou granulaire (poudre). Frottement et usure se produisent à la surface entre deux solides en contact. La lubrification permet de séparer les surfaces en contact par un film lubrifiant, et donc de limiter l'usure. (La figureII-1) décrit schématiquement les relations qui existent entre les trois aspects de la tribologie.

La force de frottement est une force de réaction, qui s'oppose toujours au mouvement relatif entre deux corps en contact. Cette force augmente de zéro à un maximum avant le début du mouvement macroscopique : c'est la force de frottement statique. Après le début du mouvement, elle diminue jusqu'à une nouvelle valeur qui demeure constante tant que le mouvement persiste. C'est la force de frottement dynamique.

Le travail effectué par les forces de frottement a un triple effet : (1) de l'énergie est dissipée sous forme de chaleur; (2) des déformations plastiques sont générées; (3) des particules solides sont arrachées sur les surfaces de contact. Dans les machines, la génération de chaleur et les déformations plastiques sont responsables des pertes de rendement, tandis que l'arrachement progressif des particules à la surface des pièces est la cause de l'usure.

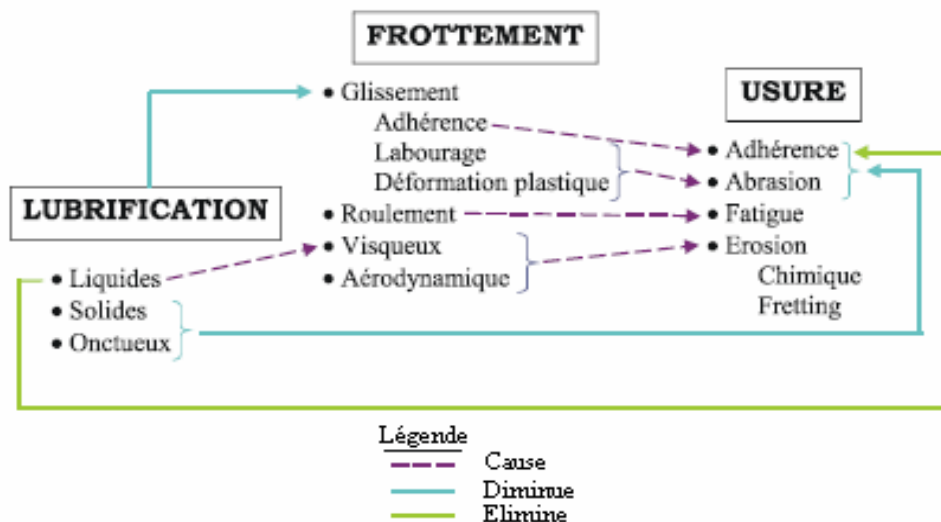


Figure II-1. Schéma décrivant les relations entre le frottement, l'usure et la lubrification

En transmission de puissance, les pertes de rendement et l'usure doivent être éliminées le plus possible. La lubrification constitue le principal moyen pour minimiser l'impact de ces deux phénomènes inévitables. Cependant la lubrification n'est pas toujours possible. Son efficacité est d'autant plus grande que les surfaces en contact possèdent des propriétés compatibles et de bonnes caractéristiques géométriques, notamment au niveau microscopique. C'est pourquoi une bonne connaissance des phénomènes de frottement et d'usure peut aider à contrôler et minimiser leurs effets négatifs.

En tribologie, l'état de surface des corps en contact possède une importance critique. En effet, la nature et les défauts des surfaces génèrent *adhérence, abrasion, fatigue et érosion*. Il est donc naturel de commencer l'étude de la tribologie par celle des surfaces. Afin de comprendre les phénomènes de frottement, d'usure et de lubrification, qui doivent être abordées sur les surfaces.

II-2. Tribologie des céramiques

Les céramiques sont souvent utilisées pour leur faible usure lors du frottement, puisqu'il est communément observé que leur dureté élevée entraîne une résistance à l'usure plus importante que celle des matériaux métalliques. Cependant, dans certaines conditions plus sévères, des phénomènes d'usure peuvent apparaître, qui sont alors aggravés par leur fragilité. Cette partie décrit brièvement le lien entre le comportement en frottement et en usure des céramiques et leurs propriétés mécaniques.

II-3. Les principaux modes d'usure

Avant de s'intéresser au cas particulier des céramiques, et puisque les matériaux considérés dans cette étude ont certaines propriétés intermédiaires entre les céramiques et les métaux, il convient de commencer par décrire les différents modes d'usure des métaux et non-métaux. Un certain nombre de classifications des modes d'usure sont disponibles dans la littérature. Aucune norme n'existant à l'heure actuelle sur le sujet, nous choisirons d'utiliser une classification inspirée de celle de Stachowiak et al. [28]. Elle distingue : l'usure due à l'action d'une particule sur la surface d'un solide (usure par abrasion, érosion ou cavitation), l'usure due au passage répété d'un solide sur une surface (usure par fatigue), et l'usure due aux forces d'attraction entre les atomes de deux surfaces (usure adhésive).

Viennent ensuite des modes d'usure plus spécifiques, comme l'usure corrosive ou l'usure par fretting.

II-4. Usure par abrasion, érosion ou cavitation

II-4-1. Usure abrasive

L'usure abrasive est due au contact entre une aspérité et la surface d'un solide. Cette aspérité peut être un pic de rugosité sur une des surfaces, une particule ayant été détachée de l'une des deux surfaces, ou bien un troisième corps introduit dans le contact. Cette aspérité peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes présentés sur la figure II-2. La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact. L'aspérité peut [29]

1. couper, si elle est suffisamment (aiguë) (i.e. si elle a un angle d'attaque suffisamment grand).
2. repousser la matière en surface (labourage),
3. provoquer une fracture, si le solide est fragile,
4. enlever des grains, si le matériau est insuffisamment homogène.

La nature de l'usure abrasive est précisée par le mode d'acheminement de l'aspérité dans le contact : soit l'aspérité est fixée à l'une des surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à deux corps, soit l'aspérité est mobile par rapport aux deux surfaces, et l'on parle alors d'abrasion à trois corps.

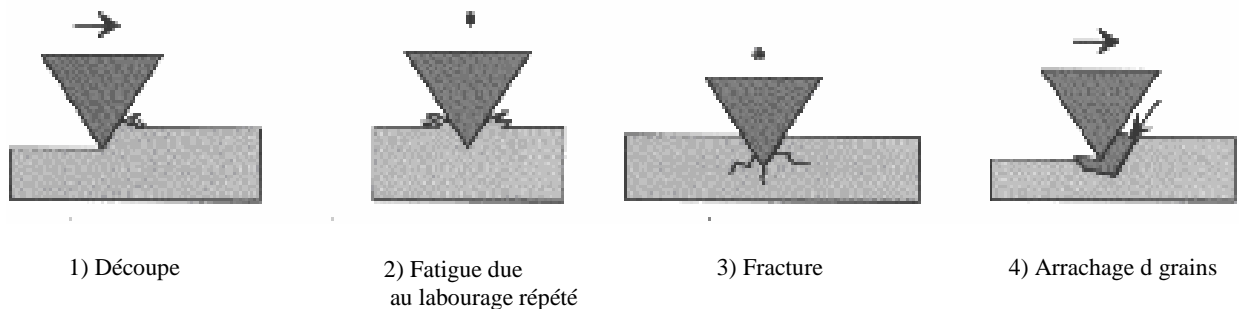


Figure II-2. Schémas des quatre modes d'usure abrasive : découpe, fatigue, fracture et arrachage de grain, extraits de [29].

Le passage de l'aspérité sur la surface peut produire : soit un copeau qui enlève de la matière, c'est l'abrasion par coupe, soit un bourrelet plastique sur les bords de la rayure qui va peu à peu disparaître sous le passage répété des aspérités, c'est l'abrasion par fatigue. Dans ces deux cas, le faciès d'usure est constitué de rayures fines parallèles à la direction de glissement.

Un mécanisme de fracturation peut se produire lors du frottement, surtout si l'un des matériaux en contact est fragile. Cette fracturation est initiée par la contrainte de traction présente à l'arrière du contact, et se produit en surface ou en sous-couche. Les travaux de Hamilton [30], décrits dans le paragraphe suivant, donnent l'expression analytique de cette contrainte.

L'arrachement de grains est un phénomène plus rare et principalement observé sur Les céramiques. Ce mécanisme provoque des enlèvements de matière extrêmement grands lorsque la cohésion entre les grains est faible.

II-4-2. Usure par érosion

L'usure par érosion est causée par des impacts de particules solides ou liquides contre une surface solide. Ce mécanisme dépend des propriétés des matériaux en présence, de l'angle d'impact, de la vitesse d'impact, et de la taille de la particule.

Plusieurs types d'érosion sont observés [28] :

- _ Découpe,
- _ Fatigue,
- _ Repoussage ou fissuration,
- _ Fusion,
- _ Érosion à l'échelle atomique.

Ce mode d'usure a de nombreuses similitudes avec l'usure abrasive.

II-4-3. Usure par cavitation

La cavitation est un phénomène apparaissant lorsqu'un liquide atteint au voisinage d'une surface solide sa pression de vapeur saturante. Il se crée alors une cavité instable qui implose et induit une onde de choc près de la surface du solide.

Cette implosion augmente localement le niveau de contrainte à la surface du solide, laissant le plus souvent une empreinte en forme de cratère.

II-4-4. Usure par fatigue et délamination

Le contact entre les aspérités d'un solide et une surface antagoniste entraîne l'apparition de contraintes locales très fortes, qui, associées à un passage répété, peuvent provoquer l'apparition et la propagation de fissures dites de fatigue. Ces fissures se traduisent à terme par un enlèvement de matière par délamination au bout d'un certain nombre de cycles.

Les surfaces usées présentent un important taux de déformation plastique dans le cas de forts coefficients de frottement (autour de 1), se traduisant par une réorientation de la structure dans la direction du mouvement sous l'action de la force de frottement [28]. Cette réorganisation n'est pas observée lorsque le coefficient de frottement est plus faible. L'amorçage de fissures par fatigue à partir d'un point faible de la surface peut lui permettre ensuite de se propager le long de plans de glissement par exemple. La propagation de ces fissures et leur rencontre entre elles, ou avec une fissure préexistante sous la surface crée les particules d'usure. Si le mécanisme de réorientation de la surface a pu prendre place auparavant, les plans de glissement sont alors orientés parallèlement à cette surface et des particules d'usure de forme aplatie sont alors produites.

- Influence de l'oxygène

Ce mode d'usure apparaît comme étant très dépendant du taux d'oxygène en présence pour les matériaux réactifs comme le nickel, et indépendant de celui-ci pour les métaux nobles [28]. Ceci peut s'expliquer par le fait que les métaux réactifs ont tendance à former un oxyde dès leur contact avec l'air, donc par exemple à l'ouverture d'une fissure. Lorsque la fissure se referme, sous l'action d'une contrainte opposée à celle ayant permis son ouverture ou lors de l'enlèvement de cette contrainte, de la matière excédentaire due à la formation de l'oxyde empêche toute cicatrisation de la structure par «recollement» partiel de la fissure, contrairement aux métaux nobles. Diminuer le taux d'oxygène permet de ralentir ce processus.

- Fissuration en sous couche

De la fissuration en sous couche peut également se produire pendant le glissement des deux surfaces l'une sur l'autre. Les surfaces peuvent alors paraître non usées alors que des mécanismes de fissuration sont en cours en sous couche. Si elle n'est pas possible en surface, la fissuration peut trouver son origine sur des impuretés ou des défauts présents sous la surface comme la montre la figure II-3.

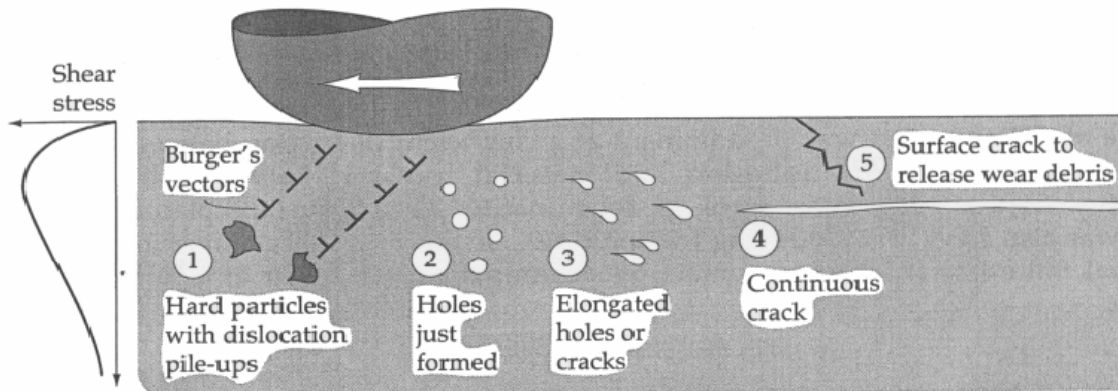


Figure II-3. Amorçage de fissure sous la surface frottée à partir de défauts ou d'impureté du matériau [28].

II-4-5. Usure adhésive

La composante adhésive du frottement est due à la formation et à la rupture de liens entre les deux surfaces [31]. Ces liens résultent de forces inter atomiques inters faciales qui dépendent du degré d'interpénétration des aspérités et de la composition des surfaces. Lors de la mise en glissement, la force de frottement doit cisailer le plan le plus faible afin de permettre le mouvement.

L'usure adhésive se caractérise généralement par un fort taux d'usure et un coefficient de frottement instable. Cette forme d'usure peut entraîner une destruction rapide des surfaces frottantes, pouvant aller jusqu'à l'arrêt du mouvement à cause de trop grandes valeurs de coefficient de frottement. Les particules d'usure créées ont une distribution de taille assez large et sont souvent transférées sur l'un des solides en contact.

Trois aspects caractérisent alors la force de frottement :

- un aspect microscopique (adhésion) lié aux propriétés physiques et chimiques (structure atomique, liaisons pendantes, défauts, etc.) à l'échelle atomique des matériaux en contact.

- un aspect géométrique lié à la variation de l'aire réelle de contact lors du frottement,

- un aspect macroscopique (adhérence) qui englobe les deux points précédents ainsi que le comportement mécanique volumique des matériaux de l'interface.

Les forces d'adhésion sont directement liées au type de liaisons mis en jeu dans la structure des surfaces en contact. Dans le cas d'un contact métal/métal, le transfert d'électron entre les deux surfaces peut permettre l'existence de forces d'adhésion très fortes. Celles-ci

sont modérées par la présence de couches d'oxyde ou de couches de contamination plus ou moins épaisses en surface. Elles dépendent également de la réactivité chimique des matériaux en contact.

