

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE L'EFFET DES PARAMÈTRES DE MISE EN OEUVRE ET DES
CONSTITUANTS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES
DES GARNITURES DE FREINS

HYCHEM BOUKEHILI

DÉPARTEMENT DE GÉNIE MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)
(GÉNIE MÉCANIQUE)

AOÛT 2008



Library and
Archives Canada

Published Heritage
Branch

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque et
Archives Canada

Direction du
Patrimoine de l'édition

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

ISBN: 978-0-494-46094-8

Our file Notre référence

ISBN: 978-0-494-46094-8

NOTICE:

The author has granted a non-exclusive license allowing Library and Archives Canada to reproduce, publish, archive, preserve, conserve, communicate to the public by telecommunication or on the Internet, loan, distribute and sell theses worldwide, for commercial or non-commercial purposes, in microform, paper, electronic and/or any other formats.

The author retains copyright ownership and moral rights in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

AVIS:

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque et Archives Canada de reproduire, publier, archiver, sauvegarder, conserver, transmettre au public par télécommunication ou par l'Internet, prêter, distribuer et vendre des thèses partout dans le monde, à des fins commerciales ou autres, sur support microforme, papier, électronique et/ou autres formats.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur et des droits moraux qui protègent cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

In compliance with the Canadian Privacy Act some supporting forms may have been removed from this thesis.

Conformément à la loi canadienne sur la protection de la vie privée, quelques formulaires secondaires ont été enlevés de cette thèse.

While these forms may be included in the document page count, their removal does not represent any loss of content from the thesis.

Bien que ces formulaires aient inclus dans la pagination, il n'y aura aucun contenu manquant.

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Cette thèse intitulée :

ÉTUDE DE L'EFFET DES PARAMÈTRES DE MISE EN OEUVRE ET DES
CONSTITUANTS SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES
DES GARNITURES DE FREINS.

présentée par: BOUKEHILI Hychem

en vue de l'obtention du diplôme de: Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. BALAZINSKI Marek, Ph.D., président

M. BOUKHILI Rachid, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. VADEAN Aurelian, Doct., membre

M. HUBERT Pascal, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes vifs remerciements à mon directeur de recherche, le professeur Rachid Boukhili, pour son excellente supervision, sa grande disponibilité et ses nombreux encouragements tout au long de ce projet. Son support et sa rigueur ont été grandement appréciés.

Je tiens également à remercier Messieurs Djebar Ait-Messaoud et Oussama Zebdi pour leur coopération d'une manière ou d'une autre à la réalisation de ce projet d'envergure.

Mes remerciements vont également à Messieurs Marek Balazinski, Aurelian Vadean, Pascal Hubert et Savadogo Oumarou pour avoir accepté de faire partie du jury d'examen de cette thèse.

Finalement, je ne peux ignorer l'appui moral de toute ma famille tout au long de mes études, en particulier mes parents.

Merci à tous ceux qui ont collaboré

RÉSUMÉ

Dans l'industrie des freins automobile pour pièce originale, une fois une formulation de garniture de frein approuvée par un constructeur automobile, aucune variation au niveau du cycle de moulage, de la constitution et de la concentration des ingrédients n'est tolérée à moins que tout le processus de certification, très coûteux, soit repris dès le début et ce jusqu'aux tests routiers. En effet, l'expérience sur plus d'un siècle d'utilisation des plaquettes de frein montre que de telles petites variations, peuvent avoir des effets non négligeables sur la stabilité du coefficient de frottement et sur la perte d'efficacité de freinage (Fade) et donc, sur la sécurité de l'utilisateur. L'objectif de cette thèse est de rationaliser cet état de fait par une étude systématique. Par conséquent, ce travail traite de l'effet des paramètres de mise en œuvre et des constituants sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique destinés au freinage automobile. Ces matériaux sont moulés par le procédé de moulage positif, généralement utilisé pour les pièces originales. Le comportement tribologique est étudié à travers l'un des tests normalisés les plus élaborés de l'industrie automobile (SAE J661) communément appelé le Chase Test. Le Chase Test se compose de sept étapes successives durant lesquelles un échantillon est soumis à des freinages sous diverses conditions de température et de chargement. Les divers graphes et tableaux de ce test sont analysés en termes de perte d'efficacité de freinage, d'usure, de recouvrement, d'effet de la température, etc.

Dans la première partie de la thèse, nous avons fabriqué des garnitures sous différentes conditions de moulage (pression, température et temps). L'augmentation de la température et de la pression de moulage améliore les propriétés mécaniques en compression et flexion mais diminue la stabilité dimensionnelle. Cependant, la stabilité dimensionnelle s'améliore quand le temps de moulage augmente. En ce qui concerne le comportement tribologique, les résultats des essais de Chase ont montré que l'augmentation de la température de moulage fait accroître les valeurs des coefficients

de frottement et améliore leur stabilité lors du freinage répété et du freinage à haute température. Cependant, la réponse globale reste fortement dépendante du temps de cycle de moulage qu'on souhaiterait le plus court possible. Pour le comportement des matériaux lors d'un freinage répété, nous avons noté que l'augmentation de la pression de moulage améliore la stabilité des coefficients de frottement des matériaux ayant un temps de moulage assez long. Cependant, l'effet sur freinage à haute température est négligeable. Pour le comportement en récupération, une pression de moulage élevée combinée à un temps de moulage assez long aide à stabiliser les valeurs des coefficients de frottement. Nous avons constaté que l'accroissement de la pression améliore fortement la résistance à l'usure.

Par la suite, nous avons étudié l'effet du choix et de la concentration de résine ainsi que de la post-cuisson sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologique. Pour cela, quatre formulations contenant chacune une résine phénolique différente ont été préparées. Ces dernières sont essentiellement une résine phénolique non modifiée, une résine phénolique modifiée avec du caoutchouc acrylonitrile-butadiène, une résine phénolique modifiée avec de l'époxy et enfin une résine phénolique modifiée avec du phosphore. Pour chacune de ces résines, trois concentrations ont été examinées. Les résultats des essais mécaniques et physiques montrent qu'accroître le taux de résine améliore le comportement mécanique. Cependant, la stabilité dimensionnelle de ces matériaux diminue. Les résultats des essais de Chase montrent que l'augmentation de la concentration de résine améliore le comportement au freinage et augmente aussi la résistance à l'usure de ces matériaux. La meilleure performance était obtenue avec la résine phénolique modifiée phosphore. Les résultats obtenus montrent aussi que le traitement thermique (post-cuisson) des matériaux présente un effet bénéfique sur le comportement au frottement des matériaux étudiés. Il a été établi que même si le traitement thermique fait diminuer légèrement les valeurs des coefficients de frottement, il améliore la stabilité de ces coefficients sur une large gamme de température et améliore la résistance à l'usure.

La dernière étape de ce travail a été consacrée à l'étude de l'effet de l'ajout des charges de remplissage sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique. Dans ce contexte, six différents types de charges minérales de remplissage ont été incorporés aux formulations de frottement : sulfate de baryum, carbonate de calcium, carbonate de calcium pulvérisé, mica, vermiculite expansée et talc. Les résultats des essais mécaniques et physiques ont montré que l'ajout de sulfate de baryum, carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé améliore les propriétés mécaniques et la stabilité dimensionnelle. Cependant, l'ajout de vermiculite, du mica et du talc fait diminuer les propriétés mécaniques ainsi que la stabilité dimensionnelle de ces matériaux. Les résultats des essais tribologiques obtenus montrent que l'ajout de carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé améliore le comportement au frottement et fait accroître la résistance à l'usure. Par contre, l'ajout de sulfate de baryum engendre une diminution de la performance de freinage à haute température et fait diminuer la résistance à l'usure de ces matériaux. Pour les charges de remplissage de mica, de vermiculite expansée et du talc, nous avons constaté que l'ajout de ces charges fait diminuer la résistance à l'usure des matériaux de frottement. D'un autre côté, nous avons constaté que l'ajout de mica et du talc induit une instabilité lors de freinage à haute température. Cependant, l'ajout de vermiculite expansée améliore le comportement au frottement et spécifiquement le comportement de récupération. Nous avons noté aussi que la résistance à l'usure des matériaux chargés de vermiculite expansée peut être améliorée en combinant la charge de vermiculite expansée avec la charge de remplissage du carbonate de calcium.

ABSTRACT

In the automotive brake friction industry, once a formulation of brake lining is approved by a car manufacturer, any variation of the molding cycle, composition and concentration of the ingredients is not tolerated, unless subjected to the whole very expensive certification process, from mixing ingredients to instrumented City Traffic Tests. Indeed, experience gained over more than one century of use of the brake pads shows that such small variations, can have considerable effects on the stability of the coefficient of friction and on the loss of effectiveness of braking (FADE) and thus; on the safety of the user. The objective of this thesis is to scientifically rationalize this established empiric fact by a systematic study. Consequently, this work deals with the effect of the processing parameters and ingredients type and concentration on the physical, mechanical and tribological properties of low metallic and ceramic friction materials.

These materials are molded by the process of positive molding generally used to manufacture original brake linings. The tribological behavior is studied through one of the most important standard tests in the friction industry (SAE J661) commonly called the CHASE Test. Chase tests require cutting up a brake lining into test blocks and running them on the inside circumference of a cast iron, simulated brake drum. The Chase Test is composed of seven successive stages during which the sample is subjected to braking under various conditions of temperature and loading. The various graphs and tables resulting from this test are analyzed in terms of fade, wear, recovery, effect of the temperature, etc.

In the first part of the thesis, brake pads were manufactured under various molding conditions (pressure, temperature and cure cycle). It is found that the increase in the temperature and the pressure of molding improve the mechanical properties in compression and flexure but decrease the dimensional stability. However, dimensional stability improves when the time of molding increases. With regard to the tribological

behavior, the results of the Chase tests showed that the increase in the molding temperature increase the coefficient of friction and improves its stability under repeated braking and high temperature braking. However, the overall behavior remains strongly dependent on the cycle time, which; brake industry wish shortest. Combined increase of molding pressure and curing time improves the stability of the coefficient of friction under repeated braking. The same effect is observed for the recovery behavior. However, the effect on braking at high temperature is negligible.

Thereafter, the effect of the type of resin, its concentration as well as post-curing on the physical, mechanical and tribological properties is thoroughly studied. For this purpose, four formulations containing each one a different phenolic resin were prepared. These are a non-modified phenolic resin, a phenolic resin modified with rubber acrylonitrile-butadiene, a phenolic resin modified with epoxy, and finally, a phenolic resin modified with phosphorus. For each one of these resins, three concentrations were examined. The increase in the resin concentration improves the mechanical behavior. However, the dimensional stability decreases. The Chase tests show that the increase in the resin concentration improves the braking behavior and wear resistance. The best performance is obtained with the modified phosphorus phenolic resin. It is also shown that post-curing has a beneficial effect on the behavior of friction materials. It was established that even if post-curing slightly decreases the coefficient of friction; it improves the stability of these coefficients on a broad range of temperature and improves wear resistance.

The last part of this thesis is devoted to the study of the effect of fillers on the physical, mechanical and tribological properties of friction materials. In this context, six various types of mineral fillers are incorporated in the formulations: barium sulphate, calcium carbonate, pulverized calcium carbonate, mica, expanded vermiculite and talc. The results of the mechanical and physical tests show that barium sulphate addition, calcium carbonate and of pulverized calcium carbonate improves the mechanical properties and

dimensional stability. However, the addition of vermiculite, mica and talc decrease the mechanical properties and the dimensional stability of these materials. The results of the tribological tests show that the addition of calcium carbonate and pulverized calcium carbonate improves the friction behavior and wear resistance. On the other hand, the barium sulphate addition reduces the braking performance at high temperature and decreases the wear resistance of these materials. It is shown that the additions of mica, expanded vermiculite and talc fillers, decrease the wear resistance and induce instability when braking at high temperature. However, the expanded vermiculite addition improves recovery behavior. It is also noted that wear resistance of expanded vermiculite filled materials can be improved by adding calcium carbonate fillers.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS	iv
ABSTRACT	viii
TABLE DES MATIÈRES.....	xi
LISTE DES FIGURES	xvi
LISTE DES TABLEAUX	xxii
LISTE DES SYMBOLES	xxiv
INTRODUCTION.....	1
OBJECTIFS DE LA RECHERCHE	3
CHAPITRE 1 - RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE	5
1.0 Matériaux de frottement pour la garniture de frein des véhicules à moteur.	5
1.1 Freins	5
1.1.1 Frein à tambour.....	5
1.1.2 Frein à disque	6
1.1.3 Comparaison entre le frein à tambour et à disque	7
1.2 Garniture de frein	8
1.2.1 Caractéristiques générales des contre-matériaux.....	12
1.2.2 Frottement des garnitures	15
1.2.3 Usure des garnitures	17
1.2.4 Fade et recouvrement	20
1.3 Classification des garnitures de frein	21
1.3.1 Garniture de type semi-métallique	22
1.3.2 Garniture de frein de type organique ou NAO	23
1.3.3 Garniture de frein de type céramique	24
1.4 Composition des garnitures de frein.....	25
1.4.1 Liant.....	26
1.4.2 Fibres de renforcement	32
1.4.3 Charges diverses	43

1.4.3.1	Abrasifs.....	44
1.4.3.2	Lubrifiants	45
1.5	Mise en forme des matériaux de frottement destinés au freinage	49
1.5.1	Procédés de moulage des matériaux de frottement	50
1.5.1.1	Moulage instantané - Flash molding	50
1.5.1.2	Moulage positif - Positive molding	52
1.5.2	Effet des paramètres de mise en forme sur le comportement des matériaux de frottement.....	54
1.5.3	Gonflement et croissance des garnitures de frein.....	56
1.6	Mécanisme physique de frottement mis en jeu au contact	57
1.6.1	Principales caractéristiques de la surface de contact.....	58
1.6.2	Génération des particules	60
1.6.3	Formation et évolution des plaques portantes	60
CHAPITRE 2 - MÉTHODES EXPÉRIMENTALES		62
2.1	Étude de l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile	62
2.1.1	Matériaux, formulations et moulage.....	62
2.2	Effet de la résine sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile.....	67
2.3	Effet des charges de remplissage sur les propriétés physique, mécanique et tribologique des garnitures de frein	70
2.4	Caractérisation des matériaux de frottement étudiés.....	72
2.4.1	Caractérisation thermique.....	72
2.4.2	Analyse thermogravimétrique (ATG)	73
2.4.3	Calorimétrie différentielle à balayage (DSC).....	74
2.5	Caractérisation physique	75
2.5.1	Mesure de densité	75
2.5.2	Gonflement et croissance	77

2.6	Caractérisations mécaniques	78
2.6.1	Essais en flexion	78
2.6.2	Essais en compression	79
2.7	Tests de frottement	80
2.8	Caractérisation microscopique	84
CHAPITRE 3 - EFFET DES PARAMÈTRES DE MISE EN OEUVRE SUR LES		
PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES		
MATÉRIAUX DE FROTTEMENT		
3.1	Introduction	85
3.2	Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux	85
3.2.1	Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques	86
3.2.1.1	Densité	86
3.2.1.2	Gonflement et croissance	90
3.2.2	Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés mécaniques 96	
3.2.2.1	Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement en compression	96
3.2.2.2	Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement en flexion 101	
3.3	Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement tribologique des matériaux	108
3.3.1	Effet de la température de moulage sur le comportement tribologique	109
3.3.1.1	Effet de la température de moulage sur le comportement des matériaux lors d'un freinage répété	109
3.3.1.2	Effet de la température de moulage sur le comportement au fade 112	
3.3.1.3	Effet de la température de moulage sur le comportement de recouvrement	117

3.3.2	Effet de la pression de moulage sur le comportement tribologique .	123
3.3.2.1	Effet de la pression de moulage sur le comportement des matériaux lors d'un freinage répété	123
3.3.3	Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement à l'usure	133
CHAPITRE 4 - EFFET DE LA RÉSINE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES MATÉRIAUX DE FROTTEMENT..		
4.1	Introduction	140
4.2	Caractérisations thermiques.....	142
4.2.1	Caractérisation par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	142
4.2.2	Caractérisation thermogravimétrique	145
4.3	Effet des résines sur les propriétés mécaniques des matériaux étudiés....	147
4.4	Caractérisations physiques	153
4.4.1	Mesures de densité	153
4.5	Mesures du gonflement et de la croissance	156
4.6	Caractérisation tribologique	159
4.6.1	Effet de la concentration de la résine	159
4.6.1.1	Comportement au frottement.....	159
4.6.1.2	Comportement à l'usure	168
4.6.2	Influence du type de résine.....	173
4.6.2.1	Comportement au frottement.....	173
4.6.2.2	Comportement à l'usure	180
CHAPITRE 5 - EFFET DES CHARGES DE REMPLISSAGE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES MATÉRIAUX DE FROTTEMENT		
5.1	Introduction	182
5.2	Effet des différentes charges de remplissage sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement	183
5.2.1	Observation microscopique des différentes charges étudiées	183

5.2.2	Effet des charges de remplissage sur les propriétés mécaniques.....	184
5.2.3	Effet des charges de remplissage sur les propriétés physiques	186
5.2.3.1	Mesure de densité	186
5.2.3.2	Mesure de la dureté	187
5.2.3.3	Mesure du gonflement et de la croissance.....	188
5.2.4	Effet des charges de remplissage sur les caractéristiques tribologiques	190
5.2.4.1	Comportement au frottement.....	190
5.2.4.2	Comportement au recouvrement des matériaux	195
5.2.4.3	Comportement à l'usure.....	199
5.2.4.4	Observation microscopique	200
5.3	Effet de la combinaison des charges de remplissage sur le comportement tribologique des matériaux de frottement.....	201
5.3.1	Comportement au frottement.....	203
5.3.2	Comportement à l'usure.....	205
5.3.3	Microscopie électronique à balayage	206
5.4	Effet de la concentration de la baryte sur le comportement tribologique des matériaux de frottement.....	208
5.4.1	Effet de la concentration de la baryte sur le comportement au frottement	208
5.4.2	Effet de la concentration de la baryte sur le comportement à l'usure	211
CONTRIBUTION ORIGINALE		228
RÉFÉRENCES		230

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 - Frein à tambour.....	6
Figure 1.2 - Frein à disque.....	7
Figure 1.3 - Frein à disque perforé.	7
Figure 1.4 - Garniture de frein (a) à disque (b) à tambour.	9
Figure 1.5 - Garniture de frein.....	10
Figure 1.6 - Représentation schématique de deux corps en contact.....	16
Figure 1.7 - Paramètres qui influencent la performance au frottement et à l'usure d'un matériau de frottement lors de glissement en mode d'usure abrasif [16].....	19
Figure 1.8 - Réaction de polycondensation d'une résine phénolique.....	27
Figure 1.9 - Formation du réseau tridimensionnel lors de cuisson d'une résine phénolique.	27
Figure 1.10 - Réaction de cuisson d'une résine phénolique en présence de HMTA.....	28
Figure 1.11 - Variation du coefficient du frottement et du taux d'usure en fonction du pourcentage volumique de fibre d'aramides [69].....	36
Figure 1.12 - Variation du coefficient de frottement des composites renforcés de fibres de carbone en fonction de (a) la charge (b) la vitesse (c) la température [75].	40
Figure 1.13 - Effet de la température sur : (a) coefficient de frottement, (b) taux d'usure pour plusieurs composites i) composite à base de fibre de verre, (ii) kevlar/verre, (iii) fibre d'acier, (iv) kevlar/acier [77].	41
Figure 1.14 - Variation du coefficient de frottement en fonction du temps à trois niveaux d'humidité (a) graphite, (b) MoS ₂ , (c) Sb ₂ S ₃ , (d) sans lubrifiant solide [87].	47
Figure 1.15 - Schématique de la fabrication des matériaux de frottement destinés au freinage.	51
Figure 1.16 - Schéma du procédé du moulage instantané.	52
Figure 1.17 - Schéma du procédé du moulage positif.	53
Figure 1.18 - Vue générale de contact réel d'une garniture de frein [94].	59

Figure 1.19 - Situation de contact entre une garniture organique et un disque de frein [94].	59
Figure 1.20 - Plaque de troisième corps.	60
Figure 2.1 - Schéma du mélangeur.	64
Figure 2.2 - Moule utilisé pour fabriquer les plaquettes de freins.	66
Figure 2.3 - Machine de thermogravimétrie.	73
Figure 2.4 - Machine de DSC.	75
Figure 2.5 - Densimètre.	76
Figure 2.6 - Montage pour le test de compression.	80
Figure 2.7 - Machine du test de Chase.	81
Figure 2.8 - Échantillon préparé pour le test de Chase.	81
Figure 3.1 - Expansion thermique temporaire des matériaux étudiés sous les différentes pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	91
Figure 3.2 - Expansion thermique permanente des matériaux étudiés sous les différentes pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	95
Figure 3.3 - Effet des paramètres de cuisson sur la résistance en compression pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	98
Figure 3.4 - Effet des paramètres de cuisson sur les modules en compression pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	102
Figure 3.5 - Effet des paramètres de cuisson sur la résistance en flexion pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	105
Figure 3.6 - Effet des paramètres de cuisson sur les modules en flexion pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	107

Figure 3.7 - Effet des paramètres de cuisson sur le freinage répété pour les matériaux moulés sous différentes température de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 200°C.	111
Figure 3.8 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-1 pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.	114
Figure 3.9 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-2 pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.	116
Figure 3.10 - Détermination de la valeur de $\Delta\mu$.	117
Figure 3.11 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-1 pour les trois températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.	120
Figure 3.12 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-2 pour les trois températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.	122
Figure 3.13 - Effet des paramètres de cuisson sur le freinage répété pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 200°C.	125
Figure 3.14 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-1 pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	126
Figure 3.15 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-2 pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	128
Figure 3.16 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-1 pour les trois pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	130
Figure 3.17 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-2 pour les trois pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	132
Figure 3.18 - Valeurs de perte de masse des différents matériaux en fonction de la température et du temps de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.	135

Figure 3.19 - Valeurs des pertes d'épaisseur des différents matériaux en fonction des températures de moulage sous pression de moulage de (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.....	138
Figure 4.1 - Thermogrammes des profils de flux de chaleur des quatre résines.	143
Figure 4.2 - Profil de degré de conversion en mode dynamique pour les résines.	145
Figure 4.3 - Analyse thermogravimétrique des quatre résines.	146
Figure 4.4 - Valeurs des résistances de compression et des modules en compression des matériaux.	150
Figure 4.5 - Valeurs de résistance en flexion (a) et module en flexion (b) des matériaux.	152
Figure 4.6 - Expansion thermique temporaire mesurée pour les différents matériaux.	158
Figure 4.7 - Expansion thermique permanente mesurée pour les différents matériaux.	158
Figure 4.8 - Variation du coefficient de frottement des matériaux de frottement à base de résine non modifiée durant : a) étape de ligne de base-1, b) étape de ligne de base-2	161
Figure 4.9 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade 1 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée	163
Figure 4.10 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-1 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.....	164
Figure 4.11 - Perte de recouvrement-1.	165
Figure 4.12 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade-2 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.....	166
Figure 4.13 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-2 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.....	167
Figure 4.14 - Perte de recouvrement-2.	167
Figure 4.15 - Taux d'usure des matériaux à base de résines S et RP.	168

Figure 4.16 - Micrographies illustrant les surfaces usées des matériaux :	
a) S1, b) S2, et c) S3.	171
Figure 4.17 - Micrographies illustrant les surfaces usées des matériaux :	
a) S1, b) S2 (b) et c) S3.	172
Figure 4.18 - Variation du coefficient de frottement des matériaux de frottement durant :	
a) étape de ligne de base-1, b) étape de ligne de base-2.	174
Figure 4.19 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade 1 pour les différents matériaux.	175
Figure 4.20 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-1 pour les différents matériaux.	176
Figure 4.21 - Perte de recouvrance-1.	177
Figure 4.22 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade 1 pour les différents matériaux.	178
Figure 4.23 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-2 pour les différents matériaux.	179
Figure 4.24 - Perte de recouvrement-2.	179
Figure 4.25 - Taux d'usure des matériaux à base de différentes résines.	180
 Figure 5.1 - Micrographes MEB des charge de remplissages : (a) baryte, b) carbonate de calcium, c) piqua, d) mica et (e) vermiculite.	184
Figure 5.2 - Expansion thermique temporaire mesurée pour les différents matériaux.	189
Figure 5.3 - Expansion thermique permanente mesurée pour les différents matériaux.	190
Figure 5.4 - Courbes des différentes étapes du test de Chase pour les différents matériaux étudiés : a) ligne de base; b) fade-1; c) fade 2; d) ligne de base 2.	194
Figure 5.5 - Variation de $\Delta\mu$ durant les étapes de récupération pour les différents matériaux : (a) durant l'étape de recouvrement-1	
(b) durant l'étape de recouvrement-2.	197
Figure 5.6 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.	200

Figure 5.7 - Micrographes illustrant les surfaces usées après frottement des matériaux (a) LM, (b) baryte, (c) carbonate de calcium, (d) piqua, (e) mica et (f) vermiculite (g) talc.	202
Figure 5.8 - Courbes enregistrées durant l'étape de fade-2 des différents matériaux. .	204
Figure 5.9 - Variation de $\Delta\mu$ durant les étapes de récupération pour les différents matériaux durant l'étape de recouvrement-2.	205
Figure 5.10 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.	206
Figure 5.11 - Micrographes illustrant les surfaces usées après frottement des matériaux (a) VC, (b) VB, (c) VM et (d) VT.	207
Figure 5.12 - Courbes des différentes étapes du test de Chase pour les différents matériaux étudiés : a) fade- 2 et b) recouvrement-2.	210
Figure 5.13 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.	211

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 - Qualités requises pour un matériau de garniture de frein [2]	11
Tableau 1.2 - Composition de la fonte grise.....	13
Tableau 1.3 - Composition typique des garnitures de frein- vol (%) [37]	25
Tableau 1.4 - Caractéristiques comparatives de quelques fibres utilisées dans les formulations des garnitures de frein [42]	42
Tableau 1.5 - Caractéristiques des différents matériaux [37].....	48
Tableau 2.1 - Formulation du matériau de frottement faible-métallique étudiée.....	63
Tableau 2.2 - Caractéristiques de la résine phénolique de type novolaque utilisée	63
Tableau 2.3 - Valeurs des paramètres de cuisson étudiés	67
Tableau 2.4 - Caractéristiques physico-chimiques des résines étudiées	69
Tableau 2.5 - Variables et désignations dans les formulations faibles métalliques	70
Tableau 2.6 - Formulation du matériau de frottement faible-métallique étudiée.....	71
Tableau 2.7 - Propriétés des charges de remplissage utilisées	72
Tableau 2.8 - Classification du coefficient de frottement [106]	84
Tableau 3.1 - Densités et porosités des matériaux étudiés	89
Tableau 3.2 - Résultats des essais de compression pour les différents matériaux étudiés	97
Tableau 3.3 - Résultats des essais de flexion pour les différents matériaux	104
Tableau 3.4- Résumé de l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique	139
Tableau 4.1 - Variables et désignations des matériaux étudiés	141
Tableau 4.2 - Résultats des essais de DSC en mode dynamique des résines	143
Tableau 4.3 - Résultats de caractérisation thermogravimétrique des résines étudiées.	147

Tableau 4.4 - Résultats des tests mécaniques sur les matériaux étudiés	148
Tableau 4.5 - Densité des matériaux	155
Tableau 5.1 - Résultats des essais de flexion et de compression pour les matériaux...	186
Tableau 5.2 - Densité des différents matériaux	187
Tableau 5.3 - Dureté mesurée pour les différents matériaux.....	187
Tableau 5.4 - Coefficient de frottement à chaud et à froid des matériaux	192
Tableau 5.5 - Résumé de l'analyse des résultats de caractérisation	198

LISTE DES SYMBOLES

$a(T)$:	facteur de force de chargement à température T
$b(T)$:	facteur de vitesse à température T
E_c :	module de compression
E_f :	module de flexion
F_n :	force normale
F_t :	force tangentielle
P :	dilatation thermique permanente
P :	taux de porosité
T :	dilatation thermique temporaire
T_f :	température de terminaison de la réaction
T_i :	température d'initiation de la réaction
T_p :	température du pic du flux de chaleur
S_g :	gravité spécifique
V :	pourcentage de compactage
V :	vitesse de glissement
W_0 :	poids de la garniture avant le test de Chase
W_1 :	poids de la garniture après le test de Chase
$W\%$:	pourcentage de la partie de masse
ΔH_t :	chaleur de réaction instantanée dégagée
ΔH_R :	chaleur de réaction totale dégagée
ρ_E :	densité expérimentale
ρ_t :	densité théorique
α_t :	degré de conversion à un temps t
σ_{Cmax} :	contrainte ultime en compression
σ_{Fmax} :	contrainte ultime en flexion
μ :	coefficient de frottement

- $\mu(T)$: coefficient de frottement à température T
- $\Delta\mu$: différence entre le coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade et celui enregistré durant l'étape de recouvrement

Abréviations

- B: matériau contenant la charge de remplissage de sulfate de baryum
- C: matériau contenant la charge de remplissage de carbonate de calcium
- E: résine phénolique modifiée avec de l'époxy
- LM: matériau qui ne contient aucune charge de remplissage
- M: matériau contenant la charge de remplissage de mica
- N: résine phénolique modifiée avec du caoutchouc acrylonitrile-butadiène
- P: matériau contenant la charge de remplissage de carbonate de calcium pulvérisé
- P.E.F: perte d'efficacité de freinage à haute température
- RP: résine phénolique modifiée avec du phosphore
- S: résine phénolique non modifiée
- S1: matériau non post-cuit contenant 6% en masse de résine non modifiée
- S1-C: matériau post-cuit contenant 6% en masse de résine non modifiée
- S2: matériau non post-cuit contenant 12% en masse de résine non modifiée
- S2-C: matériau post-cuit contenant 12% en masse de résine non modifiée
- S3: matériau non post-cuit contenant 18% en masse de résine non modifiée
- S3-C: matériau post-cuit contenant 18% en masse de résine non modifiée
- T: matériau contenant la charge de remplissage de talc
- V: matériau contenant la charge de remplissage de vermiculite

INTRODUCTION

Une voiture en mouvement possède une certaine énergie. Pour la stopper, ou tout simplement la ralentir, il faut dissiper cette énergie en totalité ou partiellement. Ce rôle revient au système de freinage qui disperse l'énergie de la voiture sous forme de chaleur par frottement. On constate d'ores et déjà que le frein à friction, dans son mode de fonctionnement et comme puits de chaleur, va se révéler à terme incapable d'évacuer l'énergie mise en jeu lors des différents types de freinage et que les matériaux entrant dans sa constitution atteignent leurs limites tant en terme d'échauffement que d'usure. Des recherches sont concentrées afin d'apporter de nouvelles perspectives dont l'intérêt serait multiple, notamment par un gain de capacité d'évacuation d'énergie, une diminution de l'usure et une réduction de masses non suspendues.

Le principe du freinage est basé sur l'effet de frottement obtenu par le contact de deux matériaux spécifiques (plaquettes/disques). Dans l'action, le système dans son intégralité est soumis à de fortes contraintes sous des températures élevées. Le système de freinage comporte des garnitures en composite et un disque qui favorise les échanges et donc l'évacuation de la chaleur. Cette configuration constitue un puits de chaleur, c'est-à-dire que l'énergie thermique est emmagasinée au moment du coup de frein dans la structure, puis évacuée lentement par rayonnement et convection naturelle. Le dimensionnement de tels systèmes est en grande partie conditionné par les températures et les flux spécifiques maximaux que peuvent supporter les matériaux de frottement. Or, les conditions d'exploitation actuelles et futures étant de plus en plus sévères, certains ingrédients entrant dans la constitution des freins à friction atteignent aujourd'hui leurs limites en termes d'énergie pouvant être dissipée et ceci se traduit par des échauffements et usure importante.

En réalité, le nombre d'ingrédients potentiels pouvant être utilisé dans les matériaux de friction dépasse 800 [1]. Dans l'état actuel de la connaissance dans le domaine des

matériaux de friction, ce grand nombre est plutôt source de confusion que de solutions, En effet, à part l'expérience du terrain accumulée au cours des décennies, il n'existe aucune théorie permettant de prévoir correctement la qualité d'une garniture de frein à partir des ingrédients choisis à priori. Habituellement, le choix des garnitures de frein est basé sur des tests industriels standard réalisés sur des plaquettes de matériaux vierges. En réalité, le succès d'une formulation n'est constaté qu'après quelques milliers de kilomètres d'utilisation sous différentes conditions. Cette situation est la preuve la plus flagrante que les méthodes de sélection ne sont pas au point et ne répondent pas aux besoins. D'ailleurs, les fournisseurs de pièces originales (OEM) se basent de manière systématique sur des essais sur route très coûteux afin de valider leurs formulations. Évidemment, l'idéal serait de recourir aux tests réels uniquement pour les formulations les plus prometteuses.

La thèse est organisée en six chapitres. Le premier chapitre introduit le lecteur aux définitions et généralités sur les matériaux de frottement et le freinage et expose les différents résultats et techniques expérimentales obtenus par d'autres chercheurs dans ce domaine. Nous tenterons de décrire les freins à disque et les freins à tambour. Par la suite, nous mettrons l'emphasis sur les garnitures de frein (matériau de frottement), leur classification et leur composition typique. Nous rapporterons les principales propriétés requises par les matériaux de friction. Finalement, nous discuterons les mécanismes de frottement mis en jeu lors du contact garniture/disque (freinage).

Dans le deuxième chapitre, les méthodes expérimentales employées dans cette recherche sont décrites en détail. Nous présentons le procédé de fabrication, la composition des matériaux étudiés ainsi que les méthodes et normes de caractérisation physique, mécanique et tribologique.

Le troisième chapitre sera consacré à l'étude de l'effet des paramètres de fabrication, pression, température et durée de cycle de moulage sur le comportement mécanique et

tribologique des matériaux de frottement. Comme tous les matériaux hétérogènes, les matériaux de frottement présentent des comportements mécaniques et tribologiques complexes. En effet, par analogie avec des observations faites sur les matériaux composites traditionnels, on s'attend à ce que le comportement change. Nous faisons donc varier la pression, la température et le temps de moulage. Nous comparons ensuite la réponse mécanique et tribologique de ces matériaux de frottement.

Le chapitre quatre est consacré à l'étude de l'effet du type et de la concentration de résine sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement. Le chapitre 5 a été dédié à l'étude de l'effet des différentes charges de remplissage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement.

Le chapitre six traite de la discussion générale des résultats auxquels nous avons abouti et finalement, une conclusion met le point sur les faits saillants de ce projet de recherche.

OBJECTIFS DE LA RECHERCHE

L'objectif général de cette étude est d'évaluer l'effet des paramètres de fabrication ainsi que le type de résine et les charges de remplissage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile. Afin de réaliser cet objectif général, nous avons fixé les objectifs spécifiques suivants :

- 1- Fabriquer des matériaux de frottement de type faible-métallique sous différentes conditions de moulage.
- 2- Fabriquer des matériaux de frottement à base de différentes concentrations et types de résine.
- 3- Fabriquer des matériaux de frottement à base de différents types de charge de remplissage.

- 4- Évaluer l'effet des paramètres de fabrication; temps, température et pression de moulage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux moulés.
- 5- Évaluer l'effet de type et de la concentration de quatre différentes résines commerciales sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux moulés.
- 6- Évaluer l'effet de type de charge de remplissage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux moulés.

Il est important de noter que la réalisation pratique de ces objectifs doit être précédée par une recherche bibliographique. Cette recherche nous permettra de faire le point sur l'état des connaissances dans le domaine des matériaux de frottement et de documenter la méthode expérimentale.

CHAPITRE 1 - RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

1.0 Matériaux de frottement pour la garniture de frein des véhicules à moteur

1.1 Freins

La plupart des voitures actuelles ont leur freinage assuré à plus de 80 % par les roues avant. C'est pourquoi elles sont généralement équipées de freins à disque à l'avant, plus durables et plus efficaces, et de freins à tambour à l'arrière.

1.1.1 Frein à tambour

Le frein à tambour est solidaire à la roue (figure 1.1). Grâce à la pression du circuit de freinage, les pistons des cylindres de roues repoussent les mâchoires de freins, les garnitures se plaquent contre les tambours et le frottement freine la rotation. Les tambours sont construits en alliage d'aluminium (légèreté et bonne conductibilité thermique) ou en fonte (grande résistance à l'abrasion). Ils doivent pouvoir s'échauffer sans se déformer et évacuer rapidement la chaleur; les segments, au nombre de deux par roue, en forme d'arc de cercle, sont recouverts d'une garniture à coefficient de frottement élevé. Les caractéristiques recherchées dans ce type de frein sont la légèreté, la résistance à l'abrasion, la stabilité du coefficient de frottement et la bonne conductibilité thermique afin d'évacuer rapidement la chaleur produite pendant le freinage. En réalité, il y a plusieurs désavantages à ce type de frein, le principal étant la très mauvaise évacuation de la chaleur et donc le peu d'endurance de ces freins. Autre inconvénient, la poussière des garnitures est mal évacuée et empêche un bon contact entre les garnitures et le tambour et provoque les bruits.

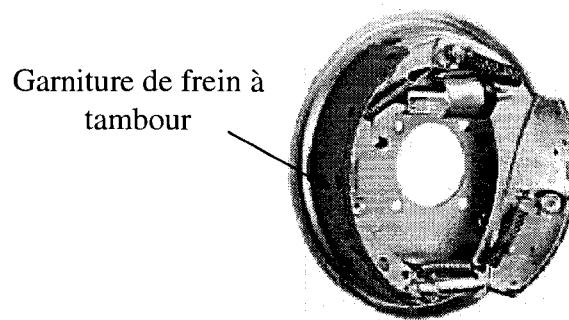


Figure 1.1- Frein à tambour.

1.1.2 Frein à disque

Le frein à disque est apparu pour la première fois en 1902 sur une voiture Lanchester 18 HP, mais avec des résultats peu satisfaisants faute de matériaux adéquats. En 1953, après des années de recherches et d'essais, les techniciens de Dunlop réussirent à mettre au point des freins à disque. Les avantages présentés par ces nouveaux freins étaient de nature à les faire imposer rapidement malgré des tentatives d'amélioration des freins à tambour. Dès la fin des années cinquante, les freins à disque équipèrent un nombre toujours croissant de voitures pour être finalement universellement utilisés. Ils se composent d'un disque de frein et d'un étrier supportant les plaquettes de freins (figure 1.2). Lorsque l'automobiliste agit sur la pédale de freins, il crée une pression hydraulique fournie par le maître cylindre qui permet à l'étrier de presser les plaquettes sur le disque de façon à ralentir sa rotation jusqu'à la complète immobilisation si nécessaire. Les disques de freins doivent présenter, en règle générale, des caractéristiques analogues à celles des tambours : légèreté, résistance à l'usure et bonne conductibilité thermique. Ils sont normalement réalisés en fonte grise. À chaud, en présence de projection d'eau, les disques en fonte ne présentent pas d'inconvénients, tandis que ceux en acier sont sujets à des phénomènes de trempe qui ont pour conséquence leur fragilisation. Il ne faut cependant pas oublier qu'ils sont soumis à des pressions plus élevées, la surface de contact étant plus petite (une garniture a en moyenne une surface de 30 à 35 cm² contre les 55 à 60 cm² des freins à tambour) et que

le rayon de frottement est plus faible. Sur les modèles à hautes performances, on utilise souvent des disques perforés qui aspirent l'air par le centre et le refoulent par la périphérie (figure 1.3). Ces types de disques (communément appelés auto-ventilés) sont apparus vers la fin des années cinquante.

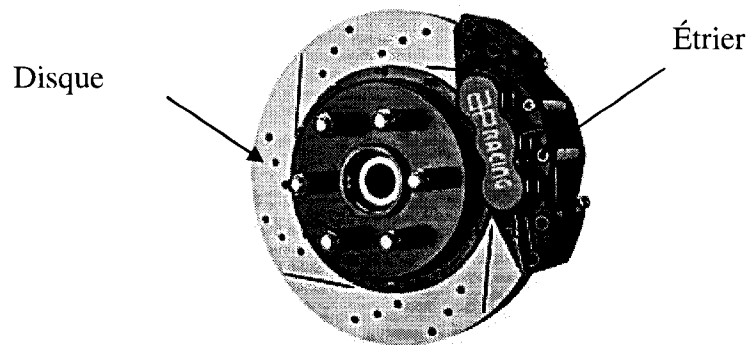


Figure 1.2 - Frein à disque.

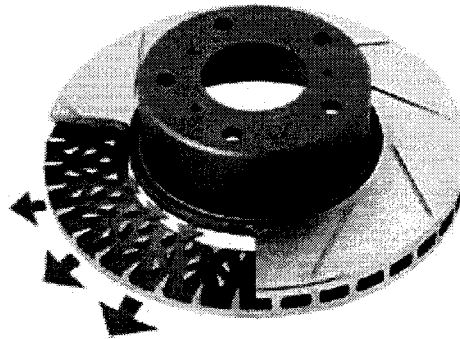


Figure 1.3 - Frein à disque perforé.

1.1.3 Comparaison entre le frein à tambour et à disque

1. Sur un frein à disque, la surface de contact des plaquettes est exposée à l'air, ce qui fait qu'il est toujours possible de prévoir une canalisation. Cependant, les forces de frottement sont plus élevées et produisent plus de chaleur que dans le cas d'un frein à tambour, mais cette dernière est plus facilement évacuée. Pour éviter la formation

de bulles de vapeur dans le liquide de frein, on doit utiliser un liquide de frein au point d'ébullition élevé (200 à 220°C pour les freins à disque contre 150 à 160°C pour les freins à tambour).

2. Sur un frein à disque, l'usure des garnitures de freinage est régulière. Toute la surface des plaquettes frottant sur le disque, la distribution des pressions sera uniforme. Sur un frein à tambour, l'usure est irrégulière car elle atteint sa valeur maximale vers l'extrémité libre du segment. Ceci s'explique par la rotation qui caractérise le mouvement d'approche du segment pour venir en contact avec le tambour.
3. La production de chaleur entraîne des dilatations qui, bien que n'ayant aucune conséquence pour les freins à disque (le disque se dilate radialement), elles sont une source d'inconvénients pour les freins à tambour (la dilatation radiale du tambour est plus grande que celle des segments, ce qui réduit l'effet de freinage car le jeu tambour – segment est augmenté).
4. Pour le frein à tambour, le refroidissement est beaucoup plus difficile du fait que seule la partie extérieure est exposée à l'air, tandis que la chaleur se produit à l'intérieur.
5. Étant exposé à l'air, le frein à disque est plus facilement débarrassé de l'eau, de la poussière et de la boue.
6. Les opérations de contrôle, d'entretien et le remplacement des plaquettes sont plus faciles avec les freins à disque.

1.2 Garniture de frein

La garniture de frein à disque est conçue pour frotter contre un disque afin de convertir l'énergie mécanique en énergie thermique. Elle se distingue des garnitures du frein à tambour par sa surface de frottement qui est plate (figure 1.4).

