



UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL ABBES
Département de Génie Mécanique

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DJILLALI LIABES
Option : Matériaux et structures des machines

Présentée par

BENDAOUDI Seif-Eddine

Intitulé du sujet :

Etude de l'Usure et du Coefficient de Frottement de Ti_3SiC_2 et l'Influence de TiC sur son Comportement Tribologique

Soutenue publiquement le2014 devant le jury composé de :

Mr. MEGUENI Abdelkader	Professeur (UDL de Sidi Bel Abbès)	Président
Mr. BOUNAZEF Mokhtar	Professeur (UDL de Sidi Bel Abbès)	Directeur de thèse
M ^{me} . AGEORGES Helene	Professeur associée (Université de Limoges)	Membre
Mr. HANNANE Farouk	Professeur (Université de Blida)	Membre
Mr. TEMMAR Mustapha	Professeur (Université de Blida)	Membre

ملخص / Résumé

La caractérisation tribologique des céramiques, est complexe. Elle dépend, comme pour la majorité des matériaux, de leurs compositions, des conditions de frottement et de l'environnement. L'objectif de ce travail porte sur l'étude du comportement en frottement à sec du Ti_3SiC_2 contenant 8% de TiC. Pour cela, la modélisation du comportement de ce matériau, par la méthode des plans d'expériences, est adéquate. Les essais expérimentaux ont été effectués contre un antagoniste en Corindon sous la forme d'une tige semi-sphérique à bout chanfreiné sur son pourtour afin d'éviter tout coincement pouvant fausser le résultat pendant la rotation de l'éprouvette. A température ambiante de 20 °C et au taux d'humidité relatif de 20 %, le matériau présente un coefficient de frottement large de 0,1 à 0,53 et un taux d'usure variant entre $0,6.10^{-6}$ mm³/Nm et $2,5.10^{-6}$ mm³/Nm, à plusieurs gammes de vitesse de glissement, dont la valeur se situe entre 5 m/s et 60 m/s et sous une pression croissante appliquée sur la tige de 0,1 à 0,8 MPa. L'exploitation des résultats du modèle obtenu par la méthode des plans d'expériences, expliquent le comportement tribologique de ce matériau par des courbes et des graphes qui nous dégagent des possibilités pour des applications potentielles de ce matériau aux conditions imposées.

تحديد الخصائص التريبولوجية لسيراميك عملية معقدة. ذلك يعتمد، كما بالنسبة لغالبية المواد، على مكوناتها، و ظروف الاحتكاك و البيئة. الهدف من هذا العمل هو دراسة السلوك عند الاحتكاك الجاف للمادة Ti_3SiC_2 التي تحتوي على 8 % من TiC. لهذا فنمذجة سلوك هذه المواد، من خلال طريقة التصاميم التجريبية، مناسبة. أجريت الاختبارات تجريبية في احتكاك ضد عينة من مادة اكسيد الالمونيوم، على شكل قضيب شبه كروية مشطوب الأطراف لتجنب أي اعتراض بإمكانه أن يشوش النتيجة اثناء الدوران. في درجة حرارة الغرفة حوالي 20 درجة مئوية و رطوبة نسبية بمعدل 20 %، سجلت العينة معامل احتكاك فسيح من 0.1 إلى 0.53 ومعدل تآكل بين $0,6.10^{-6}$ مم³ ن.م و $2,5.10^{-6}$ مم³ ن.م، على نطاق عدة سرعات الانزلاق ما بين 5 م / ث و 60 م / ث وتحت ضغط متزايد من 0,1 – 0,8 ميغا باسكال، مطبق على القضيب. استخدام نتائج النموذج المتحصل عليها من طريقة التصاميم التجريبية، تفسر السلوك التريبولوجي لهذه العينة، من خلال المنحنيات و الرسوم البيانية التي تبرز فرص التطبيقات المحتملة لهذه المواد تحت الشروط المفروضة .

Le Prophète Mohamed, que Dieu le bénisse, a dit :

***Celui qui mène un chemin pour le savoir,
Dieu lui facilite un chemin pour le Paradis.***

Je dédie cette thèse :

à ma défunte mère ABOURA Saliha qui a été la première à m'encourager à aller si loin dans les études, Je n'ai pas eu le temps de lui dire tout ce que je voulais lui dire, de lui dire surtout combien je l'aimais, combien elle était importante pour moi. Depuis ce jour, j'ai compris, l'importance de dire à ceux qu'on aime, combien on les aime, avant qu'ils ne partent sans le leur avoir dit.

à mon père, à mes sœurs Amina et Assia, et mon frère Abdel-Allah, qui m'ont encouragée et soutenue durant ces quatre années de recherches et sans lesquels ce travail n'aurait jamais vu le jour.

Que Dieu me les préserve...

Remerciements

Avant de présenter ce travail, je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de recherches Monsieur BOUNAZEF Mokhtar pour son encadrement, ses conseils éclairés, sa gentillesse et la confiance et la liberté qu'il m'a accordés tout au long de mes recherches. Je n'oublierai jamais nos rencontres, nos discussions et ses encouragements permanents.

Je lui exprime toute ma gratitude.

Je tiens à remercier Pr. MEGUENI Abdelkader d'avoir accepté d'être président du jury. Je remercie également tous les membres du jury d'avoir accepté de se déplacer, de la ville de Blida et de France, pour assister à la présentation de ce travail. Je les remercie de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'apporter leurs jugements sur ce travail.

Je suis très reconnaissant aux membres de ma petite famille qui n'ont cessé de m'encourager et de prier pour moi, à mon père pour son soutien tant matériel que moral, et à mes sœurs et mon frère pour leurs présences et leurs aides. Je n'oublie pas mon beau-frère Pr. MAHDJOUR Zoubir pour ses conseils cruciaux.

Les enseignants, chercheurs, ingénieurs, secrétaire et doctorants, du département Génie Mécanique UDL-SBA, de notre laboratoire et du laboratoire d'accueil, qui ont pris une part active dans la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier toutes les personnes extérieures à l'université Djillali LIABES. Je pense tout particulièrement à mes chers collègues à l'entreprise ENIE-Spa : Les ingénieurs : M. Fayçal, B. Kamel, M. Sofiane,....ainsi qu'aux personnels administratifs : I. Houaria, G. Nawel, D. Lila,...

Je demande enfin à toutes les personnes sollicitées dans le cadre de ce travail de trouver ici l'expression de ma profonde gratitude.

Sommaire

Introduction générale	13
I Contexte de l'étude et bibliographie	15
I-1 Introduction	15
I-2 Présentation du sujet et problématique	15
I-3 Les phases MAX	15
I-4 Les principales propriétés de Ti_3SiC_2	19
I-5 Conclusion	35
II Tribologie & Etudes tribologiques de Ti_3SiC_2	37
II-1 Introduction	37
II-2 Tribologie	37
II-3 Tribologie des céramiques	39
II-4 Etudes tribologiques de Ti_3SiC_2	52
II-5 Conclusion	65
III Elaboration de Ti_3SiC_2 & Expérimentation	67
III-1 Introduction	67
III-2 Présentation du sujet et problématique	67
III-3 Synthèse et caractérisation	68
III-4 Technique expérimentale	70
III-5 Les théories du frottement	74
III-6 Conclusion	79

IV Méthode des plans d'expérience ; Théorie & Application	81
IV-1 Introduction	81
IV-2 Modélisation par la méthode des plans d'expériences	81
IV-3 Introduction dans les plans d'expériences	82
IV-4 Démarche méthodologique	88
IV-5 Construction de plans d'expériences sous un logiciel PE	96
IV-6 Conclusion	99
V Résultat et discussion	100
V-1 Introduction	100
V-2 Comportement tribologique du Ti_3SiC_2 contenant 8 % de TiC	100
V-3 Influence des paramètres physiques sur le comportement tribologique de Ti_3SiC_2/TiC	103
V-4 Influence du taux de TiC sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2	109
V-5 Conclusion	115
Conclusion générale	117

Liste des tableaux

Tableau I.01 : Duretés normalisées (HE) des métaux, alliages et céramiques à celle du Ti_3SiC_2	24
Tableau I.02 : Valeurs de ténacité du Ti_3SiC_2 en fonction de la taille de ses grains : structure à grains fins (FG) ; structure à gros grains (CG)	25
Tableau I.03 : Les principales propriétés physiques, mécaniques et acoustiques d'un échantillon Ti_3SiC_2 obtenu par HP	27
Tableau I.04 : Un aperçu des travaux précédents sur les phases issues de l'élaboration de Ti_3SiC_2	33
Tableau II.01 : Différents modes de dissipation d'énergie en frottement	38
Tableau II.02 : Caractéristiques de base des céramiques monolithiques et l'acier 100Cr6	40
Tableau II.03 : Caractérisation tribologique de céramiques en frottement non-lubrifié	41
Tableau II.04 : Les principaux types de test de frottement	46
Tableau II.05 : Coefficients de frottement en fonction d'états de surface de Ti_3SiC_2	53
Tableau III.01 : Conditions d'essai de frottement	72
Tableau III.02 : Réponse d'essai de frottement du Ti_3SiC_2 avec TiC: 8 % (a) ; variant de 0-8 % (b)	74
Tableau IV.01 : Valeurs des coefficients (Série1 & Série2)	92
Tableau IV.02 : Valeurs des qualités des modèles mathématiques	98
Tableau V.01 : Valeurs du f déduites par le modèle mathématique aux paramètres choisis	103
Tableau V.02 : Valeurs minimales atteintes du coefficient de frottement	104
Tableau V.03 : Valeurs minimales et finales atteintes du coefficient de frottement	105
Tableau V.04 : Intervalle de variation du taux d'usure	106

Liste des figures

Figure I.01 : Localisation des éléments constitutifs des phases MAX dans le tableau périodique et une liste des différentes phases thermodynamiquement stables	16
Figure I.02 : Structures cristallographiques des phases MAX ; Micrographie des grains de Ti_3SiC_2	17
Figure I.03 : Structure générale d'une céramique polycristalline	18
Figure I.04 : Structure nanolamellaire du Ti_3SiC_2 (a) face fracturée ; (b) jeu de cartes sollicité parallèlement aux plans des cartes	18
Figure I.05 : Empreinte de micro dureté à 500 g montrant la structure lamellaire du Ti_3SiC_2	19
Figure I.06 : Comparaison des spectres XPS du carbone C 1s et du titane Ti 2p pour le Ti_3SiC_2 et le TiC ..	23
Figure I.07 : Système vis-écrou usiné dans du Ti_3SiC_2	24
Figure I.08 : Courbes de traction du Ti_3SiC_2 -FG à différentes températures (de T_{ambiante} à $1300^{\circ}C$)	25
Figure I.09 : Dureté Vickers en fonction de la limite en flexion et de la charge de l'indentation Vickers préalable pour le Ti_3SiC_2 , aux tailles de grains précisées	26
Figure I.10 : Formation des bandes de kink : Modèle de : a-d) Hess et Barrett ; e-h) Frank et Stroh	28
Figure I.11 : Formation des bandes de kink à partir des bandes de kink elliptiques (IKB)	29
Figure I.12 : Contrainte/déformation du Ti_3SiC_2 (GF et GG), en comparaison avec l' Al_2O_3 et l'Al	30
Figure I.13 : Mécanismes d'endommagement sous un pénétrateur mécanique, d'une phase MAX	31
Figure I.14 : Bands de Kink : formées dans un solide cristallin (a); Image macroscopique (b) ; Image MET d'une bande coude et ses limites (c)	34
Figure I.15 : Résistance chauffante réalisée en Ti_3SiC_2 , portée ici à $1350^{\circ}C$. L'image de droite montre une couche protectrice d'oxyde dense et adhérente à la surface	36
Figure I.16 : Moule de gants réalisé en Ti_3SiC_2	36
Figure II.01 : Synoptique générale d'un système tribologique	38
Figure II.02 : L'effet de la porosité sur l'usure des céramiques	42
Figure II.03 : Le mécanisme d'usure des céramiques sous contrainte thermique	42
Figure II.04 : Lubrification (a) et usure corrosive (b) par des couches hydratées sur les céramiques	43
Figure II.05 : Les mécanismes de déformation ductile (a) et fragile (b) des céramiques	44

Figure II.06 : Aire réelle de contact par rapport à l'aire apparente de contact	45
Figure II.07 : Plages des taux d'usure pour des couples en céramiques	47
Figure II.08 : Schéma des quatre modes d'usure abrasive	48
Figure II.09 : Schéma des mécanismes possibles d'usure par érosion	49
Figure II.10 : Schéma du mécanisme de l'usure adhésive (a) ; fragments du cuivre sur Al ₂ O ₃ (b)	50
Figure II.11 : Cycle de formation-enlèvement d'un film corrosif	51
Figure II.12 : Schéma du mécanisme de fissuration de surface (a) et en sous-couche (b) par fatigue	52
Figure II.13 : L'accumulation de la matière sur la surface due à la déformation de la structure	52
Figure II.14 : Coefficient de frottement de Ti ₃ SiC ₂ contre l'Al ₂ O ₃ , en fonction de la température	54
Figure II.15 : Comparaison de la durée du régime I entre FG et CG contre (a) 100C6, et (b) Si ₃ N ₄	55
Figure II.16 : Evolution du coefficient de frottement et MEBs des surfaces des billes respectives	56
Figure II.17 : Evolution du coefficient de frottement de Ti ₂ SiC ₃ déposé à : (a) 100 °C et (c) 300 °C	57
Figure II.18 : Schématisation de l'influence de l'orientation des grains	58
Figure II.19 : Micrographie électronique d'une coupe transversale de film d'oxyde	59
Figure II.20 : Evolution du coefficient de frottement du Ti ₃ SiC ₂ contre l'acier 100C6	60
Figure II.21 : Evolution du coefficient de frottement du Ti ₃ SiC ₂ sous charge de : (a) 5N (b) 1N	61
Figure II.22 : Micrographies des traces d'usure du disque après 1 min et 8 min de glissement	61
Figure II.23 : Coefficient de frottement (a) et taux d'usure (b) du Ti ₃ SiC ₂ et TiC-Ti ₃ SiC ₂	62
Figure II.24 : Evolution du coefficient de frottement de Ti ₃ SiC ₂ en fonction de la température	63
Figure II.25 : Evolution du coefficient de frottement de Ti ₃ SiC ₂ contre : lui-même (a), diamant (b)	64
Figure II.26 : Micrographie du film de transfert formé sur la surface de Ti ₃ SiC ₂	64
Figure II.27 : Résumé du phénomène de transition et MEBs des surfaces de l'essai correspondant	65
Figure III.01 : Micrographiques de structure de Ti ₃ SiC ₂ pur (a), et le Ti ₃ SiC ₂ /TiC	69
Figure III.02 : Tribomètre pion/disque et son schéma de principe	71
Figure III.03 : Composante abrasive du coefficient de frottement pour un indenteur sphérique	73
Figure III.04 : Interprétation des tracés Ft en fonction de Fn (a), et de μ en fonction de $\frac{1}{P_{moy}}$ (b)	79
Figure IV.01 : Domaine de variation pour : (a) un seul facteur ; (b) deux facteurs	85
Figure IV.02 : Représentation d'une surface de réponse	86
Figure IV.03 : Exemple de plan non-conventionnel	89

Figure IV.04 : Ecart des valeurs calculées par rapport aux valeurs mesurées des réponses : (a,b) coefficient de frottement et taux d'usure (série1) ; (c) taux d'usure (série2)	97
Figure IV.05 : Diagrammes des qualités descriptives et prédictives des modèles obtenus	98
Figure V.01 : Variation du coefficient de frottement et du taux d'usure	101
Figure V.02 : Surface de Réponse et Iso-réponses relatives à la variation du coefficient de frottement.	101
Figure V.03 : Surface de Réponse et Iso-Réponses relatives à la variation du taux d'usure.	102
Figure V.04 : Influence de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement	104
Figure V.05 : Influence de la vitesse de glissement sur le taux d'usure	105
Figure V.06 : Influence de la pression normale sur le coefficient de frottement	106
Figure V.07 : Influence de la pression normale sur le taux d'usure	107
Figure V.08 : Variation du taux d'usure du Ti_3SiC_2/TiC et du Ti_3SiC_2	110
Figure V.09 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure sous pression constante	111
Figure V.10 : Variation du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement	112
Figure V.11 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure à vitesse de glissement constante	113
Figure V.12 : Variation du taux d'usure en fonction de la pression normale	114
Figure V.13 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure de Ti_3SiC_2	115

Nomenclature

Ti : Titane

Si : Silicium

C : Carbone

MAX : Matériaux nano-lamellaires : M métal de transition (titane, chrome, zircone...) ; A un élément du groupe A (silicium, aluminium, étain...) ; et X est soit du carbone ou de l'azote.

Ti₃SiC₂ : Carbure de Silicium de Titane

TiC : Carbure de titane

Ti₃SiC₂/TiC : Carbure de Silicium de Titane avec 8% d'impuretés de TiC

Al₂O₃ : Corindon

Be₂O₃ : Trioxyde de Béryllium

CVD : (Chemical Vapor Deposition) Dépôt chimique en phase vapeur

FG : (Fine-Grained) Grains fins

CG : (Coarse Grained) Gros grains

°C : Degré Celsius

MPa : Méga Pascals

m : Mètre

m/s : Mètre par seconde

mm³/Nm : Millimètre cube par Newton mètre

MEB : Microscope électronique à balayage

XPS : (X-Ray Photoelectron Spectrometry) Spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X

PE : Méthode des plans d'expériences

x_{i,1} : i^{eme} Valeur du facteur vitesse de glissement

x_{i,2} : i^{eme} Valeur du facteur pression

Nomenclature

y_i : i^{eme} Valeur de la réponse (coefficient de frottement)

e_i : Ecart entre la valeur mesurée et la valeur évaluée par le modèle du coefficient de frottement pour l'expérience i

a_i : Coefficient i des monômes du modèle

tX : Transposée de la matrice X

$({}^tXX)^{-1}$: Matrice inverse de la matrice $({}^tXX)$

SCER : Somme des Carrés des Ecart des Résidus

STCE : Somme Totale des Carrés des Ecart

PRESS : Somme des Carrés des Erreurs de Prédiction

SCT : Somme des Carrés des écarts entre les essais et leur moyenne

ΔT_c : Gradient de température

HIP : (Hot Isostatic Pressing) Pressage isostatique à chaud

HP : (Hot Pressing) Pressage à chaud

VS : (Vacuum Sintering) Frittage sous vide

MA : (Mechanical Alloying) La mécano-synthèse

PDS : (Pulse Discharge Sintering) Frittage par décharge d'impulsions

SHS : (Self-propagating High temperature Synhtesis) Synthèse par combustion

LFM : (Lateral Force Microscopy) Microscopie à force latérale

AFM : (Atomic Force Microscope) Microscope à force atomique

\varnothing_{bille} : Diamètre de la bille

MEBs : Microscope Electronique à Balayage

PLD : (Pulsed Laser Deposition) Dépôt par ablation laser

Introduction générale

Dans le monde actuel, la demande sur les produits de plus en plus performants et fiables, nécessite de revoir le choix de beaucoup de matériaux. De plus, l'allègement des pièces pour des raisons économiques et/ou écologiques est un enjeu de plus en plus important.

En effet, une grande partie des défaillances techniques s'amorce à la surface de contact des matériaux en mouvement relatif ; de ce fait, le comportement tribologique et la performance des matériaux dans un contact glissant ou roulant, lubrifié ou sec, déterminent à terme la qualité de la conception initiale.

Le présent travail s'inscrit dans la thématique des propriétés tribologiques d'une phase MAX. Le Ti_3SiC_2 est dans ce contexte, le bon candidat pour la modulation de ces propriétés ; son évaluation est cruciale dans un certain nombre de secteurs industriels. Cette étude s'articule principalement sur le comportement en friction et en usure du Ti_3SiC_2 , en glissement à sec par contact direct avec le Corindon sous des paramètres physiques extérieurs: la vitesse de glissement de l'un par rapport à l'autre, la pression normale de l'un sur l'autre et enfin le taux d'impuretés de TiC à l'intérieur de cette céramique. Les différentes propriétés physiques tribologiques (coefficient de frottement, taux d'usure, ...) en fonction de ces paramètres ont été étudiées aussi bien expérimentalement qu'en théorie, afin de pouvoir tirer parti de leurs propriétés inusuelles, en vue d'applications potentielles pour ces matériaux.

Cette thèse est organisée selon cinq chapitres :

Le premier chapitre expose une généralité sur les phases MAX en les situant au sein de la classe des céramiques. Ces phases, classées parmi les matériaux non métalliques, présentant une structure en nano-feuillets et de formule générale $Mn+1AX_n$. Sur la cinquantaine de ces phases existantes, il est aujourd'hui possible d'en synthétiser une vingtaine massivement.

Le second chapitre s'intéresse en particulier de la phase MAX : Ti_3SiC_2 (Carbure de Silicium de Titane), et a pour impératif de mettre en évidence la combinaison unique de propriétés des métaux et des céramiques pour ce matériau ; car il est résistant aux chocs thermiques, il est thermiquement et électriquement conducteur, tolérant aux dommages, léger, très résistant à

l'oxydation, élastiquement rigide et mécaniquement usinable. En outre, ce chapitre dresse un état de l'art de son comportement tribologique sous différentes conditions d'entrave et de température.

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

Le quatrième chapitre présente les théories et les outils utilisés pour le dépouillement des différentes données obtenues. Ce travail a été mené en se basant sur des résultats expérimentaux réels. Néanmoins, l'établissement des modèles mathématiques du comportement tribologique du Ti_3SiC_2 , dans un domaine expérimental regroupant des essais expérimentaux réalisés de façon aléatoire, exige l'utilisation de méthodes et/ou théories spécifiques. La solution proposée est une des méthodes mathématique qui permet de décrire l'action de cause lors des essais expérimentaux, en dévoilant clairement l'action de chaque paramètre indépendamment ou d'une façon combinée par leurs interactions, et par conséquent prédire le taux d'influence des paramètres physiques sur le comportement du matériau.

Le cinquième chapitre a pour objet d'exposer les résultats numériques ainsi que graphiques, obtenus par les modèles mathématiques du comportement tribologique du matériau en question. Deux points de discussion majeurs, ont été abordés portant successivement, sur le comportement en friction et en usure du $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{TiC}$ (8 % de TiC), et sur l'effet du taux d'impuretés de TiC en examinant les différents comportements en présence ou en absence de ces impuretés dans le Ti_3SiC_2 . En outre, ces chapitres proposent un scénario expliquant les mécanismes de comportement de ce matériau lors de glissement à sec sur le Corindon.

CHAPITRE I

Contexte de l'étude et bibliographie

I-1 Introduction

Au courant des années soixante, les travaux de Jeitschko, Nowotny [1] et leurs collègues, effectué sur les synthèses d'un grand nombre de carbures et nitrures, ont permis la découverte de plus d'une centaine de nouveaux matériaux. Parmi eux se trouvaient plus de trente, que l'on appelle les phases H ou Hägg, nommé plus tard les phases MAX. Le Ti_3SiC_2 (Titane Carbure de Silicium) est une phase MAX typique qui est d'un intérêt particulier pour ce travail.

Ce chapitre décrit succinctement les phases MAX et propose une description de la structure et des principales propriétés du Ti_3SiC_2 , en les situant au sein de la famille des céramiques.

I-2 Présentation du sujet et problématique

Le Ti_3SiC_2 est parmi les matériaux céramiques qui constituent une nouvelle classe de matériaux nano-lamellaires, avec des propriétés intermédiaires entre celles des métaux et celles des céramiques, appartenant à la famille des phases MAX qui représente une classe exceptionnellement de matériaux nano-lamellaires étendue de céramiques, connues depuis les années 1960. Malgré leur découverte relativement ancienne, leurs propriétés physiques n'ont été que peu étudiées et ce n'est que dans les années 90 que des travaux systématiques de synthèse et de caractérisation ont été entrepris par une équipe américaine de l'université de Drexel (Philadelphie) dirigée par M. Barsoum. 1996 correspond à la date de leur première publication sur le sujet [2]. Ces céramiques possèdent des propriétés intéressantes, intermédiaires entre les métaux et les céramiques, dont une description succincte est donnée dans la suite. Notre étude sur le comportement tribologique portera essentiellement sur le Ti_3SiC_2 phase parmi une cinquantaine déjà répertoriées.

I-3 Les phases MAX

I-3-1 Structure

Comme il a été défini par Barsoum [3], les phases MAX répondent à une formule générale de type: $M_{n+1}AX_n$ ($n=1, 2, \text{ ou } 3$), avec M un métal de transition (titane, chrome, zirconium...), A un élément du groupe A (silicium, aluminium, étain...), et X est soit du carbone ou de l'azote (les

termes « phases MAC » et « phases MAN » sont parfois utilisés pour désigner les carbures (X = C) et les nitrures (X = N), respectivement). Les différents stoechiométries des MAX sont souvent désignés comme 211 (n=1), 312 (n=2) et 413 (n=3). La figure (Figure I.01) montre les différents éléments utilisés, et donne la liste des phases thermodynamiquement stables [4].

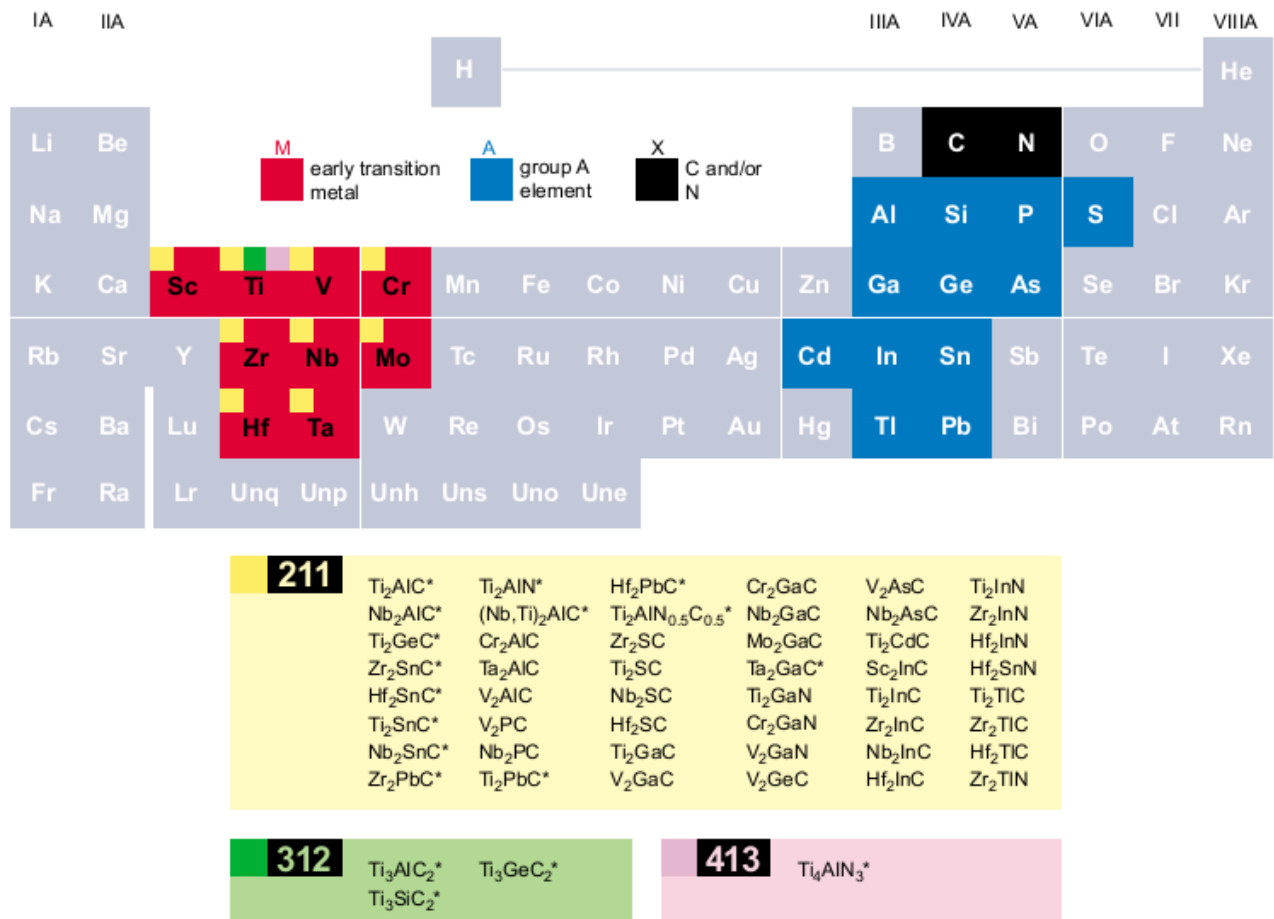


Figure I.01 : Localisation des éléments constitutifs des phases MAX dans le tableau périodique et une liste des différentes phases thermodynamiquement stables

(Source: The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials. American Scientist, 2001)

Les phases MAX ont une structure hexagonale dont la figure (Figure I.02) présente les différentes mailles élémentaires selon la valeur de n [5-6]. Les différentes structures de ces céramiques sont lamellaires à l'échelle atomique.

Les paramètres de maille sont connus pour certaines de ces céramiques notamment le Ti₃SiC₂ : les mesures, effectuées sur différents types d'échantillons (dépôt par CVD, échantillon massif, etc.) et à l'aide de différentes techniques de caractérisation (diffraction de neutrons, diffraction des rayons X) [7, 8], ont données les valeurs de ces paramètres qui sont a≈0,307 nm et

$c \approx 1,767$ nm. Ces derniers sont en accord avec les prédictions initiales de Jeitschko et Nowotny [9]. Dans ce matériau, les liaisons entre les atomes de titane et de silicium dans la direction c sont plus faibles qu'entre les atomes de titane et de carbone dans la direction a , ce qui indique une anisotropie cristallographique. La comparaison des spectres Raman du Ti_3SiC_2 et du TiC a mis en évidence une correspondance au cisaillement entre les plans de titane et de silicium, évoquant la possibilité d'un mécanisme de glissement entre les plans proche de celui mis en jeu dans le comportement de matériaux lamellaires comme le graphite [10].

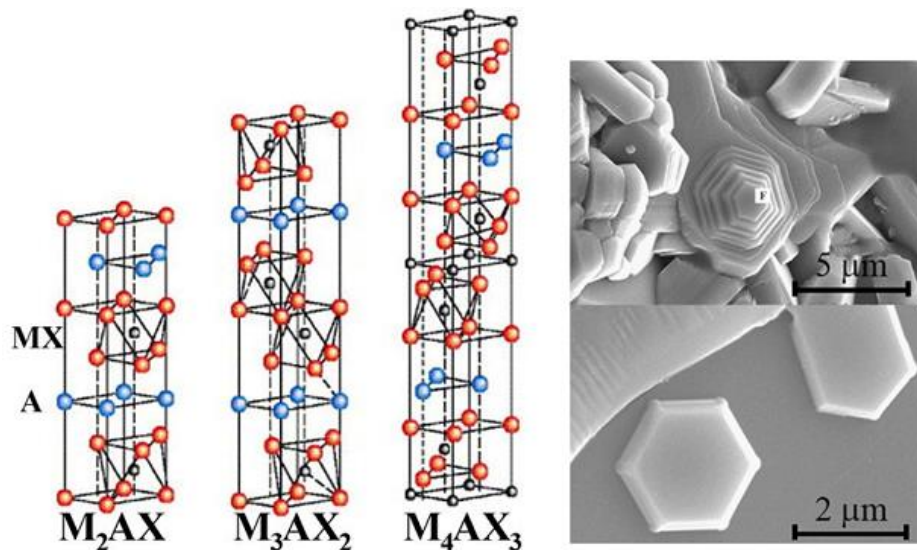


Figure I.02 : Structures cristallines des phases MAX ; Micrographie des grains de Ti_3SiC_2
(Source: Growth mechanism of Ti_3SiC_2 single crystals by in-situ reaction of PCS and metal titanium with CaF_2 ..., Crystal Growth, 2008)

I-3-2 Microstructure

La structure générale d'une céramique est schématisée sur (Figure I.03). Elle peut être composée de grains d'une même phase, ou de phases différentes, séparés par des joints de grains. Des défauts, liés aux procédés d'élaboration, peuvent également être présents et fragiliser la structure. Ces défauts sont soit des porosités résiduelles après frittage, soit des microfissures apparaissant aux joints de grains lors du refroidissement. La connaissance de la microstructure (taille de grains) ainsi que du type et de la taille des défauts présents initialement dans la structure est essentielle, ces informations pouvant influencer de façon importante le comportement du matériau (par exemple le comportement à la rupture dans le cas des défauts).

El-Raghy *et al.* ont étudié les structures finales obtenues lors de la synthèse du Ti_3SiC_2 par pressage isostatique à chaud [11]. Ils ont obtenu trois types différents de microstructures en faisant varier la température et le temps de maintien : une microstructure à grains fins (autour du micron,

notée FG), une microstructure à gros grains (entre quelques dizaines et quelques centaines de microns, notée CG) et une microstructure intermédiaire avec de gros grains dans une matrice de grains fins. Le passage entre ces différentes microstructures semble se faire de façon continue, et plus on augmente le temps et la température, plus les grains obtenus sont gros. Les études sur les propriétés mécaniques de ce matériau tiennent souvent compte de la distinction entre les structures à gros grains et à grains fins en étudiant les deux cas. Cependant, la porosité peut être réduite de façon importante dans ce matériau, qui a par ailleurs une grande résistance à la présence des défauts comme on le verra dans la suite.

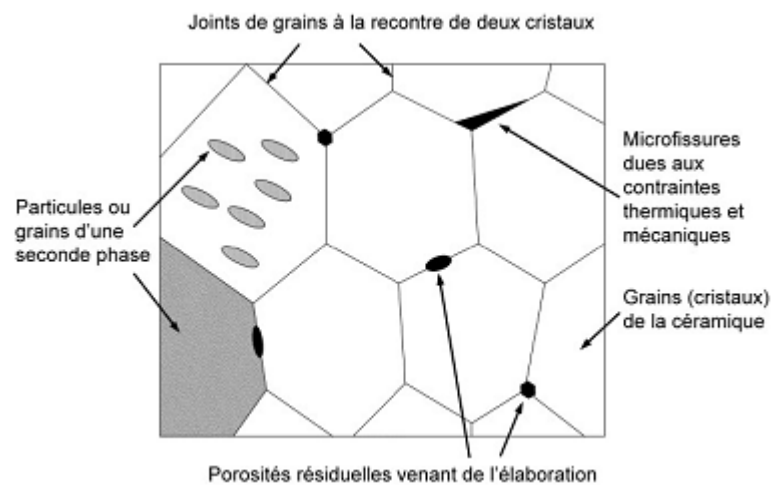


Figure I.03 : Structure générale d'une céramique polycristalline

(Source: Comportement tribologique d'une phase MAX, Alexandra SOUCHET, 2004)

Les phases MAX sont des céramiques nano-lamellaires. La figure (Figure I.04.a) ci-après, extraite de [12], montre une micrographie de cette structure sur une surface fracturée de Ti_3SiC_2 . Cette micrographie présente la structure à lamelles flexibles de ce matériau et montre sa propension à se délaminer. Ce principe de déformation se rapproche de celui d'un jeu de carte sollicité parallèlement aux plans des cartes comme illustré sur la figure (Figure I.04.b), extraite de [4], chaque lamelle visible dans la structure étant elle-même composée de feuillets.

La figure (Figure I.05) montre une empreinte de micro dureté Vickers effectuée en appliquant une charge de 500 g, pendant 10 s sur un grain de Ti_3SiC_2 . La dureté correspondant à cette empreinte est de 378 Vickers [13]. La structure lamellaire de ce matériau est visible à plus grande échelle sur cette figure. La surface a été révélée à l'aide d'une solution à base d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (HF : HNO_3 : H_2O) permettant ainsi de distinguer les différents grains. Les

grains apparaissant blancs sur la photo sont des grains de TiC en impureté qui ne réagissent pas au révélateur.

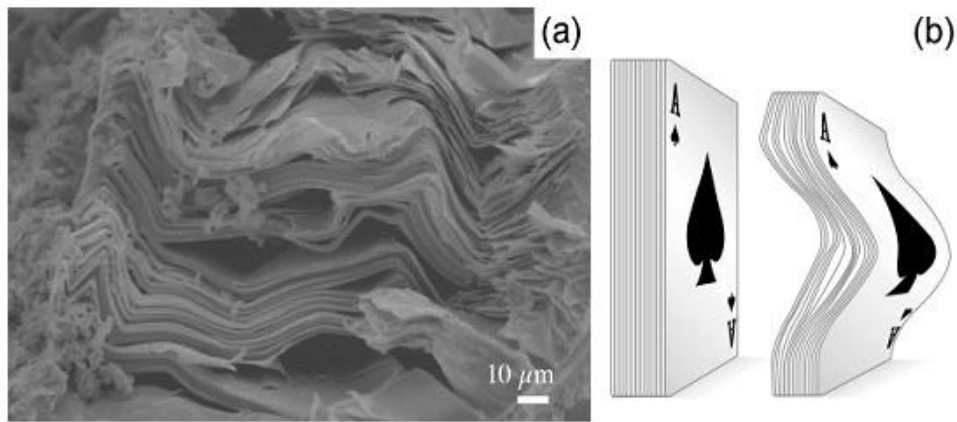


Figure I.04 : Structure nanolamellaire du Ti_3SiC_2 (a) face fracturée ;
(b) jeu de cartes sollicité parallèlement aux plans des cartes

(Source: Ti_3SiC_2 : a layered machinable ductile carbide, Interceram, 2000)

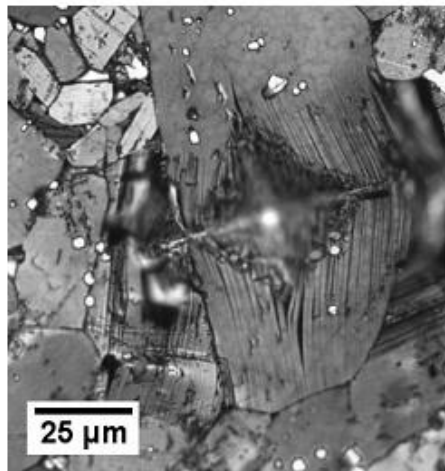


Figure I.05 : Empreinte de micro dureté à 500 g montrant la structure lamellaire du Ti_3SiC_2

(Source: Synthesis and characterization of solid solutions of $M(N+1)AXN$ phases, Thesis (Ph.D), Drexel University, 2006)

I-4 Les principales propriétés de Ti_3SiC_2

I-4-1 Propriétés thermiques

Comme la majorité des céramiques techniques, les phases MAX sont de très bons conducteurs de la chaleur, notamment le Ti_3SiC_2 avec une conductivité thermique k de $37 W.m^{-1}.K^{-1}$, à température ambiante. Cependant elle se réduit linéairement jusqu'à

$32 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 1200°C [14]. Cette dernière est comparable à celle de l'alumine ($K_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 32 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et plus grande que celles de nitrure de silicium ($K_{\text{Si}_3\text{N}_4} = 25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) et du titane métallique ($K_{\text{Ti}} = 31 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) à température ambiante [15]. Le Ti_3SiC_2 , comme toutes les phases MAX, ne fond pas, mais se décompose à haute température. Cette décomposition produit le carbure de titane et le silicium selon la réaction [3]:



La température de début de décomposition varie de 1700°C à plus de 2300°C , cette température dépend sensiblement des impuretés présentes dans le matériau, qui peuvent être ajoutées volontairement ou bien provenir de contaminations lors de l'élaboration. Avec un point de fusion $> 3000^\circ\text{C}$, le Ti_3SiC_2 est un matériau réfractaire [16]. Dans la gamme de températures entre 250°C et 1000°C , le coefficient de dilatation thermique des phases MAX se situe dans l'intervalle entre $7,5 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $10,5 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. M. Barsoum et son équipe ont rapporté des coefficients de dilation thermique de Ti_3SiC_2 , varient entre $8,9 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ et $9,1 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ mesuré dans la gamme de température entre 25°C et 1000°C . Par ailleurs ces coefficients dépend aussi des directions *a* et *c*, ils sont respectivement [12] :

$$\alpha_a = 8,6 \pm 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

$$\alpha_c = 9,7 \pm 0,1 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$$

Pour comparaison, celui du TiC est :

$$\alpha_a = 7,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \quad [17].$$

L'écart entre ces coefficients dans la direction *a* et dans la direction *c* de la structure hexagonale du Ti_3SiC_2 reste faible, malgré l'importante anisotropie de la structure. Cet écart est comparable à celui observé pour un certain nombre de céramiques à structure non cubique, comme l' Al_2O_3 ou le TiO_2 [15]. Des études sur ces céramiques ont rendu compte de la présence de microfissures dans leur structure. Ces microfissures sont créées lors du refroidissement après synthèse, et sont dues à des différences de rétractation des grains à cause de leurs structures anisotropes. Elles peuvent se propager le long des joints de grains et influencent les propriétés mécaniques de la pièce. Il a été cependant observé que le phénomène de microfissuration disparaît en dessous d'une certaine taille de grains. Aucune observation de microfissuration n'a encore été faite pour le Ti_3SiC_2 . Ce type de fissure étant très difficile à détecter, il est possible qu'il existe dans la structure de ce matériau sans avoir encore été observé. Ces différences de coefficients de

dilatation thermique, bien que peu prononcées entre les deux directions a et c , ainsi qu'avec le TiC souvent présent en impureté, peuvent donc induire des microfissures dans la structure, ou au moins jouer un rôle dans la répartition des contraintes internes du matériau final.

La majorité des céramiques, à cause de leur fragilité et de leur faible conductivité thermique, est sensible aux chocs thermiques. La résistance aux chocs thermiques peut être définie comme le gradient de température ΔT_c que peut subir la céramique sans que ses propriétés mécaniques n'en soient affectées (généralement sans que des fissures ne se propagent). Classiquement, les tests sont effectués par chauffage de la céramique jusqu'à une température donnée, suivi d'une trempe, souvent à l'eau, jusqu'à la température ambiante. Un indicateur de dégradation, comme la contrainte à rupture en traction par exemple, est utilisé pour rechercher la valeur ΔT_c induisant une chute brutale de propriétés. Certaines céramiques techniques peuvent résister à des trempes depuis quelques centaines de degrés ($\Delta T_c, Al_2O_3 \approx 200, \Delta T_c, Si_3N_4 \approx 600, \Delta T_c, SiC \approx 350$ [15]).

Les phases MAX, bien que fragiles, sont très résistantes aux chocs thermiques. Celle qui résiste le mieux peut supporter une variation brutale de température (trempe) de $750^\circ C$ à $1000^\circ C$. Cependant, il a été observé que le Ti_3SiC_2 , peut supporter des chocs thermiques depuis $1400^\circ C$ jusqu'à la température ambiante en augmentant la taille de ses grains [18]. Les mécanismes mis en jeu dans ce comportement étonnant ne sont pas encore compris à ce jour.

En outre que la bonne résistance aux hautes températures et aux forts gradients thermiques, nous verrons dans ce qui suit que, le Ti_3SiC_2 conserve de bonnes propriétés mécaniques à ces températures.

I-4-2 Propriétés électriques

Les céramiques MAX sont de bons conducteurs électriques : leurs conductivités électriques se situent dans la gamme entre $0,37 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$ et $14,3 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$. La conductivité électrique du Ti_3SiC_2 est de $4,5 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$ à température ambiante, pour comparaison, celle du TiC est de $1,6 \cdot 10^6 \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$. Une si importante conductivité, soit le double de celle du titane métallique, place le Ti_3SiC_2 dans le domaine de la conductivité métallique.

Comme dans le cas des métaux, la conductivité du Ti_3SiC_2 augmente linéairement avec la diminution de la température [3]. En outre, avec une faible résistivité électrique ($\rho_{Ti_3SiC_2} = 0,22 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot m$), ces propriétés distinguent le Ti_3SiC_2 de l' Al_2O_3 , du Si_3N_4 , ou du TiO_2 qui sont des céramiques isolantes ($\rho_{TiO_2} \approx 10^{10} \Omega \cdot m$) [19].

L'analyse par XPS du Ti_3SiC_2 effectuée par Kisi *et al.* [8] et la comparaison avec celle du TiC, a permis de préciser la nature des liaisons entre les différents éléments constituant cette phase,

et par conséquent, d'apporter des informations sur son comportement électrique. Les pics XPS de carbure détectés sur les spectres du carbone C **1s** et du titane Ti **2p** pour le Ti_3SiC_2 se sont avérés un peu plus bas en énergie que pour le TiC (Figure I.06). Ce phénomène peut s'expliquer par la distorsion des groupements octaédriques CTi_6 du Ti_3SiC_2 , qui entraîne des distances Ti-C plus faibles que dans le TiC. Ceci peut expliquer la meilleure conductivité électrique du Ti_3SiC_2 . Il semble également qu'au vu des distances interatomiques en leur sein, les plans de silicium ne jouent aucun rôle dans la conduction électrique de ce matériau, laissant à prévoir une relative anisotropie des propriétés électriques à l'échelle d'un grain [8]. Résumé par Barsoum *et al.* [19], la conductivité élevée de Ti_3SiC_2 est due à la présence d'une forte concentration de porteurs de charge. D'autant plus, le Ti_3SiC_2 est un conducteur mixte dans lequel la concentration et la mobilité des électrons libres sont, respectivement, égaux à ceux des trous dans une plage de température étendue.

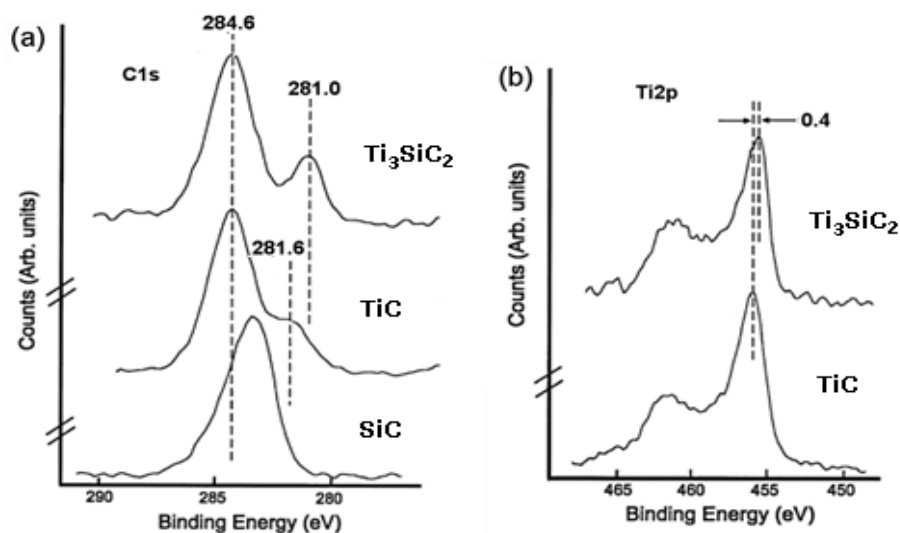


Figure I.06 : Comparaison des spectres XPS du carbone C **1s** et du titane Ti **2p** pour le Ti_3SiC_2 et le TiC

(Source: Structure and crystal chemistry of Ti_3SiC_2 . J. Phys. Chem. Sol, 1998)

I-4-3 Résistance chimique

Le Ti_3SiC_2 a une excellente résistance à l'oxydation jusqu'à 1400°C , avec une énergie d'activation élevée ($370 \pm 20 \text{ kJ.mol}^{-1}$) [20]. La réalisation de cycles thermiques entre la température ambiante et 1100°C n'affecte ni l'épaisseur, ni la cohésion de la couche d'oxyde créée en surface. Cette couche est essentiellement formée d'oxyde de titane rutil. La présence de faibles

quantités d'impuretés de TiC_x s'avère avoir un effet néfaste sur la résistance à l'oxydation de ce matériau.