Une forte dureté et un module d'Young élevé permettent de réduire l'adhésion. La structure cristallographique joue également un rôle : expérimentalement, les métaux à structure hexagonale compacte présentent une adhésion beaucoup plus faible que les structures cubiques ou tétraogonales [28]. Ces observations ont induit l'idée que pour que l'adhésion soit élevée, il était nécessaire d'avoir un contact suffisant entre les deux solides, donc un certain taux de déformation plastique des aspérités : les métaux à structure hexagonale ont moins de plans de glissement que les autres et sont donc moins ductiles, ce qui expliquerait leur faible adhésion.

Dans le cas du contact entre deux matériaux, si les forces d'adhésion sont supérieures à la résistance de l'un des matériaux, un arrachement de matière peut se produire lorsqu'ils sont séparés par un mouvement normal ou tangentiel. En général le matériau le plus mou se transfère sur le matériau le plus dur, comme illustré sur la figureII-4.

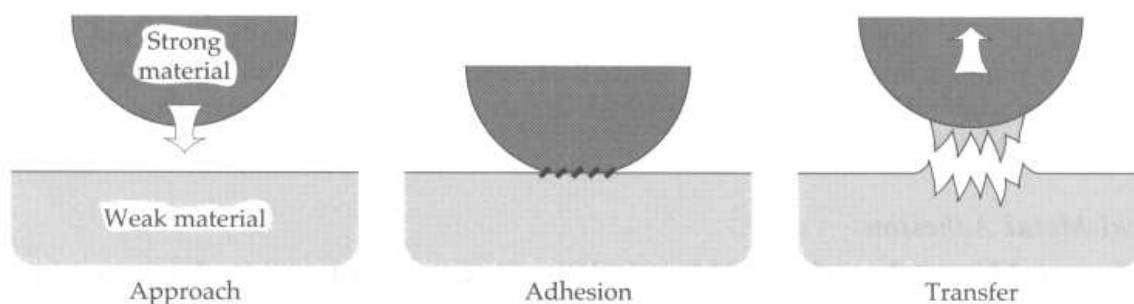


Figure II-4. Procédé de transfert de matière par adhésion [28].

Les métaux ayant une cohésion moins importante que les céramiques techniques, des fragments de métal sont souvent transférés sur cette céramique lors d'un contact entre eux.

Les forces d'adhésion dans le cas d'un contact céramique/céramique sont dues aux interactions de Van der Waals entre les surfaces, mais l'effet de ces forces est considérablement réduit par la grande dureté des céramiques.

Grippage. Une grande affinité entre les surfaces en contact et un fort échauffement du contact dû au frottement peut entraîner l'apparition de microsoudures entre les aspérités des surfaces. L'augmentation du nombre de ces microsoudures avec la distance de glissement peut

finir par souder macroscopiquement les deux surfaces. Ce phénomène est l'expression la plus sévère de l'usure adhésive.

II-4-6-Usure corrosive

Si on parle de la corrosion on parle aussi de l'oxydation, qui est en général un problème de réaction chimique entre la surface d'un matériau et l'environnement lors du frottement à température élevée dans la zone de contact, donc la corrosion est la modification des surfaces due à cette réaction.

II-5- frottement et usure des céramiques

Comme nous avons déjà dit précédemment que les matériaux céramiques ont des propriétés vraiment intéressantes: (une dureté élevée, une bonne résistance à l'usure et une bonne résistance à l'oxydation,.....), c'est pour cela qu'on peut dire qu'ils occupent une place particulière par rapport aux métaux et aux polymères.

On peut prendre comme exemple l'oxyde de l'aluminium Al_2O_3 qu'on la trouvent utilisé avantageusement dans plusieurs domaines à la place de l'acier, pour ses propriétés intrinsèques et surtout pour sa résistance aux grands degrés de températures, et pour ses propriétés de réduction d'usure.

II-6. Critères de rupture

Les propriétés des céramiques dépendent, d'une manière générale, de leur technique de mise en oeuvre. Le carbure de silicium, par exemple, a différentes valeurs de dureté selon que l'on le presse à chaud, ou que l'on le forme par une autre technique. Le mode d'obtention de la céramique conditionne également la microstructure et la pureté du matériau, qui a une influence sur son comportement à la rupture (figure II-5).

La fracturation d'un matériau a toujours un défaut préexistant comme origine. L'application d'une contrainte au matériau induit l'apparition d'une contrainte au niveau de ce défaut, qui peut conduire à la propagation d'une fissure, voire à la rupture de la pièce.

Le champ de contrainte autour d'une fissure dans un matériau élastique linéaire peut être défini uniquement par K , le facteur d'intensité de contrainte ($MPam^{1/2}$). Pour une éprouvette contenant un défaut de taille t soumise à une contrainte de traction σ (figure II-6), K est défini par la relation :

$$k = \sigma t \sqrt{\pi t} \quad (II-1)$$

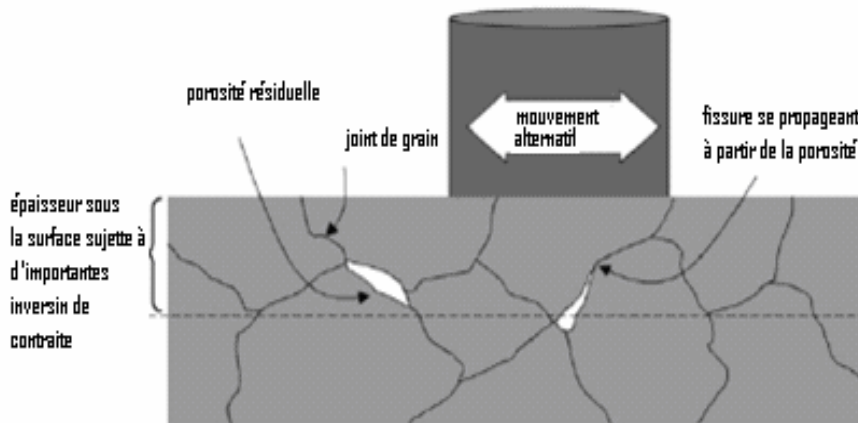


Figure II-5. Influence de la porosité et de la taille des grains sur l'endommagement d'une céramique [28].

La rupture a lieu lorsque K a atteint la valeur critique K_{Ic} , que l'on appelle la ténacité du matériau.

Si on considère un contact glissant entre une sphère de rayon R et un plan, les contraintes en tension σ au niveau du plan sont maximales à l'arrière du contact [30], et une fissure de profondeur t peut alors se propager (figure II-6). D'après la définition du facteur d'intensité de contrainte, pour que la fissure se propage il faut que t et σ soient liées à K_{Ic} par la relation :

$$\sigma t \sqrt{\pi t} = K_{Ic} \quad (\text{II-2})$$

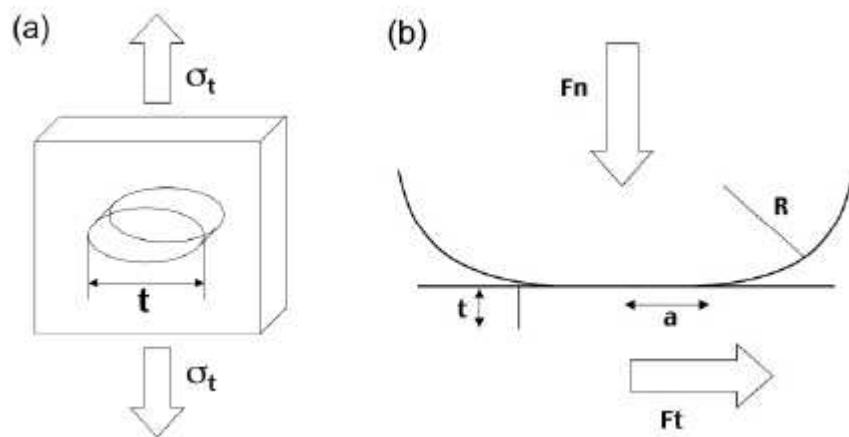


Figure II-6.Correspondance entre : (a) un essai de traction sous la contrainte d'une éprouvette contenant un défaut de taille t , et (b) la propagation d'une fissure de taille t à l'arrière du contact glissant d'une sphère contre un plan [30].

II-7. Frottement céramique-céramique non lubrifié

Le frottement non lubrifié des céramiques est en général fortement influencé par les conditions de glissement, la température, et la présence ou non d'humidité.

Les mécanismes de déformation mis en jeu lors du frottement sec peuvent être soit (ductiles), soit (fragiles), essentiellement selon les conditions de vitesse et de chargement [32]. La figure I-7, extraite de [28], illustre ces deux modes d'usure. La déformation ductile est observée dans des conditions modérées de frottement (vitesse peu élevée, etc.). Le contact rugueux entraîne la déformation plastique et le déplacement de matière, plutôt qu'un enlèvement, ainsi que de relativement faibles valeurs de coefficient de frottement.

La transition vers de l'usure sévère intervient si l'on augmente beaucoup la vitesse et/ou la charge [33]. Lors de la déformation fragile, le passage d'une aspérité dans le contact entraîne une propagation importante de fissures aux joints de grains. Des grains entiers de la céramique peuvent être cassés, puis fragmentés dans le contact, créant un lit de débris. Ce mode d'usure s'accompagne de fortes valeurs de coefficient de frottement.

- Influence de la température

La montée en température due au frottement peut affecter la surface des céramiques non conductrices de chaleur, en provoquant de la fissuration lors du refroidissement après le passage du pion.

L'usure et les valeurs du coefficient de frottement des céramiques sont souvent plus élevées aux hautes températures. Les céramiques autres que les oxydes (comme le nitrure ou le carbure de silicium) sont sujettes à de l'usure par oxydation puis par abrasion de la surface d'oxyde en présence d'air ou d'oxygène [33]. Cependant, dans certaines plages de température et sous certaines atmosphères, une amélioration des propriétés tribologiques de céramiques comme l'alumine [34], ou de certaines céramiques à base de silicium, a été observée.

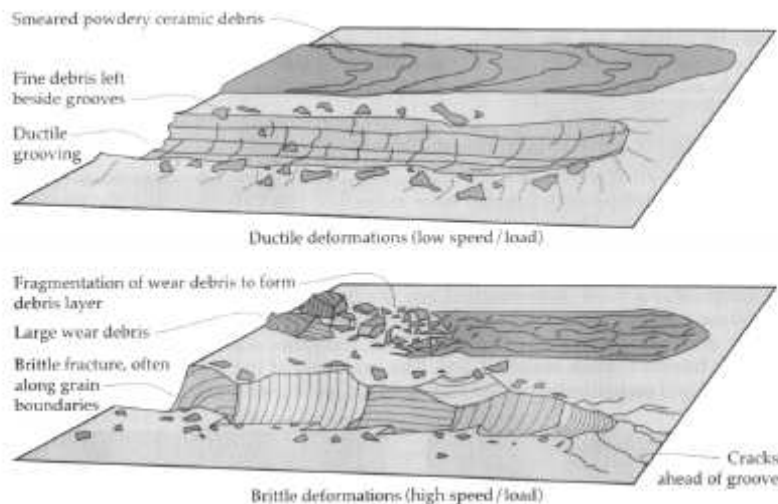


Figure II-7. Mécanismes d'usure douce (ductile) et sévère (fragile) des céramiques [28].

- Influence de l'humidité

L'humidité peut avoir un rôle aussi bien bénéfique qu'aggravant sur le comportement en usure des céramiques. L'effet le plus bénéfique est la formation d'une fine couche hydratée sur la surface de la céramique (alumine ou céramiques à base de silicium) qui se comporte comme un lubrifiant. Cependant, si cette couche hydratée devient trop épaisse, une forme d'usure corrosive apparaît, avec enlèvement de cette couche lors du passage de l'antagoniste [28].

II-8. Frottement métal-céramique non lubrifié

Le coefficient de frottement dans un contact sec métal-céramique dépend du type de métal et des conditions de charge et/ou de vitesse qui influencent directement la température de contact et le niveau d'oxydation de ce métal. D'après la littérature, la gamme de coefficients de frottement des céramiques contre les aciers se situe entre 0.2 et 0.8. Contre les métaux plus mous comme le bronze, l'aluminium ou le cuivre, elle se situe entre 0.2 et 0.5, et contre les alliages chrome-cobalt entre 0.3 et 0.4 [28].

Le phénomène commun à presque tous les contacts métal-céramique est que le métal adhère fortement à la céramique et forme un film de transfert. L'adhésion forte du métal sur la céramique et la plus faible résistance à la plastification des métaux explique ce comportement. Le transfert formé dépend du caractère ductile du métal : il est plutôt épais pour les métaux mous, et morcelé pour les aciers. Son adhésion peut être extrêmement diminuée par la présence de contamination sur les surfaces.

Il s'avère que plus la céramique est dure, plus le métal s'use. Dans certains cas cependant, comme par exemple lors de la coupe de pièce en acier par un outil en céramique à base de silicium, des réactions chimiques à l'interface entraînent l'usure de la céramique.

Le métal se dépose sur la céramique et la forte température due au frottement entraîne une oxydation rapide de ce transfert qui devient donc une couche de métal recouvert d'un film d'oxyde. Cette couche peut ensuite être arrachée, et emporter avec elle des morceaux de la céramique préalablement endommagée par le gradient de température, comme illustré sur la figure II-8 [28].

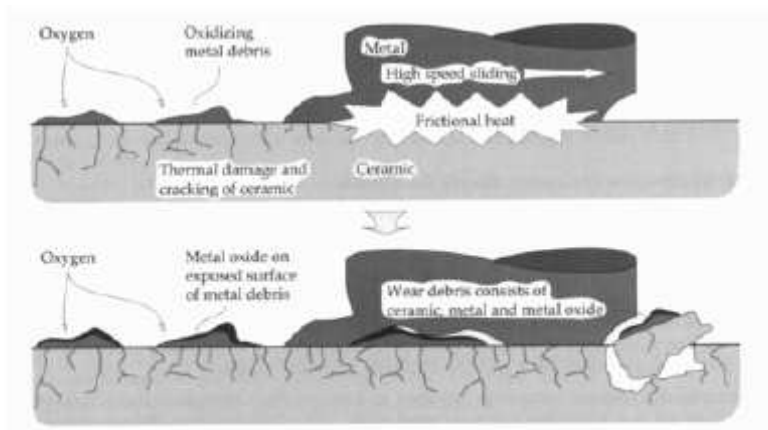


Figure II-8. Mécanismes d'usure au sein du contact métal-céramique : tribo-oxydation du film de transfert métallique et endommagement thermique de la céramique, extraite de [28].