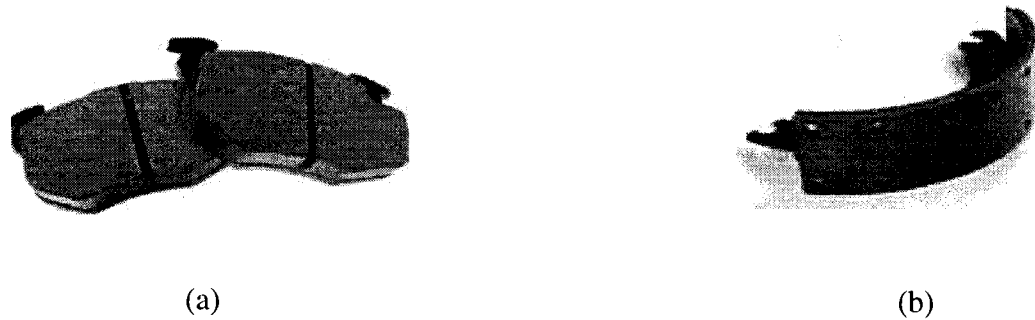


Figure 1.4 - Garniture de frein (a) à disque (b) à tambour.

En réalité, la garniture est un peu plus compliquée car elle se compose de nombreuses couches parallèles produites à partir de différents matériaux (voir figure 1.5). La couche la plus épaisse est le matériau de frottement qui entre en contact avec le disque. Sur le côté opposé, on trouve un support métallique en un acier doux d'environ 5 mm d'épaisseur. Son but principal est de distribuer la force exercée par le piston sur toute la surface de contact de la garniture. En fait, les matériaux de frottement sont très fragiles et sujets à la rupture et le contact direct du piston sur une aire limitée risquerait de les endommager. L'épaisseur du support est donc calculée de sorte que sous la force maximale, elle ait une déformation de fléchissement imperceptible qui ne cause pas une usure non uniforme du matériau. Le but du support est également de sécuriser et de fixer la garniture. Certains types de garnitures possèdent un substrat qui est une couche additionnelle d'environ 2 mm d'épaisseur et qui est située entre l'appui métallique et le matériau de frottement. Cette couche a plusieurs rôles : elle agit comme isolant thermique empêchant ainsi un écoulement excessif de la chaleur vers le piston et le liquide des freins, elle absorbe le bruit et atténue les vibrations. Cette couche n'a pas une fonction de frottement car il est nécessaire de remplacer la garniture avant qu'elle ne soit exposée à l'usure. Une couche d'adhésif est interposée entre le substrat et l'appui métallique afin d'améliorer l'adhérence et protéger la surface d'acier contre la corrosion. Derrière l'appui métallique, il peut également y avoir une feuille de ce qui est habituellement de l'acier enduit par du caoutchouc, en quelque sorte une couche antibruit qui a pour rôle de réduire au minimum la transmission des vibrations. La

plupart des garnitures sont aussi équipées d'un indicateur d'usure qui est normalement constitué d'un fil électrique isolé qui entre en contact avec le disque quand le niveau maximum d'usure de la garniture est atteint.

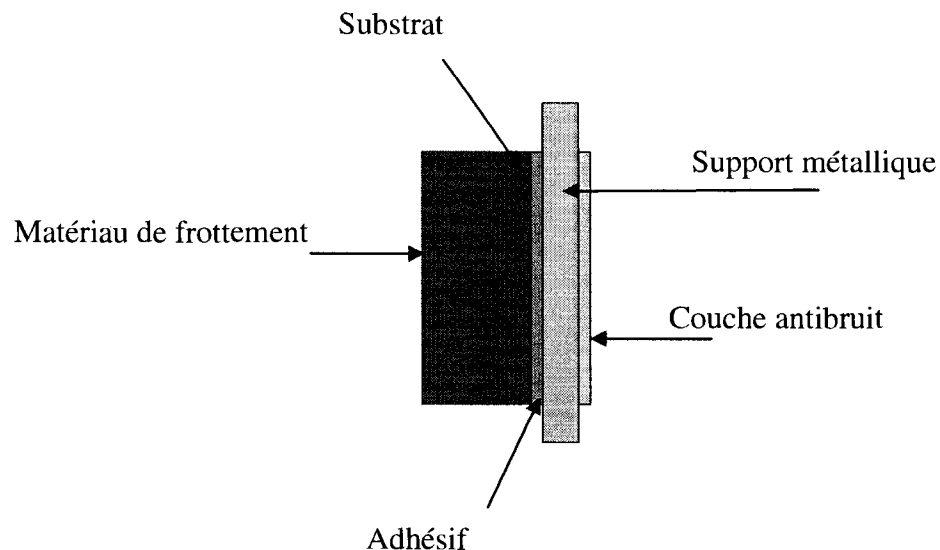


Figure 1.5 - Garniture de frein.

Les caractéristiques et la qualité d'un matériau de friction dépendent de la formulation du produit (liste des constituants entrant dans le matériau considéré) et de la technique de fabrication (description précise de l'enchaînement constituant la gamme de fabrication). Le respect de ces paramètres permet d'assurer la fiabilité et la reproductibilité des caractéristiques de freinage.

Les garnitures de frein commerciales sont fabriquées par moulage à chaud du mélange sous pression suivi par un traitement thermique (post-cuisson). Le moulage en général est fait sous pression élevée pendant quelques minutes suivi par un traitement thermique pendant plusieurs heures sans pression. Le traitement thermique est nécessaire pour uniformiser la cuisson, évacuer les gaz résiduels emprisonnés à l'intérieur et diminuer l'expansion thermique des matériaux lors du service. Le temps, la pression et la

température des deux étapes (moulage et traitement thermique) affectent les propriétés physiques et tribologiques des matériaux résultant.

Depuis une vingtaine d'années, ou plus précisément depuis l'interdiction de la fibre d'amiant dans les garnitures de frein, les études se sont multipliées dans le but de développer des matériaux de friction répondant aux nombreuses qualités requises (voir Tableau 1.1). Un seul matériau ne peut pas satisfaire simultanément à de tels critères de sécurité, durabilité et confort sous des sollicitations de freinage variées. Des matériaux composites multiphasés ont été développés en conséquence. Ces matériaux sont composés de plus de dix ingrédients, la nature et la quantité de chaque ingrédient étant généralement basées sur des observations empiriques. Cependant, on peut classer ces constituants en quatre groupes : les liants, les fibres de renforcement, les lubrifiants et les abrasifs et autres.

Tableau 1.1 - Qualités requises pour un matériau de garniture de frein [2]

Qualités tribologiques	Qualités mécaniques	Qualités thermiques
- Valeur du coefficient de frottement - Stabilité du coefficient de frottement - Résistance à l'abrasion - Résistance à la corrosion - Non bruyance	- Aptitude au préformage - Résistance à la traction - Résistance à la compressibilité - Résistance à la flexion - Résilience	- Réfractivité - Conductibilité thermique
		Qualités économiques
		- Faiblesse du coût des constituants - Faiblesse du coût de fabrication
	Qualités physiques	Autres qualités
	- Dispersion des constituants - Porosité	- Sans risque pour la santé - Sans risque pour l'environnement

La principale difficulté posée par l'utilisation des composites à matrice organique dans le freinage reste toutefois leurs températures maximales de fonctionnement relativement

limitées. En effet, la température générée lors de freinages sévères dépasse aisément la température de transition vitreuse de la résine liante et souvent même sa température de décomposition, provoquant une brusque modification des forces de frottement lors du coup de frein.

Il y a deux associations qui standardisent les normes pour les garnitures de frein : la SAE (The Society of Automotive Engineers) et l'AMECA (The Automotive Manufacturers Equipment and Compliance Agency). Les deux standards ASTM (American Society for Testing and Materials) et AAMA (American Automobile Manufacturing Association) n'ont pas de normes pour les garnitures de frein. La SAE Brake Forum représente les compagnies qui s'impliquent dans les recherches, le développement et la fabrication des garnitures de frein. Elle publie et recommande des procédures pour mesurer certaines propriétés physiques et mécaniques. Les résultats sont publiés dans le SAE Handbook, mais la SAE ne collecte aucune information sur la composition des matériaux pour l'industrie.

1.2.1 Caractéristiques générales des contre-matériaux

Les propriétés recherchées dans le contre-matériau (disque, tambour) sont généralement :

- bonne rigidité pour résister à tous les types d'efforts non homogènes;
- résistance à la fatigue élevée;
- faible capacité thermique;
- conductivité thermique élevée.

La qualité du contre-matériau ou du rotor est en relation avec celle de la garniture et l'ensemble doit avoir un coefficient de frottement élevé et surtout stable. Jusqu'à ce jour, les meilleurs résultats de frottement étaient obtenus avec la fonte et surtout avec la fonte perlitique à graphite lamellaire. Les fontes sont constituées par un grand nombre

d'alliages de fer et de carbone dont les microstructures et les propriétés sont très diverses. Le carbone se retrouve surtout sous forme de lamelles de graphite et la taille de celles-ci ainsi que leur morphologie peuvent varier considérablement en fonction des vitesses de solidification et de refroidissement. Ces lamelles sont des plans de faiblesse et une source de concentration de contraintes, ce qui entraîne une faible résistance à la traction et une faible ductilité du matériau. Par contre, les propriétés mécaniques en compression sont nettement meilleures. Il est aussi bien connu que la présence de graphite lamellaire fait diminuer la valeur du coefficient de frottement.

Les fontes possédant de bonnes propriétés de frottement qui se conservent dans un large intervalle de températures sont utilisées pour les disques de freins. Les fontes utilisées sont généralement des fontes grises perlitiques à haute résistance dont la composition est montrée au tableau 1.2.

Tableau 1.2 - Composition de la fonte grise

Élément	Fe	C	Si	Mn	S	P
Pourcentage	Balance	3.0 à 3.7	1.2 à 2.5	0.25 à 1	0.02 à 0.25	0.05 à 1

La fonte grise est principalement utilisée comme rotor à cause de son excellente capacité d'amortissement, sa conductivité thermique élevée, sa facilité de fabrication ainsi que son faible coût. Il est bien connu que la forme et les propriétés physiques du rotor affectent la qualité du freinage. Des problèmes comme le martèlement (vibration due à la déformation inégale de l'épaisseur du disque), le fade (la perte de l'efficacité de freinage due à la température générée lors du freinage) et le bruit [3-5] apparaissent lors de freinage et sont liés directement au type de rotor utilisé. Les propriétés physiques du rotor comme la conductivité thermique, la capacité d'amortissement, le coefficient d'expansion thermique et la chaleur spécifique varient en fonction du pourcentage des phases contenues dans le matériau.

Les propriétés tribologiques de la fonte grise ont été étudiées par plusieurs chercheurs. Davis [6] a rapporté que les paillettes fines de graphite réduisent l'usure du rotor et des garnitures de frein. Rhee et al. [7] ont montré que la variation de la composition du rotor affecte ses propriétés mécaniques ainsi que le taux d'usure des garnitures, suggérant que le rotor est chimiquement actif avec les garnitures lors de freinage. Libsh et Rhee [8] ont étudié l'effet de la variation de la composition du rotor sur le comportement à l'usure et ont observé qu'une faible variation dans la composition de l'alliage de rotor influence le comportement à l'usure de la garniture et du rotor lui-même. Zhang et al. [9] ont étudié les propriétés tribologiques de la fonte grise en terme de taux de phosphore et de morphologie du graphite et ont conclu qu'une faible quantité de phosphore avec une morphologie compactée de graphite fait augmenter le coefficient de frottement et fait diminuer le taux d'usure. Hecht et al. [10] ont montré que la diffusivité thermique de la fonte grise est influencée par la variation de la composition chimique et ils ont trouvé une relation linéaire entre la diffusivité thermique et le carbone (la longueur maximale de paillette). Les mêmes constatations ont été faites par Jimbo [11] qui a trouvé que la conductivité thermique de la fonte grise est proportionnelle à la forme de la paillette de graphite (la nodularité du graphite) de la fonte grise.

Cho et al. [12] ont étudié l'effet de la relation entre la microstructure et la composition du rotor sur les caractéristiques de frottement. Plusieurs rotors à base de fonte grise ayant différents pourcentages relatifs des phases de graphite, ferrite et de perlite ont été fabriqués. La microstructure de la fonte grise a été contrôlée par la variation du pourcentage de carbone et par la vitesse de refroidissement de la fonte. Deux types de garnitures de frein organiques ont été utilisés : le premier type est sans fibres d'acier (type A) et le deuxième type (type B) contient des fibres d'acier. Les auteurs ont observé que la quantité de ferrite libre et de perlite n'affecte pas le coefficient de frottement. Par contre, celui-ci augmente avec l'accroissement du pourcentage des

zones de graphite dans la fonte grise et elle est prononcée avec les garnitures de type B. Dans le cas des garnitures de type A, la résistance au fade (détaillé en §1.2.4) est améliorée avec l'augmentation du taux de graphite dans la fonte grise, ce qui donne la possibilité de surmonter la faible résistance de fade des plaquettes sans acier en utilisant un rotor avec un grand taux de graphite. Dans le cas des garnitures de type B (renforcé de fibre d'acier), l'effet de concentration du graphite dans la fonte grise est négligeable. Il a été aussi constaté que le coefficient de frottement est maintenu élevé aux températures plus grandes lorsque le disque contient une grande quantité de graphite. Pour la garniture qui contient plus de fibres d'acier, la variation du coefficient de frottement en fonction de la température est plus faible que celle de la garniture sans fibres d'acier.

1.2.2 Frottement des garnitures

Le frottement est un phénomène qui se produit à la surface de deux corps en contact qui sont en interaction ou en mouvement l'un par rapport à l'autre. Le frottement est dû essentiellement aux interactions entre les aspérités microscopiques existant à la surface des corps en contact (figure 1.6). Dans tous les cas, il engendre une résistance au mouvement, provoquant la création de contraintes mécaniques superficielles et une dissipation de chaleur. En général, le frottement entraîne l'usure plus ou moins rapide de ces corps et par conséquent la modification de leurs surfaces.

Par définition, la force nécessaire pour créer un déplacement relatif entre deux masses en appui l'une sur l'autre par l'action d'une force normale F_n est appelée force de frottement ou force tangentielle F_t . Ces deux forces sont proportionnellement liées par un coefficient de frottement noté μ . Par conséquent, la mesure de ce coefficient nécessite la mesure de ces deux forces pendant le mouvement. Le coefficient de frottement n'est pas une constante du matériau, mais il dépend fortement de la nature

des matériaux en contact, de la topographie de leur surface, de la vitesse, de la charge, de la température et de l'environnement.

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \quad (1.1)$$

Lorsque deux corps sont en contact, mais pas en mouvement relatif, le frottement est dit statique. Le coefficient de frottement est alors caractéristique de l'état des surfaces en interaction, mais pratiquement indépendant de l'aire de la surface de contact entre les deux solides. Lorsque les deux corps sont mis en mouvement, le frottement est dit cinétique et le coefficient de frottement est quasiment indépendant de la vitesse. Le coefficient de frottement cinétique est toujours inférieur au coefficient de frottement statique.

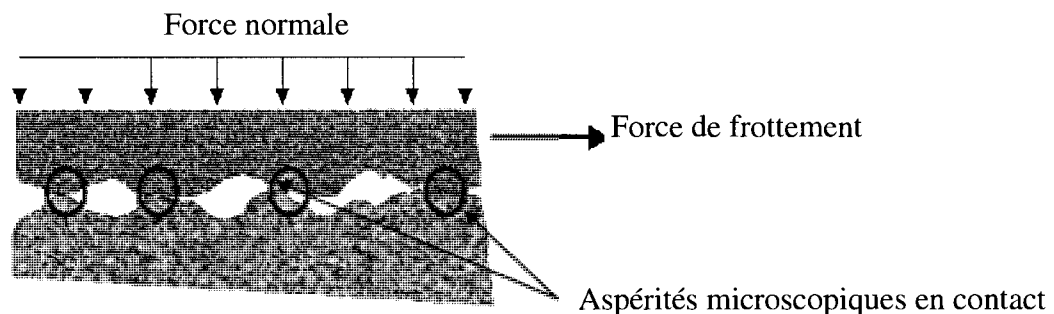


Figure 1.6 - Représentation schématique de deux corps en contact.

La considération des propriétés de frottement est d'importance primordiale dans la conception des systèmes de freinage d'une automobile. Rhee [13] a montré que la force de frottement dans les systèmes de freinage est fonction de la charge normale appliquée et de la vitesse de glissement à une température de contact locale fixe. Cette force est donnée par l'équation suivante :

$$F = \mu(T)P^{a(T)}V^{b(T)} \quad (1.2)$$

où $\mu(T)$ est le coefficient de frottement à température (T) , P est la charge appliquée, V est la vitesse de glissement, $a(T)$ représente le facteur de force de chargement à température T et $b(T)$ est le facteur de vitesse à la même température T .

Dans la plupart des systèmes de freinage, l'intervalle de variation de $a(T)$ est entre 0.8 et 1.25, tandis que pour $b(T)$ la variation est entre -0.25 et $+0.25$. Ainsi, d'après l'équation de Rhee, la force de frottement varie avec la température et le but des designers des systèmes de freinage est de concevoir des couples de frottement pour lesquels μ , a et b sont indépendants de la température du rotor.

Le coefficient de frottement d'une garniture de frein doit, d'une part, avoir une valeur appropriée par rapport au but poursuivi et, d'autre part, rester constant dans la zone habituelle de fonctionnement des freins : la valeur habituelle recherchée pour le frottement est comprise entre 0.35 et 0.45, valeur servant normalement de base au calcul de la plupart des freins existants. Ce coefficient de frottement doit être le plus stable possible malgré de sérieuses difficultés dues à de nombreux facteurs (température, pression, vitesse, présence de poussière, etc.). Celui-ci diminue souvent à chaud et l'efficacité de la garniture dans ce cas diminue. Le coefficient de frottement a une valeur plus faible sur les garnitures à composantes graphitées. Une entrée d'eau fait également baisser momentanément ce coefficient.

1.2.3 Usure des garnitures

Les garnitures sont fabriquées à partir d'un matériau plus tendre que les disques de freins. Plus les garnitures freinent, plus elles s'usent. Il est souhaitable qu'au cours de son usure, la face d'appui des garnitures reste équidistante de sa face d'origine pour que l'usure soit constante sur toute la surface de friction. L'usure est nécessaire, elle renouvelle la surface frottante en éliminant les produits brûlés par les coups de frein précédents, mais elle doit rester assez faible pour éviter un remplacement trop fréquent

des garnitures. La composition et la dureté de rotor contribuent de façon importante à l'usure et influencent le coefficient de frottement de la garniture [14]. Les poussières d'usure sont généralement éliminées par des stries (ou rainures usinées dans la garniture) afin d'éviter un phénomène d'agglomérat produisant un aspect glacé dans certaines conditions (faible couple, par exemple) nuisant à la stabilité du coefficient de frottement. L'usure des garnitures des matériaux de friction représente une perte de masse et elle est exprimée par l'équation suivante [15] :

$$W\% = (W_0 - W_1) / W_0 * 100 \quad (1.3)$$

où W_0 et W_1 = poids de la garniture avant et après le test.

Le comportement au frottement et à l'usure des matériaux de frottement est déterminé par la nature des interactions entre les deux surfaces en contact. La nature et le degré de ces interactions dépendent d'un grand nombre de facteurs (figure 1.7). D'autres paramètres peuvent influencer les caractéristiques d'usure et de friction des matériaux de frottement, parmi lesquels on peut citer le design du système de freinage, la géométrie de la surface des plaquettes et les propriétés physique et mécanique des surfaces en contact.

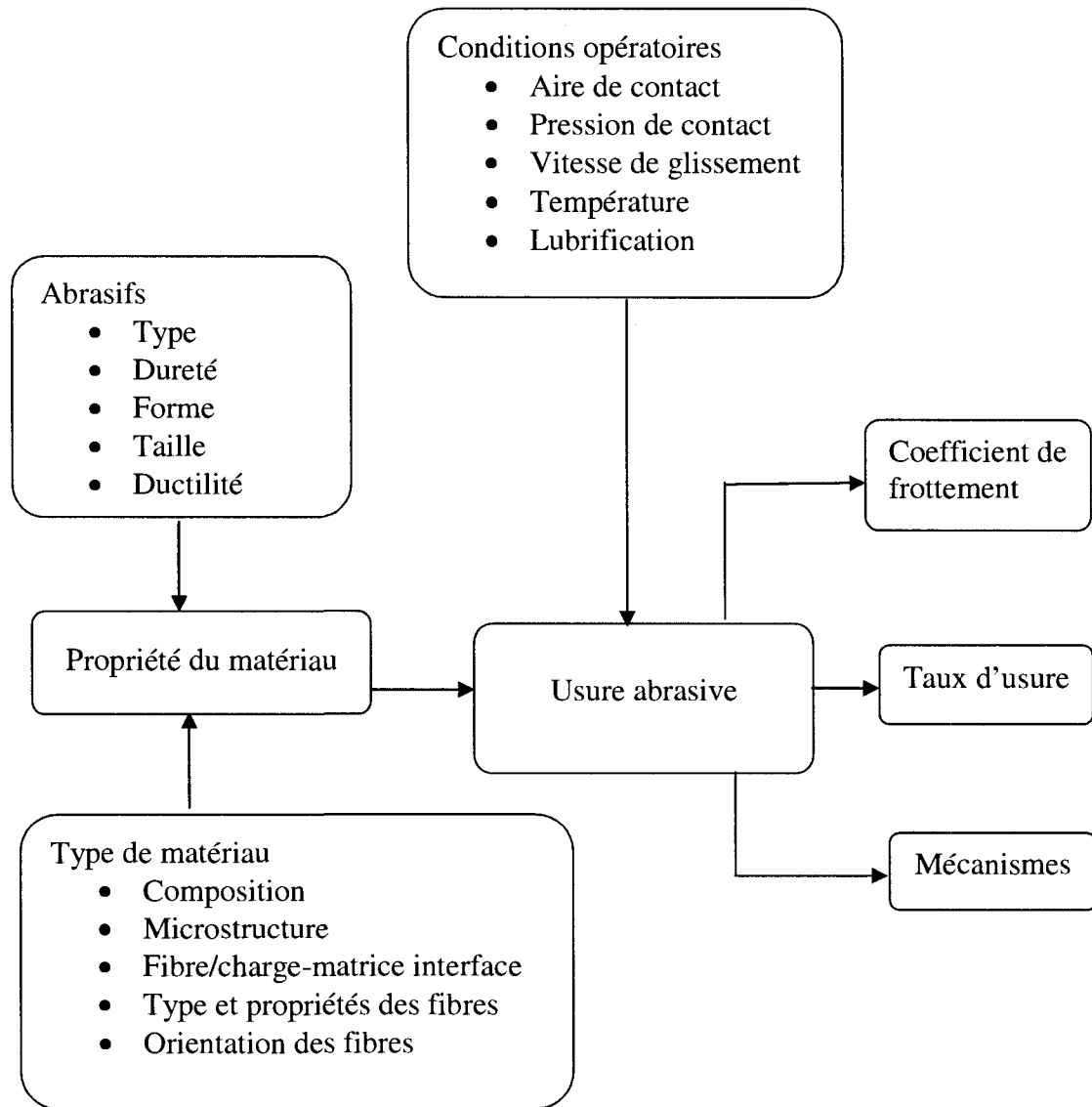


Figure 1.7 - Paramètres qui influencent la performance au frottement et à l'usure d'un matériau de frottement lors de glissement en mode d'usure abrasif [16].

1.2.4 Fade et recouvrement

La sensibilité des matériaux de frottement à la température a toujours été un aspect critique lors d'élaboration d'une formulation de matériau destiné au freinage. Les plaquettes de frein à disque, dans les roues avant, absorbent une quantité importante, jusqu'à 80 %, de toute l'énergie cinétique d'une automobile. Ceci cause la génération de hautes températures jusqu'à 370°C sur le disque. La sévérité d'une telle élévation de la température est encore manifestée sous forme de température instantanée (flash) très élevée jusqu'à 600°C aux aspérités en contact [16-18]. À des températures aussi élevées, une perte d'efficacité de freinage (P.E.F) est observée. Le fade est le terme employé pour indiquer cette perte d'efficacité aux températures élevées en raison d'une réduction du coefficient de frottement cinétique. Le retour aux niveaux normaux du coefficient de frottement aux plus basses températures est désigné sous le nom de recouvrement [19]. Le phénomène de fade des matériaux de frottement représente une déviation de la loi d'Amonton du frottement citée dans [19] et son occurrence réduit l'efficacité et la fiabilité de freinage.

Bowden et Tabor [20] ont observé des fluctuations du coefficient de frottement lors des déformations élastiques des aspérités existant à la surface des matériaux de frottement. On rapporte qu'également la sensibilité des matériaux de frottement à la température influence les instabilités thermo-élastiques (ITE), qui à son tour modifie la performance de frottement aux jonctions de contact [21-22].

Selon Blau et McLaughlin [23], les températures interfaciales élevées peuvent mener à une diminution de la résistance au cisaillement de la garniture et par conséquent une diminution de la force de friction qui induit le phénomène de fade. Des recherches menées [24,25] sur l'approfondissement des mécanismes de la P.E.F expliquent que sa principale cause est la décomposition thermique de la résine phénolique, matrice du matériau de friction. La résine phénolique commence à se dégrader sous l'action de la

chaleur intense. Ainsi, au-delà d'une certaine température de décomposition, la résine perd de façon croissante son rôle de liant. En conséquence, les ingrédients ne sont plus maintenus et perdent leur rôle dans le processus de friction. Cette situation engendre une diminution de la force de cisaillement T , et donc une réduction du coefficient de frottement, selon la loi d'Amonton.

Herring [26] a proposé que le fade est provoqué par l'évolution de gaz à l'interface de freinage par suite de la pyrolyse. Le fade a été également attribué à la formation d'un film de transfert, la présence de ce film mène à une augmentation de l'aire de contact réelle et réduit de ce fait la pression appliquée sur la garniture [27-28].

L'influence des ingrédients métalliques sur le comportement au fade a été rapportée par plusieurs auteurs. On rapporte que les poudres de laiton et de cuivre sont incorporées dans les matériaux de frottement afin d'augmenter la conductivité thermique des matériaux organiques, ce qui améliore la résistance au fade tandis que les poudres d'aluminium et de zinc sont employées pour améliorer la récupération des matériaux [29]. En revanche, moins d'articles ont étudié l'influence des résines et leur modification sur le fade et le recouvrement [30,33]. Bera et al [34] ont moulé des matériaux de frottement à base d'amiante et à base d'une résine de noix d'acajou liquide modifiée par un acide *ortho*- phosphorique, La composition complète du matériau n'a pas été donnée. Les résultats ont montré que la modification de la résine a induit une amélioration dans la résistance à l'usure et au fade. Par contre, une diminution dans le recouvrement est enregistrée.

1.3 Classification des garnitures de frein

Les matériaux de frottement sont parmi les matériaux composites les plus complexes car ils contiennent généralement plus de dix ingrédients. Il existe approximativement 800 ingrédients différents qui sont utilisés dans la formulation des matériaux de friction

commerciaux [1]. Les nouvelles garnitures pour les freins à disques contiennent 5-20 ingrédients différents. Les compositions commerciales et expérimentales des matériaux des garnitures de frein sont très variées, bien que quelques constituants soient presque communs à tous. Généralement, la composition des garnitures dépend des laboratoires conduisant les recherches et des compagnies qui les produisent, néanmoins la même composition générale constitutive est trouvée dans toute la formulation. Le type et la quantité relative des ingrédients dans les matériaux de friction commerciaux sont déterminés en considérant plusieurs facteurs de performances tels que la force de friction, le bruit, l'agressivité contre le rotor et les vibrations induites par le freinage. Ces matériaux peuvent être classés selon le type et le pourcentage des différents ingrédients qui entrent dans la composition des formulations de base en trois grandes familles : les garnitures semi-métalliques, organiques et les garnitures céramiques. D'autres catégories sont aussi citées comme les métalliques (sintérisés) et les faibles métalliques (low-métallic), (Tableau 1.3), mais ces deux dernières sont une variation des semi-métalliques [35]. Les différentes formulations ont un taux d'usure, des propriétés de freinage et des niveaux de bruit différents.

1.3.1 Garniture de type semi-métallique

Les matériaux de frottement de frein des véhicules ont été fabriqués pendant longtemps à base de fibre d'amiante qui possède d'excellentes qualités de frottement et une longue durée de vie. Dans le début des années 70, on a découvert que l'amiante était un ingrédient cancérigène. En effet, l'exposition à ces fibres peut causer beaucoup d'ennuis de santé tels que le mèsothéliome, un type de cancer mortel, et le cancer du poumon. En même temps, l'évolution dans l'industrie automobile a exigé des matériaux de frottement de rendement plus élevé pour satisfaire la vitesse croissante des automobiles. Ces conditions ne pourraient plus être satisfaites par les matériaux à base d'amiante qui ne pourraient pas évacuer la chaleur élevée produite aux vitesses élevées. L'industrie automobile a été ainsi faite face à un grand défi pour remplacer ces matériaux par des

matériaux de frottement sans amiante. Comme première alternative, le matériau de frottement semi-métallique qui contient des ingrédients métalliques tels que la fibre d'acier doux et de la poudre de fer plutôt que de l'amiante dans sa formulation ont été présentés dans la pratique dans la deuxième moitié des années 70 [36]. Ces matériaux incluent typiquement une grande quantité de fibres d'acier (30-65 % en volume), poudres métallique, graphite et le caoutchouc, tous sont liés avec une résine phénolique [37]. La conductivité thermique élevée des fibres d'acier dans le matériau de frottement aide à absorber la chaleur excessive produite lors de freinage et minimise le nombre de points chauds formés sur la surface de rotor tout en fournissant un taux d'usure acceptable [38]. D'autre part, elles sont assez abrasives pour augmenter l'usure du rotor, génèrent plus de bruit lors de freinage et leurs efficacité de freinage dans des conditions de basse température (moins de 90°C) est faible [39].

Pour surmonter et pour réduire l'effet négatif du bruit et l'usure des rotors causé par les matériaux de frottement de type semi-métalliques, les fabricants ont réduit le pourcentage des fibres d'acier et de la poudre de fer. Ces matériaux sont connus par le terme faible métallique. La différence principale entre ces matériaux et le semi-métallique réside dans le contenu en fibre d'acier qui se trouve entre 5-20 % de vol, contre 30-65 % vol pour les semi-métalliques.

1.3.2 Garniture de frein de type organique ou NAO

Un matériau de frottement de frein organique est fabriqué à partir de fibres non métalliques (fibre de verre, cellulosiques, aramide, céramique), des modificateurs de frottement (graphite, antimoine trisulfure) et d'autres types de charge pour la réduction du bruit et l'accélération d'évacuation de la chaleur et pour d'autres fins. Les matériaux de frottement de type organique appelés Non Asbestos Organique (NAO) dans l'industrie automobile, contiennent beaucoup plus d'ingrédients que les composés semi-métalliques. En conséquence, les matériaux de frottement organique sont plus

complexes pour développer et fabriquer. Par opposition à d'autres matériaux de frottement tels que les faibles métalliques et semi-métalliques, le liant, ou système de résine, forme la partie principale des matériaux de NAO. Cette proportion change généralement entre 25-40 % de la composition par volume, équivalent à environ 5-15 % en poids [40]. Cette quantité élevée de résine confère certaines caractéristiques spécifiques du NAO. En fait, les matériaux de NAO sont plus mous, créent moins de bruit et ne causent pas autant d'usure aux rotors que les matériaux de frottement semi-métalliques mais elles exhibent une fiable résistance à l'usure et créent plus de poussière lors du freinage. Puisque le pourcentage des ingrédients organiques est élevé, les garnitures organiques présentent des capacités thermiques encore limitées, limitation de la température maximale en surface, imposant une limite assez basse en termes d'absorption d'énergie et une grande tendance d'entraîner le phénomène de fade plus que n'importe quel autre type de matériau de frottement [37 et 39]. Les garnitures type NAO sont généralement utilisés pour de petits véhicules.

1.3.3 Garniture de frein de type céramique

Au début des années 90, quelques fabricants de véhicule ont commencé à fabriquer des matériaux de frottement en céramique comme produit de remplacement au semi-métallique. Les matériaux de frottement de type céramique peuvent être très complexes et peuvent employer 18 à 20 ingrédients différents dans la formulation. Comparativement à des plaquettes de type semi-métalliques, les matériaux de frottement céramique ne contiennent aucune fibre ou laine d'acier ou poudre de fer mais emploient les fibres de cuivre. La catégorie des garnitures céramique présente plusieurs avantages en particulier : moins de fade, recouvrance plus rapide, moins d'usure sur les matériaux de frottements et rotors, et plus faible variation d'épaisseur de rotor due aux particules céramique moins abrasives [41]. En plus, comme rapporté par plusieurs fabricants (Ford, GM, Toyota, Honda...), les matériaux de frottements de frein de type

céramique réduisent de manière significative le bruit et produisent moins de poussière que le matériau de frottement semi-métallique et organique.

Tableau 1.3 - Composition typique des garnitures de frein- vol (%) [37]

Constituants	Organique	Faible métallique	Semi-métallique
Fibre d'acier	0	5-20	40-65
Fibre métallique	3~5	0-5	
Fibre organique	1~10	1-8	
Fibre inorganique	5~20	1-20	
Liant	10~20	10-20	5-10
Caoutchouc	0~10	0-10	0-5
Poudre métallique	0~5	0-5	
Lubrifiant organique	5~15	5-10	15-25
Lubrifiant inorganique	5~15	5-20	
Abrasif	1~10	1-10	1-5
Charge	5~35	5-35	5-25

1.4 Composition des garnitures de frein

Les garnitures de frein sont des matériaux composites constitués par l'association de plusieurs éléments. Les constituants principaux d'une garniture de friction peuvent être classés en trois groupes distincts : les liants, les fibres de renforcement et les charges. Ces groupes vont être discutés d'une façon très détaillée dans ce qui suit à cause de leur importance pour la partie résultats et discussions de cette thèse.

1.4.1 Liant

Le rôle de liant, appelé aussi résine, est de maintenir les différents constituants en une masse compacte formant le matériau de frottement. La performance de ce matériau dépend en grande partie du type de résine et de l'interaction de cette résine avec les différents constituants. Les propriétés mécaniques et thermomécaniques sont des critères importants dans le choix du liant pour la fabrication des matériaux de frottement destinés pour l'industrie de freinage. Ce sont les résines de condensation telles que les résines mélaminiques, furaniques et phénoliques qui procurent les propriétés mentionnées ci-dessus. Les matériaux de frottement utilisés comme plaquettes de freins à disque sont à base de résines thermodurcissables de type phénolique. Ces dernières sont sélectionnées comme matrice du fait qu'elles possèdent des caractéristiques intéressantes telles qu'une tenue thermique élevée (excellente tenue aux chocs thermiques, auto extingnibles), bonne résistance au fluage particulièrement aux températures élevées, ainsi que des bonnes propriétés mécaniques, la stabilité dimensionnelle, la dureté, la résistance aux fluides des freins et la résistance à la corrosion [42].

Les résines phénoliques sont produites par réaction d'un phénol ou d'un crésol avec un aldéhyde tel que le formaldéhyde ou le furfural. Dépendamment du rapport phénol aldéhyde et des conditions du déroulement de la réaction, deux types de résine peuvent être obtenus : les novolaques ou les résols. Les résines novolaques sont synthétisées dans un milieu fortement acide, ont un rapport molaire formaldéhyde/phénol < 1.0 ($0.75 < f/p < 0.85$). Ces résines phénoliques sont obtenues par polycondensation d'un phénol et d'un aldéhyde en milieu alcalin. Les résines ainsi préparées sont souvent communément appelées résines «two steps». L'inconvénient de la synthèse par condensation des résines phénoliques est la production d'eau lors de la réticulation (Figure 1.8). Ce produit de réaction est très difficile à éliminer totalement.

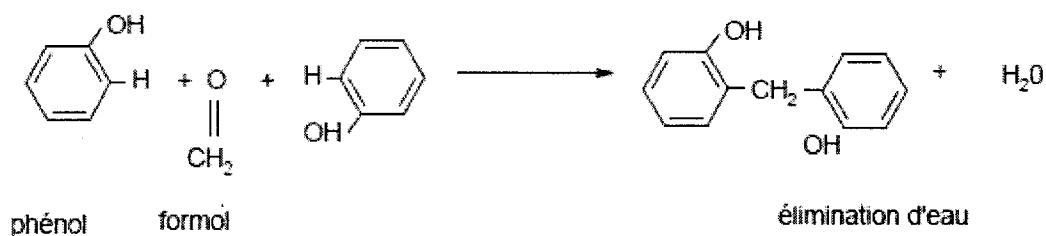


Figure 1.8 - Réaction de polycondensation d'une résine phénolique.

Grâce à la présence de trois emplacements réactifs sur chaque cycle, un réseau tridimensionnel complexe peut être formé (Figure 1.9).

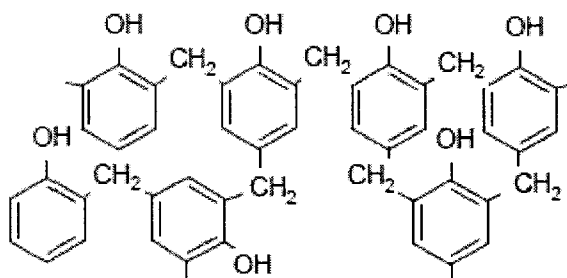


Figure 1.9 - Formation du réseau tridimensionnel lors de cuisson d'une résine phénolique.

Avant la réticulation des chaînes, la résine se comporte comme un thermoplastique avec des ponts méthylènes. Toutes les chaînes se terminent par un phénol et pour initier la réticulation, seule l'addition de formaldéhyde comme agent de réticulation sous l'action de la chaleur est nécessaire. L'agent de réticulation le plus utilisé est l'hexaméthylénetétramine (HMTA). Ce dernier est produit résultant de la réaction du formol et de l'ammoniac. Lors de la cuisson de la résine phénolique en présence du HTMA, un dégagement d'ammoniac a lieu :



Figure 1.10 - Réaction de cuisson d'une résine phénolique en présence de HMTA.

Les formulations des plaquettes de frein à disque contiennent des résines phénoliques dont la concentration est comprise entre 5 et 35 % [43]. Ces résines sont généralement de types novolac commercialisées sous forme de poudre et contenant au préalable de l'HMTA dont la teneur est entre 6 et 15 % masse [44].

La cuisson des résines phénoliques s'accompagne d'un dégagement de produits volatiles tels que l'eau, le formaldéhyde libre et l'ammoniac. L'eau et le formaldéhyde générés lors de la réaction de polycondensation engendrent une certaine porosité dans les matériaux cuits [45,46]. Ceci est un des inconvénients qui caractérisent les composites à matrice phénolique où le taux élevé de vide dû à la porosité mène à la fragilisation de ces matériaux.

Pour réduire le taux de vide généré lors de la réaction de polycondensation, Tyberg et al [47] ont modifié la résine phénolique en remplaçant l'agent de réticulation HMTA par de l'époxy. La réaction de cuisson n'a pas généré de produits volatiles et le taux de vide du composite a effectivement été réduit.

Récemment, plusieurs résines phénoliques modifiées ont été développées pour améliorer la performance du matériau de frottement. Les modifications les plus importantes concernent la performance à haute température, la flexibilité, les caractéristiques de frottement et la compatibilité avec les autres ingrédients contenus dans la formulation. Les modifications des résines phénoliques sont produites par voie

chimique (par exemple en utilisant le phénol alkylique) ou physique (en ajoutant un polymère, des additifs, etc.).

Camino et al. [48] ont étudié le comportement à la chaleur des mélanges de NBR-résine résol ou novolaque. Leurs résultats ont montré que le NBR est compatible avec la résine novolaque, ce qui n'est pas le cas avec la résine résol. Une amélioration de la rigidité est aussi observée pour la résine novolaque et ceci a été expliqué par l'augmentation de la réticulation de cette résine avec l'élastomère. Ils ont constaté aussi que l'ajout de NBR à la résine phénolique améliore la rigidité et la résistance au fade de ces résines. Une des modifications physiques consiste à ajouter des élastomères synthétiques ou naturels aux résines novolaques. La poudre d'élastomère est utilisée pour l'amortissement du bruit en absorbant les excitations de frottement à l'interface de glissement et permet aussi de réduire le coefficient de frottement [49-51].

Un autre problème qui peut être rencontré avec les plaquettes de frein à base de résine phénolique est le phénomène de *stick slip* et des particules d'acajou sont ajoutées afin d'y remédier. Ces particules améliorent la stabilité thermique lors du frottement [52]. Certaines propriétés de résines phénoliques modifiées avec de l'huile de Tung ont été étudiées [53]. Les résultats expérimentaux ont montré que l'addition de l'huile de Tung améliore les propriétés à la chaleur des matériaux.

L'effet de la modification de la résine sur le comportement mécanique et tribologique des composites phénoliques renforcés de fibres de verre a été étudié par Verma et al. [54]. La résine phénolique a été modifiée par voie chimique par du poly (vinyl butyral) contenant 10 % en masse de butyraldéhyde. Les résultats de ces auteurs ont montré une amélioration de la ductilité de la résine et une augmentation de la résistance en traction et à l'impact. Pour le comportement tribologique, une réduction du coefficient de frottement et une amélioration de la résistance à l'usure ont été constatées.

Les caractéristiques de frottement et d'usure des matériaux de frottement contenant une résine phénolique non modifiée et une résine modifiée ont été étudiées par Kim et Jang [55]. La résine non modifiée est de type novolaque et l'autre résine a été modifiée en condensant de l'arakylether et le phénol. Cette modification a pour but d'augmenter la résistance. Leurs résultats ont montré que les propriétés physiques des matériaux de frottement étudiés telles que la porosité, la dureté sont proportionnelles à la concentration de résine. La stabilité du coefficient de frottement et la résistance à l'usure ont varié de manière significative en accord avec le type et le taux de résine. La résine modifiée a montré une meilleure stabilité du coefficient de frottement et une diminution significative de la résistance à l'usure comparativement à la résine non modifiée. Les auteurs ont associé la diminution de la résistance à l'usure à la différence du taux de porosité entre les deux matériaux. Ce taux est plus élevé dans les matériaux de frottement à base de résine non modifiée, ce qui permet une meilleure dissipation de chaleur de ces matériaux. Il est bien connu que la porosité du matériau de frottement a une influence certaine sur la performance au freinage telle que l'amortissement du bruit et la résistance au fade en dissipant la chaleur accumulée durant le freinage [56,57]. Malgré la modification de la résine pour améliorer la résistance à la résistance à la chaleur, l'accumulation excessive de chaleur a affecté le matériau.

Un grand nombre d'études a été effectué sur la dégradation thermique de la résine phénolique [58-61]. L'oxydation est causée par l'oxygène atmosphérique et commence généralement à la température de 300°C. Le processus de dégradation et l'effet des particules métalliques (Cu, Fe, CuZn) sur la stabilité de la résine phénolique novolaque durant la cuisson ainsi que le processus de frottement ont été étudiés par Kristkova et al [61]. Il a été constaté que le cuivre et le fer peuvent agir comme catalyseurs dans le processus de dégradation. Le rôle clé dans le processus de dégradation est dû à l'élimination du formaldéhyde causée la catalyse métal et métal-oxyde. Le laiton (CuZn) n'influence pas la stabilité mais la résistance à l'usure est faible comparativement aux matériaux contenant le cuivre et le fer. L'influence du laiton est

plutôt physique que chimique grâce à la formation de ZnO qui affaiblit l'interface fibre/matrice. Ceci fait que les particules de CuZn sont libérées de la matrice et une porosité élevée sur la surface de frottement est observée.