L'étude de la perte de masse d'un échantillon de Ti_3SiC_2 immergé pendant 6 mois dans différents acides concentrés (sulfurique, nitrique, chlorhydrique) a permis de montrer sa très grande résistance à la corrosion [21]. Aucune perte de masse n'a été détectée après immersion pendant 6 mois dans la soude.

I-4-4 Propriétés mécaniques

L'aspect le plus frappant du comportement mécanique du Ti_3SiC_2 , c'est sa nature quasi schizoïde, être un métal ou une céramique. Comme un métal, il est très usinable, alors que, un des principaux désavantages des céramiques, est leur mauvaise usinabilité. L'usinage de ce matériau ne se fait pas avec déformation plastique préalable, comme pour les métaux, mais par cassure et enlèvement de particules microscopiques en forme de paillettes. La figure (Figure I.07) illustre parfaitement cette propriété. Ce système vis-écrou de quelques centimètres de long a été entièrement usiné à partir d'un morceau de Ti_3SiC_2 fritté.

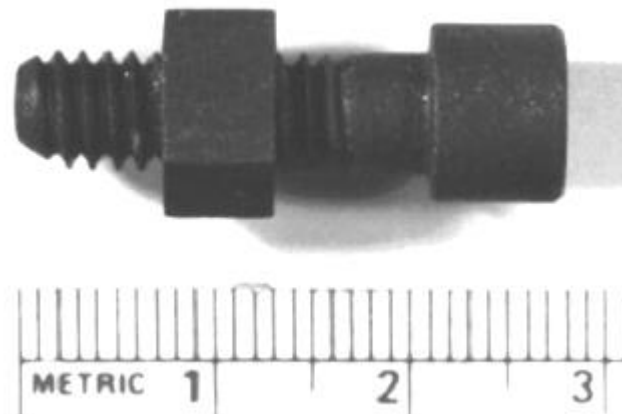


Figure I.07 : Système vis-écrou usiné dans du Ti_3SiC_2

(Source: www.3one2.com)

Le module d'Young d'une céramique est généralement plus fort que celui d'un métal (entre 250 et 500 GPa pour la plupart des céramiques techniques) du fait de la grande rigidité des liaisons mises en jeu. Le Ti_3SiC_2 ne fait pas exception à cette règle, avec un module d'Young d'environ de 320 GPa et un module de cisaillement de 140 GPa qui, comme pour la majorité des solides, varient

linéairement avec la température. Le coefficient de Poisson est de l'ordre de 0,2 comme pour toutes les phases MAX.

Les céramiques sont les plus durs des matériaux, souvent utilisés comme abrasifs. L'alumine Al_2O_3 , le carbure de silicium SiC, et le diamant : peuvent couper, meuler ou polir à peu près tout les autres matériaux. Le Ti_3SiC_2 a fait preuve d'une céramique pas comme les autres ; la comparaison du rapport : dureté / module d'Young H/E , ou dureté normalisée, de ce dernier avec ceux des métaux, alliages métalliques et céramiques, illustre ce fait (Tableau I.01) [22].

Tableau I.01 : Duretés normalisées (HE) des métaux, alliages et céramiques à celle du Ti_3SiC_2

(Source: Jones.Materiaux : 2. Microstructure et mise en oeuvre. Dunod, 1991)

	H/E
moyenne pour les métaux	$1,10^{-3}$
moyenne pour les alliages	$1,10^{-2}$
moyenne pour les céramiques	$1,10^{-2}$
structures du Ti_3SiC_2	$1,10^{-2}$ à $5,10^{-2}$

Les courbes de traction typiques du Ti_3SiC_2 à grains fins ($\approx 3-5 \mu m$) sont présentées sur la figure (Figure I.08) [23]. Elles mettent en évidence l'existence d'une transition fragile-ductile pour ce matériau entre $1100^\circ C$ et $1200^\circ C$. L'encart montre un zoom de la zone encadrée sur la courbe à $1200^\circ C$ qui comporte : un domaine élastique (A), un domaine transitoire de durcissement apparent (B), et un domaine d'adoucissement (C). La résistance à la traction du Ti_3SiC_2 -FG est de 220 MPa à température ambiante, qui diminue relativement jusqu'à 60 MPa à $1200^\circ C$, avec une vitesse de sollicitation $1,37 \cdot 10^{-4} s^{-1}$.

La dureté Vickers de Ti_3SiC_2 est très anisotrope à cause de sa structure lamellaire. La mesure sur les plans parallèles de base de la structure lamellaire présente une dureté de 3 à 4 GPa ; Cependant, elle est environ 4 fois inférieure à celle mesurée perpendiculairement à ces plans c'est-à-dire entre 12–15 GPa [24]. Plusieurs auteurs ont remarqué que la dureté Vickers de Ti_3SiC_2 diminue avec l'augmentation de la charge normale appliquée [25,26]. Notamment, Gao *et al* [25], qui ont mesuré cette dureté sur un échantillon de Ti_3SiC_2 fritté par HIP contre une charge d'indentation de 49mN, la dureté était de 12,7 GPa, qui diminue avec l'augmentation de la charge normale et sature à 4 GPa à plus de 9,8 N.

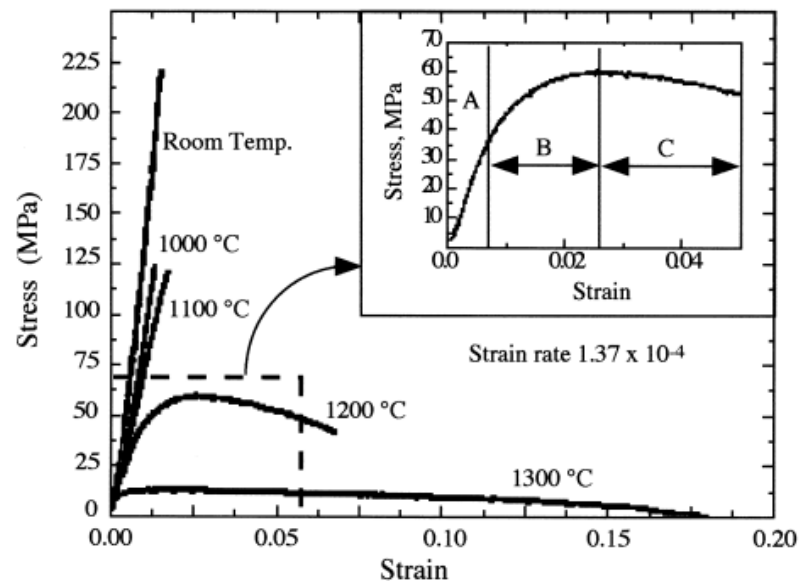


Figure I.08 : Courbes de traction du Ti_3SiC_2 -FG à différentes températures (de T_{ambiante} à $1300^{\circ}C$)

(Source: Tensile properties of Ti_3SiC_2 in the 25–1300°C temperature range. Acta Materialia, 2000)

D'autre part, La ténacité du Ti_3SiC_2 , se situe autour de $9 MPa \cdot \sqrt{m}$ (Tableau I.02) [27], environ cinquante fois plus faibles que celles des métaux de bonnes ductilités, cela pour le type de liaison mis en jeu dans cette céramique, qui empêche le mouvement des dislocations à l'intérieur de la structure, et ce qui explique sa fragilité. En revanche, elle semble la meilleure, par rapport aux valeurs de ténacité d'autres céramiques (autour de $4 MPa \cdot \sqrt{m}$), et cela peut s'expliquer par la bonne tolérance de ce matériau à la présence de défauts, ainsi que par les différents modes de dissipation de l'énergie que lui confère sa structure lamellaire.

Tableau I.02 : Valeurs de ténacité du Ti_3SiC_2 en fonction de la taille de ses grains :

structure à grains fins (FG) ; structure à gros grains (CG)

(Source: Fatigue-crack growth and fracture properties of coarse and fine-grained Ti_3SiC_2 . Scripta Materialia, 2000)

<i>Structure</i>	<i>Ténacité d'initiation de fissure</i>	<i>Ténacité de propagation de fissure</i>
FG ($\approx 3 - 5 \mu m$)	8	9,5
CG ($\approx 100 - 300 \mu m$)	8 - 11	14 - 16

Figure I.09 illustre parfaitement cette tolérance à la présence de défauts de Ti_3SiC_2 [3]. La résistance à la flexion après indentation Vickers d'éprouvettes de Ti_3SiC_2 est supérieure à celle à laquelle on s'attend pour un matériau fragile (indiquée en traits pointillés), ce jusqu'à des charges d'indentation préalable assez élevées (300 N). Cette résistance à la présence de défauts peut

s'expliquer par les différents phénomènes d'absorption d'énergie observés lors de l'indentation de ces matériaux, comme de la délamination, du gauchissement ou de l'enlèvement de grain, de la microfissuration, le tout sur de très petites distances autour de l'empreinte. Aucune fissuration macroscopique n'est visible aux quatre coins de l'empreinte Vickers comme c'est le cas pour la majorité des céramiques [28].

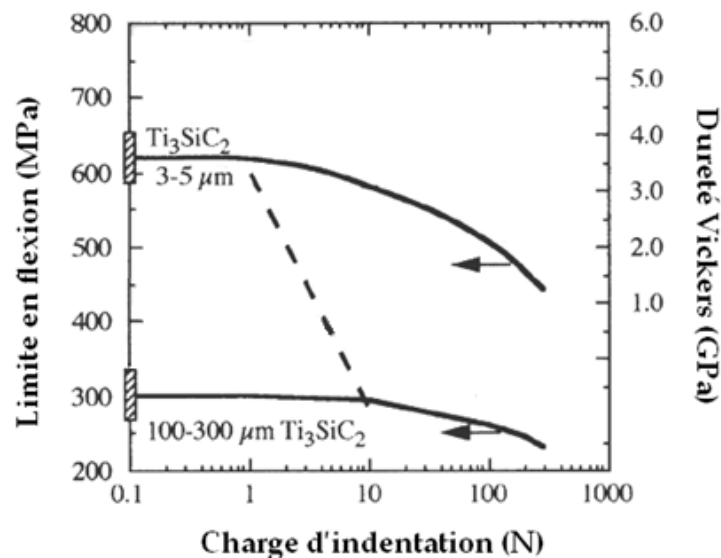


Figure I.09 : Dureté Vickers en fonction de la limite en flexion et de la charge de l'indentation Vickers préalable pour le Ti_3SiC_2 , aux tailles de grains précisées

(Source: A New Class of Solids: Thermodynamically Stable Nanolaminates. Prog. Solid State. Chem, 2000)

L'étude de l'évolution de la déformation du Ti_3SiC_2 gros grains sous l'indentation d'une sphère (contact de Hertz), présente une courbe de déformation qui s'écarte fortement de la linéarité au-delà d'un maximum bien défini, indiquant une déformabilité exceptionnelle dans cette céramique qui est par ailleurs très rigide.

L'observation céramographiques de surface et sous surface révèle une zone relativement étendue micro-endommagement quasi-plastique dans les sites de contact. Ces zones endommagées sont constituées de glissements intra-granulaires et ruptures par cisaillements, puis apparition de microfissures aux plus fortes charges. Aucune fissuration macroscopique en forme d'anneau n'a été observée au-dessous des surfaces indentées [28]. Cela suggère que le Ti_3SiC_2 convient parfaitement aux applications où les contraintes élevées et l'absorption d'énergie avant la panne sont nécessaires.

Un résumé des principales propriétés physiques, mécaniques ainsi que acoustiques d'un échantillon Ti_3SiC_2 obtenu par le procédé HP, figurant dans Tableau I.03 [29].

Tableau I.03 : Les principales propriétés physiques, mécaniques et acoustiques d'un échantillon Ti_3SiC_2 obtenu par HP

(Source: Investigation of ballistic impact properties and fracture mechanisms of Ti_3SiC_2 ternary ceramics. J. Alloys and Compounds, 2008)

<i>Propriétés</i>	<i>Valeurs</i>
Ti_3SiC_2 (Vol. %)	99,13
Densité apparente (g/cm^3)	4,51
Résistance à la flexion_4p (MPa)	335 ± 20
Ténacité à la rupture (MPa)	$7 \pm 0,3$
Dureté Vickers (GPa)	$3 \pm 0,3$
Vitesse des ondes longitudinales (Km/s)	9,35
Vitesse des ondes de cisaillement (Km/s)	5,69
Module de Young (GPa)	$353 \pm 5,62$
Module de cisaillement (GPa)	$147 \pm 3,75$
Coefficient de Poisson	0,2

I-4-5 Mécanisme de déformation

La structure lamellaire du Ti_3SiC_2 lui confère un mécanisme bien particulier de déformation qui leur permet de dissiper de l'énergie : c'est le mécanisme de formation de « kink band ». Les dislocations plastiques sont seulement à des températures autour de $1200\text{ }^\circ\text{C}$, où les déformations dépassant les 20 %, sont possibles en : traction, compression et flexion. D'autre part, les échantillons polycristallins du Ti_3SiC_2 , orientés au hasard, sont fragiles à la température ambiante. Toutefois, si les grains sont fortement orientés, les échantillons sont ductiles, même à température ambiante. La principale raison de cet état de choses est la capacité de Ti_3SiC_2 à se déformer en formant des bands de kink [4].

Ce phénomène apparaît le plus souvent dans les matériaux à grande anisotropie en cisaillement, et rare de l'observer dans le cas d'un polycristal. Orowan [30] été le premier qui a rapporté sur la formation des bands de kink dans des monocristaux hexagonal de Zn, chargé parallèlement à leur plans, plut tard, Hess et Barrett [31], ont proposés un modèle pour expliquer la formation de ces bands par le glissement régulier de dislocations. Quelques années plus tard, Frank et Stroh [32] ont élaborés et proposés un modèle d'un mécanise de band kink spécifique. Les principaux éléments de leurs modèles sont résumés schématiquement sur la figure (Figure I.10).

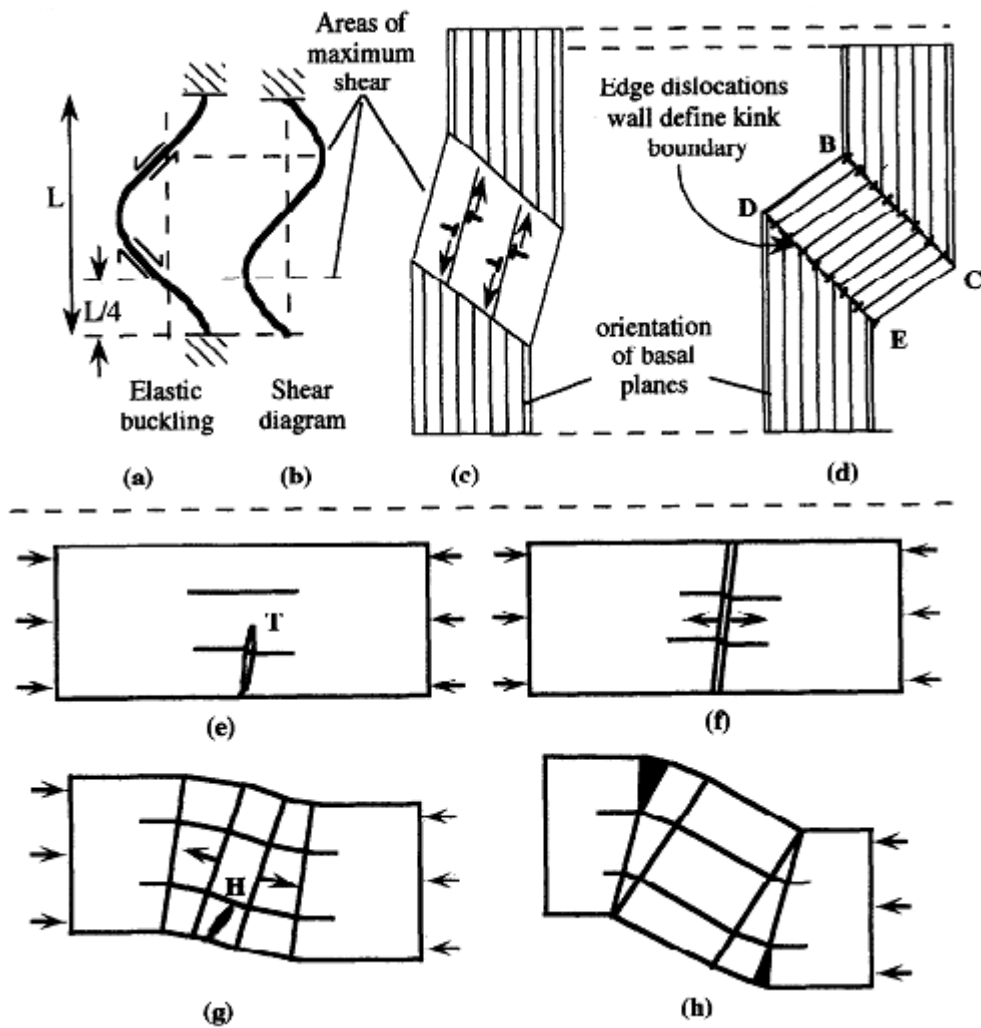


Figure I.10 : Formation des bandes de kink : Modèle de : **a-d)** Hess et Barrett ; **e-h)** Frank et Stroh
 (Source: a-d) Structure and Nature of Kink Bands in Zinc, Trans. AIME, 1949 e-h) On the Theory of Kinking, Proc. Phys. Soc., 1952)

Initialement et après la déformation élastique d'une fine colonne de longueur L sollicitée parallèlement à cette longueur. La sollicitation induit l'apparition de deux points de cisaillement maximal (Fig.1.10 a-b), situés en $L/4$ et $3L/4$ en supposant une parfaite symétrie. Au dessus d'une valeur critique, ce cisaillement est suffisant pour créer des paires de dislocations de signes opposés se déplaçant dans des directions opposées (Figure I.10.c). Le résultat final est une région d'orientation cristallographique différente, séparée du reste du cristal par deux plans de kink, BC et DE (Figure I.10.d).

Un tel phénomène, Kink band, est prévu seulement dans les cristaux non soumis au maillage sous contraintes de compression, tels que les métaux ou alliages hexagonaux ayant un rapport axiale c/a supérieur à $\approx 1,73$ [31]. Il n'est donc pas surprenant que Ti_3SiC_2 , avec un rapport c/a de 5,76, se déforme par le mécanisme Kink band. Cependant et contrairement au maillage, les plans de kinking peuvent ne pas être nécessairement des plans cristallographiques; son orientation dépend de

l'état de contrainte [30]. Frank et Stroh ont élaborés un spécifique mécanisme de kink band et ils ont proposé un modèle dans lequel les paires de dislocations de signes opposés se créent à l'extrémité d'un kink de forme elliptique (T sur Figure I.10.e) (IKB incipient kink bands de Barsoum *et al.*), lorsque la contrainte de cisaillement appliquée dépasse une certaine valeur critique.

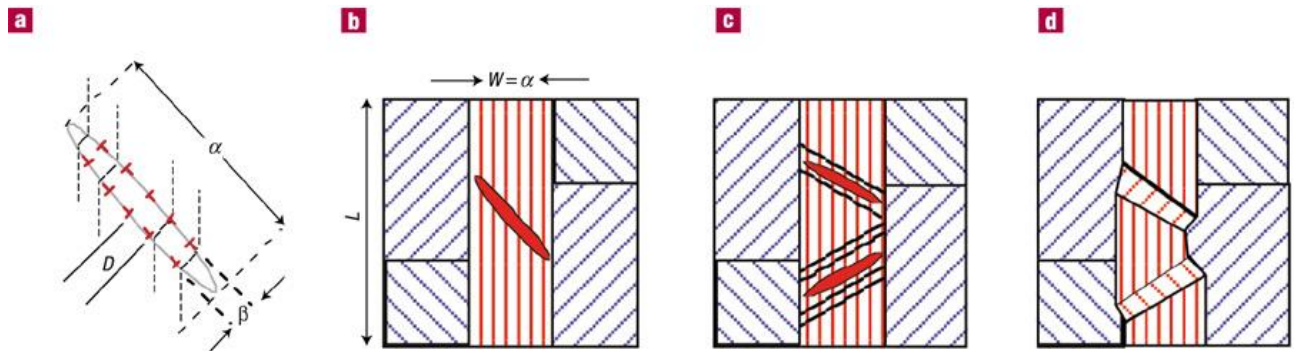


Figure I.11 : Formation des bandes de kink à partir des bandes de kink elliptiques (IKB)
(Source: Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti_3SiC_2 to 1 GPa. Nature, January, 2003)

Les paires de murs de dislocations ainsi créées ont tendance à s'attirer tant qu'elles sont à l'intérieur du cristal ou de grain, mais restent maintenues séparées sous l'action de la contrainte externe (Figure I.10.e ou Figure I.11.b). Ces murs s'allongent par création de plus en plus de dislocations et dès qu'ils débouchent sur une surface libre l'attraction entre eux disparaît, les murs devenant des plans parallèles et s'éloignant peu à peu les uns des autres (Figure I.10.f). D'autres murs peuvent se créer (Figure I.10.g) et se rejoindre, ce qui forme les plans de kink (Figure I.10.h).

L'accumulation de plusieurs parois dans une région relativement mince, crée une frontière kink. Hess et Barrett ont également suggérés que la première paroi peut être arrêtée par un défaut qui entraîne une accumulation de murs près du défaut. Alternativement, tel que proposé par Frank et Stroh, puisque chaque mur à un angle différent à la charge externe, suite aux changements successifs de direction du réseau (Figure I.10.h), l'augmentation de la contrainte de cisaillement pour chaque mur successif formé, peut entraîner leur déplacement rapide, conduisant à leur accumulation.

Ce phénomène de kinking a également été observé lors d'essais de nano-indentation sur un seul grain [33]. Les essais de compression sur les deux structures FG et CG du Ti_3SiC_2 à température ambiante ont permis de tracer les courbes contrainte/déformation en comparaison avec l' Al_2O_3 et l' Al , et mettant en évidence un comportement réversible, indépendant de la vitesse de déformation, ce jusqu'à une contrainte de 1 GPa. (Figure I.12) [34]. L'encart montre les résultats

obtenus lors de l'augmentation de la contrainte jusqu' à 1 GPa. Trois cycles de charge ont été effectués sur le Ti_3SiC_2 -CG, montrant la reproductibilité du phénomène.

Barsoum *et al.* [34] proposent une explication de ce phénomène par la manifestation macroscopique de la création de bandes de kink et d'un mouvement réversible de dislocations au sein de la structure. La contrainte appliquée sur le matériau entraîne une déformation des grains : soit par glissement, pour ceux orientés favorablement par rapport à cette contrainte, soit par formation de bandes de kink dans ceux orientés perpendiculairement, comme le schématise la figure (Figure I.11). La réversibilité des bandes de kink elliptiques initiales, que Barsoum *et al.* ont nommées bandes de kink « naissantes » (IKB incipient kink bands), formées des deux murs de dislocations joints à leurs extrémités (Figure I.11.a et b), serait la cause de la réversibilité du comportement macroscopique. En effet, au relâchement de la contrainte, les deux murs de dislocations s'attirent et s'annulent, permettant au grain de retrouver alors sa structure initiale. Ce phénomène permet de dissiper une énergie supérieure d'environ six ordres de grandeurs à ce qui a été reporté à l'heure actuelle dans la littérature pour d'autres matériaux polycristallins.

Par ailleurs, autres mécanismes d'endommagement supplémentaires sous un pénétrateur mécanique peuvent se produire. L'image microscopique d'une phase MAX (Figure I.13) révélant sa structure nanolaminée sous forme d'un assemblage de couches microscopiques et les mécanismes d'endommagement, y compris le détachement totale de grains cristallins feuilletés (au milieu) et le flambage des grains (à droite) [4].

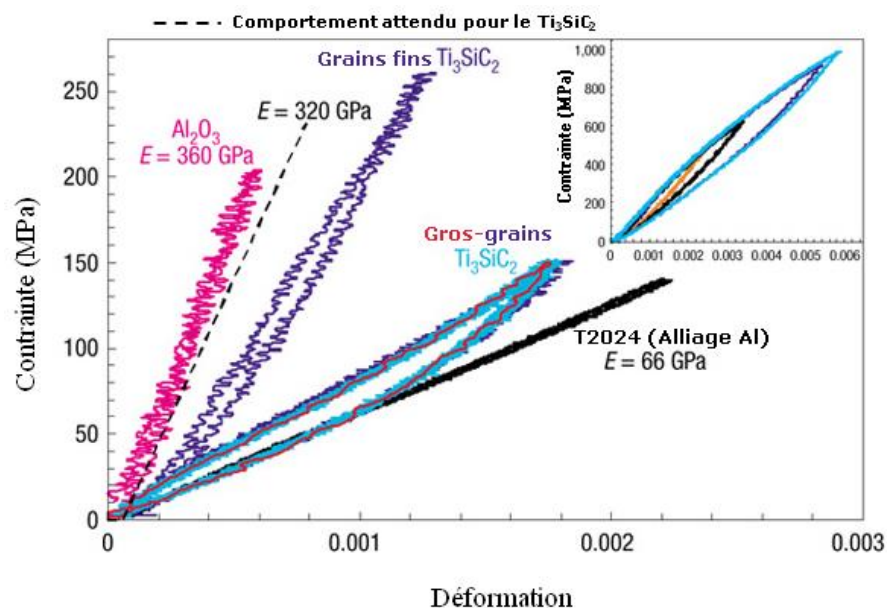


Figure I.12 : Contrainte/déformation du Ti_3SiC_2 (GF et GG), en comparaison avec l' Al_2O_3 et l'Al

(Source: Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti_3SiC_2 to 1 GPa. Nature, January, 2003)

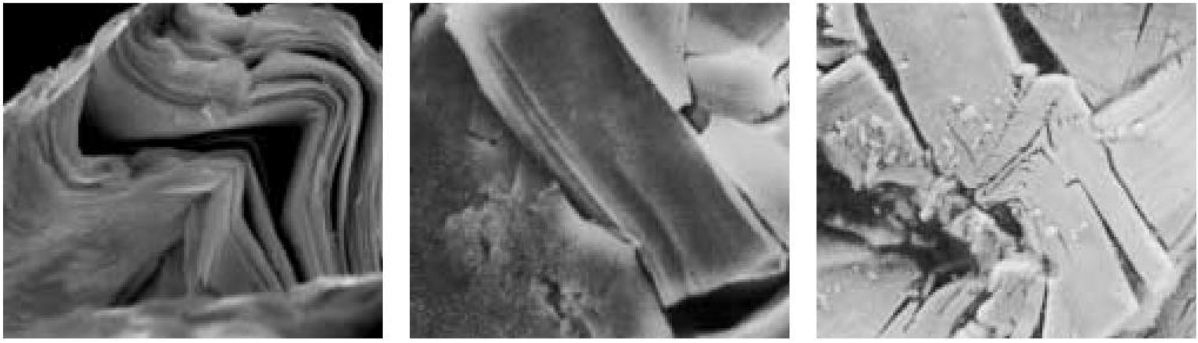


Figure I.13 : Mécanismes d'endommagement sous un pénétrateur mécanique, d'une phase MAX

(Source: The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials. American Scientist, 2001)

I-4-6 Méthodes d'élaboration

Jusqu'à présent, les phases MAX ont été essentiellement synthétisées sous forme de matériaux massifs en utilisant la métallurgie des poudres comme méthode d'élaboration. Parmi les phases maîtrisées, la structure Ti_3SiC_2 peut être préparé à partir de différents mélanges de poudres initiales y compris le titane pur, tel que Ti / Si / C [35-37], Ti / C / SiC [38-39] et Ti / Si / TiC [40-42] et en utilisant de différentes techniques de synthèse par métallurgie des poudres, par exemple, pressage à chaud (HP : hot pressing) [38,43-44], pressage isostatique à chaud (HIP : hot isostatic pressing) [11,41], le frittage sous vide [45], frittage sans pression (vacuum sintering) [46], La mécanosynthèse (MA : mechanical alloying) [47-49], le frittage par décharge d'impulsions (PDS : pulse discharge sintering) [50] et la synthèse par combustion (SHS : Self-propagating High temperature Synthesis) [51-52]. La poudre de titane pur est facilement oxydée, donc il doit être manipulé avec le plus grand soin en utilisant des mesures de sécurité strictes [53].

I-4-7 Impuretés et les facteurs favorisant leur apparition

La présence d'impuretés, dans la structure Ti_3SiC_2 , a été mise en évidence par de nombreux auteurs. Morgiel *et al.* [7] ont détecté des impuretés de $TiSi_2$, SiC et TiC dans un échantillon préparé par synthèse auto-propagée à haute température (SHS). Les grains de TiC dans cette structure ont plutôt une forme arrondie, alors que les grains de SiC ont une structure anguleuse. Le $TiSi_2$, phase prédite thermodynamiquement dans la synthèse du Ti_3SiC_2 , a été détecté à l'interface entre les différents grains. Il semble jouer un rôle de phase « mouillante » améliorant la cohésion de la structure.

Les travaux de El-Raghy *et al.* [11] ont proposé une série de réaction dans lesquels $TiC_{0.5}$ et Ti_5Si_3C sont présents comme des phases intermédiaires, confirmé initialement par Wu *et al.* [39]. Li *et al.* [54] ont détecté TiC , Ti_5Si_3 et $TiSi_2$ dans des échantillons synthétisés à partir des poudres élémentaires. Ils ont mentionné que la composition de ces dernières et spécialement Si, est le facteur principale qui détermine la composition des phases dans le produit final. Des observations semblables, ont été rapportées par Yang *et al.* [55], sur l'effet de la variation de teneur du silicium en référence aux poudres initiales $Ti/Si/TiC$ et ils ont déterminé un teneur optimal qui ne doit pas dépasser la composition stœchiométrique d'environ 10 mol %, en motionnant que l'excès du silicium, pour compensé le Si, est perdu par évaporation ; cependant, un surplus de Si favorise la formation des impuretés de $TiSi_2$.

D'autre part, le Ti_3SiC_2 a été synthétisé à partir du mélange de poudres TiC/Si afin d'évité l'utilisation de titanium pure. Radhakrishnan *et al.* [56] ont reporté que la réaction du mélange de poudres initiales $3TiC/2Si$, a généré en premier lieu la phase intermédiaire $TiSi_2$ converti en Ti_3SiC_2 a une température de 1170 °C et la formation simultané de SiC . Cependant, sous une température de 1340 °C, Li *et al.* [57] ont trouvé SiC et TiC comme des phases secondaire dans le produit final.

Récemment, M.A. El Saeed *et al.* [58] ont pu obtenir un échantillon de Ti_3SiC_2 presque pure, synthétisé, sous protection de l'argon sans pression, à partir de différents réactifs $Ti/Si/C$, $Ti/SiC/C$ et $Ti/TiC/Si$, avec 30 mol % de silicium. L'utilisation de l'argon sans pression a permis de contrôler la température de chauffage jusqu'à 1500°C d'une façon graduelle et de protéger l'échantillon de l'atmosphère du four enrichis en carbone qui favorise les phases carbonées. Le maximal teneur de Ti_3SiC_2 obtenu par le procédé SHS été 88 % et 86 % et le Ti_xC_y et $TiSi_2$ ont été détecté dans l'échantillon.

Tableau I.04 présente un résumé des travaux précédents sur les phases secondaires issues du l'élaboration du Ti_3SiC_2 à partir des mélanges différents de poudres initiales. Diverses méthodes ont été utilisées pour produire le Ti_3SiC_2 et les réactions sont souvent observés prendre des phases intermédiaires.

La synthèse de la phase Ti_3SiC_2 pure reste encore indéfini, (elle contient classiquement des petites quantités de phases secondaires, des traces d'oxygène...) et les différentes étapes conduisant à leur formation sont encore mal connues.

Tableau I.04 : Un aperçu des travaux précédents sur les phases issues de l'élaboration de Ti_3SiC_2

(Source: Ti_3SiC_2 Synthesis by Powder Metallurgical Methods, LICENTIATE THESIS, Lulea University of Technology)

<i>Auteurs</i>	<i>Poudres initiales</i>	<i>Méthode d'élaboration</i>	<i>Phases Intermédiaires</i>	<i>Phases Secondaires</i>
Pampuch <i>et al.</i> [52]	Ti/Si/C	SHS Self-propagating High-temperature Synthesis	Liquid	TiC
Orthner <i>et al.</i> [47]	Ti/Si/C	MA Mechanical Alloying	$TiSi_2$, $Ti_5Si_3C_x$	TiC
Zhou <i>et al.</i> [37]	Ti/Si/C	HP Hot Pressing	Liquid	TiC
Zhang <i>et al.</i> [46]	Ti/Si/C	PDS Pulse Discharge Sintering	Liquid	TiC, SiC, $TiSi_2$
Barsoum <i>et al.</i> [2,11]	Ti/SiC/C	HP/HIP	TiC_x , $Ti_5Si_3C_x$	---
Wu <i>et al.</i> [39,59]	Ti/SiC/C	PS Pressureless sintering	TiC_x , $Ti_5Si_3C_x$	TiC_x
Istomin <i>et al.</i> [60]	Ti/SiC/C	VS Vacuum Sintering	TiC_x , $TiSi_2$, $Ti_5Si_3C_x$	TiC, $TiSi_2$, Ti_5Si_3
Riley <i>et al.</i> [61]	Ti/SiC/C	SHS	Solid solution	TiC_x
Sun <i>et al.</i> [51]	Ti/Si/TiC	SHS	TiC, $Ti_5Si_3C_x$	---
Li & Miyamoto [40]	Ti/Si/TiC	Pressureless	Liquid	---
Gao <i>et al.</i> [41]	Ti/Si/TiC	HIP	$Ti_5Si_3C_x$	TiC_x
Yang <i>et al.</i> [42]	Ti/Si/TiC	Vacuum	Ti_5Si_3 , $TiSi_2$	---
Radhakrishnan <i>et al.</i> [56,62]	TiC/Si	Pressureless/HP	$TiSi_2$,	SiC, TiC
Li <i>et al.</i> [57]	TiC/Si	Pressureless	Ti_5Si_3	SiC, TiC
Hwang <i>et al.</i> [63]	$TiC_{0.67}/Si$	Pressureless	---	TiC_x
Córdoba <i>et al.</i> [64]	TiC/Si	Pressureless	---	SiC, TiC

I-4-8 Limitation des dégâts

L'analyse précédente a illustré le mécanisme de déformation du Ti_3SiC_2 par la formation des kink bandes, mais sans expliquer totalement pourquoi le Ti_3SiC_2 a des tolérances extraordinaires aux dommages.

Les micrographies électroniques à transmission ont permis de révéler autres faits qui s'ajoutent dans la bonne tolérance du matériau. Pour une fissure de délaminage qui s'étend dans une direction, elle doit déplacer tous les dislocations à l'extrémité du kink ce qui est considéré comme une proposition très coûteuse énergétiquement, et même si l'extension dans un autre sens est plus facile, car il n'y a pas de dislocations dans son chemin, le résultat final est que la fissure, non seulement elle est asymétrique mais plus important encore, elle est arrêtée par les extrémités de kink. La figure (Figure I.14) illustre ce phénomène, elle représente des bandes de Kink (en petits symboles T) formées dans un solide cristallin lors de dislocations et qui se déplacent dans des directions opposées pour s'installer dans les extrémités de kink. Toute fissure de délaminage qui commencent

à séparer les couches s'étend jusqu'aux extrémités kink puis s'arrête. L'image microscope électronique en transmission montre une bande coude microscopique et ses limites (Figure I.14.c) [4]. Ces dernières, appelées par M. Barsoum et T. El-Raghi, des circonscrites ou des réflectrices de dégâts, durcissent localement la zone endommagée plutôt que de l'affaiblissent, et donc les dommages migrent vers une autre zone. La puissance et l'élégance de cet état de fait unique et fortuit, c'est que les mécanismes atomiques responsables de la déformation, sont les mêmes mécanismes responsables en dernier ressort de la maîtrise des dommages, permettant au Ti_3SiC_2 d'avoir une bonne tolérance aux dommages, si ce n'est pas un matériau auto-guérison.

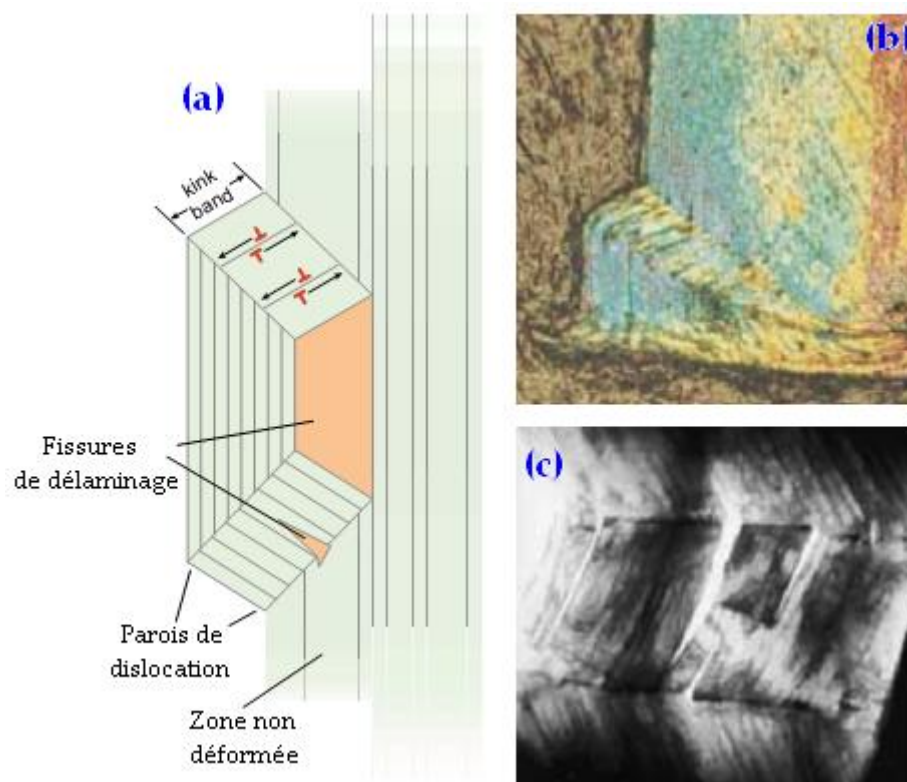


Figure I.14 : Bands de Kink : formées dans un solide cristallin (a); Image macroscopique (b) ;
Image MET d'une bande coude et ses limites (c)

(Source: The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials. American Scientist, 2001)

M. Barsoum *et al.* [4] ont montré la bonne résistance à la fatigue du Ti_3SiC_2 estimé par la plus haute résistance (de près d'un facteur de deux) à l'extension des fissures de toute céramique phase-unique qui ne subit pas une transformation de durcissement de phase. La raison principale est que des liens extrêmement tenaces, comme ceux formés entre les feuilles de Ti_3SiC_2 , se forment dans la longueur de fissure et maintiennent les surfaces de la fissure ensemble et donc améliorent la résistance à la propagation des fissures. Chose intéressante, ces liens ressemblent aux structures des

nœuds dans le bois, formés à la suite de cassures. C'est exactement cette combinaison de délaminage et de maîtrise de fissure, qui rend le bois, en particulier fraîchement coupé, si difficile.

I-5 Conclusion

Le Ti_3SiC_2 , une céramique nanolamellaire aux propriétés mécaniques intéressantes : usinable et thermodynamiquement stable à des températures très élevées. La combinaison de la liaison métallique, propension à la délamination, et le mouvement des dislocations lui apporte une combinaison unique et inhabituelle de propriétés, le plus important de ce qui est omniprésente, est la tolérance aux dommages. Cette tolérance aux dommages manifeste d'avantage dans le fluage, la fatigue et la réponse à la traction et à la compression.

Thermiquement, élastiquement, chimiquement et électriquement, le Ti_3SiC_2 partage de nombreuses qualités avantageuses avec les composés binaires de titane, de silicium et de carbone. Quoique, mécaniquement ces trois éléments, qui donneront tous des solides durs et fragiles, leur combinaison donne un matériau relativement mou, et usinable. Nous sommes maintenant convaincus que c'est la combinaison synergique, de plus de deux éléments, qui créent la combinaison unique de propriétés de Ti_3SiC_2 , ainsi que, des phases MAX.

Cela ne veut pas dire que Ti_3SiC_2 ne présente pas déjà des inconvénients : une fragilité à la température ambiante est un problème majeur qui, en principe, pourrait être résolu par la fabrication des microstructures à grains orientés. Le fait que Ti_3SiC_2 est tolérant aux dommages à la température ambiante est également un plus.

Ces propriétés peuvent déjà permettre d'envisager ces matériaux pour un certain nombre d'applications dès le stade de massif : comme éléments chauffants sous diverses atmosphères (avec l'atout de leur usinabilité), comme outils de pressage (usinabilité, haut module d'Young, tenue en température sous diverses atmosphères, et bonne conductivité thermique justifient cette hypothèse), ou comme matériaux de structure à haute température (densité à peu près la moitié et raideur à peu près double de celles des superalliages de nickel, et meilleure usinabilité) [12].

La société 3one2, créée par T. El-Raghy et M.W. Barsoum, en partenariat avec des entreprises américaines, ont déjà proposé des applications éventuelles en Ti_3SiC_2 , par exemple : comme élément chauffant. La figure (Figure I.15) montre une résistance chauffante réalisée en Ti_3SiC_2 , qui a résisté à 10 000 cycles thermiques de $1350^{\circ}C$ à la température ambiante, en formant une couche protectrice d'oxyde dense et adhérente à la surface ; ou bien remplacer les céramiques utilisées traditionnellement comme moules pour gants en latex (Figure I.16). Ce moule de gants réalisé en Ti_3SiC_2 par coulage en barbotine puis frittage. Outre que ses bonnes propriétés

thermiques et mécaniques, cette phase assure un bon moulage puis démoulage du polymère, et résiste parfaitement aux acides utilisés (d'après le site www.3one2.com).

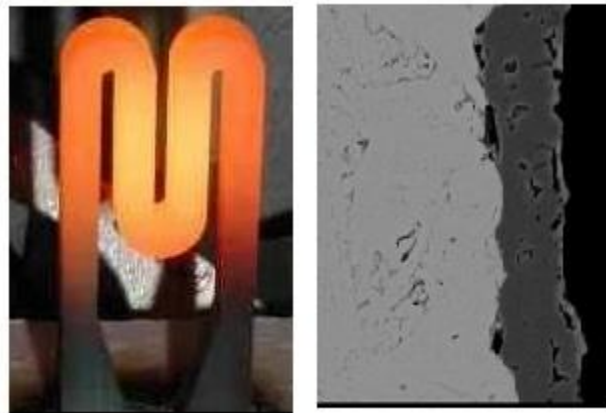


Figure I.15 : Résistance chauffante réalisée en Ti_3SiC_2 , portée ici à $1350^{\circ}C$.

L'image de droite montre une couche protectrice d'oxyde dense et adhérente à la surface

(Source: www.3one2.com)



Figure I.16 : Moule de gants réalisé en Ti_3SiC_2

(Source: www.3one2.com)

CHAPITRE II

Tribologie & Etudes tribologiques de Ti₃SiC₂

II-1 Introduction

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

Cette partie décrit brièvement le comportement tribologique d'une céramique et particulièrement du Ti₃SiC₂ sous différentes conditions et les facteurs influents lors d'un frottement par glissement sec.

II-2 Tribologie

Un système tribologique se définit comme un système mécanique, formé de deux matériaux antagonistes en contact, animés de mouvements relatifs. Ces deux solides évoluent dans un milieu ambiant et peuvent être séparés par un film intercalaire appelé troisième corps. Sur le plan tribologique, le troisième corps est un opérateur qui transmet la charge (ou portance) d'un premier corps sur l'autre et accommode en s'écoulant (débit) d'une façon dissipative (frottement) l'essentiel de la différence de vitesse entre deux corps. Les troisièmes corps séparent partiellement ou entièrement les premiers corps. Ils sont introduits dans le contact ou bien par entraînement cinématique (lubrifiants solides ou liquides) dans les contacts lubrifiés, ou par formation in situ (particules détachées) dans les contacts dits secs (Figure II.01). L'interface d'un tel système devient alors le siège de phénomènes dissipatifs d'énergie, regroupés sous le terme générique de frottement (Tableau II.01) [65].

La quantification de ces énergies est d'un intérêt capital car elles conditionnent les échauffements à l'interface, elles modifient la micro et la macro géométrie du contact (dégradations par usure conduisant à la détérioration du système).