- Influence de la température

Le transfert formé par le métal sur la surface de la céramique a tendance à devenir plus épais et/ou couvrant lorsque la température augmente, entraînant une augmentation de l'usure du métal et du coefficient de frottement global. Ce phénomène peut s'expliquer par la disparition des contaminants à ces températures, ainsi que par la diminution de la dureté du métal.

- Influence de l'humidité

L'influence de l'humidité sur le frottement métal-céramique semble dépendre de la réactivité chimique du métal. Les métaux oxydables présentent une adhésion plus forte sur les céramiques oxydes, alors que de plus faibles frottements sont enregistrés pour des métaux moins réactifs comme l'argent [35].

II-9-3-2. Comportement du 3^{ème} corps

Le comportement du 3^{ème} corps au cours du frottement dépend de plusieurs paramètres. Essentiellement, il dépend de sa dureté et de son maintien à la surface (adhérence). Le maintien des débris dans le contact est gouverné d'une part par la géométrie du contact, c'est à dire sa capacité à retenir les débris. Un contact ouvert (sphère-plan) élimine plus facilement ses débris que dans un contact fermé (plan-plan), et d'autre part par leur adhérence, plus les particules adhérentes aux premier corps et aussi entre elles, moins elles seront chassées du contact.

Le comportement dépend aussi de la rhéologie du 3^{ème} corps qui est liée plus particulièrement à l'aptitude des débris à s'agglomérer entre eux, à former des couches interfaciales continues suffisamment résistantes pour créer une barrière efficace entre les surfaces. Notons enfin l'environnement mécanique du système étudié : un système qui vibre beaucoup piègera moins, ou plus précisément éliminera beaucoup plus de débris qu'un système bien équilibré qui vibre peu.

Pour diminuer l'usure, il faut favoriser le développement de ce 3^{ème} corps et éviter son élimination. Un bon tribosystème doit être capable de former des débris et de les maintenir dans le contact afin d'assurer la séparation des premiers corps et donc de créer une portance. En d'autres termes « un bon tribosystème est prêt à sacrifier sa surface pour sauvegarder son volume ».

II-9-4. Paramètres influençant l'usure des céramiques

Plusieurs paramètres peuvent influencer l'usure des céramiques : mécaniques, cinétiques, géométriques.....etc.

a. Influence de la charge et de la vitesse

Pour ces deux paramètres on peut dire qu'aux faibles charges, le transfert est limité au porosité. Et aux charges moyennes, le transfert est plus important, et le taux d'usure est faible. Mais pour les charges élevés, le transfert est limité du contact suivant les figures (II-9 et II-10).

Remarque

Cette conclusion est valable aussi pour l'influence de la vitesse.

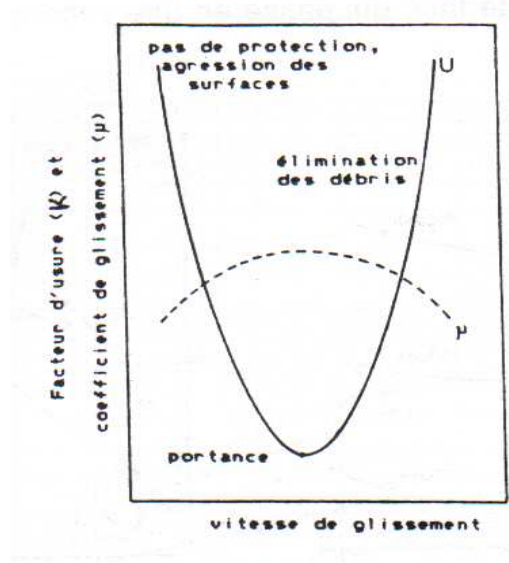


Figure II-9. Evolution du facteur d'usure et du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement [36].

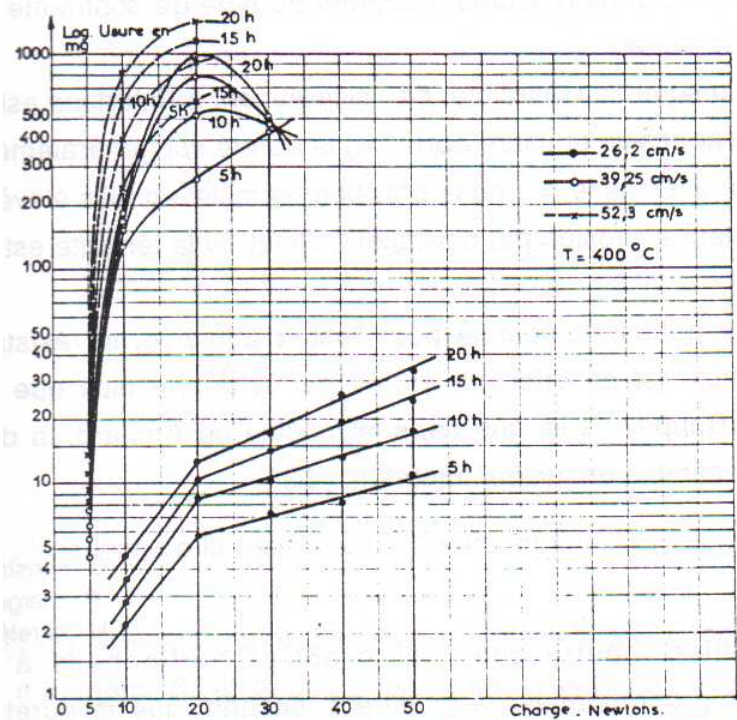


Figure II-10. Usure de l'inconel contre l'alumine en fonction de la charge [37].

b- Influence de la taille des grains

C'est un facteur très important, parce qu'il peut affecter plusieurs paramètres mécaniques par leurs tailles et leurs formes, et surtout la rigidité et la résistance à la rupture du matériaux.

II-10-Conclusion

Le comportement tribologique des céramiques est très satisfaisant pour un certain nombre d'applications. Leur dureté leur assure une bonne tenue à l'usure lors d'utilisations sous des conditions peu sévères. Cependant, leur caractère fragile entraîne une aggravation de l'usure, avec transition vers une usure importante, lorsque les conditions deviennent sévères. En général le frottement d'une céramique contre un métal se traduit par l'usure de ce métal, notamment du fait de la différence de dureté entre eux. L'humidité et la température ont une influence bénéfique ou non selon les couples de matériaux utilisés. Pour diminuer l'usure des céramiques, il faut avoir un troisième corps entre les surfaces de frottement qui peut être des aspérités des deux surfaces, ou un film lubrifiant (l'eau, l'huile...).

Chapitre III

Méthodes expérimentales

III-1- Description et préparation des échantillons

III-1-1- Description des matériaux étudiés

Les matériaux que nous avons étudiés dans ce travail sont des céramiques monolithiques de type oxydes (alumine- α blanche et zircone), on a étudié la dureté et la ténacité des échantillons par la méthode de l'indentation Vickers, et leur résistance au frottement et usure.

III-1-1-1- Alumine

C'est une alumine- α blanche très mince (0.5mm d'épaisseur) provenant de MORGAN LIMITED (Angleterre) de pureté 99,5%, de densité 3.87 g/cm^3 , de taille de grain inférieure à $3\mu\text{m}$ et de module de Young 371 GPa.

III-1-1-2- Zircone

C'est une zircone industrielle partiellement stabilisée à 9% mole de MgO (PSZZFME), elle est sous forme de plaquettes de dimensions $(10 \times 6 \times 4) \text{ mm}^3$. Cet échantillon a été mis en forme par pressage isostatique et frittage naturel. Il se trouve en structure cubique avec des précipités de phase tétragonale et monoclinique.

Ce matériau est constitué de grain de taille moyenne et présentent une porosité intergranulaire moins que celle de l'alumine, son module de Young est 200 GPa.

III-2- Préparation des échantillons

III-2-1- pour l'indentation Vickers

On a travaillé sur un échantillon d'alumine- α blanche très fin de forme carré, de $(10 \times 10 \times 0,5) \text{ mm}^3$ de volume, et de 100 mm^2 de surface, (figure III-1), et un échantillon de zircone, de $(10 \times 6 \times 4) \text{ mm}^3$ de volume, et de 60 mm^2 de surface (figure III-2). Ils sont découpés à l'aide d'une meule diamanté, ensuite, ils sont rectifiés par une polisseuse (figure III-11) qui les met en contact avec un papier abrasif par but d'obtenir un bon parallélisme des faces et de diminuée la rugosité des surfaces des deux échantillons, en suite on les met sur une finisseuse (figure III-3) qui nous donne une surface d'échantillon très brillante, cette brillance nous indique que le polissage est terminé donc les échantillons sont prêts pour les essais de l'indentation Vickers.



Figure III-1- échantillon d'alumine pour l'essai d'indentation.



Figure III-2- échantillon de zircone pour l'essai d'indentation.



Figure III-3- Une finisseuse.

III-2-2- étude de frottement et usure

On a utilisé deux échantillons (alumine et zircone) avec une épaisseur importante pour qu'on puisse pesé à chaque fois.

1. une alumine de $(10 \times 10 \times 5) \text{ mm}^3$ qui pèse 2,4197g, (figure III-4).



Figure III-4- échantillon d'alumine pour l'essai de frottement.

2. une zircone de $(35 \times 6 \times 4) \text{ mm}^3$ qui pèse 4,6178 g (figure III-5).



Figure III-5- échantillon de zircone pour l'essai de frottement.

III-3- description des techniques de mesures

III-3-1- description de la dureté Vickers

III-3-1-1- caractéristiques de l'appareil

III-3-1-1-1- microduromètre Matsuzawa de série MXT70

Les microduromètres de la série MXT70 sont des appareils de précision qui permettent une indentation de nombreux matériaux. Ces appareils modernes autorisent une grande mesure de dureté Vickers et Knoop, sur une grande échelle de poids.

Le MXT70 est la plus appropriée pour les essais de dureté des éléments qui ne peuvent être mesurés par type Rockwell ou d'autre duromètres de manipulation. Les charges sont alignées au-dessus du pénétrateur diamant. La sélection des charges normalisées se fait par l'intermédiaire d'une molette sur le côté de l'appareil suivant la figure III-10.

Le MXT70 microduromètre digital (Tourelle Manuelle). Les charges sont de : 10, 25, 50, 100, 200, 300, 500 et 1000grf. La rotation de la tourelle est manuelle. Il est composé de : Platine X-Y (110x110mm), Diamant pyramidal Vickers, Oculaire de mesure 10x réglable avec capteur rotatif électronique, Objectifs 10x et 40x, (grossissement 100 et 400x), Deux blocs étalon (HV700 et HV400), Niveau à bulle, Tube pour caméra TV, Housse, Ampoule de rechange (12V, 50W), Cordon d'alimentation, Outils de réglage, Manuel.



Figure III-6- Microduromètre Vickers Matsuzawa MXT70 de la série MXT70

III-3-1-1-2- procédé de mesure

Les échantillons sont déjà préparés par polissage, donc leurs surfaces sont parfaitement polies et brillantes, donc il n'y a pas de problèmes de rugosité qui nous empêchent d'obtenir de bons résultats d'indentation.

L'échantillon est posé sur la table de l'appareil (figure III-7) et fixé d'une façon à obtenir un bon parallélisme et éviter toutes sortes de vibrations.



Figure III-7- Table du Microduromètre Vickers Matsuzawa MXT70

L'appareil est équipé d'objectifs de grossissement de 100 fois et 400 fois qui permettent d'obtenir l'image telle que l'on peut choisir exactement la zone où on veut indenter (on a choisi le grossissement de 400 fois pour tous les essais). Ces objectifs permettent aussi de cadrer l'empreinte (figure III-8)

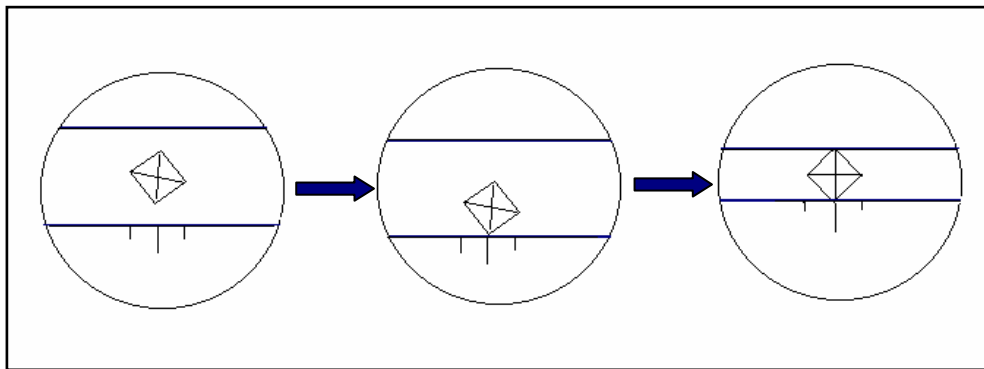


Figure III-8- Principe de mesure des diagonales de l'empreinte.

Afin de mesurer ses diagonales et les fissures provoquer par l'indenteur nous avons pris difficilement des photos d'empreintes et de surfaces d'échantillons puisque l'appareil n'est été pas lié à un micro-ordinateur donc on a été obligé de les prendre par une caméra digitale et on a utilisé le zoom jusqu'à 800 fois.

III-3-1-2- principe de calcul

c- dureté Vickers

Elle est caractérisée par l'empreinte faite par un indenteur sous une charge donnée durant 15 secondes. L'indenteur est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° (figure III-9).



Figure III-9- pénétration de l'indenteur

La charge appliquée est comprise entre 100 g et 1 kgf, on les change par une molette sur le côté de l'appareil (Figure III-10).



Figure III-10- molette pour changer les charges

Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope.

La dureté Vickers (H_v) est calculée e à l'aide de la formule suivante :

$$H_v = 0,1891 \frac{P}{d^2} \quad (\text{III-1})$$

H_v : Dureté Vickers (Gpa);

P : La charge appliquée (N);

d : Moyenne des deux diagonales de l'empreinte (mm);

d- la ténacité

On définit la ténacité d'un matériau par la résistance à la propagation d'une fissure. La méthode de la mesure du facteur d'intensité de contrainte critique d'un matériau, consiste à utiliser la dureté Vickers obtenue dans les essais précédent (H_v), la longueur moyenne des fissures radiales (c), le module d'élasticité (Young) et la charge appliquée à chaque fois.