Cinq composites contenant dix additifs et différents types de résine ont été évalués à l'aide de tests de frottement et de recouvrance par Bijwe et al. [62]. Ces résines sont de type phénolique (S), modifiée acajou CNSL(C), modifiée alkyl benzène (A), modifiée NBR (N) et modifiée par de l'huile de lin (L). La caractérisation physique et mécanique a montré que le composite A possède la plus grande résistance et que les composites S et L ont les propriétés mécaniques les plus faibles. Leurs résultats ont aussi montré que le composite (A) a le meilleur comportement en frottement et une faible résistance à l'usure mais ses bonnes propriétés mécaniques. Le composite (L) montre la stabilité thermique la plus faible, une faible résistance mécanique et le coefficient de frottement le plus faible. Cependant, il présente la meilleure résistance à l'usure. Le matériau à base de résine phénolique non modifiée (S) possède de meilleures propriétés tribologiques comparées aux matériaux CNSL (C) et NBR (N), suggérant que la modification de la résine n'entraîne pas un accroissement des propriétés de frottement et d'usure sous des conditions sévères de freinage même si les propriétés du matériau ont été améliorées.

La résine à base d'acajou, Cashew Nut Shell Liquid (CNSL), est utilisée non seulement comme liant mais aussi comme additif. Cette résine est surtout utilisée dans le matériau de frottement destiné pour les freins à tambour à cause de sa bonne résistance à l'usure et de sa faible dureté [63]. Dans les freins à disque, cette résine est uniquement utilisée comme additif sous forme de poudre. L'avantage de la résine CNSL comparativement aux résines phénoliques est qu'elle a un faible coût et qu'elle permet d'obtenir un matériau plus souple qui donne un freinage moins bruyant.

Le comportement au frottement de 5 types de résines : résine phénolique non modifiée (PF), boron-phénolique (BF), PF modifiée NBR et BF modifiée NBR et un mélange PF/BF ont été examinés par Yafei et al. [64]. Les auteurs ont observé un coefficient de frottement élevé mais instable ainsi qu'un taux d'usure élevé pour le matériau PF tandis que pour le matériau à base de résine BF, on enregistre le phénomène inverse, i.e un faible coefficient de frottement et un faible taux d'usure. Ce comportement peut s'expliquer par des mécanismes de frottement différents : un frottement par adhérence s'est produit entre le PF et le disque et a eu comme conséquence une augmentation du coefficient de frottement. Par contre pour le BF, une autolubrification s'est produite avec le disque ce qui a fait diminuer le coefficient de frottement. L'addition de NBR à la résine PF réduit et stabilise le coefficient de frottement et réduit le taux d'usure. Par contre l'ajout de NBR à la résine BF n'a pas affecté le coefficient de frottement tandis que le taux d'usure a augmenté. Ceci peut être expliqué par la disparition de l'autolubrification du BF. L'addition de BF à PF fait diminuer le coefficient de frottement et réduit et stabilise l'usure par le même mécanisme de l'autolubrification de BF.

1.4.2 Fibres de renforcement

Les fibres sont les éléments qui apportent généralement les propriétés mécaniques intéressantes, la stabilité thermique et les propriétés de frottement. Les qualités recherchées pour les renforts sont :

- bonne caractéristique thermique;
- compatibilité avec les résines;
- adaptabilité au procédé de mise en œuvre;
- faible coût.

Les fibres de renforcement étaient, jusqu'aux années 1980, en amiante (l'amiante blanc ou Chrysotile). Ces fibres sont très fines, souples, facilement filables et tissables. Elles ont une résistance en traction élevée et une bonne résistance à la température et offrent une bonne résistance à la corrosion. Au cours de ces dernières décennies, des études

médicales ont montré que les fibres d'amiante très courtes pouvaient être à l'origine des maladies professionnelles. Il est apparu difficile de réunir, en un seul matériau, toutes les propriétés équilibrées qu'apportait l'amiante. Les recherches se poursuivent surtout sur les différentes fibres pouvant être employées. Ces fibres sont actuellement les fibres de renfort des matériaux industriels modernes : les fibres minérales (fibre de verre, de céramique, de silice) et les fibres organiques (fibres aramides). Utilisés tous seuls, ces matériaux ne fournissent pas la résistance thermique comparativement à l'amiante et sont donc utilisés en combinaison. Les fibres de verre représentent une alternative pour l'amiante et sont utilisées coupées et mélangées avec la résine phénolique. Les fils d'acier sont utilisés pour les freins à disques parce qu'ils opèrent à des températures élevées et la dissipation de chaleur est meilleure que le verre.

Ces dernières années, des chercheurs [65,66] ont utilisé le titanate de potassium (fibres céramiques) pour maintenir une stabilité thermique à haute température. Cette stabilité est due au point de fusion élevée (1250-1310°C) du titanate de potassium et aussi à sa compatibilité avec la résine liante. Kim et al. [67] ont étudié l'effet synergique des fibres d'aramide et les trichites de titanate de potassium dans les garnitures de frein. Une formulation à base de 5 ingrédients : résine phénolique, fibre d'aramide, titanate de potassium ($K_2O.6TiO_2$), disulfide de molybdène ($MoSO_2$) et baryte ($BaSO_4$) a été préparée. La stabilité de frottement, le taux d'usure et la morphologie de surface de glissement sont examinés afin d'étudier l'effet des différents ingrédients fibreux. Les résultats ont montré que les deux fibres de renforcement (fibre d'aramide et titanate de potassium) jouent un rôle crucial dans les caractéristiques de friction et déposent un film durable de friction sur la surface de frottement. Ce film apporte une amélioration dans la stabilité de friction et de la résistance à l'usure. Les observations microscopiques du mélange avant le moulage montrent qu'il y a une adhésion entre les fibres de céramique et les fibres d'aramide (l'adhérence est due à l'attraction électrostatique développée lors du mixage des ingrédients), ce qui donne un mélange relativement homogène, améliore la résistance à la chaleur et la résistance du film de

friction qui se trouve sur la surface. Les résultats ont montré qu'il y a un pourcentage critique des deux renforts; au delà de ce pourcentage, les performances diminuent.

Crosa et al. [68] ont étudié l'influence des différentes fibres sur les performances tribologiques des matériaux de friction. Deux groupes caractéristiques de fibres ont été étudiés : les fibres renforçantes telles que les fibres de verre, d'acier, de céramique rajoutées à 10 et 20 % (masse) et les fibres qui aident à la mise en œuvre telles que les fibres de carbone, d'aramide et acrylique rajoutées à 4 et 8 % (masse). Leurs résultats ont montré que le composite sans fibres présente un coefficient de frottement inférieur aux autres composites (contenant des fibres), excepté le composite renforcé de fibres de carbone. Ceci peut s'expliquer par le fait que la présence de fibres de carbone sur la surface de disque de test joue le rôle de lubrifiant. Les constatations suivantes ont été rapportées.

- Les fibres minérales ont montré le coefficient de frottement le plus élevé, suivi des fibres de céramique, d'acier, de verre et d'aramide.
- La résine chargée avec les différentes fibres a montré un taux d'usure élevé dans l'ordre suivant : fibre d'acier > fibre de verre > fibre minérale > fibre céramique > fibre de carbone > fibre d'aramide > fibre acrylique.
- Excepté les fibres minérales, de carbone et d'acrylique, toutes les autres fibres ont tendance à accroître le taux d'usure des disques métalliques. L'endommagement maximal du disque a été observé avec la plaquette renforcée de fibres d'acier.
- Les observations au microscope électronique ont indiqué des ruptures de la fibre de verre qui génèrent des particules pulvérisées, ce qui entraîne une augmentation du coefficient de frottement et d'usure, les fibres d'acier ne se sont pas cassées, mais ont tendance à se décoller.
- Les trois fibres organiques (aramide, carbone, acrylique) ont mené à moins d'usure des garnitures. Dans le cas des composites d'aramide, bien qu'il n'y ait eu

aucun transfert sur le disque, les propriétés mécaniques de la fibre d'aramide expliquent la résistance d'usure de la plaquette. Dans le cas des composites chargés avec les fibres de carbone et les fibres acryliques, la résistance à l'usure a été attribuée à l'action lubrifiante des films du carbone transférée sur le disque.

Kato et Magario [69] ont concentré leurs travaux sur les fibres d'aramide de type Kevlar 29 contenues dans une résine phénolique afin d'examiner l'influence de la quantité de fibres sur les propriétés telles que la dureté, le coefficient de frottement, la conductivité thermique et le taux d'usure. Les tests ont été réalisés sur un disque en fonte grise avec une pression de 0,28 à 56 MPa. Les résultats ont montré que la dureté et la conductivité thermique des composites ont diminué linéairement avec le taux de fibres. Ils ont observé également que l'ajout des fibres a eu comme conséquence une diminution du coefficient de frottement (figure 1.11) et que l'augmentation du taux de fibre n'a pas réduit le coefficient de frottement. De plus, le taux spécifique d'usure de composites phénoliques a diminué fortement avec l'ajout de fibres.

Pour étudier l'influence des fibres d'aramide sur les propriétés tribologiques des matériaux composites, Sinha et Biswas [70,71] ont renforcé la résine phénolique avec du Kevlar 49. Les tests de frottement et d'usure ont été réalisés à température ambiante sur un disque en acier. Ces auteurs sont arrivés aux constatations suivantes :

- 1) le matériau non renforcé a un coefficient de frottement stable et élevé et une faible résistance à l'usure;
- 2) l'ajout de fibres de kevlar a entraîné :
 - la réduction du coefficient de frottement;
 - la stabilisation du coefficient de frottement après une longue durée comparativement au matériau non renforcé, ce qui est cependant non souhaitable pour un matériau de friction;
 - l'amélioration substantielle de la résistance à l'usure.

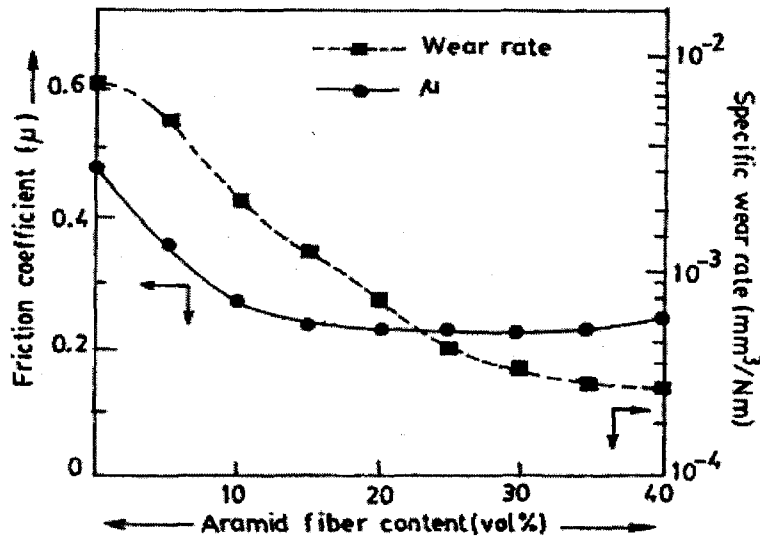


Figure 1.11 - Variation du coefficient du frottement et du taux d'usure en fonction du pourcentage volumique de fibre d'aramides [69].

Une étude a été effectuée par Shibata et al. [72] sur un matériau composite hybride renforcé avec des fibres de carbone/kevlar. La caractérisation de ce matériau a montré de meilleures propriétés par rapport à une garniture à base de fibres d'amiante. Le composite a aussi un coefficient de frottement stable et élevé, fait moins de bruit lors du freinage, moins de martèlement et moins d'usure que le matériau à base d'amiante. Évidemment, le coût d'une telle formulation serait très élevé.

Subramaniam et al. [73] ont étudié six composites avec un rapport en pourcentage massique de 35/20/25/20 respectif de fibres de verre/résine/charge/particules de friction. Les fibres de verre dans chaque composite diffèrent par la longueur, le diamètre et l'ensimage. L'étude des propriétés mécaniques de ces matériaux a montré que l'ensimage des fibres influence seulement la résistance de traction, bien que la résistance en flexion augmente avec l'accroissement de la longueur des fibres et diminue avec leur diamètre. Le module de flexion augmente quand le diamètre des fibres augmente, mais, par contre, il n'y a pas d'influence de la longueur des fibres sur

ce module. Le coefficient de frottement des composites est compris entre 0.21 à 0.33, ce qui est raisonnable, mais pas adéquat pour les plaquettes de freins.

Afin de développer une formulation de garnitures de frein sans amiante, le groupe de recherche de Gopal et al. [74-77] a préparé plusieurs formulations à base de résine phénolique contenant un taux fixe de baryte (BaSO_4) comme charge non renforçante. Les composites diffèrent seulement par le type de fibres renforçantes (fibres de verre, carbone, acier, hybride verre/kevlar ou acier/kevlar). Les composites hybrides ont été formulés pour examiner l'influence de l'ajout de kevlar sur les propriétés des composites. L'étude a été réalisée sur un dynamomètre suivant la norme SAE J661a, avec la variation des paramètres d'essais (vitesse, charge, température de rotor). Leurs résultats ont abouti aux conclusions suivantes :

- 1) Pour le composite renforcé de fibres de verre :
 - L'augmentation de la charge et de la vitesse fait diminuer le coefficient de frottement et le taux d'usure. Par contre, une tendance inverse est observée entre la température et le taux d'usure. Les observations microscopiques ont montré une dégradation de la résine à haute température et une faible adhésion fibre-matrice, ce qui augmente le décollage des fibres de verre.
 - Un film contenant du BaSO_4 , de la fibre de verre, de fer et du carbone est formé sur les extrémités usées des fibres de verre et d'acier aggravant le fade.
 - Un coefficient de frottement élevé et instable ainsi que la tendance au fading du composite fait que ce dernier est inapproprié comme matériau de friction.
- 2) Pour le composite renforcé de fibres de carbone, le comportement en frottement est moins dépendant des paramètres d'essai que le composite renforcé de fibres de verre.
 - Il a été observé que le taux d'usure augmente avec la vitesse d'essais et la température. Par contre, il diminue avec la charge.

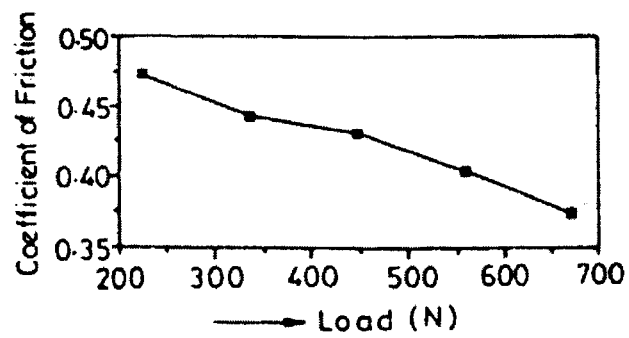
- Le conditionnement des garnitures avec plusieurs cycles de test de fade et de recouvrance a montré un frottement stable durant les tests de fade subséquents suivi d'une excellente recouvrance. Ce comportement était différent de celui du composite renforcé de fibres de verre en raison de l'accumulation des débris d'usure à l'interface glissante, influençant les glissements successifs.
 - Une détérioration prononcée du coefficient de frottement avec les paramètres opératoires (figure 1.12), ce qui rend ce composite inacceptable pour des garnitures de frein bien que leur performance globale ait été meilleure que le matériau composite renforcé de fibres de verre.
- 3) Pour les composites hybrides, les constatations (figure 1.13) suivantes ont été faites :
- diminution du coefficient de frottement;
 - amélioration de la stabilité du frottement sur un grand intervalle de paramètres opératoires tels que la température et la vitesse;
 - diminution substantielle du taux d'usure;
 - diminution du bruit.

Dong et al. [78] ont étudié l'effet de l'incorporation des fibres de lapinus (de 0 à 13.5 %) sur les propriétés tribologiques d'un composite à base d'une résine phénolique. L'étude du frottement et d'usure à différentes températures montre un coefficient de frottement faible, mais stable sur une grande plage de température. La résine pure et la résine chargée avec un taux élevé de fibres montrent un coefficient de frottement élevé. Les auteurs ont montré qu'une quantité particulière de 0.024% et de 0.05% en masse de fibres améliore les propriétés de fade. Un taux d'usure minimum a été enregistré avec 0.05 % de fibres. Le mécanisme d'usure est adhésif dans les matériaux à faible taux de fibres et abrasif avec les matériaux ayant un taux élevé de fibres.

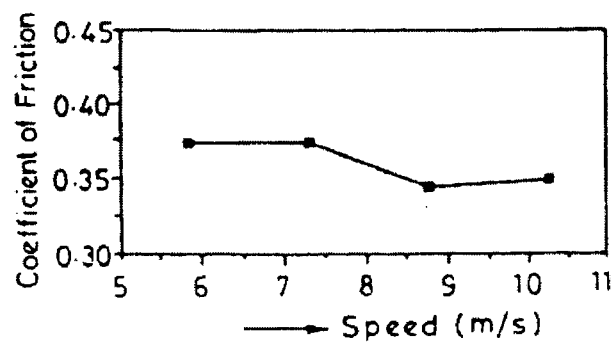
Trois formulations de composites ont été étudiées par Hoshino et al. [79]. La première à base de fibres de titanate de potassium, la deuxième avec un composite hybride

contenant des fibres d'amiante et des fibres de titanate de potassium et la troisième contenant seulement des fibres d'amiante. L'évaluation tribologique à l'aide d'essais de dynamométrie a montré que le premier composite a exhibé un coefficient de frottement élevé, un taux d'usure élevé et une faible résistance de traction due aux fissures qui apparaissent sur la surface du matériau. Le matériau hybride cependant a montré des propriétés acceptables indiquant que le titanate de potassium seul ne peut pas remplacer l'amiante.

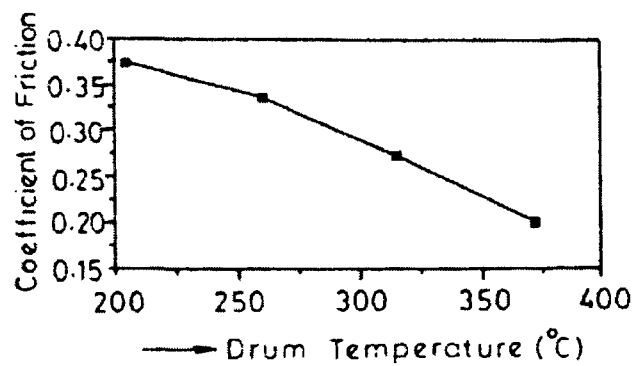
Afin d'étudier l'effet des fibres métalliques sur la performance de frottement des garnitures de frein, Jang et al. [80] ont fabriqué plusieurs matériaux de frottement contenant différentes fibres métalliques (fibre d'acier, cuivre, aluminium). Des tests de glissement sont réalisés sur deux types de disque, l'un à base de fonte grise et l'autre à base d'un alliage d'aluminium. Les résultats ont montré que pour le rotor à base de fonte grise et à température ambiante, les garnitures contenant les fibres de cuivre ou les fibres d'acier ont un coefficient de frottement sensible à la variation de la vitesse de glissement. D'autre part, avec les disques d'aluminium, la sensibilité à la vitesse de glissement est faible et une très faible différence a été enregistrée entre les matériaux de frottement contenant différentes fibres métalliques. Ces auteurs ont expliqué ce comportement par l'interaction générée entre les fibres métalliques des garnitures de frein et la fonte grise du disque. Pour la résistance au fading à haute température, les meilleures résistances sont observées avec les garnitures contenant les fibres de cuivre. Ce comportement est dû à la conductivité thermique élevée de ces fibres et à la formation d'un oxyde de cuivre sur l'interface de frottement. Les résultats ont aussi montré une incompatibilité entre les garnitures de frein à base de fibres d'acier et le disque d'aluminium. Ceci a été expliqué par le transfert de matière entre les deux matériaux et au comportement de frottement erratique durant le glissement à haute température.



(a)

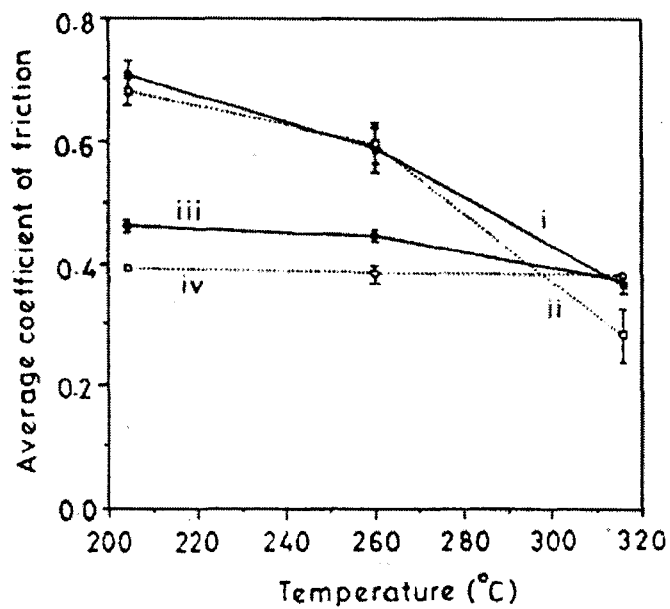


(b)

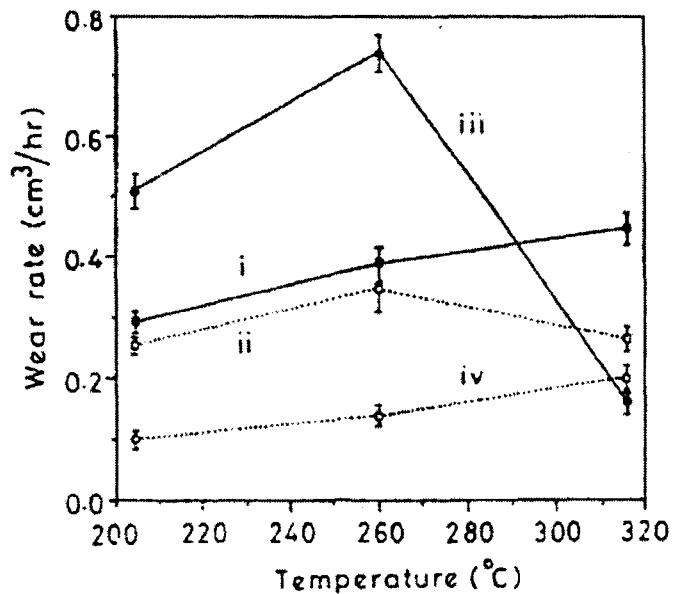


(c)

Figure 1.12 - Variation du coefficient de frottement des composites renforcés de fibres de carbone en fonction de (a) la charge (b) la vitesse (c) la température [75].



(a)



(b)

Figure 1.13 - Effet de la température sur : (a) coefficient de frottement, (b) taux d'usure pour plusieurs composites i) composite à base de fibre de verre, (ii) kevlar/verre, (iii) fibre d'acier, (iv) kevlar/acier [77].

Tableau 1.4 - Caractéristiques comparatives de quelques fibres utilisées dans les formulations des garnitures de frein [42]

Caractéristique	Fibre de verre	Fibre d'aramide	Titanate de potassium	Fibre de carbone	Céramique	Cuivre	Acier	Amiante
Coefficient de frottement	②	②	②	③	②	②	②	②
Stabilité thermique	③	③	②	①	②	②	②	②
Taux d'usure	②	②	②	②	②	②	①	③
Résistance du matériau	②	②	③	②	③	②	①	②
Bruit	③	②	③	②	③	②	③	③
Agressivité vis à vis du rotor	③	②	③	②	④	②	③	②
Conductivité thermique	②	②	②	④	①	④	④	②
Facilité de processus	③	③	②	③	③	②	②	②
Économie	②	③	③	④	③	③	②	①

① = Excellent ② = Bien ③ = Moyenne ④ = Faible

1.4.3 Charges diverses

Les charges diverses interviennent dans la composition des garnitures de friction pour leur donner des caractéristiques particulières adaptées aux conditions d'utilisation. Avec des charges dures, il est possible d'accroître le coefficient de frottement, mais elles font augmenter le taux d'usure. Pour permettre un plus grand kilométrage, des charges lubrifiantes sont incorporées. La silice, l'argile, le talc sont couramment utilisés en raison de leurs propriétés sur le frottement.

L'étude de l'influence de l'ajout de poudre de cuivre, de BaSO_4 et de poudre de cajou a été effectuée par Handa et Kato [81]. Ces auteurs ont préparé plusieurs formulations contenant un même taux (20%) de résine phénolique et de fibres de kevlar, le taux d'une des poudres a été maintenu fixe et le taux des deux autres a été varié de 0 à 40%. Les résultats ont montré que l'ajout de la poudre de cuivre fait augmenter la résistance au fade, mais fait diminuer la résistance à l'usure. Par contre, l'ajout du BaSO_4 fait diminuer la résistance au fade et fait augmenter la résistance à l'usure.

Dans le cas du composite hybride poudre de cuivre/cajou, le taux d'usure augmente presque linéairement avec l'augmentation du taux de poudre de cuivre. Un maximum de résistance de fade et une propriété de frottement élevée a été enregistrée avec 20% de chacun (20% de cuivre/20% cajou). Pour la série de composites BaSO_4 /poudre de cajou, la meilleure performance de frottement et la meilleure résistance à l'usure était enregistrée avec 0% de BaSO_4 . Le taux d'usure minimale était enregistré avec le matériau contenant 10% BaSO_4 / 30% poudre de cajou. Les essais ont montré clairement que la poudre de cuivre et la poudre de cajou ont un effet significatif sur les propriétés de frottement, mais dans le cas de BaSO_4 , son effet sur les mêmes propriétés est faible.

1.4.3.1 Abrasifs

Les abrasifs aident à maintenir la surface de contact propre, contrôlent le développement du film et augmentent aussi le coefficient de frottement. Les abrasifs les plus connus sont l'oxyde d'aluminium, les oxydes de fer, les silicates et les silicates de zirconium.

Afin d'étudier l'influence des abrasifs et des lubrifiants solides sur les caractéristiques de frottement, plusieurs formulations ont été étudiées par Jang et al. [82]. Ces formulations contiennent différentes quantités de Sb_2S_3 (lubrifiant solide) et ZrSiO_4 (abrasif). Les tests ont été réalisés sur un dynamomètre et deux modes de freinage ont été appliqués. Le premier, à vitesse constante (drag mode), et le second avec décélération (stop mode). Les résultats observés montrent que la quantité relative de Sb_2S_3 et ZrSiO_4 a une grande influence sur le niveau de coefficient de frottement, la stabilité de friction et la variation du torque. Leurs principaux résultats ont été résumés comme suit :

- À vitesse constante, une amélioration de la stabilité du coefficient de friction est observée avec l'ajout de Sb_2S_3 . Cette amélioration est due à la formation d'oxyde d'antimoine à température élevée (le Sb_2S_3 se transforme en Sb_2O_5 et Sb_2O_3 à 300-430°C et le Sb_2O_3 se transforme en Sb_2O_4 à 570°C) et cet oxyde joue le rôle d'un lubrifiant.
- Il s'est avéré qu'à vitesse constante, la quantité ZrSiO_4 influence fortement la variation du torque. Cette influence est expliquée par la disparition du film de friction, ce qui est non souhaitable car il réduit la variation du torque.
- La variation du torque durant le test de décélération est fortement affectée par la température du rotor et n'est pas directement proportionnelle au coefficient de frottement. La variation du torque durant ce test est aussi frottement influencée par la quantité de ZrSiO_4 dans le matériau de friction.

- La quantité relative de ZrSiO_4 de Sb_2S_3 joue un rôle crucial dans la détermination du taux d'usure du matériau de friction durant le freinage.

1.4.3.2 Lubrifiants

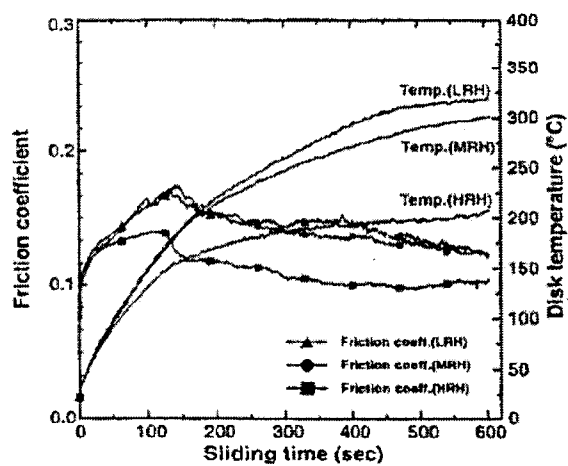
Parmi les différents ingrédients actuellement utilisés pour produire les matériaux de friction, on trouve les lubrifiants solides qui jouent un rôle très important pour réduire l'usure, optimiser le coefficient de frottement et diminuer le bruit lors du freinage. Les lubrifiants solides dans les matériaux de friction montrent une différence caractéristique de friction selon la charge, la température, la vitesse et l'humidité. Ils jouent particulièrement un rôle crucial pour le développement du film de transfert (film de friction sur la surface de rotor). Les lubrifiants solides les plus utilisés dans les formulations des matériaux de friction sont généralement : le graphite, MoS_2 , Sb_2S_3 , ZnS et CuS . Généralement, plus d'un type de lubrifiant solide est utilisé dans une formulation et le taux et la nature de lubrifiants solides utilisés dans les formulations des garnitures commerciales sont classés comme des informations protégées (proprietary information) [83].

Trois matériaux de frottement contenant trois types de lubrifiants solides ont été fabriqués par Jang et al. [84] afin d'étudier l'influence des lubrifiants sur la performance de frottement. Les trois matériaux contiennent 10 % graphite, 7 % graphite + 3 % Sb_2S_3 , 7 % graphite + 3 % MoS_2 respectivement, avec les mêmes concentrations des autres ingrédients. Les résultats ont montré que le matériau contenant deux lubrifiants (graphite+ MoS_2 ou Sb_2S_3) montre une meilleure résistance au fade et un coefficient de frottement élevé et stable comparativement au matériau à base du graphite. Cependant, une faible résistance à l'usure et une génération de martèlement ont été enregistrées avec les deux matériaux.

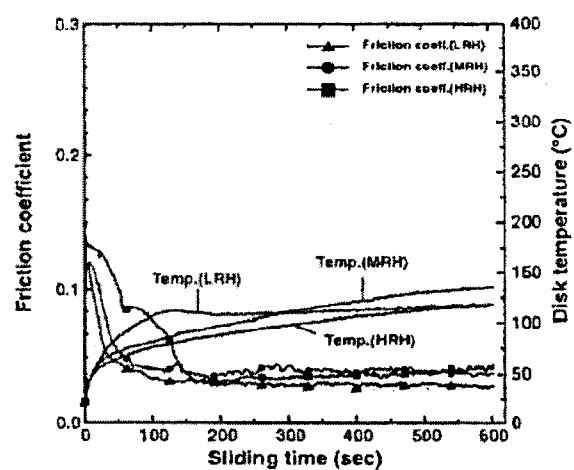
L'effet de l'humidité sur la capacité de lubrification des lubrifiants solides est rapporté par plusieurs auteurs. Savage et al. [85] rapportent qu'une faible quantité de vapeur

d'eau améliore la résistance à l'usure des matériaux à base de graphite. Ils ont observé que la résistance à l'usure de graphite peut changer en fonction du taux d'humidité relative dans l'atmosphère. Gao et Bredel [86] aussi rapportent que les molécules d'eau réagissent facilement avec l'atome de soufre dans la couche de MoS_2 , ce qui change significativement les propriétés de frottement.

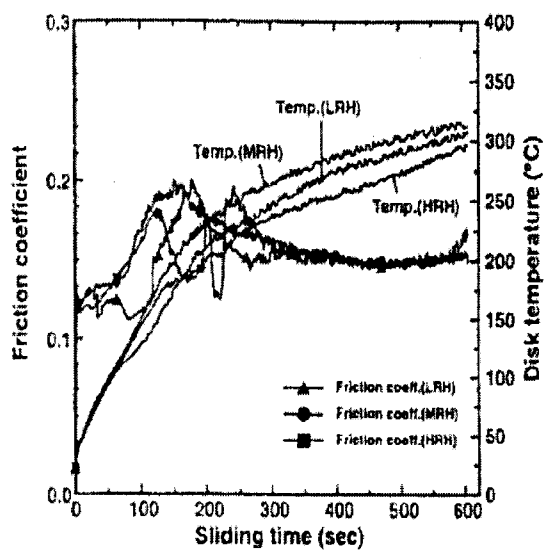
Seong et al. [87] ont étudié l'effet de l'humidité sur la performance de friction des garnitures de frein. Plusieurs formulations ont été préparées avec différents taux de lubrifiant solide (graphite, MoS_2 et Sb_2S_3) et ont été comparées à des formulations sans lubrifiant solide, mais qui contiennent différents ingrédients (Baryte et titanate de potassium). Les résultats montrent que le matériau de friction contenant du graphite est fortement influencé par l'humidité (figure 1.14a). Les auteurs ont expliqué que les molécules d'eau sont absorbées par le graphite, ce qui réduit la résistance de glissement. Par ailleurs, le matériau de friction contenant MoS_2 a un coefficient de frottement élevé même à humidité élevée (figure 1.14b), ceci est expliqué par la résistance des liaisons entre les couches moléculaires parallèles qui deviennent fortes avec l'humidité à basse température. Cette forte résistance due aux molécules d'eau disparaît à température élevée par suite de l'évaporation de l'eau. Il faut signaler que le coefficient de frottement des matériaux à base de graphite est meilleur que celui de MoS_2 et cette différence est due aux propriétés de friction des deux lubrifiants solides. Les matériaux de friction sans lubrifiant solide ou avec Sb_2S_3 ne sont pas affectés par les conditions d'humidité (figure 1.14c,d).



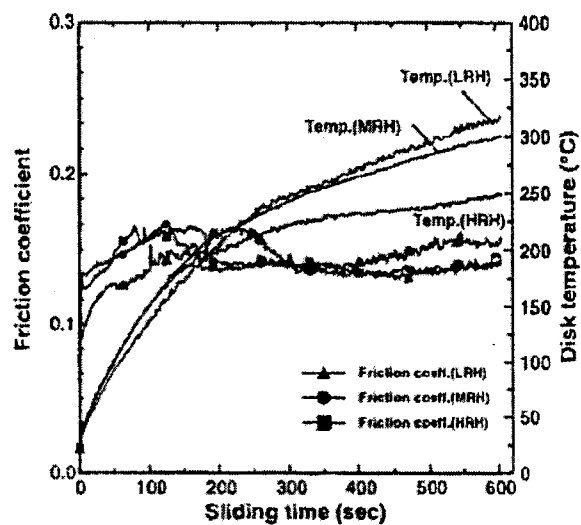
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 1.14 - Variation du coefficient de frottement en fonction du temps à trois niveaux d'humidité (a) graphite, (b) MoS₂, (c) Sb₂S₃, (d) sans lubrifiant solide [87].

L'effet des différents matériaux sur les propriétés résultantes est montré dans le tableau qui suit.

Tableau 1.5 - Caractéristiques des différents matériaux [37]

Composite		Propriétés générales				Propriétés intrinsèques		
		Efficacité	Usure	Bruit	Usure rotor	Résistance en traction	Résistance en cisaillement	Déformation en compression
Fibre	Fibre d'acier	↑	↓	↓	↓	↑	↑	
	Fibre métallique		↑			↑	↑	
	Fibre organique	↓	↑	↑	↑	↑	↑	
	Fibre carbone	↓	↑	↑	↑	↑	↑	
	Fibre inorganique:							
	Laine de roche	↑	↓	↓	↑			
	Fibre céramique	↑	↓	↓	↓			
	Fibre de verre	↑	↑	↓	↓	↑	↑	
Liant	Résine phénolique	↓		↑	↑	↑	↑	↑
	Résine phénolique modifiée	↓	↑	↑	↑	↑	↑	↑
Caoutchouc	NBR, SBR	↑	↑	↑	↑			↓
Poudre métallique	Poudre de cuivre		↑					
Lubrifiant	Type organique: poussière d'anacardier	↑	↑		↑	↓	↓	↓
	Type inorganique: graphite	↓	↑	↑	↑	↓	↓	
	MoS2	↓	↑		↑	↓	↓	
	Sb2S3	↑	↑		↓	↓	↓	
Abrasif	Dur: Al2O3, SiC – intermédiaire: ZrO2, ZrSiO4, SiO2	↑	↓	↓	↓			
Remplisseur	BaSO4, Ca (OH)2				↑			

↑ - augmente ou améliore les propriétés; ↓ - autres.

1.5 Mise en forme des matériaux de frottement destinés au freinage

La qualité d'un matériau composite tel que le matériau de frottement dépend d'une identification claire des paramètres de contrôle du procédé. Ces paramètres de contrôle doivent être ajustés en fonction du type et de la concentration des ingrédients utilisés. Les fabricants de matériaux de frottement ne donnent pas assez d'information sur la composition et les procédés de fabrication de leurs matériaux et les gardent, pour des raisons commerciales, sous forme confidentielle. Les articles publiés ou présentés lors des conférences donnent aussi très peu de détails sur les formulations des matériaux de frottement ainsi que sur leurs conditions de fabrication.

Le processus de fabrication conventionnel des matériaux de frottement, tels que les plaquettes de frein, est le moulage par compression. La figure 1.15 illustre les étapes successives de réalisation d'un matériau de frottement destiné au freinage. Dans ce processus de plusieurs étapes, les ingrédients d'une formulation sont pesés et mélangés mécaniquement. Le mélange résultant doit être bien homogène pour uniformiser les propriétés à travers le volume de la pièce. Le type et la concentration des ingrédients de la formulation du matériau de frottement, l'ordre de l'ajout des ingrédients dans le mélangeur ainsi que les conditions de mélangeage tel que la durée de cycle de mélangeage et la vitesse tournante peuvent avoir un effet significatif sur le comportement des matériaux de frottement. Une vitesse tournante élevée et un long temps de mélangeage par exemple peuvent réduire les dimensions des particules et la longueur des fibres. Les formulations de plaquette de freins, en général, sont à base de résine phénolique. Si la résine est sous forme liquide, alors le processus est désigné sous le terme mélange humide (wet mix) et si la résine est sous forme de poudre, il est appelé mélange sec (dry mix). Dans la deuxième étape, le préformage, ce mélange est pressé au froid pour donner une préforme et des dimensions stables au produit final. La prochaine étape dans le processus est le moulage par compression à chaud. Dans cette étape, une portion du mélange est versée dans un moule selon une quantité bien définie.

Le moule passe dans une presse. Le tout est pressé à chaud pour permettre à la résine de polymériser. Dans ce processus, les paramètres tels que la pression, la température et le temps de maintien doivent être contrôlés. Pendant le pressage, la presse s'ouvre pendant un court instant pour permettre à la vapeur d'eau produite lors de la polymérisation de s'évaporer. Après la compression à chaud et la cuisson, le matériau généralement est post-cuit. Les opérations de finition tel que le sablage pour éliminer l'excès de résine accumulée sur la surface du matériau de frottement pendant la compression et la réalisation des chanfreins et des fentes sont effectuées avant de peindre ces produits.

1.5.1 Procédés de moulage des matériaux de frottement

Le procédé de fabrication conventionnel des matériaux de frottement, tels que les plaquettes de frein, s'effectue par moulage par compression. Il existe deux techniques de moulage en industrie, on y retrouve le moulage instantané et le moulage positif. Ses techniques comportant essentiellement un pressage à froid d'un mélange de lubrifiant, abrasives et de liant organique, suivi d'une liaison sous pression à chaud.

1.5.1.1 Moulage instantané - Flash molding

Ce procédé consiste à mouler plusieurs plaquettes à partir d'un moule composé de plusieurs cavités. Une pression est appliquée à tout le moule. Cela fait que dépendamment de la quantité de matériau présent dans chacune des cavités, la pression appliquée sur chacune des plaquettes peut différer. Cette méthode produit donc des plaquettes ayant des densités différentes. Les propriétés peuvent être variables d'une plaquette à l'autre. De plus, cette méthode de moulage nécessite un plus haut taux de résine. Cela peut mener à une augmentation du problème de *fade*.

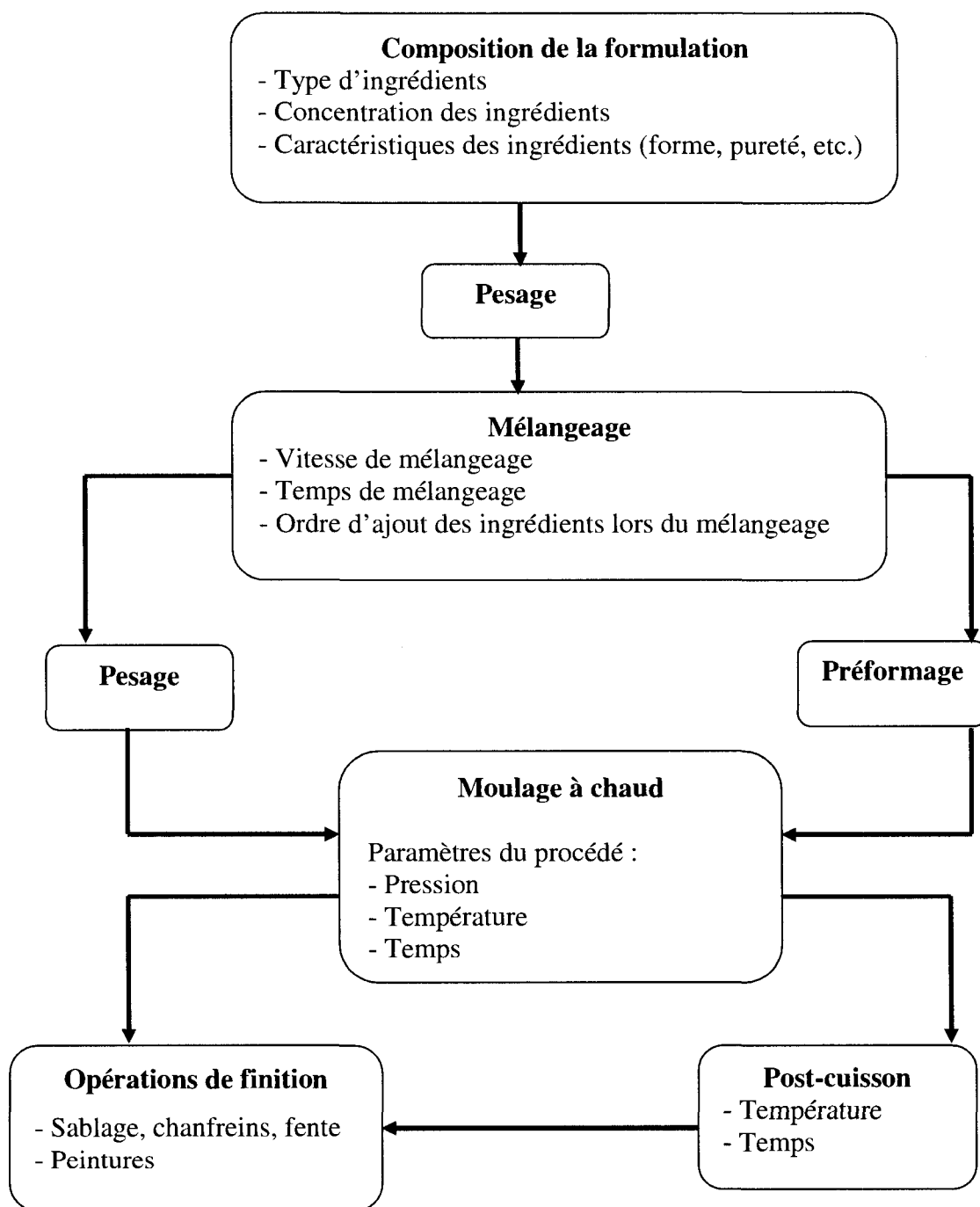


Figure 1.15 - Schématique de la fabrication des matériaux de frottement destinés au freinage.