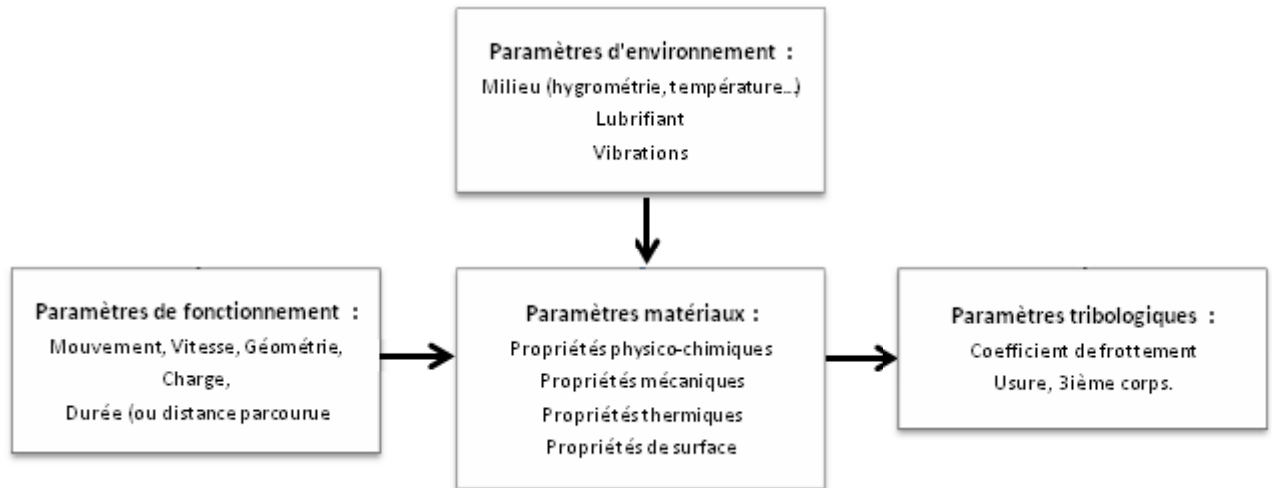


Figure II.01 : Synoptique générale d'un système tribologique

(Source: Tribologie des céramiques, Techniques d'ingénieur)

Tableau II.01 : Différents modes de dissipation d'énergie en frottement

(Source: Introduction à la tribologie, J. DENAPE 2001)

<i>Energie dissipée</i>	<i>Mode de dissipation</i>
Energie de déformation	Déformations élastiques et plastiques
Energie de rupture	Fissurations, formation de débris, arrachements, écaillages
Energie thermique	Echauffements, écoulements de chaleur, transferts par conduction
Energie chimique	Adhésion, oxydation
Energie acoustique	Vibrations, bruits
Energie électrique	Electrisation, accumulation de charges, potentiels électrochimiques
Energie lumineuse	Etincelles, rayonnement, photoémission

II-2-1 Tribologie des contacts secs

L'étude du frottement et de l'usure des matériaux solides en contact glissant sec est un domaine d'étude et de recherche interdisciplinaire très complexe concernant de nombreux domaines et en particulier la mécanique, la physique du solide et la science des matériaux, la chimie, plus particulièrement l'oxydoréduction, la thermique et la thermodynamique des phénomènes irréversibles, l'électromagnétisme, etc. Par ailleurs, les paramètres du contact telles que la surface apparente de contact, la surface réelle de contact, la température de contact, la rugosité du contact sont liées par des relations mathématiques complexes aux paramètres dynamiques imposés au contact telles que la charge normale appliquée au contact, la vitesse relative de glissement, aux

propriétés mécaniques, physico-chimiques et thermiques des matériaux. Les conditions aux limites du tribo-contact nécessaires à la résolution des équations différentielles du champ des températures et du champ des contraintes de contact font que chaque géométrie de contact constitue en soi un système tribologique à part qui ne peut être séparé de son environnement. En effet, un contact métal/métal à l'air ambiant est plutôt un contact oxyde du métal/oxyde du métal qui a un coefficient de frottement de l'ordre de 0,3. Ce même contact sous vide ou en très haute altitude où il n'y a pas d'oxydation grippera et se soudera à froid. Ainsi, le choix d'un couple tribologique dépend non seulement des conditions fonctionnelles de charges et de vitesses mais aussi de son environnement et de ses conditions d'utilisation [66].

En outre, plusieurs contacts glissants industriels à sec dans les moteurs électriques, les alternateurs ou générateurs, les réseaux électrifiés des chemins de fer, le freinage, l'usinage ou des liaisons mécaniques peuvent baigner dans un champ magnétique et/ou électrique avec ou sans passage du courant électrique à travers le contact. Ces champs électriques et électromagnétiques peuvent modifier les caractéristiques physico-chimiques des surfaces et ainsi affecter leur comportement tribologique. Il est donc important d'identifier le caractère électrique : conducteur, semi-conducteur, diélectrique ou isolant et le caractère magnétique, ferromagnétique, paramagnétique ou diamagnétique des surfaces du contact.

II-3 Tribologie des céramiques

Les céramiques sont une classe spéciale de matériaux qui comprennent un grand nombre de composés inorganiques réfractaires dures, qui sont formés par chauffage du matériau de base sous forme de poudre à une température élevée lors du frittage où la réaction à l'état solide se produit. Le résultat de ce processus est un matériau qui possède une grande dureté, bonne résistance chimique et une grande résistance à l'usure plus importante que celle de la plupart des métaux.

II-3-1 Propriétés tribologiques des céramiques

Il est communément observé que la dureté élevée des céramiques, entraîne une résistance à l'usure. Cependant, dans certaines conditions plus sévères, des phénomènes d'usure peuvent apparaître, ils sont aggravés par la fragilité des céramiques.

En comparant les propriétés mécaniques et thermo-physiques déterminant le comportement tribologique des céramiques, avec ceux de l'acier 100C6 (Tableau II.02) qui représente un matériau de référence pour les tribo-systèmes en roulement et roulement-glissement, on distingue que les

modules d'élasticité des céramiques sont beaucoup plus élevés, ce qui augmente les contraintes (pressions) hertziennes. La conductibilité thermique détermine l'évacuation ou la dissipation des pertes d'énergie par frottement, surtout en frottement à sec [67]. Un argument de poids particulièrement pour le SiC fritté, utilisé d'avantage dans certains joints dynamiques et paliers de glissement industriels, qui présente une conductibilité thermique importante (plus de 50 % supérieure /100Cr6) assurant une très bonne évacuation de l'énergie dissipée, d'autant plus que les céramiques ont une grande dureté. Cela peut expliquer la bonne résistance à l'usure dans les tribo-systèmes, elle favorise une bonne protection contre l'usure abrasive et le grippage. Cette perception est une conséquence du modèle proposé par Rabinowicz, qui relie le volume d'usure à la micro-dureté des abrasifs et aux matériaux sollicités. Il est aussi important de noter que l'augmentation de température ne produit pas de diminutions de dureté significatives ou des changements microstructuraux par recuit des céramiques, principalement les nitrures de silicium, un point avantageux par rapport aux aciers [68].

Tableau II.02 : Caractéristiques de base des céramiques monolithiques et l'acier 100Cr6

(Source: Tribologie des céramiques, Mathias WOYDT J ANNEE 2013)

<i>Céramiques</i>	<i>Module d'élasticité E [GPa]</i>	<i>Résistance en flexion σ_{4p} [MPa]</i>	<i>Tenacité K_{IC} [MPa\sqrt{m}]</i>	<i>Micro-dureté $HV_{0,2}$ [GPa]</i>	<i>Conductibilité thermique λ [W/mK]</i>
100Cr6	210	>2300 ^B	>20	7	40
MgO-ZrO ₂	210	520	8,1	11	2,1
Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	210	>1200	>10	13-14	2,5
α -Al ₂ O ₃ (99,7 %)	380	400	4-6	15-16	26
TiO ₂ (99,5 %)	180	70	-	7-8,5	4
ZrO ₂ -Al ₂ O ₃ (ZTA)	260	>1500	14	15	
β -Si ₃ N ₄	280-320	700-1100	6-8	14-18	20-50
SiC (fritté)	410	410	3-5	22-24	110
50SiC-50TiC (HP)	450	600	5-6	17/31	-
SiC-12TiB ₂	420	450	8	26	90
70Si ₃ N ₄ -30TiN (GPS)	300	700	9	16-18	35-45

ZTA : zirconia toughened alumina (alumine renforcée à la zircone) ; **HP** : hot pressed (frittage sous pression)
GPS : gas pressure sintered (frittage sous pression de gaz) ; **A** : durci et revenue ; **B** : traction

La caractérisation tribologique des céramiques est complexe. Elle dépend, comme pour tous les matériaux, de leurs compositions et propriétés, des conditions de glissement (vitesse, charge, température), de l'environnement et du type d'antagoniste. Tableau II.03 présente la caractérisation tribologique de quelques types de céramiques, d'une résistance remarquable à l'usure, en contact non-lubrifié dans des environnements différents.

Tableau II.03 : Caractérisation tribologique de céramiques en frottement non-lubrifié

(Source: ENGINEERING TRIBOLOGY, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

<i>Céramique et propriétés</i>	<i>Environnement</i>	<i>Caractérisation tribologique</i>
<p><i>Alumina :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Dureté élevée ✓ Résistance à la rupture faible 	vide ou air sec	*Frottement et usure élevés ; susceptible à l'usure par micro fracture fragile et arrachement de grains ; *Preuve de déformation plastique à des températures élevées avec diminution de l'usure
	air ambiant	Faible usure et frottement
	humide ou sous l'eau	*Peuvent être lubrifiés à l'eau par les couches supérieures hydratées
<p><i>Zircone renforcée (Mg-PSZ, Y-PSZ, Ce-PSZ) :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Ténacité élevée ✓ Dureté modérée ✓ Faible conductivité thermique 	vide ou air sec	Frottement et usure élevés
	air ambiant	*Usure et frottement faibles à très basse vitesse ; *Usure et frottement élevés à des charges / vitesses élevées ; *Augmentation de l'usure et de friction à des températures élevées, à quelques exceptions ; *Preuve de déformation plastique et la délamination
	humide ou sous l'eau	Fissuration par corrosion en présence de molécules d'eau
<p><i>Céramiques à base de silicium (carbure de silicium, nitrure de silicium, sialon) :</i></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Dureté élevée ✓ Faible à modéré ténacité 	vide ou air sec	Frottement et usure élevé ;
	air ambiant	*Réaction tribochimique avec la formation de dioxyde de silicium en présence d'air / oxygène *Usure par fissuration et l'effritement de SiO ₂
	humide ou sous l'eau	*Réaction tribochimique dans l'eau et l'air humide; diminution de l'usure et du frottement

II-3-1-1 Influence de la porosité.

Les caractéristiques de la microstructure et la pureté d'une céramique ont une influence sur son comportement à la rupture et par conséquent à l'usure, telles que la porosité et la taille des grains. Ces derniers qui dépendent eux aussi, d'une manière générale, du processus de fabrication d'où il doit toujours être inclus dans les spécifications des matériaux [69,70]. Figure II.02 illustre l'effet de la porosité sur l'usure en céramique.

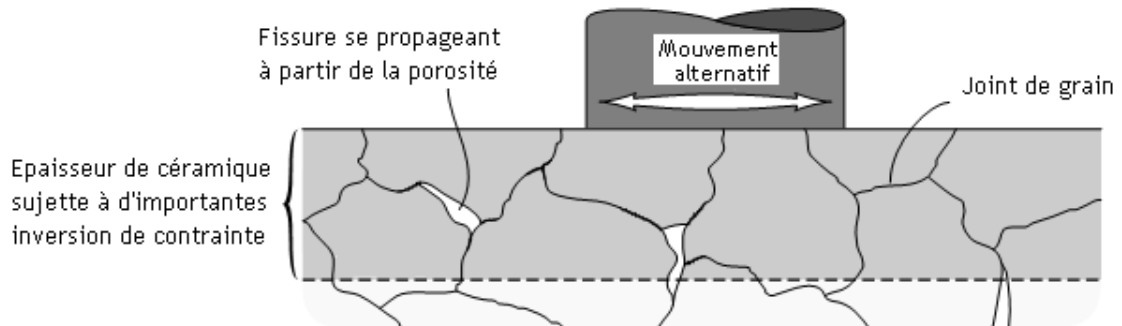


Figure II.02 : L'effet de la porosité sur l'usure des céramiques

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

II-3-1-2 Influence de la haute 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 rapide après le passage du pion pendant un essai de frottement. Des débris sont ensuite libérés à la suite de la propagation des fissures, comme illustré schématiquement sur Figure II.03.

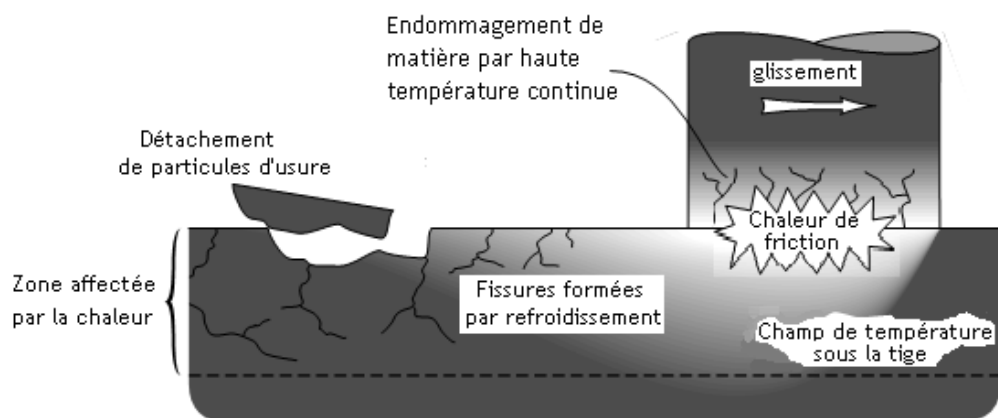


Figure II.03 : Le mécanisme d'usure des céramiques sous contrainte thermique

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

Cependant la tribologie à hautes températures se limite à un niveau compris entre 800 et 1000 °C. L'usure et les valeurs du coefficient de frottement des céramiques sont souvent plus élevées aux hautes températures. La tribo-oxydation peut jouer dans la tribologie à hautes températures un rôle bénéfique, mais aussi défavorable. Les céramiques autres que les oxydes (comme le nitrure ou le carbure de silicium) sont disposées à l'usure par oxydation puis par abrasion de la surface d'oxyde en présence d'air ou d'oxygène [71]. Cependant, dans certaines plages de température et sous certaines atmosphères, une amélioration des propriétés tribologiques de céramiques comme l'alumine, ou de certaines céramiques à base de silicium, a été observée [72].

II-3-1-3 Influence de l'humidité

Dans le cas du frottement céramique/céramique, l'humidité peut avoir un rôle aussi bien bénéfique qu'aggravant sur leur comportement en usure. 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. Quoique, si cette couche hydratée devient trop épaisse, une forme d'usure corrosive apparaît, avec enlèvement de cette couche, Figure II.04 représente les deux effets [73].

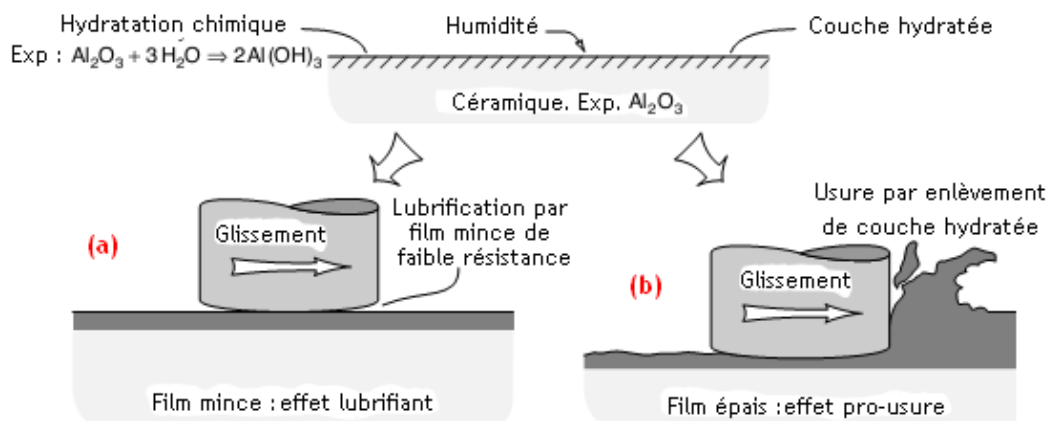


Figure II.04 : Lubrification (a) et usure corrosive (b) par des couches hydratées sur les céramiques

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

D'autant plus, certains oxydes, en particulier des céramiques de zircone, sont sensibles à la fissuration sous contrainte en présence d'humidité. Cependant, 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 [74]. Pour cela, la sélection du couple matériaux, pour une application particulière, avec grand soin est nécessaire.

II-3-1-4 Capacité de charge

La pression de contact P et la vitesse de glissement V sont les deux paramètres clefs de la sollicitation des matériaux dans un tribosystème. Les valeurs de leur produit ($P \times V$) présentent une transition entre un mode d'usure douce à un mode d'usure sévère. Figure II.05 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 valeurs relativement faibles de coefficient de frottement.

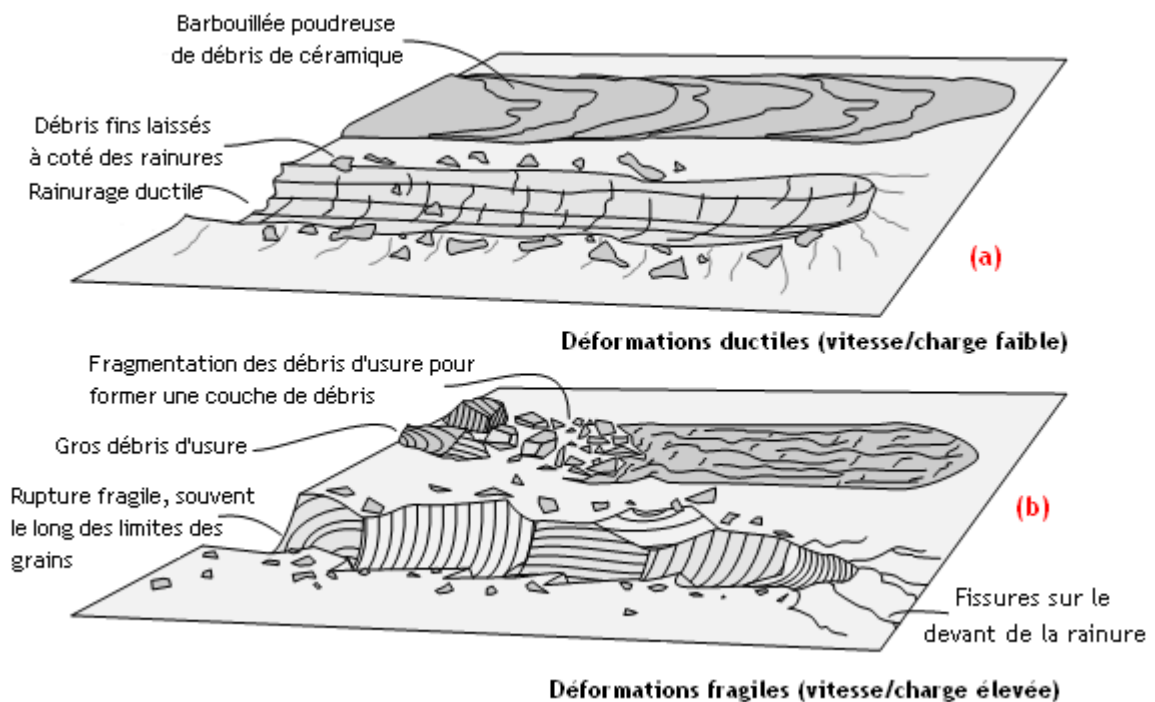


Figure II.05 : Les mécanismes de déformation ductile (a) et fragile (b) des céramiques

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

La transition vers de l'usure sévère intervient si l'on augmente beaucoup la vitesse et/ou la charge [75]. 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.

II-3-1-5 Influence de la rugosité

La théorie de Hertz suppose que la surface dans un contact sphère / plan, est un disque. Or qu'en réalité, au moins au début du frottement, l'aire de contact n'est composée que d'un ensemble de petites zones réparties sur l'aire globale, due à la présence de rugosité, même faible, sur les deux surfaces en contact. Donc, l'aire réelle de contact, est plus faible que l'aire prédite par la théorie de Hertz (Figure II.06).

L'approche de Greenwood *et al.* [76] permet d'évaluer la sévérité du contact à partir du mode de déformation des aspérités. Pour cela, il faut évaluer la distribution des aspérités, supposée gaussienne, combinant celles de la bille et du plan selon la relation suivante :

$$\sigma = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} \quad (II.01)$$

Selon cette approche, si σ reste inférieur à 5 % de δ , le rapprochement des surfaces calculé par la théorie de Hertz, alors la rugosité des surfaces modifie de moins de 7 % la distribution hertzienne de pression.

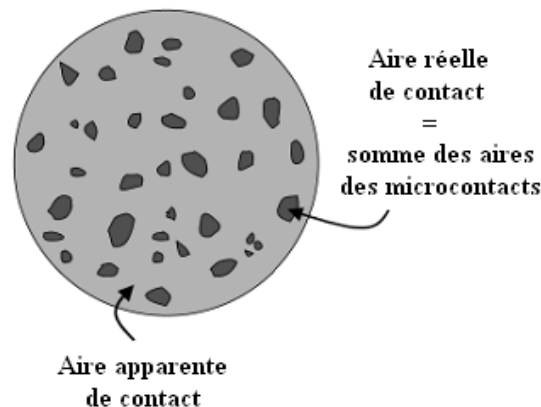


Figure II.06 : Aire réelle de contact par rapport à l'aire apparente de contact

(Source: Comportement tribologique d'une phase MAX, Alexandra SOUCHET, 2004)

II-3-1-6 Tribo oxydation

Les céramiques et les composites céramiques forment des oxydes ou hydroxydes, qui sont en général plus faciles à cisailer que leur substrat, tels que $Al(OH)_3$; $Zr(OH)_4$; $Si_4C_4O_4$...etc.

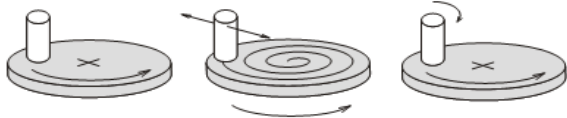

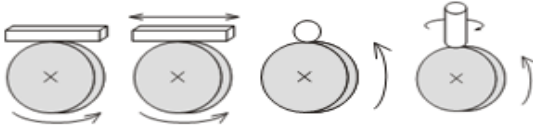
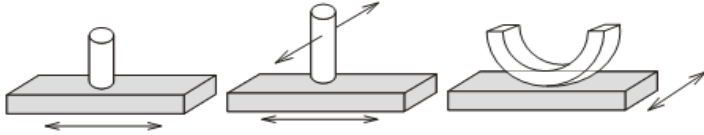
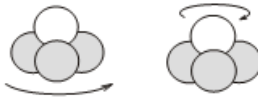
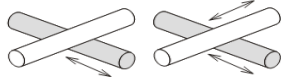
Ceux-ci représentent un troisième corps et un site d'accommodation de la vitesse de glissement entre les deux corps. Ce troisième corps est très similaire au liquide de la lubrification hydrodynamique, ce qui conduit à considérer un ensemble de particules comme un fluide, et à corrélérer les changements dans les caractéristiques tribologiques, à la rhéologie et à l'écoulement des particules du troisième corps circulant dans le contact [68].

II-3-2 Les essais tribologiques

La caractérisation tribologique d'un couple de matériau peut être effectuée par plusieurs méthodes d'essai de frottement basées essentiellement sur deux principaux mouvements : mouvement oscillatoire et glissement continu. Le tableau ci-après (Tableau III.04) présente un aperçu, par des schémas démonstratifs, des différents types d'essais pour les tests des propriétés tribologiques.

Tableau II.04 : Les principaux types de test de frottement

(Source: Comprehensive Materials Testing for Mechanical and Tribological Properties, Center for Tribology, Inc)

<i>Type de test</i>	<i>Schéma démonstratif</i>
Pion/Bille sur disque en glissement continu	
Disque/Anneau sur disque en glissement continu	
Pion/Bille/Bloc sur disque en glissement continu	
Pion/Bille/ segment de piston sur disque en glissement alterné	
Test à 04 billes 01 bille contre 03	
Test à 02 pions en glissement alterné	

II-3-3 Les principaux modes d'usure

Le taux d'usure est la donnée tribologique à déterminer sur les échantillons, il est exprimé par un rapport de proportionnalité entre la perte de volume, la charge normale (F_N) et à la distance de glissement (d) parcourue. Le taux d'usure classe les couples selon leurs résistances contre l'usure, donc il n'y a pas dans l'absolu de matériaux au taux d'usure élevé ou bas. Figure II.07 présente les plages des taux d'usure associés aux coefficients de frottement pour des couples céramiques en contact oscillatoire à sec (non lubrifié) à température ambiante. Elle montre qu'un matériau peut couvrir différentes plages selon le couple dont il apparaît. Cela dit qu'en principe, il n'y a que des couples adaptés ou non aux besoins bien définis, grâce à une analyse tribologique. Néanmoins, elle démontre qu'en frottement à sec, les céramiques présentent des taux d'usure plus bas que ceux des métaux.

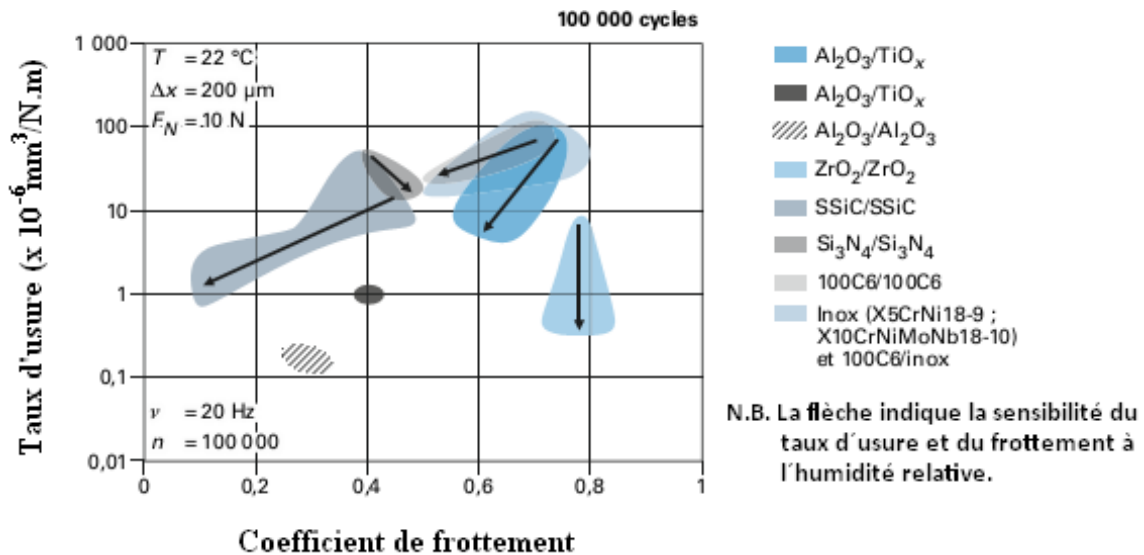


Figure II.07 : Plages des taux d'usure pour des couples en céramiques

(Source: Tribologie des céramiques, Mathias WOYDT J, 2013)

Comme déjà discuté, un contact entre deux surfaces solides à des pressions modérées, se limite aux contacts entre les aspérités de surfaces opposées. La plupart des formes d'usure sont la suite d'événements survenus à ces contacts. Il pourrait toutefois y avoir des exceptions à cette règle. Pour cela, il convient de décrire les différents modes d'usure des métaux et non-métaux, en utilisant une classification inspirée de celle de Stachowiak *et al.* [73]. 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). A cela s'ajoute d'autres modes d'usure plus spécifiques, comme l'usure corrosive ou l'usure par fretting (ou usure de contact).

II-3-3-1 Usure par abrasion

Initialement, il est a pensé que l'usure par abrasion par grains ayant été détachés de l'une des deux surfaces ou aspérités dures, ressemblait au processus de coupe sur les machines-outils. Toutefois, l'examen microscopique a révélé que cette aspérité peut dégrader la surface du solide selon différents mécanismes présentés sur Figure II.08. La sévérité du contact dépend des propriétés et de la géométrie des matériaux en contact [73].

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.

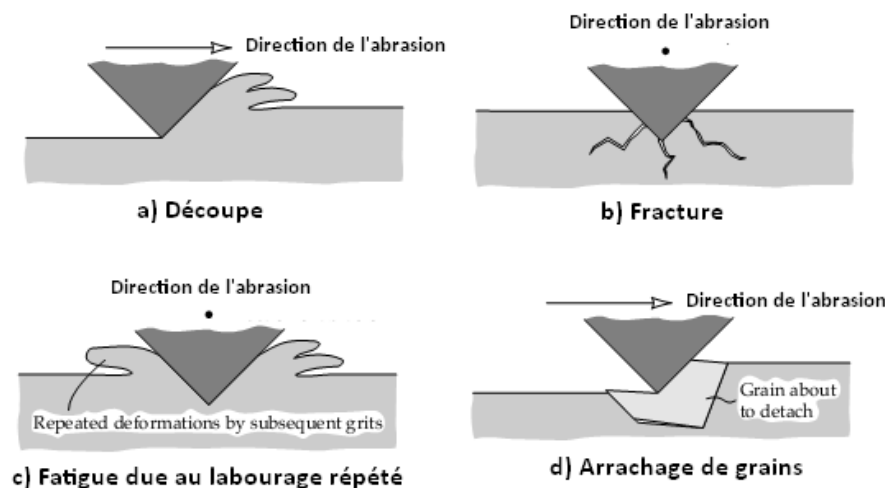


Figure II.08 : Schéma des quatre modes d'usure abrasive

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

Les mécanismes d'usure par fraction et arrachement de grains, s'appliquent principalement à la céramique, où la force d'adhésion entre les grains est relativement faible. Dans ces mécanismes le grain entier est perdu sous forme de débris d'usure.

II-3-3-2 Usure par érosion

Usure par érosion est provoquée par l'impact des particules d'un solide ou liquide contre une surface solide. En commun avec d'autres formes d'usure, la résistance mécanique ne garantit pas la

résistance à l'usure et une étude détaillée des caractéristiques des matériaux est nécessaire pour minimiser l'usure. 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, d'où plusieurs types d'érosion sont observés: érosion par découpe, par fatigue, par repoussage ou fissuration, par fusion et érosion à l'échelle atomique [73]. Ce mode d'usure a de nombreuses similitudes avec l'usure abrasive. Figure II.09 illustre par schéma ces mécanismes en fonction de l'angle et vitesse d'impact.

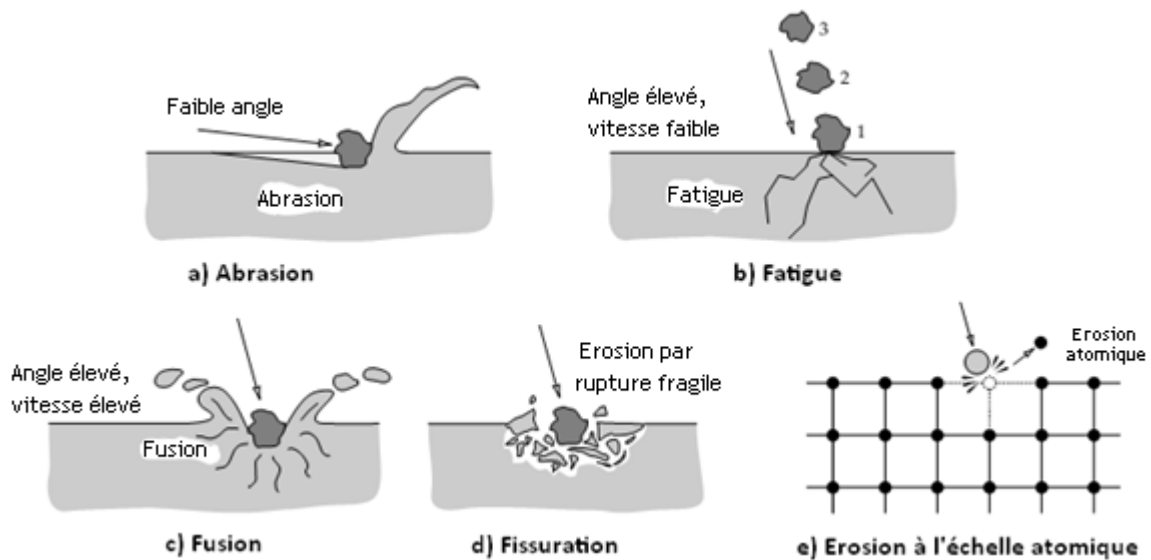


Figure II.09 : Schéma des mécanismes possibles d'usure par érosion

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

Les céramiques sont souvent très résistants à l'usure par érosion, en particulier, à des températures élevées où les métaux ordinaires échouent ou montrent une résistance inférieure, exception faite pour une partie des aciers qui sont souvent plus résistants que la céramique à des températures ambiantes, mais résistent moins à des températures élevées. Cependant, leur principal inconvénient, est leur fragilité qui peut entraîner une usure accélérée dans certains cas. Par ailleurs, Il a été constaté que les céramiques d'oxydes tels que l'alumine, de zircon et zircon alumine renforcée semblent avoir une résistance à l'usure par érosion plus élevée par rapport au nitrure de silicium et carbure [77].

II-3-3-3 Usure adhésive

Dans des conditions appropriées, la plupart des solides adhèrent au contact avec un autre solide. Le facteur commun de l'adhérence entre les différentes céramiques et les métaux est leur affinité chimique. Il a été constaté que seuls les métaux qui ne forment pas des oxydes stables, tels

que l'or et l'argent, présentent de faibles coefficients de frottement contre la céramique [78]. Cependant, de très forte adhérence entre les métaux et céramiques peut se produire.

L'usure adhésive se caractérise généralement par un fort taux d'usure et un coefficient de frottement instable. Les surfaces qui se frottent peuvent être rapidement détruites, et dans le cas extrême, le mouvement de glissement peut être arrêté 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.

Généralement, les métaux ont une résistance cohésive inférieure de celle de la plupart des céramiques techniques de même que pour la rupture du contact adhésif, des fragments du métal sont souvent transférés sur la surface de la céramique en contact. Figure II.10-a illustre le mécanisme de transfert de matière et représente une micrographie d'un film de transfert en cuivre sur la surface antagoniste Al_2O_3 . Les forces d'adhésion entre les matériaux en contact sont dues aux interactions de Van der Waals entre les surfaces, mais cela est considérablement réduit par la grande dureté des céramiques et d'autant plus par la contamination des surfaces [73].

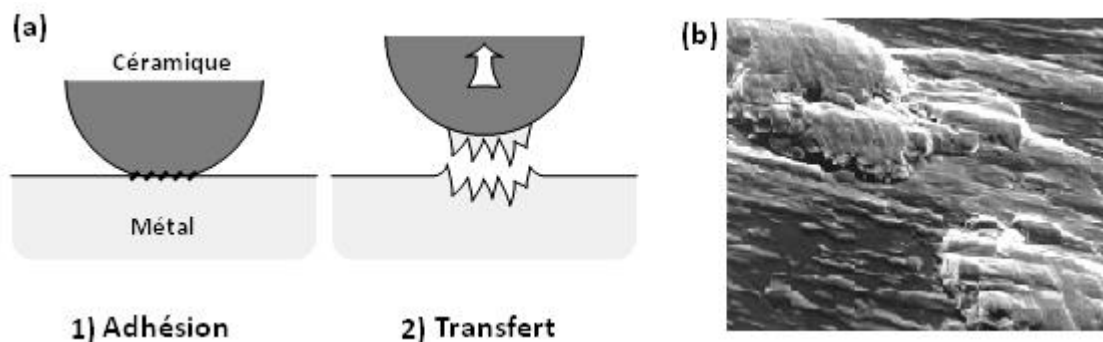


Figure II.10 : Schéma du mécanisme de l'usure adhésive (a) ; fragments du cuivre sur Al_2O_3 (b)

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

II-3-3-4 Usure corrosive et oxydative

La cause fondamentale de ces formes d'usure est les interactions physico-chimiques de la surface d'un matériau (métal ou céramique) avec son environnement. Les différents matériaux ont une réactivité à l'environnement plus ou moins grande et qui est favorisée par l'augmentation locale de la température dans la zone de contact. De façon pratique, une réaction de corrosion ou d'oxydation entraîne la formation de film corrosif ou oxyde. Il s'ensuit une modification des

propriétés de la surface et, par conséquent, implique un comportement tribologique différent du système, et dans certains cas une dégradation de ce comportement.

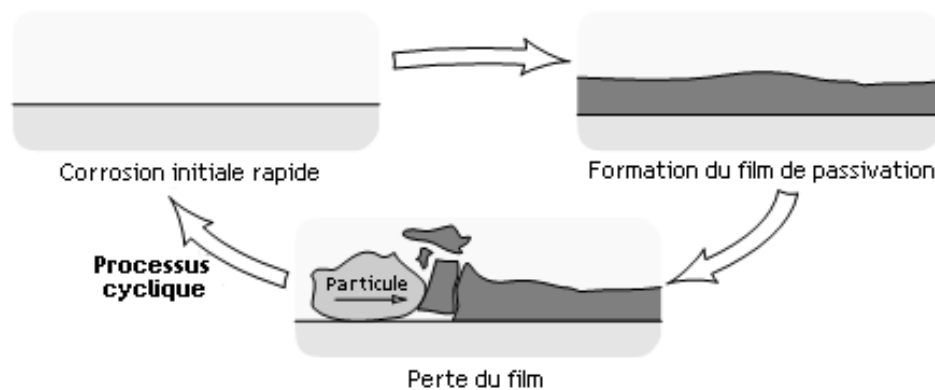


Figure II.11 : Cycle de formation-enlèvement d'un film corrosif

(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

II-3-3-5 Usure par fatigue

Ce type d'usure est causé par les déformations subies par les aspérités et les couches de surface lors d'un contact direct par glissement ou roulement entre les aspérités des surfaces opposées. Ce contact entraîne l'apparition de contraintes locales très élevées, qui peuvent provoquer l'apparition et la propagation des fissures de fatigue. Ces fissures se traduisent à terme par un enlèvement de matière par délamination au bout d'un certain nombre de cycles (Figure II.11). Cependant et par ailleurs, la fissuration peut également se produire en sous-couches pendant le glissement des deux surfaces l'une sur l'autre, et les surfaces peuvent alors paraître non usées. Quand ce n'est pas possible en surface, la fissuration trouve son origine sur des impuretés ou des défauts présents sous la surface, comme le montre Figure II.12. L'usure sous ces conditions est déterminé par la mécanique de l'amorçage et de la propagation des fissures de fatigue jusqu'à la rupture finale.

Par ailleurs, les surfaces usées présentent un taux élevé de déformation plastique par rapport aux ceux non-usées. Il a été démontré que dans des conditions sévères de glissement avec un coefficient de frottement autour de 1, la couche supérieure du matériau de 0,1 mm, subit une réorientation de la structure dans la direction du mouvement sous l'action de la force de frottement (Figure II.13). En outre, les grains proche de la surface sont étirés et aplatis parallèlement à la surface d'usure [79].

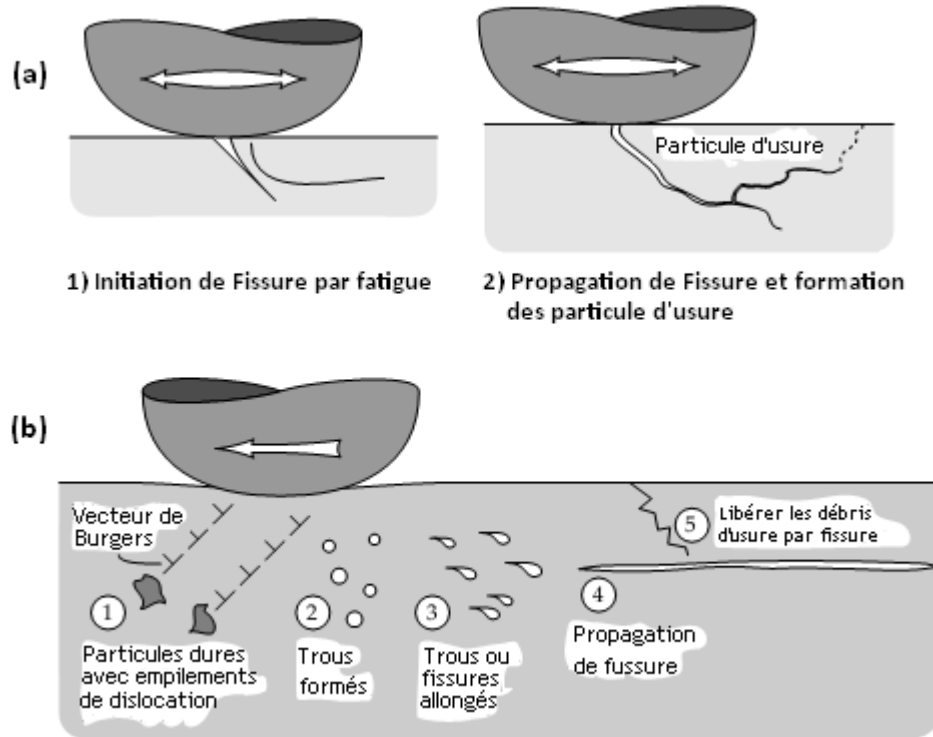


Figure II.12 : Schéma du mécanisme de fissuration de surface (a) et en sous-couche (b) par fatigue
(Source: Engineering tribology, G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, Butterworth Heinemann, 2001)

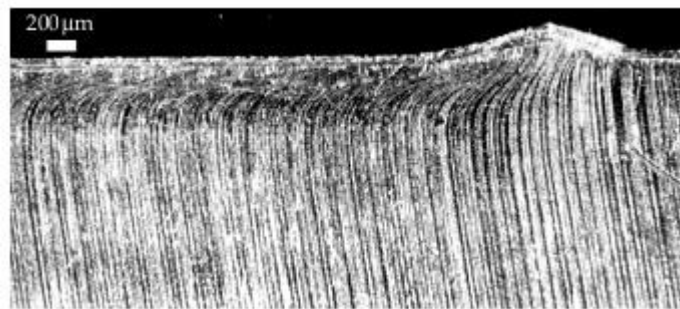


Figure II.13 : L'accumulation de la matière sur la surface due à la déformation de la structure
(Source: Plastic Deformation of a Metal Surface in Sliding Contact With a Hard Wedge, J.M. Challen, L.J. McLean and P.L.B. Oxley, 1984)

II-4 Etudes tribologiques de Ti_3SiC_2

Les études disponibles à l'heure actuelle sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 , concernent essentiellement le frottement sec. De nombreuses observations ont été rapportées par différents auteurs sur ce matériau, mais aucun mécanisme pouvant expliquer les différentes facettes

de son comportement, n'a encore clairement été mis en évidence. Cette partie décrit succinctement le contenu des études à notre connaissance à ce jour.

II-4-1 Influence de l'état de surface

La rugosité du contact contribue pour moins de 10 % à la force de frottement. Les quelques 90 % restants résultent de l'adhésion et des interactions physico-chimiques et électromagnétiques entre les deux surfaces. Plus on diminue la rugosité, plus on augmente l'adhésion entre les pièces en contact. Il faut donc veiller à une rugosité optimale du contact dynamique.)

Les essais à l'échelle nanométrique entre une pointe en Si₃N₄ de AFM (microscope à force atomique) et des plans de clivage du Ti₃SiC₂ dans l'air et dans le vide, effectués par Myhra *et al.* et Crossley *et al.* [80, 81] ont apporté de très faibles valeurs de coefficient de frottement de $2 \cdot 10^{-3}$ à $5 \cdot 10^{-3}$. Ces essais réalisés à l'aide d'un LFM (Microscopie à Force Latérale), ont mis en évidence l'influence de l'état de surface des plans de clivage sur la valeur finale du coefficient de frottement. Tableau III.05 récapitule les valeurs du coefficient de frottement obtenues selon l'état de surface de Ti₃SiC₂. Pour les zones « rugueuses », le coefficient de frottement varie entre 0,1 et 0,25, alors qu'il est de l'ordre de 10^{-3} , pour des zones « planes ». Toutes les valeurs de frottement obtenues se sont révélées reproductibles même après une longue exposition à l'air ambiant (jusqu'à 6 mois pour leur étude).

Tableau II.05 : Coefficients de frottement en fonction d'états de surface de Ti₃SiC₂

(Source: Ti₃SiC₂- a layered ceramic exhibiting ultra-low friction, S. Myhra, J.W.B. Summers, and E.H. Kisi, 1999)

<i>Etat de surface</i>	<i>Durée d'exposition à l'air ambiant</i>	<i>Coefficient de frottement</i>
<i>FF / FR</i>	< 30 min	$(4 \pm 2) \cdot 10^{-3}$
<i>FF / RR</i>	< 30 min	0,1-0,25
<i>AF / FR</i>	< 15 min	$(3 \pm 1) \cdot 10^{-3}$
<i>SF / FR</i>	< 15 min	$(5 \pm 2) \cdot 10^{-3}$
<i>SF / FR</i>	45 min	$(1 \pm 0,2) \cdot 10^{-2}$
<i>AF / FR</i>	1,5 h	$(5 \pm 2) \cdot 10^{-3}$
<i>AF / RR</i>	6 h	0,12-0,16
<i>FF / RR</i>	2 jours	0,15-0,21
<i>FF / FR</i>	6 mois	$(4 \pm 2) \cdot 10^{-3}$

FF : (Fracture Face) surface fracturée ; **SF** : (Scraped Face) surface gratté ; **AF** : (Abraded Face) surface abrasée ; **FR** : (Flat Region) zone plate ; **RR** : (Rough Region) zone rugueuse.

La caractérisation tribologique a également été réalisée par des essais de frottement entre un disque de Ti_3SiC_2 (taille de grains $\approx 15\mu m$) d'environ 1,8 mm de diamètre, contre une tôle d'acier inoxydable légèrement martelée, à des charges variant de 0,15 N à 0,9 N. Les mesures ont été effectuées dans l'air et les coefficients de frottement obtenus étaient autour de 0,11 - 0,12, proche de celui obtenu sur les surfaces "rugueuses" en LFM, seulement la comparaison ne prenant pas en compte la différence de nature entre les antagonistes utilisés aux différentes échelles.

II-4-2 Influence de la température.

Les essais de frottement sec contre l' Al_2O_3 , effectués par Gao *et al.* [25], ont mis en évidence l'influence de l'augmentation de la température sur le comportement tribologique de Ti_3SiC_2 (Figure II.14). Le coefficient de frottement était au alentour de 0,6 - 0,7 à température ambiante, celui-ci a augmenté jusqu'à 0,9 pour une température de 200 °C – 400 °C, puis chuté aux environ de 0,4 entre 600 °C et 1000 °C. Les mêmes valeurs ont été retrouvées aux mêmes températures lors du refroidissement de l'échantillon. Ils ont noté que la raison de cela n'est pas claire pour laquelle le coefficient de frottement diminue à température élevée, quant à l'usure des antagonistes, aucune mention n'est faite.