Les valeurs de la ténacité sont calculées à partir de la relation suivante:

$$K_{Ic} = 0.016(E/H)^{1/2} (p/c^{3/2}) \quad [38] \quad (III-2)$$

D'ou:

K_{Ic} : La ténacité ($Pam^{1/2}$);

p : La charge appliquée (N);

E : module de Young (Gpa);

H_v : La dureté Vickers (GPa);

C : La longueur de la fissure (m);

III-3-2- détermination de frottement et usure des céramiques

III-3-2-1-caractéristiques des appareilles utilisées

Pour déterminer les testes de frottement et usure nous avons utilisé une polisseuse tournante à différentes vitesses (Figure III-11) où nous avons choisi la géométrie de contacte plan/plan, cette configuration géométrique nous permet de mesurer la quantité de la matière enlevée par une simple pesée avant et après le test, après nettoyage à l'alcool à chaque fois, à l'aide d'une balance analytique de grande précision ($10^{-4}g$) Figure III-12. L'échantillon plan qui est fixé frotte un papier abrasif de carbure de silicium n° 220 monté sur un disque de polisseuse est maintenu par la main, la durée de polissage pour chaque échantillon est 60 seconde avons le pesé. Cet essai est refait plusieurs fois pour les deux échantillons.

Les tests ont été réalisés dans les mêmes conditions à sec, à température ambiante, sous pression atmosphérique normale, une vitesse de rotation de 200 tour /minutes et on a gardé le même papier abrasif pendant tous les essais de frottement.



Figure III-11- polisseuse tournante à différentes vitesses



Figure III-12- balance analytique de (10^{-4} g) de précision.

Conclusion du troisième chapitre

L'objectif de cette étude est de déterminer les propriétés mécaniques (dureté, ténacité) et le comportement en frottement et usure des matériaux céramiques.

Pour réaliser ce travail, on a fait quelques essais sur deux échantillons des céramiques de type oxyde, une alumine- α blanche très mince (0.5mm d'épaisseur), elle est de 99,5% de pureté, et de 3.87 g/cm^3 de densité, un module de Young de 371 GPa. Une zircone industrielle partiellement stabilisée à 9% mole de MgO, son module de Young est 200 GPa. Nous avons utilisé la méthode de l'indentation Vickers pour déterminer la dureté et la ténacité des deux échantillons, c'est une méthode simple, qui se base sur un pénétrateur en diamant sous forme pyramidale à base carrée, et un angle de 136° , on le met sur la surface polie d'échantillons à une charge de 100 à 1000 gf, le chargement complet est normalement appliqué pendant 10 à 15 seconde. Cette opération provoque une empreinte microscopique sur la surface, et des fissures intérieures et extérieures, on peut calculer la dureté et la ténacité par le calcul de la moyenne de ces fissures à l'aide des relations théoriques données par des anciens chercheurs. Pour étudier le comportement tribologique de notre échantillons, nous avons fait des expériences de frottement d'où on a utilisé une polisseuse à une vitesse stable 200 tours/mn, et une balance analytique de grande précision (10^{-4}g), sous les même condition et la même charge, à sec, et à une température ambiante à l'aide d'un papier abrasif de carbure de silicium (SiC) n°220.

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV-1- Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les résultats expérimentaux (dureté et ténacité) obtenus par la méthode de l'indentation Vickers, et la perte en masse des échantillons obtenue par frottement à sec. Ensuite nous allons suivre le développement des fissures provoquées par l'indenteur en fonction de la charge par un microscope optique.

IV-2- Indentation Vickers

IV-2-1- Cas de l'alumine

a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)

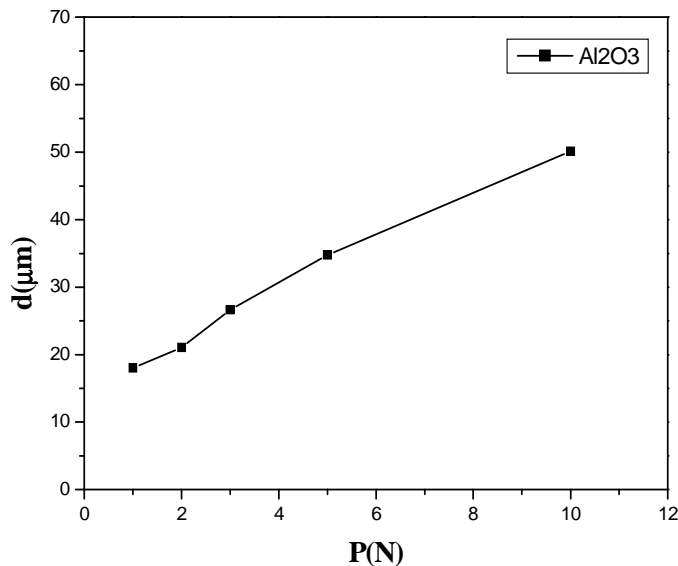
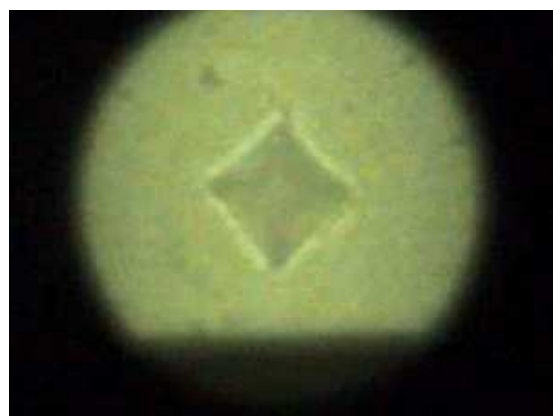


Figure IV-1 Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge

D'après la (figure IV-1) qui montre la variation de la diagonale en fonction de la charge d'indentation nous observons que la diagonale moyenne obtenue par l'indentation croître au fur et à mesure que la charge utilisée augmente aussi, en effet, quand la charge d'indentation augmente, l'empreinte laissée par l'indenteur et de plus en plus grande suivant la (photo IV-1).



Empreinte200 g



Empreinte300 g



Empreinte500 g

Photo IV-1- les différentes empreintes

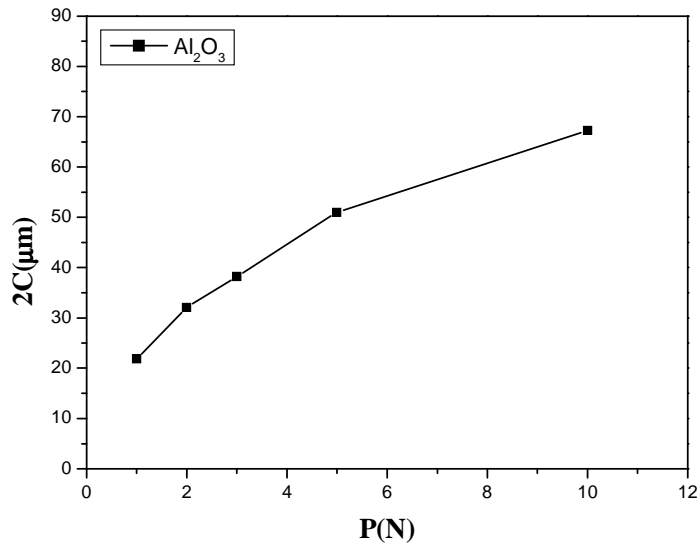
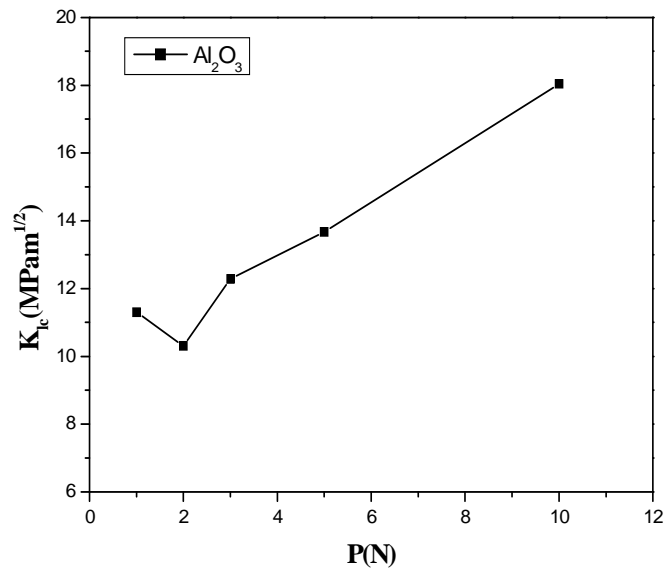
b- Variation de la longueur des fissures 2C (μm) en fonction de la charge (N)

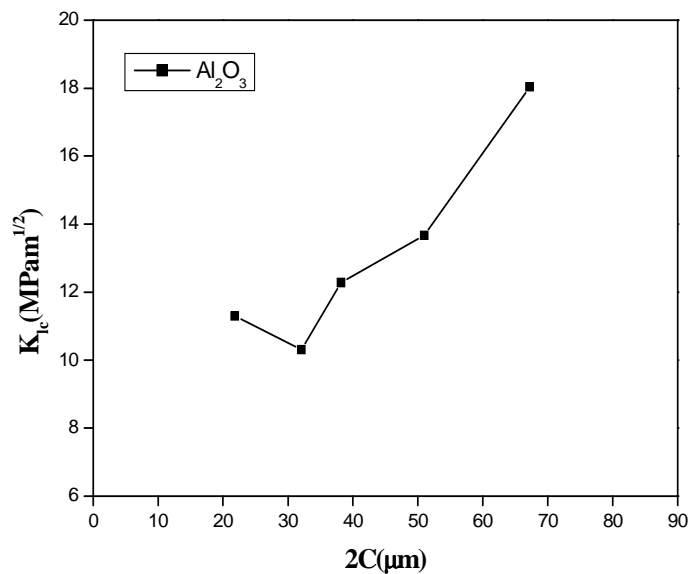
Figure IV-2 Variation de la longueur des fissures 2C (μm) en fonction de la charge (N)

La figure IV-2 montre la variation de la longueur des fissures 2C (μm) en fonction de la charge de l'indenteur, d'après cette courbe nous remarquons l'existence de deux étapes, dans la première la longueur des fissures croître d'abord rapidement jusqu'à $2C=60,95 \mu\text{m}$, puis elle commence à ralentir jusqu'à $2C=81,16 \mu\text{m}$.

La première partie concerne les faibles charges ($P \leq 5\text{N}$) d'où la pénétration de l'indenteur est faible (le pénétrateur ne touche pas une grande profondeur de l'échantillon), donc il ne touche qu'une petite surface de la structure, et quand la charge d'indentation augmente ($P=10\text{N}$) l'empreinte est grande (l'indenteur pénètre profondément), donc la longueur des fissures augmente suivant la photoIV-1.

c- Variation de la ténacité K_{Ic} (MPam^{1/2}) en fonction de la charge (N)**Figure IV-3** Variation de la ténacité (MPam^{1/2}) en fonction de la charge (N)

Rappelant que le facteur d'intensité de contrainte critique appelé ténacité (K_{Ic}) est obtenu par les calculs à l'aide de la longueur des fissures (C). Donc d'après cette courbe on remarque une petite décroissance au début pour ($P < 3N$), puis on remarque une grande progression en croissance jusqu'à une valeur de 18,04 MPam^{1/2}.

d- Variation du facteur d'intensité de contrainte critique en fonction de la longueur des fissures C (μm)**Figure IV-4** Variation du facteur d'intensité de contrainte critique en fonction de la longueur des fissures C (μm)

D'après cette courbe on remarque une augmentation rapide pour les valeurs de la ténacité en fonction de la longueur des fissures.

e- Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge appliquée

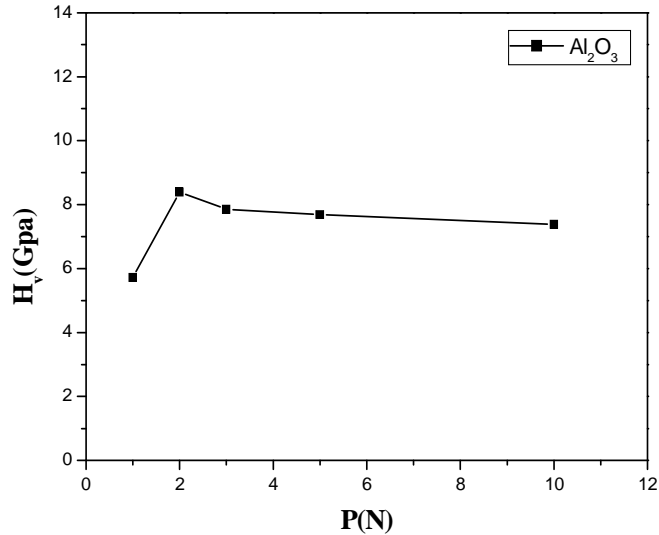


Figure IV-5 variation de la dureté Vickers (GPa) en fonction de la charge appliquée (N).

D'après la courbe présentée sur la (figure IV-5) qui montre la variation de la dureté Vickers H_v (GPa) en fonction de la charge appliquée (N), on remarque que la dureté de l'alumine aux petites charge est plus grande à celle des grandes charge, donc il y a une augmentation au début varie entre 5,71 Gpa pour la charge de 1N puis elle croît jusqu'à 8,39 Gpa pour la charge de 2N, et puis on remarque une stabilité de la dureté du matériau à une valeur d'environ 7,70 Gpa pour les autres grande charges. Et puisqu' il y a une relation entre la charge appliquée et la longueur moyenne des diagonales suivant la (figure IV-1) nous constatons que la dureté Vickers est en fonction de la longueur moyenne des diagonales suivant la (figure IV-6).

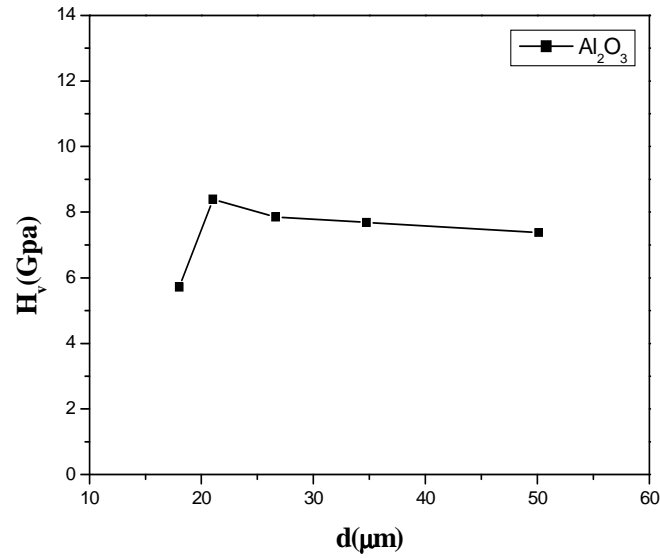


Figure IV-6 Variation de la dureté Vickers est en fonction de la longueur moyenne des diagonales.