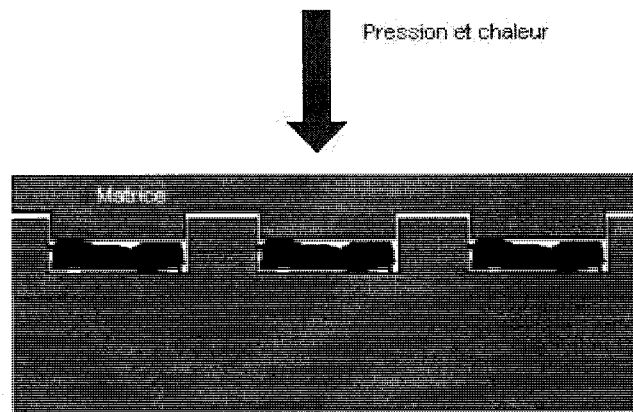
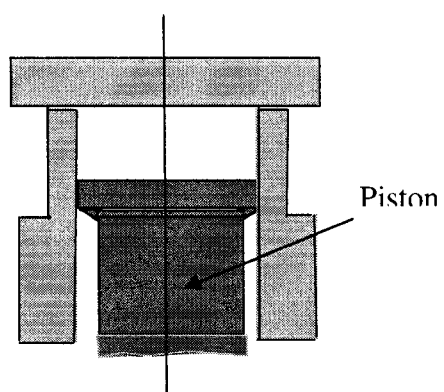


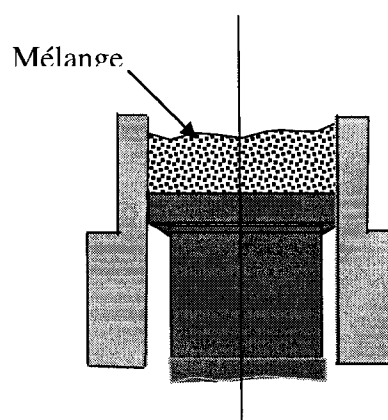
Figure 1.16 - Schéma du procédé du moulage instantané.

1.5.1.2 Moulage positif - Positive molding

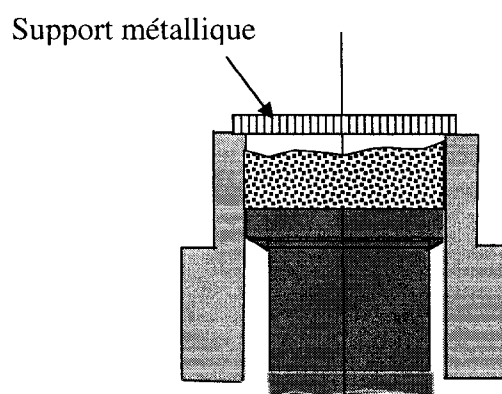
Pour ce procédé, on moule chacune des plaquettes en appliquant une pression individuelle sur ces dernières. On débute par l'insertion du matériau pré-mélangé, ensuite la pression est exercée par un piston sur le mélange et chauffé pour faire durcir la résine. Donc, chacune des plaquettes est moulée à la pression exacte. Il s'en suit un matériau possédant des propriétés beaucoup plus uniforme. De plus, la quantité de résine étant inférieure, le phénomène de *fading* est grandement réduit.



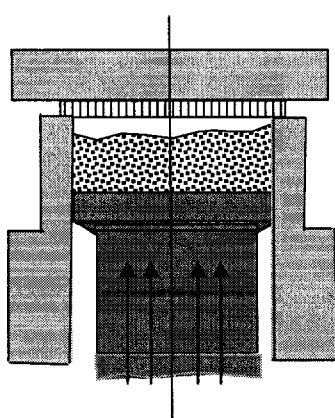
1.17a. Préchauffage



1.17b. Remplissage

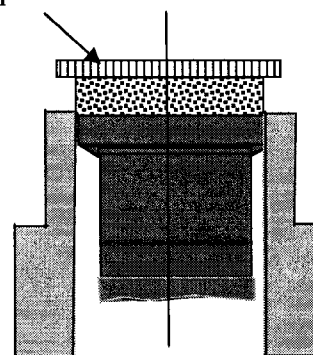


1.17c. Remplissage



1.17d. Pressage

Plaque de frein



1.17e. Démoulage

Figure 1.17 - Schéma du procédé du moulage positif.

1.5.2 Effet des paramètres de mise en forme sur le comportement des matériaux de frottement

Les principaux paramètres de la mise en forme des matériaux de frottement sont : la pression, la température et le temps. La température ou bien précisément la chaleur est nécessaire pour initier et compléter la cuisson de la résine. La pression est nécessaire pour avoir une bonne consolidation car elle aide à évacuer tout excédent de résine et éliminer les inclusions gazeuses. Les transformations physiques et chimiques qui se manifestent lors de la cuisson sont fonction du temps [88]. Ces paramètres affectent le comportement des matériaux de frottement et devrait être ajustés pour optimiser la cuisson et le temps de cycle du procédé. Les recherches dans ce sujet sont rares et ceci est dû aux compagnies spécialisées dans le domaine qui ne publient pas leurs résultats obtenus. Les rares articles et recherches publiés et qui traitent l'effet de ces paramètres sur le comportement des matériaux de frottement sont assez généraux et ne donnent pas assez de détails concernant les ingrédients ainsi que le procédé utilisé pour réaliser ces tests. Les paramètres de moulage devraient être modifiés selon les propriétés tribologiques et physiques appropriées dépendamment du type et de la quantité relative des ingrédients formant les matériaux de frottement. Parce que les propriétés physiques et tribologique du matériau changent en fonction de la réaction entre la résine et les autres ingrédients et l'interaction entre les ingrédients eux-mêmes, l'optimisation de ces paramètres aide à améliorer le comportement de ces matériaux lors de freinages.

Dans un travail de recherche visant à étudier l'influence des paramètres de fabrication sur le comportement au frottement des plaquettes de freins, Moussa et al [89] ont préparé plusieurs formulations de frottement de type organique renforcé avec la fibre d'amiante et moulés sous différentes pressions, températures et temps de moulage. Les résultats ont montré que pour le matériau de frottement contenant 35 % d'amiante, les paramètres optimaux de moulage sont 16 MPa pour la pression de moulage,

température de moulage de 150°C et une post-cuisson de 2 heures sous température de 150°C.

Kim et al. [90] ont étudié l'effet des paramètres de fabrication sur les propriétés physiques des matériaux de frottement destinée au freinage. La formulation étudiées contient 15 ingrédients entre autres la résine phénolique, des fibres de renforcement, des lubrifiants solides, des abrasifs etc. Ils ont démontré expérimentalement que la pression et le temps de moulage sont les paramètres qui influencent le plus la dureté surfacique des matériaux. De façon plus particulière, la dureté surfacique est fortement affectée par la pression de moulage tandis que le taux de porosité était influencé par la température de moulage. Cependant, les résultats expérimentaux de ce travail n'ont suggéré aucun rapport direct entre les propriétés physiques de ces matériaux et le comportement tribologique. Par conséquent, il ne pouvait pas obtenir de paramètres optimaux qui satisfassent les propriétés physiques et le comportement tribologique.

L'effet de la pression de moulage sur les propriétés mécaniques et de frottement des matériaux semi-métalliques a été étudié également par Dong et al. [91]. La pression de moulage a été variée de 5.5 MPa jusqu'à 16.6 MPa. Les résultats ont montré que l'augmentation de la pression de moulage fait augmenter la résistance et le module en flexion des matériaux moulé. Ils ont remarqué aussi que la résistance à l'usure des matériaux augmente avec l'augmentation de la pression de moulage, cependant le coefficient de frottement de ces matériaux n'est pas significativement affecté par la pression de moulage. Ils ont conclu aussi qu'une pression de moulage entre 10 et 15 MPa est appropriée pour le moulage de ce genre de formulation.

Dans la présente étude, plusieurs formulations de matériaux de frottement ont été préparées et étudiées par Mathur et Thiagarajan [92] afin d'optimiser une formulation adéquate qui peut être utilisée dans le domaine de freinage. À cette fin, une formulation de base a été sélectionnée et seulement le pourcentage de résine a été varié entre 20 et 40 %. Les résultats ont montré une amélioration prononcée des valeurs de la résistance

des composites en augmentant le taux de résine de 20 à 25 %. Cependant, on ne remarque pas une amélioration des propriétés mécaniques pour les concentrations de résine au dessus de 25 %. D'autre part, cette augmentation de la concentration avait un effet négatif en termes de valeurs de dureté des composites.

Pour développer un procédé en continu qui permet de minimiser les étapes de fabrication des matériaux de frottement et de réduire les coûts de main-d'œuvre, Nguyen et Taylor [93] ont étudié la faisabilité d'utiliser le procédé de pultrusion pour fabriquer des matériaux de frottement. La pultrusion est un procédé de fabrication en continu des matériaux composites de géométrie principalement linéaire et de section constante. Dans cette étude, la formulation choisie est une formulation organique sans amiante contenant des fibres de renforcement, des lubrifiants, des abrasifs et de la résine phénolique comme liant. Des tests de glissement ont été menés afin d'évaluer les caractéristiques et la performance de ces matériaux. Les résultats ont montré la faisabilité de pultruder en continu des matériaux de frottement. Les caractéristiques du matériau pultrudé exhibent une meilleure résistance à l'usure comparativement au matériau fabriqué par la méthode de compression conventionnelle, Cependant les autres caractéristiques telles que le coefficient de frottement sont faibles. Ils ont suggéré que ces caractéristiques de freinage puissent être ajustées avec l'architecture de fibre du renfort, la chimie de résine et les charges de remplissage.

1.5.3 Gonflement et croissance des garnitures de frein

Les fabricants des matériaux de frottement sélectionnent les matières premières et ajustent le processus de fabrication dans le but de contrôler les variations dimensionnelles de ces matériaux. Dans le cas des garnitures de frein, l'instabilité dimensionnelle peut affecter leur qualité telles que la planéité transversale, le changement de diamètre du trou de rivet et les arcs appropriés.

Durant le moulage sous pression des matériaux de frottement à base de résines phénoliques et lors des réactions de polymérisation, des matières volatiles telles que l'ammoniac, l'eau et les hydrocarbures à faible poids moléculaire sont libérées. Ces matières volatiles, particulièrement le gaz de l'ammoniac, produisent des pressions internes. Ces pressions peuvent produire des boursouflures (blitstering) qui peuvent être vues à l'œil nu, ou même provoquer l'éclatement de ces matériaux pendant une post-cuisson. La formation de boursouflures dans le matériau aura comme conséquence l'apparition de fissures. L'infiltration d'eau dans ces fissures peut favoriser la corrosion durant les périodes chaudes ou provoquer l'élargissement de ces fissures en périodes de froid lors de l'expansion de l'eau sous forme de glace.

Après la cuisson des garnitures de frein, les matières volatiles résiduelles qui ne sont pas complètement dégagées peuvent provoquer des boursouflures et des fissures internes et/ ou externes, lors d'un chauffage additionnel tel que la post-cuisson. Le dégagement de ces matières volatiles résiduelles, la réticulation additionnelle et la relaxation des contraintes internes dans les garnitures de frein peuvent également engendrer des instabilités dimensionnelles. Ces deux principaux défauts sont connus sous les termes de gonflement (swell) et croissance (growth).

Le gonflement est une augmentation temporaire d'épaisseur du matériau de frottement, lors d'un chauffage additionnel mesuré généralement à environ une température de 205°C. Ce gonflement se fait généralement de manière inégale sur la surface. Le phénomène de croissance quant à lui résulte de l'augmentation permanente de l'épaisseur après refroidissement des garnitures à température ambiante.

1.6 Mécanisme physique de frottement mis en jeu au contact

Les garnitures de frein se composent de plusieurs matériaux ayant des propriétés très différentes. Les matériaux à faible résistance comme la résine et les lubrifiants ont une

dureté autour de 200 MPa, tandis que les particules d'abrasif et les fibres ont une dureté supérieure à 20 GPa. Ces différences donnent une situation de contact très complexe. Une usure distribuée de manière non uniforme et des débris détachés du matériau de départ restant dans le contact sous forme plus ou moins agglomérée (ce qui modifie la topographie de surface) mènent à une variation de la distribution des contraintes. Le comportement de ce troisième corps étant sensible à la fois à la géométrie et aux dimensions du contact, ainsi qu'à l'environnement. Des recherches du point de vue tribologique ont donc été faites par plusieurs chercheurs [94-100] sur ces matériaux et ont consisté à appréhender les mécanismes de formation, de vie et de destruction du 3^e corps recouvrant la surface apparente des plaquettes. Ces études ont été réalisées à travers des observations macro- et microscopiques et des analyses chimiques des plaquettes de friction. Des observations et des analyses chimiques de la surface des plaquettes ont permis de proposer des modèles descriptifs phénoménologiques des mécanismes physiques mis en jeu au contact au cours du freinage.

1.6.1 Principales caractéristiques de la surface de contact

Yanick [101] a étudié le comportement tribologique en freinage des garnitures de matériaux organiques et a observé qu'après quelques essais de freinage, la surface des échantillons est globalement plane et présente de nombreuses traces de glissement curvilignes et parallèles, orientées dans le sens du mouvement. Les observations à la loupe binoculaire ont révélé une porosité du matériau et la présence de plaques discontinues. Avec les observations au microscope électronique à balayage (MEB), deux caractères ont été identifiés. Les échantillons présentent des zones de contact disséminées sur la surface. La portée que représente la totalité de ces zones est bien moindre que celle estimée à l'échelle macroscopique. Ceci montre bien la difficulté d'estimer la surface de contact réelle par rapport à la surface de contact apparente selon laquelle est calculée la pression nominale d'application. Les zones de contact réelles sont formées par des plaques qui peuvent présenter des marques de frottement. Le

deuxième caractère est la présence importante de particules à la surface de l'échantillon, le plus souvent autour des plaques décrites précédemment. Ces particules peuvent être piégées dans les porosités du matériau et rester au moins provisoirement dans le contact. Elles peuvent recirculer et venir s'agglutiner sur le bord d'attaque des plaques ou bien peuvent être également éjectées du contact devenant alors des particules d'usure au sens propre du terme.

Les plaques qui supportent le chargement, ainsi que les particules, forment le troisième corps qui permet d'accommoder la différence de vitesse entre les deux premiers corps (rotor/garniture) et d'assurer la séparation de ces derniers.

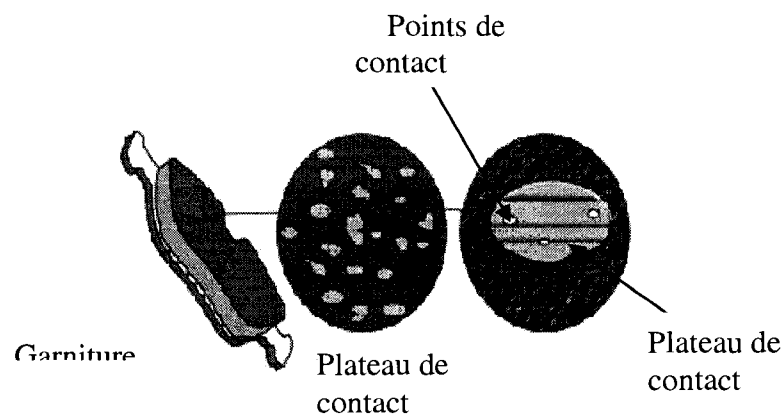


Figure 1.18 - Vue générale de contact réel d'une garniture de frein [94].

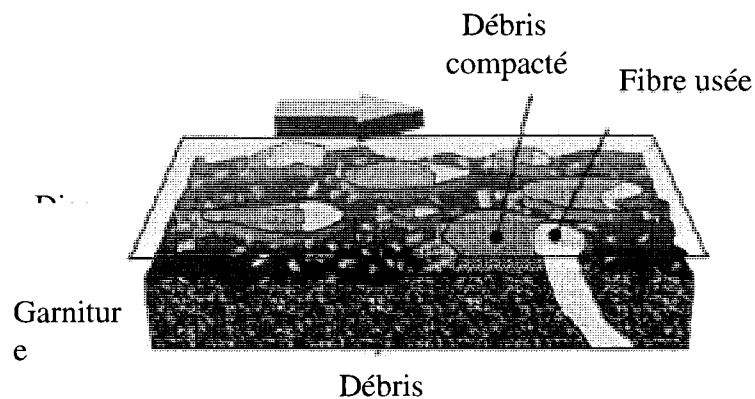


Figure 1.19 - Situation de contact entre une garniture organique et un disque de frein [94].

1.6.2 Génération des particules

Dans les premiers instants de freinage, la portance est assurée par les phases les plus rigides du composite, à savoir les fibres de renforcement et certaines autres charges. Ces fibres confèrent au matériau ses caractéristiques mécaniques d'ensemble et ont donc une influence directe sur ses propriétés physiques de frottement et sur son usure. Cette phase produit une grande quantité de particules de tailles diverses et ces particules détachées sont alors prises dans le contact, qui va les broyer, réduire leur taille et les mélanger. Ces particules forment des lits de poudre de grande homogénéité.

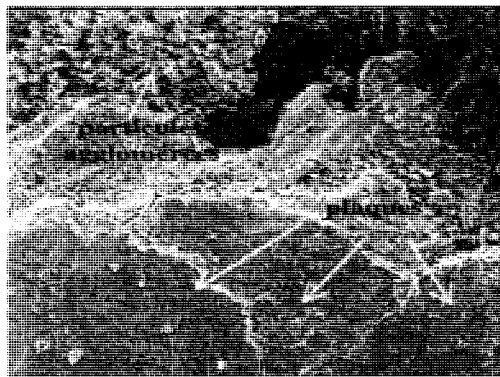


Figure 1.20 - Plaque de troisième corps.

1.6.3 Formation et évolution des plaques portantes

Les phases les plus rigides du matériau, qui assurent le contact dans les premiers instants et participent à la génération d'une grande quantité de particules, semblent également jouer un rôle dans la formation des plaques portantes. Ces phases rigides servent aussi d'obstacles à la circulation des particules. Cela génère à la surface des garnitures des sites privilégiés de piégeage et d'accumulation de particules. Une fois les particules suffisamment accumulées, ce lit de poudre participe à son tour au contact. Ce mécanisme, qui a été essentiellement observé dans les zones de portance récente, est caractéristique des premiers instants du contact et de la phase de formation des

premières plaques portantes. Dans les zones de portance plus anciennes et mieux établies, des plaques de quelques microns d'épaisseur sont observées. Dans ces zones, sous l'action du contact, les particules s'agglomèrent les unes aux autres et se compactent, formant ainsi une surface plus lisse.

Le phénomène de croissance et de formation des plaques peut être dû à deux mécanismes. La première explication est que la charge élevée réduira l'espace entre la garniture et le disque, quand la taille des passages étroits dans ce labyrinthe est réduite, plus de débris seront bloqués et les plaques se développent. La deuxième explication raisonnable est l'effet de la température et de la pression élevées. Les débris d'usures seront plus enclins à s'agglomérer, formant même des films continus à charges et aux températures plus élevées. La taille des plaques varie avec la pression appliquée lors de freinage. Durant l'application d'un freinage doux, le diamètre moyen des plaques est compris entre 50 et 500 μm et la hauteur est de quelques microns. Le nombre de plaques dans une garniture est de l'ordre de 10^5 et l'aire totale est de l'ordre de 10 à 30 % de l'aire nominale de contact de garniture. À température et pression élevées, la taille des plateaux peut augmenter jusqu'à 1 millimètre.

CHAPITRE 2 - MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

Dans cette partie, nous présentons les différentes procédures expérimentales menées pour investiguer les effets des paramètres de cuisson, des résines et des charges de remplissage sur les propriétés physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement.

Une présentation des matériaux et des formulations ainsi que de la procédure de fabrication précède l'explication des différents tests appliqués. Le mode de préparation des échantillons destinés aux observations sous microscope électronique à balayage clos ce chapitre.

2.1 Étude de l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile

Le premier objectif consiste à étudier l'effet des paramètres de cuisson : pression, température, temps de moulage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement. Dans cette partie, nous présentons le procédé de préparation des formulations ainsi que la méthode de fabrication des matériaux étudiés.

2.1.1 Matériaux, formulations et moulage

La formulation de matériaux de frottement sélectionnée pour étudier l'effet de ces paramètres fait partie de la classe dite faible-métallique. La composition de cette formulation est présentée dans le tableau 2.1. La résine de base choisie est une résine phénolique de type novolaque non modifiée fabriquée par la compagnie Hexion Sepeciality Chemicals, Inc. vendue sous la désignation Durite FD-2170. Cette résine est

destinée spécialement à la fabrication des matériaux de frottement utilisés comme garnitures de frein et ses propriétés sont montrées dans le tableau 2.2.

Tableau 2.1 - Formulation du matériau de frottement faible-métallique étudiée

	Ingrédient	Forme	Rôle	Concentration (% masse)
Groupe 1	Résine phénolique non modifiée	Poudre	Liant	8
	Kevlar	Fibre	Fibre de renforcement	3,5
	Titanate de potassium	Fibre	Charge de remplissage	2,25
	Fibre d'acier	Fibre	Fibre de renforcement	35
Groupe 2	Caoutchouc	Poudre	Additif (amortissement de bruit)	1
	Poudre d'acajou	Poudre	Additif (stabilisateur de frottement)	6
	Oxyde d'aluminium	Poudre	Abrasif	3,25
	Poudre de fer	Poudre	Conductivité thermique	22
	Graphite synthétique	Poudre	Lubrifiant	6
	Graphite naturelle	Poudre	Lubrifiant	13

Tableau 2.2 - Caractéristiques de la résine phénolique de type novolaque utilisée

Distance d'écoulement sur une plaque de verre, 125°C (mm)	29-43
Température de cuisson (Hot plate cure), 150°C (sec)	70-90
Taux de Hexa (%)	7.5-8.5
Taux de phénol libre (%)	1.8-2.8

La formulation de matériau de frottement de type faible métallique étudiée contient 10 ingrédients. Ces ingrédients ont des caractéristiques de forme et de taille différentes, ce qui influence le degré d'homogénéité du mélange résultant. Les industriels utilisent des méthodes de mélangeage spécifique à chaque formulation, mais généralement ils mélangent tout d'abord les fibres ensemble en premier lieu et après ils ajoutent les charges. Cette procédure a été adoptée pour permettre une meilleure adhésion entre les différents ingrédients et pour ouvrir les fibres et obtenir un mélange homogène. Dans notre cas, la formulation a été divisée en deux groupes. Les ingrédients formant chaque groupe sont présentés au tableau 2.1. Le procédé de préparation des formulations comprend deux étapes : la pesée et le mélangeage. La première étape consiste à peser les quantités requises d'ingrédients sur une balance. Le mélangeage est effectué sur un mélangeur de capacité 100 litres (Figure 2.1). Tout d'abord, les ingrédients du premier groupe sont pesés et introduits ensemble dans le mélangeur et mélangés pendant 10 min afin de permettre l'ouverture des fibres et leur homogénéisation. Une fois que le mélangeage du premier groupe est fini, on introduit les ingrédients du deuxième groupe dans le mélangeur et le tout est mélangé pendant une durée de 20 min.

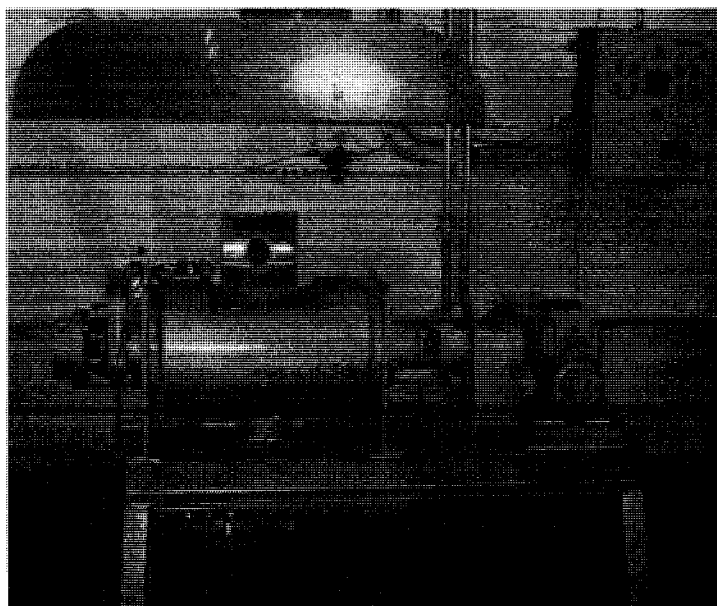


Figure 2.1 - Schéma du mélangeur.

Une fois la formulation préparée, des portions d'environ 250 g sont prélevées de ce mélange et placées dans des empreintes du moule pour fabriquer nos matériaux.

La fabrication des garnitures de frein a été réalisée par le procédé de moulage positif (positive molding process). Le montage expérimental consiste en un moule à deux cavités qui permet de créer deux pièces en une seule opération. Les deux poinçons du moule sont amovibles. Les empreintes ont la forme de garniture de frein de voiture Dodge Charger SRT8-2006. La figure 2.2 illustre le moule utilisé pour fabriquer les matériaux étudiés. Le moule est placé entre les plateaux d'une presse hydraulique possédant quatre pistons. La capacité de chaque piston est de 50 tonnes. Le plateau inférieur de la presse compresse les deux poinçons du moule à déplacement contrôlé. La presse est fermée jusqu'à ce que le plateau amovible atteigne un déplacement déterminé. Du moment que le moule est fermé à la pression voulue, la presse maintient les plateaux en position constante tout au long de la durée du moulage. Durant chaque temps de moulage, les premières et deuxième vingt secondes, le moule s'ouvre légèrement pendant 2 secondes pour permettre l'évacuation des gaz produits lors de la polymérisation de la résine.

Le chauffage du moule est effectué sur les côtés supérieur et inférieur par les plateaux de la presse. Le chauffage des plateaux de la presse est contrôlé grâce à deux thermocouples situés dans les plateaux de la presse. Le contrôle du chauffage, de la pression et du temps de moulage est effectué par un système électronique.

Les principaux paramètres qui affectent la cuisson du matériau de frottement étudiés sont la température, la pression et le temps de moulage. Afin d'évaluer l'effet de ces paramètres sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement, un plan d'expérience de 27 essais a été réalisé. Trois pressions de moulage de 1000, 2000 et 3000 Psi ont été choisies. Ces dernières sont les pressions apparentes affichées par la presse de moulage et elles correspondent aux pressions de 8.76, 17.44 et

26.13 MPa appliquées réellement sur nos matériaux. Ces pressions sont présentées entre parenthèses dans le tableau 2.3. Pour chaque pression, trois températures de moulage de 130, 160 et 190°C ont été variées et pour chaque température un temps de moulage de 3, 5 et 8 minutes (Tableau 2.3). Donc un plan d'expérience de 3^3 combinaisons de pression, température et temps de moulage a été réalisé pour couvrir les objectifs du chapitre 3.

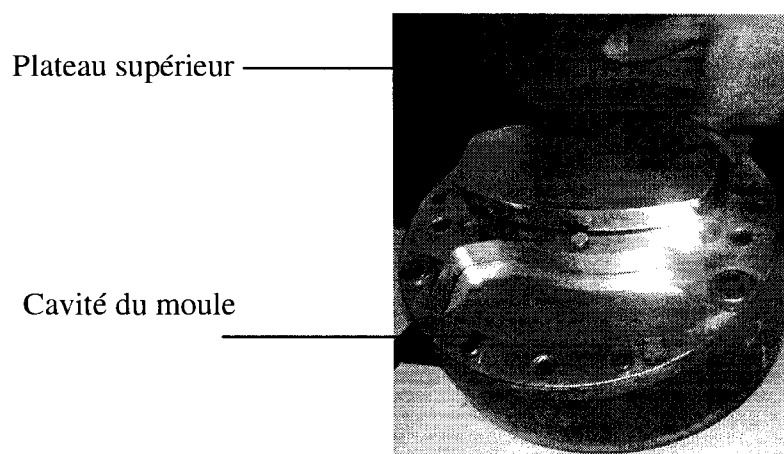


Figure 2.2 - Moule utilisé pour fabriquer les plaquettes de freins.

Tableau 2.3 -Valeurs des paramètres de cuisson étudiés

Pression de moulage Psi	Température de moulage (°C)	Temps de moulage (min)
1000 (8.76 MPa)	130	3
		5
		8
	160	3
		5
		8
	190	3
		5
		8
2000 (17.44 MPa)	130	3
		5
		8
	160	3
		5
		8
	190	3
		5
		8
3000 (26.13 MPa)	130	3
		5
		8
	160	3
		5
		8
	190	3
		5
		8

2.2 Effet de la résine sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile

La formulation faible métallique étudiée précédemment a été choisie pour réaliser l'étude de l'effet de type et de la concentration de résine sur le comportement mécanique et tribologique des matériaux de frottement. Les différents ingrédients de la formulation n'ont pas varié et seulement la concentration et le type de résine ont varié.

Quatre différentes résines commerciales phénolique de type novolaque fabriquées par la compagnie Hexion Speciality Chemicals, Inc. fournies sous forme de poudre ont été sélectionnées comme polymère de base pour la préparation de nos matériaux de frottement. Dans chacune de nos formulations, une résine phénolique différente a été utilisée. La première formulation à base d'une résine phénolique non modifiée (S) vendue sous la désignation FD-2170. La deuxième formulation à base d'une résine phénolique modifiée avec du caoutchouc acrylonitrile-butadiène (N) vendue sous la désignation Rutaphen-PF6338. La troisième formulation à base d'une résine phénolique modifiée avec de l'époxy (E) vendue sous la désignation Rutaphen-FD-703A et enfin une formulation à base d'une résine phénolique modifiée avec du phosphore (RP) vendue sous la désignation Rutaphen-PF 9578 RP. Certaines caractéristiques physico-chimiques de ces résines sont présentées dans le tableau 2.4. Douze formulations ont été ensuite préparées et où la concentration de chacune des résines a été variée respectivement de 6, 12 et 18 % en masse. Les concentrations massiques des différents ingrédients qui composent la formulation faible-métallique sont maintenues constantes et seuls le type et la concentration de résine ont été variés.

Des portions de 250 g sont prélevées de chaque formulation et placées dans des empreintes du moule. Le moule est chauffé à la température de 190°C et une pression de 3000 Psi est exercée pendant une durée de 5 min. Pendant la compression, le moule s'ouvre pendant un court instant pour permettre l'évacuation des gaz produits lors de la polymérisation de la résine.

Tableau 2.4 - Caractéristiques physico-chimiques des résines étudiées

Résine Propriétés	S	N	E	RP
Distance d'écoulement sur une plaque de verre, 125°C (mm)	29-43	12-16	40-60	20-30
Température de cuisson (Hot plate cure), 150°C (sec)	70-90	90-120	50-80	110-170
Taux de hexa (%)	7.5-8.5	8-9	8-9.3	8-14
Taux de phénol libre (%)	1.2-2.8	0,5	0.0-1.5	0,2

En résumé, quatre formulations contenant chacune une résine différente ont été étudiées. Pour chacune de ces résines, trois concentrations ont été examinées, ce qui représente 12 matériaux différents.

Afin d'étudier l'effet de la post-cuisson, douze autres matériaux identiques ont été aussi préparés et ont subi un traitement thermique (post-cuisson) à une température de 200°C, pendant une durée de deux heures. Donc, en totalité, 24 types de matériaux ont été fabriqués et étudiés pour couvrir les objectifs du chapitre 4. Pour des raisons de simplification, des codes ont été affectés à chaque matériau et le tableau 2.5 récapitule les variables et les désignations des matériaux qui seront utilisés par la suite dans notre étude. La lettre C désigne, dans ce tableau, les matériaux ayant subi la post-cuisson.

Tableau 2.5 - Variables et désignations dans les formulations faibles métalliques

Concentration de résine (%)	Type de résine phénolique							
	Résine non modifiée (S)		Résine modifiée époxy (E)		Résine modifiée phosphore (RP)		Résine modifiée NBR (N)	
	Non post-cuit	post-cuit	Non post-cuit	post-cuit	Non post-cuit	post-cuit	Non post-cuit	post-cuit
10%	S1	S1-C	E1	E1-C	RP1	RP1-C	N1	N1-C
12%	S2	S2-C	E2	E2-C	RP2	RP2-C	N2	N2-C
18%	S3	S3-C	E3	E3-C	RP3	RP3-C	N3	N3-C

2.3 Effet des charges de remplissage sur les propriétés physique, mécanique et tribologique des garnitures de frein

La formulation faible métallique à base de résine phénolique non modifiée étudiée dans le chapitre 3 a été choisie pour étudier l'effet de l'ajout des charges de remplissage sur le comportement mécanique et tribologique des matériaux de frottement. Les concentrations massiques des différents ingrédients qui composent la formulation faible-métallique de base sont maintenues constantes et seules les concentrations de la poudre de fer et de la fibre d'acier ont été réduites à 19 % et 28 % respectivement (initialement 22 % et 35 % dans la formulation de base). La quantité réduite (10 % en masse) sera remplacée par la masse de charge de remplissage à étudier. Par la suite, six autres formulations contenant différents types de charge de remplissage ont été

préparées et étudiées contenant chacune une charge de remplissage différente de concentration massique égale à 10 %, voir tableau 2.6. Les charges de remplissage choisies sont: sulfate de Baryum, carbonate de calcium, carbonate de calcium pulvérisé (pica), vermiculite expansée, mica et talc. Les caractéristiques de ces charges sont présentées dans le tableau 2.7. À des fins de comparaison, la formulation de base sans charge de remplissage a été préparée et désignée sous le nom de LM (faible-métallique à concentration de charge de remplissage égale à zéro).

Tableau 2.6 - Formulation du matériau de frottement faible-métallique étudiée

	Ingrédient	Forme	Rôle	Concentration (% masse)
Groupe 1	Résine phénolique non modifiée	Poudre	Liant	8
	Kevlar	Fibre	Fibre de renforcement	3,5
	Titanate de potassium	Fibre	Charge de remplissage	2,25
	Fibre d'acier	Fibre	Fibre de renforcement	28
	Charge de remplissage étudiée	-	Charge de remplissage	10
Groupe 2	Caoutchouc	Poudre	Additif	1
	Poudre d'acajou	Poudre	Additif	6
	Oxyde d'aluminium	Poudre	Abrasif	3,25
	Poudre de fer	Poudre	Conductivité thermique	19
	Graphite synthétique	Poudre	Lubrifiant	6
	Graphite naturelle	Poudre	Lubrifiant	13

Tableau 2.7 - Propriétés des charges de remplissage utilisées

Type de charge de remplissage	Formule chimique	Fabriquer par	Densité g/cm ³
Sulfate de baryum	BaSO ₄	ExCalibar Inc	4.2-4.4
Carbonate de calcium	CaCO ₃	ExCalibar Inc	2.6-2.75
Carbonate de calcium pulvérisé (Piqua)	CaCO ₃ (85-88%) MgCO ₃ (10-13%)	Piqua Mineral Inc	2.7-2.8
Mica	$K^+Al^{3+}_2[AlSi_3O_{10}(OH,F)_2]^{7-}$	Fricmart Inc	2.65
Vermiculite	(Mg,Ca) _{0,7} (Mg,Fe,Al) ₆ (Al,Si) ₈ O ₂₂ (OH) ₄ .8H ₂ O	Fricmart Inc	0.8
Talc	Mg ₃ [(OH) ₂ Si ₄ O ₁₀]	Fricmart Inc	2.7

2.4 Caractérisation des matériaux de frottement étudiés

2.4.1 Caractérisation thermique

Pour étudier le comportement thermique des résines, nous avons utilisé deux techniques d'analyse : l'analyse thermogravimétrique (TGA) et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

2.4.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'appareil de thermogravimétrie utilisé pour étudier le comportement à la dégradation des résines est de type Setsys 1750 (figure 2.3). Cet appareil est fabriqué par la compagnie TA Instruments et permet d'obtenir des courbes appelées thermogrammes qui donnent la variation de la perte de masse en fonction de la température. Il permet aussi, entre autres, de déterminer de manière précise à quelle température la résine testée commence à se décomposer.

La procédure d'analyse consiste à peser une quantité d'environ 50 mg de résine qui est sous forme de poudre. Cette quantité est ensuite introduite dans un creuset en aluminium puis chauffée de 30°C à 850°C. La vitesse de chauffe est maintenue constante à 10°C/min et le chauffage se déroule sous atmosphère d'azote. Les résultats d'analyse sont au fur et à mesure enregistrés sur un ordinateur muni d'un logiciel 9900TA qui les présente sous forme d'un graphique.

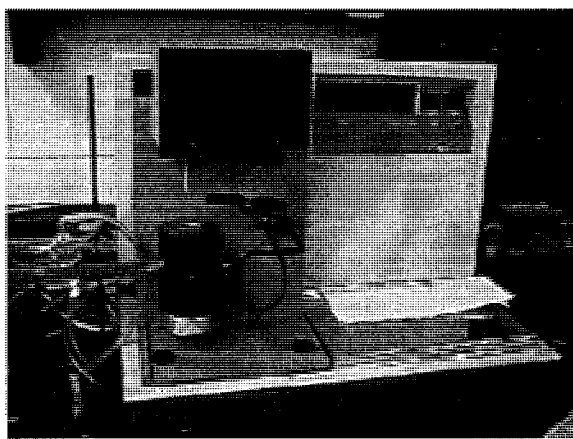


Figure 2.3 - Machine de thermogravimétrie.

2.4.3 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) permet d'étudier la cinétique de cuisson des résines. Elle permet aussi de déterminer l'énergie dégagée ou absorbée par un matériau durant le chauffage. Ce test est important pour déterminer à quelle température aura lieu la polymérisation de la résine. La polymérisation est identifiée par l'apparition d'un pic exothermique sur la courbe.

L'appareil utilisé dans nos expériences est un calorimètre différentiel standard de marque Q1000 (figure 2.4), fabriqué par la compagnie TA Instruments. L'élément principal dans le calorimètre est la cellule de chauffe dans laquelle on insère deux capsules dont l'une, vide, qui joue le rôle de référence et l'autre contenant le matériau à tester. Des capsules hermétiques en aluminium ont été choisies afin de minimiser les pertes thermiques et d'emprisonner les gaz dégagés par les réactions chimiques lors du chauffage.

La masse des échantillons testés au cours des essais de calorimétrie varie entre 4 et 6 mg. Une fois la résine pesée, elle est introduite dans la capsule, qui est aussi préalablement pesée. Le tout est introduit dans l'appareil et chauffé de 20°C à 300°C avec une vitesse de chauffe de 5°C/min. Pendant la montée en température, l'échantillon est sous atmosphère d'azote.

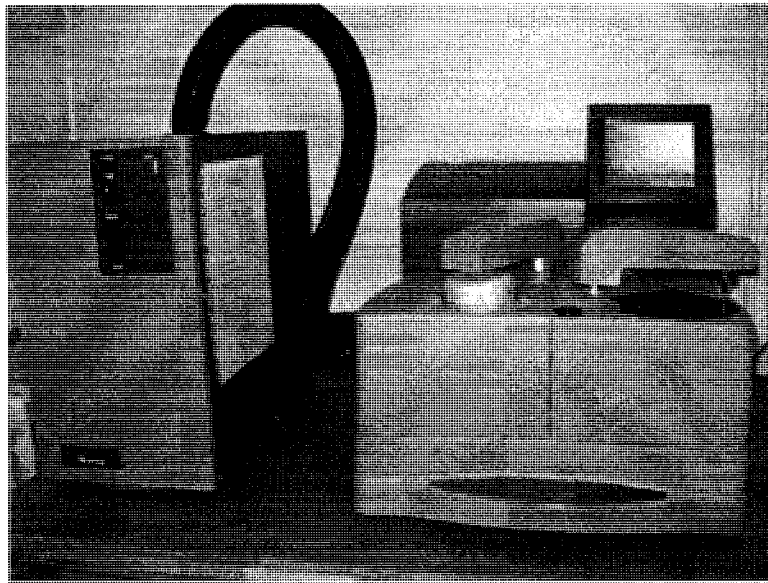


Figure 2.4 - Machine de DSC.

2.5 Caractérisation physique

La caractérisation physique consiste à déterminer deux propriétés : la densité et la stabilité dimensionnelle telles que le gonflement et la croissance.

2.5.1 Mesure de densité

Les mesures de densité ont été effectuées suivant la norme SAE J380 [102]. L'appareil utilisé est un densimètre de type Sartorius YDK01. Comme illustré à la figure 2.5, le matériel comprend une balance à affichage numérique (a), un récipient contenant de l'eau distillée (b), une structure de suspension (c), un pont métallique (d) et deux paniers, l'un plongé dans l'eau (e) et l'autre situé juste au dessus de la structure de suspension.

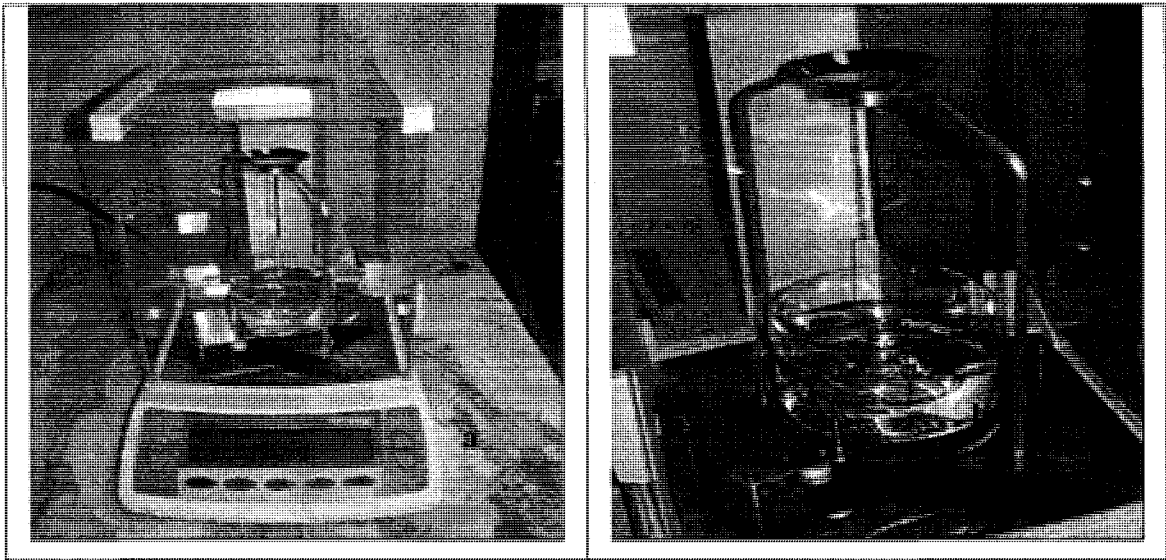


Figure 2.5 - Densimètre.