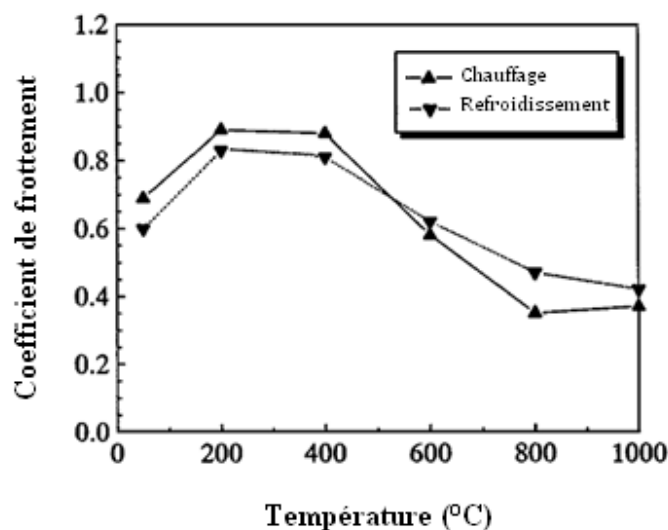


Figure II.14 : Coefficient de frottement de Ti_3SiC_2 contre l' Al_2O_3 , en fonction de la température

(Source: Dense Ti_3SiC_2 prepared by reactive HIP, N. F. GAO, Y. MIYAMOTO, 1999)

II-4-3 Effet de la taille des grains

L'effet de la taille des grains sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 est un sujet important qui a suscité beaucoup d'attention. En général, les céramiques en grains fins présentent

une meilleure résistance à l'usure [82, 83]. Les essais effectués par Souchet *et al.* [84] sur deux structures de Ti_3SiC_2 de tailles de grains différentes: FG (4 μm) et CG (25-50 μm) contre l'acier 100C6, ont révélé que le coefficient de frottement de la structure CG de l'ordre de 0,05, est faible relativement a celui de la structure FG. Les billes utilisées, dans ces essais, sont de diamètre variant entre 4,5 et 12 mm, glissent sous des charges entre 0,5 N à 3 N et une vitesse de glissement constante de 1,35 mm/s. Une transition entre deux régimes successifs a été observée pour les deux structures CG et FG contre les deux antagonistes. Un régime initial (type I) représenté par un faible coefficient de frottement et d'usure douce, et un régime secondaire (type II) de fort coefficient de frottement (au environ de 0,4-0,5) et d'usure sévère. Globalement, la transition entre régimes de la structure à gros grains CG était plus tardive, voire beaucoup plus tardive que celle à grains fins FG. Ils ont mentionné que la résistance à l'abrasion de la structure FG est globalement meilleure que celle de la structure CG, bien que le coefficient de frottement mesuré sur la structure CG peut être deux fois plus faible. Figure II.15 illustre l'influence de la taille des grains sur la durée du régime de type I. Elle représente une comparaison entre les essais de frottement effectués sur les structures FG et CG contre 100C6 ($\varnothing_{bille} = 6$ mm, charge normale 1 N) (Figure II.15-a) et Si_3N_4 ($\varnothing_{bille} = 10,3$ mm, charge normale 0,5 N et 3 N) (Figure II.15-b), dans des conditions identiques.

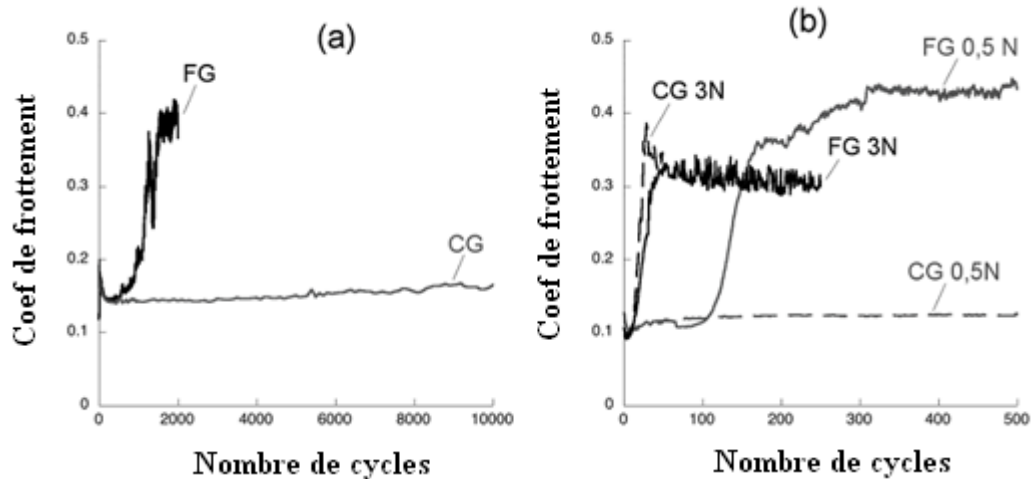


Figure II.15 : Comparaison de la durée du régime I entre FG et CG contre (a) 100C6, et (b) Si_3N_4

(Source: Ti_3SiC_2 : Tribological Duality, A. Souchet, J. Fontaine, M. Belin, T. Le Mogne, J.-L. Loubet and M.W. Barsoum, 2005)

Cependant, El-Raghy *et al.* [85] ont rapporté un cas inverse. Leurs essais effectués entre un pion en acier 440C, contre deux microstructures : une microstructure à grains fins (1-5 μm notée FG) et une microstructure à gros grains (100-150 μm notée CG), ont révélé deux régimes transitoires différents. Les graphes de Figure II.16-a et c, présentent l'évolution du coefficient de

frottement de ces deux structures : (a) FG à 5 N et (b) CG à 1 N, en fonction du temps lors d'un glissement sec. Pour les deux structures, le coefficient de frottement est stabilisé à la valeur de 0,15, suivi au bout de quelques cycles d'une augmentation rapide jusqu'à une valeur finale autour de 0,82. El-Raghy *et al.* ont noté que la structure CG, était environ trois fois plus résistante à l'usure que la structure FG. Avec des taux d'usure respective de $1,34 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ et $4,25 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$, sur une distance de 46,3 m et sous une charge de 5 N.

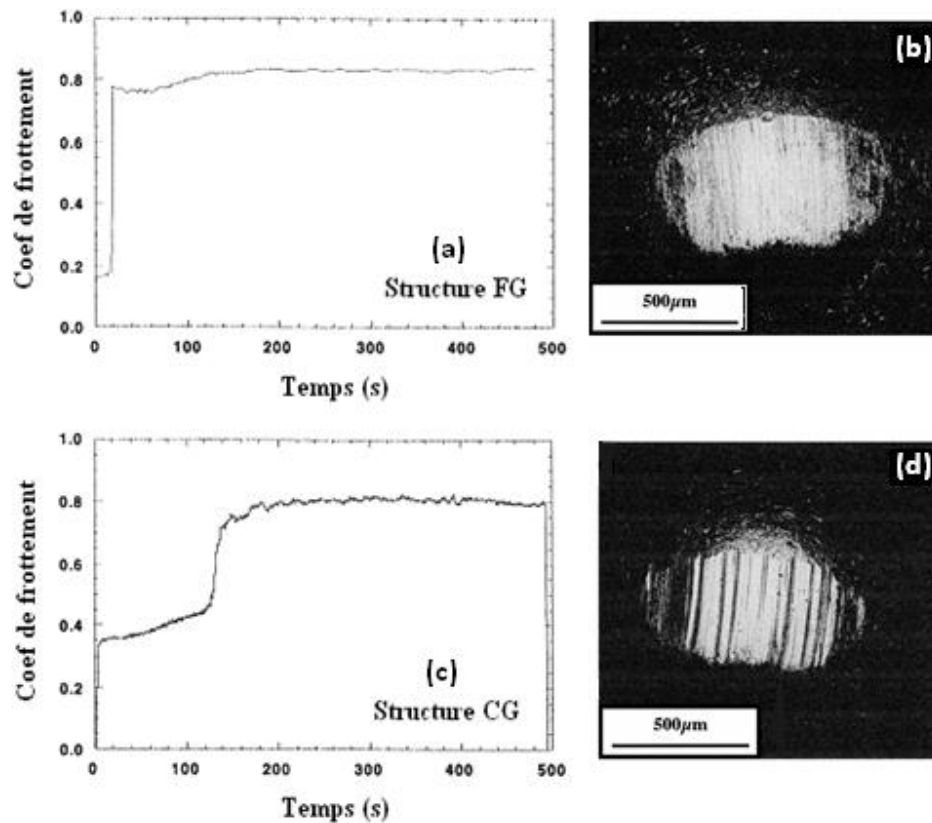


Figure II.16 : Evolution du coefficient de frottement et MEBs des surfaces des billes respectives

(Source: Effect of grain size on friction and wear behavior of Ti_3SiC_2 , T. El-Raghy, P. Blau, and M.W. Barsoum, 2000)

D'autant plus, les essais d'abrasion effectués avec une pointe en diamant de $76,5 \mu\text{m}$ de rayon de courbure sous des charges de 20 g à 50 g, les taux d'usure étaient de $6 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ et $4 \cdot 10^{-2} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ pour FG et CG respectivement. Ces derniers confirment cette différence de résistance à l'usure. Sur la structure CG, les rayures observées au microscope électronique à balayage (MEB) (Figure II.16-d) ont permis de mettre en évidence les mécanismes responsables d'une meilleure résistance à l'usure, à noter : les microfissures, des fracturations et enlèvements de grains ainsi que de la délamination au sein d'un grain. La structure FG en revanche, seuls des préfractures et enlèvements de grains ont été observés (Figure II.16-b). Ces résultats laissent à penser

que les grains de la structure CG sont plus difficilement arrachés que ceux de la structure FG, ce qui peut en partie expliquer les différences de taux d'usure entre ces deux matériaux.

II-4-4 Tribologie de dépôts de Ti_3SiC_2 et l'effet de l'orientation des grains

La phase Ti_3SiC_2 , a souvent été synthétisé par pressage à chaud, afin de préparer des échantillons pour l'étude de ses propriétés mécaniques et physiques. Hu *et al.* ont adopté un échantillon recouvert d'un dépôt du Ti_3SiC_2 pour leurs étude tribologique [86]. Les deux types de revêtement d'environ $0,25 \mu m - 0,5 \mu m$ d'épaisseur déposés par PLD (Pulsed Laser Deposition) à température différente ($100 \text{ }^\circ C$ et $300 \text{ }^\circ C$), ont été testés sur un tribomètre bille/disque. Ces derniers ont une rugosité (R_a) de $0,46 \text{ nm}$, un coefficient de frottement de $0,2$, et une dureté entre 30 GPa et 40 GPa , soit 7 à 10 fois plus élevée que celle du Ti_3SiC_2 massif. Figure II.17 présente les graphes d'évolution du coefficient de frottement des films du Ti_3SiC_2 en contact avec une bille d'acier 440C de diamètre $1,6 \text{ mm}$, et les surfaces de contact de ces derniers (Figure II.17-b et d), sont présentés à côté du graphe respectif.

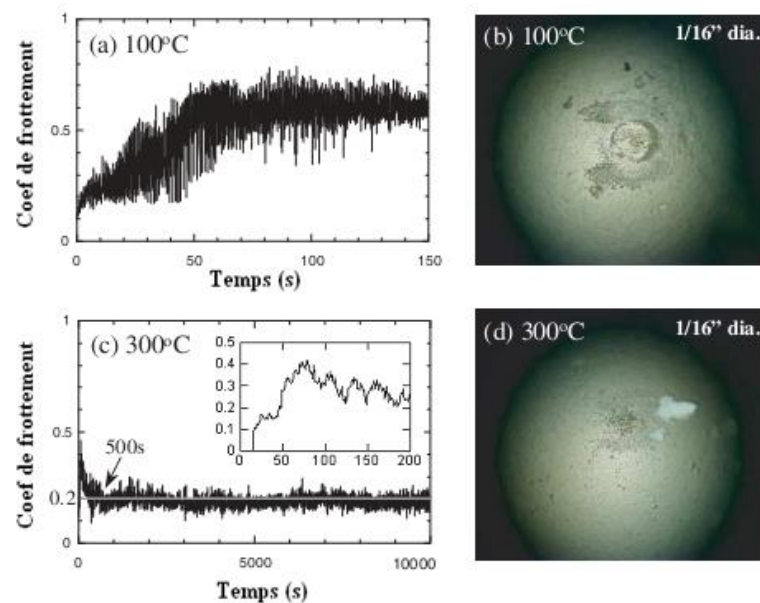


Figure II.17 : Evolution du coefficient de frottement de Ti_2SiC_3 déposé à : (a) $100 \text{ }^\circ C$ et (c) $300 \text{ }^\circ C$

(Source: Effect of grain size on friction and wear behavior of Ti_3SiC_2 , T. El-Raghy, P. Blau, and M.W. Barsoum, 2000)

Les essais ont été effectués sur un tribomètre alternatif, sous une charge normale de $0,1 \text{ N}$ et une vitesse de glissement de 30 mm/s . ils ont révélé que les échantillons déposés à $100 \text{ }^\circ C$, se sont

très rapidement dégradés alors que ceux déposés à 300 °C ont présenté un coefficient de frottement d'une valeur initial de 0,1 pour une courte phase de transition, puis d'une valeur stabilisée de 0,2.

Les auteurs ont noté qu'un film de transfert a été observé sur la bille, et ils ont conclu que le faible coefficient de frottement est en partie dû au frottement du Ti₃SiC₂ contre lui-même. Mais cette remarque semble en désaccord avec les travaux de Zhang *et al.* [87] qui ont obtenu de très fortes valeurs de coefficient de frottement pour le Ti₃SiC₂ contre lui-même.

D'autant plus, après l'observation des surfaces, il s'est avéré que l'orientation des grains dans les échantillons est différente. Pour le film déposé à 100 °C, l'orientation des grains est perpendiculaire à la direction de glissement (perpendiculaires à la surface), alors que pour le film déposé à 300 °C, les grains sont plus parallèles à la surface. Cette considération laisse à penser que l'orientation des grains joue un rôle très important dans le comportement en frottement de ces films, comme le résume Figure II.18.

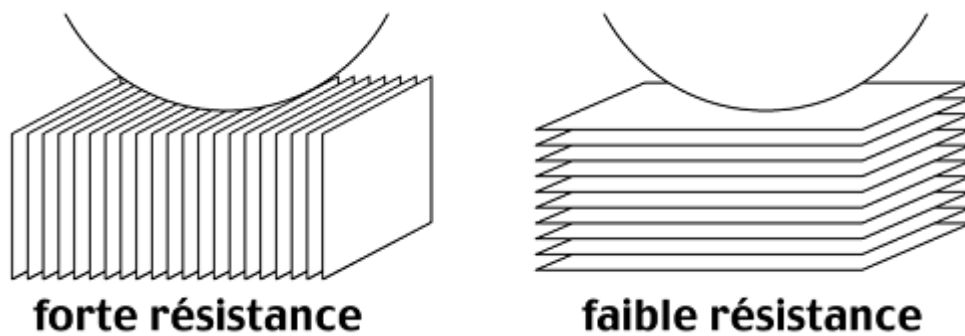


Figure II.18 : Schématisation de l'influence de l'orientation des grains

(Source: Comportement tribologique d'une phase MAX, Alexandra SOUCHET, 2004)

II-4-5 Influence du film d'oxyde

L'étude de Huang *et al.* [88] entre le Ti₃SiC₂ et l'acier à faible teneur en carbone a consisté à mettre en évidence l'effet du film d'oxyde sur le comportement tribologique en frottement sec. Les essais ont été effectués sur un tribomètre de type disque/bloc à une vitesse de glissement dans la gamme entre 5 m/s - 60 m/s et sous pression normale qui varie entre 0,1 MPa et 0,8 MPa. Ils ont observé que le coefficient de frottement et le taux d'usure du Ti₃SiC₂ sont dépendants de la présence d'un film de frottement constitué des oxydes de Ti, Si et Fe. Figure II.19 montre une coupe transversale de la zone de contact et met en évidence la présence d'un film. Ce dernier qui a été formé sur la surface en frottement de Ti₃SiC₂ à des vitesses moyennes varie de 20 à 40 m/s, devient difficile à maintenir pour des vitesses supérieures jusqu'à 60 m/s. Les auteurs

ont conclu que le taux de couverture du film augmente avec l'augmentation de la pression. En outre, la présence du film d'oxyde induit une diminution du coefficient de friction due à l'effet antifricition, cependant le taux d'usure du Ti_3SiC_2 , augmente.

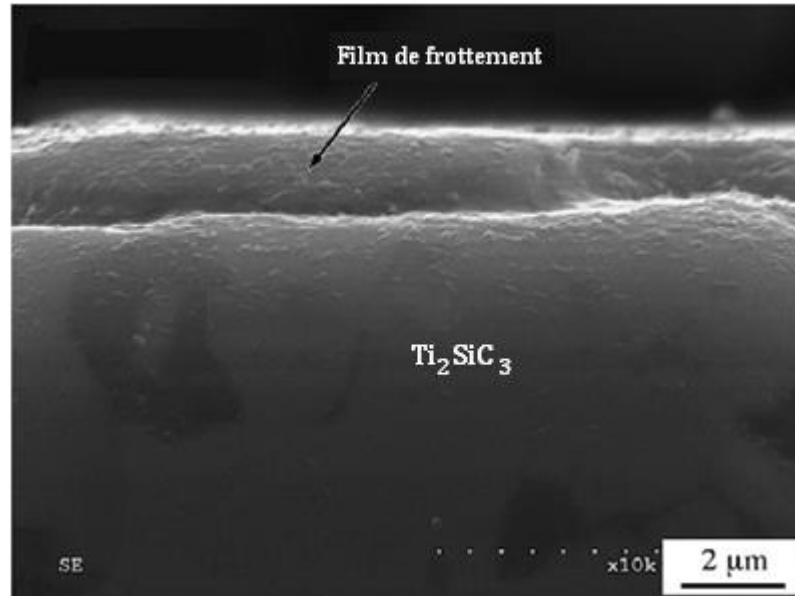


Figure II.19 : Micrographie électronique d'une coupe transversale de film d'oxyde

(Source: Oxide-film-dependent tribological behaviors of Ti_3SiC_2 , Z. Huang *et al.*, 2007)

II-4-6 Influence de la nature de l'antagoniste

Chaque contact tribologique constitue un cas d'étude particulier, lié essentiellement aux choix des matériaux.

II-4-6-1 Essai sur microscopie à force latérale

Les lubrifiants solides actuellement connus présentent parfois de très faibles coefficients de frottement ($\mu < 5 \cdot 10^{-3}$) sous des conditions soigneusement contrôlées, mais en pratique, le coefficient de frottement est rarement inférieure à 0,05 dans le milieu ambiant. Myhra *et al.* [89] ont rapporté un coefficient de frottement de Ti_3SiC_2 relativement et largement inférieur, par microscopie à force latérale. Les valeurs obtenues en exposant l'échantillon à l'air ambiant, varient dans une gamme de ($\mu < 2 \cdot 5 \cdot 10^{-3}$) ; elles persistent même après plusieurs mois (Tableau II.05). Myhra *et al.* ont noté que le Ti_3SiC_2 possède des plans de clivage facile, provoquant par conséquence des faibles valeurs de coefficient de frottement.

II-4-6-2 Essais sur tribomètre à disque rotatif

Les comportements en frottement sec du Ti_3SiC_2 contre différents matériaux, sur des tribomètres à disque rotatif (pion ; bloc ou bille/disque), ont été rapportés par plusieurs auteurs notamment : Sun *et al.* [90], El-Raghy *et al.* [85] et Zhai *et al.* [91], qui ont décrit le comportement du Ti_3SiC_2 contre l'acier AISI 52100 (100C6), le 440C et l'acier à faible teneur en carbone respectivement.

Les essais de Sun *et al.* ont été effectués entre un pion de 16 mm de diamètre de courbure et un disque en Ti_3SiC_2 contenant environ 7 % de TiC. La vitesse de glissement est d'environ 7 m/s et les charges normales appliquées sont dans l'intervalle entre 7,7 et 14,7 N. A l'air ambiant et avec un taux d'humidité entre 20 et 30 %, le coefficient de frottement n'est pas apparu être très sensible à la charge normale appliquée. L'évolution du coefficient de frottement en fonction du temps représenté sur Figure II.20, montre qu'après une phase de transition initiale assez courte d'une valeur minimale de 0,08 à 0,35 ; le coefficient augmente en cours d'essai jusqu'à une valeur stabilisée entre 0,4 et 0,5. D'autre part, l'usure du Ti_3SiC_2 augmente avec la charge et la distance de glissement et le taux d'usure mesuré de $9,9 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$, est relativement très faible.

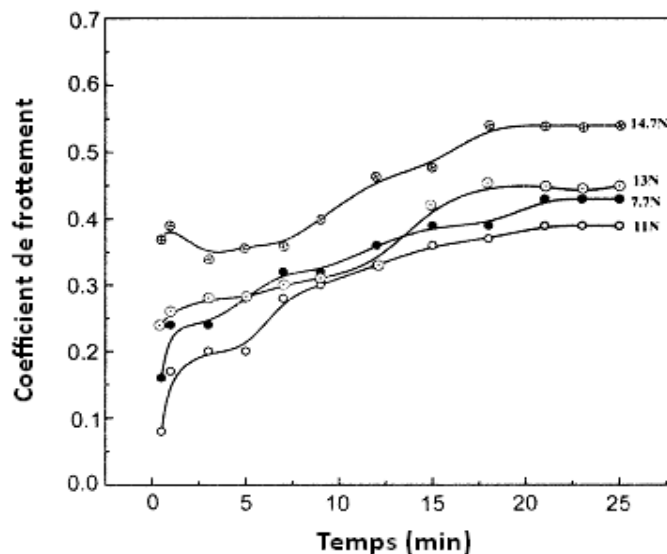


Figure II.20 : Evolution du coefficient de frottement du Ti_3SiC_2 contre l'acier 100C6

(Source: Tribological behavior of Ti_3SiC_2 -based material, Z. Sun and Y. Zhou, 2002)

Par ailleurs, El-Raghy *et al.* ont eu un comportement de même type pour leurs essais de frottement des microstructures de Ti_3SiC_2 , contre un pion en acier 440C de diamètre de courbure de 9,525 mm. Deux microstructures de taille de grain différent, gros et fins grains, ont été utilisées. Les

échantillons du Ti_3SiC_2 présentent une phase transitoire initiale où le coefficient de frottement est dans l'intervalle entre 0,15 et 0,45, cela dépend de la charge appliquée et du taux d'humidité, ensuite, après une augmentation rapide, il s'est stabilisé autour d'une valeur finale de 0,82, comme illustré sur Figure II.21. La comparaison entre les surfaces après 1 min et 8 min de frottement sous une charge de 1 N (Figure II.22), a montré que l'usure du disque de Ti_3SiC_2 est quasiment inexistante lors du régime transitoire, et qu'elle devient significative une fois que le régime final est établi. En outre, les auteurs ont mesuré un taux d'usure supérieur relativement à celui des travaux précédents, qui varie entre $2.10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ et $4.10^{-3} \text{ mm}^3/\text{N.m}$, pour les deux structures.

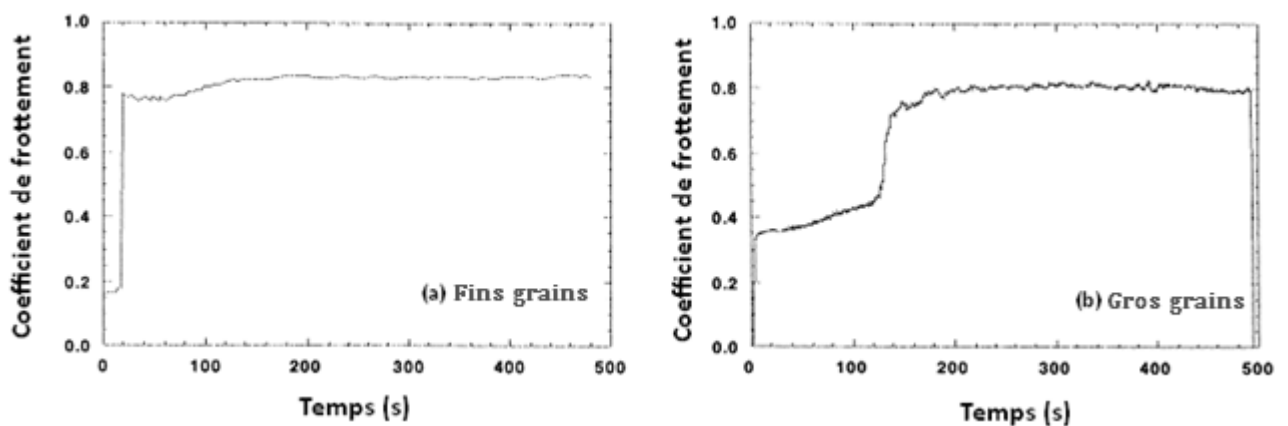


Figure II.21 : Evolution du coefficient de frottement du Ti_3SiC_2 sous charge de : (a) 5 N (b) 1 N

(Source: Effect of grain size on friction and wear behavior of Ti_3SiC_2 , T. El-Raghy, P. Blau, and M.W. Barsoum, 1999)

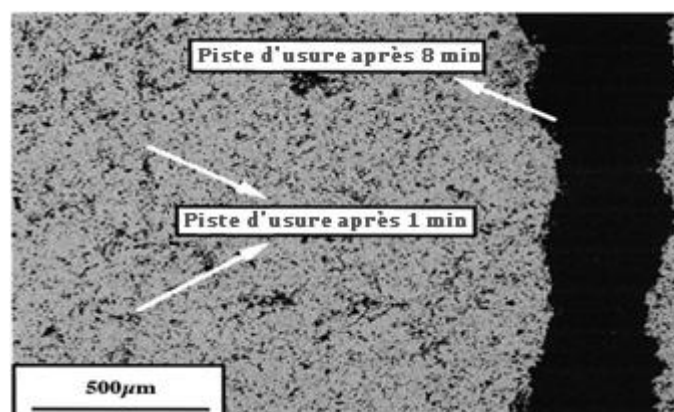


Figure II.22 : Micrographies des traces d'usure du disque après 1 min et 8 min de glissement

(Source: Effect of grain size on friction and wear behavior of Ti_3SiC_2 , T. El-Raghy, P. Blau, and M.W. Barsoum, 1999)

Cependant, Zhai *et al.* ont rapporté un comportement relatif du Ti_3SiC_2 et aucune phase transitoire n'a été observée pour leurs essais effectués entre l'acier à faible teneur en carbone (0,2 %

carbone) et deux types échantillons de Ti_3SiC_2 : pur (à 99 %), et avec impuretés (20 % de TiC). La vitesse de glissement et la pression varient dans des intervalles entre 5 m/s et 60 m/s et 0,1 MPa et 0,8 MPa respectivement. A travers les graphes présentés sur Figure II.23, Zhai *et al.* ont noté que le coefficient de frottement augmente avec l'augmentation de la vitesse de glissement et moins sensiblement avec la pression, d'une valeur initiale relativement faible de 0,09 jusqu'à 0,53. La même remarque a été rapportée pour le taux d'usure qui augmente jusqu'à une valeur relativement faible de $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. De plus, Le Ti_3SiC_2 avec 20 % de TiC a subit un comportement similaire à celui de Ti_3SiC_2 pur, mais avec des valeurs un peu plus large.

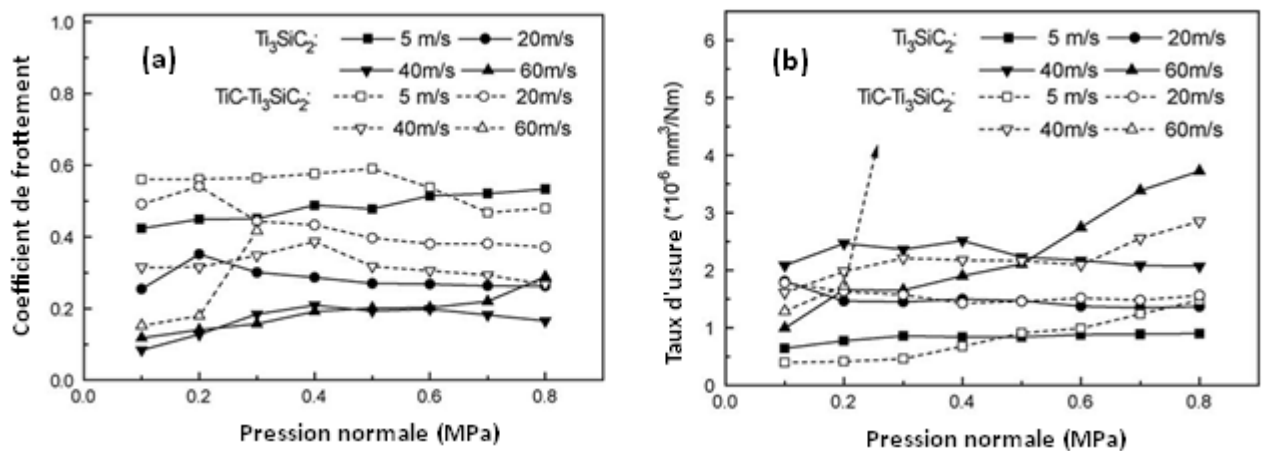


Figure II.23 : Coefficient de frottement (a) et taux d'usure (b) du Ti_3SiC_2 et $TiC-Ti_3SiC_2$

(Source: Tribological behaviors of bulk Ti_3SiC_2 and influences of TiC impurities, H. Zhai, Z. Huang, M. Ai, 2006)

En résumé, dans ces travaux précédents et en terme de coefficient de frottement, les résultats ont été très proches, ils varient entre 0,1 et 0,5 ; seul le 440C a enregistré une valeur supérieure de 0,83. En termes de taux d'usure, le taux le plus faible a été enregistré par l'acier à faible teneur en carbone, de l'ordre de 10^{-6} .

II-4-6-3 Essais sur tribomètre bille/plan alternatif.

La technique de frottement par glissement alternative est aussi très utile dans les études tribologiques là où les deux directions de frottement sont prises en compte dans la mesure. Plusieurs auteurs ont rapporté sur les comportements tribologiques du Ti_3SiC_2 par cette technique notamment : Gao *et al.* [25] (contre Al_2O_3); Zhang *et al.* [87] (Ti_3SiC_2 lui-même et le diamant) ; Souchet *et al.* [84] (acier AISI 52100 et Si_3N_4).

Les essais de frottement effectués par Gao *et al.* [25] consiste à étudier l'effet de la température sur le comportement en friction entre le Ti_3SiC_2 contenant environ 8 % d'impuretés TiC_x et une bille d' Al_2O_3 de diamètre 10 mm. Une charge normale de 9,8 N et une vitesse de 60 cycles/min ont été appliquées dans une plage de température de l'ambiante jusqu'au 1000 °C. Les mesures du coefficient de frottement ont donné une valeur initiale autour de 0,6 - 0,7 qui augmente à 0,9 dans un intervalle de température entre 200 °C et 400 °C ensuite elle diminue jusqu'au 0,4 à 1000 °C (Figure II.24).

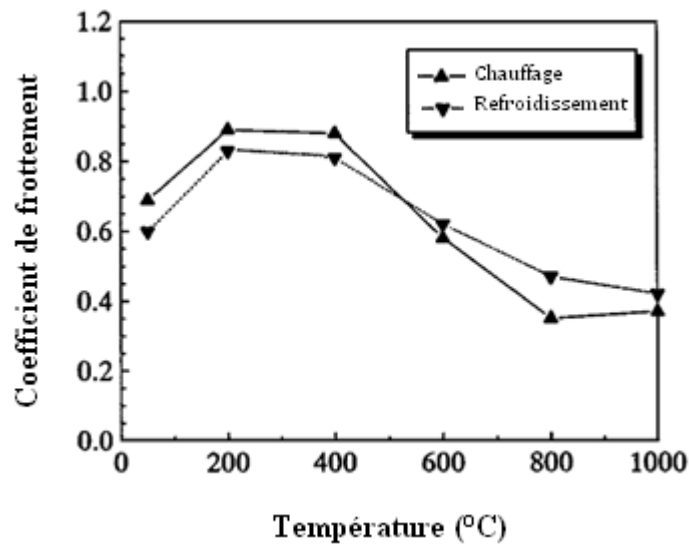


Figure II.24 : Evolution du coefficient de frottement de Ti_3SiC_2 en fonction de la température

(Source: Dense Ti_3SiC_2 prepared by reactive HIP, N. F. Gao, Y. Miyamoto, 1999)

Zhang *et al.* ont étudié le comportement du Ti_3SiC_2 contre lui-même et contre le diamant. Le pion de Ti_3SiC_2 de diamètre de courbure de 5,5 mm, glisse sur un plan d'une rugosité $R_a \approx 3 \mu m$, à une vitesse de 13 mm/s et sous charges normales comprises entre 0,98 N et 9,8 N. Ils ont rapporté l'évolution des coefficients de frottement de Ti_3SiC_2 par les graphes représentés sur Figure II.25. Le Ti_3SiC_2 contre lui même à enregistré un coefficient de frottement très élevé autour de 1 à 1,5. Cependant, il est relativement très faible, entre 0,06 et 0,1, contre le diamant. Zhang *et al.* ont noté que le faible frottement contre le diamant est du à la formation d'un tribo-film formé sur la surface du Ti_3SiC_2 (Figure II.26).

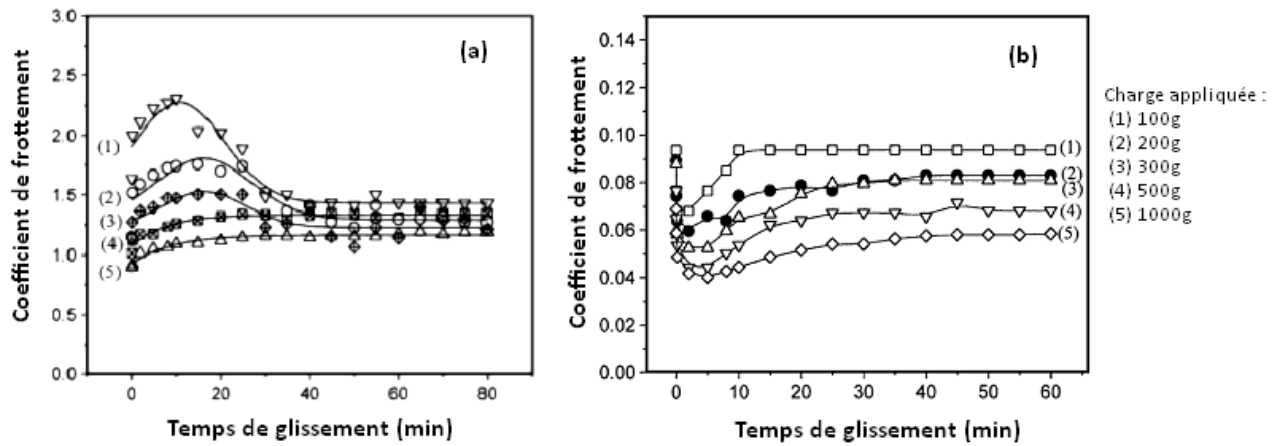


Figure II.25 : Evolution du coefficient de frottement de Ti_3SiC_2 contre : lui-même (a), diamant (b)

(Source: Ti_3SiC_2 - a self-lubricating ceramic, Y. Zhang, G.P. Ding, Y.C. Zhou, and B.C. Cai, 2002)

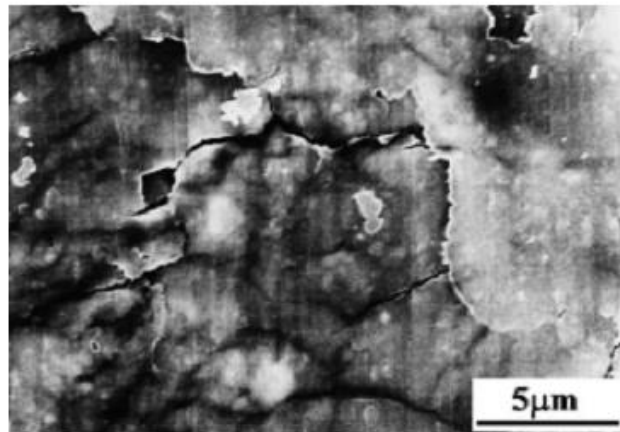


Figure II.26 : Micrographie du film de transfert formé sur la surface de Ti_3SiC_2

(Source: Ti_3SiC_2 - a self-lubricating ceramic, Y. Zhang, G.P. Ding, Y.C. Zhou, and B.C. Cai, 2002)

Souchet *et al.* ont étudié la tribologie de Ti_3SiC_2 à fins grains (FG : 4 μm) et à gros grains (CG : de 25 à 50 μm) contre 100C6 et Si_3N_4 , en utilisant des billes de diamètre variant entre 4,5 mm et 12 mm sous des charges entre 0,5 N à 6 N et une vitesse de glissement de 1,35 mm/s. Deux régimes successifs d'usure ont été observés et rapportés dans Figure II.27-a pour les échantillons CG et FG contre les deux antagonistes. Un régime de faible coefficient de frottement et d'usure douce est dit de type I, et un régime de fort coefficient de frottement (autour de 0,4-0,5) et d'usure sévère est dit de type II. Ces deux régimes sont séparés par une transition qui se traduit par la disparition du film de transfert protecteur qui recouvre la surface de la bille lors du régime de type I.

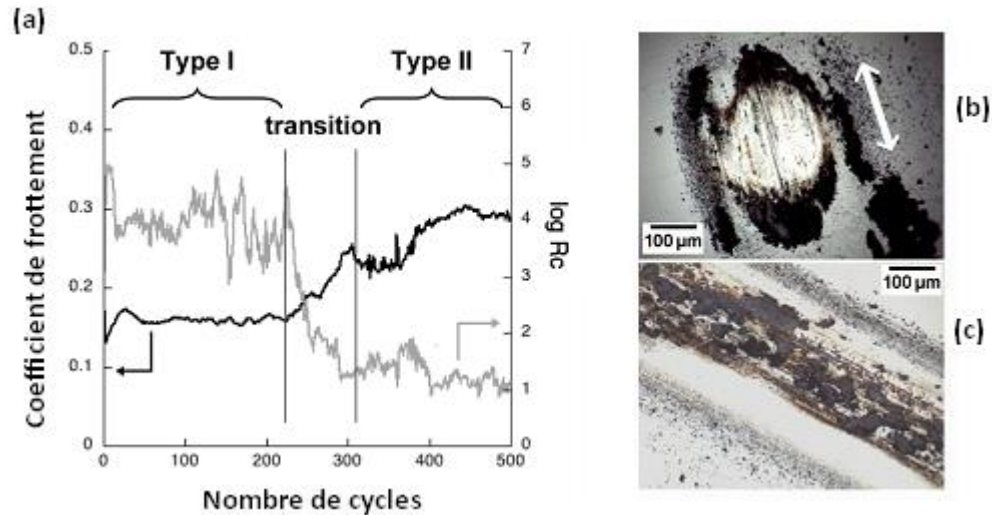


Figure II.27 : Résumé du phénomène de transition et MEBs des surfaces de l'essai correspondant

(Source: Tribological duality of Ti_3SiC_2 , A. Souchet, J. Fontaine, M. Belin, T. Le Mogne, J-L. Loubet and M.W. Barsoum, 2005)

Les valeurs de coefficients de frottement rapportés par les auteurs, en utilisant le tribomètre alternatif, étaient élevées. Elles varient dans la plage de 0,3-0,5. Globalement :

$$\mu_{Ti_3SiC_2} > \mu_{100C6}; \mu_{Si_3N_4} > \mu_{diament}$$

Cela fait penser que le type d'antagonistes joue un rôle important dans le comportement tribologique. D'autre part, il est aussi important de signaler l'implication de l'alternance du glissement dans un tribo-système par la régénération de la surface de contact.

II-5 Conclusion

Les céramiques ont souvent un comportement très satisfaisant dans les systèmes tribologiques, leur dureté élevée leur assure une bonne résistance à l'usure lors d'utilisations sous des conditions peu sévères. Cependant, leur caractère fragile entraîne une aggravation de comportement. Le frottement d'une céramique contre un métal se traduit généralement par l'usure de ce métal. L'influence de l'humidité et de la température peuvent être bénéfique. Globalement, la performance des céramiques dans les tribo-systèmes, dépendent essentiellement du couple adapté ou non aux besoins bien spécifiés.

Cette synthèse bibliographique nous fournit quelques informations sur le comportement en frottement de Ti_3SiC_2 , tout en flashant des résultats prometteurs. Entre autres, il semble que, les structures de gros grains sont performantes pour des applications à bas frottement et faible usure.

Néanmoins, les structures de fins grains peuvent être performantes sous grandes charges. D'autant plus, les grains orientés perpendiculairement à la direction de frottement, s'ajoute à l'amélioration performance tribologique. Certains mécanismes mettant en jeu des films de transfert affectent le comportement tribologique de ce matériau par diminution du coefficient de frottement.

CHAPITRE III

Elaboration de Ti_3SiC_2 & Expérimentation

III-1 Introduction

Les polycristallins de Ti_3SiC_2 sont des matériaux céramiques nanolamellaires redécouverts il y a quelques années et abondamment étudiés depuis par un certain nombre de laboratoires de recherche dans le monde. Cette étude a pour but d'apporter des éléments pour améliorer la compréhension des mécanismes mis en jeu dans le comportement tribologique en frottement à sec du Ti_3SiC_2 .

Ce travail a été effectué en collaboration avec le laboratoire LERMPS (Laboratoire d'études et de recherches sur les matériaux, les procédés et les surfaces) et à l'IUT (Institut Universitaire de Technologie) de Belfort (France). Il s'ajoute à l'ensemble des travaux et études réalisés précédemment dans le but d'apporter des éléments d'informations et de réflexions, permettant la compréhension et par conséquent d'améliorer des mécanismes régissant le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 , afin de dégager les applications potentielles de ces matériaux.

III-2 Présentation du sujet et problématique

Le Ti_3SiC_2 semble avoir un comportement tribologique prometteur du fait de sa structure et des résultats des études rapportées dans la littérature. Néanmoins, les études sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 restent à ce jour insuffisante et très peu nombreuses. Ce travail tentera d'aller au delà de ces études, pour proposer de modèle mathématique du comportement de ce matériau en frottement dans l'air ambiant.

Dans ce contexte, il se présente une occasion de montrer comment l'utilisation d'une des méthodes de modélisation appropriées pour cette étude, fournit des outils efficaces pour l'expertise des phénomènes.

Cette étude fournit des résultats expérimentaux, relatifs au frottement et à l'usure du Ti_3SiC_2 ; ces résultats se partage en deux séries dont la première montre le comportement du matériau en question avec taux considérable des impuretés de TiC, tandis que, la deuxième série discute l'effet de la présence de ces impuretés en comparant les résultats au cas où il y a justement leurs absences. De plus, nous avons décrit l'élaboration technique des poly-cristallins de Ti_3SiC_2 et la mise en œuvre des échantillons à tester sous des conditions bien déterminées.

Les essais effectués sur des échantillons du matériau en question contre un antagoniste choisi en Corindon, sont de type : frottement par glissement à sec ; en faisant varier divers paramètres d'essais de façon systématique, balayant un champ différent de celui des travaux abordé dans la littérature.

III-3 Synthèse et caractérisation

III-3-1 Technique d'élaboration

La synthèse des polycristallins de Ti_3SiC_2 utilisés dans cette étude, est basée sur le principe de frittage par la technique de pressage à chaud (HP : hot pressing).

III-3-1-1 Pressage à chaud : HP

Les techniques de pressage à chaud permettent d'améliorer la densification de la céramique en facilitant la fermeture des pores entre les grains. La pression et la température sont appliquées simultanément à la poudre de base, ce qui augmente leur efficacité par rapport à un frittage normal.

La technique de pressage à chaud unidirectionnel (HP) entre autre, est moins lourde à mettre en œuvre. La poudre, après avoir été mélangée, est préalablement pressée à froid afin de former un solide plus facile à manipuler. Ce solide est placé dans un moule rectangulaire fermé par un piston. La montée en température se fait à une vitesse définie par l'opérateur. La charge de pressage est appliquée mécaniquement sur le piston à une vitesse et jusqu'à une valeur choisie préalablement. Elle est maintenue le temps voulu, puis enlevée à une certaine vitesse. Le refroidissement après enlèvement de la charge se fait naturellement.

Le pressage étant effectué soit sous vide, soit sous atmosphère inerte.

III-3-2 Synthèse de la structure de Ti_3SiC_2

Ce principe consiste en l'utilisation de poudres élémentaire de Titanium, Silicium et Carbone avec des taux molaires correspondant : Ti : 3, Si : 1, C : 2 et des aides au frittage en faible quantité (<0,1 %). Les poudres mélangées ont été broyées pendant 4 heures dans une solution d'éthanol à l'aide d'un tambour rotatif de type broyeur à billes. La boue dans le broyeur a été séché à 60 °C, et le mélange séché a été pulvérisé et tamisé à travers un tamis de 100 microns. Le mélange préparé est préalablement pressé à froid à 8 MPa dans un moule en graphite, puis pressé à chaud dans le même moule de graphite à haute température d'environ 1450 °C et sous pression de 25 MPa

pendant 2 heures avec l'écoulement du gaz d'Argon. Les taux de l'échauffement et de refroidissement sont successivement de 40 °C/min et 10 °C/min. Le résultat final est un Ti_3SiC_2 pur à (>99 %). Le polycristallin de Ti_3SiC_2 contenant la phase TiC, a été obtenu par l'ajout de 3,0 % du volume des additifs de Trioxyde de bore (B_2O_3) au mélange des matières premières Ti, Si et C, sans qu'il contienne de l'aluminium (Al). Les procédures de traitement sont sensiblement identiques à l'élaboration de Ti_3SiC_2 pure. On donne la notation de Ti_3SiC_2/TiC pour simplifier l'appellation du polycristallin contenant un taux de TiC estimé par ailleurs à 8 % (ci-après paragraphe III-3-3). Une fois les blocs du polycristallin sont refroidis, les échantillons sont extraits de ces blocs formés.

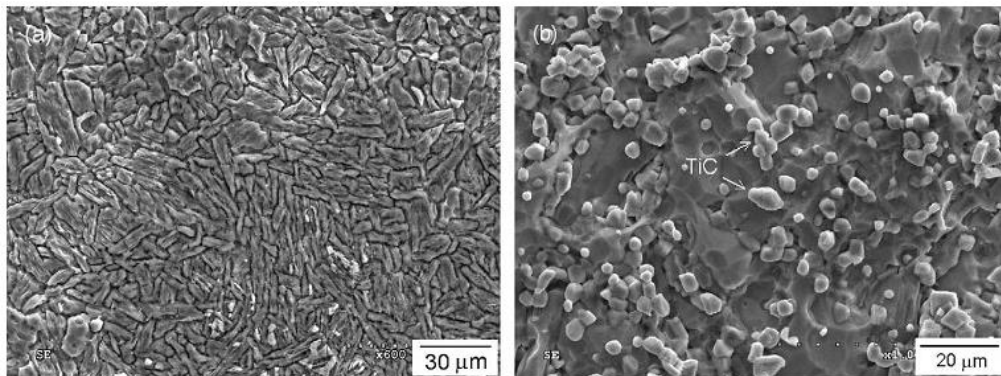


Figure III.01 : Micrographiques de structure de Ti_3SiC_2 pur (a), et le Ti_3SiC_2/TiC

(Source: Tribological behaviors of bulk Ti_3SiC_2 and influences of TiC impurities, H, Zhai, Z, Huang, M, Ai, 2006)

Figure III.01 (a) est une micrographie typique (MEB) montrant la microstructure de Ti_3SiC_2 à l'état pur, sur laquelle on ne remarque aucune présence de TiC ; les grains sont relativement uniformes, de forme lenticulaire plate et leur taille moyenne est estimée d'environ 20 μm dans la direction du grand axe (direction allongée). La densité spécifique de l'échantillon est de 4,31 g/cm³.