IV-2-2- Cas de la zircone

a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)

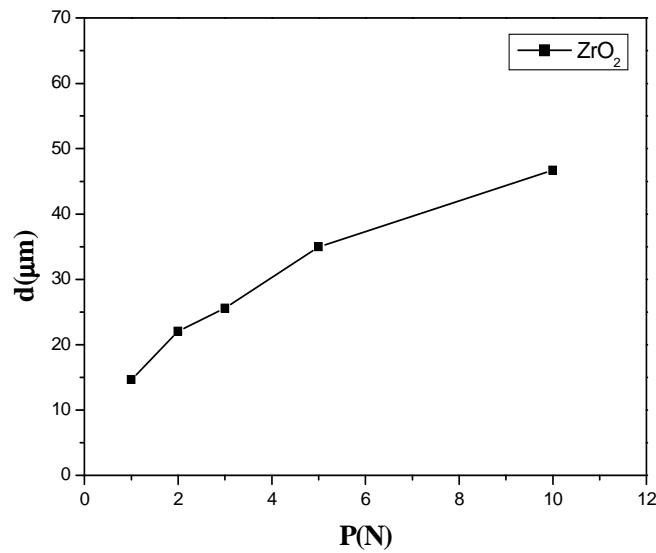


Figure IV-7 Variation de la longueur moyenne des diagonales d (μm) en fonction de la charge

La figure IV-7 montre la variation de la longueur moyenne des diagonales d (μm) en fonction de la charge appliquée à chaque fois. Comme nous avons déjà commenté dans le cas de l'alumine, les valeurs des longueurs moyenne des diagonales augmentent au fur et à mesure que les charge augmentent aussi, cette augmentation à une relation avec la taille de l'empreinte obtenue sur la surface de l'échantillon qui grandit quand la charge grandit aussi, puisque elle appuie bien fort sur la surface quand elle est plus grande.

b- Variation de la longueur des fissures $2C$ (μm) en fonction de la charge (N)

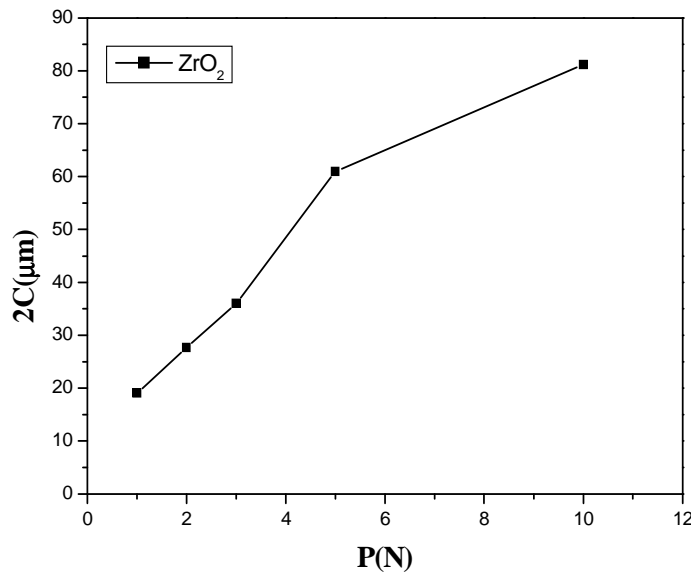
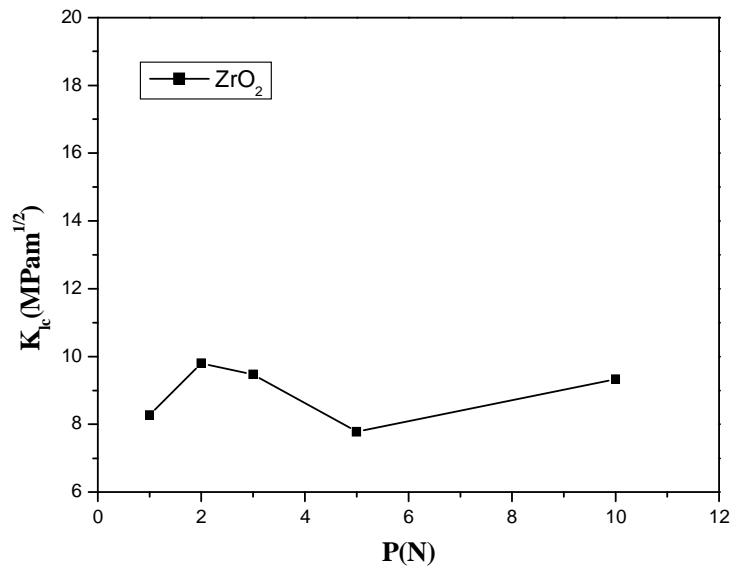
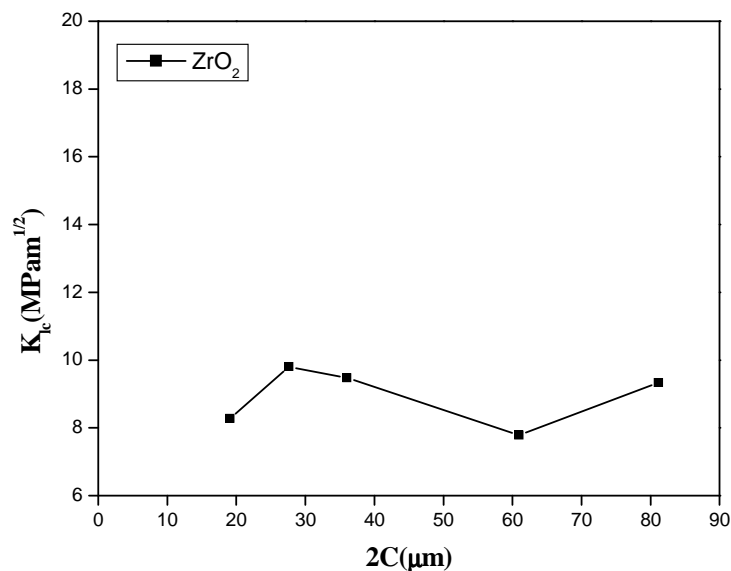


Figure IV-8 Variation de la longueur des fissures $2C$ (μm) en fonction de la charge (N)

Dans la figure IV-8, cette même tendance est observée sur la variation de la longueur des fissures pour l'alumine, mais on peut trouver quelque différence, cette courbe augmente jusqu'à une valeur de $2C=36,02 \mu\text{m}$, puis elle continue à augmenter mais plus rapidement jusqu'à une valeur de $81,16\mu\text{m}$ pour une charge de ($p= 10 \text{ N}$). Comme nous avons déjà dit pour l'alumine, la pénétration pour les faibles charges est moins profonde que les fortes.

c- Variation de K_{Ic} en fonction de la charge (N)**Figure IV-9** Variation de K_{Ic} en fonction de la charge (N)

Pour la variation de la ténacité en fonction de la charge appliquée pour la zircone suivant (la figure IV-9) on remarque une courbe presque stable (constante), d'où les valeurs de K_{Ic} sont presque semblables (identiques) aux variations en fonction de la charge.

d- Variation de K_{Ic} en fonction de la longueur des fissures 2C**Figure IV-10** Variation de K_{Ic} en fonction de la longueur des fissures 2C

Dan le cas de la zircone la variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la longueur des fissures $2C$, on remarque une certaine stabilité des valeurs de la ténacité qui varie entre 8 et 9 $\text{MPam}^{1/2}$ pour toutes les charges appliquées.

e- Variation de la dureté Vickers H_v en fonction de la charge appliquée (N)

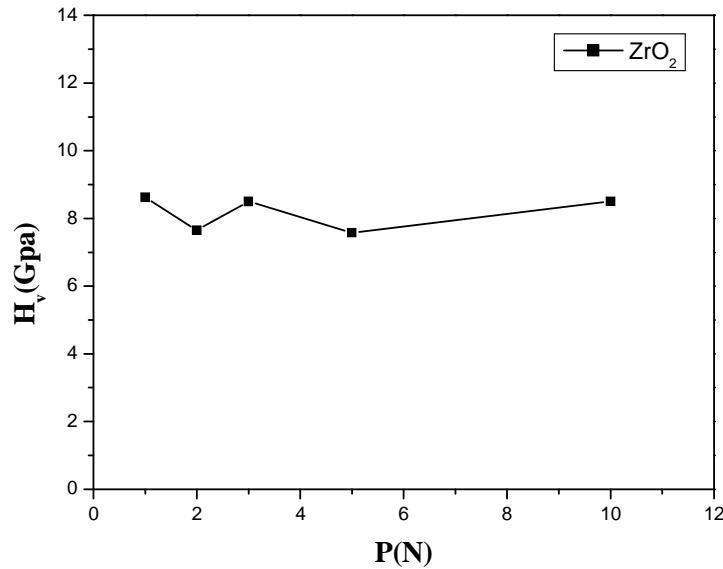


Figure IV-11 - Variation de la dureté Vickers H_v en fonction de la charge appliquée (N)

D'après cette courbe présentée sur (la figure IV-11) nous observons une diminution des valeurs de la dureté de 8,63 GPa à 7,64 GPa entre 1 et 2 N, et de 7,57 GPa pour les charges 3 et 5 N, et une augmentation de valeur de 8,50 GPa à nouveau pour la charge de 3N, et puis elle continue son augmentation à partir de 5-10 N.

Même explication pour la courbe qui est présentée sur la figure IV-12.

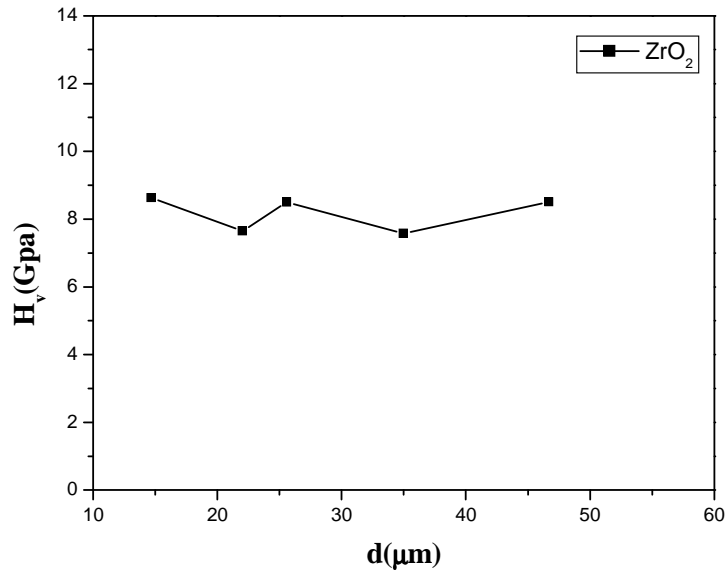


Figure IV-12 Variation de la dureté Vickers H_v est en fonction de la longueur moyenne des diagonales d (μm).

IV-2-1-1- Comparaison des résultats obtenus

a- Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)

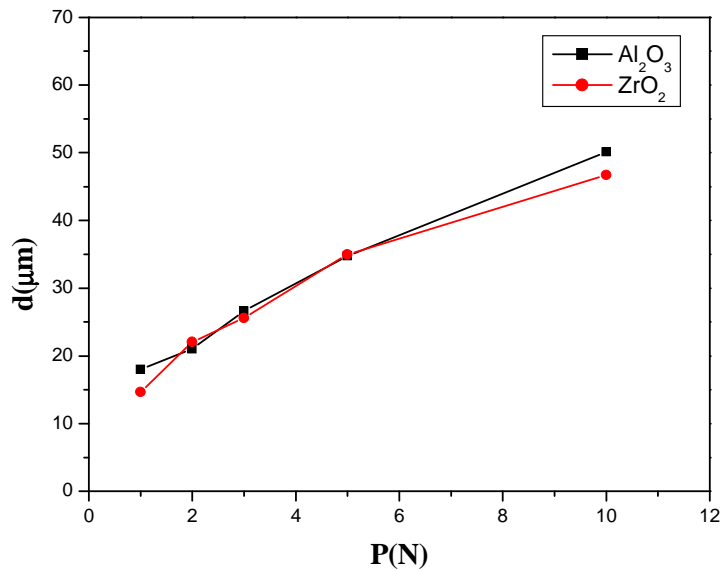


Figure IV-13 Variation de la longueur moyenne d (μm) en fonction de la charge (N)

D'après cette courbe qui est présentée sur la figure IV-13 nous remarquons que pour les deux échantillons, la longueur moyenne des diagonales augmente au fur et à mesure que la charge augmente aussi, et comme nous avons dit précédemment cette augmentation est due à la taille des empreintes qui grandir au fur et à mesure que la charge augmente, et le pénétrateur touche des surfaces plus profondes.

b- Variation de la longueur des fissures 2C en fonction de la charge (N)

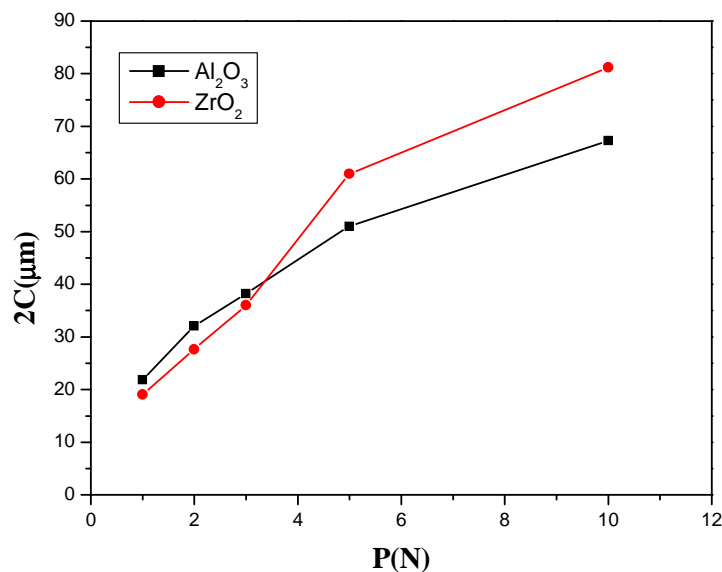


Figure IV-14 variation de la longueur des fissures 2C en fonction de la charge (N)

La figure IV-14 montre la variation des longueurs des fissures en fonction de la charge pour les deux échantillons. D'après cette courbe, nous pouvons remarquer que les courbes ont des allures semblables; croissance rapide pour les deux matériaux, mais on remarque aussi que pour la zircone la longueur des fissures sont plus grandes que celle de l'alumine, donc on peut dire que l'alumine résiste mieux que la zircone.

c- Variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la charge (N)