Le principe consiste à mesurer la masse de chaque échantillon dans l'air puis sa masse immergée dans l'eau distillée. Trois échantillons de chaque garniture ont été découpés et dont la taille est limitée par le panier de pesée. Les essais de densité sont effectués en deux temps. Premièrement, on mesure la masse de l'échantillon dans l'air. Pour ce faire, on utilise la balance et on prend en note la masse de l'échantillon. Dans un deuxième temps, on détermine la masse du matériau dans l'eau. En reprenant le même échantillon, on le pèse lorsqu'il est en suspension dans l'eau distillée.

Les équations (2.1) et (2.2) permettent de calculer respectivement la gravité spécifique et la densité des matériaux.

$$S_g = \frac{m_{air}}{m_{air} - m_{eau}} \quad (2.1)$$

$$\rho = 0,9975 \times S_g \quad (2.2)$$

2.5.2 Gonflement et croissance

Cette expérience est effectuée selon la norme SAE J160 [103]. Elle consiste à repérer préalablement 6 points distincts sur la garniture de frein et à mesurer initialement leur épaisseur à l'aide d'un micromètre. Cette garniture est ensuite placée pendant 40 minutes dans un four chauffé à température constante de 205°C. Juste après la sortie du four, des mesures d'épaisseur sont effectuées sur les 6 points identifiés préalablement. Cette opération est désignée comme étant l'expansion thermique temporaire (gonflement). Une autre série de mesures est effectuée sur les six points lorsque la température de la garniture redescend à la température ambiante. Cette opération est désignée comme étant l'expansion thermique permanente (croissance). Pour chaque série de mesures, une moyenne ainsi qu'un écart type sont calculés.

Le rapport T exprimant la dilatation thermique temporaire (gonflement) est donné par la relation :

$$T = (E2 - E1) / E1 \quad (2.3)$$

Le rapport P exprimant la dilatation thermique permanente (croissance) est donné par la relation :

$$P = (E3 - E1) / E1 \quad (2.4)$$

où $E1$, $E2$ et $E3$, respectivement les mesures de l'épaisseur initiale avant le traitement thermique, à température de 205°C et après refroidissement à température ambiante.

2.6 Caractérisations mécaniques

2.6.1 Essais en flexion

Les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique de modèle 810 fabriquée par la Compagnie MTS. Pour caractériser les matériaux étudiés dans les conditions statiques, on utilise l'essai de flexion trois points. Cet essai consiste à charger une éprouvette avec un déplacement à vitesse de chargement constante jusqu'à la rupture.

Six échantillons ont été testés pour chaque matériau et les tests ont été effectués sous des conditions de température et d'humidité ambiantes. Les dimensions des échantillons ont été inspirées des normes ASTM D790 [104] et sont de $55 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$. La vitesse de chargement est de 1.2 mm/min et la distance entre appuis est de 50 mm. Cette distance est choisie en tenant compte des dimensions limites de la garniture de frein moulée.

Les résultats sont donnés sous forme de la charge en fonction de déplacement et à l'aide des équations (2.5) et (2.6), on détermine le module et la contrainte de flexion. Le module est calculé d'après la pente de la portion linéaire de la courbe force – déplacement.

$$E_F = \frac{m \times L^3}{4 \times b \times h^3} \quad (2.5)$$

$$\sigma_{F_{\max}} = \frac{3 \times F_{\max} \times L}{2 \times b \times h^2} \quad (2.6)$$

où m = pente de la courbe de flexion (N/mm)

$F_{\max}$ = force appliquée à la rupture (N)

L = distance entre les appuis (mm)

h = épaisseur de l'échantillon (mm)

b = largeur de l'échantillon (mm)

2.6.2 Essais en compression

Les essais de compression ont été effectués sur le même type de machine utilisée pour les tests de flexion. Le montage de compression est composé de deux plateaux lisses (voir figure 2.6). L'essai de compression consiste à charger une éprouvette placée entre les deux plateaux avec une vitesse constante de déplacement jusqu'à la rupture.

Six échantillons ont été testés pour chaque matériau et les tests ont été effectués sous conditions de température et d'humidité ambiantes. Les dimensions des échantillons sont de $20 \times 20 \times 10$ mm. Les essais sont effectués avec une vitesse de déplacement de 1,2 mm/min.

Les résultats sont donnés sous forme de la charge versus déplacement et à l'aide de l'équation (2.7), on détermine la contrainte en compression des matériaux.

$$\sigma_{C\max} = \frac{F_{\max}}{L \times l} \quad (2.7)$$

où L et l sont respectivement la longueur et la largeur de l'échantillon.

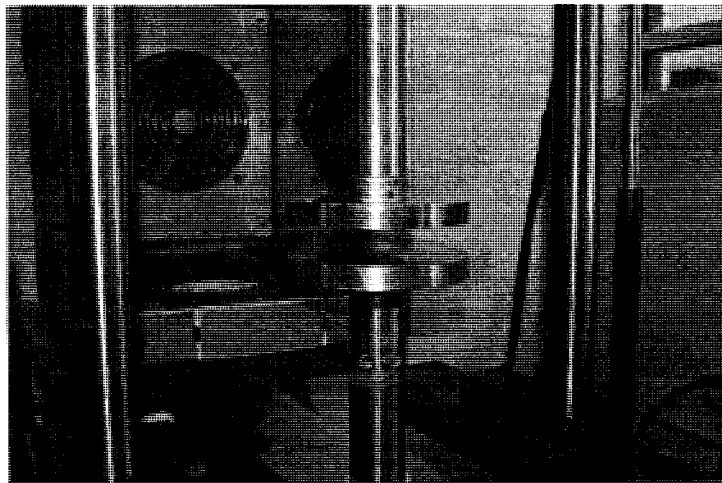


Figure 2.6 - Montage pour le test de compression.

2.7 Tests de frottement

Les tests servent principalement à déterminer le coefficient de frottement et le taux d'usure. Ces tests de frottement sont effectués sur un banc d'essai de type Chase fabriqué par la compagnie Indian friction material engg (voir figure 2.7). La principale composante de ce banc d'essai consiste en un tambour en fonte grise de diamètre 180 mm et une épaisseur de 38 mm. Cette machine est pilotée par un ordinateur équipé d'un logiciel qui nous permet la création de plusieurs configurations d'essai.

La procédure de test pour tous les échantillons suit la norme standard SAE J661a [105]. Des échantillons mesurant $25,4 \times 25,4 \text{ mm}^2$ ont été découpés à partir de la garniture de frein puis manuellement usinés afin d'épouser la courbure du tambour (voir figures 2.8). L'épaisseur au centre de l'échantillon doit se situer entre 6,20 et 6,40 mm. Par la suite, l'échantillon est placé dans un porte-échantillon maintenu à l'aide d'un bras dont la pression peut être contrôlée. L'échantillon frotte contre les parois du tambour en rotation et les variations de la vitesse, de la température et de la pression sont enregistrées au cours du test.

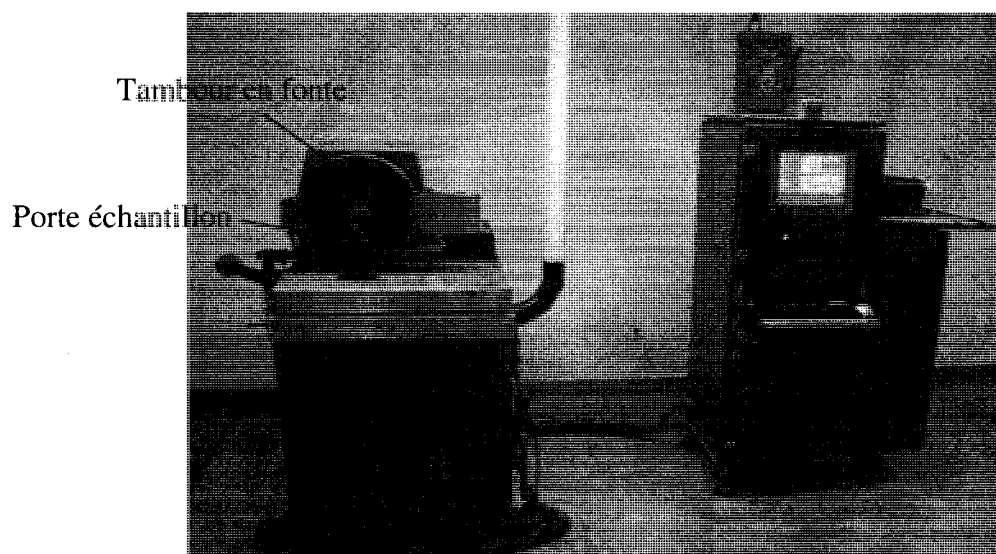


Figure 2.7 - Machine du test de Chase.

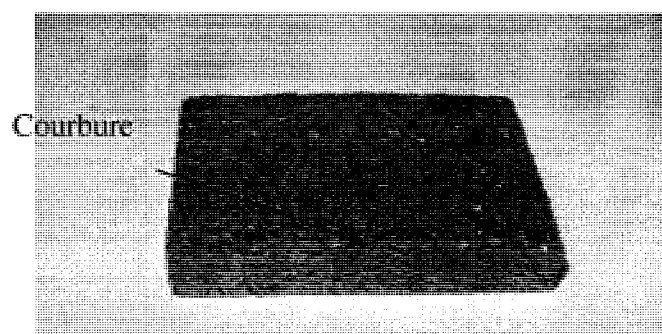


Figure 2.8 - Échantillon préparé pour le test de Chase.

La norme du test de Chase suit un programme qui se compose de sept étapes. La première, la quatrième et la septième sont illustrées par des courbes de variation du coefficient de frottement en fonction du nombre de freinages. Les autres courbes donnent le coefficient de friction en fonction de la température.

- 1) La première étape, appelée ligne de base-1, consiste à appliquer un freinage d'une dizaine de secondes, suivi de vingt secondes de repos. Cette application est répétée successivement vingt fois. Toutes les cinq applications, le niveau de frottement est enregistré. Dans cette étape, la température du tambour est maintenue à 93°C.
- 2) La deuxième étape, appelée fade-1 (P.E.F-1), consiste à chauffer le tambour jusqu'à 315°C et durant le chauffage les niveaux de frottement sont enregistrés tous les 10°C.
- 3) La troisième étape, appelée recouvrement-1 (*recovery-1*), consiste à laisser refroidir le tambour jusqu'à la température ambiante. Durant le refroidissement, le frein est constamment appliqué et des lectures de frottement sont prises à des intervalles de 38°C.
- 4) La quatrième étape, appelée usure (*wear*), consiste à appliquer un freinage d'une vingtaine de secondes, suivi d'un repos de dix secondes. Cette application est répétée cent fois. Toutes les cinq applications, le niveau de frottement est enregistré. Dans cette étape, la température est maintenue entre 193°C et 204°C.
- 5) La cinquième étape, appelée fade-2 (P.E.F-2), est identique à l'étape 2 mais avec une montée en température jusqu'à 345°C.
- 6) La sixième étape, appelée recouvrement-2 (*recovery-2*), est analogue à l'étape 3 sauf que le refroidissement débute à partir de 345°C.
- 7) Enfin, la dernière étape, appelée la ligne de base-2, suit la même procédure que la première étape.

Afin de quantifier le taux d'usure, la perte de masse et la diminution d'épaisseur de chaque échantillon ont été mesurées, l'épaisseur et la masse des échantillons sont mesurés avant et après le Chase Test en utilisant une balance électronique de précision et un micromètre digital.

Pendant les dernières années, la SAE a indiqué comment les matériaux de frottement devraient être identifiés en ce qui concerne le niveau de frottement. La norme SAE J-866 [106] est basée sur la méthode d'essai SAE J-661a (décrite ci-dessus). L'évaluation de la valeur du frottement est identifiée par deux lettres : la première représente le coefficient de frottement à froid (93 °C), et la deuxième, le coefficient de frottement à chaud (315 °C). Par exemple, la garniture avec le code FE indique que un coefficient de frottement à froid entre 0.35 et 0.45 et à chaud entre 0.25 et 0.35. Le matériau ne doit pas avoir un coefficient de frottement normal à froid inférieur à la lettre E, ou un coefficient de frottement à chaud inférieur à la lettre D (voir Tableau 2.8).

Tableau 2.8: Classification du coefficient de frottement [106]

Lettre de Code	Coefficient de frottement
C	Pas plus de 0,15
D	Plus de 0,15 mais pas plus de 0,25
E	Plus de 0.25 mais pas plus de 0.35
F	Plus de 0.35 mais pas plus de 0.45
G	Plus de 0.45 mais pas plus 0.55
H	Plus de 0.55
Z	Non classifié

2.8 Caractérisation microscopique

Afin de comprendre et d'interpréter le comportement à l'usure de nos matériaux de frottement, des observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées. Ces observations, faites sur les échantillons ayant subi des tests Chase, ont été effectuées sur un MEB de type JEOL JSM 840. La tension d'accélération utilisée est comprise entre 5 kV et 25 kV et ceci en fonction de la porosité du matériau. Pour permettre l'observation des surfaces étudiées, une très mince couche d'or palladium est déposée sur ces surfaces.

CHAPITRE 3 - EFFET DES PARAMÈTRES DE MISE EN OEUVRE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES MATÉRIAUX DE FROTTEMENT

3.1 Introduction

Le présent chapitre vise à mieux comprendre l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les caractéristiques physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement de type faible métallique destinés au freinage automobile. Ce chapitre se divise en deux parties. La première porte sur l'effet des paramètres de mise en œuvre: pression, température et temps de moulage sur le comportement physique et mécanique de ces matériaux de frottement. Dans la deuxième partie, on abordera l'effet de ces paramètres de cuisson sur le comportement tribologique de ces matériaux.

3.2 Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques et mécaniques des matériaux

Dans cette partie, nous présentons l'ensemble des résultats expérimentaux de l'étude de l'effet des paramètres de mise en œuvre (pression, température et temps de moulage) sur les propriétés physiques des matériaux de frottement étudiés (densité, porosité, gonflement et croissance). Par la suite, nous comparons les propriétés mécaniques de ces matériaux.

Les valeurs des paramètres de mise en œuvre sont reportées dans le tableau 3.1.

3.2.1 Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques

3.2.1.1 Densité

Le test SAE J380 [102] de mesure de densité est un test de contrôle de qualité facile et efficace. Dans notre étude, il est plus que nécessaire car nous étudions la consistance des formulations composées de plusieurs ingrédients (résine, fibres de renforcement, lubrifiants, abrasifs, charges de remplissage). La mesure de densité des matériaux étudiés a pour objectif de déterminer le taux de vide, ou plus exactement le taux de porosité (microvides) généré par les variations des paramètres de mise en œuvre lors de la cuisson. Il est attendu que la présence de porosité affecte le comportement mécanique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage, reste que l'influence de cette porosité n'est pas clairement définie due à l'absence de travaux scientifiques sur ce sujet.

Les résultats des tests de mesure de densité effectués sur nos matériaux sont regroupés dans le tableau 3.1. À première vue, nous pouvons constater que la densité des matériaux croît avec l'augmentation de la température et la pression de moulage. Il y a lieu de noter que la densité la plus élevée est obtenue avec les matériaux moulés à la température de 190°C. Ce résultat ne peut s'expliquer que par la présence de porosité dans les matériaux moulés à basses température et pression de moulage. Pour soutenir cette explication, nous avons estimé le taux de porosité des matériaux étudiés. Pour ce faire, nous avons calculé le pourcentage de compactage V. Ce pourcentage a été calculé par la relation suivante :

$$V = (\rho_E / \rho_T) \cdot 100 \quad (3.1)$$

où ρ_E , ρ_T sont respectivement les densités expérimentale et théorique.

La densité théorique de la formulation étudiée est calculée à partir de la densité des différents ingrédients grâce à la loi des mélanges et elle a été trouvée égale à $2,87 \text{ g/cm}^3$. Cette densité n'est jamais atteinte dans la réalité à cause de la porosité dans les matériaux.

Le taux de porosité est déterminé par la relation suivante :

$$P = 100 - V \quad (3.2)$$

Les résultats obtenus sont regroupés dans le même tableau 3.1. Nous pouvons remarquer une diminution du taux de porosité avec l'augmentation de la pression de moulage. La porosité minimale est obtenue avec les matériaux moulés à pression de 3000 Psi, ce qui implique que les hautes pressions de moulage ont tendance à améliorer la consolidation des matériaux. Le rôle de la pression de moulage est déterminant lors de la mise en oeuvre des composites à base de résines polymériques. Les matériaux utilisés dans notre étude sont à base de résine de type phénolique et lors de la cuisson de ces résines par polycondensation, on assiste à la génération de matières volatiles. Si ces matières ne sont pas évacuées lors de la cuisson, elles engendrent des microvides à l'intérieur des matériaux. L'application de pressions élevées permet le confinement de ces matières volatiles ainsi que le compactage des matériaux ce qui mène à une diminution de la porosité dans les matériaux.

La température de moulage affecte aussi le taux de porosité des matériaux. Une augmentation de la densité est constatée lorsque la température de moulage augmente et les taux de porosité les moins élevés sont enregistrés avec la température de moulage la plus élevée (190°C). Ceci peut s'expliquer par le fait que la viscosité de la résine diminue avec l'accroissement de la température de moulage, ce qui permet une bonne mouillabilité des différents constituants du matériau de frottement. De ce fait, l'adhésion entre la résine et ces ingrédients est améliorée, ce qui engendre une diminution du taux de vide dans le matériau résultant.

On a aussi observé que plusieurs pièces moulées à la pression de 3000 Psi et à la température de moulage 190°C ont présenté des fissures internes et des boursouflures sur la surface des échantillons et ceci pour les trois temps de moulage. Une température élevée entraîne une augmentation du gradient de température à travers l'épaisseur du matériau, ce qui augmente le gradient du degré de conversion de la résine et donc la possibilité de développement de contraintes résiduelles. Ces dernières sont une des causes d'initiation et de propagation des fissures [88, 107]. De plus, aux températures de moulage élevées, il y a possibilité de gélification de la résine en surface, ce qui crée une couche solide qui empêche la libération des matières volatiles.

On a aussi noté une variation des valeurs de la densité en fonction du temps de moulage (voir tableau 3.1). Les valeurs de porosité les plus élevées sont enregistrées avec les matériaux moulés durant un temps de 3 minutes comparativement aux matériaux moulés durant 5 et 8 minutes. Ce résultat peut être attribué à la courte durée du temps de séjour du matériau dans le moule. Avec un temps de moulage assez court, le matériau de frottement contenant la résine polymérique se réchauffe moins vite lors de l'application de la pression de moulage. Lors du démoulage, la réticulation de la résine n'est pas complète, ce qui mène à un matériau non complètement consolidé (présence de vides). D'autre part, un temps de moulage plus long permet une uniformisation de la température à travers le matériau et une meilleure évacuation des matières volatiles.

Tableau 3.1 - Densités et porosités des matériaux étudiés

Pression de moulage (Psi)	Température de moulage (°C)	Temps de moulage (min)	Densité (g/cm ³)	Porosité (%)
1000	130	3	2,18	24,83
		5	2,26	22,07
		8	2,26	22,07
	160	3	2,19	24,48
		5	2,27	21,72
		8	2,29	21,03
	190	3	2,34	19,31
		5	2,36	18,62
		8	2,38	17,93
2000	130	3	2,3	20,69
		5	2,34	19,31
		8	2,4	17,24
	160	3	2,3	20,69
		5	2,36	18,62
		8	2,4	17,24
	190	3	2,45	15,52
		5	2,57	11,38
		8	2,6	10,34
3000	130	3	2,33	19,66
		5	2,36	18,62
		8	2,39	17,59
	160	3	2,46	15,17
		5	2,57	11,38
		8	2,58	11,03
	190	3	2,63	9,31
		5	2,68	7,59
		8	2,7	6,90

3.2.1.2 Gonflement et croissance

Lors de la cuisson des résines phénoliques de type novolaque, des matières volatiles sont générées. Ces matières ont plusieurs sources dont certaines sont produites par l'humidité contenue dans les ingrédients de mélange et d'autres telles que l'eau, le phénol libre et l'ammoniac sont le résultat des réactions chimiques ayant lieu lors de la réticulation de la résine. D'autres matières volatiles sont aussi générées par la réaction chimique de quelques ingrédients qui composent la formulation telle que le caoutchouc et les particules d'anacardier [50, 108]. Ces matières volatiles peuvent demeurer dans le matériau de frottement après la cuisson ou sont libérés. Ces matériaux volatiles produisent des pressions internes lors de la cuisson des matériaux et causent des défauts dans les matériaux fabriqués tels que les boursouflures et des fissures internes et/ou externes. Il est bien connu que les défauts internes influencent le comportement au freinage à haute température. Les résultats de gonflement (expansion thermique temporaire de l'épaisseur) et de croissance (expansion thermique permanente de l'épaisseur) sont utiles afin de prédire le comportement du matériau lors du freinage à haute température. L'optimisation et le contrôle adéquat des paramètres de cuisson ont un effet crucial sur le taux de matières volatiles générées et évacuées lors de la cuisson. Pour estimer l'influence de ces paramètres, nous avons mesuré les valeurs de gonflement et de croissance en fonction de la pression, du temps et de la température de moulage pour les matériaux étudiés. Les résultats obtenus pour le gonflement sont présentés dans les figures 3.1a, b et c et les résultats pour la croissance sont présentés dans les figures 3.2a, b et c.

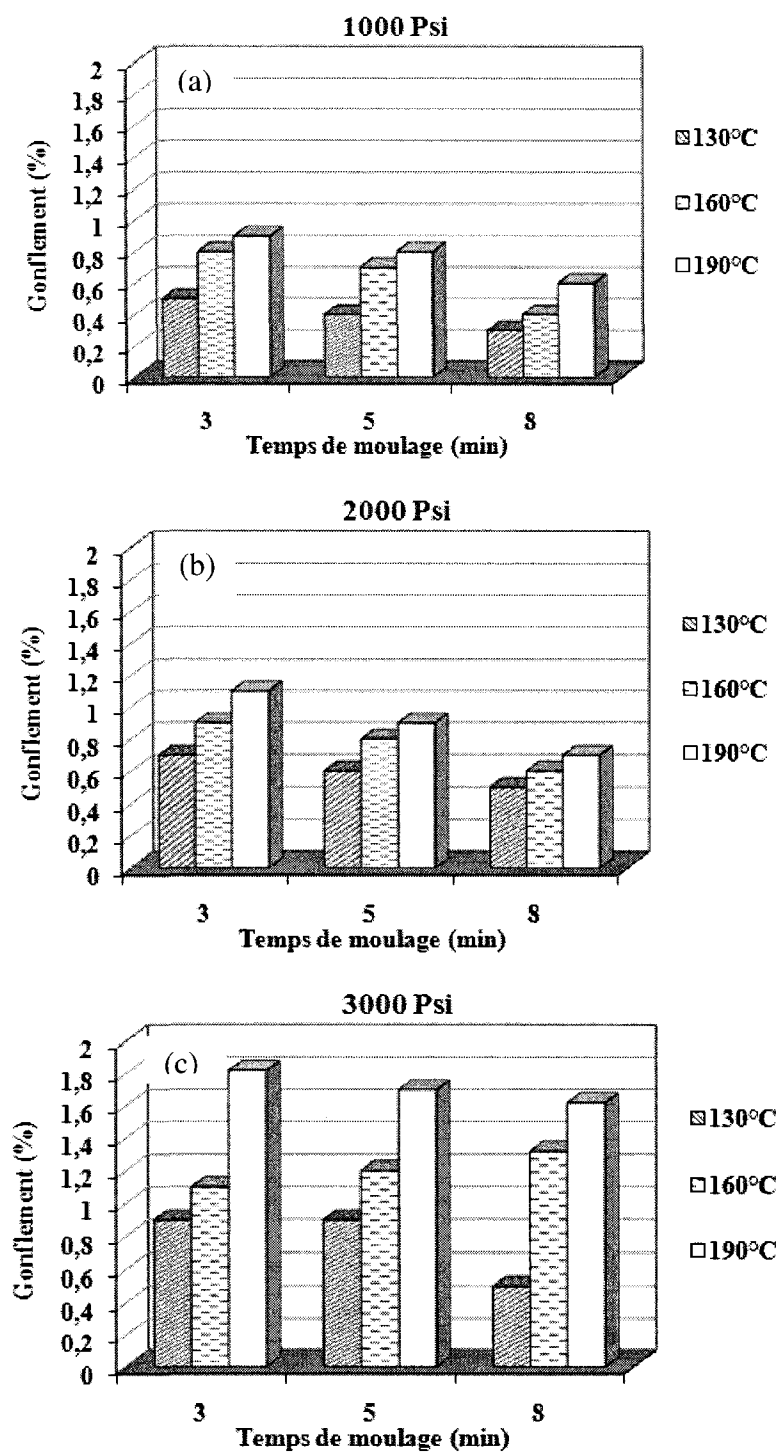


Figure 3.1 - Expansion thermique temporaire des matériaux étudiés sous les différentes pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

La figure 3.1a montre la variation du gonflement en fonction du temps de moulage pour les matériaux moulés à différentes températures et sous pression de 1000 Psi. À partir de cette figure, on peut constater que tous les matériaux gonflent et que les valeurs de gonflement enregistrées pour tous les matériaux étudiés sont inférieures à 2.7 %, limite généralement tolérée par les fabricants des matériaux de frottement destinés au freinage automobile [60]. On constate aussi que les matériaux moulés à 160 et 190°C présentent des valeurs de gonflement légèrement supérieures aux valeurs enregistrées avec les matériaux moulés à 130°C. On note aussi à partir de cette figure que les valeurs du gonflement diminuent avec l'accroissement du temps de moulage.

La figure 3.1b montre la variation du gonflement mesuré pour les matériaux moulés sous pression de 2000 Psi. À partir de cette figure, on peut constater que le matériau moulé à 130°C exhibe des valeurs de gonflement inférieures à celles enregistrées avec les matériaux moulés à 160 et 190°C. Les matériaux moulés à 190°C affichent les valeurs de gonflement les plus élevées. On note aussi à partir de cette figure, comme dans le cas des matériaux pressés à 1000 Psi, que les valeurs du gonflement diminuent avec l'accroissement du temps de moulage et ceci pour tous les matériaux.

Dans le cas des matériaux moulés sous pression de 3000 Psi, les valeurs de gonflement mesurées sont montrées à la figure 3.1c. À partir de cette figure, on peut constater que les valeurs de gonflement enregistrées pour les matériaux moulés à 130°C affichent toujours des valeurs de gonflement inférieures à celles enregistrées avec les matériaux moulés à 160 et 190°C. On note aussi à partir de cette figure que les valeurs de gonflement diminuent avec l'accroissement du temps de moulage. Il faut rappeler que lors du moulage des formulations à pression de 3000 Psi et température de moulage de 190°C, des boursouflures ont été observées sur quelques échantillons pour les trois temps de moulage. Lors des tests de gonflement, des fissures et des boursouflures en surface sont apparues sur les échantillons qui ont été fabriqués aux temps de moulage de 5 et 8 min. Ce phénomène est attribué à la combinaison d'une température de moulage

et des temps de séjour élevés. Il est bien connu qu'une température de moulage élevée engendre un dégagement excessif des gaz internes et donc accélère la formation des matières volatiles. La pression interne est donc beaucoup plus élevée, ce qui provoque plus de gonflement.

Lorsqu'on compare les figures 3.1a, b et c, on peut voir que la pression de moulage influence significativement le gonflement des matériaux de frottement étudiés. On peut constater que lors de l'accroissement de la pression de moulage, les valeurs de gonflement augmentent. Cette tendance peut être attribuée au fait qu'une grande pression fait diminuer le taux d'évacuation des matières volatiles lors de cuisson en exerçant une force élevée lors de la fusion et de l'écoulement de la résine. Lors des tests de gonflement ces matières volatiles confinées reprennent de l'expansion et les matériaux gonflent. La diminution du gonflement enregistré avec l'augmentation du temps de moulage peut être associée au fait que les matières volatiles générées lors de la cuisson des résines phénoliques ont suffisamment de temps pour être évacuées du matériau, ce qui engendre une diminution de la pression interne et donc moins de gonflement.

Les valeurs de croissance mesurées à température ambiante sont regroupées dans les figures 3.2a, b et c. D'après ces figures, nous notons un rétrécissement de l'épaisseur pour tous les matériaux. Ce rétrécissement est attribué à l'évacuation partielle des matières volatiles résiduelles lors du refroidissement de ces matériaux.

La figure 3.2a montre la variation de croissance en fonction du temps de moulage pour les matériaux moulés à différentes températures et sous pression de 1000 Psi. À partir de cette figure, on constate que les plus faibles valeurs de croissance sont enregistrées par les matériaux moulés à 130°C comparativement aux matériaux moulés à 160 et 190°C. On remarque aussi que les matériaux moulés durant un temps de 3 min exhibent

des valeurs de croissance les plus élevées suivis par les matériaux moulés durant 5 et 8 min respectivement.

Les valeurs de croissance des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi et 3000 Psi sont présentées respectivement sur les figures 3.2b et c. À partir de ces deux figures, on peut observer les mêmes tendances avec les matériaux pressés à 1000 Psi. Les valeurs de croissance élevées sont enregistrées avec les matériaux moulés à 130°C et les plus faibles valeurs sont enregistrées avec les matériaux moulés à 190°C. Au niveau des temps de moulage, on remarque aussi à partir de ces deux figures que les valeurs de croissance diminuent avec l'accroissement du temps de moulage.

La comparaison entre les figures 3.2a, b et c nous permet aussi de voir que le taux de croissance augmente avec l'accroissement de la pression de moulage. Nous pouvons dire que le moulage des matériaux de frottement à des pressions élevées aura pour effet de produire des matériaux hautement consolidés avec des quantités minimales de microvides (voir aussi tableau 3.1), ce qui empêche une évacuation complète des matières volatiles résiduelles. Ainsi, on obtient des matériaux avec des valeurs de croissance élevées. Nous pouvons remarquer aussi qu'accroître la température de moulage fait augmenter les valeurs de croissance et ceci peut être expliqué par la quantité élevée de ces matières volatiles générées lors du moulage de la résine à haute température. D'autre part, nous avons constaté que le taux de croissance diminue avec l'accroissement du temps de moulage. Cette tendance peut être attribuée à la diminution de la teneur en matières volatiles résiduelles avec l'augmentation du temps de maintien de la pression et de la température de moulage.

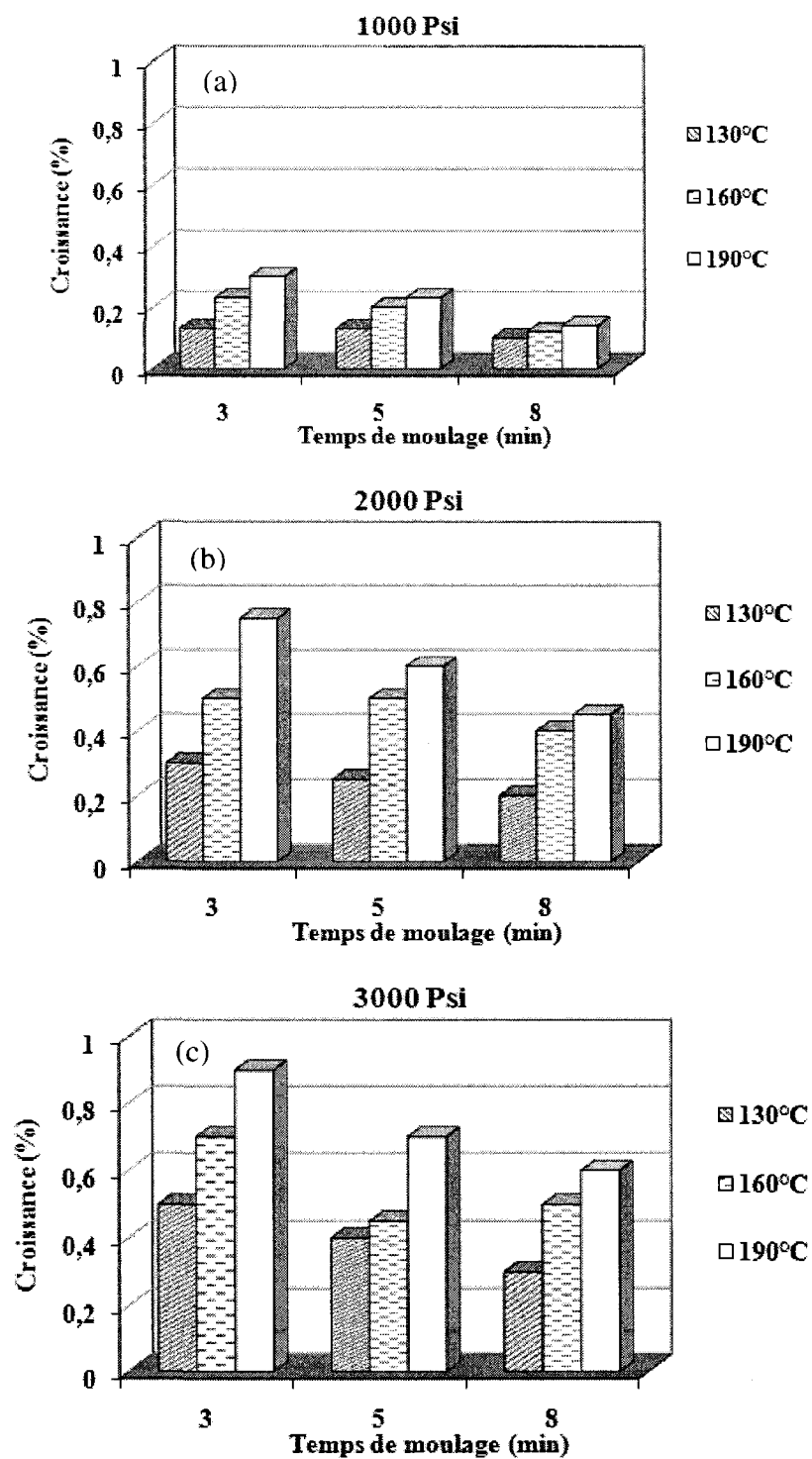


Figure 3.2 - Expansion thermique permanente des matériaux étudiés sous les différentes pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

3.2.2 Effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés mécaniques

Pour compléter la compréhension du comportement général de nos matériaux, nous avons fait des essais mécaniques sur ces matériaux. Comme on l'a déjà indiqué dans la partie expérimentale, nous avons fait des essais de flexion trois points et de compression sous conditions statiques afin de mesurer les résistances et les modules en compression et en flexion des différents matériaux étudiés. Dans cette partie, nous présentons les résultats de ces essais.

3.2.2.1 Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement en compression

Lors du freinage, les matériaux de frottement sont sollicités en compression contre le disque de frein et subissent des efforts tangentiels importants. Les essais de compression ont pour objectif la détermination de la compressibilité des matériaux étudiés ainsi que de leurs rigidités. Grâce à ces résultats, on peut déterminer l'effet des paramètres de cuisson sur la résistance en compression des matériaux de frottement lors de l'application de freinage. Lors des essais en compression, l'acquisition et le traitement des données ont été faits de façon à obtenir des courbes de la contrainte en fonction de la déformation. Ces courbes fournissent l'information nécessaire pour déterminer le module d'élasticité et la contrainte ultime à la compression. Le module d'élasticité est obtenu en calculant la pente de la partie linéaire de l'essai de compression, alors que la contrainte ultime en compression est obtenue en prenant la valeur maximale sur la courbe. Les moyennes de l'ensemble des résultats des calculs des rigidités et des contraintes ultimes à la rupture sont regroupées dans le tableau 3.2. Afin de faciliter la comparaison, les résultats sont regroupés à la figure 3.3 pour les résultats de la contrainte ultime en compression et à la figure 3.4 pour les résultats du module de compression.

Tableau 3.2 - Résultats des essais de compression pour les différents matériaux étudiés

Pression de moulage (Psi)	Température de moulage (°C)	Temps de moulage (min)	σ_c (MPa)	E_c (GPa)
1000	130	3	14,2	0,05
		5	16,48	0,08
		8	26,74	0,14
	160	3	19,21	0,12
		5	23,67	0,23
		8	36,33	0,59
	190	3	28,54	0,3
		5	37,02	1,03
		8	40,32	1,07
2000	130	3	26,5	0,24
		5	28,5	0,33
		8	37,85	0,43
	160	3	36,87	0,3
		5	47,38	0,92
		8	51,21	1,21
	190	3	47,33	0,36
		5	58,39	1,01
		8	60,7	1,2
3000	130	3	30,3	0,5
		5	34,76	0,8
		8	35,8	1,02
	160	3	49,24	0,59
		5	58,34	0,8
		8	64,36	1,09
	190	3	65,25	0,7
		5	70,12	1,33
		8	76,39	1,67

où σ_c et E_c sont respectivement la contrainte ultime et le module en compression.

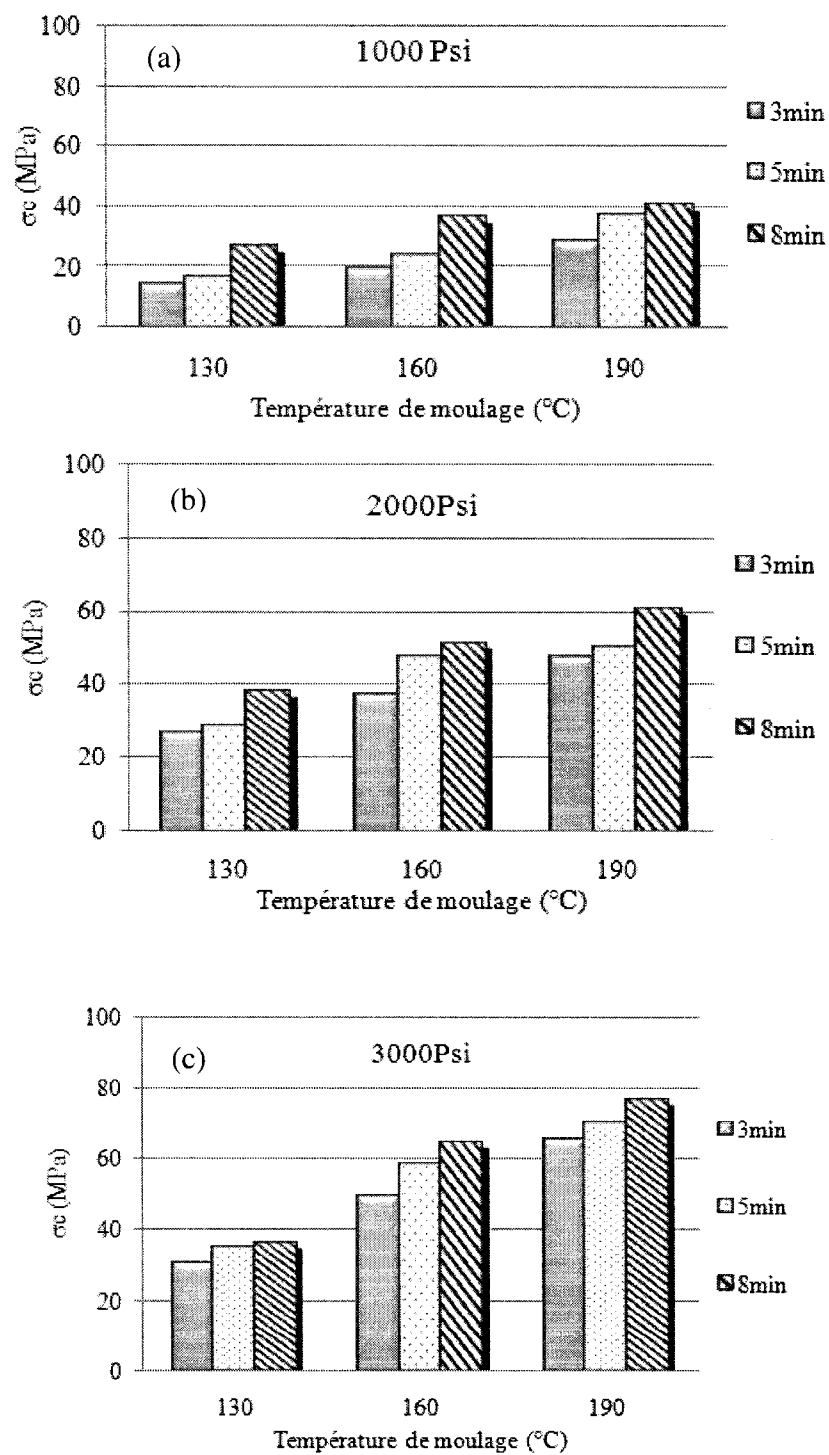


Figure 3.3 - Effet des paramètres de cuisson sur la résistance en compression pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Les figures 3.3a, b et c présentent les graphiques des contraintes ultimes en compression enregistrées en fonction des températures et les temps de moulage pour les matériaux moulés sous pression de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. Sur la figure 3.3a qui présente les valeurs de résistance de compression pour les matériaux moulés sous pression de 1000 Psi, la première remarque qui s'impose concerne les matériaux moulés à 130°C. Ces matériaux présentent les plus faibles valeurs de résistance en compression suivis par les matériaux moulés à 160°C. Les valeurs les plus élevées sont enregistrées par les matériaux moulés à 190°C. On remarque aussi que les matériaux moulés à 3 min ont des valeurs de résistance plus faibles comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min et les matériaux moulés à 5 min ont des valeurs de résistance proches aux valeurs des matériaux moulés à 8 min à la température de moulage de 190°C.

Dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi (figure 3.3b), on observe la même tendance enregistrée avec les matériaux moulés sous pression de 1000 Psi. Les matériaux moulés à 130°C montrent des faibles valeurs de résistance comparativement aux matériaux moulés à 160 et 190°C. On note aussi que les meilleures résistances en compression sont enregistrées avec le temps de moulage le plus long, c'est-à-dire 8 min suivie par 5 min et finalement par 3 min.

Sur la figure 3.3c qui présente les résultats des matériaux moulés sous pression de 3000 Psi, on peut remarquer que les matériaux moulés à 130°C affichent toujours des valeurs de résistance inférieures à celles enregistrées avec les matériaux moulés à 160 et 190°C. Cependant, on observe une nette amélioration de la résistance de ces matériaux moulés à 130°C comparativement aux matériaux pressés à la même température et pression de moulage de 2000 et 3000 Psi. On note aussi, comme dans les deux cas des pressions de moulage de 1000 et 2000 Psi, que les matériaux moulés à 8 min ont les meilleures valeurs de résistance que les matériaux moulés à 5 et 3 min.

D'après les données résumées au tableau 3.2 et reportées aux figures 3.3a, b et c, on peut constater qu'un accroissement de la pression de moulage améliore la résistance en compression des matériaux étudiés. On note aussi que la résistance en compression croît graduellement avec l'augmentation du temps de moulage et ceci peut être attribué à l'augmentation de la mouillabilité des ingrédients par la résine, ce qui favorise l'adhésion des différents ingrédients avec la résine et engendre ainsi une diminution du taux de vide.

Analysons maintenant l'effet des paramètres de cuisson sur les modules de rigidité en compression. Les figures 3.4a, b et c présentent les graphiques des résultats de modules de rigidité en fonction des températures et temps de moulage pour les matériaux moulés sous pression de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. Le module de rigidité est obtenu à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation.

Les modules de rigidité pour les matériaux moulés sous pression de 1000 Psi sont présentés à la figure 3.4a. Nous constatons que les matériaux moulés à 130 et 160°C affichent des valeurs de rigidité très faibles comparativement aux matériaux moulés à 190°C. On peut constater aussi que les matériaux moulés à 5 et 8 min ont des rigidités nettement supérieures aux matériaux moulés à 3 min.

Dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi présentés à la figure 3.4b, on remarque que les matériaux moulés à 190°C montrent une meilleure rigidité suivis par les matériaux moulés à 160 et 130°C et que les matériaux moulés à 8 min exhibent les meilleures valeurs de rigidité suivis par les matériaux moulés aux temps de 5 et 3 min.

Sur la figure 3.4c qui montre les valeurs de rigidités des matériaux moulés sous pression de 3000 Psi, on peut noter que les matériaux moulés à 3 min affichent toujours des faibles valeurs de rigidité comparativement aux matériaux moulés durant 5 et 8 min. On

constate aussi que les matériaux moulés à 190°C affichent toujours des valeurs élevées de rigidité et les plus faibles sont enregistrées avec les matériaux moulés à 130°C.

En comparant les figures 3.4a, b et c, on remarque que la pression de moulage a un effet remarquable sur la rigidité des matériaux. L'accroissement de la pression de moulage fait augmenter la rigidité en compression des matériaux. Concernant l'influence de la variation de la température de moulage, nous avons noté qu'une faible pression et une basse température de moulage engendrent des matériaux avec des rigidités trop faibles (Figure 3.4a). Ceci est probablement relié à une mauvaise cuisson de la résine au cours du procédé de moulage, ce qui engendre des défauts internes dans ces matériaux. Dans le cas des pressions de moulage élevées, l'accroissement de la température engendre une augmentation de la rigidité des matériaux. Cependant, l'écart entre les différentes rigidités est moins prononcé qu'aux faibles pressions.

3.2.2.2 Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement en flexion

Cette partie présente l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement en flexion des matériaux étudiés. Le but de cet essai est de déterminer la consistance des matériaux fabriqués. Expérimentalement, l'essai de flexion entre appuis rapprochés est plus simple à mettre en œuvre. Cependant, les résultats sont difficiles à analyser à cause de la distribution non uniforme des contraintes et des concentrations de contraintes aux niveaux des appuis. Rappelons que le chargement en flexion induit des contraintes normales et des contraintes en cisaillement. L'importance de l'une ou l'autre de ces deux contraintes dépend du rapport de la longueur sur l'épaisseur (élancement) de l'échantillon testé. La rupture aura lieu dès que l'une ou l'autre des contraintes aura atteint sa limite. Il faut rappeler que pour tous les essais de flexion, nous avons utilisé une valeur d'élancement égale à 5.

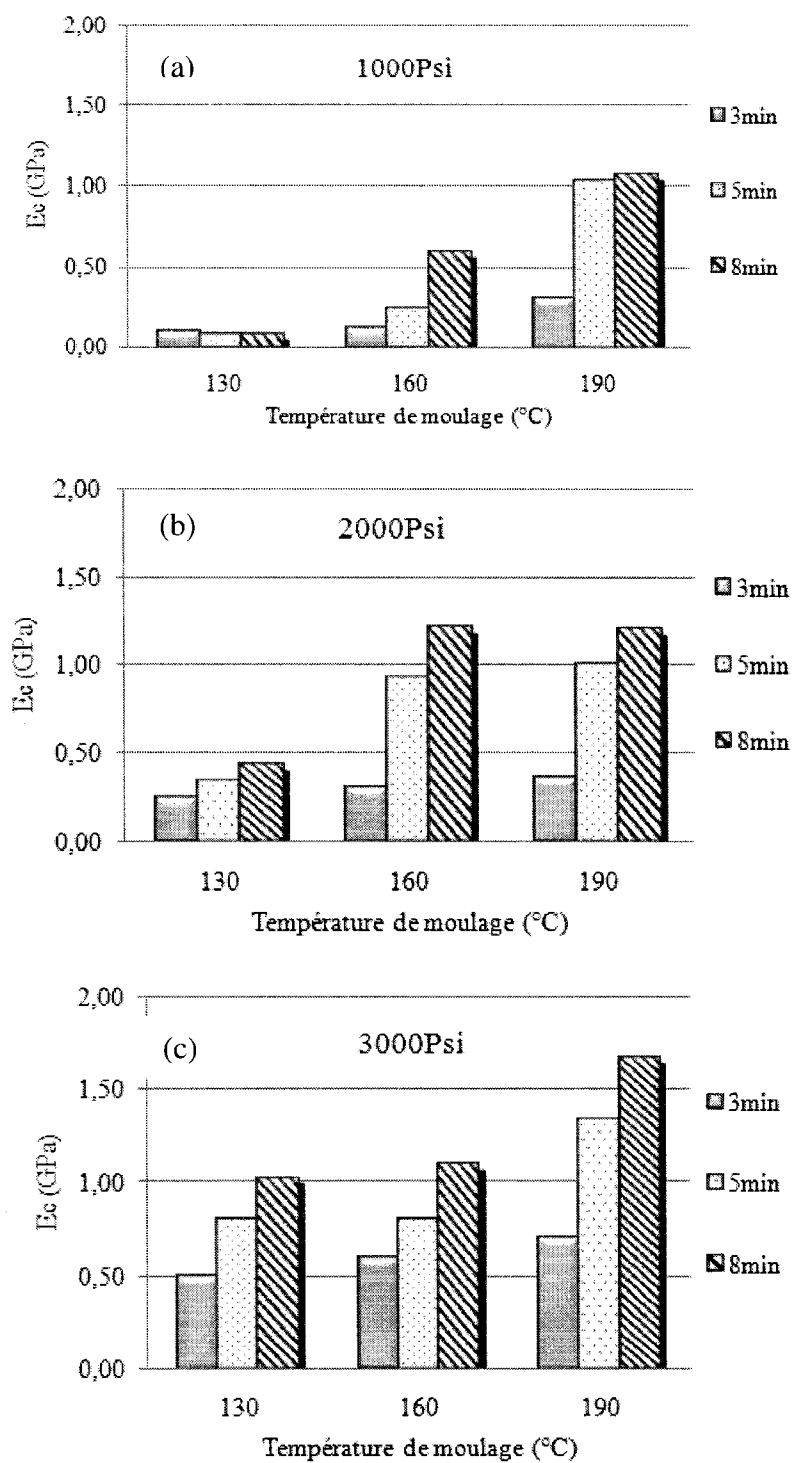


Figure 3.4 - Effet des paramètres de cuisson sur les modules en compression pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Les résultats des tests de flexion sont reportés au tableau 3.3. Ces résultats montrent que la pression, la température et le temps de moulage influent de manière significative sur la résistance et le module de flexion. Afin de permettre une meilleure comparaison, ces résultats ont été repris sur des graphiques. Les valeurs de contrainte ultime en flexion sont présentées sur la figure 3.5 et les valeurs de module de flexion sur la figure 3.6.

La première remarque qui s'impose concerne les faibles valeurs de résistance et de module de flexion enregistrées avec les matériaux de frottement étudiés comparativement aux matériaux composites traditionnels. Cette faiblesse peut être expliquée par le faible pourcentage de résine et de renfort dans la formulation des matériaux de frottement. Le pourcentage massique de résine dans les matériaux composites traditionnels est généralement de l'ordre de 30 %, alors que dans nos matériaux elle est de l'ordre de 10 %. On rappelle que la résine joue le rôle de liant des autres ingrédients et un faible pourcentage de résine implique un moindre mouillage ou plus précisément un mouillage incomplet des fibres et des autres ingrédients par la résine.

Les figures 3.5a, b et c présentent les graphiques des contraintes ultimes en flexion enregistrées en fonction des températures et les temps de moulage pour les matériaux moulés sous pression de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. On peut noter à partir de la figure 3.5a que les valeurs des résistances de flexion des matériaux moulés à 130°C sont très faibles comparativement aux matériaux moulés à 160 et 190°C. On remarque aussi que l'augmentation du temps de moulage améliore la résistance en flexion des matériaux moulés à 160 et 190 °C. Cependant, le temps de moulage a peu d'influence dans le cas des matériaux moulés à 130°C. Il faut rappeler que nous n'avons remarqué aucune rupture par cisaillement pour l'ensemble des matériaux moulés à 130°C pour les différentes pressions et temps de moulage étudiés. L'initiation de la rupture est faite par compression sous l'appui central et elle se propage jusqu'à la face inférieure de l'échantillon.

Tableau 3.3 - Résultats des essais de flexion pour les différents matériaux

Pression de moulage (Psi)	Température de moulage (°C)	Temps de moulage (min)	σ_f (MPa)	E_f (GPa)
1000	130	3	1,3	0,2
		5	1,62	0,26
		8	2,47	0,31
	160	3	3,6	0,74
		5	5,97	1,09
		8	16,2	3,41
	190	3	12	1,8
		5	25,37	3,36
		8	30,94	4,02
2000	130	3	6,8	0,8
		5	8,79	1,51
		8	8,43	2
	160	3	14,8	1,79
		5	21,43	3,54
		8	27,94	4,03
	190	3	15,8	2
		5	24,64	3,37
		8	37,09	5,28
3000	130	3	8,7	1,8
		5	12,39	2,30
		8	17,24	2,94
	160	3	22	3
		5	30,19	4,11
		8	32,15	5,05
	190	3	30	4,5
		5	35,6	6,35
		8	41,7	7,04

où σ_f et E_f sont respectivement la contrainte ultime et le module en flexion.

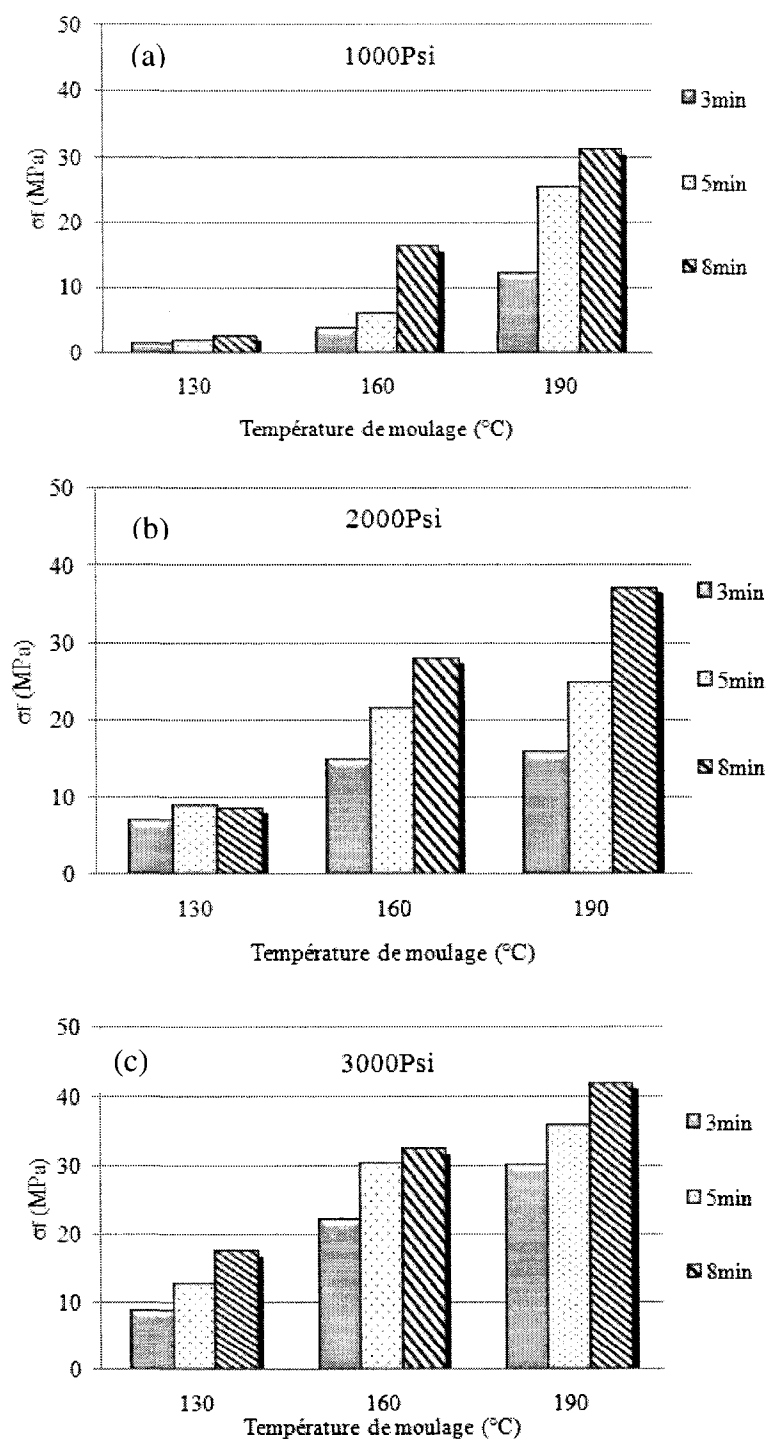


Figure 3.5 - Effet des paramètres de cuisson sur la résistance en flexion pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi (figure 3.5b), on constate que les matériaux moulés à 130°C affichent toujours les plus faibles valeurs de résistance de flexion comparativement aux matériaux moulés à 160 et 190°C. On peut noter aussi que les valeurs des résistances en flexion sont plus élevées par rapport aux matériaux moulés à 1000 Psi (figure 3.5a). On peut donc conclure que l'accroissement de la pression de moulage fait augmenter la résistance en flexion des matériaux. On peut observer aussi que la résistance en flexion augmente graduellement avec l'accroissement du temps de moulage.

Pour les matériaux moulés à 3000 Psi (figure 3.5c), on remarque la même tendance dans les deux cas précédents (1000 et 2000 Psi) où des valeurs de résistance plus élevées sont enregistrées avec les matériaux moulés à 190°C suivis des matériaux moulés à 160 et 130°C. Il faut noter également qu'accroître le temps de moulage améliore la résistance de flexion des matériaux moulés à 160 et 190°C.

De la même manière que précédemment, nous présentons les valeurs des modules de flexion des différents matériaux étudiés dans les figures 3.6a, b et c. En regardant la figure 3.6a qui illustre les valeurs de module de flexion enregistrées par les matériaux moulés sous pression de 1000 Psi, nous pouvons remarquer de très faibles modules de flexion des matériaux moulés à 130°C et ceci pour les trois temps de moulage. Il faut rappeler que ces matériaux ont affiché de très faibles valeurs de résistance en flexion aussi. Dans le cas des matériaux moulés à 160°C, les matériaux moulés durant des temps de 3 et 5 min exhibent de faibles valeurs de module comparativement aux matériaux moulés durant un temps de 8 min. Ceci nous permet d'avancer qu'en faisant augmenter le temps de moulage durant la cuisson à faible pression, on peut améliorer la rigidité en flexion des matériaux de frottement. Dans le cas des matériaux moulés à 190°C, on remarque une amélioration de la rigidité comparativement aux matériaux moulés à 130 à 160°C et ceci pour les différents temps de moulage.

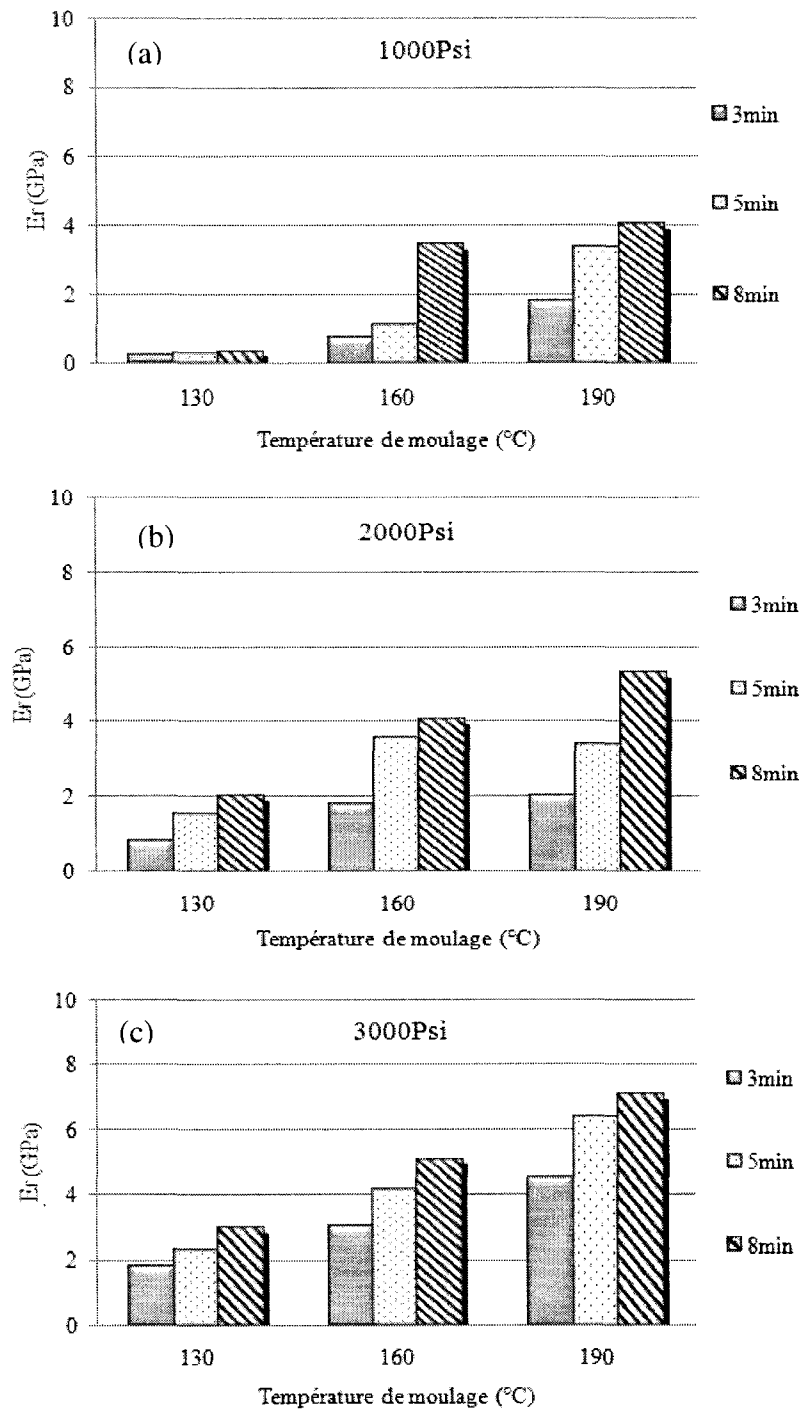


Figure 3.6 - Effet des paramètres de cuisson sur les modules en flexion pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Pour les valeurs des modules des matériaux moulés sous pression de 2000 et 3000 Psi, (figure 3.6b et c), les mêmes tendances sont observées comme dans le cas précédent des matériaux moulés sous pression de 1000 Psi où les modules de rigidité augmentent graduellement avec l'accroissement de la température. On note aussi que l'augmentation du temps de moulage fait accroître la rigidité en flexion des matériaux quelle que soit la température de moulage.

À partir des résultats des tests mécaniques de compression et de flexion, on peut conclure que l'accroissement de la pression de moulage engendre une amélioration substantielle des valeurs de module et de résistance des matériaux de frottement destinés au freinage automobile. Ces améliorations du module et de la résistance peuvent être attribuées à l'augmentation de la mobilité de la résine durant la cuisson à haute pression, ce qui engendre moins de vide dans le matériau. L'adhérence entre la résine et les différents constituants du matériau devient plus efficace que lors du moulage à basse pression. Cette augmentation de l'adhérence améliore aussi l'efficacité de transfert de charge de la résine vers les ingrédients de renforcement, ce qui a un apport certain sur les propriétés mécaniques globales du matériau.

3.3 Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement tribologique des matériaux.

Pour montrer l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement tribologique des matériaux lors de freinage, nous analyserons les résultats des différentes étapes de l'essai de Chase. Comme il a été précédemment mentionné dans la partie expérimentale, nous rappelons que les étapes de la ligne de base-1 et de la ligne de base-2 permettent d'évaluer le comportement des matériaux de frottement étudiés lors d'un freinage répété. Les résultats de ces deux étapes seront étudiés dans cette partie. D'autre part, les résultats des deux étapes de fade-1 et de fade-2 seront aussi analysés afin d'évaluer le comportement des matériaux lors d'un freinage à haute température. Afin de montrer la

performance de recouvrement de ces matériaux lors du refroidissement après un freinage à haute température les deux étapes de recouvrement-1 et recouvrement-2 seront étudiées.

3.3.1 Effet de la température de moulage sur le comportement tribologique

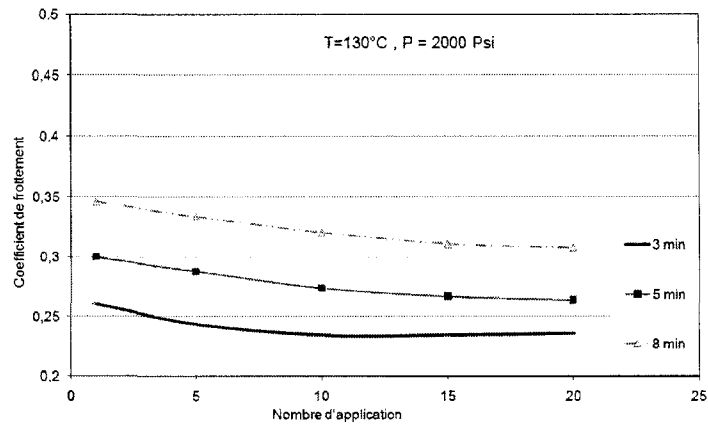
Étant donné le nombre important de résultats obtenus, il a été décidé que seuls les résultats des essais de Chase des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi seront présentés ici, ceci afin de mieux montrer l'effet de la température et du temps de moulage sur le comportement tribologique des matériaux de frottement étudiés.

3.3.1.1 Effet de la température de moulage sur le comportement des matériaux lors d'un freinage répété

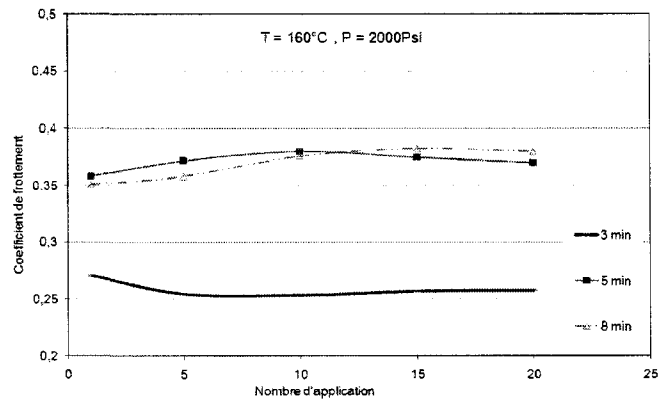
Les figures 3.7a, b et c présentent les courbes des lignes de base-1 enregistrées pour les matériaux moulés aux températures de moulage de 130, 160 et 190°C respectivement. On rappelle que l'étape de la ligne de base-1 montre les valeurs de coefficient de frottement mesuré lors de l'application de 20 freinages ou la durée de chaque freinage et de 20 secondes. La figure 3.7a présente la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre d'application de freinage pour les matériaux moulés à 130°C. On remarque que le matériau moulé à 8 min exhibe des valeurs de coefficient de frottement élevées par rapport au matériau pressé à 5 min et ce dernier affiche des valeurs élevées comparativement au matériau moulé à 3 min. Dans le cas des matériaux pressés à température de moulage de 160°C présentés à la figure 3.7b, on constate que le matériau moulé durant 3 min présente des valeurs de coefficient de frottement plus basses comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min. Cependant, ces deux derniers matériaux affichent des valeurs de coefficient de frottement quasiment identiques. Pour les matériaux moulés à température de moulage de 190°C, les résultats présentés à la figure 3.7c montrent la même tendance précédemment observée avec les matériaux moulés à 160 °C (fig3.7b). On constate dans ce cas que les matériaux moulés à 5 et

8 min ont des valeurs de coefficient de frottement identiques et supérieures au matériau moulé à 3 min. Cependant, on peut remarquer que le matériau moulé à 3 min exhibe des valeurs de coefficient de frottement stables et élevées comparativement aux matériaux moulés à 3 min et aux températures de moulage de 130 et 160°C.

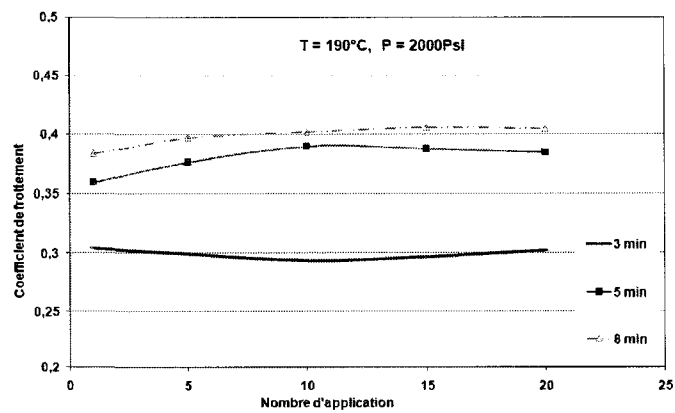
En comparant les figures 3.7a, b et c, nous pouvons constater une amélioration dans la stabilité des valeurs des coefficients de frottement des matériaux moulés à 5 et 8 min avec l'augmentation de la température de moulage. On note aussi une augmentation dans les valeurs des coefficients de frottement du matériau moulé à 3 min avec l'augmentation de la température de moulage. Ces deux résultats permettent d'avancer que l'augmentation de la température de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement lors d'un freinage répété et fait accroître aussi les valeurs de coefficient de frottement des matériaux de frottement moulés aux temps de moulage assez courts.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.7 - Effet des paramètres de cuisson sur le freinage répété pour les matériaux moulés sous différentes température de moulage : (a) 130°C , (b) 160°C et (c) 200°C .

3.3.1.2 Effet de la température de moulage sur le comportement au fade

Les figures 3.8a, b et c présentent les courbes de variation du coefficient de frottement en fonction de la température d'essai durant l'étape de fade-I pour les matériaux moulés aux températures de moulage de 130, 160 et 190°C respectivement. On constate à partir de la figure 3.8a, que le matériau moulé à 3 min affiche des valeurs de coefficient de frottement faibles de l'ordre de 0,22 et cette valeur est maintenue constante jusqu'à la température de 175°C. Au delà de cette température une augmentation graduelle du coefficient de frottement est observée. Dans le cas du matériau moulé à 5 min, on constate que ce matériau affiche un coefficient de frottement initial faible et qui augmente graduellement avec l'augmentation de la température d'essai. Le matériau moulé à 8 min exhibe un coefficient de frottement stable de l'ordre de 0,32 et cette stabilité est maintenue jusqu'à 210°C. Au delà de cette température on note une augmentation graduelle du coefficient de frottement.

Dans le cas de la température de moulage de 160°C (figure 3.8b), on remarque que le matériau moulé à 3 min exhibe toujours des valeurs de coefficient de frottement initiales faibles et ceci jusqu'à 135°C. Après cette température, le coefficient de frottement croît graduellement avec l'augmentation de la température. Le matériau moulé à 5 min montre une légère diminution du coefficient de frottement avec l'augmentation de la température et ceci jusqu'à 205°C. Après cette température, le coefficient de frottement augmente graduellement pour se stabiliser à la fin du test. Le matériau moulé pendant 8 min affiche un coefficient de frottement initial élevé qui diminue légèrement pour se stabiliser rapidement jusqu'à la fin du test.

Dans le cas de la température de moulage de 190°C (figure 3.8c), on remarque que le matériau moulé à 3 min montre une légère diminution du coefficient de frottement initial. Après cette diminution, le coefficient de frottement augmente pour se stabiliser à la fin du test. Le matériau moulé à 5 min exhibe un coefficient de frottement stable jusqu'à la fin du test tandis que le matériau moulé à 8 min exhibe un coefficient de

frottement initial élevé et qui diminue légèrement avec l'augmentation de la température pour se stabiliser à partir de 180°C.

D'autre part, en comparant les figures 3.8a, b et c, on note clairement que l'augmentation de la température de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement et fait accroître significativement les valeurs de coefficient de frottement des matériaux moulés à 3 min. Dans le cas des matériaux moulés à 5 min on constate la même tendance exhibée par les matériaux moulés à 3min, cependant une meilleure stabilité du coefficient de frottement le long du test de fade est enregistré avec ces matériaux comparativement aux matériaux moulés durant 3min. Ceci nous permet de dire que l'accroissement du temps de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement ainsi que la résistance au fade. Pour les matériaux moulés à 8min, on remarque une meilleure stabilité du coefficient de frottement à basse température de moulage (130 et 160°C) et l'augmentation de cette température fait accroître seulement les valeurs du coefficient de frottement initial durant l'étape de fade.

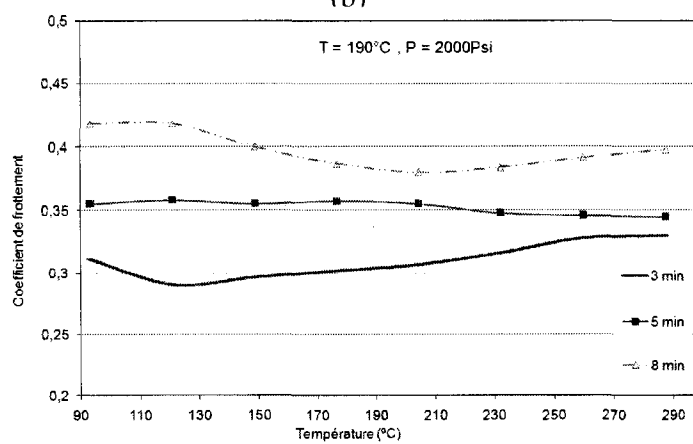
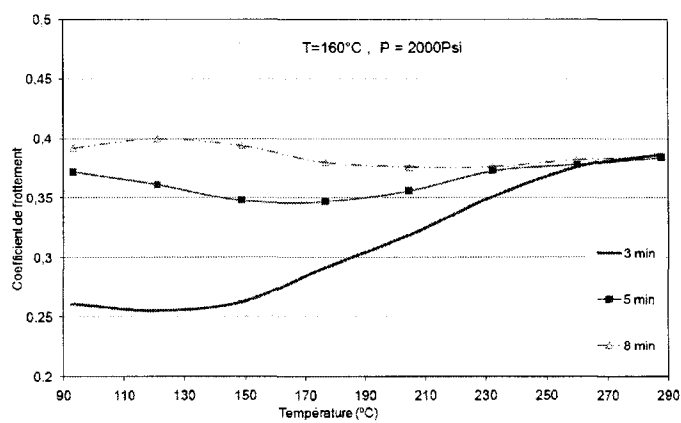
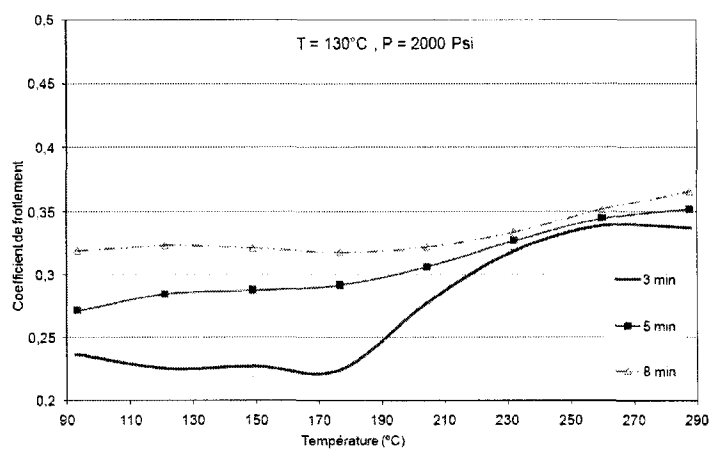
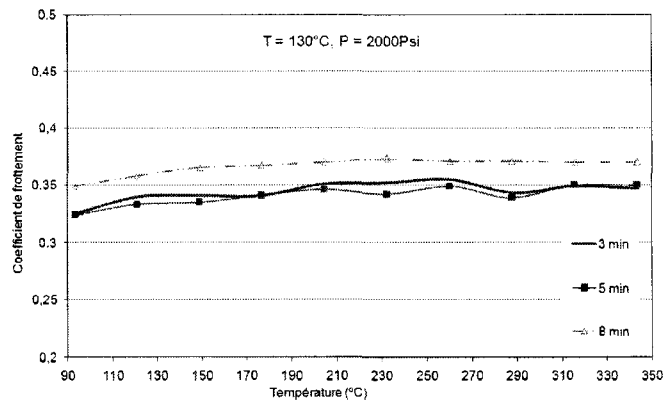


Figure 3.8 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-1 pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.

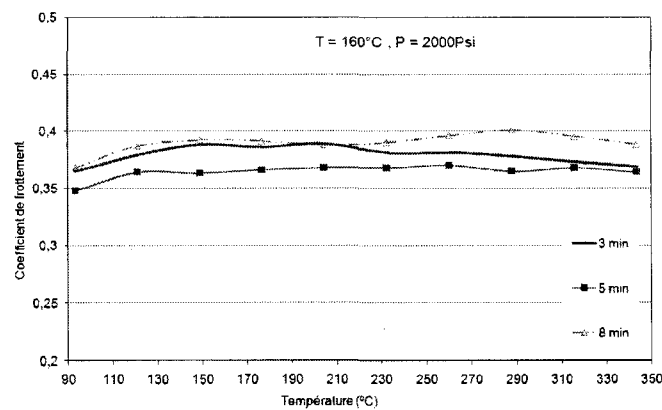
Les figures 3.9a, b et c montrent les courbes de variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour les matériaux moulés sous différents temps et température de moulage enregistrées durant l'étape de fade-2. À partir des figures 3.9a et b, on constate que tous les matériaux exhibent des valeurs de coefficient de frottement stables et identiques quelque soit le temps de moulage.

Dans le cas des matériaux moulés à 190°C (figure 3.9c), on remarque que le matériau moulé à 5min exhibe une meilleure stabilité du coefficient de frottement et que le matériau moulé à 8 min affiche des valeurs de coefficient de frottement initial élevées qui se stabilisent à la fin du test. Cependant le matériau moulé à 3 min montre une légère diminution du coefficient de frottement comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min.

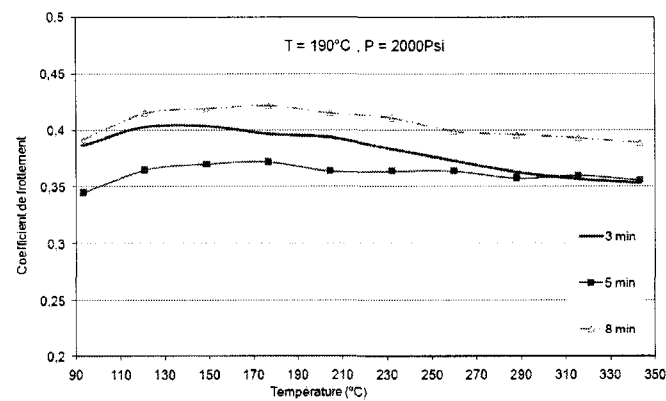
En comparant les figures 3.9a, b et c, on constate que l'effet de la température et du temps de moulage durant l'étape de fade-2 apparaît seulement avec les matériaux moulés à haute température. On remarque aussi qu'un temps de moulage assez court peut engendrer une diminution du coefficient de frottement lors d'un freinage à haute température et qu'un temps de moulage assez long fait accroître le coefficient de frottement initial de ces matériaux.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.9 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-2 pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C , (b) 160°C et (c) 190°C .

3.3.1.3 Effet de la température de moulage sur le comportement de recouvrement

Pour mieux visualiser les résultats de recouvrement, il est proposé de calculer la différence entre le coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade et celui enregistré durant l'étape de recouvrement (voir figure 3.10) à la même température. Pour cela la relation suivante est utilisée:

$$\Delta\mu = \mu_{f-Tx} - \mu_{R-Tx} \quad (3.3)$$

Où :

μ_{f-Tx} : Coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade à la température T

μ_{R-Tx} : Coefficient de frottement enregistré durant l'étape de recouvrement à la même température T.

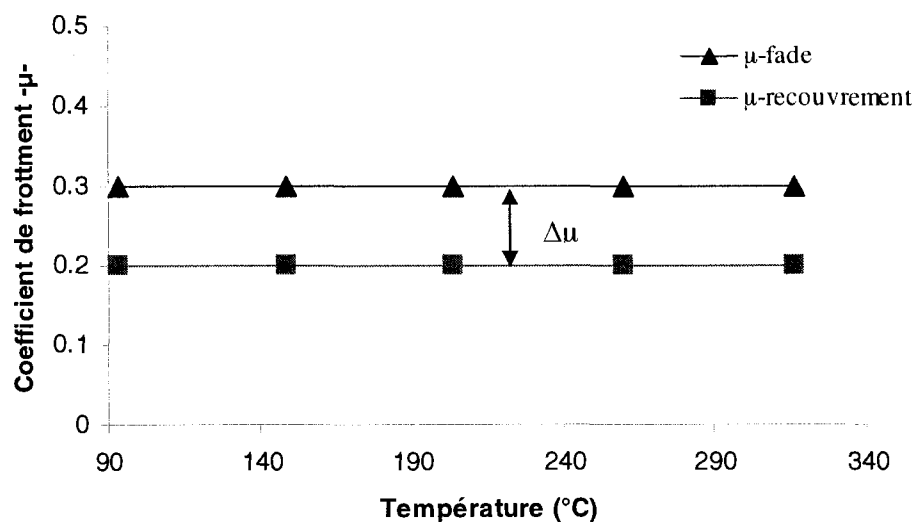


Figure 3.10 - Détermination de la valeur de $\Delta\mu$.

Pour la variation de $\Delta\mu$, une valeur faible ou négative indique un meilleur recouvrement du coefficient de frottement. Cependant, une valeur de $\Delta\mu$ positive ou élevée implique que le matériau de frottement n'arrive pas à atteindre son coefficient de frottement

enregistré durant l'étape de fade, ce qui traduit un mauvais recouvrement du coefficient de frottement. De l'autre côté, une diminution de $\Delta\mu$ indique un meilleur recouvrement et une augmentation implique un faible recouvrement.

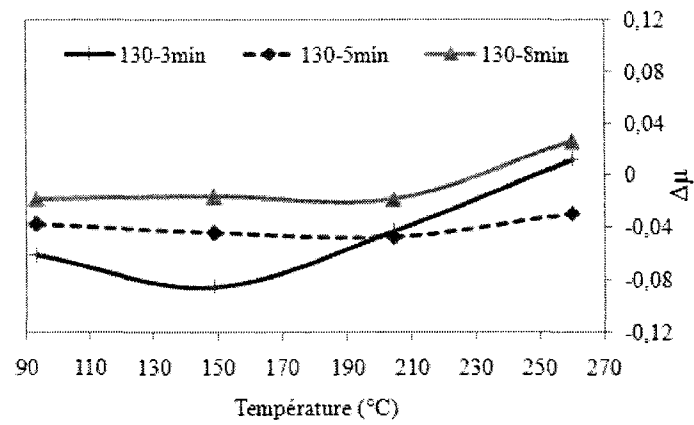
Les figures 3.11a, b et c montrent la variation de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade-1}} - \mu_{\text{recouvrement-1}}$) enregistrée durant l'étape de recouvrement-1 pour les matériaux moulés à 130, 160 et 190°C respectivement. À partir de la figure 3.11a, on remarque que le matériau moulé à 3 min montre une diminution prononcée de $\Delta\mu$ lors de refroidissement jusqu'à la température de 150°C et après cette température les valeurs de $\Delta\mu$ se stabilisent. Dans le cas des matériaux moulés à 5 et 8 min, on note une légère diminution de $\Delta\mu$ lors de refroidissement jusqu'à température 210°C et au delà de cette température on observe une stabilité jusqu'à la fin du test.

Les mêmes tendances que le cas précédent sont observées dans la figure 3.11b où le matériau moulé à 3 min affiche une diminution prononcée de $\Delta\mu$ lors du refroidissement jusqu'à la température de 150°C. Au delà de cette température $\Delta\mu$ se stabilise. La diminution de $\Delta\mu$ enregistrée avec les matériaux moulés à 3 min implique un meilleur recouvrement du coefficient de frottement après un freinage à chaud. Dans le cas des matériaux moulés à 5 min et 8 min on remarque une légère augmentation de $\Delta\mu$ lors de refroidissement. Le comportement de ces deux derniers matériaux indique une faible perte de recouvrement du coefficient de frottement.

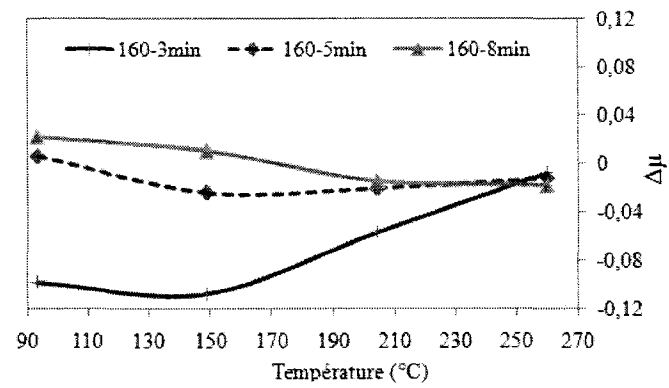
Dans le cas des matériaux moulés à température de 190°C (figure 3.11c), on constate que le matériau moulé à 3 min affiche une légère diminution de $\Delta\mu$ lors du refroidissement. Cependant, les matériaux moulés à 5 et 8 min montrent une faible augmentation de $\Delta\mu$ avec l'accroissement de la température.

En comparant les figures 3.11a, b et c, on constate que l'augmentation de la température de moulage fait diminuer les valeurs de $\Delta\mu$ des matériaux moulés à 3min. La

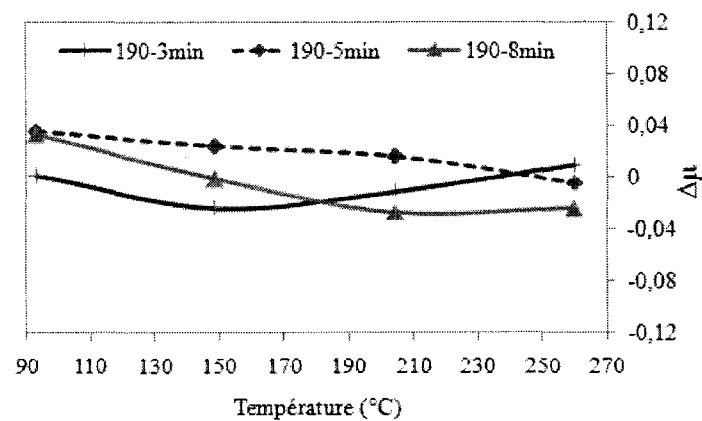
diminution observée implique que la température de moulage influence fortement le comportement de recouvrement de ces matériaux. Cependant, la variation de la température de moulage ne change pas significativement les valeurs de $\Delta\mu$ des matériaux moulés à 5 et 8 min. On peut estimer que cette différence entre le comportement des matériaux moulés à 3 min et les matériaux moulés à 5 et 8 min est la conséquence d'une porosité élevée constatée précédemment avec les matériaux moulés à 3min (voir tableau 3.1).