Figure III.01 (b) est une micrographie prise au microscope électronique (MEB) en présence d'un flux lumineux ultra-violet par lequel on constate la présence des impuretés de TiC. L'échantillon Ti_3SiC_2/TiC se compose de grains dominants de Ti_3SiC_2 qui ont aussi une forme lenticulaire plate d'environ 25 μm, et des grains de TiC, de forme polygonale dont la taille moyenne est d'environ 4 μm. La densité spécifique de l'échantillon Ti_3SiC_2/TiC est de 4,21 g/cm.

III-3-3 Estimation du taux d'impuretés TiC

Le taux d'impuretés de TiC dans le polycristallin Ti_3SiC_2 , contenant la phase TiC employé dans ce travail, a été estimé par le traitement de la microstructure de ce matériau. Plusieurs méthodes peuvent s'employer à cet effet notamment les logiciels pour traitement d'image.

Le logiciel « Scion Image » choisi à priori, a permis le traitement et l'analyse des images scientifique par ses nombreux outils. L'estimation du taux d'impuretés par ce dernier, est obtenue successivement par : le filtrage (élimination des bruits), la détection des bords, et le calcul des surfaces de présence de TiC marquée par le flux lumineux ultra-violet. Cela permet de déterminer le taux d'impuretés de TiC sur une seule surface de coupe. Le taux global de l'échantillon est la moyenne de la somme des taux de TiC sur plusieurs surfaces de différentes coupes.

Le taux global des impuretés de TiC estimé est de 8 % pour les échantillons contenant la phase TiC.

III-4 Technique expérimentale

III-4-1 Caractérisation tribologique

III-4-1-1 Choix de l'antagoniste

Le choix de la nature d'antagoniste dans un contact en frottement, permet de modifier l'affinité entre les surfaces, autrement-dit la physico-chimie du contact, et donc potentiellement la composante adhésive du coefficient de frottement. D'autant plus, la différence de dureté de l'antagoniste, a également une influence sur sa composante abrasive.

Le regain d'intérêt pour le Corindon est motivé par les propriétés particulières de cette céramique, répondant aussi bien aux exigences qu'aux besoins de cette étude. Elle est employée pour ses propriétés mécaniques, thermomécaniques et tribologiques, ainsi que pour sa tenue face à la corrosion. Sa plus faible réactivité influence la vitesse d'augmentation de la quantité de matière du film de transfert avec formation d'îlots moins nombreux, et peut être moins adhérents, comme cela a été constaté par ailleurs. Cependant, son importante dureté assure l'abrasion du plan de Ti_3SiC_2 par la surface de contact. Cette augmentation de la composante abrasive de la force de frottement peut avoir une influence sur la vitesse d'apparition de la transition comme nous allons le voir dans le chapitre suivant.

Le profil tribologique en mouvement oscillatoire de l'alumine (Al_2O_3) ne varie pas avec l'humidité.

III-4-1-2 Principe du Tribomètre Pion/disque

Il s'agit de la méthode d'étude tribologique la plus courante. La résistance à l'usure se caractérise par un mouvement relatif entre 2 surfaces en contact (lubrifié ou sec) dans des conditions de laboratoire. Le principe de cette méthode consiste à mettre en rotation un disque à

surface plane, formant le partenaire de frottement mobile. Le partenaire de frottement fixe présente une surface sphérique (pion ou bille). Il appuie sur le disque de manière excentré. Il existe une grande variété d'équipements pour les essais tribologiques, qui peuvent être classés par le mode de contact.

Le frottement n'est pas une propriété intrinsèque et dépend des corps en présence (2 ou 3), de l'environnement et du mécanisme de contact. L'usure générée se manifeste par l'apparition d'un « plat » sur le pion appelé calotte d'usure et d'un sillon circulaire sur le disque.

III-4-1-3 Fonctionnement

Le tribomètre utilisé pour cette étude permet de travailler en contact pion/disque sous différentes atmosphères. Ces analyses sont destructives et permettent de tester des échantillons circulaires. Figure III.02 en montre une photographie et donne son schéma de principe. Ce tribomètre fonctionne avec un pion de 6 mm de courbure. Le pion utilisé dans la plupart des essais menés au laboratoire, est en acier 100Cr6, mais sa nature peut quant à elle être modifiée.

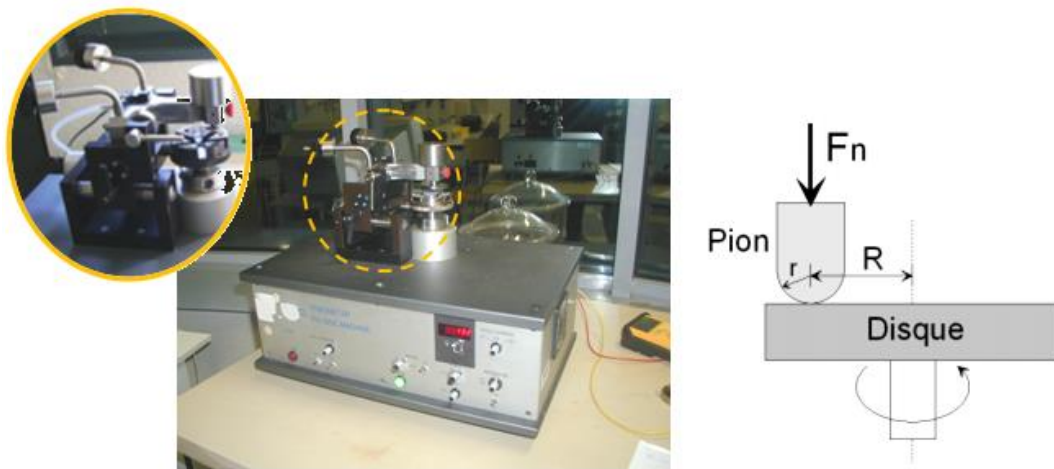


Figure III.02 : Tribomètre pion/disque et son schéma de principe

(Source: Archives de laboratoire LERMPS, Belfort, France)

La force appliquée F_N est constante et générée par un poids dont la charge appliquée peut être modifiée (2 N et 5 N ou autres...).

La vitesse de glissement est maintenue constante ; la rotation est poursuivie jusqu'à ce que le pion ait parcouru une distance déterminée par passages successifs sur le disque (cycles), parcourant plusieurs centaines de mètres à plusieurs kilomètres. La force de frottement F_T est mesurée en continu [92].

III-4-1-4 Conditions d'essai

Les dimensions de l'échantillon et le pion utilisés ont été préparés suivant les exigences de l'équipement pour leur maintien. La force normale F_n est appliquée à l'aide de poids sur le contact pion-disque correspondant à des pressions normales varie entre 0,1 – 0,8 MPa.

Les vitesses de glissement imposées sont dans l'intervalle entre 5 et 60 m/s, ces valeurs sont déterminées en fonction de la distance entre le pion et la vitesse de rotation du disque défini au préalable.

Le choix des valeurs de ces paramètres, à savoir la pression et la vitesse de glissement, ont été inspirées d'autres travaux dans le même domaine et avec le même type d'échantillon ; seul l'antagoniste qui change, dont le but d'aligner les conditions d'essais afin de pouvoir faire des comparaisons entre résultat tribologique [87, 88, 91].

Tableau III.01 récapitule les valeurs des paramètres ainsi que d'autres conditions de tests. Deux séries de mesure ont été menées dans cette étude afin de discuter les questions de la problématique a propos du paramètre le plus influant et le réglage optimal.

Tous les essais ont été effectués dans l'air ambiant et sans lubrifiant. La température et le taux d'humidité lors des essais, sont indiqués sur le tableau ci-après.

Tableau III.01 : Conditions d'essai de frottement

<i>Paramètres</i>	<i>Série 1</i>	<i>Série 2</i>
<i>Type de test</i>	Glissement à sec (sans lubrifiant)	
<i>Equipement</i>	Pion / disque	
<i>Type d'échantillon (Disque)</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Ti₃SiC₂/TiC 	<ul style="list-style-type: none"> • Ti₃SiC₂/TiC • Ti₃SiC₂ (pure)
<i>Diamètre du disque (mm)</i>	50	
<i>Antagoniste (Pion)</i>	Corindon	
<i>Rayon de courbure du Pion (mm)</i>	6	5
<i>Vitesse de glissement (m/s)</i>	5 ; 20 ; 40 ; 60	5 ; 20 ; 40
<i>Pression normale (MPa)</i>	0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 ; 0,6 ; 0,7 ; 0,8	
<i>Température ambiante (°C)</i>	20	15
<i>Humidité relative (%)</i>	20	10
<i>Paramètre mesuré</i>	<ul style="list-style-type: none"> • Coefficient de frottement • Taux d'usure 	<ul style="list-style-type: none"> • Taux d'usure

III-4-2 Mesure expérimentale

Les essais de frottement sans lubrifiant ont été menés par la mesure de deux paramètres définis comme paramètres de réponse, à savoir le coefficient de frottement et le taux d'usure. La première série d'essai qui correspond à l'étude tribologique de l'échantillon Ti₃SiC₂/TiC en fonction de la variation de la vitesse de glissement et de la pression appliquée. Cependant, la deuxième série correspond à l'étude de l'influence du taux d'impureté TiC, elle s'intéresse aux taux d'usure des deux types d'échantillon.

III-4-2-1 Dépouillement

Ce tribomètre permet la mesure cycle par cycle de la force tangentielle F_t due au frottement, par des jauges de contraintes. La fréquence de mesure est ajustée pour enregistrer n points par cycles. Les données relatives à la force de frottement F_t sont transformées en données sur l'évolution du coefficient de frottement μ selon sa définition :

$$\mu = \frac{F_t}{F_N} \quad (\text{III.01})$$

Où F_t est la force tangentielle et F_N la force ou charge normale.

Les mesures sont donc enregistrées en fonction du numéro du cycle N dans lequel on se trouve. Les valeurs finales du coefficient de frottement sont données en valeur moyenne en fonction du N cycle.

La distance de glissement parcourue a été définie de 10000 m pour Série 1 et de 15000 m pour Série 2 en contact sans lubrifiant, une telle distance est jugée suffisante pour extraire le maximum d'information et par ailleurs, au delà de cette distance, aucun changement important n'a été enregistré.

Les taux d'usure ont été calculés en divisant les volumes d'usure par la charge appliquée et la distance totale parcourue pendant le glissement ; en utilisant la perte de masse et la densité spécifique pour déterminer ces volumes. Cela dit qu'avant et après chaque essai, l'échantillon à tester est pesé avec une balance électronique de précision. Les taux d'usure sont dimensionnés en [mm³/Nm].

Les tableaux ci-après exposent certaines réponses d'essai de frottement en fonction de la vitesse de glissement, de la pression appliquée et du pourcentage de TiC. Le nombre d'essai effectué soit 32 pour la première série et 40 partagé entre les deux échantillons pour la deuxième série.

Tableau III.02 : Réponse d'essai de frottement du Ti_3SiC_2 avec TiC: 8 % (a) ; variant de 0-8 % (b)

a)

Vitesse de glissement	5 m/s		20 m/s		40 m/s		60 m/s	
	Coefficient de frottement	Taux d'usure ($\cdot 10^{-7}$ mm ³ /Nm)	Coefficient de frottement	Taux d'usure ($\cdot 10^{-7}$ mm ³ /Nm)	Coefficient de frottement	Taux d'usure ($\cdot 10^{-7}$ mm ³ /Nm)	Coefficient de frottement	Taux d'usure ($\cdot 10^{-7}$ mm ³ /Nm)
0,1	0,428	0,644	0,264	1,800	0,1	2,078	0,132	1,011
0,2	0,452	0,789	0,356	1,467	0,144	2,478	0,16	1,667
0,3	0,456	0,856	0,308	1,467	0,2	2,356	0,168	1,678
0,4	0,492	0,844	0,296	1,522	0,22	2,533	0,204	1,922
0,5	0,48	0,844	0,28	1,456	0,204	2,233	0,216	2,122
0,6	0,516	0,900	0,276	1,400	0,204	2,156	0,22	2,778
0,7	0,524	0,911	0,272	1,378	0,196	2,111	0,232	3,456
0,8	0,536	0,922	0,272	1,400	0,176	2,089	0,296	3,800

b)

		Taux d'usure ($\cdot 10^{-7}$ mm ³ /Nm)					
		5 m/s		20 m/s		40 m/s	
Vitesse de glissement		0 %	8 %	0 %	8 %	0 %	8 %
Taux de TiC							
Pression appliquée (MPa)	0,1	6,6	4,5	-	-	20,9	16,2
	0,2	7,9	4,5	14,4	-	-	19,8
	0,3	8,5	4,9	14,4	-	23,4	21,9
	0,4	8,1	-	14,4	14	-	21,5
	0,5	8,1	8,9	14,2	14,3	21,8	21,3
	0,6	8,3	9,6	13,2	14,3	21,3	20,6
	0,7	8,5	11,9	13,2	14,3	20	24,9
	0,8	8,5	14	12,8	15,1	20	-

III-5 Les théories du frottement

L'évolution du coefficient de frottement μ avec les différents paramètres d'essais donne des informations quant au comportement tribologique d'un matériau. Différentes approches sont

développées dans la littérature afin de mieux comprendre la contribution des différents phénomènes dans la valeur de ce coefficient. La force de frottement à sec ou en régime limite peut être considérée comme la somme de trois composantes : une composante abrasive, une composante adhésive, et une composante de cisaillement à l'interface [93].

$$F_t = F_{abr} + F_{adh} + F_{cis} \quad (III.02)$$

Avec :

F_{abr} la composante abrasive dans le contact,

F_{adh} la composante adhésive dans le contact,

F_{cis} la composante de cisaillement de l'interface entre les deux solides.

Ces trois composantes peuvent avoir des influences simultanées ou non selon les conditions de frottement, l'hypothèse de leur additivité restant une hypothèse simplificatrice. Cette écriture peut s'appliquer autant à un contact macroscopique, par exemple une sphère glissant sur un plan, ou à un contact à l'échelle de quelques aspérités, comme lors d'un essai de rayage.

III-5-1 Composante abrasive

La force de frottement abrasive (F_{abr}) provient de la manifestation de l'usure abrasive telle qu'elle a été décrite au paragraphe (II-3-3-1 Usure par abrasion). Des aspérités (particules ou pics de rugosités) venant au contact de la ou des surfaces moins dures du système, y induisent une rayure ou bien un enlèvement de matière. La géométrie de ces aspérités, ainsi que les propriétés mécaniques des surfaces antagonistes ont une influence importante sur cette composante. En négligeant l'écoulement de matière à l'avant du contact lors de l'abrasion de la surface, on peut évaluer la composante abrasive du coefficient de frottement pour des géométries simples d'indenteur schématisées sur la figure ci-après. Dans ces deux cas, la force normale est supportée par la surface d'aire notée A_1 , alors que la force tangentielle doit permettre le déplacement de la surface d'aire notée A_2 . Le rapport des deux surfaces donne donc le coefficient de frottement dû au labourage de la surface par l'aspérité, soit :

$$\mu = \frac{A_2}{A_1} \quad (III.03)$$

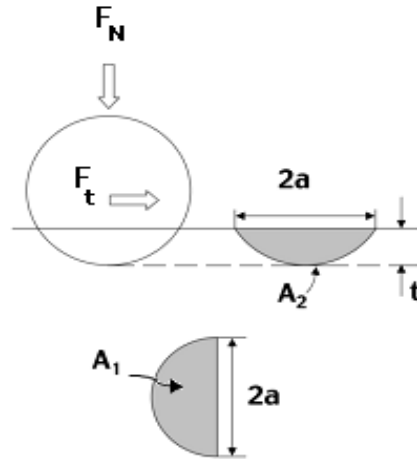


Figure III.03 : Composante abrasive du coefficient de frottement pour un indenteur sphérique

(Source: La force de frottement limite, D. Mazuyer, thèse de doctorat, 1989)

Pour un indenteur sphérique de rayon R, la charge normale est supportée par une surface d'aire

$$A_1 = \frac{\pi a^2}{2} \quad (\text{III.04})$$

tandis que la force tangentielle doit permettre le déplacement de la surface d'aire

$$A_2 = \frac{2a^3}{3R} \quad (\text{III.05})$$

Le coefficient de frottement résultant du labourage par une aspérité sphérique est donc :

$$\mu_{abr} = \frac{4a}{3\pi R} \quad (\text{III.06})$$

$$\approx 0,6 \left(\frac{t}{R} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III.07})$$

Cette composante dépend de t, qui est donc la profondeur de pénétration de l'indenteur dans la surface.

Ces calculs simples, négligeant les interactions entre les déformations normales et tangentielles, permettent de bien décrire les matériaux susceptibles de s'écouler (métaux, polymères, etc.).

III-5-2 Composante adhésive

La force d'adhésion (F_{adh}) traduit les interactions d'adhésion et d'adhérence entre les deux surfaces soit :

- ♦ l'aspect microscopique (adhésion) lié aux propriétés physiques et chimiques (structure atomiques, liaisons pendantes, défauts, etc.) à l'échelle atomique des matériaux en contact,
- ♦ l'aspect géométrique lié à la variation de l'aire réelle de contact lors du frottement,
- ♦ l'aspect macroscopique (adhérence) qui englobe les deux points précédents ainsi que le comportement mécanique « volumique » des matériaux de l'interface.

De nombreux auteurs se sont intéressés au phénomène de l'adhésion et à ses applications lors du frottement. L'approche de Deryaguin et al. [94] décrit la force de frottement lors du mouvement relatif de deux solides en contact comme étant la somme d'une composante « extérieure » et d'une composante « intérieure » :

$$F_t = \mu(F_{n,ext} + F_{n,int}) \quad (III.08)$$

Le terme $\mu F_{n,ext}$ correspond au terme caractérisant les interactions mécaniques dues aux rugosités des surfaces et générées par la charge normale appliquée sur le contact. Le terme $\mu F_{n,int}$ traduit une attraction moléculaire au niveau du contact.

Le modèle d'adhésion de Bowden et Tabor [95] permet d'exprimer la composante adhésive de la force de frottement d'un contact sec par la relation :

$$F_{t,adh} = A\tau \quad (III.09)$$

Avec :

A : l'aire de contact,

τ : la contrainte de cisaillement interfaciale.

La composante adhésive du coefficient de frottement s'écrit alors :

$$\mu_{adh} = \frac{A\tau}{F_n} \quad (III.10)$$

Soit :

$$\mu_{adh} = \frac{\tau}{P_{moy}} \quad (III.11)$$

Expérimentalement, Hayden et al. [96] ont prouvé que, pour de fortes pressions, la contrainte de cisaillement τ de la plupart des solides est une fonction affine de la pression P qu'on lui applique :

$$\tau = \tau_0 + \alpha P \quad (\text{III.12})$$

Ainsi, la composante adhésive du frottement de l'équation III.09 peut s'écrire :

$$F_t = A\tau_0 + A\alpha P_{moy} \quad (\text{III.13})$$

Or l'aire réelle de contact peut être exprimée au travers de la charge normale appliquée et de la pression de contact :

$$A = \frac{F_n}{P_{moy}} \quad (\text{III.14})$$

D'où la force de frottement globale :

$$F_t = \frac{F_n \tau_0}{P_{moy}} + \alpha F_n + F_{abr} \quad (\text{III.15})$$

Ce qui conduit à la décomposition suivante du coefficient de frottement :

$$\mu = \frac{\tau_0}{P_{moy}} + \alpha + \mu_{abr} \quad (\text{III.16})$$

Le terme μ_{abr} représente la composante abrasive, que l'on peut estimer à l'aide des calculs précédents. Le terme τ_0 / P_{moy} représente la composante adhésive. La grandeur τ_0 peut être considérée comme une contrainte de cisaillement des jonctions adhésives entre les surfaces. Le terme α traduit les propriétés de cisaillement d'un film mince de surface.

Deux types de tracés peuvent être envisagés : un tracé de F_t en fonction de F_n et un tracé de μ en fonction de $1/P_{moy}$. La réécriture des expressions de F_t et μ selon leur dépendance en fonction de F_n et $1/P_{moy}$ donne les équations suivantes :

$$F_t = (\alpha + \mu_{abr})F_n + \tau_0 A \quad (\text{III.17})$$

$$\mu = \tau_0 P_{moy} + (\alpha + \mu_{abr}) \quad (\text{III.18})$$

Si on considère que le terme d'abrasion μ_{abr} n'est piloté que par les pentes de rugosités des surfaces.

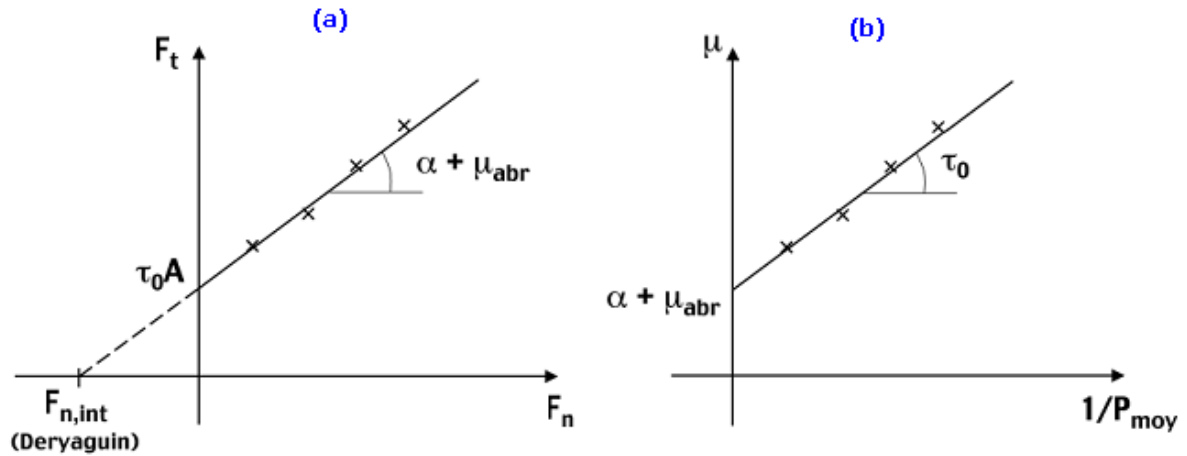


Figure III.04 : Interprétation des tracés F_t en fonction de F_n (a), et de μ en fonction de $\frac{1}{P_{moy}}$ (b)

(Source: The mechanism of boundary lubrication and the properties of the lubricating film, B.V. Deryaguin et al, Wear, 1957/58)

Figure III.04. a montré qu'un tracé de F_t en fonction de F_n permet d'accéder à $\alpha + \mu_{abr}$ par la pente de la droite, et à $\tau_0 A$ par son ordonnée à l'origine. Au passage, on visualise sur ce tracé la valeur de $F_{n,int}$ de l'approche de Deryaguin. De même, d'après la figure 2.19.b, un tracé de μ en fonction de

$\frac{1}{P_{moy}}$: permet d'accéder à la valeur de τ_0 par sa pente et à celle de $\alpha + \mu_{abr}$ par son ordonnée à l'origine.

III-5-3 Composante de cisaillement

Le terme α traduit donc les propriétés de cisaillement de l'interface entre les deux solides en contact, notamment dans le cas de la formation d'un film inter-facial. Les lois de comportement mécanique du matériau inter-facial, notamment sa contrainte de cisaillement, ainsi que le rapport géométrique de l'interface $\frac{e}{l}$, avec e l'épaisseur du film interfacial et l la longueur cisillée, sont prépondérants pour cette composante.

Cette approche va nous permettre de dépouiller les ensembles de données en coefficient de frottement de tous nos essais, afin de déterminer les parts respectives des différentes composantes de la force de frottement.

III-6 Conclusion

La technique de pressage à chaud présente l'avantage de permettre une densification très rapide du matériau, et donc de mieux contrôler la croissance de grains. Deux types d'échantillons

initiaux ont été élaborés dans cette partie ; l'un des échantillons contient du TiC en impureté et l'autre est pure. Les essais de frottement en glissement à sec, effectués par un tribomètre ont permis de mieux cerner les caractéristiques tribologiques du matériau en question. Les grains de TiC semblent un facteur remarquable, favorisant davantage l'augmentation du coefficient de frottement, en augmentant les paramètres de rugosité des surfaces.

CHAPITRE IV

Méthode des plans d'expérience ;

Théorie & Application

IV-1 Introduction

Théoriquement, pour comprendre davantage un phénomène ou un comportement, il faut effectuer suffisamment de tests, afin d'obtenir un nombre interprétable de résultats. Cependant, dans certains cas, il est évidemment impossible à réaliser au-delà d'un nombre limité de tests, vu le temps et/ou le coût d'expérimentation très élevé. La modélisation mathématique reste un outil très utile.

Dans cette étude, l'approche expérimentale reste insuffisante pour décrire les différentes facettes du comportement du matériau en question. D'autant plus, les modèles mathématiques recherchés, doivent décrire le comportement du Ti_3SiC_2 dans un domaine expérimental regroupant des essais expérimentaux réalisés de façon étudiée. Pour cela il est nécessaire d'introduire des méthodes et/ou des théories de modélisation spécifiques.

Cette partie s'attache à décrire la modélisation mathématique par l'exploitation des résultats obtenus expérimentalement, en utilisant une des méthodes mathématique qui permet de décrire l'action de cause lors des essais expérimentaux.

IV-2 Modélisation par la méthode des plans d'expériences

Dans le domaine scientifique, pour atteindre au mieux les objectifs d'une étude expérimentale essentiellement l'exploitation des résultats obtenus, il est évident qu'un nombre de plus en plus important de tests, favorise une meilleure vision. Ceci est lié relativement au temps et coût d'expérimentation qui peuvent être très élevés dans la plupart des cas. De ce fait, il est généralement nécessaire de recourir à d'autres supports et outils, notamment la modélisation et l'optimisation, afin d'améliorer la vision sur la réponse pour élargir le champ de l'investigation.

La technique des plans d'expériences permet de répondre à cette prétention. Elle apporte une solution permettant à minimiser le nombre d'expériences à réaliser sans sacrifier la précision sur les résultats. En effet, le principe général consiste à n'étudier que certains points de domaine expérimental sous investigation, tout en réussissant pourtant à appréhender le phénomène étudié sur

l'ensemble du domaine considéré. Ceci va permettre de diminuer fortement le nombre d'expériences à réaliser tout en augmentant le nombre de paramètres étudiés. Dans l'industrie, la connaissance de la méthode des plans d'expériences devenue comme un préalable d'une part à l'amélioration de la qualité des produits et des procédés, et d'autre part à la réduction des temps de développement. La méthode des plans d'expériences permet en effet d'obtenir un maximum d'informations à un coût minimal. En résumé, les avantages les plus reconnus de cette technique sont [97]:

- **L'efficacité** : seules les expériences indispensables sont réalisées,
- **L'exactitude** : pour un effort expérimental donné, une plus grande exactitude possible sera atteinte,
- **Les interactions** : les synergies existant entre les différents paramètres étudiés sont identifiées et mieux comprises.

Cette technique comporte plusieurs plans, dont chacun à ses propres caractéristiques, et qui permet de résoudre certains cas particuliers. Dans ce qui suit, on n'expose que le principe de la méthode ainsi que les différentes étapes à suivre uniquement pour notre cas, afin que cela nous permette d'atteindre le but de ce chapitre.

IV-3 Introduction dans les plans d'expériences

L'idée essentielle qui doit mener la démarche expérimentale, est que l'on mette en œuvre un plan d'expériences afin de répondre à une problématique bien précise. Il faut donc choisir ou construire le plan qui donnera les informations recherchées. Cela dit qu'on ne pourra pas utiliser le même plan pour étudier efficacement les effets des paramètres tout en cherchant un optimum.

D'une manière générale, un plan d'expérience consiste à mettre en évidence et à quantifier l'influence existant entre deux types de variables :

- **Facteur** : une variable, ou un état, qui agit sur le système étudié,
- **Réponse** : la grandeur mesurée afin de connaître les effets des facteurs sur le système. Il convient bien sûr que la réponse soit représentative du phénomène observé.

Plus clairement, les plans d'expériences visent à établir des relations liant en premier lieu la réponse avec les facteurs et ces derniers entre eux (interactions). Cela permet d'obtenir une modélisation expérimentale des phénomènes physiques et d'apprécier la confiance à accorder aux résultats. A ce stade, il est important d'insister sur la différence entre la modélisation de l'expérimentation et la modélisation du phénomène physique. Cette étude a pour objectif de modéliser l'expérimentation, c'est-à-dire être capable de prévoir la réponse du phénomène physique uniquement en fonction des paramètres étudiés lors de l'expérimentation et variant dans le domaine d'étude choisi. Cela signifie qu'en général :

- *La réponse du modèle de l'expérimentation ne pourra théoriquement pas être extrapolée à des valeurs de paramètres situées en dehors du domaine d'étude,*
- *Les valeurs quantitatives des réponses seront liées à des configurations particulières de l'expérimentation, et ne seront pas non plus forcément extrapolables à d'autres conditions de fonctionnement (par exemple, cas d'un changement de machine).*

Cette démarche relative à la modélisation de l'expérimentation, apparaît néanmoins très importante car elle permet tout de même d'appréhender localement le phénomène physique par la connaissance de la surface de réponse générée dans le domaine expérimental considéré.

Les contextes d'application de la méthode peuvent aller du traitement et de la résolution des problèmes qualité, à l'optimisation de la réponse. Autrement dit, les plans d'expériences peuvent être considérés comme un ensemble de méthodes qui peuvent être choisies en fonction des objectifs de l'étude à procéder. Les différents besoins et prétentions liés aux objectifs requièrent généralement :

- **Méthode comparative (Comparative design) :** *Elle permet de savoir si le facteur a un rôle significatif dans l'obtention de la réponse et de déterminer le facteur important à priori, ainsi que de trouver la relation de cause à effet entre plusieurs facteurs de l'étude.*
- **Technique de criblage (Screening design) :** *Les plans sont conçus de manière à isoler les facteurs influents et examiner les effets principaux des facteurs.*
- **Méthode de la surface de réponse MSR (RSM : Response Surface Methodolgy) :** *Elle permet une étude qualitative des facteurs. Elle est mise en œuvre pour élaborer des modèles descriptifs ou prévisionnels des phénomènes étudiés, ainsi que mettre au point des formulations permettant d'estimer les interactions entre facteurs et les effets quadratiques. Son utilisation est intéressante grâce à l'idée de la surface de réponse.*

▪ **Modélisation par régression (Regression Modeling) :** Elle est faite pour estimer les paramètres d'un modèle précis, en mesurant la dépendance d'une ou plusieurs réponses à l'égard des processus.

En résumé, les plans d'expériences correspondent à un ensemble de méthode d'exploitation de manière à déterminer, en un minimum d'essais et avec un maximum de précision, l'influence de multiples paramètres sur une ou plusieurs réponses. Les plans d'expériences permettent de répondre à deux familles de questions :

- *Comment estimer et comparer les effets des paramètres ?*
- *Comment affiner les paramètres pour atteindre un optimum ?*

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées [98]. Ces deux notions et autres aussi importantes sont décrites ci-après.

IV-3-1 Notion d'espace expérimental

Dans une étude expérimentale, on s'intéresse à la grandeur d'intérêt mesurée à chaque essai, appelée désormais : la réponse. Cette dernière dépend d'un ou plusieurs facteurs (variables). Un facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (Figure IV.01.a). Ces graduations, appelées niveaux, représentent les valeurs données à un facteur pour réaliser un essai.

En général, lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, on limite ses variations dans un domaine de variation, entre deux bornes : borne inférieure (niveau bas) et borne supérieure (niveau haut), noté successivement -1 et +1. S'il y' a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions, appelé espace expérimental (Figure IV.01.b).

Le regroupement des domaines des facteurs définit le «domaine d'étude». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie pour une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies. Les expériences sont représentées géométriquement par des points expérimentaux répartis dans le domaine d'étude (Figure IV.01.b) [99].

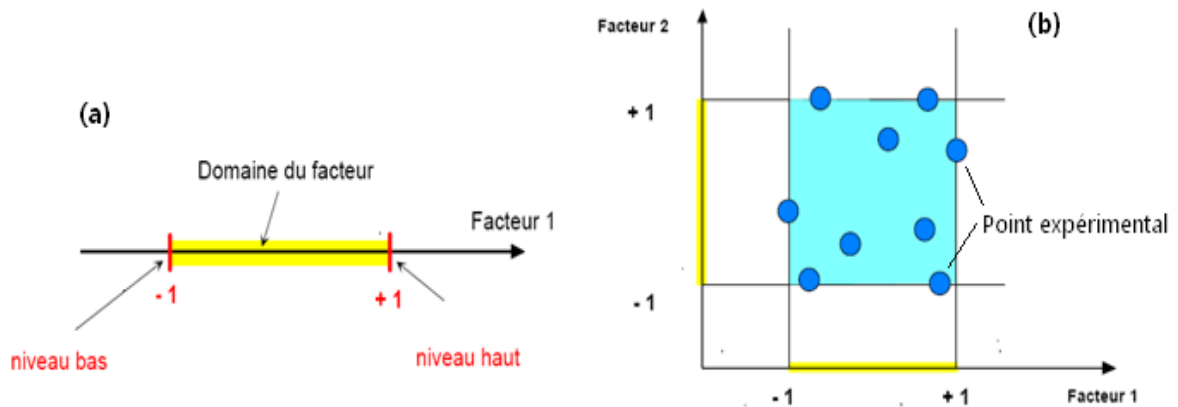


Figure IV.01 : Domaine de variation pour : (a) un seul facteur ; (b) deux facteurs

(Source: Les Plans d'Expériences, J GOUPY, 2006)

Les définitions qui ont été données s'appliquent bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables. Il y a les variables discrètes comme par exemple les noms des personnes. On peut encore parler d'espace expérimental mais il n'aura pas les mêmes propriétés que l'espace des variables continues. Il y a également les grandeurs ordonnables comme, par exemple, des distances qui peuvent être courtes, moyennes et longues. Là aussi, la notion d'espace expérimental existe toujours mais cet espace possède des propriétés différentes des deux premiers.

IV-3-2 Notion de surface de réponse

Les niveaux x_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et y est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse.

La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

Dans un espace à trois dimensions, chaque point du domaine d'étude, correspond une réponse et l'ensemble de tous les points correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée : Surface de réponse (Figure IV.02).

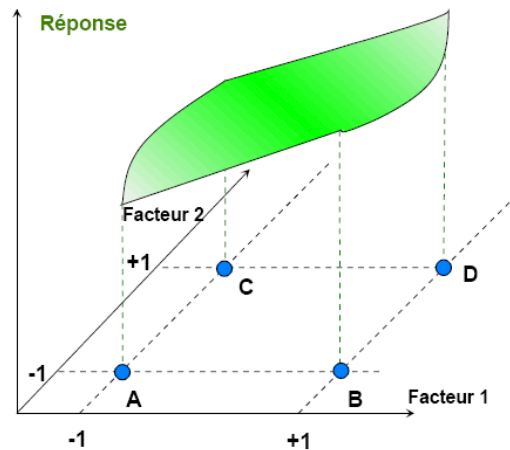


Figure IV.02 : Représentation d'une surface de réponse

(Source: Les Plans d'Expériences, J GOUPY, 2006)

Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche constamment à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

IV-3-3 Notion de modélisation mathématique

On choisit à priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y_i = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + \dots + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij\dots z} X_i X_j \dots X_z \quad (\text{IV.01})$$

D'où,

y_i : est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée ;

x_i : représente le niveau attribué au facteur i par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression) ;

a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii} : sont les coefficients du modèle mathématique adopté à priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

Deux compléments doivent être apportés au modèle précédemment décrit.

▪ *Le premier complément est le "manque d'ajustement". Cette expression traduit le fait que le modèle à priori est fort probablement différent du modèle réel qui régit l'expérimentation. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement (lack of fit en anglais).*

▪ *Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet, si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtient pas exactement le même résultat. Les résultats sont dispersés. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs expérimentales.*

Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, noté e . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors :

$$y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_i X_j + \dots + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij\dots z} X_i X_j \dots X_z + e \quad (\text{IV.02})$$

Expérimentalement, les polynômes de premier et deuxième ordre sont les modèles les plus couramment envisagés : ils sont en effet faciles à établir et à manipuler et représentent de manière satisfaisante le phénomène étudié.

IV-3-4 Système d'équations

Chaque point expérimental permet d'obtenir une valeur de la réponse. Cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qu'il faut déterminer. A la fin du plan d'expériences, on a un système de n équations (s'il y a n essais) à p inconnues (s'il y a p coefficients dans le modèle choisi à priori). Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle :

$$y = X \cdot a + e \quad (\text{IV.03})$$

Avec :

y : est le vecteur des réponses ;

X : est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé ;

a : est le vecteur des coefficients ;

e : est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a n équations et $p + n$ inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le

critère des moindres carrés. On obtient ainsi les estimations des coefficients noté par a . Le résultat de ce calcul est :

$$a = (X^t X)^{-1} X^t y \quad (\text{IV.04})$$

Formule dans laquelle la matrice X^t est la matrice transposée de X . De nombreux logiciels exécutent ce calcul et donnent directement les valeurs des coefficients.

Les notions décrites ci-dessus sont appliquées aux plans d'expériences les plus classiques, notamment :

- Plans factoriels complets à deux niveaux.
- Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux.
- Autres plans à deux niveaux.
- Plans à plusieurs niveaux.
- Plans pour surfaces de réponse.
- Plans de mélanges.
- Plans booléens.
- Plans optimaux.
- Plans pour simulations numériques.

IV-4 Démarche méthodologique

IV-4-1 Proposition d'un modèle

Un modèle est validé, s'il représente suffisamment bien le phénomène étudié dans le domaine expérimental et ainsi nous pouvons utiliser ce modèle pour faire de la prévision en n'importe quel point du domaine expérimentale.

IV-4-2 Plans non-conventionnel

Les plans d'expériences en majorité permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Mais les contraintes techniques et/ou financières ne permettent pas toujours d'être dans ces conditions idéales. Par exemple, les réglages de l'appareil ne permettent pas d'atteindre les niveaux préconisés par la théorie ou des combinaisons de niveaux peuvent se révéler dangereuses comme une réaction

explosive pour les chimistes ou une concentration toxique pour les médecins, coût d'élaboration des échantillons très élevé, métaux précieux...etc.

Dans cette étude, les essais précédemment réalisés s'enregistrent dans le cas de possession d'une série de résultats des essais expérimentaux réalisés de façon aléatoire ou bien qui n'ont pas été obtenus selon un plan d'expériences.

J. Goupy [100]. à montré que la théorie des plans d'expériences peut répondre à ses objectifs même avec des contraintes expérimentales. Les plans non-conventionnels sont les plans les plus adaptés à cette situation, il est toujours possible d'exploiter ces résultats moyennant avec certaines précautions. Si la position des essais ne s'éloigne pas trop des plans classiques, les erreurs sur les coefficients du modèle sont faibles et les réponses prédites sont, dans la plupart des cas, tout à fait acceptables. Figure IV.03 illustre un exemple d'un plan non conventionnel, dont quelques résultats expérimentaux obtenus se trouvent en dehors du domaine expérimental.

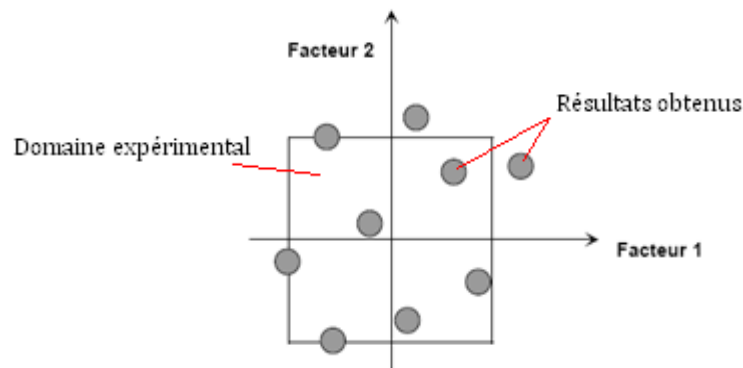


Figure IV.03 : Exemple de plan non-conventionnel

(Source: Les Plans d'Expériences, J GOUPY, 2006)

IV-4-3 Modélisation

Le traitement du plan d'expériences consiste à estimer grâce à la méthode des moindres carrés, les P coefficients du modèle mathématique et les N résidus, d'où pour le i^{eme} traitement du plan d'expériences, le modèle est sous forme d'un polynôme du second degré, qui dérive du développement de la fonction en série de Taylor-Mac Laurin, dont chaque effet d'un paramètre est représenté par la variable x_i rattachée à un coefficient a_i . D'autres coefficients a_{ij} sont liés à l'interaction des effets x_i et x_j . Le modèle polynomial issue, est une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs, sa forme générale s'écrit comme suite :

$$y_i = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i x_i + \sum_{i=1}^k a_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k a_{ij} x_i x_j \quad (IV.05)$$

Expérimentalement, les polynômes de second degré sont les modèles les plus couramment envisagés, car on évite d'aller plus loin pour diminuer le nombre des coefficients du modèle. Ils sont en effet faciles à établir, à manipuler et représentent de manière satisfaisante le phénomène étudié. D'autant plus que la contribution des monômes du degré supérieur, est faible dans la réponse. Alors les termes au carré suffisent généralement à traduire la courbure des surfaces.

La forme développée du modèle polynomial s'écrit comme suit :

$$y_i = a_0 + a_1x_{i,1} + a_2x_{i,2} + a_{12}x_{i,1}x_{i,2} + a_{11}x_{i,1}^2 + a_{22}x_{i,2}^2 + e_i \quad (\text{IV.06})$$

En application dans notre cas on a :

$x_{i,1}$: est la valeur lue dans la matrice de calcul pour la i^{eme} valeur du facteur vitesse de glissement ;

$x_{i,2}$: est la valeur lue dans la matrice de calcul pour la i^{eme} valeur du facteur pression appliquée ;

y_i : est la i^{eme} valeur de la réponse (coefficient de frottement ; taux d'usure);

e_i : est l'écart entre la valeur mesurée et la valeur calculée de la réponse.

Le terme e_i étant le résidu qu'il faut rajouter pour que la valeur mesurée et la valeur donnée par le polynôme, soient les mêmes.

IV-4-4 Estimation des coefficients des modèles

Il est à rappeler que dans cette étude, les facteurs sont les paramètres des essais, à savoir : Vitesse de glissement (V), Pression appliquée (P) et Taux de TiC (% TiC), avec lesquels nous avons effectué deux séries d'essais (voir Tableau III.02) : 32 essais pour la série1 et 40 essais pour la série2. Le modèle polynomial est formé, en tenant compte des valeurs lues, de facteurs du premier degré, du deuxième degré, et de leur interaction. Cela nous donne six coefficients à déterminer pour chaque modèle qui correspond aux réponses de chaque série.

L'estimation des coefficients consiste à construire un système d'équations pour chaque modèle d'une réponse. Ce système de n équations (n : nombre essais) à p inconnues (p : nombre de coefficients du modèle), sera établi à l'aide de la relation (IV.06), comme montré sur l'exemple ci-après (IV.07) qui présente un système d'équations de la première série de résultat d'essai, avec $n=32$. Ensuite, on écrit ce système sous la forme matricielle (IV.08) de façon à faire apparaître clairement les équations dont on dispose et les inconnues à estimer à savoir les coefficients et les résidus [101].

$$\left\{ \begin{array}{l} y_1 = a_0 + a_1x_{1,1} + a_2x_{1,2} + a_{12}x_{1,1}x_{1,2} + a_{11}x_{1,1}^2 + a_{22}x_{1,2}^2 + e_1 \\ y_2 = a_0 + a_1x_{2,1} + a_2x_{2,2} + a_{12}x_{2,1}x_{2,2} + a_{11}x_{2,1}^2 + a_{22}x_{2,2}^2 + e_2 \\ y_3 = a_0 + a_1x_{3,1} + a_2x_{3,2} + a_{12}x_{3,1}x_{3,2} + a_{11}x_{3,1}^2 + a_{22}x_{3,2}^2 + e_3 \\ \dots \\ y_{10} = a_0 + a_1x_{10,1} + a_2x_{10,2} + a_{12}x_{10,1}x_{10,2} + a_{11}x_{10,1}^2 + a_{22}x_{10,2}^2 + e_{10} \\ \dots \\ y_{32} = a_0 + a_1x_{32,1} + a_2x_{32,2} + a_{12}x_{32,1}x_{32,2} + a_{11}x_{32,1}^2 + a_{22}x_{32,2}^2 + e_{32} \end{array} \right. \quad (IV.07)$$

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \\ y_5 \\ \dots \\ y_i \\ \dots \\ y_{32} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & x_{1,1} & x_{1,2} & x_{1,1}x_{1,2} & x_{1,1}^2 & x_{1,2}^2 \\ 1 & x_{2,1} & x_{2,2} & x_{2,1}x_{2,2} & x_{2,1}^2 & x_{2,2}^2 \\ 1 & x_{3,1} & x_{3,2} & x_{3,1}x_{3,2} & x_{3,1}^2 & x_{3,2}^2 \\ 1 & x_{4,1} & x_{4,2} & x_{4,1}x_{4,2} & x_{4,1}^2 & x_{4,2}^2 \\ 1 & x_{5,1} & x_{5,2} & x_{5,1}x_{5,2} & x_{5,1}^2 & x_{5,2}^2 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 1 & x_{i,1} & x_{i,2} & x_{i,1}x_{i,2} & x_{i,1}^2 & x_{i,2}^2 \\ \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots \\ 1 & x_{32,1} & x_{32,2} & x_{32,1}x_{32,2} & x_{32,1}^2 & x_{32,2}^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_{12} \\ a_{11} \\ a_{22} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} e_1 \\ e_2 \\ e_3 \\ e_4 \\ e_5 \\ \dots \\ e_i \\ \dots \\ e_{32} \end{bmatrix} \quad (IV.08)$$

On peut écrire d'une manière simple, l'équation matricielle (IV.08) sous la notation suivante:

$$[Y] = [X].[\text{Coefficients}] + [E] \quad (IV.09)$$

A savoir que :

Y : Vecteur de réponse ;

X : Matrice des n essais appelée : Matrice de calcul ou du modèle ;

Coefficients : Vecteur de p coefficients ;

E : Matrice des écarts.

La théorie des plans d'expérience exige l'utilisation de la technique de régression multilinéaire pour l'estimation des coefficients a_i d'un modèle polynômial. Les calculs permettant de les obtenir, utilisent le calcul matriciel basé sur le critère des moindres carrés faisant appel à l'équation matricielle suivante :

$$(\text{Coefficients}) = (X^tX)^{-1}(X^t)(Y) \quad (IV.10)$$

Formule dans laquelle la matrice X^t est la matrice transposée de X. Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- La matrice d'information (X^tX) ;
- La matrice de dispersion $(X^tX)^{-1}$.