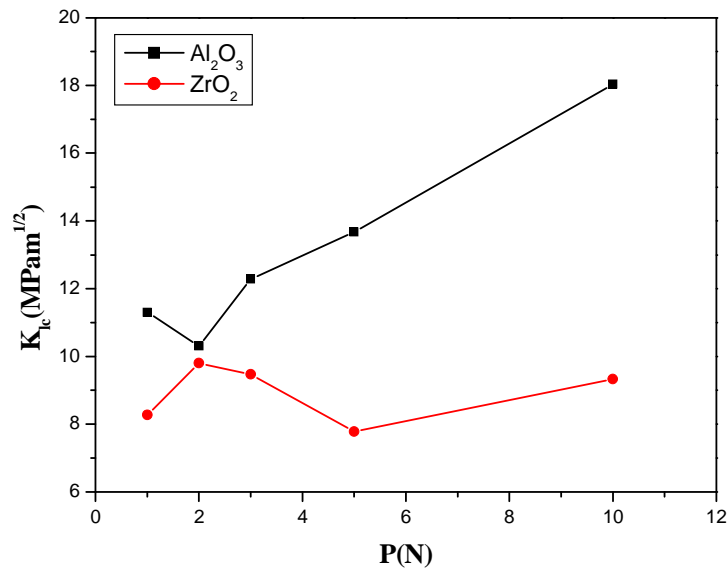


Figure IV-15 Variation de la ténacité K_{Ic} en fonction de la charge (N)

D'après cette figure on remarque une certaine différence entre les deux courbes, d'où pour la zircone la courbe est plus stable que celle de l'alumine.

d- Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge (N)

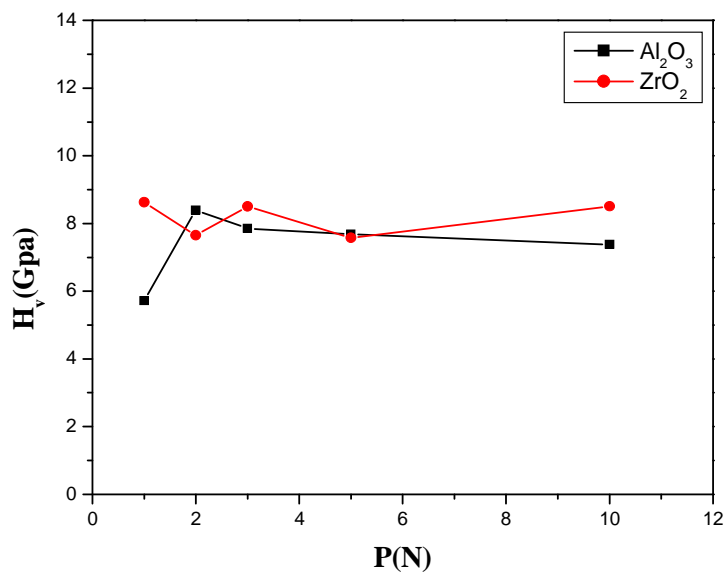


Figure IV-16 Variation de la dureté Vickers en fonction de la charge (N)

D'après cette courbe qui est présentée sur la figure IV-16 on remarque que la dureté commence faible pour l'alumine 5,71 GPa pour une charge de 1N, puis elle augmente jusqu'à 8,39 GPa pour 2N, puis elle diminue jusqu'à 7,80 GPa pour obtenir une courbe presque constante, mais pour la zircone on remarque le contraire, au début elle commence par une valeur élevée au début 8,63 GPa pour 1N, puis cette valeur diminue jusqu'à obtenir 7,64 GPa pour 2N, puis elle est de retour en augmentation jusqu'à la valeur de 8,50 pour les restes des charges; mais on peut dire que les deux courbes sont presque semblables, et constante à une valeur de 8 GPa pour les charges qui sont inférieures de 5 N et plus que cette charge on remarque que la dureté Vickers de la zircone est plus élevée.

IV-3 frottement et usure

Dans cette partie nous analysons la perte en masse, et la perte en masse cumulée des deux échantillons en fonction du temps et la distance parcourue dans les mêmes conditions, à sec et l'utilisation du papier abrasif n°220 à chaque fois.

IV-3-1 Cas de l'alumine

L'observation par microscope optique montre la structure de l'alumine (Al_2O_3) utilisée pour les essais d'usure avant le frottement (photo IV-2).

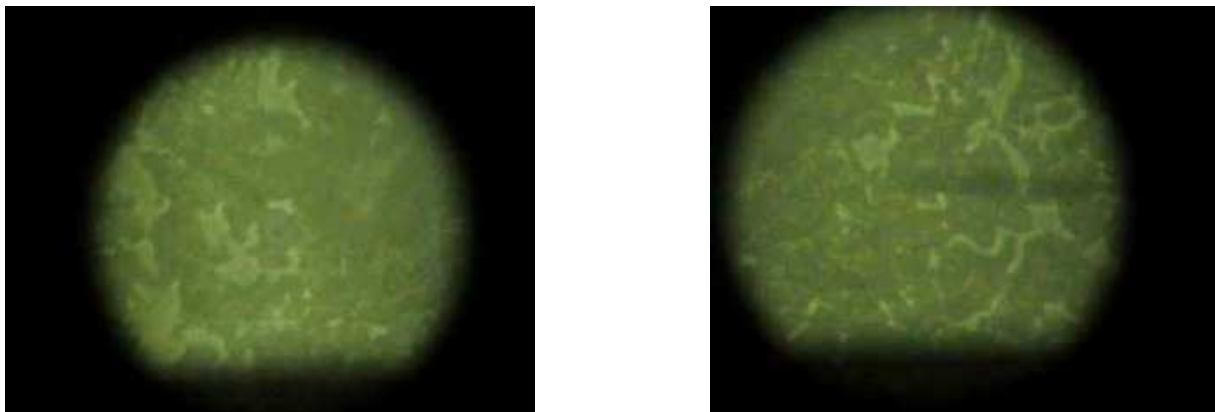


Photo IV-2- structure de l'alumine avant l'essai de frottement.

a- la perte en masse en fonction du temps

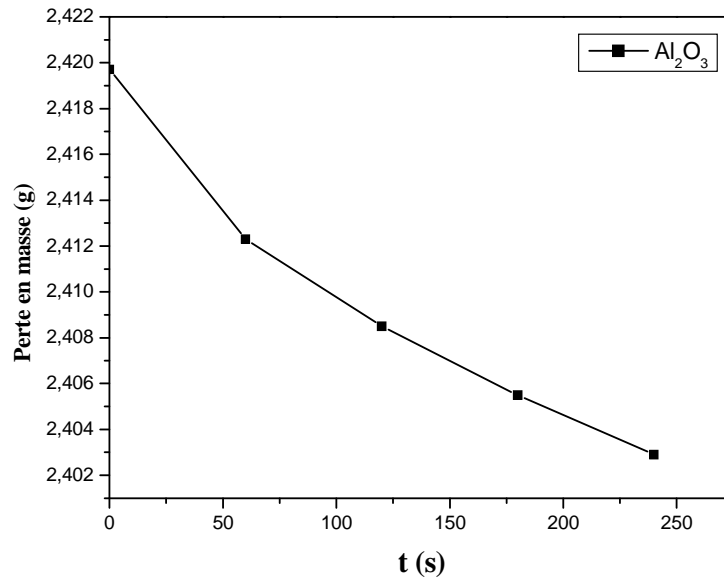


Figure IV-17 variation de la perte en masse (g) en fonction de la charge (N)

D'après cette courbe présentée sur la figure IV-17 nous remarquons que la perte en masse diminue rapidement en fonction du temps, cette diminution est due au frottement de l'échantillon à l'abrasif, qui arrache les particules, qui existent à cause de la rugosité des surfaces, où les aspérités des deux surfaces s'interpénètrent sous l'influence de la charge normale appliquée de la main qui provoquent l'arrachement des particules d'usure.

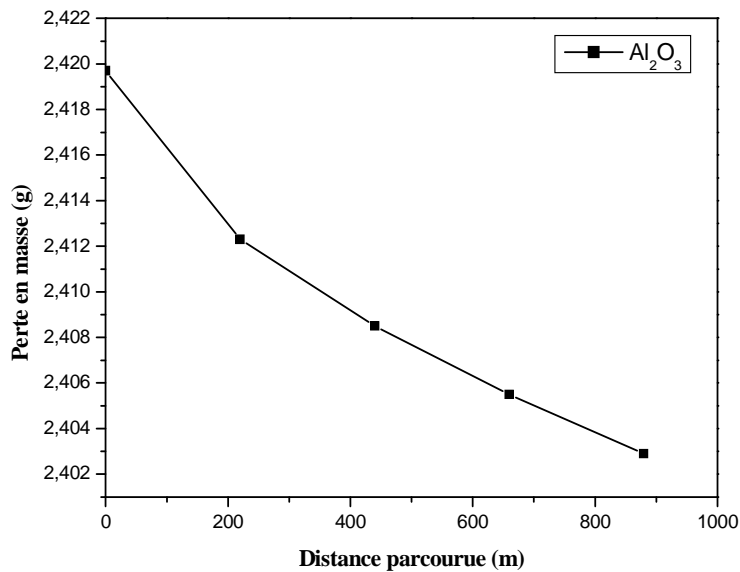
b-la perte en masse en fonction de la distance parcourue

Figure IV-18 variation de la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m).

Puisque le temps et la distance parcourue ont une relation très proche suivant les résultats d'où on peut calculer la distance parcourue à partir du temps, et la vitesse de la machine 200 tour/min, on remarque que les courbes sont semblables, donc la vitesse diminue rapidement en fonction de la distance parcourue.

c-la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)

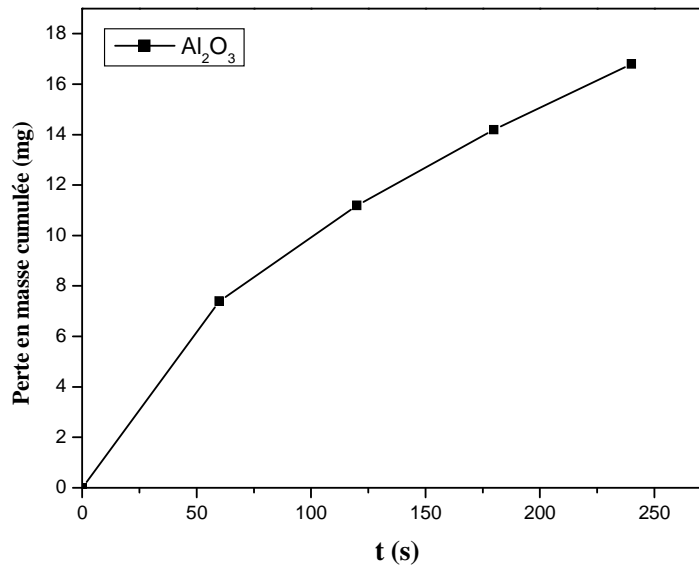


Figure IV-19 la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)

D'après cette courbe nous remarquons que l'usure de l'alumine à croître au fur et à mesure que le temps de frottement augmente. On remarque aussi l'existence de deux parties, dans la première on remarque que l'augmentation est rapide à l'intervalle de $t=0$ jusqu'à 60 secondes, puis elle continue à croître mais moins rapidement dans la deuxième jusqu'à obtenir un plateau, on peut dire que dans la première partie qui est généralement courte correspond à une accommodation des surfaces où la rugosité des surfaces joue un rôle prépondérant. Les aspérités des deux surfaces s'interpénètrent et provoquent l'arrachement des particules d'usure. Après cette période d'accommodation, la vitesse d'usure diminue dans la deuxième, puisque la rugosité des surfaces est diminuée aussi et les particules d'usure arrachés au début vont être piégés dans les défauts se trouvant à la surface et entre les antagonistes en formant un troisième corps qui sépare partiellement ou totalement les antagonistes et protège la surface de la dégradation et diminue donc l'usure.

d- la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)

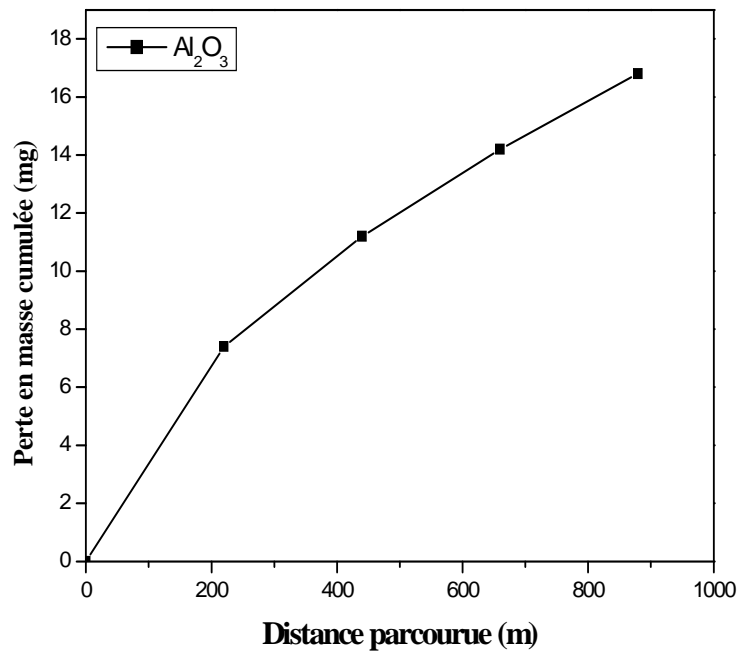


Figure IV-20 la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)

Pour cette courbe qui est présentée sur la figure IV-20, on remarque la même chose que la courbe précédente (figure IV-19), puisque il y a une relation entre le temps et la distance parcourue, on remarque l'existence de deux étapes; une augmentation rapide dans la première pour $t=0$ jusqu'à 60 secondes, puis elle continue à croître mais moins rapidement dans la deuxième.

L'observation par microscope optique, après nettoyage à l'alcool (photo IV-3), montre la structure de l'alumine utilisée après les essais de frottement. On remarque que les taches existent au début on diminue, et notre échantillon est devenu lisse. Donc l'essai de frottement aide à la diminution de la rugosité de la surface de l'alumine.

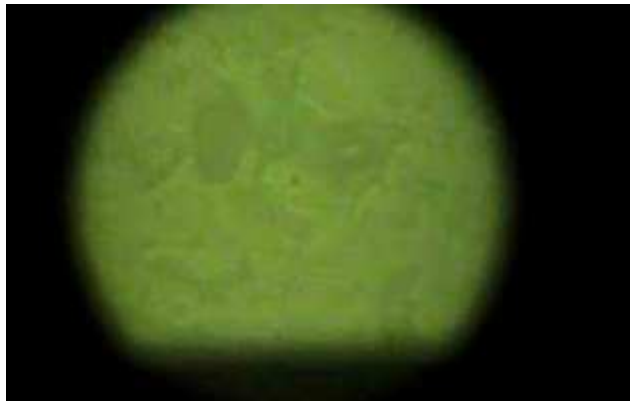


Photo IV-3- structure de l'alumine après l'essai de frottement.