(a)



(b)



(c)

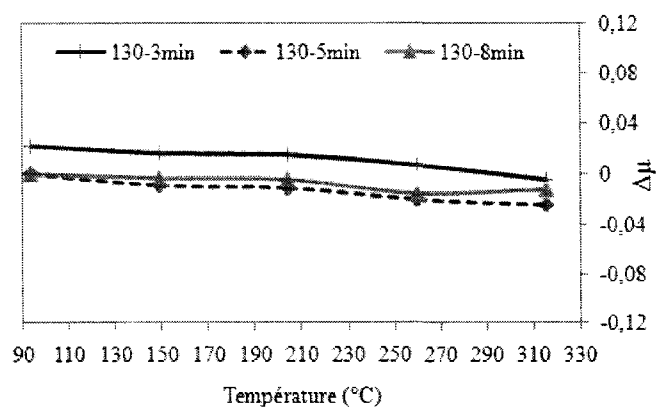
Figure 3.11 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-1 pour les trois températures de moulage : (a) 130°C, (b) 160°C et (c) 190°C.

Les courbes des figures 3.12a, b et c illustrent les valeurs de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade2}} - \mu_{\text{recouvrement2}}$) enregistrées durant l'étape de recouvrement-2 pour les matériaux moulés à 130, 160 et 190°C respectivement. Dans le cas des matériaux moulés à 130°C (figure 3.12a) on constate que les trois matériaux moulés durant 3, 5 et 8 min exhibent une stabilité de $\Delta\mu$ avec la diminution de la température de l'essai. Les valeurs ainsi que la stabilité de $\Delta\mu$ remarquées impliquent que les trois matériaux recouvrent à 100% les valeurs du coefficient de frottement de l'étape de fade lors du refroidissement.

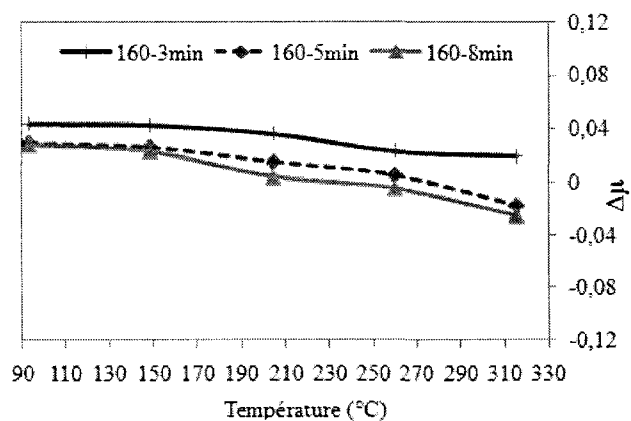
Pour les valeurs de $\Delta\mu$ des matériaux moulés à la température de 160°C (figure 3.12b), on remarque que le matériau moulé à 3 min conserve la stabilité de $\Delta\mu$ observée dans le cas précédent. Cependant une légère augmentation de $\Delta\mu$ est observée avec la diminution de la température de l'essai pour les matériaux moulés à 5 et 8 min. La légère augmentation de $\Delta\mu$ exhibée par les matériaux moulés à 5 et 8 min traduit une faible perte de recouvrement.

Dans le cas des matériaux moulés à la température de 190°C (figure 3.12b), nous constatons une légère augmentation de $\Delta\mu$ avec la diminution de la température de l'essai et ceci pour les trois matériaux. La légère augmentation de $\Delta\mu$ observée avec ces matériaux est un indice d'une faible perte de recouvrement du coefficient de frottement de l'étape de fade lors du refroidissement.

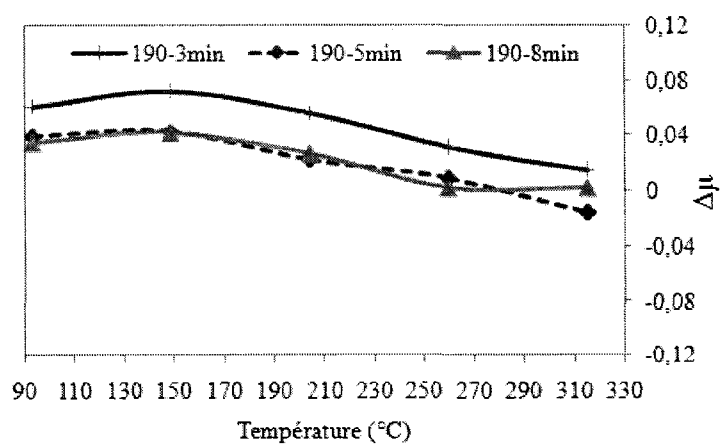
À partir des résultats enregistrés lors des essais de recouvrement-2, nous pouvons constater que l'augmentation de la température de moulage influence légèrement les valeurs et la stabilité de $\Delta\mu$ des matériaux durant l'étape de recouvrement-2 quelque soit le temps de moulage. On remarque aussi que la meilleure stabilité et le meilleur recouvrement du coefficient de frottement lors de refroidissement sont observés avec les matériaux moulés à basse température de moulage ainsi qu'un court temps de moulage.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.12 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-2 pour les trois températures de moulage : (a) 130°C , (b) 160°C et (c) 190°C .

3.3.2 Effet de la pression de moulage sur le comportement tribologique

Vu le nombre important des résultats obtenus lors de l'étude de l'effet de la pression de moulage sur le comportement tribologique des matériaux, nous avons choisis de présenter uniquement les résultats des matériaux de frottement moulés à température de 160°C.

3.3.2.1 Effet de la pression de moulage sur le comportement des matériaux lors d'un freinage répété

Les figures 3.13a, b et c présentent les courbes des lignes de base-1 enregistrées pour les matériaux moulés sous les pressions de moulage de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. À partir de la figure 3.13a on constate que le matériau moulé à 8 min exhibe des valeurs de coefficient de frottement élevées par rapport au matériau pressé à 5 min et ce dernier affiche des valeurs élevées comparativement au matériau moulé à 3 min.

Dans le cas de la pression de moulage de 2000 Psi (figure 3.13b), on remarque que les matériaux moulés à 5 et 8 min affichent des valeurs de coefficient de frottement quasiment identiques. Les valeurs de coefficient de frottement exhibées par ces deux matériaux sont élevées comparativement au matériau moulé à 3 min.

Pour la pression de moulage de 3000 Psi (figure 3.13c), les résultats montrent la même tendance que précédemment, c'est-à-dire que les matériaux moulés à 5 et 8 min ont des valeurs de coefficient de frottement identiques et supérieures aux matériaux moulés à 3 min.

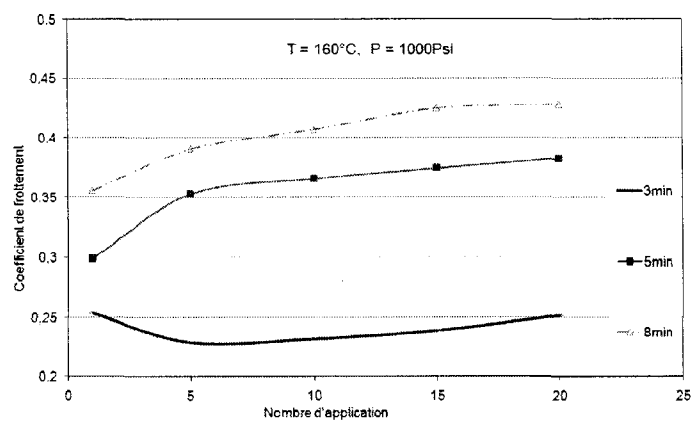
La comparaison des figures 3.13a, b et c, nous permet de voir une amélioration de la stabilité des valeurs des coefficients de frottement des matériaux moulés à 5 et 8 min. Cependant, lorsque la pression de moulage augmente, aucune amélioration des valeurs des coefficients de frottement du matériau moulé à 3 min n'est observée. Cette

remarque implique qu'accroître la pression de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement du matériau moulé à temps de moulage assez long lors d'un freinage répété. Par contre l'accroissement de la pression de moulage des matériaux de frottement moulés à temps de moulage assez court n'influence pas les valeurs de coefficient de frottement lors d'un freinage répété

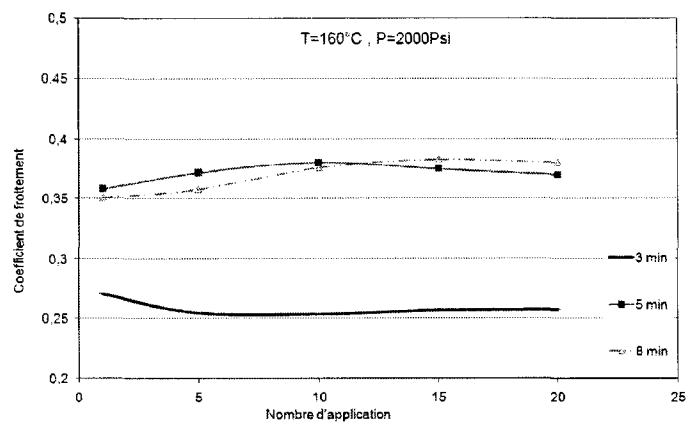
3.3.2.2 Effet de la pression de moulage sur le comportement des matériaux lors de l'étape de fade-1

Les figures 3.14a, b et c présentent les courbes de variation du coefficient de frottement en fonction de la température enregistrées durant l'étape de fade-1 pour les matériaux moulés sous pression de moulage de moulage de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. On constate à partir de la figure 3.14a que le matériau moulé à 3 min affiche de très faibles valeurs de coefficient de frottement et ceci jusqu'à la température de 150°C. Après cette température on remarque une augmentation graduelle du coefficient de frottement. Dans le cas des temps de moulage de 5 et 8 min, on constate que ces deux matériaux exhibent des valeurs de coefficient de frottement initiales légèrement élevées ensuite elles diminuent graduellement avec l'augmentation de la température d'essai.

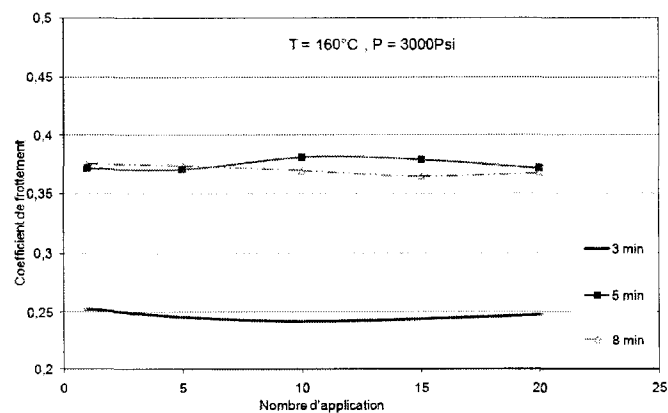
Dans le cas de la pression de 2000 Psi (figure 3.14b), on remarque que le matériau moulé à 3 min affiche la même tendance observée dans le cas précédent. Ce matériau affiche de faibles valeurs de coefficient de frottement et ceci jusqu'à 135°C. Après cette température, le coefficient de frottement augmente graduellement jusqu'à la fin du test. Pour le matériau moulé à 5 min, on note une légère diminution du coefficient de frottement avec l'augmentation de la température jusqu'à 180°C. Après cette température, le coefficient de frottement augmente graduellement pour se stabiliser à la fin du test. Le matériau moulé pendant 8 min affiche un coefficient de frottement initial élevé et qui diminue légèrement pour se stabiliser rapidement jusqu'à la fin du test.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.13 - Effet des paramètres de cuisson sur le freinage répété pour les matériaux moulés sous différentes températures de moulage : (a) 130°C , (b) 160°C et (c) 200°C .

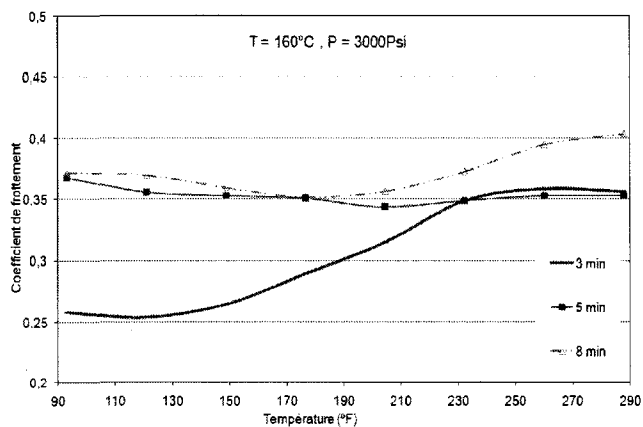
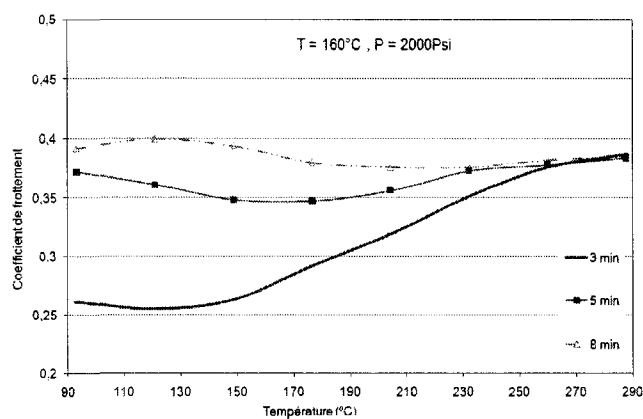
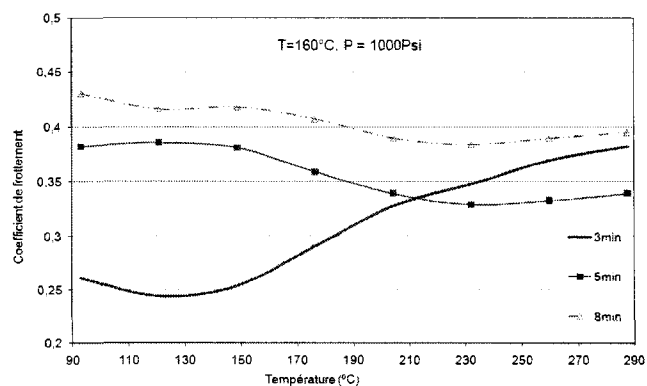
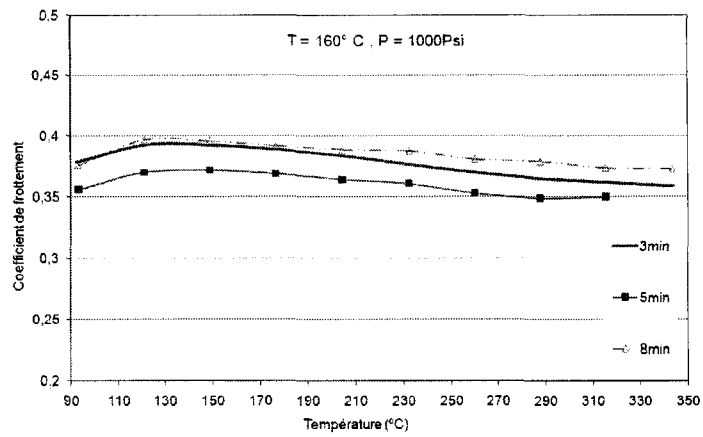


Figure 3.14 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-1 pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

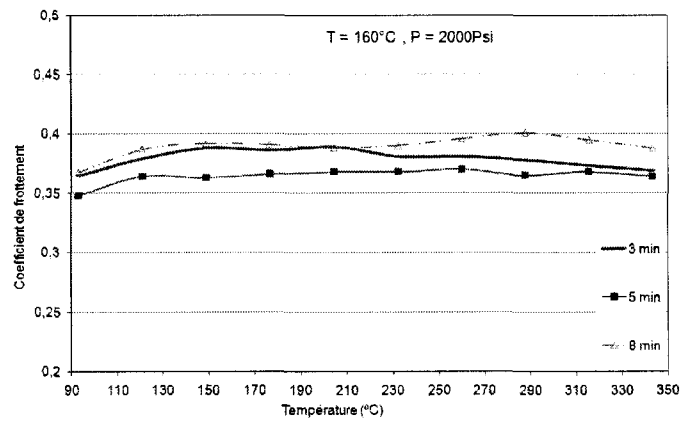
Dans le cas de la pression de 3000 Psi (figure 3.14c), on remarque que les trois matériaux conservent la même tendance observée dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi.

En comparant les figures 3.14a, b et c, on remarque que l'accroissement de la pression de moulage influence légèrement les valeurs de coefficient de frottement des matériaux moulés à 5 min. Cependant, l'augmentation de la pression de moulage n'influence pas le comportement des matériaux moulés à 3 et 8 min. Ce résultat nous laisse croire que l'augmentation de la pression de moulage des matériaux de frottement a un effet négligeable sur les valeurs de coefficient de frottement de ces matériaux lors d'un freinage à haute température.

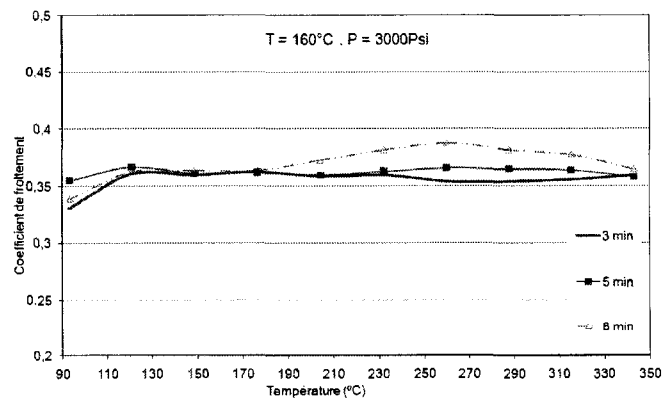
Les figures 3.15a, b et c montrent les courbes de variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour les matériaux moulés sous différents temps et pression de moulage enregistrés durant l'étape de fade-2. Dans le cas de la pression de moulage de 1000 Psi (figure 3.15a), on remarque que les matériaux moulés à 3, 5 et 8 min exhibent des valeurs de coefficient de frottement stables et quasi- identiques durant tout le test de fade-2. La même tendance est observée dans le cas des pressions de moulage de 2000 et 3000 Psi. En comparant les trois figures, nous pouvons voir que la pression de moulage n'affecte pas le comportement des matériaux de frottement lors d'un freinage à haute température.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.15 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade-2 pour les matériaux moulés sous différentes pressions : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

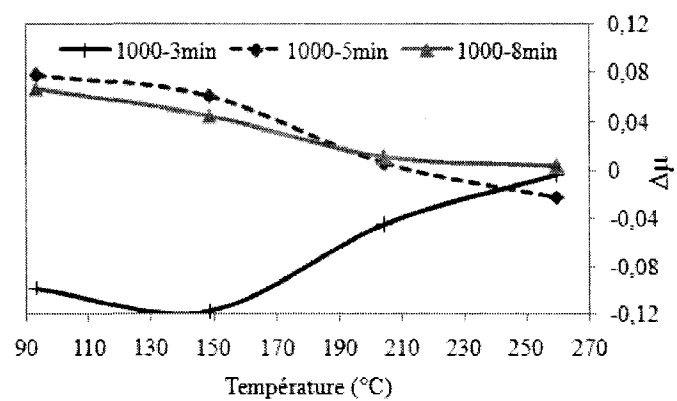
3.3.2.3 Effet de la pression de moulage sur le comportement de récupération

Pour mieux mettre en évidence les résultats de recouvrement, nous avons calculé la différence entre le coefficient de frottement enregistré au fade et celui enregistré dans l'étape de récupération. La relation 3.3 a été utilisée (voir page 119).

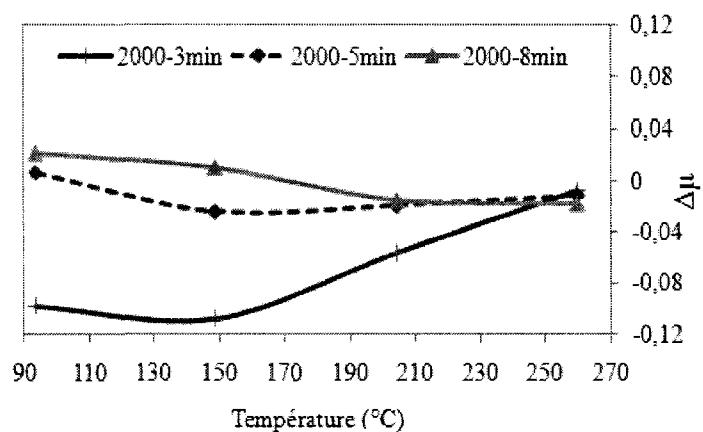
Les résultats sont présentés sur la figure 3.16 pour les valeurs de $\Delta\mu$ enregistrées durant l'étape de récupération-1 et sur la figure 3.17 pour les valeurs de $\Delta\mu$ enregistrées durant l'étape de récupération-2.

Les figures 3.16a, b et c montrent les courbes de variation de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade1}} - \mu_{\text{récupération1}}$) enregistrées durant l'étape de récupération-1 pour les matériaux moulés sous pression 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. Dans le cas de la pression de moulage de 1000 Psi, on remarque une augmentation de $\Delta\mu$ avec la diminution de la température d'essai pour les matériaux moulés à 5 min et 8 min. Cependant, pour le matériau moulé à 3 min, on observe une diminution de $\Delta\mu$ jusqu'à la température de 150°C et après cette température $\Delta\mu$ augmente légèrement.

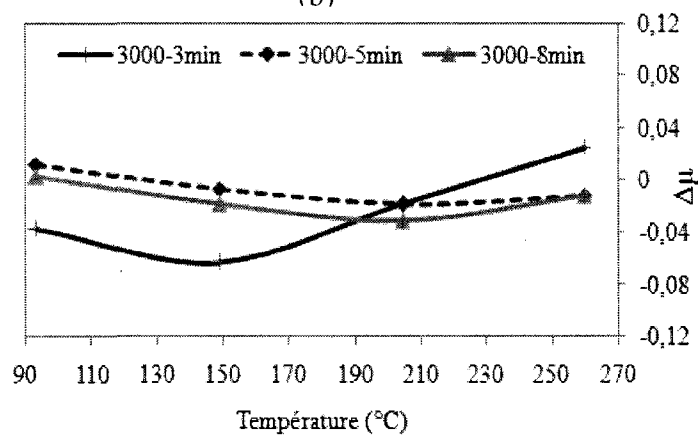
Pour la pression de moulage de 2000 Psi (figure 3.16b), on constate une stabilité des valeurs de $\Delta\mu$ avec l'augmentation de la température pour les matériaux moulés à 5 min et 8 min. Cependant, pour le matériau moulé à 3 min, on observe une diminution de $\Delta\mu$ jusqu'à la température de 150°C et $\Delta\mu$ stabilise après cette température.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.16 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-1 pour les trois pressions de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Dans le cas de la pression de moulage de 3000 Psi (figure 3.16c), on remarque une stabilité de $\Delta\mu$ jusqu'à 190°C et après cette température les valeurs de $\Delta\mu$ augmentent. Le matériau moulé à 3 min présente que lors des pressions de moulage de 1000 Psi et 2000 Psi, mais la diminution est moins prononcée.

En comparant les figures 3.16a, b et c, on voit que pour les matériaux moulés durant 5 et 8 min, les valeurs de $\Delta\mu$ diminuent légèrement ensuite se stabilisent avec l'augmentation de la pression de moulage. Par contre pour les matériaux moulés à 3 min, on ne note aucune variation des valeurs de $\Delta\mu$.

Les figures 3.17a, b et c montrent les variations de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade2}} - \mu_{\text{récupération2}}$) enregistrées durant l'étape de récupération-2 pour les matériaux moulés sous pression de 1000, 2000 et 3000 Psi respectivement. Dans le cas de la pression de moulage de 1000 Psi (figure 3.17a), on remarque une légère augmentation de $\Delta\mu$ avec la diminution de la température de l'essai pour les trois matériaux. On constate aussi que le matériau moulé à 3 min exhibe des valeurs de $\Delta\mu$ légèrement élevées comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min. Dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi (figure 3.17b), on remarque que les matériaux moulés à 5 et 8 min affichent une légère augmentation de $\Delta\mu$ avec la diminution de la température tandis que le matériau moulé à 3 min exhibe des valeurs $\Delta\mu$ stables. Pour la pression de moulage de 3000 Psi, les trois matériaux présentent des valeurs de $\Delta\mu$ identiques et stables, ce qui implique que lors du refroidissement, ces matériaux de frottement récupèrent les valeurs de coefficients de frottement de l'étape de fade.

En comparant les figures 3.17a, b et c, nous pouvons constater que la variation de la pression de moulage influence légèrement le comportement de récupération des matériaux de frottement lors de l'étape de récupération -2

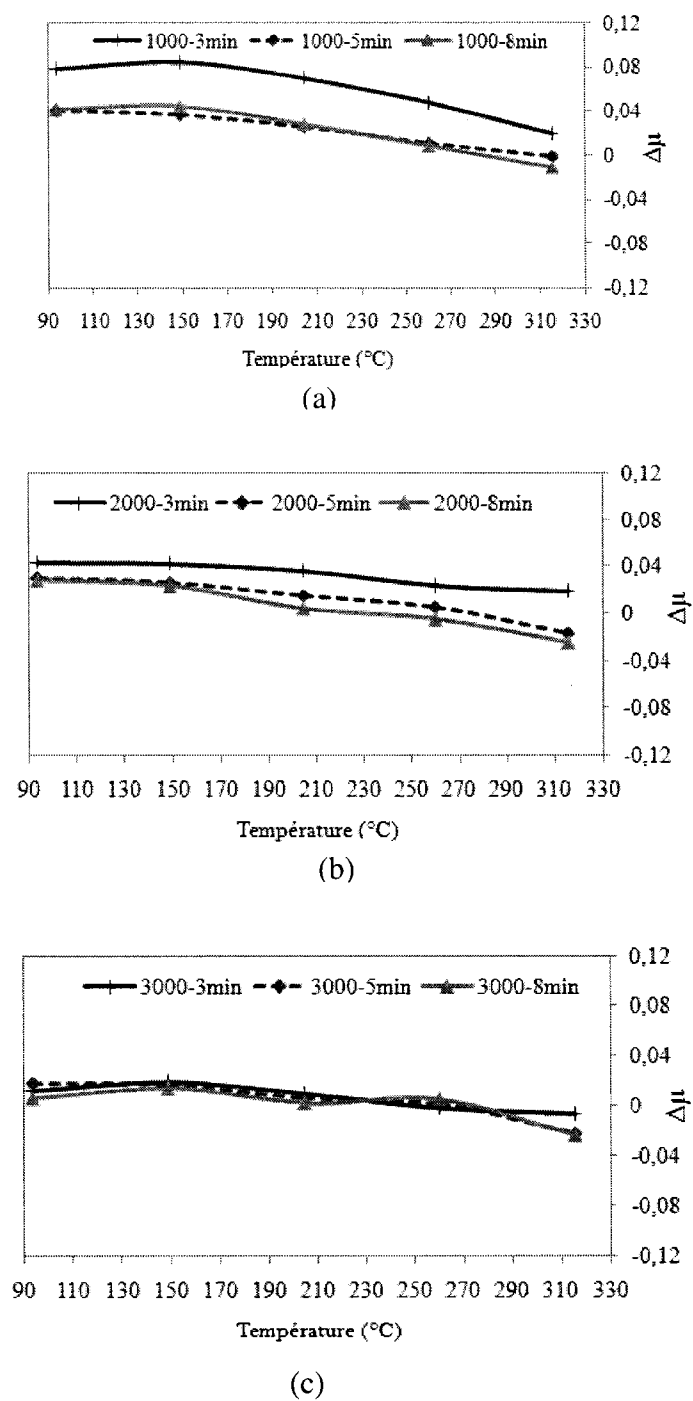


Figure 3.17 - Variation de $\Delta\mu$ durant l'étape de récupération-2 pour les trois pressions :
(a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

3.3.3 Effet des paramètres de mise en œuvre sur le comportement à l'usure

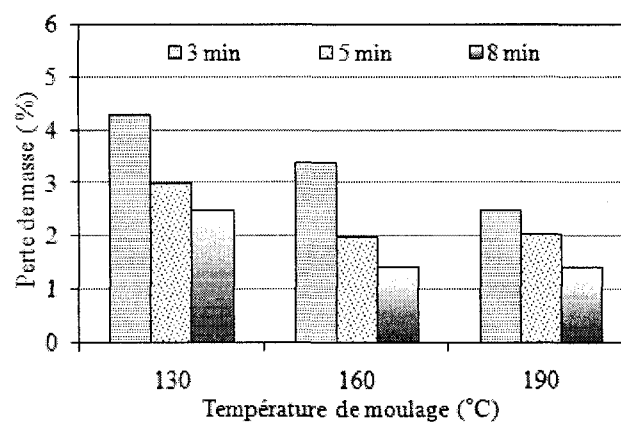
Dans cette partie, nous présentons les résultats de l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement à l'usure des matériaux étudiés. Il est bien connu que le comportement à l'usure des matériaux de frottement dépend de plusieurs facteurs tels que la distance de glissement, la température ainsi que la pression appliquée sur le matériau lors du freinage [64]. Nous rappelons que dans notre étude, tous ces facteurs ont été maintenus constants et seuls les paramètres de cuisson de nos matériaux ont été variés. Pour évaluer la résistance à l'usure, on a utilisé les résultats des mesures d'usure obtenus à la fin des essais de Chase. Ces valeurs d'usure mesurées après le test de Chase seront présentées et schématisées par le pourcentage de la perte de masse ainsi que par la perte d'épaisseur. L'étude de ces deux formes d'usure a pour but d'évaluer le rapport entre ces deux pertes, c'est-à-dire la perte massique et volumique. On rappelle aussi qu'un matériau qui affiche un pourcentage de perte massique ou volumique élevé est considéré comme étant un matériau qui présente une faible résistance à l'usure.

Les valeurs des pertes massiques des matériaux moulés sous les différentes températures et temps de moulage et sous les pressions de moulage de 1000, 2000 et 3000 Psi sont présentées respectivement sur les figures 3.18a, b et c. À partir de la figure 3.18a qui montre les valeurs de pertes de masse des matériaux moulés sous pression de moulage de 1000 Psi, on remarque que les matériaux avec un temps de moulage de 3 min exhibent des valeurs de perte de masse plus élevées comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min et ceci quelle que soit la température de moulage. Pour les différentes températures de moulage, on constate que le taux de perte élevé est enregistré avec les matériaux moulés à la température de 130°C. Le pourcentage de perte de masse diminue à la température de 160°C et les plus faibles valeurs de perte sont enregistrées avec les matériaux moulés à température de 190°C.

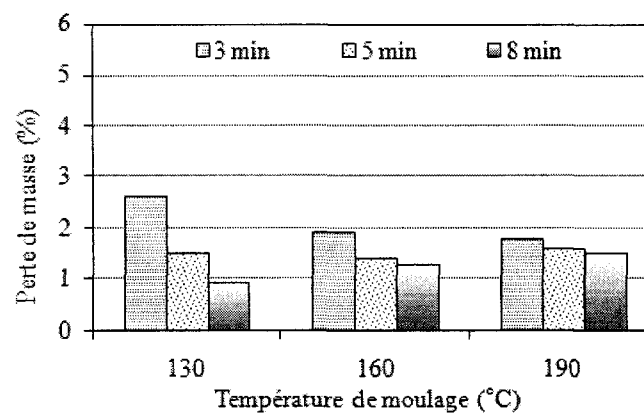
Pour les valeurs d'usure des matériaux pressés à 2000 Psi (figure 3.18b), on constate que le matériau pressé à 190°C affiche une meilleure résistance à l'usure comparativement aux matériaux moulés à 160 et 130°C. Le matériau pressé à 130°C présente toujours le taux d'usure le plus élevé. Pour le temps de maintien de la pression et de la température, on remarque une amélioration de la résistance à l'usure pour les trois matériaux en passant de 3 à 8 min.

Dans le cas des matériaux pressés à 3000 Psi (figure 3.18c), on peut voir que les matériaux pressés à 190 et 160°C exhibent des pertes de masse presque identiques et inférieures aux matériaux pressés à la température de 130°C. On remarque aussi que l'augmentation du temps moulage améliore légèrement la résistance à l'usure des matériaux pressés à 190 et 160°C. Cette amélioration est plus nette dans le cas des matériaux pressés à 130°C.

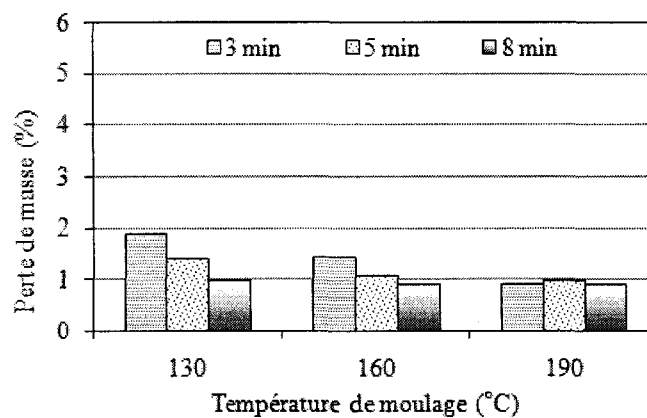
En comparant les figures 3.18a, b et c, nous pouvons constater une diminution du taux de perte massique avec l'augmentation de la pression de moulage. Ceci implique que cette dernière a un effet significatif sur le comportement à l'usure des matériaux de frottement. L'accroissement de la pression de moulage améliore la résistance à l'usure des matériaux et fait augmenter leurs durées de vie. Concernant l'effet de la température de moulage, lors du moulage à faible pression, on constate que le taux d'usure diminue fortement lorsqu'on augmente la température de moulage. Cependant, l'effet de l'augmentation de la température de moulage sur le taux d'usure est moindre lors du moulage à haute pression. D'autre part on constate que l'augmentation du temps de moulage améliore la résistance à l'usure des matériaux.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.18 - Valeurs de perte de masse des différents matériaux en fonction de la température et du temps de moulage : (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Le taux d'usure élevé enregistré avec les matériaux moulés à faible température et temps de moulage est probablement dû à un détachement plus facile des fibres à partir des surfaces des matériaux testés. Ainsi, ce détachement engendre des vides, qui agissent comme des fissures qui se propagent, ce qui fait diminuer la résistance à l'usure de ces matériaux

Pour compléter l'étude de l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement à l'usure, on a jugé intéressant de mesurer les valeurs des pertes d'épaisseurs des différents matériaux. Les résultats de ces mesures sont présentés sur les figures 3.19a, b et c.

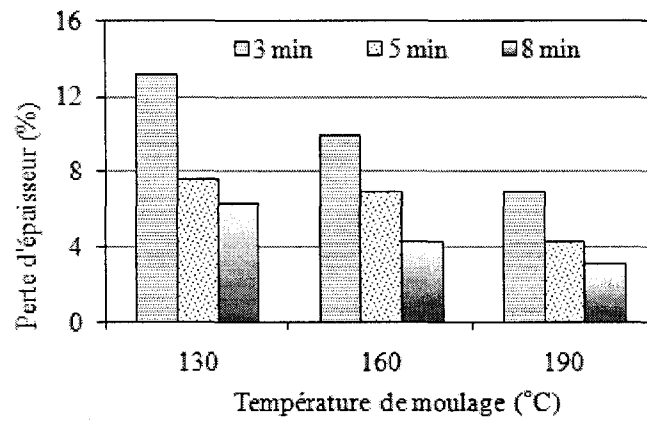
La figure 3.19a montre les résultats des mesures de perte d'épaisseur des matériaux moulés sous pression de 1000 Psi. À partir de cette figure, on remarque que les matériaux moulés à 3 min affichent des valeurs de perte d'épaisseur très élevées comparativement aux matériaux moulés à 5 et 8 min et cette tendance est respectée pour les trois températures de moulage étudiées. Ceci indique qu'un temps de moulage assez court accompagné d'une faible pression de moulage mène à une augmentation significative de la perte d'épaisseur des matériaux moulés. On constate aussi que les matériaux moulés à 130°C montrent des valeurs de pertes d'épaisseur plus élevées suivies par les matériaux moulés à 160 et 190°C respectivement.

La même tendance est remarquée dans le cas des matériaux moulés sous pression de 2000 Psi, où les matériaux moulés à 130°C ont des valeurs de perte d'épaisseur plus élevées suivies des matériaux moulés à 160 et 190°C. Nous pouvons constater aussi que les matériaux moulés à 3 min exhibent des valeurs de perte élevées suivies des matériaux moulés à 5 et 8 min.

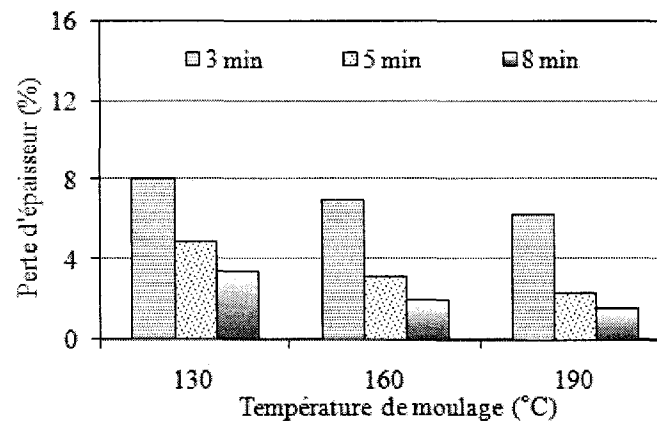
Pour les valeurs de perte d'épaisseur des matériaux moulés sous pression de 3000 Psi (figure 3.19c), on remarque que le matériau moulé à 3 min affiche toujours des valeurs

de perte d'épaisseur les plus élevées suivi des matériaux moulés à 5 et 8 min. Pour les différentes températures de moulage, on note que les pertes d'épaisseur les plus élevées sont enregistrées avec les matériaux moulés à 130°C et les plus faibles valeurs de pertes sont enregistrées avec les matériaux moulés à 190°C.

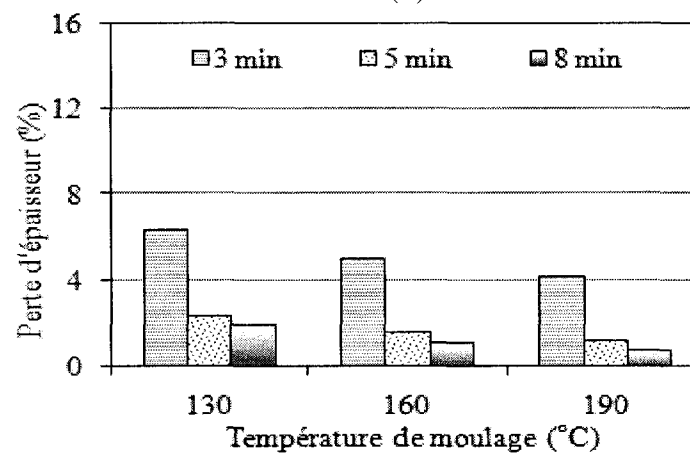
En comparant les figures 3.19a, b et c, nous pouvons constater une diminution de la perte d'usure volumétrique avec l'augmentation de la pression de moulage. Cette diminution peut être attribuée au faible taux de vide enregistré avec les matériaux moulés à haute pression (voir tableau 3.1). Un matériau possédant un taux de vide élevé est plus sensible à l'usure à cause de la faible adhérence entre ses différents constituants.



(a)



(b)



(c)

Figure 3.19 - Valeurs des pertes d'épaisseur des différents matériaux en fonction des températures de moulage sous pression de moulage de (a) 1000 Psi, (b) 2000 Psi et (c) 3000 Psi.

Afin de mieux voir l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique, les résultats obtenus lors de la caractérisation de ces matériaux de frottement ont été résumés dans le tableau 3.3.

Tableau 3.4- Résumé de l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique

Propriété	Paramètres de mise en œuvre		
	Pression de moulage	Température de moulage	Temps de moulage
Densité	++	+	+
Porosité	++	+	+
Résistance à la rupture en compression	+	+	+
Rigidité en compression	+	+	+
Résistance à la rupture en flexion	+	+	+
Rigidité en flexion	+	+	+
Expansion thermique temporaire	--	--	+
Expansion thermique permanente	-	-	+
Comportement lors d'un freinage répété	+	++	+
Résistance au freinage à haute température (fade)	*	++	+
Comportement à la récupération	+	++	*
Résistance à l'usure	++	+	+

où : (-) Effet négatif, (--) Effet très négatif, (*) Effet négligeable, (+) Effet positif et (++) Effet très positif

CHAPITRE 4 - EFFET DE LA RÉSINE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES MATÉRIAUX DE FROTTEMENT

4.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux de l'effet du choix de la résine, de la concentration de ces résines et de la post-cuisson sur les propriétés mécaniques ainsi que sur le comportement tribologique des matériaux de frottement. Cette étude expérimentale se divise en deux parties. La première partie porte sur l'effet de type de résine sur les propriétés mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement destinés au freinage automobile et la deuxième partie traite de l'effet de la concentration de ces résines sur les propriétés citées précédemment. La formulation de base utilisée dans nos expériences est de type faible-métallique et elle a été précédemment présentée (Tableau 2.1- page 64). Les paramètres de cuisson sont : 2000 Psi pour la pression de moulage et 190°C pour la température de moulage et un temps de maintien de pression et de température de 5 minutes. Ces paramètres ont été choisis à partir des résultats obtenus dans le chapitre précédent.

Quatre résines commerciales de type phénoliques, fournies sous forme de poudre, ont été sélectionnées afin d'étudier l'effet du type de résine. Ces dernières sont essentiellement une résine phénolique non modifiée (S), une résine phénolique modifiée avec du caoutchouc acrylonitrile-butadiène (N), une résine phénolique modifiée avec de l'époxy (E) et enfin une résine phénolique modifiée avec du phosphore (RP). Pour chaque résine, nous avons utilisé trois concentrations différentes (6, 12 et 18 % en masse).

À des fins de comparaison, une partie des matériaux fabriqués avec ces résines a subi un traitement thermique (post-cuisson) à une température de 200°C, pendant une durée de

deux heures. En résumé, quatre formulations contenant chacune une résine différente ont été étudiées. Pour chacune de ces résines, trois concentrations ont été examinées, ce qui représente 12 matériaux différents. Douze autres matériaux identiques ont été aussi préparés et ont subi une post-cuisson. Donc, en totalité, 24 types de matériaux ont été fabriqués et étudiés. Pour des raisons de simplification, des codes ont été affectés à chaque matériau et le tableau 4.1 récapitule les variables et les désignations des matériaux qui seront utilisés par la suite dans notre étude. La lettre C désigne dans ce tableau les matériaux ayant subi la post-cuisson.

Tableau 4.1 - Variables et désignations des matériaux étudiés

Concentration de résine (%) Type de résines	6	12	18
Phénolique non modifiée (S)	S1	S2	S3
	S1-C	S2-C	S3-C
Phénolique modifiée caoutchouc acrylonitrile-butadiène (N)	N1	N2	N3
	N1-C	N2-C	N3-C
Phénolique modifiée époxy (E)	E1	E2	E3
	E1-C	E2-C	E3-C
Phénolique modifiée phosphore (RP)	RP1	RP2	RP3
	RP1-C	RP2-C	RP3-C

4.2 Caractérisations thermiques

4.2.1 Caractérisation par calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La cuisson d'une résine phénolique de type novolaque comparativement au type résole se caractérise par une réaction chimique exothermique. On rappelle que les résines utilisées dans notre étude sont de type novolaques. À mesure que la température augmente, les réactions de cuisson commencent et le HMTA se décompose et réagit avec le phénol, formant diverses molécules intermédiaires comme les molécules de benzoxazine et benzilamine. Ces molécules intermédiaires peuvent se décomposer à leur tour pour produire des ponts de méthylène entre les cycles phénoliques. Initialement, ces intermédiaires se comportent comme les microgels qui se développent sans contrainte pendant l'étape initiale de cuisson. Pendant que la réaction procède, les particules de microgel augmentent et deviennent une masse distribuée [109].