Par le traitement de l'équation (IV.10), on obtient les valeurs des coefficients des modèles mathématiques qui correspondent aux réponses de cette étude. De nombreux logiciels peuvent exécutés ce calcul (Ex : « Matlab »). Ces valeurs sont reportées dans le tableau ci-après.

Tableau IV.01 : Valeurs des coefficients (Série1 & Série2)

		<i>Série1</i>	
		<i>Frottement</i>	<i>Usure</i>
a_0 Constante		0,213315	1,9895 .10 ⁻⁶
a_1 (V)		- 0,13918	0,7616 .10 ⁻⁶
a_2 (P)		0,0348933	0,3229 .10 ⁻⁶
a_{11}		0,140659	- 0,4421 .10 ⁻⁶
a_{22}		- 0,0226041	0,0421 .10 ⁻⁶
a_{12}		0,01782	0,5765 .10 ⁻⁶

		<i>Série2</i>		
		<i>8 % TiC</i>	<i>Pure</i>	<i>TiC variable</i>
a_0 Constante		8,47091.10 ⁻⁷	1,52115 .10 ⁻⁶	1,46289 .10 ⁻⁶
a_1 (V)		6,8102 .10 ⁻⁷	6,69937 .10 ⁻⁷	6,61049 .10 ⁻⁷
a_2 (P)		5,06182 .10 ⁻⁷	-3,29402 .10 ⁻⁸	1,5238 .10 ⁻⁷
a_3 (% TiC)		/	/	- 1,27879 .10 ⁻⁸
a_{11}		5,52931.10 ⁻⁷	7,56594 .10 ⁻⁹	<i>Non Significatif</i>
a_{22}		2,10645 .10 ⁻⁷	-1,22566 .10 ⁻⁷	<i>Non Significatif</i>
a_{12}		-4,73241 .10 ⁻⁸	-7,98978 .10 ⁻⁸	- 8,29343 .10 ⁻⁸
a_{13}		/	/	- 6,40043 .10 ⁻⁹
a_{23}		/	/	1,94159 .10 ⁻⁷

IV-4-5 Les modèles mathématiques

Un modèle mathématique de réponse peut être établi après avoir estimé ces coefficients. Les modèles mathématiques des réponses de cette étude sont des polynômes du second degré qui relie les réponses aux facteurs. Les modèles mathématiques prennent les formes ci-après.

a) **Série 1:** Ti_3SiC_2/TiC (8 % de TiC)

Echantillon : Ti_3SiC_2/TiC (8 % de TiC) ; Facteurs (Vitesse de glissement ; pression normale) ; Réponse (Coefficient de frottement)

$$y_1 = 0,2133 - 0,1391 x_1 + 0,0348 x_2 + 0,1406 x_1^2 - 0,0226 x_2^2 + 0,0178 x_1x_2 \quad (IV.11)$$

Echantillon : Ti_3SiC_2/TiC (8 % de TiC) ; Facteurs (Vitesse de glissement ; pression normale) ; Réponse (Taux d'usure)

$$y_2 = 1,9895 \cdot 10^{-6} + 0,7616 \cdot 10^{-6} x_1 + 0,3229 \cdot 10^{-6} x_2 - 0,4421 \cdot 10^{-6} x_1^2 + 0,0421 \cdot 10^{-6} x_2^2 + 0,5765 \cdot 10^{-6} x_1x_2 \quad (IV.12)$$

b) **Série 2:**

Echantillon : Ti_3SiC_2/TiC (8 % de TiC) ; Facteurs (Vitesse de glissement ; pression normale) ; Réponse (Taux d'usure)

$$y_3 = 8,47091 \cdot 10^{-7} + 6,8102 \cdot 10^{-7} x_1 + 5,06182 \cdot 10^{-7} x_2 + 5,52931 \cdot 10^{-7} x_1^2 + 2,10645 \cdot 10^{-7} x_2^2 - 4,73241 \cdot 10^{-8} x_1x_2 \quad (IV.13)$$

Echantillon : Ti_3SiC_2 (pure) ; Facteurs (Vitesse de glissement ; pression normale) ; Réponse (Taux d'usure)

$$y_4 = 1,52115 \cdot 10^{-6} + 6,69937 \cdot 10^{-7} x_1 - 3,29402 \cdot 10^{-8} x_2 + 7,56594 \cdot 10^{-9} x_1^2 - 1,22566 \cdot 10^{-7} x_2^2 - 7,98978 \cdot 10^{-8} x_1x_2 \quad (IV.14)$$

Echantillon : Ti_3SiC_2 ; Facteurs (Vitesse de glissement ; pression normale ; % TiC) ; Réponse (Taux d'usure)

$$y_5 = 1,4628 \cdot 10^{-6} + 6,6104 \cdot 10^{-7} x_1 + 1,5238 \cdot 10^{-7} x_2 - 1,2787 \cdot 10^{-8} x_3 - 8,2934 \cdot 10^{-8} x_1x_2 - 6,4004 \cdot 10^{-9} x_1x_3 + 1,9415 \cdot 10^{-7} x_2x_3 \quad (IV.15)$$

IV-4-6 Analyse statistique des modèles

IV-4-6-1 Calcul des écarts

L'intérêt de la modélisation de la réponse par un polynôme, est de pouvoir calculer ensuite d'autres résultats d'essai dans le domaine d'étude, sans être obligé de faire des expériences additionnelles. Les valeurs de réponse estimées par le modèle sont ensuite obtenues à partir de l'équation suivante :

$$[Y_{\text{calculé}}] = [X] \cdot [\text{Coefficient}] \quad (\text{IV.14})$$

L'estimation du modèle mathématique nous ramène à calculer les écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées. On remplace ces deux dernières pour chaque essai dans la formule suivante :

$$e_i = y_i - y_{\text{calculé}} \quad (\text{IV.15})$$

IV-4-6-2 Qualité du modèle

Les valeurs expérimentales introduites dans un modèle mathématique issu de la méthode des plans d'expérience sont souvent entachées d'erreurs expérimentales qui se transmettent aux coefficients du modèle a_i , puis aux valeurs calculées $y_{\text{calculé}}$. Des tests statistiques sont introduits par la suite, permettent d'évaluer la qualité du modèle.

a) Qualité descriptive du modèle :

En présence de plusieurs variables, l'analyse nécessite l'utilisation du coefficient de détermination de la qualité descriptive R^2 . Il nous permet de savoir si le modèle mathématique obtenu explique bien l'ensemble des résultats et, quel est le degré de rapprochement par rapport aux valeurs réelles mesurées. D'autre part, si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du modèle, le coefficient R^2 est toujours égal à 1. C'est pour éviter cela que le coefficient de détermination ajusté R_a^2 a été introduit.

Les coefficients de détermination se calculent à partir des relations suivantes :

$$R^2 = \frac{\text{SCEL}}{\text{STCE}} = 1 - \frac{\text{SCER}}{\text{STCE}} \quad (\text{IV.16})$$

$$R_a^2 = 1 - \frac{\frac{\text{SCER}}{n-p}}{\frac{\text{STCE}}{n-1}} \quad (\text{IV.17})$$

Telles que :

STCE : Somme totale des carrés des écarts ;

$$STCE = SCEL + SCER \quad (IV.18)$$

SCEL : Somme des carrés des écarts dus à la liaison ;

SCER : Somme des carrés des écarts des résidus ;

$$SCEL = \sum (Y_i^{est} - Y_{moy})^2 \quad (IV.19)$$

$$SCER = \sum (Y_i - Y_i^{est})^2 \quad (IV.20)$$

Y_i^{est} : est la réponse estimée à l'aide du modèle linéaire ;

Y_{moy} : est la moyenne des réponses ;

Y_i : est la réponse mesurée lors de la réalisation d'expériences.

En appliquant ces équations, la valeur des coefficients de détermination de la qualité descriptive, se trouve dans l'intervalle ci-après. Plus cette valeur se rapproche de 1, plus la qualité descriptive du modèle est satisfaisante [102, 103].

$$0 \leq R^2; R_a^2 \leq 1 \quad (IV.21)$$

b) Qualité prédictive du modèle :

Le modèle obtenu par la théorie des plans non-conventionnel, peut servir à prédire la valeur de la réponse non encore réalisés. Donc avec le coefficient Q^2 on peut définir la Qualité prédictive du modèle. Il est calculé suivant la formule :

$$Q^2 = 1 - \frac{PRESS}{SCM} \quad (IV.22)$$

Telles que:

PRESS : Somme des carrés des erreurs (Prediction Error Sum of Squares) ;

$$PRESS = \sum_{i=1}^N \frac{(e_i)^2}{(1-h_i)^2} \quad (IV.23)$$

SCM : Somme des carrés des réponses mesurées corrigée de la moyenne ;

$$SCM = \sum_{i=1}^N (Y_i - Y_{moy})^2 \quad (IV.24)$$

L'application de ces équations donne une valeur du coefficient de la qualité prédictive dans l'intervalle entre 1 et l'infini.

$$-\infty \leq Q^2 \leq 1 \quad (IV.25)$$

Plus la valeur du coefficient de la qualité prédictive est proche de 1, plus la qualité prédictive du modèle est satisfaisante et cela permet, par conséquence, de prédire des valeurs des réponses sans effectuer les essais tout en étant sûr qu'en ne s'éloigne pas de la réalité.

IV-5 Construction de plans d'expériences sous un logiciel PE

IV-5-1 Logiciels des PE

La construction des plans d'expériences est souvent facile et il suffit de choisir parmi les matrices déjà publiées la plus adéquate. On peut réaliser le calcul des coefficients avec un tableur, mais cela nécessite de la programmation et du temps. Pour cela, les logiciels de plans d'expériences (logiciels PE) sont devenus des outils absolument indispensables pour la construction de plans, l'exécution des calculs et l'interprétation approfondie des résultats du plan. Ces logiciels possèdent des bibliothèques de plans classiques et ils permettent aussi de construire les plans sur mesures, en particulier, les plans de mélanges et les plans avec contraintes sur le domaine d'étude nécessitent l'usage d'un logiciel pour construire le plan le mieux adapté à l'étude. Il est donc préférable d'utiliser un logiciel adapté qui effectue non seulement le calcul des coefficients mais aussi tous les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique.

Les logiciels des PE sont aussi programmés pour tracer les courbes d'iso-réponses, construire les surfaces de réponse et déterminer les zones d'intérêt. Cet ensemble de possibilités permet d'effectuer rapidement de multiples analyses et de regarder ces données sous tous les angles. On arrive ainsi à extraire, en peu de temps, toute l'information présente dans les résultats.

IV-5-2 Résultats d'analyse statistique

L'analyse statistique est réalisée par un logiciel des plans d'expérience sous le l'appellation commercial « Modde 6.0 » afin de répondre aux exigences de la validation d'un modèle prédictif et faciliter l'obtention des résultats. Ce logiciel permet de définir des plans d'expériences, de les

analyser et de les optimiser, et il donne accès à toute procédure possible, le tout dans un espace convivial. Il est conçu pour les techniciens et les ingénieurs de tous les secteurs.

Nous indiquons ci-après, par des figures et des tableaux, le résultat d'analyse statistique des modèles établi précédemment et vérifier par la suite par ce logiciel.

a) Ecarts entre valeur mesurée et calculée

La figure ci-dessous montre les écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées. La droite de couleur rouge dans les figures des écarts représente la ligne de régression ; avec un bon modèle les points d'intersection entre les valeurs se retrouvent très proches ou superposés sur cette droite. Les graphes des écarts de cette étude, présentent des points dispersés autour de la droite rouge, cela signifie que les modèles obtenus sont acceptables.

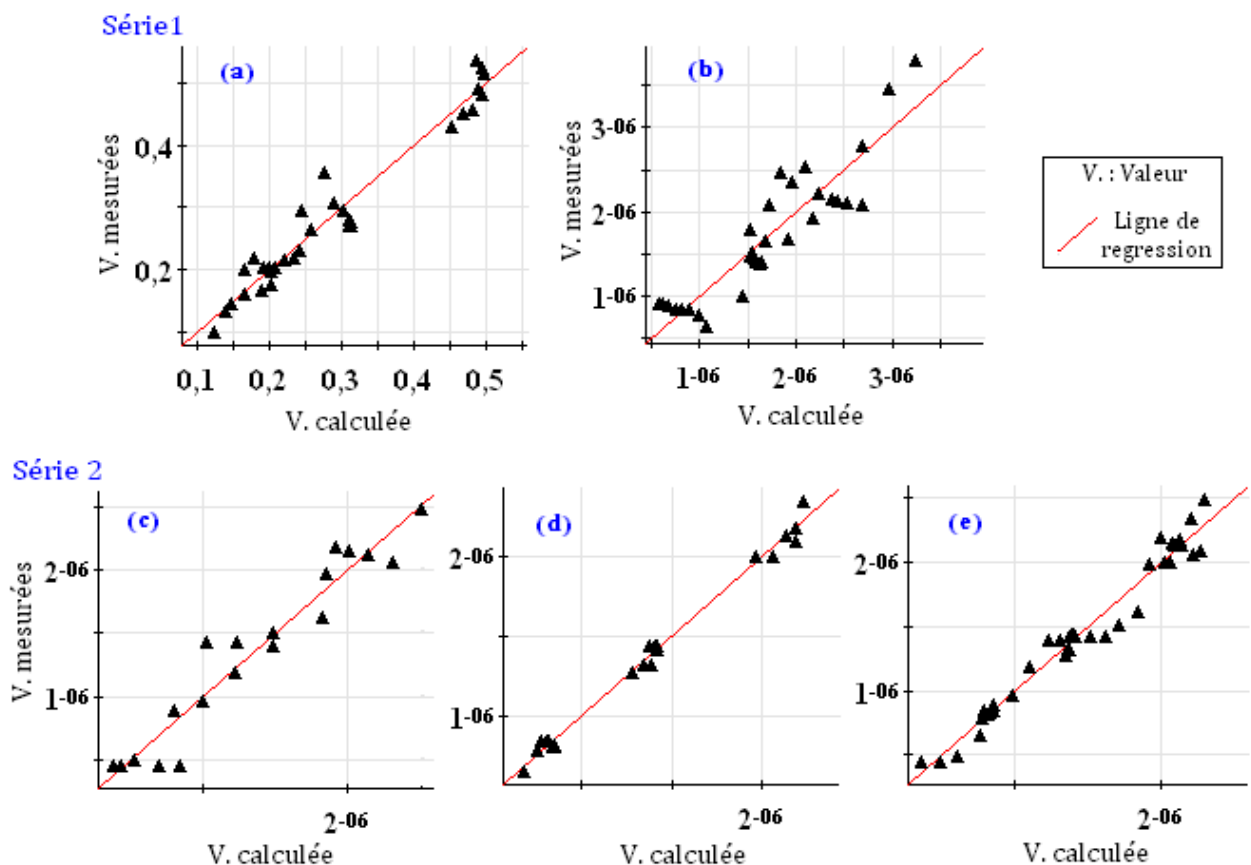


Figure IV.04 : Ecarts des valeurs calculées par rapport aux valeurs mesurées des réponses : (a,b) coefficient de frottement et taux d'usure (série1) ; (c) taux d'usure (série2)

b) Qualité descriptive et prédictive des modèles

Pour juger la fiabilité des réponses calculées, il est primordial de connaître la qualité de la modélisation obtenue. L'analyse de la qualité descriptive et prédictive sur le logiciel Modde, est représentée sous forme de diagrammes en bâtons (Figure IV.05) dont les sommets représentent les valeurs des deux qualités de chaque modèle. Ces valeurs sont rapportées par la suite sur Tableau IV.02.

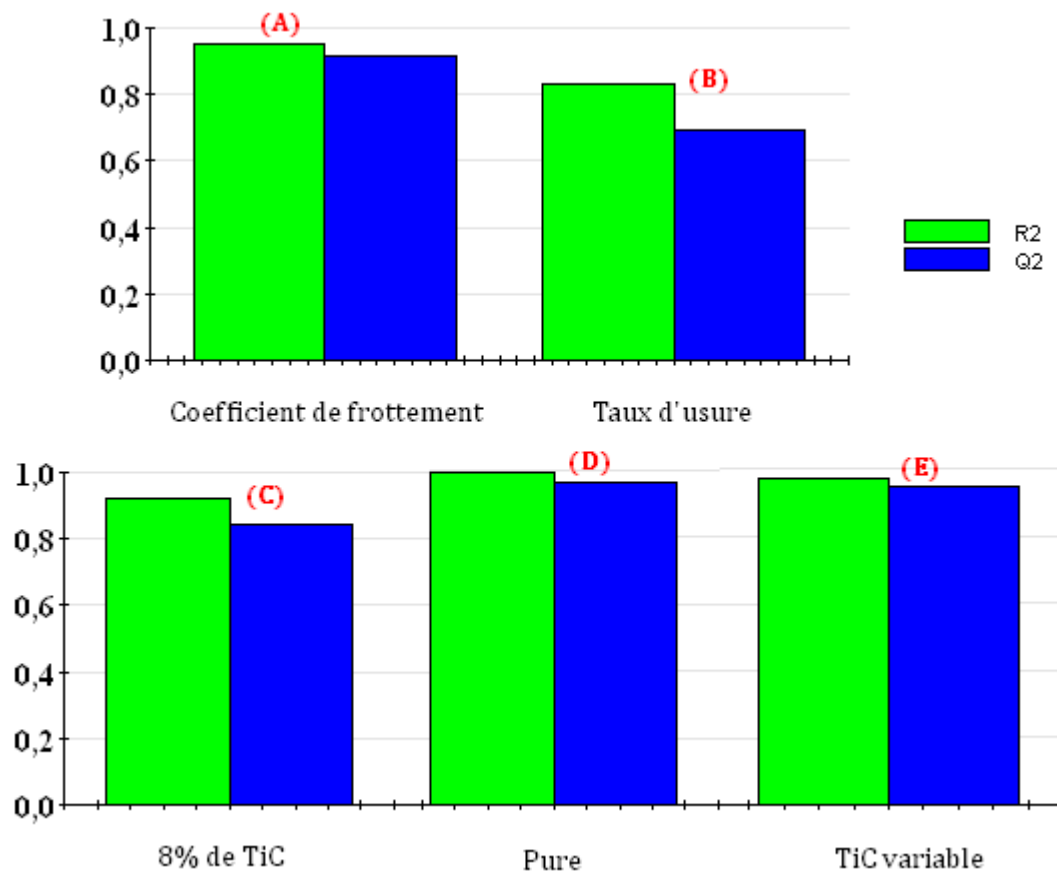


Figure IV.05 : Diagrammes des qualités descriptives et prédictives des modèles obtenus

Tableau IV.02 : Valeurs des qualités des modèles mathématiques

Model / Qualité	y_1 (Cf de frottement)	y_2 (taux d'usure)	y_3 (8 %)	y_4 (Pure)	y_5 (TiC variable)
R^2	0,950	0,830	0,924	0,992	0,968
R_a^2	0,940	0,797	0,895	0,989	0,963
Q^2	0,916	0,694	0,845	0,967	0,944

A partir des intervalles de définition donnés par les équations IV.20 et 24, plus la valeur du coefficient de détermination de la qualité descriptive et de la qualité prédictive se rapprochant de 1, plus la qualité en question d'un modèle est satisfaisante. Les coefficients donnés sur Tableau IV.02 se rapprochent du parfait d'un taux maximal de moins de 5 % et minimal d'environ 30 %. On peut donc conclure que les modèles obtenus décrivent convenablement les phénomènes modélisés et peuvent prédire des valeurs des réponses sans effectuer les essais tout en étant sûr qu'ils ne s'éloignent pas de la réalité.

IV-6 Conclusion

La méthode des plans d'expériences, une technique d'un large domaine d'utilisation dans un champ d'application extrêmement vaste. Il est impossible d'entamer l'étude de tous ces plans existants, dans un seul chapitre.

Le contenu de ce chapitre s'inscrit pleinement dans un double objectif : la présentation de la théorie des plans d'expériences, et la modélisation. Après avoir discuté la démarche méthodologique de la méthode des plans d'expériences et à l'issue de l'estimation des valeurs des coefficients, les modèles mathématiques ont été établis, reliant chaque réponse étudiée à ces facteurs et mettant en évidence la combinaison des niveaux des facteurs. Une analyse statistique constatant la bonne qualité de ces modèles, a été détaillée par la suite.

CHAPITRE V

Résultat et discussion

V-1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus lors des essais expérimentaux et autres dits par ailleurs réponses calculés. Dans un premier temps, nous nous sommes attachés à caractériser le comportement en frottement du matériau, à 8 % de TiC, en fonction de la vitesse de glissement et la pression normale, étudiées séparément afin de pouvoir analyser et interpréter l'action de chacun d'eux. L'action combinée des deux paramètres en même temps, ou bien leur interaction est aussi traitée. Par la suite, nous avons étudié les effets des impuretés de TiC sur l'usure du Ti_3SiC_2 . Enfin, nous finissons avec l'étude de l'influence des conditions ambiantes sur le frottement et l'usure.

V-2 Comportement tribologique du Ti_3SiC_2 contenant 8 % de TiC

Les essais tribologiques du Ti_3SiC_2 en glissement à sec effectués à l'aide d'un tribomètre, ont confirmé la dépendance entre plusieurs facteurs précédemment discutés dans la littérature. Le résultat nous a permis de tracer des illustrations de la variation du coefficient de frottement en fonction de la pression appliquée entre 0,1-0,8 MPa pour différentes valeurs de vitesse de glissement: Faible de 5 m/s, moyennes de 20 et de 40 m/s, et élevée de 60 m/s. Les courbes d'illustrations (Figure V.01) ont mis en évidence l'existence de deux types de comportement tribologique en glissement sec.

Comportement de type I, caractérisé par une augmentation continue du coefficient de frottement et du taux d'usure. Ce comportement est visible à des vitesses de glissement de 5 et de 60 m/s dont le coefficient de frottement enregistre des valeurs moyennes et importantes successivement (Figure V.01-a). Quoique les valeurs du taux d'usure correspondantes, sont faibles et moyennes à importantes, au cours du glissement à ces vitesses respectivement (Figure V.01-b).

Cependant, un comportement de type II, lors des vitesses moyennes de 20 et 40 m/s, est caractérisé par une augmentation remarquable suivie par une diminution du coefficient de frottement. En conséquence, la même attitude est suivie par le taux d'usure. Les valeurs enregistrées de ces derniers, sont moyennes (Figure V.01-b).

En résumé, à des vitesses de moins en moins faibles, les valeurs du coefficient de frottement enregistrées par le Ti_3SiC_2 , sont de plus en plus importantes; cependant, en parallèle, le taux d'usure est de moins en moins faible.

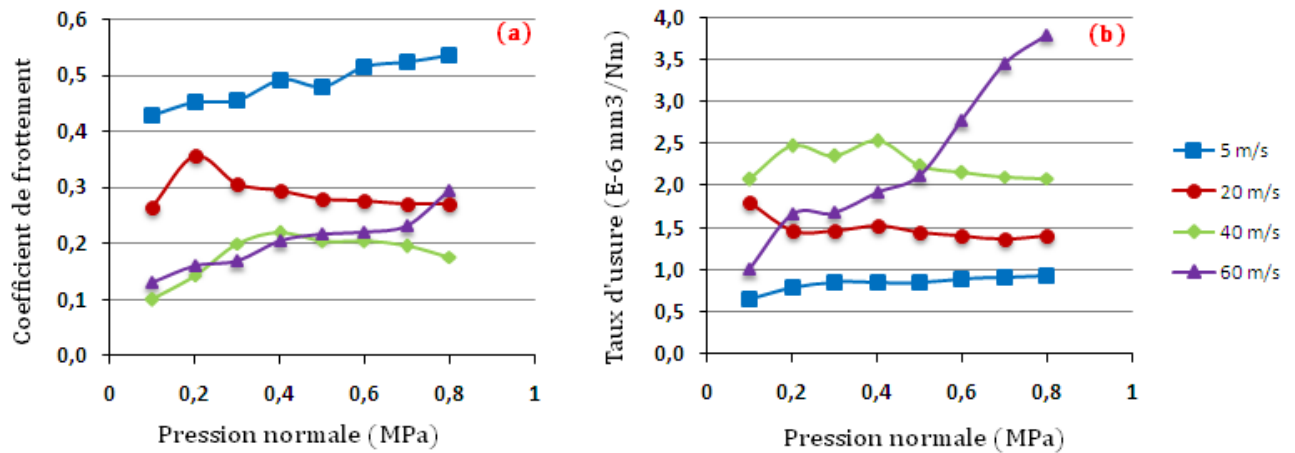


Figure V.01 : Variation du coefficient de frottement et du taux d'usure

Les représentations typiques ci-après, sont tracées en se basant sur les modèles mathématiques issus de la méthode des plans d'expériences. Elles permettent d'illustrer la variation du coefficient de frottement et du taux d'usure sous deux formes appelées habituellement :

- Surface-de-Réponse en 3D (Figures V.02-A, 03-A) et ;
- Lignes Iso-Réponses en 2D (Figures V.02-B, 03-B) qui représente la projection de la forme précédente sur le plan inférieur.

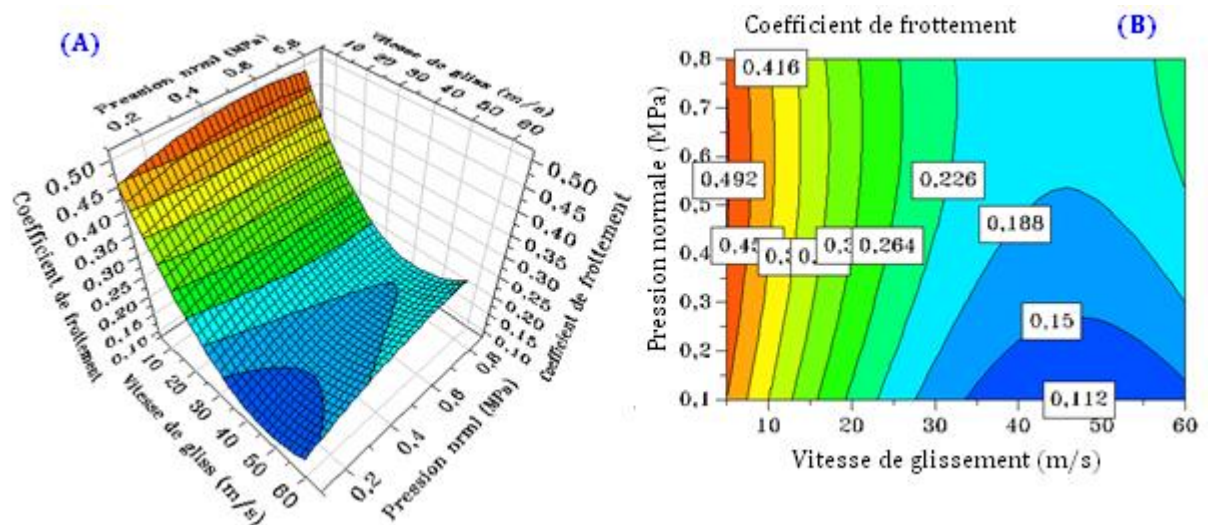


Figure V.02 : Surface de Réponse et Iso-réponses relatives à la variation du coefficient de frottement

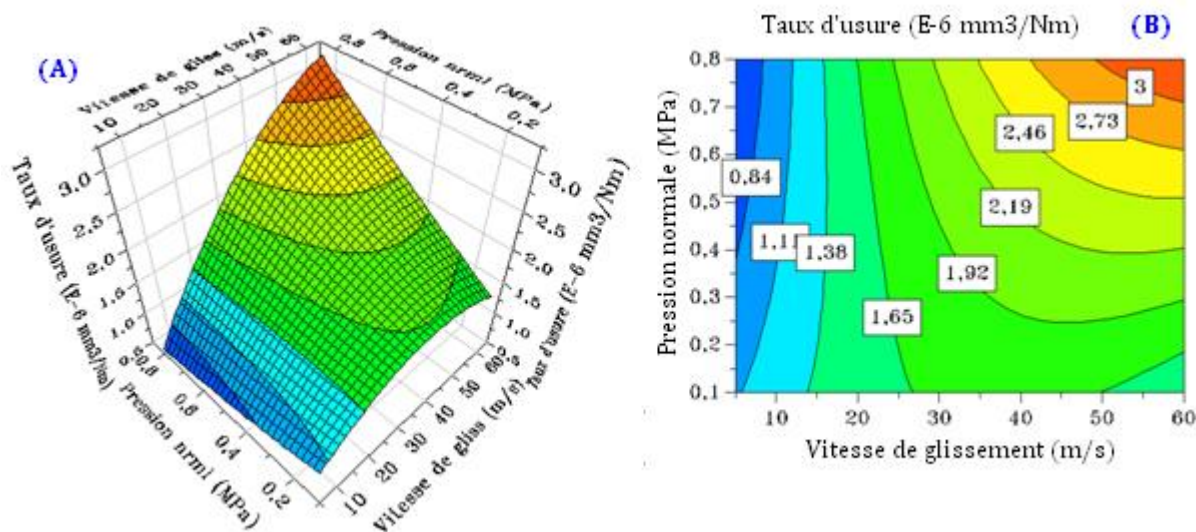


Figure V.03 : Surface de Réponse et Iso-Réponses relatives à la variation du taux d'usure

Ces courbes de l'évolution des réponses, exposent l'effet des deux facteurs simultanément sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 de 8 % TiC. Ce dernier enregistre des valeurs faibles de coefficient de frottement lors du glissement à des valeurs de vitesse importantes et de pression très basses (Figure V.02 : zone en bleu). Quoique, le taux d'usure ne réagisse pas de la même manière sous ces mêmes conditions ; ces valeurs sont plutôt moyennes et aussitôt maximales sous l'augmentation de la pression (Figure V.02 : zone rouge) ; d'où le coefficient de frottement prend des valeurs moyennes sous l'effet de cette augmentation.

Les valeurs maximales du coefficient de frottement sont obtenues lors du glissement à faibles valeurs de vitesse et sous différentes valeurs de pression ; là où le taux d'usure correspondant se minimise et enregistre des valeurs minimales.

Les lignes Iso-Réponses illustrent l'effet dominant de la vitesse de glissement. Le coefficient de frottement comme le taux d'usure, varie remarquablement avec l'augmentation de cette dernière aux alentours de 25 m/s. Cependant, les valeurs de ces réponses restent presque constantes avec le changement de la pression normale entre 0,1 et 0,8 MPa (Tableau V.01). Graphiquement, cela est représenté par des lignes Iso-Réponses qui demeurent verticales. Par ailleurs, l'augmentation de la pression au-delà de 30 m/s, influe remarquablement et positivement sur le changement du coefficient de frottement et du taux d'usure puisque les lignes Iso-Réponses s'inclinent et se courbent ; par conséquent, l'interaction entre facteurs est plus importante.

Les zones colorées facilitent la lecture graphique et donnent une autre vision d'analyse. Elles permettent ainsi d'optimiser le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 à 8 % TiC, afin d'opter

pour les meilleures données d'une zone (intervalle de variation) où le coefficient de frottement est important, tout en maintenant le taux d'usure à des valeurs basses.

Tableau V.01 : Valeurs du f déduites par le modèle mathématique aux paramètres choisis

<i>Paramètres</i>	<i>10 m/s</i>		<i>15 m/s</i>		<i>25 m/s</i>	
	f	μ	f	μ	f	μ
0,15	0,396	1,23	0,322	1,39	0,219	1,64
0,25	0,403	1,17	0,339	1,36	0,237	1,67
0,35	0,415	1,11	0,351	1,34	0,252	1,7
0,65	0,427	0,993	0,365	1,31	0,272	1,86
0,75	0,423	0,967	0,363	1,32	0,271	1,92

f : Coefficient de frottement ;
 μ : Taux d'usure ($E-6 \text{ mm}^3/\text{Nm}$) ;
Paramètres : Vitesse de glissement (m/s) & Pression normale (MPa).

V-3 Influence des paramètres physiques sur le comportement tribologique de $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{TiC}$

V-3-1 Illustration de l'effet de la vitesse de glissement

Dans cette partie, nous allons exposer une série de résultats en se basant bien entendu sur la théorie des plans d'expériences. Les courbes ci-après interprètent le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 en glissement à sec, sous l'effet d'un seul paramètre qui est la vitesse de glissement, tout en minimisant l'effet de la pression normale par des valeurs constantes. Donc, les variations du coefficient de frottement et du taux d'usure ont été illustrées en fonction de la vitesse de glissement et sous des niveaux constants de pression : minimal de 0,1 MPa, intermédiaire de 0,45 MPa, et maximal de 0,8 MPa. Ces variations sont tracées sous « Modde 6.0 ».

V-3-1-1 Frottement

Les courbes de Figure V.04 illustrent la variation du coefficient de frottement en fonction de la vitesse de glissement, et sous une pression constante qui varient selon trois niveau : minimale, intermédiaire et maximale d'une valeur de 0,1 MPa, 0,45 MPa, et 0,8 MPa successivement. Ces courbes montrent que le coefficient de frottement dépend d'une manière claire de la vitesse de glissement. Quelque soit la valeur de la pression appliquée, le coefficient de frottement f diminue sensiblement pour atteindre une valeur minimale (Tableau V.02), ensuite il s'accroît légèrement avec l'augmentation de la vitesse de glissement. La perte dans la valeur du coefficient de frottement

est étroitement liée à la vitesse de glissement puisque c'est bien le seul paramètre, parmi d'autres, qui change. Pendant la phase d'augmentation, le coefficient de frottement atteint seulement les valeurs de 0,14 sous la basse pression, de 0,215 sous la pression moyenne et de 0,245 sous une pression de 0,8 MPa.

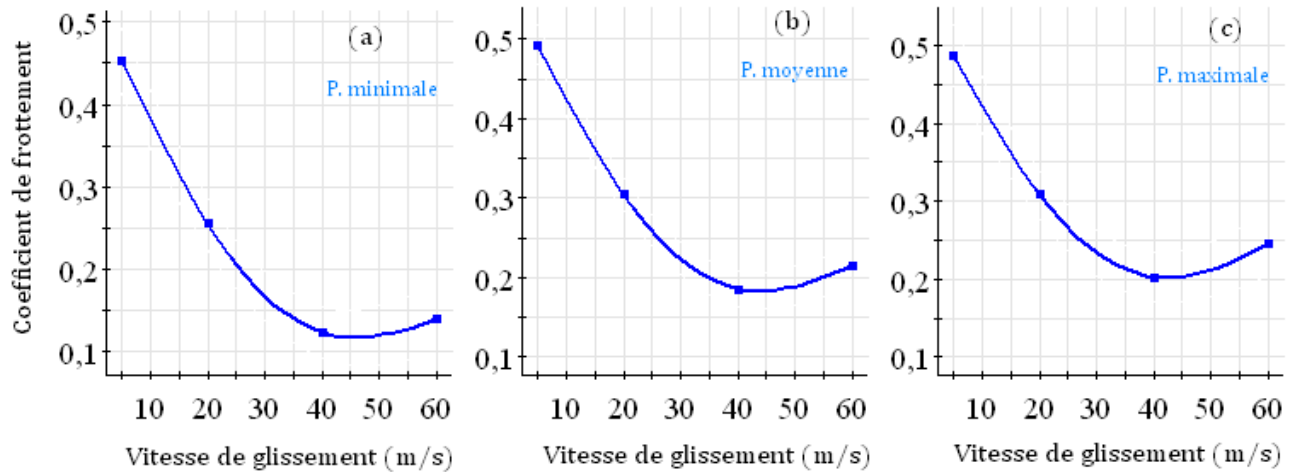


Figure V.04 : Influence de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement

Tableau V.02 : Valeurs minimales atteintes du coefficient de frottement

Vitesse / pression (m.s ⁻¹ /MPa)	45,8 / 0,1	43,9 / 0,45	41,7 / 0,8
Coefficient de frottement	0,113	0,183	0,202

V-3-1-2 Usure

Figure V.05 représente des courbes positives de la variation du taux d'usure. Elles sont de moins en moins courbées sous des pressions constantes de la minimale à la maximale. En comparant les formes de ces courbes avec celles de Figure V.04, il est bien clair que la variation du taux d'usure n'est pas trop liée au changement du coefficient de frottement. Cela-dit que le taux d'usure n'échappe pas d'une dépendance remarquable de la vitesse de glissement sous les trois niveaux de pression. Une dépendance d'un effet inversement à celui du précédent. Cette fois-ci la réponse s'accroît proportionnellement avec l'augmentation de la vitesse de glissement. Quoiqu'au-delà de certaines vitesses (>30 m/s), le taux d'usure perd en pente sous toutes les pressions et peut même s'inverser essentiellement pour la valeur minimale de la pression. Une importante diminution est aperçue sur la courbe (Figure V.05-a) après avoir atteint une valeur maximale de 1,72.

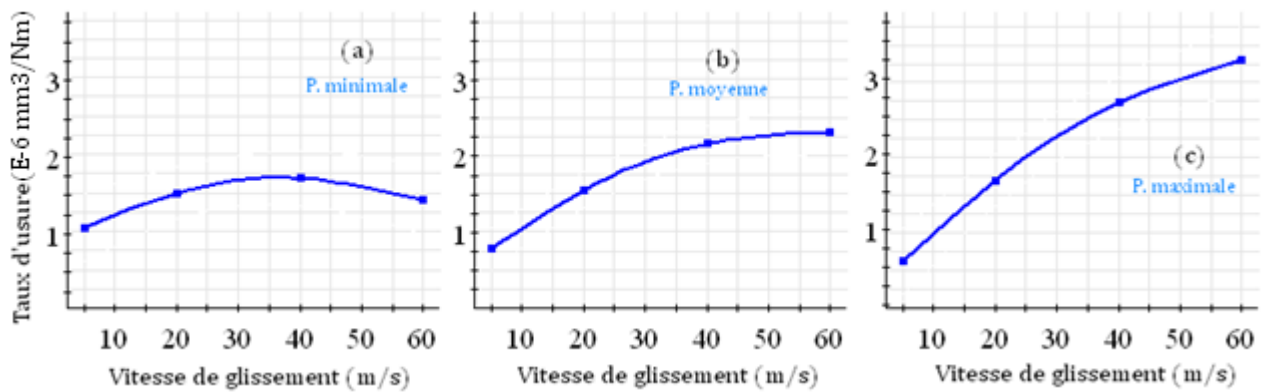


Figure V.05 : Influence de la vitesse de glissement sur le taux d'usure

V-3-2 Illustration de l'effet de la pression normale

Pour cette deuxième partie, le rôle est inversé entre les deux facteurs, donc celui à étudier est, bien entendu, la pression normale. Les représentations graphiques ci-après illustrent la variation des réponses : coefficient de frottement ainsi que le taux d'usure, sous l'effet de l'augmentation de la pression appliquée. Cependant, la vitesse de glissement est maintenue constante en trois niveaux différents : minimum de 5 m/s , moyen de 32,5 m/s , maximum de 60 m/s .

V-3-2-1 Frottement

Une baisse remarquable de taux de variation de la réponse, est dans la série des courbes de Figure V.06. Le coefficient de frottement apparaît moins sensible à la pression appliquée par rapport à la vitesse de glissement (Tableau V.03). La variation du coefficient est d'un rythme lent engendrant, sous forme d'une courbure positive, une augmentation d'une valeur minimale à une valeur maximale, tout en passant par une valeur critique. Cette tendance est similaire pour toutes les vitesses, cependant, les valeurs enregistrées par le coefficient de frottement sont largement inférieures dans le cas des vitesses moyennes et maximales, par rapport au cas de la vitesse minimale, sous le changement de la pression exercée (courbes V.06-b et c).

Tableau V.03 : Valeurs minimales et finales atteintes du coefficient de frottement

Vitesse de glissement (m/s)	5	32,5	60
Variation du coefficient de frottement	0,453 – 0,487	0,155 - 0,226	0,139 - 0,245

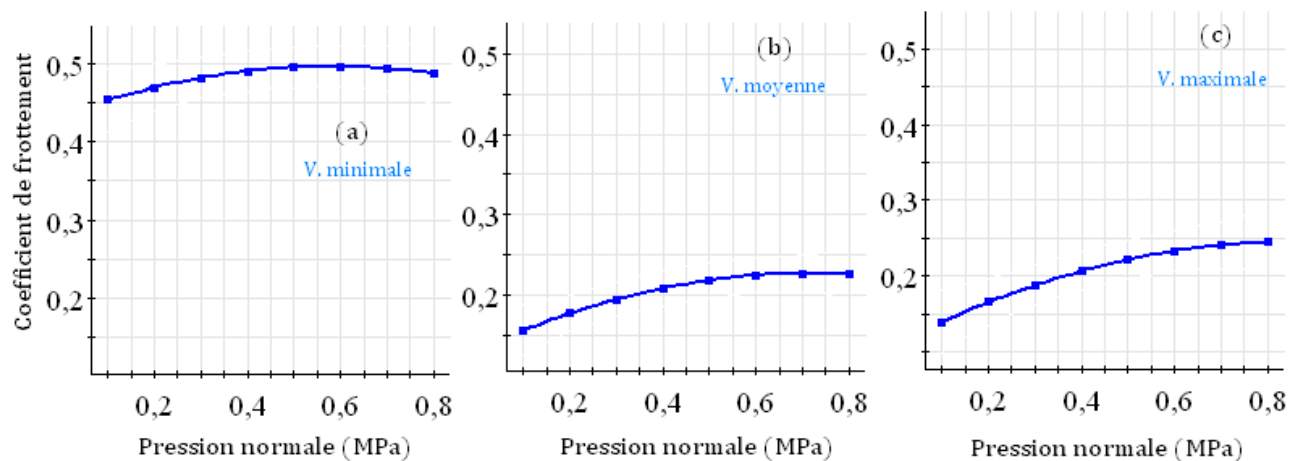


Figure V.06 : Influence de la pression normale sur le coefficient de frottement

V-3-2-2 Usure

Les courbes du taux d'usure qui correspondent à la variation du coefficient de frottement présentée ci-dessus, sont aussi moins sensibles à la pression (Figure V.07). D'autant plus, elles sont pratiquement tendues et aucune déviation de courbe de la variation n'est visible. Par ailleurs, en examinant ces courbes, elles semblent dépendantes en taille et en direction à la variation du coefficient de frottement ; quoique, pour le cas d'une vitesse minimale, cette variation est à courbure négative (courbe V.07-a). L'effet de la pression dans ces courbes est bien direct et relatif ; il fait diminuer le taux d'usure en glissement à une vitesse minimale (courbe a), et il l'augmente par ailleurs quel que soit la vitesse (Tableau V.04).

Tableau V.04 : Intervalle de variation du taux d'usure

Vitesse de glissement (m/s)	5	32,5	60
Taux d'usure (E-6 mm ³ /Nm)	1,09 - 0,57	1,7 - 2,35	1,45 – 3,25

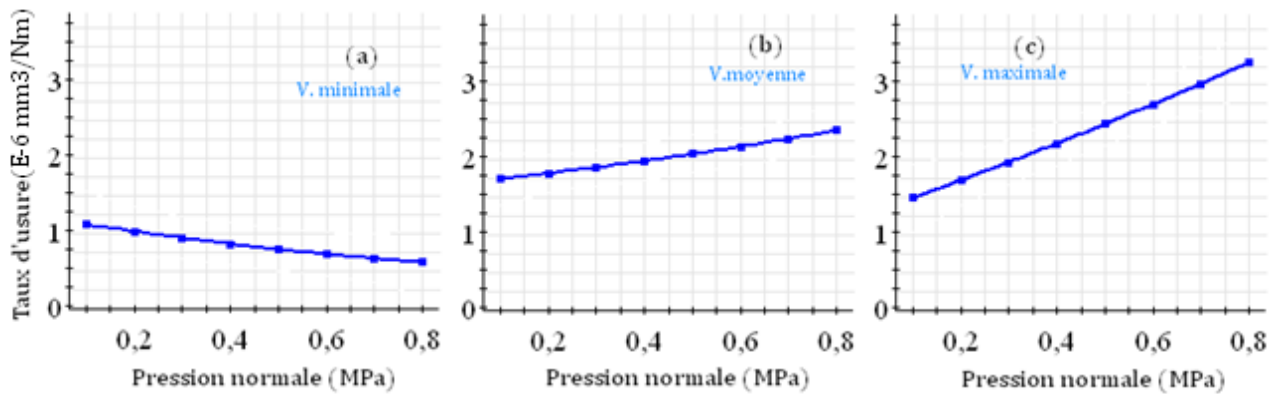


Figure V.07 : Influence de la pression normale sur le taux d'usure

V-3-3 Synthèse

Comme il a été constaté précédemment, le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 dépend largement de la vitesse de glissement et moins de la pression normale. L'influence de ces paramètres est expliquée par le fait qu'en augmentant leurs valeurs, les efforts locaux de contact augmentent agissant ainsi sur les facteurs mécaniques, thermiques et physico-chimiques des surfaces de contact.

V-3-3-1 Effet du film d'oxyde

Un certain nombre de mécanismes essentiellement physico-chimiques permettent l'apparition de composés chimiques sur la surface du matériau. Plusieurs littératures [100, 101] ont démontrées que le Ti_3SiC_2 peut être oxydé par l'air à une certaine température pendant le contact. Une couche d'oxydes composée de SiO_2 et de TiO_2 s'intercalent entre l'antagoniste et le Ti_3SiC_2 , joue le rôle du 3^{ème} corps ; elle devient de plus en plus dense et adhésive [102, 103]. Le coefficient est donc en diminution continue (Figure V.04) car plus la vitesse de glissement grandit, plus le dégagement de chaleur s'accroît au niveau du point de contact; et la vitesse de croissance du film d'oxydes augmente exponentiellement avec la température [104]. Ces oxydes couvrent partiellement la partie superficielle du Ti_3SiC_2 en l'isolant progressivement du corindon. Quoique le taux d'usure ne cesse pas d'augmenter (Figure V.05).

Néanmoins, il était difficile pour le film d'être maintenu sur la surface de frottement au-delà des vitesses autour de 40 m/s. L'augmentation continue de la vitesse et par conséquent celle de la température à une valeur suffisamment élevée, incite au changement de la viscosité ponctuelle du film ; elle est cependant limitée par la vitesse de diffusion d'un élément constituant le plus lent de la

réaction [105, 108]. A un certain moment, le maintien du film est affaibli favorisant l'arrachement et le balayement progressif de la couche des oxydes, qui est projetée graduellement par le mouvement hors la surface de contact ; cela explique la reprise du coefficient de frottement à enregistrer des valeurs supérieures à des vitesses suffisamment grandes.