IV-3-2- Cas de la zircone

L'observation par microscope optique montre la structure de la zircone (ZrO_2) utilisée pour les essais d'usure avant le frottement (photo IV-4).

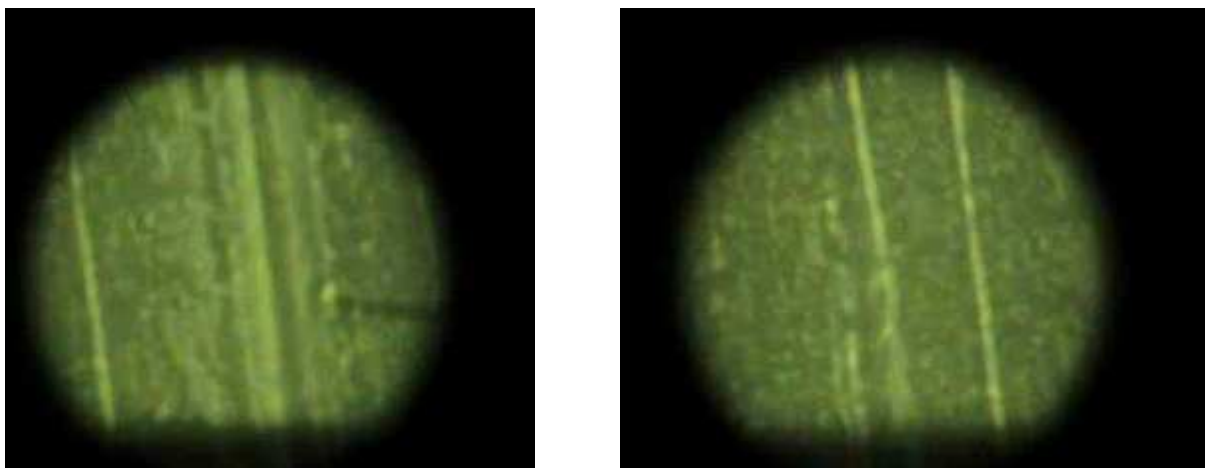
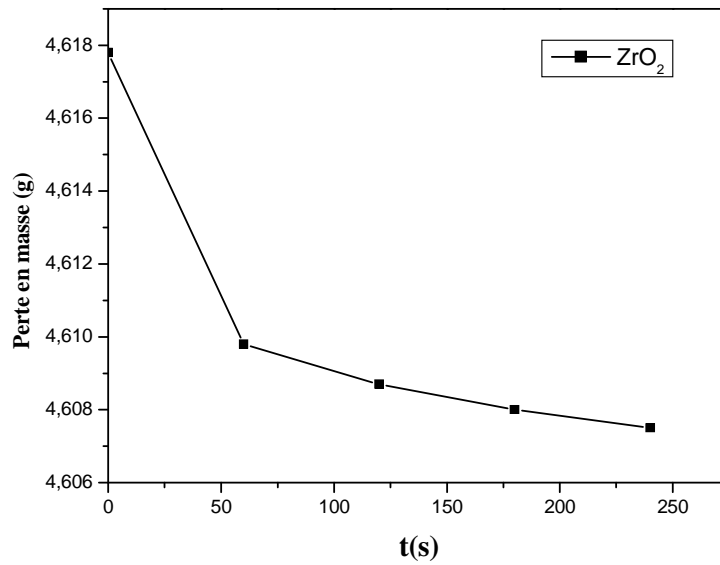
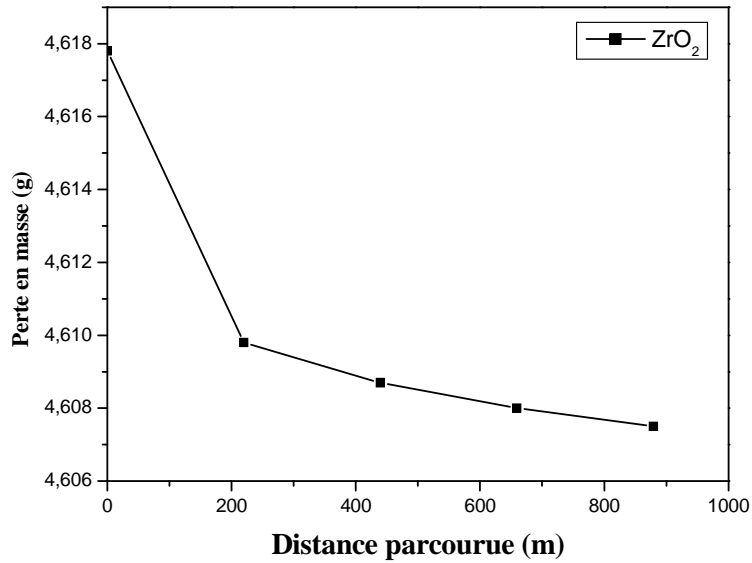


Photo IV-4- structure de la zircone avons l'essai de frottement.

a- la perte en masse (g) en fonction du temps (s)

**Figure IV-21** la perte en masse (m) en fonction du temps (s)

Suivant la courbe qui est présenté sur la figure IV-21, on remarque qu'elle est similaire à celle de l'alumine, c'est-à-dire que la perte en masse diminue rapidement en fonction du temps à l'intervalle de $t = 0$ jusqu'à 60 secondes, cette diminution est due au frottement de l'échantillon à le papier abrasif utilisé qui arrache ces particules, comme nous avons dis pour l'alumine.

b- la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m)**Figure IV-22** la perte en masse (g) en fonction de la distance parcourue (m)

Cette figure est semblable à la courbe précédente présentée sur la figure IV-21, puisque le temps et la vitesse parcourue en une relation très proche suivant les calculs, car la vitesse de rotation de la machine est 200 tour/minute, donc la vitesse aussi diminue rapidement en fonction de la distance parcourue.

c-la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)

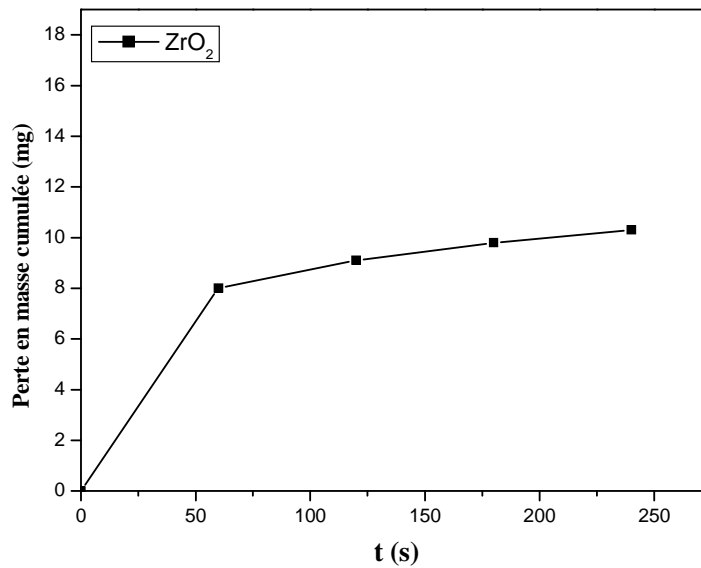


Figure IV-23 la perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s)

D'après cette courbe, nous constatons que le comportement de la zircone est similaire à celui de l'alumine, c'est-à-dire, que l'usure de la zircone augmente au fur et à mesure que le temps augmente aussi. Donc l'usure croît rapidement au début du frottement à l'intervalle de $t=0$ jusqu'à 60 secondes, puis elle continue à croître mais moins rapidement dans la suite de l'essai. Donc on peut dire aussi qu'il existe deux régimes, le premier correspond à une accommodation des surfaces, et dans la deuxième les surfaces sont séparées par le troisième corps, qui explique par conséquent la diminution de l'usure.

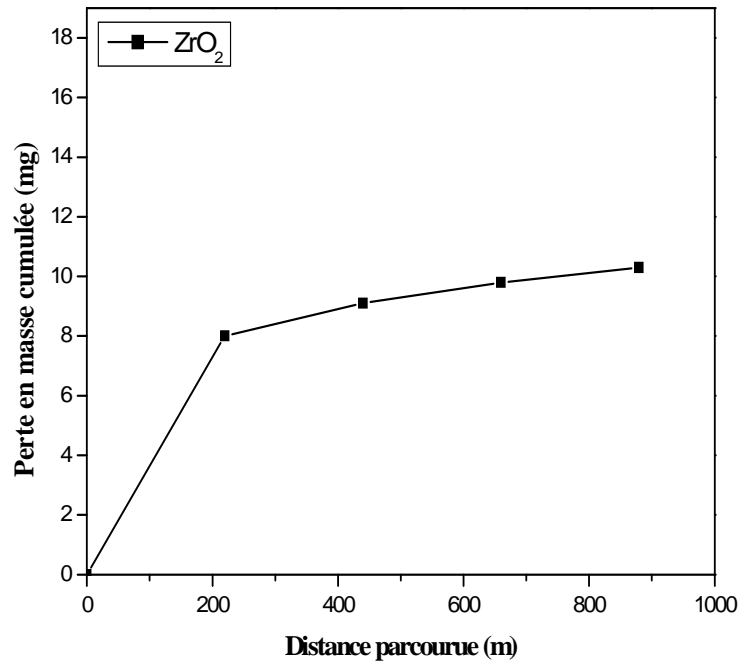
d- la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)

Figure IV-24 la perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m)

Cette courbe qui est présenté sur la figure IV-24 est similaire à celle de la figure IV-23. L'observation par microscope optique, après nettoyage à l'alcool (Photo IV-5), montre la structure de la zircone utilisée après les essais de frottement, et elle montre aussi la présence de quelques taches noires qui représentent des sites de piégeage des particules arrachées.



Photo IV-5- structure de la zircone après l'essai de frottement.

IV-3-3- Comparaison des courbes de frottement et usure

a- la perte en masse (g)

Suivant les deux figures (IV-25) et (IV-26), on constatant que l'alumine résiste mieux que la zircone à l'usure, ce qui est déjà expliqué sur les courbes qui présentent le dureté des deux matériaux.

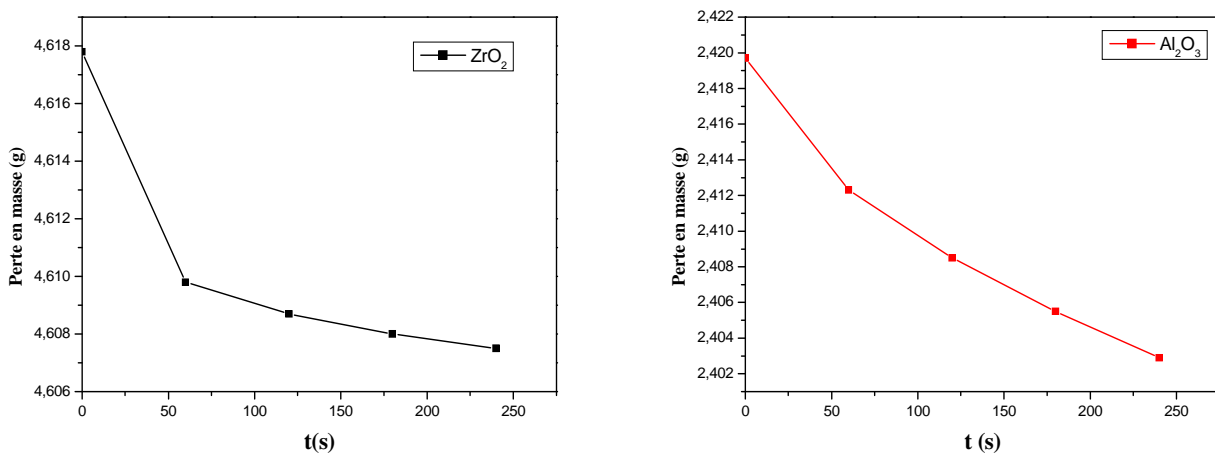


Figure IV-25 comparaison de la perte en masse (m) en fonction du temps (t) entre Al₂O₃ et ZrO₂.

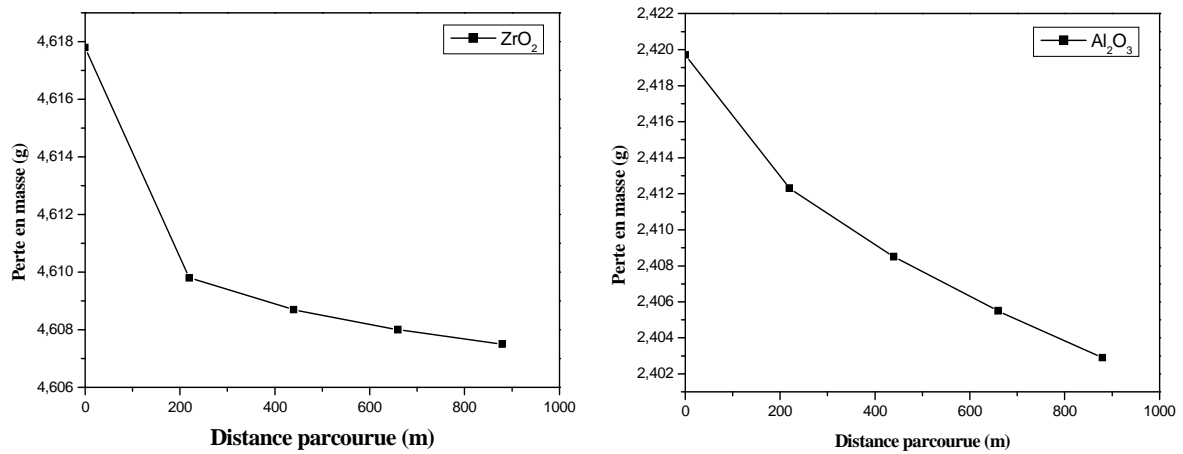


Figure IV-26 comparaison de la perte en masse (m) en fonction de la distance parcourue (m) entre Al₂O₃ et ZrO₂.