V-3-3-2 Effet de l'augmentation de la température

L'augmentation de la chaleur du Ti_3SiC_2 à des températures suffisamment élevées, lors du glissement à sec avec des vitesses et sous des pressions normales de plus en plus élevées, peut modifier les propriétés mécaniques et métallurgiques des surfaces de glissement fournissant ainsi un mécanisme d'auto-antifriction ayant pour résultat la réduction du coefficient de frottement et l'augmentation du taux d'usure. L'accroissement de la température sur la surface de contact du Ti_3SiC_2 diminue progressivement sa résistance à la traction ; et une chute remarquable de cette dernière au-delà d'une valeur de 1100 °C, proclamé par une transition fragile-ductile (paragraphe I-2-4 Propriétés mécaniques). Cela peut expliquer l'augmentation continue du taux d'usure (Figure V.05) ainsi que la diminution du coefficient de frottement correspond (Figure V.04), cela s'explique par le fait que les crêtes sont à l'état fragile, jusqu'aux vitesses moyennes aux alentours de 40 m/s. Cependant, cette continuité en matière d'augmentation en taux d'usure et de diminution du coefficient, se réduit et parfois elle s'inverse pour des vitesses supérieures (Figure V.05-a), après une transition possible sous l'effet de la température élevée excessive.

V-3-3-3 Effet mécanique de la vitesse de glissement et la pression

Les deux principaux paramètres tribologiques peuvent avoir un effet indirect sur la tribologie du Ti_3SiC_2 provoquant d'autres effets comme ceux déjà cités (physico-chimique, thermique). Tout de même, des effets mécaniques directs sont présents comme la vitesse de déformation. Cette dernière qui est relative à la vitesse de glissement ; plus elle est élevée, plus la consolidation de la surface de contact est importante lors du glissement (I-2-4 Propriétés mécaniques). Autrement-dit, la limite d'élasticité de ce matériau augmente avec la vitesse de sollicitation à la température du contact, et une transition ductile-fragile apparaît, au-delà d'une vitesse moyenne de 40 m/s, lorsqu'on le sollicite de plus en plus rapidement. Cela engendre l'augmentation du coefficient de frottement (Figure V.04 et V.06-b-c) ainsi que le taux d'usure (Figure V.05 et V.07-b-c).

Par ailleurs, la diminution du taux d'usure sous une valeur minimale de l'un des paramètres, même sous l'augmentation de l'autre : pression minimale (Figure V.05-a) ; vitesse minimale (Figure V.07-a), revient probablement à cette conception. C'est-à-dire qu'il suffit qu'un des paramètres soit à sa valeur minimale, cela provoque un effet inverse. Donc le système tribologique devient insuffisant pour faire des dégâts pour les crêtes et les creux de la rugosité de la surface.

V-4 Influence du taux de TiC sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2

V-4-1 Introduction

Quelques études rencontrées dans la littérature traitant le comportement en frottement du TiC, présentent les avantages de ce matériau dans les systèmes tribologiques, notamment une bonne résistance à l'usure. Toutefois, cette dernière est affectée par les charges appliquées et la dureté de l'antagoniste.

La deuxième série des essais tribologiques, visent à montrer l'effet de la présence du TiC sur la surface du contact du Ti_3SiC_2 en glissement à sec contre l'antagoniste. Les essais ont été effectués à l'aide d'un tribomètre et les résultats sont présentés ci-après en plusieurs formes : courbes de variation, Surfaces de Réponse et Iso-Réponse, tracées bien entendu sous l'application « Modde 6.0 ». L'effet des impuretés de TiC est illustré par une comparaison de variations du taux d'usure entre deux types d'échantillons de Ti_3SiC_2 dont le taux de TiC est différent.

V-4-2 Comportement tribologique du Ti_3SiC_2/TiC par rapport au Ti_3SiC_2

Les taux d'usure de Ti_3SiC_2 et de Ti_3SiC_2/TiC avec 8 % de TiC, sont illustrés dans la figure V.08 en fonction de la pression normale appliquée pour différentes vitesses de glissement respectivement. Les valeurs sont, bien entendu, calculées après des tests expérimentaux sous forme d'un taux de la perte de masse par rapport à la force appliquée et la distance parcourue. Aucune transition critique n'est apparente et le taux d'usure augmente jusqu'aux environ $25 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ lors du glissement de Ti_3SiC_2/TiC à une vitesse maximale de 40 m/s, sous une pression normale de 0,7 MPa ; en effet, même avec ce taux d'usure qui est le plus grand, il est infiniment petit dans les domaines de la céramique générale, et des métaux.

Le Ti_3SiC_2/TiC , présente une légère différence dans son comportement en usure par rapport au Ti_3SiC_2 lors du glissement à la vitesse de 20 m/s. Cependant, pour chacune des vitesses de 5 et 40 m/s, cette différence est plus importante. Les écarts entre les réponses enregistrées, sont larges dans les extrémités. Les valeurs du taux d'usure sont inférieures ou égales à ceux du Ti_3SiC_2 , quand

la pression appliquée est minimale ou moyenne ; néanmoins, ces valeurs deviennent supérieures et augmentent parfois brusquement lors de l'augmentation de la pression.

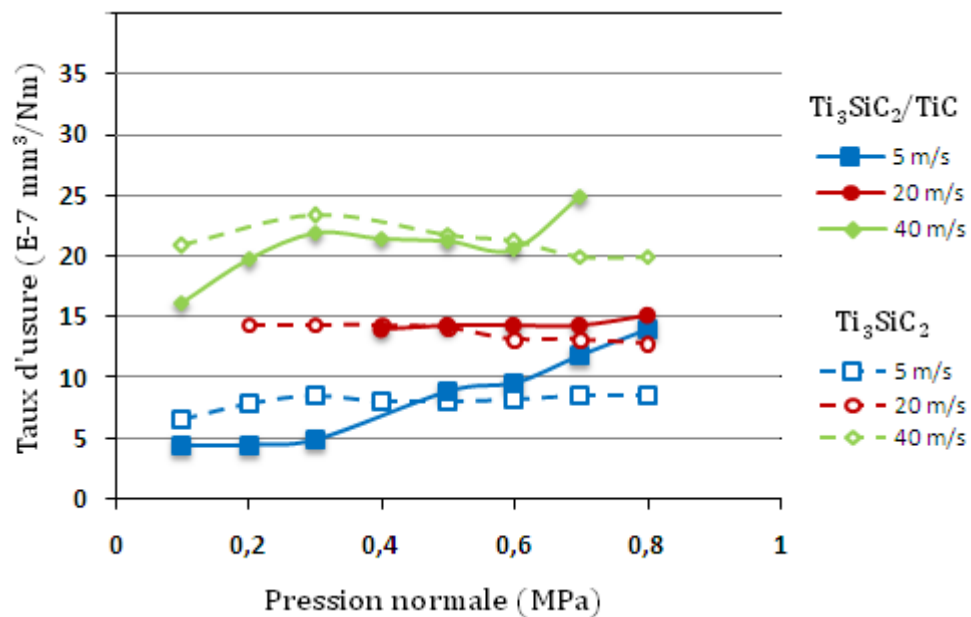


Figure V.08 : Variation du taux d'usure du $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{TiC}$ et du Ti_3SiC_2

V-4-3 Influence du taux de TiC sur l'effet de la vitesse de glissement

Figure V.09 représente deux Iso-Réponses et illustre la variation du taux d'usure du Ti_3SiC_2 à différents taux du TiC en fonction de la vitesse de glissement et sous des pressions constantes : minimale de 0,1 MPa et maximale de 0,8 MPa. Il est à distinguer que la direction de variation de la réponse, dans chaque Iso-Réponse, est différente. Cela est dû probablement à la différence de la valeur de pression appliquée. Cependant, l'influence du taux de TiC est plutôt plus remarquable sous une pression constante, là où les zones de réponse s'inclinent, peu importe le sens, sous l'effet de la variation du taux de TiC, de tel sorte que la présence forte de ce dernier, au-delà de 4%, accélère l'usure par rapport à sa faible taux de présence (Figure V.09-B). Ce scénario se répète inversement par ailleurs (Figure V.09-A). En effet, cela montre l'influence directe du taux de TiC sur l'effet de la vitesse, par le fait que le taux de sa présence dans le matériau, influe sur la réponse obtenue en fonction de la variation de la vitesse.

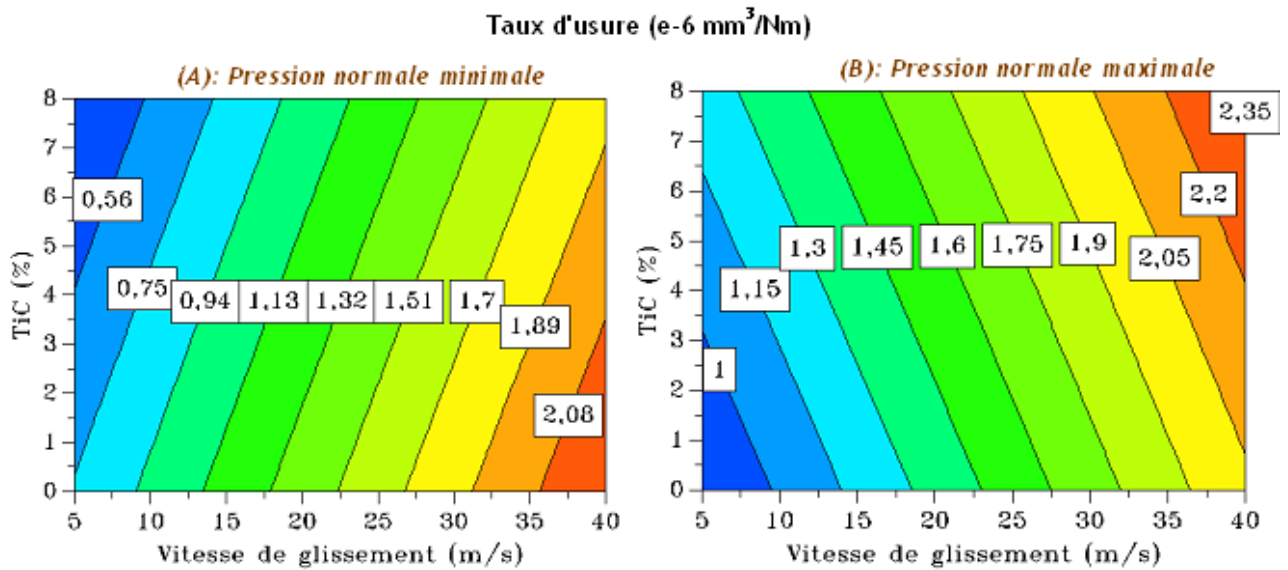


Figure V.09 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure sous pression constante :
0,1 MPa (A) ; 0,8 MPa (B)

L'analyse reportée ci-dessus est aussi valable pour les graphes de variation ci-après, dont deux facteurs sont maintenus à des valeurs constantes minimales et maximales, à savoir la pression et le taux de TiC (Figure V.10). Ces graphes apparaissent sous forme des pentes droites ascendantes, démontrant que le taux d'usure varie exponentiellement avec la vitesse de glissement. D'autre part, les valeurs du taux d'usure enregistrées en fonction du taux de TiC et de la pression, soit minimales (Figure V.10-a) ou maximales (Figure V.10-b), sont plus élevées que celles enregistrées ailleurs (Figure V.10-c ; d).

En bref, la vitesse de glissement à un effet exponentiel positif sur le taux d'usure. La présence de TiC influe négativement sur ce dernier si les valeurs de taux de TiC et de la pression sont à leur maximum simultanément. Cependant, elle influe positivement, si la valeur de l'un de ces facteurs se diffère ; et qui se traduit par un taux d'usure réduit, par conséquent, cela dit que le système tribologie est plus résistant.

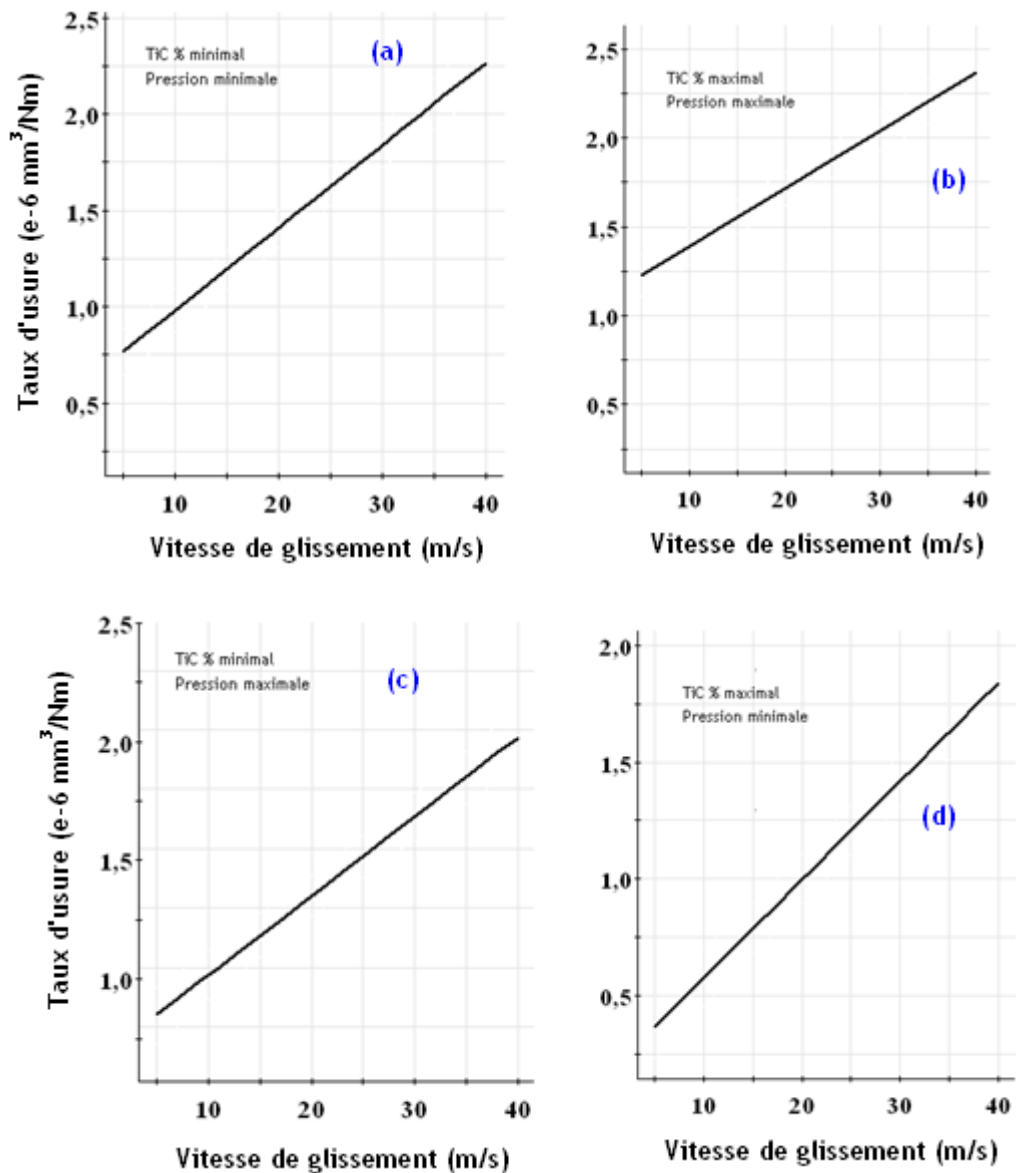


Figure V.10 : Variation du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement

V-4-4 Influence du taux de TiC sur l'effet de la pression normale

L'effet de la pression normale sur la variation du taux d'usure de Ti_3SiC_2 , est bien remarquable sur Figure V.11. En fonction du taux de TiC, les valeurs du taux d'usure enregistrées à une vitesse de glissement maximale de 40 m/s (B), ont plus que doublé par rapport à celles enregistrées à une vitesse minimale de 5 m/s (A). Quoique, la convergence de la variation dans les deux courbes, reste presque dans le même aspect ; les valeurs minimales et maximales de la réponse, sont enregistrées par des échantillons d'un taux élevé du TiC.

L'influence de ce dernier se montre largement dans ces Iso-réponses ; les zones de variation du taux d'usure se rétrécissent relativement au taux de plus en plus élevée du TiC. Alors que ces

zones se présentent large par ailleurs à des taux faible du TiC. Autrement dit, la présence relative du taux de TiC, influe remarquablement sur l'augmentation du taux d'usure.

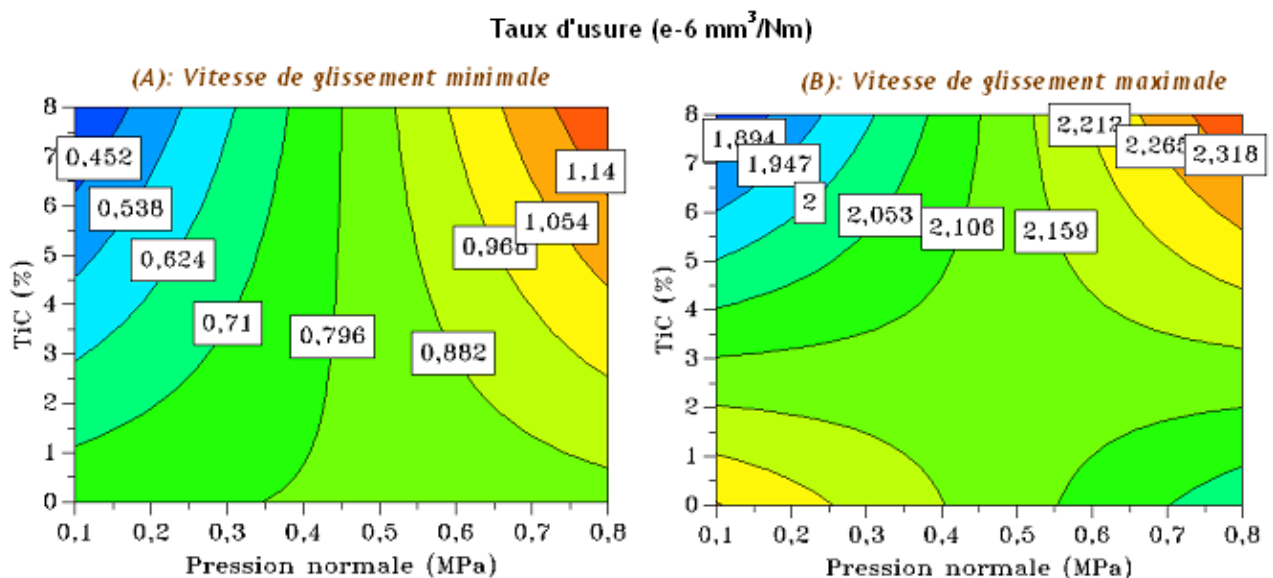


Figure V.11 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure à vitesse de glissement constante :
5 m/s (A) ; 40 m/s (B)

Par ailleurs, des courbes de variation du taux d'usure peuvent être tracées en fonction de la pression, comme facteur variable, et les autres facteurs sont maintenus constants aux valeurs extrêmes. Les pentes de variation obtenues sont présentés ci-après (Figure V.12). La plupart de ces pentes sont ascendantes. Néanmoins, une pente est descendante, dont la valeur constante du taux de TiC est minimale, lors d'un glissement à vitesse maximale (courbe V.12-a). Dans cette courbe, la réponse se réduit sous l'augmentation de la pression quoique, les valeurs de taux d'usure enregistrées sont élevées. Par rapport à cela, l'effet de la pression s'inverse pour un taux de TiC maximal (courbe V.12-b). Cependant, les courbes tracées sous vitesse minimale (courbes VI.12-c-d) enregistrent des valeurs de réponse moins élevées, donc, l'effet de la pression est plus remarquable pour une valeur maximale du taux de TiC.

En résumé, sous une vitesse de glissement maximale, la présence du TiC en taux maximal, inverse l'effet de la pression normale. Tandis qu'il l'amplifie sous une vitesse de glissement minimale. En général, la résistance du système tribologique en question, diminue sous l'augmentation de la pression ainsi qu'en présence de TiC.

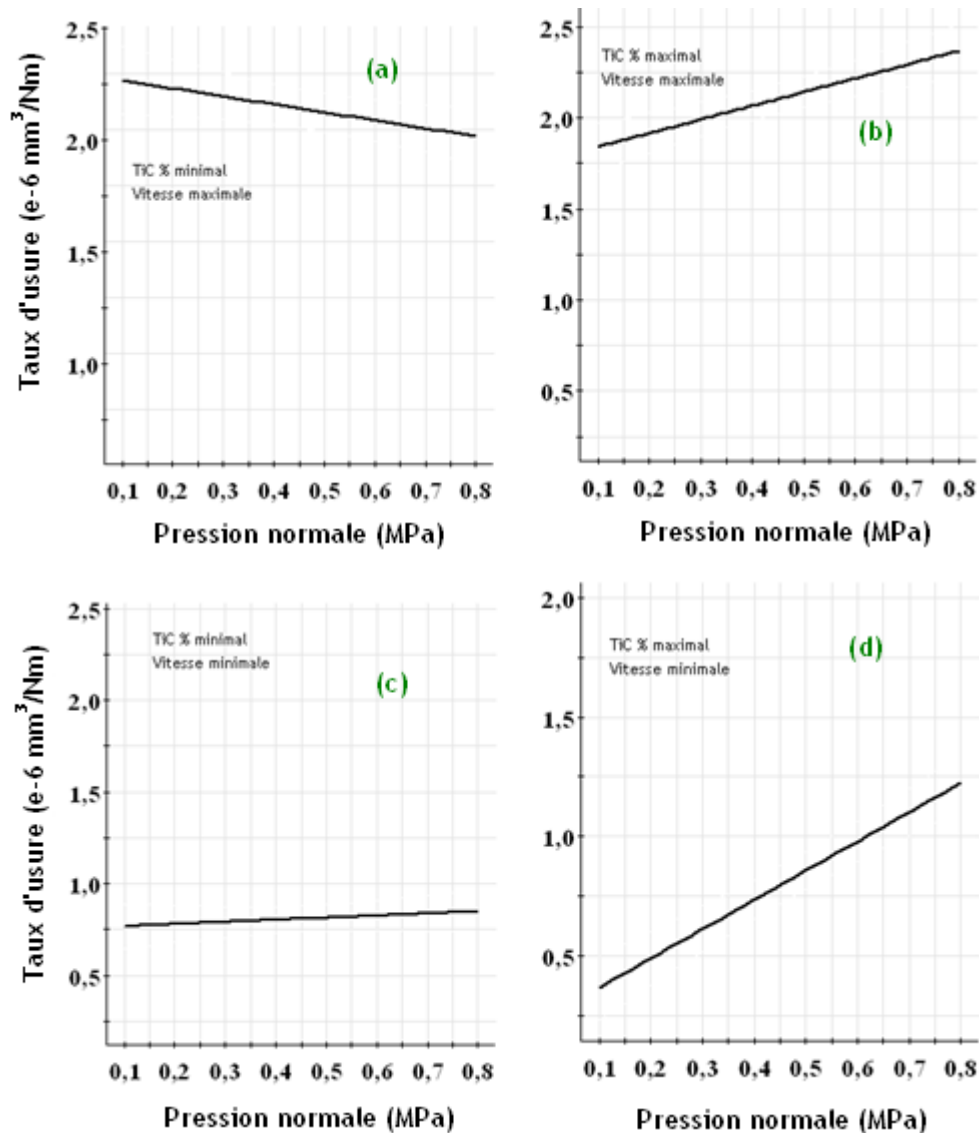


Figure V.12 : Variation du taux d'usure en fonction de la pression normale

V-4-5 Influence du taux de TiC sur l'effet simultané des deux facteurs

Les représentations graphiques ci-après (Figure V.13) illustrent l'effet simultané des facteurs (vitesse et pression) sur la réponse, sous l'effet du taux de TiC à différentes valeurs. Pour un taux minimal (courbe V.13-a), le taux d'usure est très dépendant du changement de la vitesse de glissement. Autrement-dit, l'influence de la pression est minime par rapport à la vitesse de glissement qui demeure le facteur dominant.

Par ailleurs, pour un taux maximal de TiC, le taux d'usure varie exponentiellement avec la variation simultanée des deux facteurs ; d'autant plus, l'intervalle de variation de ce dernier entre (0,57-2,17), est plus large que celui balayé avec un taux de TiC minimal (0,77-2,12). Cela dit que

l'usure a augmenté et par conséquent, la résistance de surface de contact a diminué avec l'augmentation du taux de TiC.

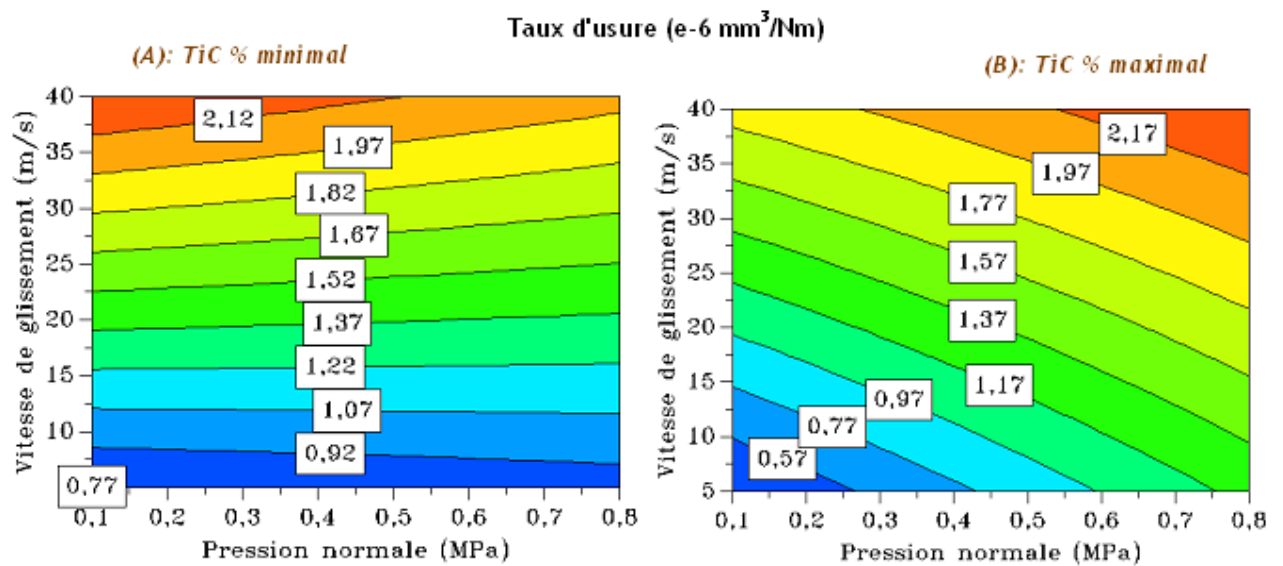


Figure V.13 : Iso-Réponse de variation du taux d'usure de Ti_3SiC_2

V-5 Conclusion

1. A température ambiante, le Ti_3SiC_2 avec 8 % de TiC, en glissement à sec contre le Corindon, présente un coefficient de frottement et un taux d'usure considérablement variant ; changeant respectivement entre (0,53-0,1) et (0,6-2,5) $10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ à une vitesse de glissement entre 5 - 60 m/s et sous une pression normale de 0,1 MPa à 0,8 MPa.
2. La modélisation du comportement tribologique du Ti_2SiC_3 , par la méthode des plans d'expériences, nous a permis d'exposer et d'expliquer l'évolution des réponses graphiquement, sous différentes facettes. D'autant plus, elle permet d'avoir des valeurs prédites des paramètres agissant sur le matériau en question, sans dépasser le domaine d'expérience entre les valeurs maximales et minimales de la vitesse de glissement et de la pression.
3. En plus de la dépendance remarquable du comportement en friction et en usure de la vitesse de glissement, pression normale et de leurs interaction; les impuretés durs de TiC, qui sont formées dans le matériau, peuvent contribuer à la réduction comme à l'augmentation de l'usure sous des valeurs de pression inférieures ou supérieures de 0,6 MPa respectivement.

4. La connaissance de l'effet des paramètres physiques cités, a servi à connaître en mieux le comportement du matériau en question, et qui peut être par la suite contrôlé sur la durée de son fonctionnement de façon satisfaisante ou sur sa qualité de performance.

Conclusion générale

La présente étude s'inscrit dans une thématique visant à caractériser le plus complètement possible le comportement tribologique du Ti_3SiC_2 , en glissement en contact à sec, afin de dégager les applications potentielles de ce matériau aux conditions imposées. Cette phase MAX est une céramique nanolamellaire redécouverte il y a quelques décennies et abondamment étudiée depuis par un certain nombre de laboratoires de recherche dans le monde. Cependant, les études sur leur comportement tribologique à ce jour, restent peu nombreuses.

Le présent travail est structuré autour de cinq chapitres. Après un aperçu sur les grandes familles des phases MAX et leurs caractéristiques (Chapitre I), de l'alumine et ses principales propriétés (Chapitre II), nous avons donné les éléments essentiels de la méthodologie des plans d'expériences (Chapitre IV) nécessaires à l'interprétation, par modélisation, des résultats d'essais obtenus lors de l'expérimentation rapportée en détails auparavant (Chapitre III).

Le dernier chapitre est consacré à l'exposition des représentations graphiques (Chapitre V). Ces dernières sont tracées en se basant sur des résultats tantôt réels issus d'un essai de frottement et tantôt calculés à l'aide d'un modèle mathématique. Plusieurs points de discussion sur les différentes facettes du comportement tribologique du Ti_3SiC_2 , ont été engagés.

Les céramiques sont souvent très satisfaisantes dans les systèmes tribologiques, leur dureté élevée leur assure une bonne résistance à l'usure lors d'utilisations sous des conditions peu sévères. Cela s'applique aussi pour le Ti_3SiC_2 , néanmoins, sa performance, dépend essentiellement du couple adapté ou non aux besoins bien spécifiés.

La synthèse des résultats expérimentaux ainsi que théoriques, nous révèle des informations promoteurs sur le comportement en frottement en glissement à sec de Ti_3SiC_2 contre l'antagoniste en Corindon. Entre autres, il semble que, ce tribo-système délivre un coefficient de frottement assez important, variant en fonction de la vitesse et de la pression d'application, d'une part, et du taux de TiC, d'autre part.

La pression appliquée est le facteur le moins influant par rapport à autres, cités ci-dessus, sur l'augmentation du coefficient de frottement ; et cela dit que le matériau a des bonnes caractéristiques tribologiques du moment où la variation d'un minimum de nombre de facteur, conduit une augmentation remarquable. Au point de vue écologique ainsi que économique, cela peut être très bénéfique

Néanmoins ce mécanisme, comme par ailleurs, mettant en jeu des films de transfert affectent le comportement tribologique du matériau en question, par diminution relative du coefficient de frottement. En effet, l'augmentation de la quantité de matière du film de transfert constitué principalement des débris d'usure, oppose une isolation progressive au glissement relatif des surfaces, mais qui reste difficile d'atteindre une isolation totale, pour la raison que l'auto-lubrification n'est pas une propriété intrinsèque du Ti_3SiC_2 .

Pour les applications à haut frottement, la structure de Ti_3SiC_2 est une très bonne candidate pour un tribo-système performant à bas vitesse et sous grande charge. Cependant, à grande vitesse, ce tribo-système peut être performant pour des applications à bas frottement. D'autant plus, pour des applications sous basse ou moyenne charge, le taux de présence des impuretés de TiC, s'ajoute relativement à la performance tribologique.

L'ensemble des travaux réalisés démontre comment la méthode des plans d'expériences peut être un moyen approprié pour caractériser, et analyser le comportement tribologique de Ti_3SiC_2 .

Bibliographie

- [1] W. Jeitschko, H. Nowotny, and F. Benesovsky. Die H-Phasen $Ti_2 TiC$, $Ti_2 PbC$, $Nb_2 InC$, $Nb_2 SnC$ und $Ta_2 GaC$. Mh. Chem., Bd. 95. Januar 1964.
- [2] M. W. Barsoum and T. El-Raghy. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 . J. Am. Ceram. Soc 79 (1996) 1953.
- [3] M. W. Barsoum. The $MN+1AXN$ Phases: A New Class of Solids; Thermodynamically Stable Nanolaminates. Prog. Solid State. Chem. 28 (2000) 201.
- [4] M. W. Barsoum and T. El-Raghy. The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials. American Scientist. 2001 89, 336-345.
- [5] H. Högberg, L. Hultman, J. Emmerlich, T. Joelsson, P. Eklund, J.M. Molina-Aldareguia, J.-P. Palmquist, O. Wilhelmsson, U. Jansson, Growth and characterization of MAX-phase thin films. Surf. Coat. Technol. 193 (2005) 6.
- [6] Luo Y M, Zheng Z M, Mei X N, Xu C H. Growth mechanism of Ti_3SiC_2 single crystals by in-situ reaction of polycarbosilane and metal titanium with CaF_2 additive. Journal of Crystal Growth, 2008, 310(14): 3372-3375.
- [7] J. Morgiel, J. Lis, and R. Pampuch. Microstructure of Ti_3SiC_2 -based ceramics. Materials Letters, 27 :85-89, 1996.
- [8] E.H. Kisi, J. A.A. Crossley, S. Myhra, and M.W. Barsoum. Structure and crystal chemistry of Ti_3SiC_2 . J. Phys. Chem. Sol., 59 :14371443, 1998.
- [9] W. Jeitschko and H. Nowotny. Mh. Chem., 98 :329, 1967.
- [10] M. Amer, M.W. Barsoum, T. El-Raghy, I. Wi ess, S. LeClair, and D. Liptak. The raman spectrum of Ti_3SiC_2 . J. Amer. Cer. Soc., 84(10) :58175819, 1998.
- [11] El-Raghy T, Barsoum MW. Processing and mechanical properties of Ti_3SiC_2 : I, reaction path and microstructure evolution. J Am Ceram Soc 1999;82:2849–54.
- [12] M.W. Barsoum, T. El-Raghy, and M. Radovic. Ti_3SiC_2 : a layered machinable ductile carbide. Interceram, 49 :226233, 2000.
- [13] Adrish Ganguly, M W Barsoum. Synthesis and characterization of solid solutions of $M(N+1)AXN$ phases. Thesis (Ph. D.)--Drexel University, 2006.
- [14] M. W. Barsoum, T. El-Raghy, C. Rawn, and W. D. Porter, "Thermal Properties of Ti_3SiC_2 ," J. Phys. Chem. Solids , 60, 429–39 (1999).
- [15] M.W. Barsoum. Fundamentals of ceramics. Mc Graw-Hill, 1997.

- [16] Y. Du, J.C. Schuster, H. Seifert, and F. Al di nger. Experimental investigation and thermodynamic calculation of the titanium-silicon-carbon system. *J. Amer. Cer. Soc.*,83 :1972 03, 2000.
- [17] H. Pierson. Handbook of refractory carbides and nitrides. Noyes Publications, West-wood, N.J., 1996.
- [18] Processing and mechanical properties of Ti_3SiC_2 : II, effect of grain size and deformation temperature. EL-RAGHYT. (1) ; BARSOUM M.W ; ZAVALIANGOS A. ; KALIDINDI S. R. (1) ; *Journal of the American Ceramic Society* ISSN 0002-7820 CODEN ACTAW.
- [19] M.W. Barsoum, H.I. Yo o, I.K. Polushina, V.Yu. Rud, Yu.V. Rud, and T. El-Raghy. Electrical conductivity, thermopower, and Hall effect of Ti_3AlC_2 , Ti_4AlN_3 , And Ti_3SiC_2 . *Physical review B - American Physical Society*, 62(15) :1019510198,2000.
- [20] M.W. Barsoum, T. El-Raghy, and L. Ogbuji. Oxidation of Ti_3SiC_2 in air. *J. Electro-chem. Soc.*, 144(7) :25082516, 1997.
- [21] The corrosion behavior of Ti_3SiC_2 in common acids and dilute NaOH J. Travaglini a, M.W. Barsoum b,* , V. Jovic b, T. El-Raghy b November 2002 *Corrosion Science* 45 (2003) 1313–1327
- [22] M.F. Ashby and D.R.H. Jones. *Materiaux : 2. Microstructure et mise en oeuvre*. Dunod, 1991.
- [23] M. Radovic, M.W. Barsoum, T. El-Raghy, J. Seidensticker, and S. Wiederhorn. Tensile properties of Ti_3SiC_2 in the 25–1300°C temperature range. *Acta Materialia*, 48(2) :45345 9, 2000.
- [24] J.J. Nickl, K.K. Schweitzer, and P. Luxenb erg. Gasphasenabscheidung im Systeme Ti-C-Si. *J. Less Common Metals*, 26 :283 ou 335, 1972.
- [25] N. F. GAO, Y. MIYAMOTO. Dense Ti_3SiC_2 prepared by reactive HIP. *Journal of materials science* 34 (1999) 4385 – 4392.
- [26] Tamer El-Raghy, Antonios Zavaliangos, Michel W. Barsoum, Surya R. Kalidindi. Damage Mechanisms around Hardness Indentations in Ti_3SiC_2 . *Journal of the American Ceramic Society*. Volume 80, Issue 2, pages 513–516, February 1997
- [27] C.J. Gilbert, D.R. Bloyer, M.W. Barsoum, T. El-Raghy, A.P. Tomsia, and R.O. Ritchie. Fatigue-crack growth and fracture properties of coarse and fine-grained Ti_3SiC_2 . *Scripta Materialia*, 42 :761767, 2000.
- [28] I.M. Low. Vickers contact damage of micro-layered Ti_3SiC_2 . *Journal of the European Ceramic Society*, 18 :709713, 1998.
- [29] Wen-Tse Lo, Ching-An Jeng, Jow-Lay Huang, Horng-Hwa Lu, Ding-Fwu Lii. Investigation of ballistic impact properties and fracture mechanisms of Ti_3SiC_2 ternary ceramics. *Journal of Alloys and Compounds* 455 (2008) 413–419.
- [30] E. Orowan, *Nature*, A Type of Plastic Deformation New In Metals, 149, 463 (1942).
- [31] J. B. Hess and C. S. Barrett, Structure and Nature of Kink Bands in Zinc, *Trans. AIME*, 185,599 (1949).
- [32] F. C. Frank and A. N. Stroh, On the Theory of Kinking, *Proc. Phys. Sot.*, 65, 811 (1952).

- [33] B.J. Kooi, R.J. Poppen, N. J.M. Carvalho, J.Th.M. De Hosson, and M.W. Barsoum. Ti_3SiC_2 : a damage tolerant ceramic studied with nano-indentations and transmission electron microscopy. *Acta Materialia*, 51:28592872, 2003.
- [34] M.W. Barsoum, T. Zhen, S.R. Kalidindi, M. Radovic, and A. Murugaiah. Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti_3SiC_2 to 1 GPa. *Nature*, January, 2003.
- [35] Radhakrishnan R, Williams JJ, Akinc M. Synthesis and high-temperature stability of Ti_3SiC_2 . *J Alloys Compd* 1999;285:85–8.
- [36] Racault C, Langlais F, Naslain R. Solid-state synthesis and characterization of the ternary phase Ti_3SiC_2 . *J Mater Sci* 1994;29:3384–92.
- [37] Zhou Y, Sun Z. Temperature fluctuation/hot pressing synthesis of Ti_3SiC_2 . *J Mater Sci* 2000;35:4343–6.
- [38] Barsoum MW, El-Raghy T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 . *J Am Ceram Soc* 1996;79:1953–6.
- [39] Wu E, Kisi EH, Kennedy SJ, Studer AJ. In situ neutron powder diffraction study of Ti_3SiC_2 synthesis. *J Am Ceram Soc* 2001;84:2281–8.
- [40] Li JT, Miyamoto Y. Fabrication of monolithic Ti_3SiC_2 ceramic through reactive sintering of Ti/Si/2TiC . *J Mater Synth Process* 1999;7:91–6.
- [41] Gao NF, Miyamoto Y, Zhang D. On physical and thermochemical properties of high-purity Ti_3SiC_2 . *Mater Lett* 2002;55:61–6.
- [42] Yang S, Sun ZM, Hashimoto H. Synthesis of Ti_3SiC_2 powder from $1\text{Ti}/(1-x)\text{Si}/2\text{TiC}$ powder mixtures. *J Alloys Compd* 2004;386:168–72.
- [43] Zhou Y, Sun Z, Chen S, Zhang Y. In-situ hot pressing/solid–liquid reaction synthesis of dense titanium silicon carbide bulk ceramics. *Mater Res Innov* 1998;2:142–6.
- [44] Luo YM, Pan W, Li SQ, Chen J. Synthesis and mechanical properties of in-situ hot-pressed Ti_3SiC_2 polycrystals. *Ceram Int* 2002;28:227–30.
- [45] Li H, Peng LM, Gong M, Zhao JH, He LH, Guo CY. Preparation and characterization of Ti_3SiC_2 powder. *Ceram Int* 2004;30:2289–94.
- [46] Zhang ZF, Sun ZM, Hashimoto H, Abe T. Effects of sintering temperature and Si content on the purity of Ti_3SiC_2 synthesized from Ti/Si/TiC powders. *J Alloys Compd* 2004;352:283–9.
- [47] Orthner HR, Tomasi R, Botta FWJ. Reaction sintering of titanium carbide and titanium silicide prepared by high-energy milling. *Mater Sci Eng* 2002;336:202–8.
- [48] Ramachandran VS, Paroli RM, Beaudoin JJ, Delgado AH. *Handbook of thermal analysis of construction materials*. 1st ed. Norwich: Noyes; 2002.
- [49] Li JF, Matsuki T, Watanabe R. Mechanical-alloying-assisted synthesis of Ti_3SiC_2 powder. *J Am Ceram Soc* 2002;85:1004–6.

- [50] Gao NF, Li JT, Zhang D, Miyamoto Y. Rapid synthesis of dense Ti_3SiC_2 by spark plasma sintering. *J Eur Ceram Soc* 2002;22:2365–70.
- [51] Sun ZM, Yang S, Hashimoto H. Ti_3SiC_2 powder synthesis. *CeramInt* 2004;30:1873–7.
- [52] Pampuch R, Lis J, Stobierski L, Tymkiewicz M. Solid combustion synthesis of Ti_3SiC_2 . *J Eur Ceram Soc* 1989;5:283–7.
- [53] Poulsen E. Safety-related problems in the titanium industry in the last 50 years. *JOM* 2000;50:13–7.
- [54] Li SB, Xie JX, Zhang LT, Cheng LF. Synthesis and some properties of Ti_3SiC_2 by hot pressing of titanium, silicon and carbon powders part 1— effect of starting composition on formation of Ti_3SiC_2 and observation of Ti_3SiC_2 crystal morphology. *Mater Sci Technol* 2003;19:1442–6.
- [55] Yang S, Sun ZM, Hashimoto H. Synthesis of Ti_3SiC_2 powder from 1Ti/(1-x)Si/2TiC powder mixtures. *Journal of Alloys and Compounds* 2004;368:318.
- [56] Radhakrishnan R, Bhaduri SB, Henager JCH. Analysis on the sequence of formation of Ti_3SiC_2 and $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$ composites. Powder Metallurgy Technology Conference; . May 1995 in Seattle, Washington, 1995.
- [57] Li SB, Xie JX, Zhang LT, Cheng LF. In situ synthesis of $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$ composite by displacement reaction of Si and TiC. *Mater Sci Eng A* 2004;381:51–6.
- [58] Optimization of the Ti_3SiC_2 MAX phase synthesis M.A. El Saeed, b , F.A. Deorsola, R.M. Rashad. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 35 (2012) 127 – 131
- [59] Wu E, Kisi EH, Riley DP, Smith RI. Intermediate Phases in Ti_3SiC_2 Synthesis from Ti/SiC/C Mixtures Studied by Time-Resolved Neutron Diffraction. *J.Am.Ceram.Soc.* 2002;85:3084.
- [60] Istomin PV, Nadutkin AV, Ryabkov I, Goldin BA. Preparation of Ti_3SiC_2 . *Inorganic Materials* 2006;42:250.
- [61] Riley DP, Kisi EH, Hansen TC, Hewat AW. Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Ti_3SiC_2 : I, Ultra-High-Speed Neutron Diffraction Study of the Reaction Mechanism. *J.Am.Ceram.Soc.* 2002;85:2417.
- [62] Radhakrishnan R, Henager J, C. H., Brimhall JL, Bhaduri SB. Synthesis of $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{SiC}$ and TiSi_2/SiC composites using displacement reactions in the Ti-Si-C system. *Scripta Materialia* 1996;34:1809.
- [63] Hwang SS, Park SW, Kim TW. Synthesis of the Ti_3SiC_2 by solid state reaction below melting temperature of Si. *Journal of Alloys and Compounds* 2005;392:285.
- [64] Córdoba JM, Sayagués MJ, Alcalá MD, Gotor FJ. Synthesis of Ti_3SiC_2 Powders: Reaction Mechanism. *J. Am. Ceram. Soc.* 2007;90:825.
- [65] G. ZAMBELLI, L. VINCENT, *Matériaux et Contacts – une approche tribologique* (1998), Presses polytechniques et Universitaires Romandes.
- [66] Jean FRÊNE, Hamid ZAÏDI, *Introduction à la tribologie. Techniques d'ingénieur.* Mars 2013

- [67] Mathias WOYDT. Application des données tribologiques. Techniques d'ingénieur.
- [68] Mathias WOYDT. Tribologie des céramiques. Techniques d'ingénieur.
- [69] W. Bundschuh and K.-H. Zum Gahr, Influence of Porosity on Friction and Sliding Wear of Tetragonal Zirconia Polycrystal, *Wear*, Vol. 151, 1991, pp. 175-191.
- [70] D.C. Cranmer, Ceramic Tribology - Needs and Opportunities, *Tribology Transactions*, Vol. 31, 1988, pp. 164-173.
- [71] M. Woydt and K. H. Habig. High temperature tribology of ceramics. *Tribology International*, 22:75-87, 1989.
- [72] C. S. Yust and F. J. Carignan. Observation on the sliding wear of ceramics. *ASLE Transactions*, 28:245253, 1985.
- [73] G. W. Stachowiak, A. W. Batchelor, *Engineering Tribology*. BH (Butterworth Heinemann). 2001.
- [74] K. Demizu, R. Wadabayashi, and H. Ishigaki. Dry friction of oxide ceramics against metals: the effect of humidity. *Tribology Transactions*, 33:505-510, 1990.
- [75] M. Woydt and K. H. Habig. High temperature tribology of ceramics. *Tribology International*, 22:7587, 1989.
- [76] J. A. Greenwood, K. L. Johnson, and E. Matsubara. A surface roughness parameter in Hertz contact. *Wear*, pages 4757, 1984.
- [77] S. Srinivasan and R.O. Scattergood, R Curve Effects in Solid Particle Erosion of Ceramics, *Wear*, Vol. 142, 1991, pp. 115-133.
- [78] D.H. Buckley and K. Miyoshi, *Tribological Properties of Structural Ceramics*, NASA Technical Memorandum 87105, Lewis Research Centre, Cleveland, Ohio, 1985.
- [79] N. Soda, Y. Kimura and A. Tanaka, Wear of Some F.C.C. Metals During Unlubricated Sliding Part I: Effects of Load, Velocity and Atmospheric Pressure, *Wear*, Vol. 33, 1975, pp. 1-16.
- [80] A. Crossley, E. Hisi, J.W. Bennett Summers, and S. Myhra. Ultra-low friction for a layered carbide derived ceramic, Ti_3SiC_2 , investigated by lateral force microscopy (LFM). *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 32 :632638, 1999.
- [81] S. Myhra, J.W.B. Summers, and E.H. Kisi. Ti_3SiC_2 - a layered ceramic exhibiting ultra-low friction. *Applied Physics Letters*, 74(25) :37823784, 1999.
- [82] A.K. Mukhopadhyay, Y.M. May, Grain size effect on abrasive wear mechanisms in alumina ceramics, *Wear* 162–164 1993 258.
- [83] K.H. Zum Gahr, W. Bundschuh, B. Zimmerlin, Effect of grain size on friction and sliding wear of oxide ceramics, *Wear* 162–164.1993 269.
- [84] A. Souchet, J. Fontaine, M. Belin, T. Le Mogne, J.-L. Loubet and M.W. Barsoum, *Tribo. Letts.*, 18, 341-352 (2005).

- [85] T. El-Raghy, P. Bl au, and M.W. Barsoum. Effect of grain size on friction and wear behavior of Ti_3SiC_2 . *Wear*, 238(2) :125130, 2000.
- [86] J.J. Hu, J.E. Bultman, S. Patton, and J.S. Zabinski. Pulsed laser deposition and properties of Ti_3SiC_2 thin films. *Tribo. Lett.*, 16 :113122, 2004.
- [87] Y. Zhang, G.P. Ding, Y.C. Zhou, and B.C. Cai. Ti_3SiC_2 - a self-lubricating ceramic. *Materials Letters*, 55(55) :285289, 2002.
- [88] Z. Huang, H. Zhai, M. Guan, X. Liu, M. Ai and Y. Zhou. Oxide-film-dependent tribological behaviors of Ti_3SiC_2 , *Wear* 262 (2007) 1079–1085
- [89] S. Myhra, J.W.B. Summers, E.H. Kisi. Ti_3SiC_2 —A layered ceramic exhibiting ultra-low friction. *Materials Letters* 39 1999 6–11.
- [90] Z. Sun and Y. Zhou. Tribological behavior of Ti_3SiC_2 -based material. *J. Mater. Sci. Technol.*, 18 :142145, 2002.
- [91] Hongxiang Zhai, Zhenying Huang, Mingxing Ai. Tribological behaviors of bulk Ti_3SiC_2 and influences of TiC impurities, *Materials Science and Engineering A* 435–436 (2006) 360–370.
- [92] Mode d’emploi de l’équipement PION-ON-DISC
- [93] D. Mazuyer. La force de frottement limite. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1989.
- [94] B.V. Deryaguin, V.V. Karassev, N.N. Zakhavaeva, and V.P. Lazarev. The mechanism of boundary lubrication and the properties of the lubricating film. *Wear*, 1:277290, 1957/58.
- [95] F.P. Bowden and D. Tabor. *Friction and lubrication of solids, Part I*. Clarendon Press, Oxford, 1950.
- [96] H.A. Hayden, W.G. Moatt, and J. Wul. *The structure and properties of materials, vol III*. John Wul, 1965.
- [97] E.P. George; Hunter G. William; Hunter J. Stuart; John. Wiley and Sons; « Statistics For Experimenters »; Deuxième édition; New York (2005).
- [98] Juan ROSAS ; « Plan d’Expériences ».
- [99] Jacques GOUPY ; Tutorial « Les Plans d’Expériences » ; *Revue MODULAD*, (2006)
- [100] GOUPY Jacques «Plans d’expériences non conventionnels. Théorie et applications (ou comment sauver un plan raté) ». *Analisis*. 23 152-158. (1995).
- [101] J. Goupy « Introduction aux plans d’expériences » Dunod. Paris (2001).
- [102] F. Louvet & L. Delplanque ; « les plans d’expériences une approche pragmatique et illustrée » ; *Expérimentique*.
- [103] D.C. Montgomery; « Design and analysis of experiments »; New York (2004).

- [104] S.B. Li, L.F. Cheng, L.T. Zhang, ‘‘Oxidation behavior of Ti_3SiC_2 at high temperature in air’’, *Material Sciences Engineering A341*, pp 112–120, 2003.
- [105] S.C. Lim, M.F. Ashby, J.H. Brunton, ‘‘The effects of sliding conditions on the dry friction of metals’’, *Acta Metallica*, V37 pp 767–772, 1989.
- [106] S. Wilson, A.T. Alpas, ‘‘Thermal effects on mild wear transitions in dry sliding of an aluminum alloy’’, *Wear* pp 225–229, 1999 and pp 440–449.
- [107] Kubaschewski O., Hopkins B.E. ; « Oxidation of Metals and Alloys » ; Butterworths, London 1962.
- [108] Beranger G., Armanet F., Lambertin M. ; « Active Elements in Oxidation and their Properties, Role of Active Element in Oxidation Behaviour of High Temperature Metals and Alloys » ; ed. E.Lang, Elsevier, 1989, pp. 33-5.

Table des matières

Introduction générale	13
I Contexte de l'étude et bibliographie	15
I-1 Introduction	15
I-2 Présentation du sujet et problématique	15
I-3 Les phases MAX	15
I-3-1 Structure	15
I-3-2 Microstructure	17
I-4 Les principales propriétés de Ti_3SiC_2	19
I-4-1 Propriétés thermiques	19
I-4-2 Propriétés électriques	21
I-4-3 Résistance chimique	22
I-4-4 Propriétés mécaniques	23
I-4-5 Mécanisme de déformation	27
I-4-6 Méthodes d'élaboration	31
I-4-7 Impuretés et les facteurs favorisant leur apparition	31
I-4-8 Limitation des dégâts	33
I-5 Conclusion	35
II Tribologie & Etudes tribologiques de Ti_3SiC_2	37
II-1 Introduction	37
II-2 Tribologie	35
II-2-1 Tribologie des contacts secs	38
II-3 Tribologie des céramiques	39
II-3-1 Propriétés tribologiques des céramiques	39
II-3-1-1 Influence de la porosité.	42
II-3-1-2 Influence de la haute température	42

II-3-1-3 Influence de l'humidité	44
II-3-1-4 Capacité de charge	44
II-3-1-5 Influence de la rugosité	45
II-3-1-6 Tribo oxydation	45
II-3-2 Les essais tribologiques	46
II-3-3 Les principaux modes d'usure	47
II-3-3-1 Usure par abrasion	48
II-3-3-2 Usure par érosion	48
II-3-3-3 Usure adhésive	49
II-3-3-4 Usure corrosive et oxydative	50
II-3-3-5 Usure par fatigue	51
II-4 Etudes tribologiques de Ti_3SiC_2	52
II-4-1 Influence de l'état de surface	53
II-4-2 Influence de la température.	54
II-4-3 Effet de la taille des grains	54
II-4-4 Tribologie de dépôts de Ti_3SiC_2 et l'effet de l'orientation des grains	57
II-4-5 Influence du film d'oxyde	58
II-4-6 Influence de la nature de l'antagoniste	59
II-4-6-1 Essai sur microscopie à force latérale	59
II-4-6-2 Essais sur tribomètre à disque rotatif	60
II-4-6-3 Essais sur tribomètre bille/plan alternatif.	62
II-5 Conclusion	65
III Elaboration de Ti_3SiC_2 & Expérimentation	67
III-1 Introduction	67
III-2 Présentation du sujet et problématique	67
III-3 Synthèse et caractérisation	68
III-3-1 Technique d'élaboration	68
III-3-1-1 Pressage à chaud : HP	68
III-3-2 Synthèse de la structure de Ti_3SiC_2	68
III-3-3 Estimation du taux d'impuretés TiC	69
III-4 Technique expérimentale	70
III-4-1 Caractérisation tribologique	70
III-4-1-1 Choix de l'antagoniste	70

III-4-1-2 Principe du Tribomètre Pion/disque	70
III-4-1-3 Fonctionnement	71
III-4-1-4 Conditions d'essai	72
III-4-2 Mesure expérimentale	73
III-4-2-1 Dépouillement	73
III-5 Les théories du frottement	74
III-5-1 Composante abrasive	75
III-5-2 Composante adhésive	77
III-5-3 Composante de cisaillement	79
III-6 Conclusion	79
IV Méthode des plans d'expérience ; Théorie & Application	81
IV-1 Introduction	81
IV-2 Modélisation par la méthode des plans d'expériences	81
IV-3 Introduction dans les plans d'expériences	82
IV-3-1 Notion d'espace expérimental	84
IV-3-2 Notion de surface de réponse	85
IV-3-3 Notion de modélisation mathématique	86
IV-3-4 Système d'équations	87
IV-4 Démarche méthodologique	88
IV-4-1 Proposition d'un modèle	88
IV-4-2 Plans non-conventionnel	88
IV-4-3 Modélisation	89
IV-4-4 Estimation des coefficients des modèles	90
IV-4-5 Les modèles mathématiques	93
IV-4-6 Analyse statistique des modèles	94
IV-4-6-1 Calcul des écarts	94
IV-4-6-2 Qualité du modèle	94
IV-5 Construction de plans d'expériences sous un logiciel PE	96
IV-5-1 Logiciels des PE	96
IV-5-2 Résultats d'analyse statistique	96
IV-6 Conclusion	99

V Résultat et discussion	100
V-1 Introduction	100
V-2 Comportement tribologique du Ti_3SiC_2 contenant 8 % de TiC	100
V-3 Influence des paramètres physiques sur le comportement tribologique de Ti_3SiC_2/TiC	103
V-3-1 Illustration de l'effet de la vitesse de glissement	103
V-3-1-1 Frottement	103
V-3-1-2 Usure	104
V-3-2 Illustration de l'effet de la pression normale	105
V-3-2-1 Frottement	105
V-3-2-2 Usure	106
V-3-3 Synthèse	107
V-3-3-1 Effet du film d'oxyde	107
V-3-3-2 Effet de l'augmentation de la température	108
V-3-3-3 Effet mécanique de la vitesse de glissement et la pression	108
V-4 Influence du taux de TiC sur le comportement tribologique du Ti_3SiC_2	109
V-4-1 Introduction	109
V-4-2 Comportement tribologique du Ti_3SiC_2/TiC par rapport au Ti_3SiC_2	109
V-4-3 Influence du taux de TiC sur l'effet de la vitesse de glissement	110
V-4-4 Influence du taux de TiC sur l'effet de la pression normale	112
V-4-5 Influence du taux de TiC sur l'effet simultané des deux facteurs	114
V-5 Conclusion	115
Conclusion générale	117

Tribological performance of Ti_3SiC_2 containing 8% of TiC against the corundum

S. Bendaoudi*, M. Bounazef**, E.A. Adda Bedia***

*LM&H laboratory, Djillali Liabes University of Sidi Bel-Abbes 89, Algeria, E-mail: ing.seif@hotmail.fr

**LM&H laboratory, Djillali Liabes University of Sidi Bel-Abbes 89, Algeria, E-mail: bounazef@yahoo.com

***LM&H laboratory, Djillali Liabes University of Sidi Bel-Abbes 89, Algeria, E-mail: addaded@yahoo.com

crossref <http://dx.doi.org/10.5755/j01.mech.18.6.3165>

1. Introduction

Ti_3SiC_2 has curious properties, intermediate between those of metals and ceramics, an unusual combination as many literatures showed [1-9]. Some of its key properties include excellent resistance to oxidation up to 1400°C , high thermal shock, resistance, high Young's modulus (325 GPa), relatively low hardness (4-5 GPa), high fracture toughness ($7-9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) and good machinability with conventional tools [2, 10], it also has a good tribological property [11-15]. The bulk Ti_3SiC_2 could be appropriately applicable material for some tribological and wear-resistant applications. However the available studies, at the present, on Ti_3SiC_2 forerunner by Barsoum and his team [2-4,10,24], explain certain behaviours and predetermine experimental values. El-Raghy et al. [2] investigated the effects of grain size on the friction and wear for a high-purity Ti_3SiC_2 sample sliding against a 440°C stainless steel as counterpart in pin-on-disk type tester. The friction coefficient was as high as about 0.83, and the wear rates was in the range of $(4.25-1.34)\times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Respectively, using a AISI 52100 steel pin as the counterpart in pin-on-disk tester, Sun and Zhou [16] measured the friction coefficient and wear rate of a Ti_3SiC_2 sample contained 7.0 wt.% of TiC impurities, the results showed that the steady friction coefficient is 0.4-0.5 and the wear rate is $9.9\times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. More recently, Zhai et al. investigated the high pure and TiC contain bulk Ti_3SiC_2 [17]. The highly pure sample, sliding dryly against low carbon steel disk, exhibits a changed friction coefficient in range of (0.09-0.53), and wear rate of $(0.6-2.5)\times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ for different sliding speeds of 5-60 m/s and normal pressures (0.1-0.8 MPa). However, the TiC- Ti_3SiC_2 exhibits a larger friction coefficient than the high-purity in the same test conditions. Many observations were reported by various authors about the tribological behaviour of Ti_3SiC_2 , and essentially in dry-friction. However many questions remain about different facets of its behaviour, which requests more investigation, preferably, in same condition against a different material for more understanding. From this point of view, in the present paper, the Ti_3SiC_2 contain TiC was carrying out against Alumina in the same test conditions as reported in reference [17], to make it easier to compare the results. It is also an occasion to present the modelling of behaviour by design of experiments method; which will allow us to predict a change of friction coefficient and wear rate, through a mathematical model of studied material during dry friction, in ambient air, and to predict consequently the optimal parameters of work.

2. Experimental procedure

The Ti_3SiC_2 sample was prepared by thermo-pressure method, which had been clearly described elsewhere [12]. The material was obtained from mixture elementary powders of silicon, titanium, and carbon, according to a molar ratio of Ti: 3; Si: 1; C: 2; and other elements, as reactive accelerators, in little quantity (< 0.1). The presence of TiC impurities in the sample was estimated to be 8% in volume. The surface measurement of TiC was done from micrographs obtained by using "Scion-Image" software, and identified by an ultraviolet lamp which could clearly show this element. The average of the percentages is calculated after several surface measurements of different sections from the same sample. Micrographs in Fig. 1 represent two microstructure images of Ti_3SiC_2 . Fig. 1, a is a micrograph observed using a scanning electron microscopy (SEM) exhibiting the highly pure of Ti_3SiC_2 sample. The Ti_3SiC_2 grains were relatively uniform in dimension with a plate-like shape. The average grain size was estimated to be about $20 \mu\text{m}$ and $25 \mu\text{m}$ in the elongated direction. Fig. 1, b is a typical SEM micrograph exhibiting the microstructures of the Ti_3SiC_2 sample which consists of dominant Ti_3SiC_2 grains and TiC grains detected by XRD analysis. The Ti_3SiC_2 grains were also plate-like, while the TiC grains exhibited an equiaxed shape. The average size was estimated to be about $25 \mu\text{m}$ for the Ti_3SiC_2 grains, and about $4-6 \mu\text{m}$ for the TiC grains [17]. The Ti_3SiC_2 -TiC is obtained by the addition of an infinitesimal quantity of trioxide of Beryllium to the powder. The study of the tribological behaviour of Ti_3SiC_2 with 8% TiC impurities was evaluated by exposing the samples, in circular block form, to the friction and wear tests on Pin-on-Disk (PoD) tribometer, with an interchangeable tray that depends on the size of the sample, and this last evidently depends on selected sliding speed (Fig. 2). The tests were investigated by using ball (about 6 mm on diameter) of corundum material, chosen for its resilient nature (high fracture toughness), sliding dryly on disk under a range of pressure 0.1-0.8 MPa at an ambient temperature of 20°C and a relative humidity of 20%. Both information about pressure and humidity appear on the display of tribometer. The sliding speeds from 5 to 60 m/s are obtained by placing the ball at a certain distance from the rotation axis of the sample combined with rotation speed. For example, to obtain $V = 60 \text{ m/s}$, one uses disc of diameter equal at 0.250 m with rotation speed of 4583.8 rpm obtained with a rheostat. The sliding distance traversed was chosen about 10000 m; a so long distance is necessary to study and extract maximum of informations

about behaviour of Ti_3SiC_2 , during a continuous cycle of friction. For every given test conditions, the friction coefficient and accurately mass loss of Ti_3SiC_2 block, were measured in one continuous friction process, and associated to the modelling process by the method quoted before in order to understand its behaviour during friction as well as the mechanisms which explain that.

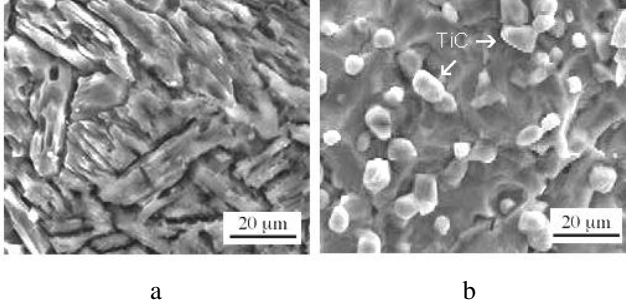


Fig. 1 Typical SEM micrographs showing microstructures of: a - the highly pure Ti_3SiC_2 and; b - Ti_3SiC_2 with TiC impurity



Fig. 2 Pin-on-Disk (PoD) tribometer from CSM instruments

3. Equation and modelling

In order to investigate the influence of the parameters action on the tribological behaviour of the Ti_3SiC_2 , the modelling by the design of experiments method seems adequate. It makes possible to predict other responses of friction coefficient and wear rate, basing of-course on test results already performed, in the experimental field. This method has the advantages to investigate the influence of each parameter separately as well as the influence of their interaction on the result. So it brings a solution that makes possible to minimize the number of experiments to carry out, and thus, saving time and money without sacrificing the precision of the results [19]. In the present study, we use the no-conventional design of experiments which makes possible to use data at our disposal without envisaging beforehand the number of experiments to carry out and without defining the parameters values, or without following a plan defined in advance [20]. The interest of response (friction coefficient & wear rate) modelling, by a polynomial, is to be able to calculate all the responses of study field without any required to additional experiments.

As the response y_i depends on two factors (sliding speed & pressure), which each of them has several levels, so it is judicious to express the estimated responses in matrix form as the following notation

$$[Y_{calculated}] = [X][a_i] \quad (1)$$

3.1. Model coefficients

Modelling is done by a polynomial of a second degree (1), which derives from the development of function in Taylor series, in which, each effect of parameter is represented by variable x_i attached to a coefficient a_i . Other coefficients a_{ij} are related to the interaction of effects x_i and x_j [21]. The general form of the polynomial model is written in the following form

$$y_i = a_0 + \sum_{i=1}^k a_i x_i + \sum_{i=1}^k a_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k a_{ij} x_i x_j \quad (2)$$

The developed form of polynomial model is written as below

$$y_i = a_0 + a_1 x_{i,1} + a_2 x_{i,2} + a_{12} x_{i,1} x_{i,2} + a_{11} x_{i,1}^2 + a_{22} x_{i,2}^2 + e_i \quad (3)$$

where $x_{i,1}$ is sliding speed factor; $x_{i,2}$ is pressure factor; y_i is response factor and e_i is gap between measured and predicted values obtained from the model of friction coefficient for any cycle i of dry-friction experience.

This modelling kind has advantages of: noting, through the coefficients values a_i , the predominance of each parameter compared to another; solving easily the i expressions by a matrix calculation using adapted software, and to have the possibility of analysing the interactions between the effects of parameters. The treatment of design of experiments consists on estimating, by the method of least squares, the P coefficients of a mathematical model while their number is lower than that of experiments performed [21]. By using "Matlab" for treatment of Eq. (2), we obtain the coefficients values by the following equation

$$a = ({}^tXX)^{-1} {}^tX y \quad (4)$$

where a is coefficient matrix; $({}^tXX)^{-1}$ is inverse of matrix (XX) ; tX is transpose of matrix X and y is experimental measured response.

3.2. Mathematical modelling

After estimating coefficients of models (friction; wear), we can now establish the mathematical models that linked response to factors. The models take the following forms

$$y_{Friction} = 0.213315 - 0.13918 x_1 + 0.0348933 x_2 + 0.140659 x_1^2 - 0.0226041 x_2^2 + 0.01782 x_1 x_2 \quad (5)$$

$$y_{Wear} = 1.9895 + 0.7616 x_1 + 0.3229 x_2 - 0.4421 x_1^2 + 0.0421 x_2^2 + 0.5765 x_1 x_2 \quad (6)$$

where $y_{Friction}$ is a predicted value of friction; y_{Wear} is predicted values of wear; x_1 is sliding speed value; and x_2 is applied pressure value.

Through the estimating vales of models coeffi-

cients and as a preliminary analysis, we can already indicate that the pressure acts slightly compared to sliding speed parameter in both friction and wear response.

3.3. Model quality

The Eq. (5) drifting from a statistical method is only an approximation of reality, from where appear the differences between the experimental and the prediction values. The estimate of coefficients of the second-degree polynomial model is based on test results, which are particular values with a random variable, for each treatment of design of experiments. So we have to make a judgment, by the quality of model coefficients, on the obtained results. We distinguish two types of qualities which are as follows.

3.3.1. Model validity

It makes possible to know the degree of rapprochement of the predicted values compared to the measured values. This coefficient translates the contribution of the model in the restitution of the measured response variation. It can be calculated by the relation (6).

$$R^2 = 1 - \frac{SSE}{SST} \quad (7)$$

where *SSE* is sum of squares of errors and *SST* is sum of squares total [22, 23].

In our case, the model validity coefficient is 0.950 and 0.830 for friction coefficient and wear rate model, it is estimated very good since it checks the following relation

$$0 \leq R^2 \leq 1. \quad (8)$$

3.3.2. Model reproducibility

It makes possible to judge the ability of the polynomial model to predict the response without carrying out other tests than those already done. Its theoretical value can vary between minus infinity ($-\infty$) and (+1), but the model is considered reproducible [23], if the value of Q^2 is close to 1.

$$Q^2 = 1 - \frac{PRESS}{TSS} \quad (9)$$

$$-\infty < Q^2 \leq 1 \quad (10)$$

where *PRESS* is prediction residual error sum of squares and *TSS* is total sum of squares.

The models reproducibility obtained by applying Eq. (9), of which Q^2 is 0.916 and 0.694 for friction coefficient and wear rate successively, are even good since both check Eq. (10).

The results mentioned before show that the quality of mathematical models obtained is satisfactory. So it means that the new responses values, obtained from models, will be close to experimental values.

4. Graphical analysis of the results

In this part, we will expose a series of results basing of course on the theory of design of experiments. The

curves below interpret the tribological behaviour of Ti_3SiC_2 , under the effect of the external parameters, during dry friction; they are traced in "Excel" and "Matlab".

4.1. Friction behaviour

Fig. 3 shows an exposition of real values of friction coefficient as a function of the applied pressure with different values of sliding speed: low, average and high. The linear values of sliding speed of: 5, 20, 40 and 60 m/s has been given by taking the significant values of the responses amongst others of many experimental responses, we have also taken into account the minimizing of the number of experiments to be carried out. Two types of curves are presented, the evolution of friction coefficient increases appreciably in most of them, except for 20 m/s which is rough, and continuous increasing for 5 and 60 m/s sliding speeds, however, it decreases considerably in the rest, notably on the 20 and 40 m/s curves. On the other hand, the friction coefficient exhibited from the Ti_3SiC_2 , appears less sensitive to the change induced by the pressure applied compared to that of the sliding speed. The variation of change is only about 0.1 in pressure-dependent but it exceeds 0.3 when the sliding speed increased from 5 to 60 m/s for a given pressure. A similar tendency variation of friction coefficient is exhibited, in reference [17], in which the highly pure Ti_3SiC_2 sliding dryly against the low carbon steel.

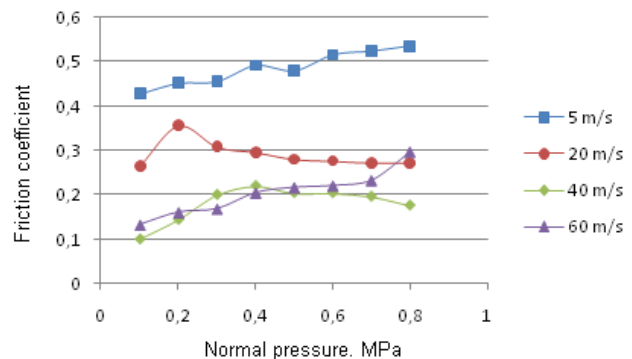


Fig. 3 Friction coefficients of Ti_3SiC_2 as a function of sliding speeds under the normal pressure

Among the advantages of design of experiments method is that the interaction between parameters is better investigated through the different graphical representations. Figs. 4, 5 show typical curves of simultaneous effect of the two parameters (sliding speed and pressure applied) on the friction coefficient variation, which are usually called Response-surface (Fig. 4) in 3D, and Iso-response contours (Fig. 5) in 2D, these last are only projection of response surfaces on the down plane. In addition to the experimental values on the graph (Fig. 3), there are, on the response surfaces and the lines of Iso-response plot, others values of friction coefficient calculated before by the mathematical model Eq. (5). Therefore, the response-surface and Iso-response exhibit descriptive and predictive values.

Through this we clearly see the evolution of the friction coefficient according to the parameters. At the initial stage of a continuous friction process, we note that for any selected sliding speed up to 23 m/s, the friction coefficient f remains almost constant and changes very

little with the increase in pressure between 0.1 MPa and 0.8 MPa; the contours of Iso-response remain nearly vertical on the graph for this case. It confirms once again that the pressure acts very little on the change of friction coefficient. On the other hand, we note, beyond a quoted speed, that the interaction speed-pressure is very visible since the contours are inclined and curved. As an example, by analysing the graph (Fig. 5) from bottom to top, for a speed of 40 m/s with increasing pressure, we report a different values of friction coefficient from 0.112 to 0.203 which means that the coefficient changed a several time compared to the first case. Generally, the graphs show, that the coefficient of friction decrease with increase of sliding speed on a large part of experimental field. However, there is an increase of the coefficient for a pressure of 0.54 MPa up to 0.8 MPa with high sliding speeds (57-60 m/s); that shall prove curious properties of the studied material.

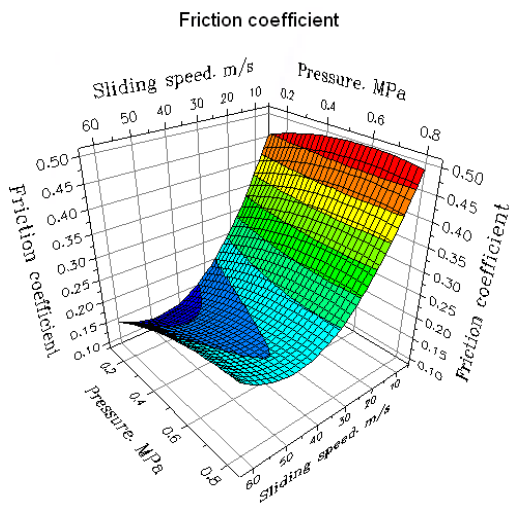


Fig. 4 Response-surface plot showing the effect of sliding speeds and normal pressure on friction coefficient

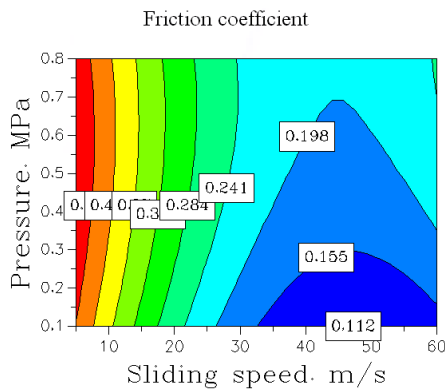


Fig. 5 Iso-response plot of friction coefficient as a function of sliding speeds under normal pressure

4.2. Wear behaviour

The Ti_3SiC_2 wear rates were investigated by weighting the mass loss for every given test conditions, then the data are reported on the graph (Fig. 6) as a function of sliding speed under normal pressure from 0.1 to 0.8 MPa. The way curves behave, appears almost as in the precedent ones, showing that the wear rate and friction coefficient have a similar dependence to the pressure, but it is different for the sliding speed; in fact, an increase on the

speed results in decrease of friction coefficient however, the wear rate increases. It is thus noticeable that the wear rate is less sensitive to the pressure compared to the sliding speed which is much depending. The wear rate varies in range of $(0.6-2.5) \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ under normal pressure from 0.1 to 0.8 MPa with different sliding speed levels, except for a high speed of 60 m/s, which increases to $3.8 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$.

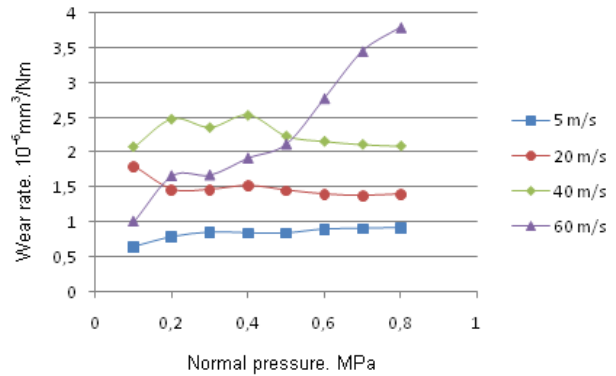


Fig. 6 Wear rates of Ti_3SiC_2 as a function of sliding speeds under the normal pressure

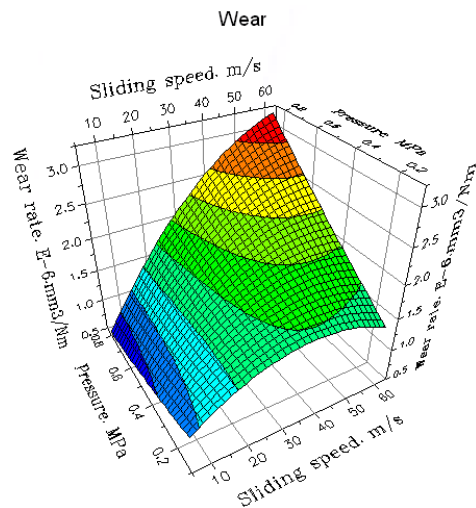


Fig. 7 Response-surface plot showing the effect of sliding speeds and normal pressure on wear rate

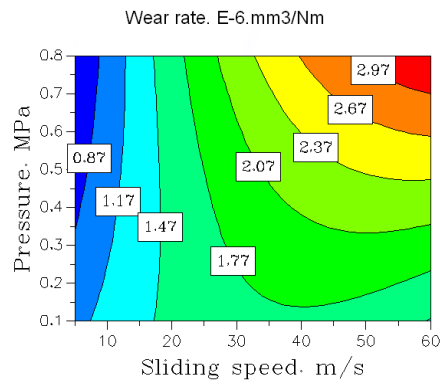


Fig. 8 Iso-response plot of wear rate as a function of sliding speeds under normal pressure

A simultaneous effect of both parameters discussed before, are illustrate on a typical representation of model equation in Response-surface (Fig. 7) and Iso-

responses contours (Fig. 8).

It should be remembered that the representations are traced by using experimental and prediction values of wear rate; those last are calculated before by the mathematical model Eq. (6). Therefore, the response-surface and Iso-response exhibit descriptive and predictive values. It constitute an interesting strong point of designs of experiments method, we can clearly see the evolution of wear rate depending of sliding speed and pressure. This evolution was animated by coloured areas; it converges towards the red zone with the increase in wear rate, and towards the blue zone with the decrease. Through this we remark, in some zone corresponding to the low sliding speed, that the wear rate exhibits a very slight change, the increase not exceed 0.3 when the sliding speed increased from 5 to 20 m/s under a given normal pressure from 0.1 to 0.8 MPa; which means that the pressure acts very little on the change of wear rate with low sliding speed. However, the variation of wear rate is remarkable, it exceeded 0.6 with increasing in sliding speed and it is very important with increase of interaction speed-pressure for a high sliding speed with which we record high values of wear rate (up to $3.8 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$). Of what confirms once again that the sliding speed remain the dominating factor, and as interaction has a big affect on the increase of wear rate.

5. Discussion

The results discussed on the present study shows that the friction coefficient and even the wear rate depend much, on first order, on sliding speed then on interaction speed-pressure. The Ti_3SiC_2 with 8% of TiC impurities exhibits a higher values of friction coefficient and relatively low values of wear rate for the low sliding speed, it is only in this case, in which they vary inversely in such a way that when the pressure increases, the friction coefficient increases and the wear rate decreases. However, they vary simultaneously in the rest of the results for average and high sliding speed under given normal pressure. A similar tendency variation of tribological behaviour of the studied material against corundum was exhibited, in reference [17], in which the highly pure Ti_3SiC_2 sliding dryly against the low carbon steel. The results reported from this last, were almost the same even the difference in sample and counterpart proportions. In fact, the impurities composition in the samples and the nature of counterpart materials, in the studied case, played the role of compensating factors, that is, the Ti_3SiC_2 contains 8% of TiC impurities, and as demonstrated elsewhere [12, 16], the hard TiC grain would increase the friction coefficient and the wear rate, however the corundum exhibits a lowly sliding resistance; it is noticeable that the rest of the test conditions were similar. On the other hand, the changing magnitude was larger in the second test with the same composition of sample of Ti_3SiC_2 in [17], which it is, in fact, related essentially to the counterpart chosen, since it is the only difference between conditions tests. It is worth to discuss the related factors resulting such response, to understand the dominant mechanism. The tribological behaviour, as discussed in many researches [1-18], is closely related to the mechanical, thermal and physicochemical factors. In our case, the corundum, because of its excellent mechanical properties, supposed that it would minimise the adverse effects as: the material transfer, frictional heat and chemi-

cal reaction; due to its high hardness, high temperature resistance and chemical inertness and as a biomaterial which it is used for special applications. However, a certain number of primarily physicochemical mechanisms enable the appearance of chemical composition on the surface of the material; they also act on the friction coefficient. By then, those compounds form films which are intercalated between the counterpart and the material, playing a role of a 3rd body. The tribological behaviour of this material becomes ambiguous at a given moment without understanding precisely how. However an explanation can be given for the various stages of variation of friction. Positively, on the first stage, the highly pure Ti_3SiC_2 exhibited a high friction coefficient and a quite low wear rate when it dryly slides against the corundum particularly under a higher sliding speed. Beside, the coefficient of friction is in perpetual reduction between 10 m/s and 40 m/s under every normal pressure, essentially, when two surfaces slide together, most of the work done by friction is turned into heat; consequently, the increase in heat, during friction, can modify the mechanical properties and metallurgical of sliding surfaces, thus providing a self-antifriction mechanism that results in reducing of the friction coefficient. Additionally, the heat favours the oxide formation which covers places on the sample's surface. This layer insulates partially and gradually the Ti_3SiC_2 from the corundum, therefore the coefficient decreases. Some literatures [24, 25] have shown that Ti_3SiC_2 can be oxidised at a certain temperature in air during a contact. An oxide film consisting of SiO_2 and TiO_2 is formed on the Ti_3SiC_2 surface; it is dense and adhesive which attributed in the decrease of friction coefficient [26, 27]. On the other hand, the remarkable increase of the friction coefficient for the high sliding speed under the high pressure beyond 0.4 MPa, whereas it decreases before this value, is probably caused by wrenching and sweeping of the oxides film which is rejected out, from the contact surface, by motion, then again the TiC grains reappear on the surface and incorporate in contact with corundum. So that leads to an increase in the friction coefficient which reaches the value of 0.245 under sliding speed of 60 m/s and a pressure of 0.8 MPa. The increase in temperature, during friction, seems also be a promoter factor, the growth rate of oxide film increases exponentially with the temperature [28]. However, it is limited by the diffusion speed of the slow-reacting element [29, 30]. Nevertheless, it was difficult for a film to be maintained on the friction surface at sufficiently high temperature, this is due to the change of its specific viscosity and the forces applied, in cause of high sliding speed that supports the wrenching. It is conceivable that a good oxide film with a higher percentage of coverage results in a smaller coefficient of friction, and a poor oxide film with a lower percentage of coverage results in a larger friction coefficient.

Although the influence of film and the temperature are visible, the presence of the TiC impurities seems to be a dominant factor. The comparison between the studies exposed in the quoted references (for Ti_3SiC_2 pure) and our results (for Ti_3SiC_2 with 8% of TiC impurities in hexagonal form plates formed by a reaction between Ti and C), confirms this assumption. These plates, which seem to be harder than the mother-material, increase the roughness of the friction surface; that causes a change of the tribological behaviour of the studied material, in other words a higher

friction coefficient.

6. Conclusions

1. The Ti_3SiC_2 with 8% of TiC impurities, sliding dryly against corundum, exhibits variant friction coefficient and wear rate of (0.53-0.1) and $(0.6-2.5) \times 10^{-6}$ mm³/Nm respectively, for a change of sliding speed of 5-60 m/s under normal pressure from 0.1 MPa to 0.8 MPa.

2. The modelling of tribological behaviour of Ti_2SiC_3 , by the design of experiments method, enabled us to display and illustrate the evaluation results graphically, under different facets; and advantageously, to have a prediction values of the parameters acting externally, without exceeding the experiment field between maximum and minimal values of sliding speed and pressure.

3. In addition to the remarkable dependence of the behaviour of the friction coefficient and the wear rate on sliding speed, pressure applied and their interaction; the hard TiC impurities, which are formed in material, can contribute in the interlocking tribological action on the Ti_3SiC_2 .

4. The knowledge of variation of cited parameters makes that the material in question can be controlled for how long it can perform satisfactorily or on its performance quality.

Reference

- Barsoum, M.W.** 2000. The MN+1AXN phases: a new class of solids, *Prog. Solid State Chem.* 28: 201-281. [http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6786\(00\)00006-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0079-6786(00)00006-6).
- Barsoum, M.W.; El-Raghy, T.** 1996. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 , *J. Am. Ceram. Soc.* 79: 1953-1956. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08018.x>.
- El-Raghy, T.; Zavalangos, A.; Barsoum, M.W.; Kalidinidi, S.** 1997. Damage mechanisms around hardness indentations in Ti_3SiC_2 , *J. Am. Ceram. Soc.* 80: 513-516. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb02861.x>.
- Low, I.M.; Lee, S.K.; Lawn, B.; Barsoum, M.W.** 1998. Contact damage accumulation in Ti_3SiC_2 , *J. Am. Ceram. Soc.* 81: 225-228. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1998.tb02320.x>.
- Radhakrishnan, R.; Williams, J.J.; Akinc, M.** 1999. Synthesis and high-temperature stability of Ti_3SiC_2 , *J. Alloys Compd.* 285: 85-88. [http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388\(99\)00003-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0925-8388(99)00003-1).
- Gao, N.F.; Miyamoto, Y.; Zhang, D.** 1999. Dense Ti_3SiC_2 prepared by reactive HIP, *J. Mater. Sci.* 34: 4385-4392. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1004664500254>.
- Li, J.F.; Pan, W.; Sato, F.; Watanabe, R.** 2001. Mechanical properties of polycrystalline Ti_3SiC_2 at ambient and elevated temperatures, *Acta Mater.* 49: 937-945. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00011-8](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00011-8).
- Radovic, M.; Barsoum, M.W.; El-Raghy, T.; Wiederhorn, W.E.** 2002. Luecke, Effect of temperature, strain rate and grain size on the mechanical response of Ti_3SiC_2 in tension, *Acta Mater.* 50: 1297-1306. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00424-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00424-4).
- Kooi, B.J.; Poppen, R.J.; Carvalho, N.J.M.; De Hosson, J.Th.M.; Barsoum, M.W.** 2003. Ti_3SiC_2 : a damage tolerant ceramic studied with nano-indentations and transmission electron microscopy, *Acta Mater.* 51: 2859-2872. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00091-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00091-0).
- Barsoum, M.W.; El-Raghy, T.; Rawn, C.; Porter, W.; Wang, H.; Payzant, A. et al.** 1999. Thermal properties of Ti_3SiC_2 , *J. Phys. Chem. Solids*, 60: 429-439. [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3697\(98\)00313-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3697(98)00313-8).
- Zhai, H.X.; Huang, Z.Y.; Zhou, Y.; Zhang, Z.L.; Wang, Y.F.; Ai, M.X.** 2004. Oxidation layer in sliding friction surface of high-purity Ti_3SiC_2 , *J. Mater. Sci.* 39: 6635-6637. <http://dx.doi.org/10.1023/B:JMSSC.0000044910.49066.35>.
- Zhai, H.X.; Huang, Z.Y.; Zhou, Y.; Zhang, Z.L.; Wang, Y.F.** 2005. Frictional layer and its antifriction effect in high-purity Ti_3SiC_2 and TiC-contained Ti_3SiC_2 , *Key Eng. Mater.* 280-283: 1347-1352. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.280-283.1347>.
- Huang, Z.Y.; Zhai, H.X.; Zhou, Y.; Wang, Y.F.; Zhang, Z.L.** 2005. Sliding friction behavior of bulk Ti_3SiC_2 under different normal pressures, *Key Eng. Mater.* 280-283: 1353-1356. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.280-283.1353>.
- Zhang, Z.L.; Zhai, H.X.; Huang, Z.Y.; Zhou, Y.; Li, S.B.** 2005. Self-lubricant effect of tri-oxidizing layer in surface of bulk Ti_3SiC_2 materials, *Mater. Sci. Forum* 475-479: 1259-1262. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.475-479.1259>.
- Zhang, Z.L.; Zhai, H.X.; Huang, Z.Y.; Li, C.W.** 2004. Tribo-chemical reaction in bulk Ti_3SiC_2 under sliding friction, *Key Eng. Mater.* 280-283: 1357-1360. <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.280-283.1357>.
- Sun, Z.M.; Zhou, Y.C.** 2002. Tribological behavior of Ti_3SiC_2 , *Mater. Sci. Technol.* 18: 142-145.
- Zhai, H.X.; Huang, Z.Y.; Ai, M.X.** 2006. Tribological behaviors of bulk Ti_3SiC_2 and influences of TiC impurities, *Materials Science and Engineering, A* 435-436: 360-370. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2006.07.056>.
- Zhenying, H.; Hongxiang, Z.; Minglin, G.; Xin, L.; Mingxing, A.; Yang, Z.** 2007. Oxide-film-dependent tribological behaviors of Ti_3SiC_2 , *Wear* 262 (9-10): 1079-1085. <http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2006.11.003>.
- Box, George E.P.; Hunter, William G.; Hunter, Stuart J.** 2005. *Statistics for Experimenters*, Second edition, New York.
- Goupy, J.** 1995. Plans d'expériences non conventionnels; Théorie et applications (ou comment sauver un plan raté), *J. Analusis.* 23(4): 152-158.
- Goupy, J.** 2006. Tutoriel : Les Plans d'Expériences, *Revue MODULAD.* No 34.
- Louvet, F.; Delplanque, L.** 2005. Les Plans d'expériences: une approche pragmatique et illustrée. *Design of Experiments: the French Touch.* Editeur: Expérimentique – ISBN 2-95251126-0-4.
- Montgomery, D.C.** 2004. *Design and Analysis of*

- Experiments, New York. 6th Edition, New York: Wiley.
24. **Barsoum, M.W.; El-Raghy, T.; Ogbuji, L.** 1997. Oxidation of Ti_3SiC_2 in air, *J. Electrochem. Soc.* 144: 2508-2516.
<http://dx.doi.org/10.1149/1.1837846>.
 25. **Li, S.B.; Cheng, L.F.; Zhang, L.T.** 2003. Oxidation behavior of Ti_3SiC_2 at high temperature in air, *Material Sciences Engineering A341*: 112-120.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00210-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00210-1).
 26. **Lim, S.C.; Ashby, M.F.; Brunton, J.H.** 1989. The effects of sliding conditions on the dry friction of metals, *Acta Metallica*, V37: 767-772.
[http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(89\)90003-5](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(89)90003-5).
 27. **Wilson, S.; Alpas, A.T.** 1999. Thermal effects on mild wear transitions in dry sliding of an aluminum alloy, *Wear* 225-229: 440-449.
[http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648\(99\)00017-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00017-4).
 28. **Li, S.B.; Xiang, W.H.; Zhai, H.X.; Zhou, Y.** 2008. Formation of TiC hexagonal platelets and their growth mechanism, *Powder Technology* 185: 49-53.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2007.09.018>.
 29. **Kubaschewski, O.; Hopkins, B.E.** 1962. Oxidation of Metals and Alloys, Butterworths, London, 319 p.
 30. **Beranger, G.; Armanet, F.; Lambertin, M.** 1989. Active Elements in Oxidation and their Properties, Role of Active Element in Oxidation Behaviour of High Temperature Metals and Alloys; ed. E.Lang, Elsevier, 33-51.
http://dx.doi.org/10.1007/978-94-009-1147-5_4.

S. Bendaoudi, M. Bounazef, E.A. Adda Bedia

Ti_3SiC_2 TURINČIO 8% TiC TRIBOLOGINIAI PRIVALUMAI LYGINANT SU KORUNDU

R e z i u m ė

Ištirta Ti_3SiC_2 , turinčio 8% TiC priemaišų, tribologinė elgsena esant sausam slydimui. Bandymai atlikti su tribometru, naudojant korundą kaip tiriamosios medžiagos, kurios santykinis drėgnumas kambario temperatūroje 20%, publikatą. Rezultatai rodo mažėjantį trinties koeficientą (0.53–0.1) ir didėjantį dilimo intensyvumą $(0.6–2.5) \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, kai slydimo greitis didėja nuo 5 iki 60 m/s esant normaliam slėgiui 0.1-0.8 MPa. Eksperimento matematinis modelis paaiškina tribologinę Ti_3SiC_2 elgseną kreivėmis ir grafikais, iliustruojančiais įvairius pramonėje pasitaikančius atvejus.

S. Bendaoudi, M. Bounazef, E.A. Adda Bedia

TRIBOLOGICAL PERFORMANCE OF Ti_3SiC_2 CONTAINING 8% TiC AGAINST THE CORUNDUM

S u m m a r y

The tribological behaviour of Ti_3SiC_2 containing 8% of TiC impurities, in dry-sliding, was experimentally investigated. The tests were performed on a tribometer, using corundum as a counterpart against a studied material, at room temperature with a relative humidity of 20%. The results show a decreasing friction coefficient (0.53-0.1) and an increasing wear rate $(0.6–2.5) \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, with a sliding speed increasing from 5 to 60 m/s and under a normal pressure in the range of 0.1-0.8 MPa. The mathematical model, obtained through a modelling by design of experiment method, explains the tribological behaviour of Ti_3SiC_2 with curves and graphs that show the different cases of its use in industry.

Keywords: Ti_3SiC_2 , tribological behaviour, dry-sliding, antifriction effect.

Received November 07, 2011

Accepted December 11, 2012