b- perte en masse cumulée

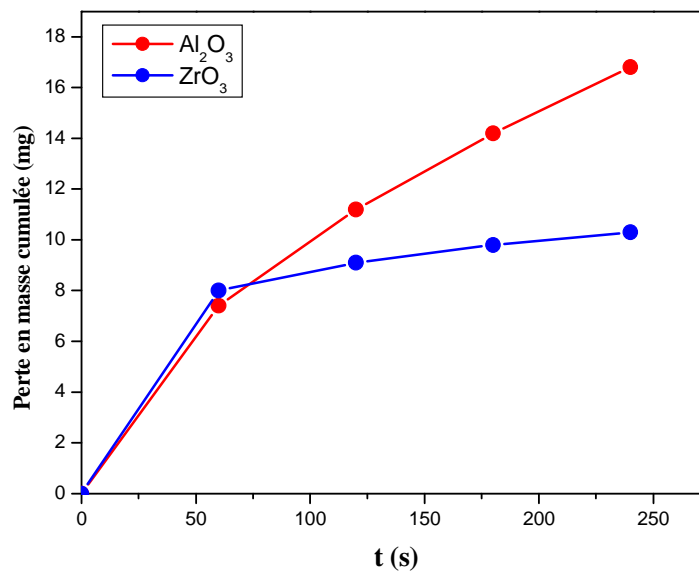


Figure IV-27 comparaison perte en masse cumulée (mg) en fonction du temps (s) Al₂O₃ et ZrO₂

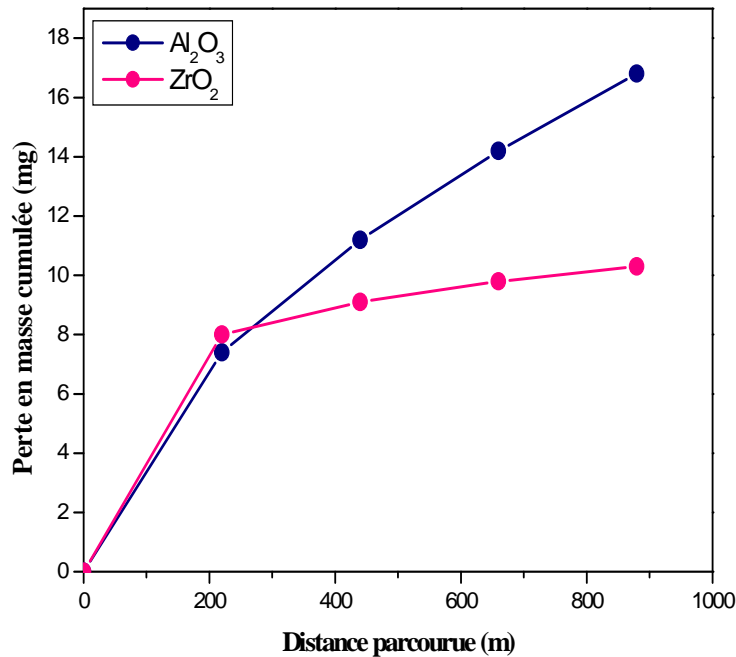


Figure IV-28 comparaison perte en masse cumulée (mg) en fonction de la distance parcourue (m) Al₂O₃ et ZrO₂.

Les deux courbes présentées sur les figures (IV- 27) et (IV- 28) montrent l'évolution des pertes en masse en fonction du temps et la distance parcourue d'après les figures on peut dire que les courbes ont des allures semblables, croissance rapide suivie par une autre augmentation mais moins rapidement que la première.

IV-4-Analyse des différents types des fissures

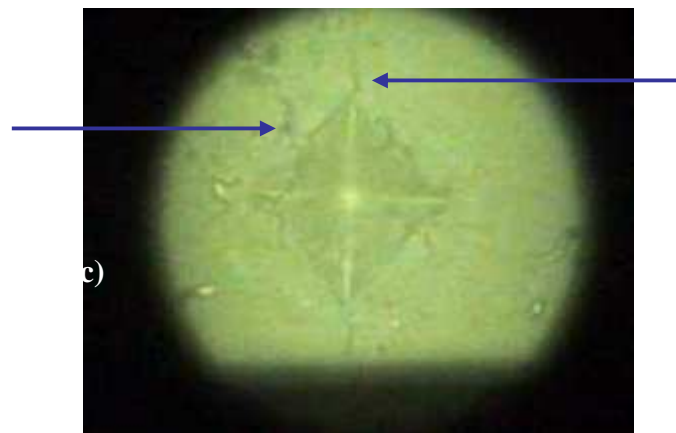
L'analyse des empreintes par microscope optique, nous indique l'existence de différents types de fissures provoquées par des différentes charges appliquées. Pour les faibles charges, environ 1 ou 2 N, l'empreinte marquée est due à la tête du diamant Vickers, suivant la photo (a) de la figure IV, dans ce cas les fissures sont de type médianes, pour la charge de 3N l'empreinte est plus visible que l'ancienne, et on remarque l'existence de fissures de type radiales primaires qui nous aide à calculer la ténacité du matériau photo (b), aux grandes charges environ 5N, nous observons d'autres fissures qui se marquent à côté des fissures radiales primaires et qu'on appelle des fissures radiales secondaires photo (c), et pour d'autres charges ≥ 10 N on remarque des fissures de type latérales.



Empreinte 200 g



Empreinte 300 g



Empreinte 500 g

Photo IV-6- Différents types des fissures selon la charge d'indentation.

CONCLUSION GENERALE

Au cours de cette étude nous avons déterminé les propriétés mécaniques, et les paramètres d'indentation (les diagonales des empreintes, les longueurs des fissures, la dureté et la ténacité) de l'alumine pure Al_2O_3 et de l'oxyde de zirconium ZrO_2 . Ensuite nous avons étudié le comportement de ces échantillons à l'usure en les faisant frotté contre un papier abrasif de carbure de silicium n° 220 (SiC) sous un contact plan/plan.

L'indentation Vickers est l'une des méthodes les plus utilisées pour caractériser les matériaux fragiles comme leur dureté et leur ténacité. En effet cette méthode d'analyse est particulièrement appréciée pour sa facilité de mise en oeuvre. Les essais d'indentation Vickers ont été effectués sur les deux types de matériaux.

- Les observations en microscope optique indiquent la formation des fissures médianes pour les faibles charges, les fissures radiales primaires, pour les charges en peu plus élevées, les fissures radiales secondaires pour les charges supérieurs et enfin la formation des fissures latérales qui sont responsables de l'écaillage du matériaux aux charges élevées.

En indentation Vickers la diagonale augmente au fur et a mesure que la charge appliquée augmente dans l'alumine et la zircone. Pour les variations de la longueur de fissure nous remarquons l'existence de deux étapes, dans la première la longueur des fissures croître d'abord rapidement jusqu'à $2C=60,95 \mu m$, puis elle commence à ralentir jusqu'à $2C=81,16 \mu m$. La première partie concerne les faibles charges ($P \leq 5N$) d'où la pénétration de l'indenteur est faible (le pénétrateur ne touche pas une grande profondeur de l'échantillon), donc il ne touche qu'une petite surface de la structure, et quand la charge d'indentation augmente ($P \geq 10 N$) l'empreinte est grande (l'indenteur pénètre profondément).

Pour le facteur d'intensité de contraintes critique de l'alumine en remarque une petite décroissance au début pour ($P < 3N$), puis on remarque une grande progression en croissance jusqu'à une valeur de $18,04 MPam^{1/2}$. Ainsi que pour la zircone on remarque une la courbe est presque stable (constante), d'où les valeurs de K_{Ic} sont presque semblables (identiques) aux variations en fonction de la charge.

Pour l'essai de la dureté H_v on remarque que la dureté de l'alumine aux petites charge est plus grande à celle des grandes charge, donc il y a une augmentation au début varie entre 5,71 Gpa pour la charge de 1N puis elle croît jusqu'à 8,39 Gpa pour la charge de 2N, et puis on remarque une stabilité de la dureté du matériau à une valeur d'environ 7,70 Gpa pour les autres grande charges. Pour la zircone on remarque une diminution des valeurs de la dureté de 8,63 GPa à 7,64 GPa entre 1 et 2 N,

et de 7,57 GPa pour les charges 3 et 5 N, et une augmentation de valeur de 8,50 GPa à nouveau pour la charge de 3N, et puis elle continue son augmentation à partir de 5-10 N.

Pour les essais de frottement on a obtenue que l'usure croit d'une manière générale avec le temps de frottement. Cependant, la vitesse d'usure est plus élevée au début de l'essai de frottement ce qui correspond à la période d'accommodation des surfaces. Puis la vitesse d'usure diminue dans la deuxième période de frottement où les surfaces frottantes sont recouvertes par les débris d'usure piégés dans le contact ce qui sépare partiellement ou totalement les surfaces frottantes et diminue la vitesse d'usure.

Les résultats obtenus montre que la résistance à l'usure de la zircone (ZrO_2) est plus faible que celle de l'alumine, donc l'alumine est plus dure que la zircone, c'est ce que nous avons prouvé pour les tests d'indentation, d'où on a trouvé les résultats de la dureté et la ténacité de l'alumine 7,40GPa et $13,12 \text{ MPam}^{1/2}$ et pour la zircone 8,20 Gpa et $8,93\text{MPam}^{1/2}$.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **E.DOW.WHITNEY**, "progress in the developpement of Modern ceramic cutting Tool Materials" S.A.E. technical paper serie 810319, Int. Conf. And expo. Detroit, Michigan feb.23-27- (1981)
- [2] **P. BOUTIN**, "l'alumine et son utilisation en chirurgie de la hanche" Press Med. 79,14 (1971).
- [3] **P. Boutin et al**, "le frottement alumine- alumine en chirurgie de la hanche", Revu de chirurgie, orthopédie 87, (1981).
- [4] **D. MALLINCKRODT**, Biocéramique, IIé Conférence franco-allemande sur les céramiques techniques.aix la chapelle, 4-6 mars (1987).
- [5] **D. J. SHANEFIELD, R. E. MISTLER**, Am. Ceram. Soc. Bull. 53, 416, (1974).
- [6] **D. J. SHANEFIELD, R. E. MISTLER**, West Elec. Eng, April (1971).
- [7] **G. PETZOW, J. LORENTZ**, Umschan, 11, 340, (1983).
- [8] **B. H. KEAR, E. R. THOMPSON**, Science 208, 847, 856, (1980).
- [9] **R. F. DECKER, J. Met.** 22, 24-28, (1981).
- [10] **J. B. WACHTMAN**, Am. Ceram. Soc. Bull, 61, 214-220, (1982).
- [11] Journée sur les matériaux céramiques pour applications aux moteurs techniques D. R. E. T., ONERA, Paris, janvier (1981).
- [12] **R. KAMO, M. BRYSIK**, « Utilisation des céramiques dans les moteurs diesels ». L'industrie céramique. 577, (1980).
- [13] **A. MOIROUX**, « L'évolution des moteurs pour l'utilisation des céramiques », Rapport Ecole Centrale de Lyon, mars (1981).
- [14] **R. RACINE**, Renault Véhicules Industriels (R. V. I), Direction des études et recherches moteurs.
- [15] **L. BADROUR**, « *Diffusion volumique et intergranulaire de l'argent dans l'alumine α* », Thèse, Aix-Marseille III, (1986).
- [16] **J.C. GLANDUS**, *Ann. Chimie, fr*, 10, 219-225, (1985).
- [17] **G. ORANGE**, « Etude des propriétés mécaniques des matériaux céramiques : mise au point d'un dispositif de déformation haute température », Thèse Docteur – Ingénieur – INSA. Lyon (1980).

- [18] **D.LEWIS**, P.F. BECHER, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*1, 7-8 (B), 634-643 (1980).
- [20] **J. HARTLEY**, *Am. Ceram. Bull.*, 61, 911-912 (1982).
- [21] **P.K. MEHROTA**, « Mechanism of wear in ceramic materials ». The International Conf. On Wear of Materials. 194-201 (1983).
- [22] **ALEXANDRE GAUDON**, « Matériaux composites nanostructurés par séparation de phases dans le système silice – zircone. » thèse de doctorat, de l'université de LIMOGES N° 67-2005
- [23] **R.C. GARVIE**, The occurrence of metastable zirconia as a crystallite size effect. *Journal of Physical Chemistry*, 69 (1964).
- [24] **R.C. GARVIE**, M.F. Goss, Intrinsic size dependence of the phase transformation temperature in zirconia microcrystals. *Journal of Materials Science*, 21, 1253 (1986).
- [25] **X. BOKHIMI**, A. Morales, O. Novaro, M. Portilla, T. Lopez, F. Tzompantzi, R. Gomez, Tetragonal nanophase stabilization in nondoped sol-gel zirconia prepared with different hydrolysis catalysts. *Journal of Solid State Chemistry*, 135, 28 (1998).
- [26] **J. LIVAGE**, K. Doi, C. Mazieres, Nature and thermal evolution of amorphous hydrated zirconium oxide. *Journal of the American Ceramic Society*, 51 (1968) 349.
- [27] **MOUSSA, R., CHERMANT, J.-L., OSTERSTOCK, F.** Evaluation des paramètres de rupture par la méthode du défaut contrôlé application au carbure de silicium. *L'industrie céramique, Bulletin de la Société Française de Céramique*. 1982, N0 757, 1/82, p. 59-71.
- [28] **G.W. STACHOWIAK AND A.W. BATCHELOR**. *Engineering Tribology (Second Edition)*. Butterworth Heinemann, 2001.
- [29] **J.M. GEORGES**. *Frottement, usure et lubri-cation*. Eyrolles, 2000.
- [30] **G.M. HAMILTON**. Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact. *Proc Instn Mech Engrs*, 197C :53-59, 1983.
- [31] **F.P. BOWDEN AND D. TABOR**. *Friction and lubrication of solids, Part I*. Clarendon Press, Oxford, 1950.
- [32] **D.H. BUCKLEY AND M. KAZUHISA**. Friction and wear of ceramics. *Wear*, 100 :333-353, 1984.
- [33] **M. WOYDT AND K. H. HABIG**. High temperature tribology of ceramics. *Tribology International*, 22:75-87, 1989.
- [34] **C. S. YUST AND F. J. CARIGNAN**. Observation on the sliding wear of ceramics. *ASLE Transactions*, 28:245-253, 1985.
- [35] **K. DEMIZU, R. WADABAYASHI**, and H. Ishigaki. Dry friction of oxide ceramics against metals : the effect of humidity. *Tribology Transactions*, 33 :505-510, 1990.
- [36] **J.DENAP**, « Comportement mécanique en frottement et usure à température ambiante de céramiques à usage thermomécanique ».

[37] **J.AYEL**, Thèse de docteur Ingénieur, Université de Caen, Septembre (1966).

[38] **G.R. ANSTIS, P. CHANTIKUL, B.R. LAWN, and D.R. MARSHALL**, “A Critical Evaluation of Indentation Techniques for measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements”. *Journal of American Ceramic Society*, 64 (1981) 533.