Le temps d'initiation, la chaleur de réaction, le flux de chaleur maximum sont tous des paramètres qui doivent être considérés lors du moulage. Une analyse par DSC en mode dynamique à un taux de chauffage de 5°C/min a été effectuée pour les 4 résines. Les thermogrammes de ces résines sont présentés sur la figure 4.1 et les résultats des essais sont récapitulés dans le tableau 4.2.

Toutes les résines présentent des pics endothermiques dans l'intervalle entre 40 et 60°C. Ces pics correspondent à la température de fusion des résines. Dans l'intervalle compris entre 100 et 170°C, on observe l'apparition de pics exothermiques pour les quatre résines. Ces pics exothermiques sont attribués à la chaleur dégagée de la résine lors de la réaction de polymérisation en présence de HTMA. Le rôle de ce dernier consiste à durcir et à réticuler la résine. La température du pic exothermique correspond à la chaleur maximale de réaction et l'aire sous la courbe de début et fin de réaction est la chaleur de réaction associée à la polymérisation complète (%).

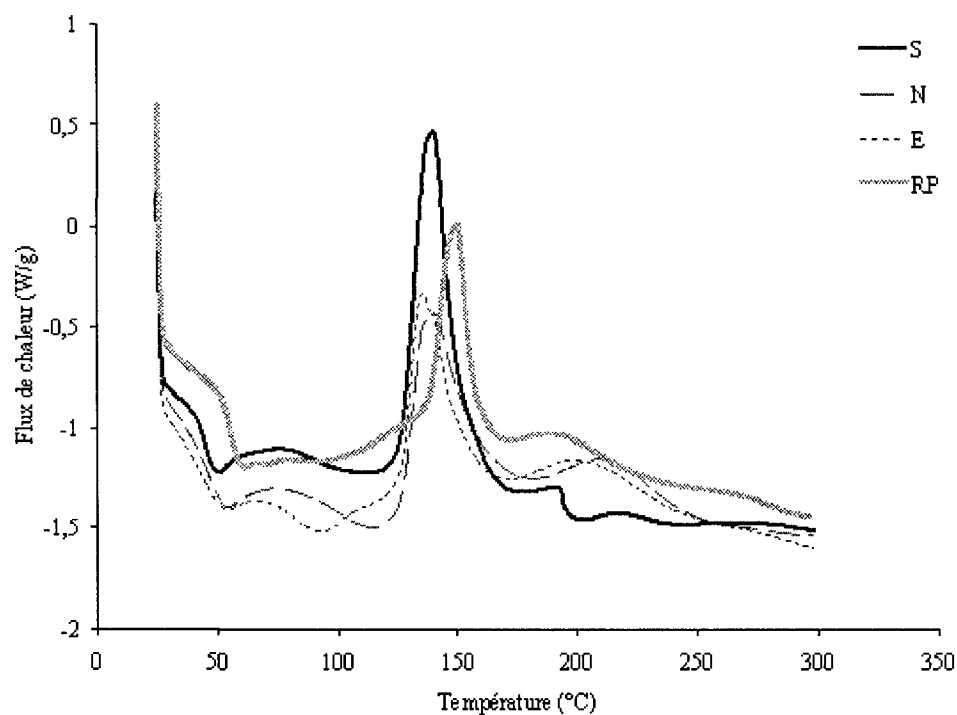


Figure 4.1 - Thermogrammes des profils de flux de chaleur des quatre résines.

Tableau 4.2 - Résultats des essais de DSC en mode dynamique des résines

Résines	RP	N	S	E
T_p , (°C)	150,45	138,31	140,13	136,58
T_i , (°C)	138,63	126,4	127,11	126,58
T_f , (°C)	168,82	182,13	171,69	170,09
ΔH_R , (J/g)	33,75	43,72	77,64	40,70

où ΔH_R = chaleur de chaleur réaction dégagée par la résine

T_p = température du pic du flux de chaleur

T_i = température d'initiation de la réaction

T_f = température de terminaison de la réaction

Les valeurs des températures du pic du flux de chaleur pour les 3 résines N, S et E sont presque identiques et elles sont inférieures à celle de la résine RP. On remarque que les températures d'initiation des résines N, S et E sont presque identiques et sont inférieures à la température d'initiation de la résine RP. Pour la température finale de réaction, elle est plus élevée avec la résine N et pour les autres résines cette température est presque la même. Le flux de chaleur est maximal avec la résine non modifiée (S) est plus faible avec la résine RP. Étant donné la grande réactivité de cette dernière, elle termine la réaction avant les autres.

La quantité de chaleur dégagée par la réaction après un certain temps permet de déterminer le degré de conversion de la résine. Le taux de conversion instantané est donné par le rapport de la quantité de chaleur dégagée par la réaction après un certain temps t sur la quantité de chaleur totale dégagée. Cette expression est donnée par la relation ci-dessous :

$$\alpha_t = \frac{\Delta H_t}{\Delta H_R} \quad (4.1)$$

où α_t = degré de conversion à un temps t

ΔH_t = chaleur de réaction instantanée dégagée

ΔH_R = chaleur de réaction totale dégagée

La figure 4.2 présente les profils du degré de conversion des résines étudiées en fonction du temps. Le profil du degré conversion pour la résine S débute plus tôt et prend moins de temps pour compléter la cuisson et produit un flux de chaleur exothermique nettement supérieur aux 3 autres résines.

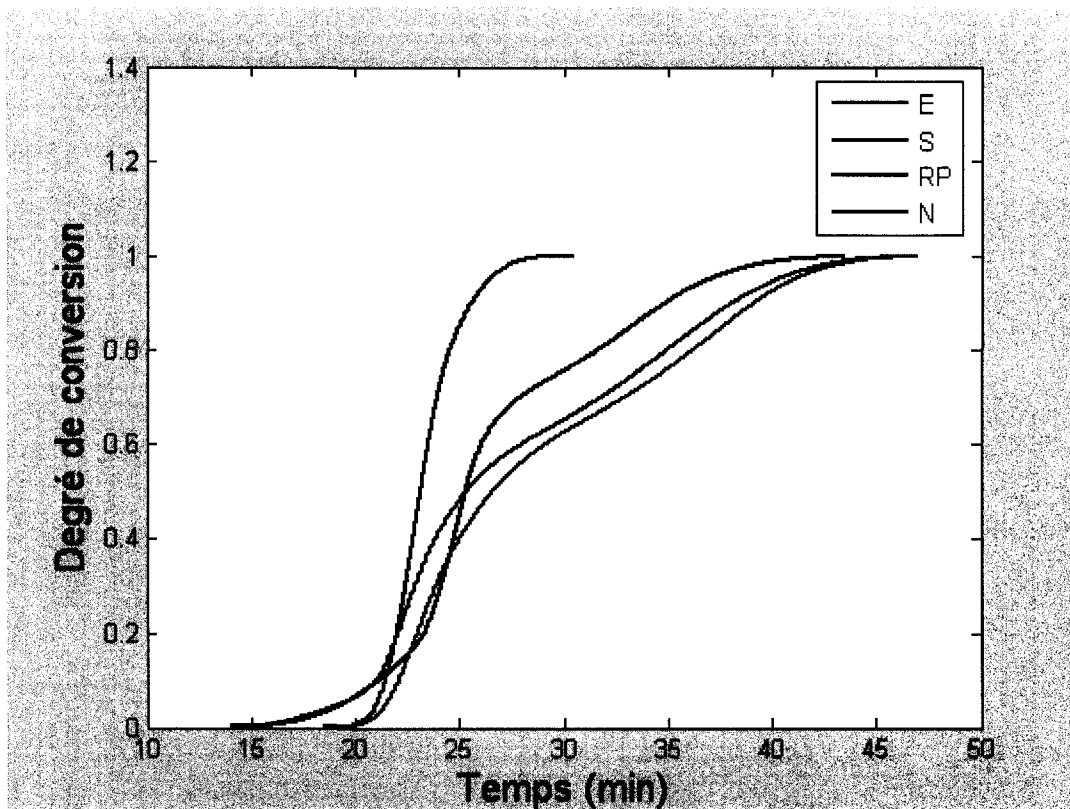


Figure 4.2 - Profil de degré de conversion en mode dynamique pour les résines.

4.2.2 Caractérisation thermogravimétrique

Les résultats de caractérisation thermomécanique de nos résines sont présentés à la figure 4.3. Les quatre courbes ont la même allure et la décomposition thermique des résines s'effectue de la même manière. Cependant, nous pouvons remarquer que la résine RP affiche la meilleure résistance à la chaleur suivie par la résine E. Les résines S et N montrent des résistances sensiblement égales, quoique la résistance à la chaleur de la résine S est légèrement supérieure à partir de 600°C comparativement à la résine N. On peut voir aussi qu'il y avait deux étapes dans le processus de perte de poids des résines. La première apparaît entre la température ambiante et 400°C, cette perte s'explique par l'élimination de l'humidité emprisonnée dans la résine ainsi que par la réaction de polycondensation [110-111]. La deuxième étape correspond à la perte

principale de poids qui se produit à partir de 450°C, cette perte de masse peut être expliquée par la dégradation par oxydation de la résine, c'est-à-dire la décomposition du réseau de polymère [112].

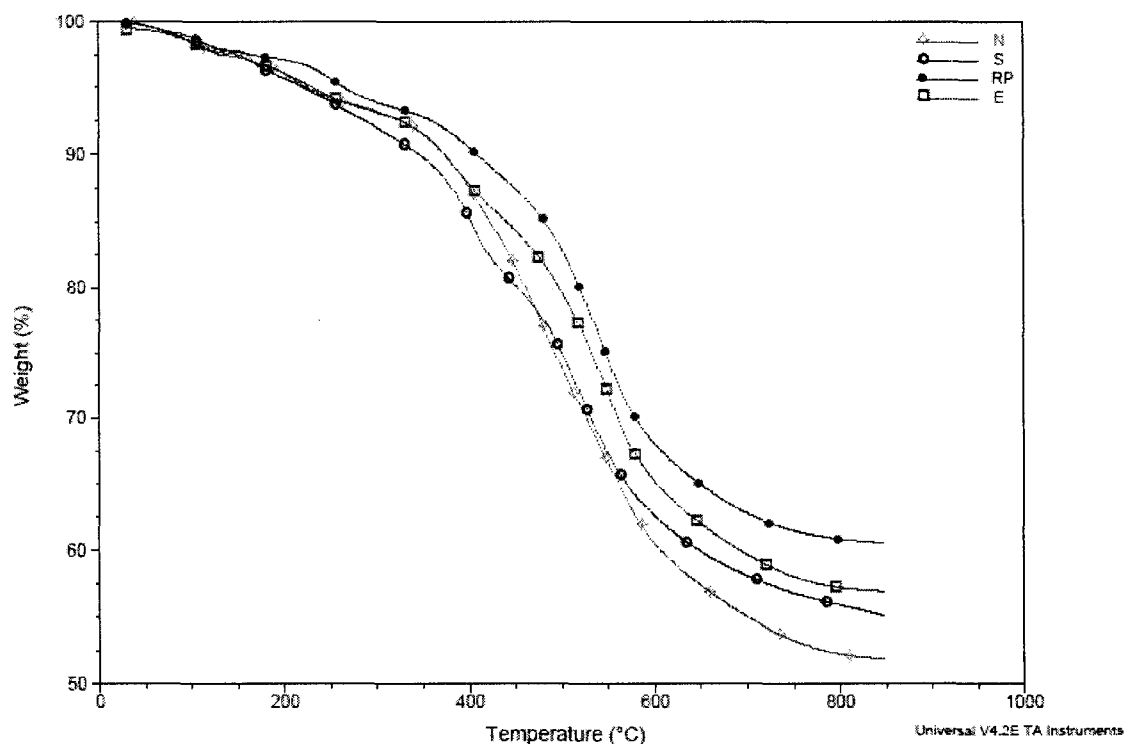


Figure 4.3 - Analyse thermogravimétrique des quatre résines.

Le tableau 4.3 récapitule la température à la perte de poids de 5, 10 et de 15 % et la conservation de poids au 300, 500 et 800°C, dans les diagrammes de TGA. À partir de ce tableau, on remarque que la résine N montre une meilleure conservation de poids que le matériau S jusqu'à la température de 500°C et après cette température, on note une dégradation plus rapide. Cependant, le matériau RP affiche la meilleure conservation de poids le long du test. Avec ces résultats, on peut remarquer que la résistance à la température est $RP > E > N > S$ jusqu'à 600°C et $RP > E > S > N$ après cette température.

Tableau 4.3 - Résultats de caractérisation thermogravimétrique des résines étudiées

Résine	Température à la perte de masse (°C)			Conservation de poids (%)		
	5%	10%	15%	300°C	500°C	800°C
N	225	374	423	93	74	52
S	220	346	401	92	75	56
RP	264	409	481	94	83	61
E	230	373	440	93	80	57

4.3 Effet des résines sur les propriétés mécaniques des matériaux étudiés

La présente partie va porter sur l'influence du type et de la concentration de résine sur le comportement mécanique des matériaux étudiés. Les résultats des tests mécaniques comprennent les modules et les résistances en flexion ainsi que les modules et les résistances en compression des différents matériaux. Les résultats de ces tests sont regroupés dans le tableau 4.4. Afin de faciliter la comparaison et mieux analyser les résultats obtenus, on les a rapportés sur les figures 4.4 et 4.5.

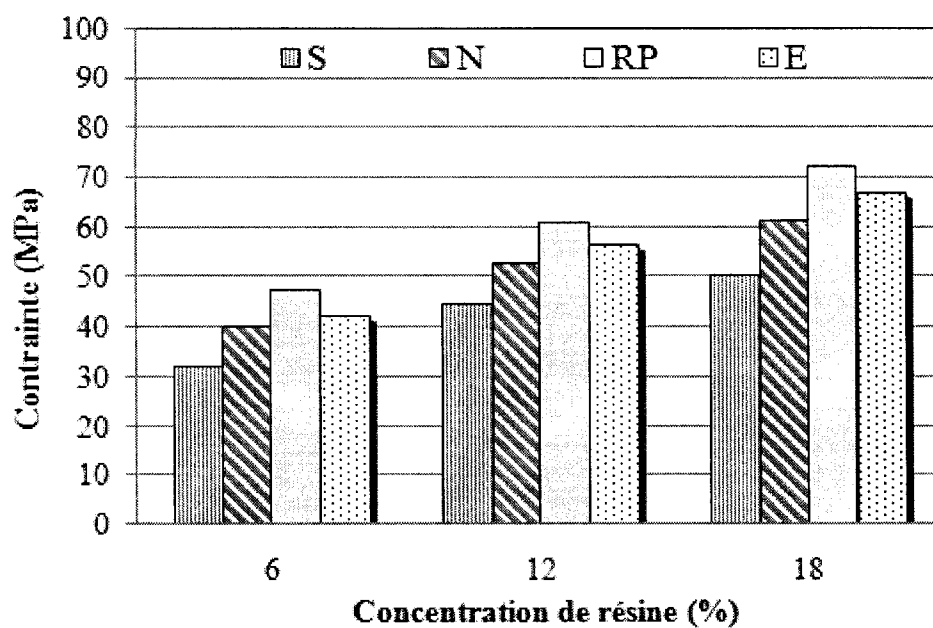
Tableau 4.4 - Résultats des tests mécaniques sur les matériaux étudiés

Type de résine	Concentration de résine (%)	Échantillon	σ_f (MPa)	E_f (GPa)	σ_c (MPa)	E_c (GPa)
S	6	S1	32,33	0,78	37,36	2,77
	12	S2	44,76	0,93	51	3,96
	18	S3	50,59	1,12	56,8	4,84
N	6	N1	40,21	0,90	43,2	2,24
	12	N2	52,67	1,21	55,5	3,27
	18	N3	61,34	1,47	63,7	4,27
E	6	E1	42,33	0,82	46,5	3,01
	12	E2	56,30	1,12	57,6	4,51
	18	E3	67,00	1,32	70,6	5,67
RP	6	RP1	47,32	0,96	48,45	3,75
	12	RP2	60,84	1,29	62,2	5,75
	18	RP3	72,00	1,32	70,6	5,67

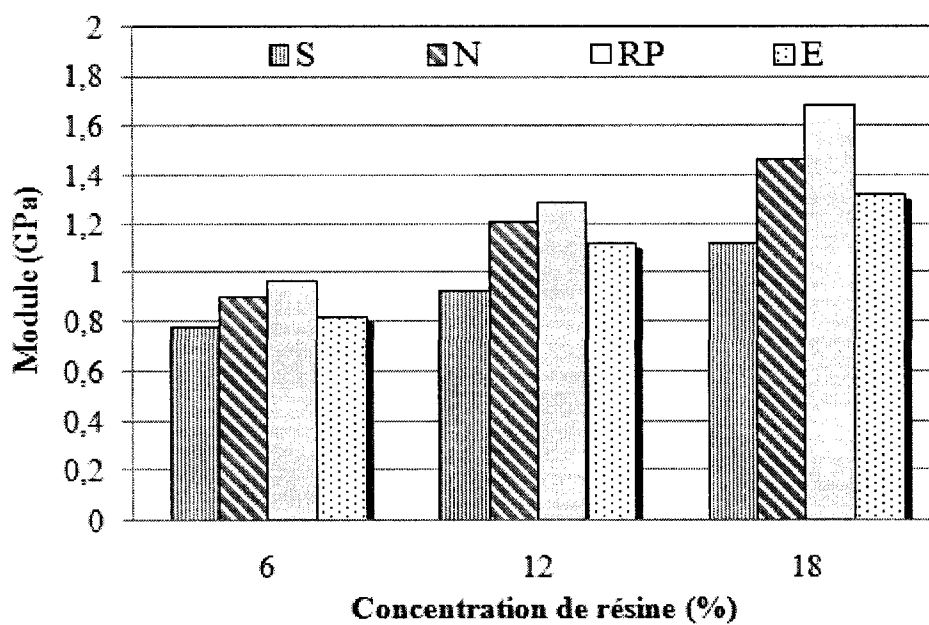
où σ_f , E_f , σ_c et E_c sont respectivement la contrainte ultime en flexion, le module en flexion, la contrainte ultime en compression et le module en compression.

La figure 4.4.a présente les valeurs de résistance en compression des différents matériaux étudiés. Dans le cas des matériaux à base de 6 % de résine, on remarque que le matériau RP affiche une résistance en compression légèrement élevée suivie par les matériaux E, N et enfin S. Dans le cas des matériaux à base de 12 % de résine, on remarque la même tendance. Une meilleure résistance en compression est exhibée par le matériau RP et la plus faible valeur est affichée par le matériau S. Dans le cas des matériaux à base de 18 %, on remarque clairement que le matériau RP montre une meilleure résistance suivi par les matériaux E, N et S. Si on regarde l'effet de l'augmentation de taux de résine, on voit que les matériaux de frottement à base de 18 % en masse de résine présentent des meilleures résistances en compression suivis par les matériaux à base de 12 % de résine. Les faibles valeurs sont enregistrées avec les matériaux à base de 6 %. Ceci implique que l'augmentation du taux de résine améliore la résistance en compression des matériaux de frottement. Cette augmentation s'explique par l'amélioration de l'intégrité des matériaux avec l'augmentation de la concentration de résine. Un taux élevé de résine engendre une meilleure mouillabilité des différents ingrédients qui composent le matériau de frottement et produit ainsi des fortes liaisons entre ces différents ingrédients et par conséquent fait augmenter la résistance globale en compression des matériaux.

En ce qui concerne les valeurs du module en compression des différents matériaux, la figure 4.4.b nous montre que dans le cas des matériaux à concentration de 6 % de résine, le matériau RP montre la rigidité la plus élevée suivie par les matériaux N, E et enfin le matériau S. La même tendance est observée avec les matériaux moulés contenant 12 et 18 % de résine. On remarque aussi que les matériaux à base de 18 % affichent les meilleures valeurs de module en compression et les faibles valeurs sont enregistrées avec les matériaux à base de 6 % de résine.



(a)

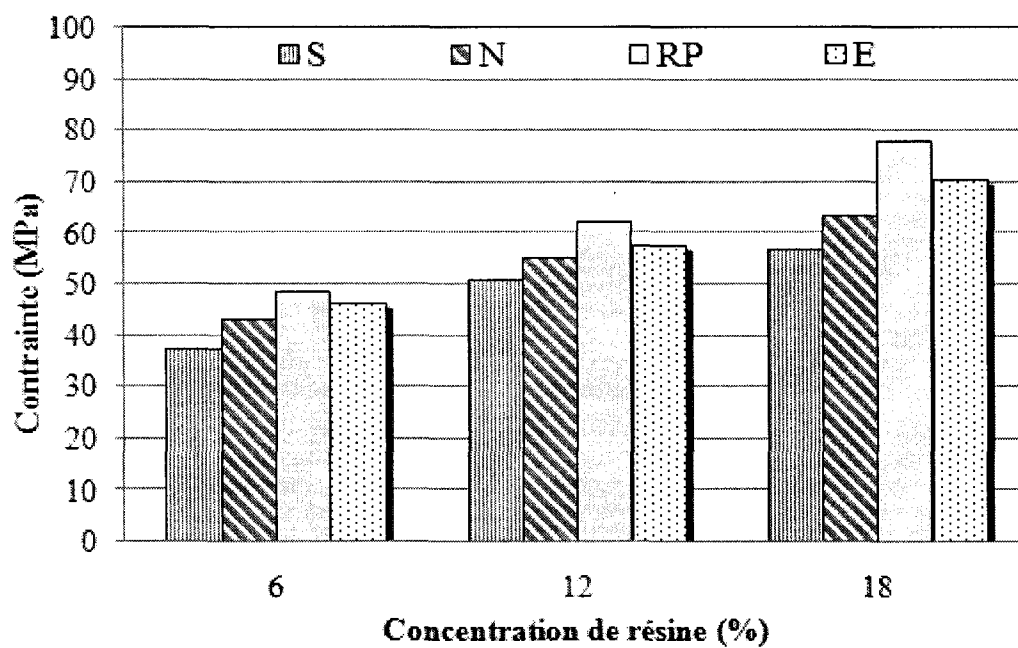


(b)

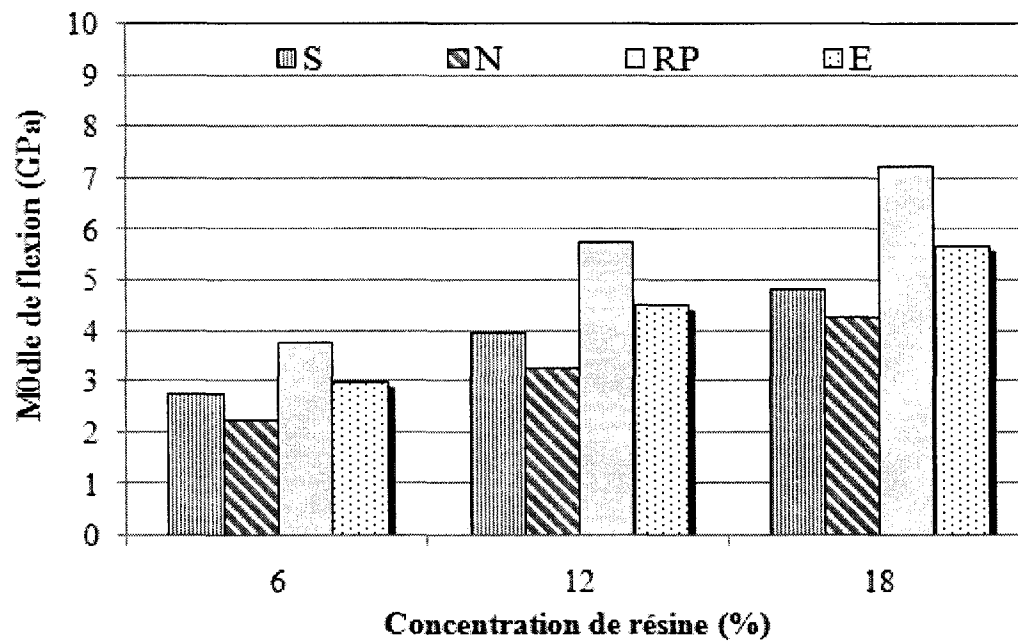
Figure 4.4 - Valeurs (a) des résistances de compression (b) et des modules en compression des matériaux.

Dans le cas des matériaux testés en flexion, les résultats sont présentés à la figure 4.5a pour les valeurs de résistance en flexion et sur la figure 4.5b pour les valeurs des modules en flexion. Il est souhaitable que les valeurs de résistance en flexion et des modules de flexion des matériaux de frottement destinés au freinage soient supérieures à 10 MPa et 3 GPa respectivement [100]. On remarque à partir du tableau 4.5 que tous les matériaux étudiés affichent des valeurs de résistance et des modules supérieures à ces limites sauf les modules des matériaux à base de 6 % de résine où les valeurs des modules des matériaux E, N et S sont inférieures à 3GPa. Pour les valeurs de la résistance en flexion des matériaux à base de 6 % de résine présentés dans la figure 4.2a, on observe que le matériau RP montre une résistance en flexion plus élevée suivi par les matériaux E, N et finalement le matériau S. Dans le cas des matériaux à base de 12 et 18 %, on note la même tendance observée avec les matériaux à base de 6 % de résine ou le matériau RP affiche toujours la meilleure résistance comparativement aux matériaux E, N et S. La bonne résistance mécanique en flexion et en compression obtenue avec les matériaux à base de résine RP montre que cette résine exhibe des bonnes propriétés adhésives, ce qui engendre des liaisons fortes entre les différents ingrédients. Notons aussi que l'augmentation de la concentration de résine de 6 à 12 et 18 % fait augmenter la résistance en flexion. Les valeurs faibles de résistance en compression et en flexion enregistrées avec les matériaux de frottement à base de 6 % de résine peuvent être dues au faible pourcentage de résine. Une faible concentration de résine produit de faibles liaisons entre les différents ingrédients, ce qui engendre une diminution de la résistance en flexion du matériau.

Pour les valeurs de modules en flexion présentées à la figure 4.5b, on constate que le matériau à base de résine RP montre les meilleures valeurs suivi par les matériaux E, S et finalement N. Cette tendance est respectée avec les concentrations de 6, 12 et 18 %. L'augmentation de la concentration de résine de 6 à 18 % fait augmenter le module en flexion, ceci peut être attribué aux vides présents dans le matériau à faible pourcentage de résine.



(a)



(b)

Figure 4.5 - Valeurs de résistance en flexion (a) et module en flexion (b) des matériaux.

Les caractéristiques d'adhérence entre la résine et les différents ingrédients qui composent le matériau de frottement est en grande partie responsable de ces propriétés mécaniques. L'augmentation de taux de résine améliore les propriétés mécaniques des matériaux, ce résultat peut s'expliquer par la nature et le taux de liaison entre le liant c'est-à-dire la résine et les différents constituants du matériau. La nature et la distribution des macromolécules ainsi que la possibilité pour former une couche surfacique dense de ces macromolécules déterminent la mouillabilité [113]. En raison de la faible teneur de la résine phénolique, l'adhérence entre les différents ingrédients et la résine phénolique est faible, ce qui donne de faibles propriétés mécaniques. Il faut signaler que l'adhérence entre les résines phénoliques et les fibres d'acier qui entrent dans la composition de nos matériaux est faible, ce qui implique qu'une concentration faible de résine est nuisible pour les propriétés mécaniques des matériaux de frottement.

4.4 Caractérisations physiques

4.4.1 Mesures de densité

Les mesures de densité des matériaux étudiés sont données dans le tableau 4.5. Les mesures de densités mènent à une tendance qui se vérifie autant pour les matériaux post-cuits que non post-cuits. Les mesures de densités des matériaux à base de 6 % de résine montrent que les matériaux E et RP ont des valeurs de densité élevées comparativement aux matériaux S et N. Dans le cas des matériaux à base de 12 % de résine, les résultats ont amené à constater que le matériau E présente une densité supérieure suivi par les matériaux RP, S et finalement le matériau N. Les densités des matériaux à base de 18 % de résine confirment la tendance observée dans le cas de concentration de 12 % de résine où elle montre clairement que le matériau à base de résine E affiche la densité la plus élevée suivi des matériaux RP, S et N.

Nous avons observé aussi que la valeur de la densité diminue lorsque la concentration de résine augmente dans la formulation. La densité de la résine phénolique est d'environ

1,1~1,2 g/cm³ tandis que celle des autres ingrédients d'origine métallique tels que les fibres d'aciers et la poudre de fer est d'environ 8 g/cm³. Les quantités mélangées ont été telles que lorsqu'on a augmenté la concentration de la résine pour fabriquer des matériaux de même poids, la fraction des éléments de composition métallique diminue. Ainsi, on augmente la quantité d'un élément ayant une faible densité et on diminue la proportion d'autres éléments de densité plus élevée, ce qui a pour effet global de diminuer la densité du mélange (la loi des mélanges). Nous avons remarqué aussi que les matériaux post-cuits présentent une densité supérieure à leur homologue non post-cuits. En effet, lorsque le matériau subit une post-cuisson, son volume diminue.

Tableau 4.5 - Densité des matériaux

Type de résine	Concentration de résine (%)	Échantillon	Densité g/cm ³
S	6	S1	2.43
		S1-C	(2.47)
	12	S2	2.43
		S2-C	(2.45)
	18	S3	2.39
		S3-C	(2.43)
N	6	N1	2,40
		N1-C	(2,45)
	12	N2	2.41
		N2-C	(2.43)
	18	N3	2.38
		N3-C	(2.41)
E	6	E1	2,45
		E1-C	(2.50)
	12	E2	2.47
		E2-C	(2.48)
	18	E3	2.42
		E3-C	(2.45)
RP	6	RP1	2.44
		RP1-C	(2.49)
	12	RP2	2.44
		RP2-C	(2.46)
	18	RP3	2.40
		RP3-C	(2.43)

4.5 Mesures du gonflement et de la croissance

Le choix de la résine est important lorsqu'on considère la fabrication des matériaux de frottement où les problèmes de conduction de chaleur sont très critiques. La cuisson d'une résine phénolique se caractérise par une réaction exothermique accompagnée d'un dégagement de matières volatiles. Au début du cycle de cuisson, la conductivité thermique des polymères est généralement faible. Cette faible conductivité thermique des polymères mène à une progression non uniforme de la cuisson à travers l'épaisseur. La surface du matériau atteint la température de réaction de la résine en premier. Lorsque la mi-épaisseur atteint à son tour la température de réaction, la réticulation de la résine en surface est déjà bien avancée et a eu assez de temps pour compléter sa cuisson [88]. Ce genre de comportement est typique des résines à forte réactivité telles que les résines phénoliques étudiées.

La figure 4.6 montre la variation du gonflement (expansion thermique temporaire) mesuré à 205°C pendant 40 minutes pour les différents matériaux non post-cuits. À partir de cette figure, on peut constater de manière claire que les valeurs de gonflement enregistrées pour tous les types de matériaux sont inférieures à 1 % alors que la limite généralement tolérée par l'industrie de fabrication de garnitures de frein se situe autour de 2.7 %. Ceci est un indice qui nous permet d'affirmer que tous les matériaux étudiés peuvent être utilisés comme garnitures de frein adéquates. On note aussi à partir de cette figure que les valeurs du gonflement augmentent avec l'accroissement du taux de résine et ceci pour tous les matériaux. Les valeurs du gonflement du matériau E sont plus grandes suivi de RP puis de S et enfin de N. L'augmentation du gonflement en fonction du taux de résine peut être associée à la concentration élevée de matières volatiles résiduelles emprisonnées lors de la cuisson. En effet, lorsque le taux de résine est élevé, lors de la polymérisation, la concentration de produits engendrés, tels que les matières volatiles, est plus élevée. Un autre effet complémentaire qui peut expliquer l'augmentation du gonflement peut être attribué au fait que lors du moulage des

matériaux, les matières volatiles n'ont pas suffisamment de temps pour être évacuées du matériau.

Dans la figure 4.6, on présente les résultats de la croissance. On rappelle que la croissance est désignée comme étant l'expansion permanente de l'épaisseur mesurée à température ambiante après le test du gonflement effectué sur les matériaux. À partir de cette figure, on observe un rétrécissement de l'épaisseur pour tous les matériaux. Ce rétrécissement s'explique par l'évacuation partielle des matières volatiles résiduelles lors du refroidissement des garnitures. La croissance élevée constatée avec les matériaux ayant un taux de résine plus élevée est toujours expliquée par une plus forte concentration de ces matières volatiles résiduelles.

Lorsqu'on compare les figures 4.6 et 4.7, on peut voir que les matériaux S et N subissent un rétrécissement plus prononcé par rapport aux matériaux E et RP. Ceci peut être dû à la forte réactivité des résines E et RP. Dans ce cas, un traitement thermique additionnel est souhaitable avec les matériaux de frottement à base de ces deux afin d'améliorer la stabilité dimensionnelle de ces matériaux.

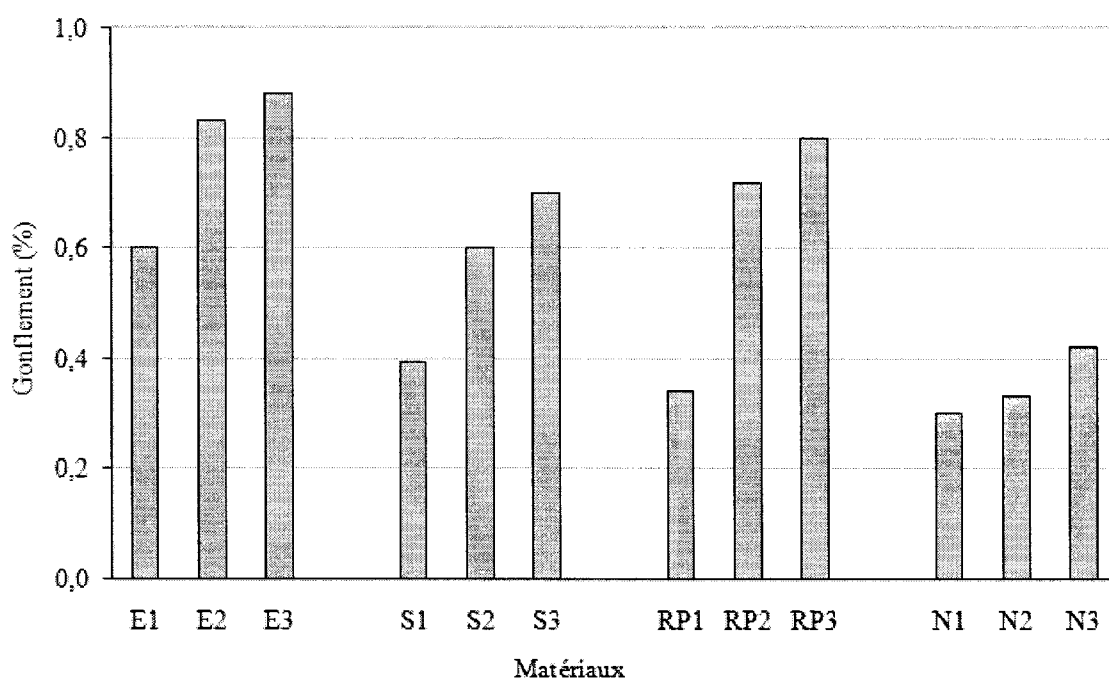


Figure 4.6 - Expansion thermique temporaire mesurée pour les différents matériaux.

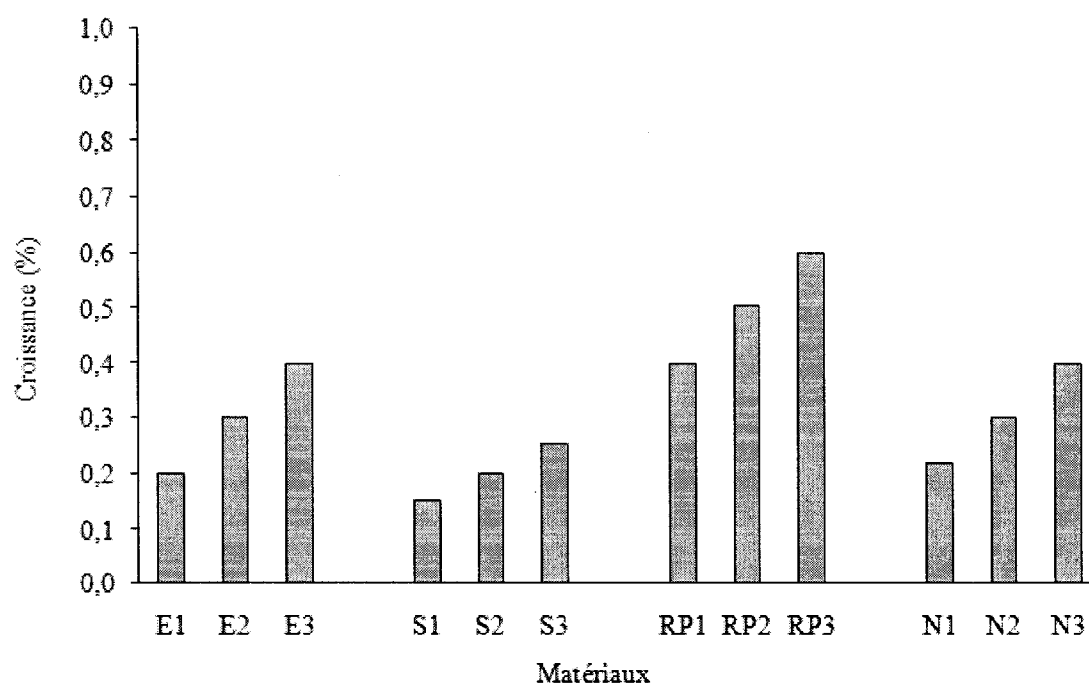


Figure 4.7 - Expansion thermique permanente mesurée pour les différents matériaux.

Lors du moulage des formulations à base de résines E3 et RP3, des boursouflures en surface et des fissures à travers l'épaisseur ont été observées sur quelques pièces. Les boursouflures et les fissures qui apparaissent dans ces matériaux peuvent être éliminées par un contrôle adéquat des temps de cuisson et de dégazage.

4.6 Caractérisation tribologique

4.6.1 Effet de la concentration de la résine

Pour évaluer l'effet de la concentration de la résine sur le comportement tribologique des matériaux de frottement à base des quatre résines, des tests de Chase ont été effectués. Les résultats de ces expériences ont montré que pour une concentration donnée les matériaux de frottement affichent des tendances qui se répètent pour chaque résine. Pour cette raison, afin de mieux visualiser l'effet de la concentration de résine sur les propriétés tribologiques des matériaux de frottement, nous avons choisi de présenter et d'analyser uniquement les résultats des tests de Chase des matériaux de frottement à base de résine phénolique non modifiée.

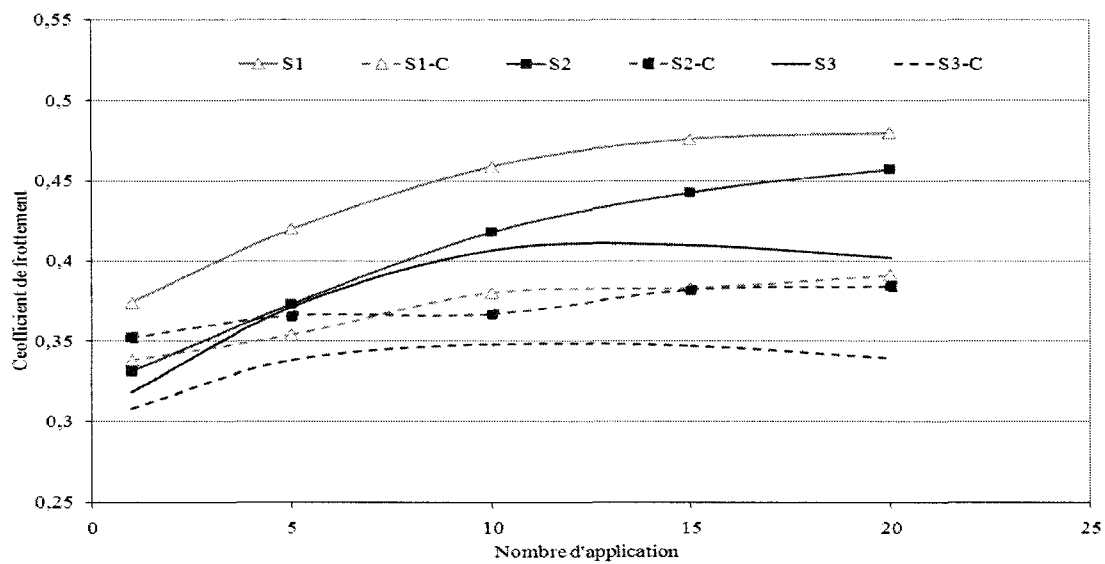
4.6.1.1 Comportement au frottement

4.6.1.1.1 Comportement des matériaux de frottement durant un freinage répété

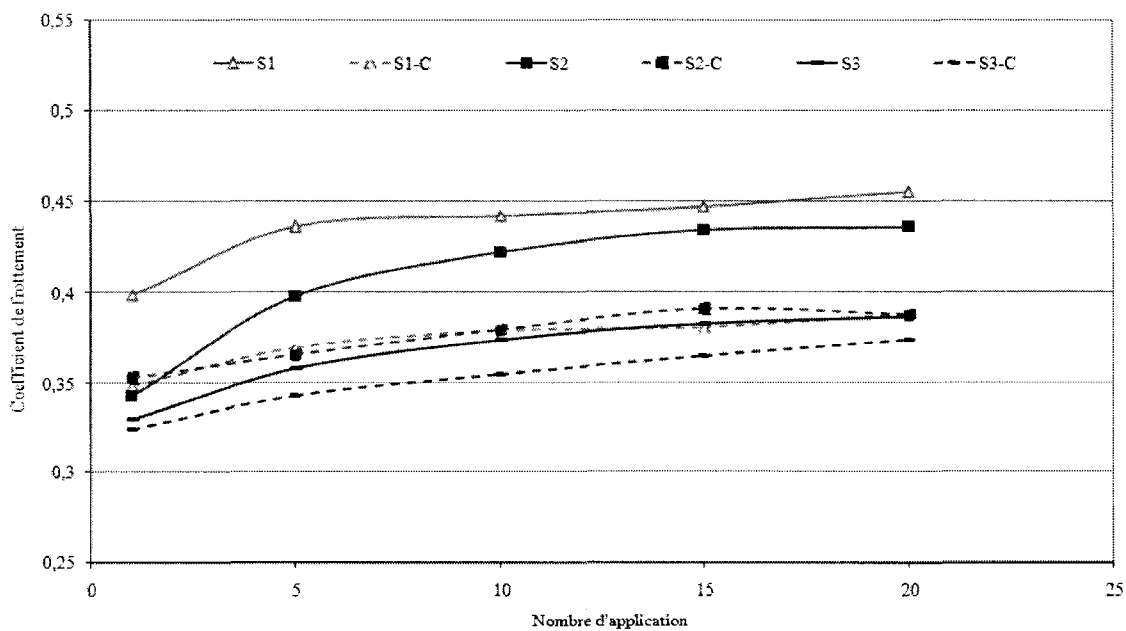
La figure 4.8a illustre les courbes de l'étape de ligne de base-1 enregistrées pour les six matériaux de frottement à base de résine non modifiée S. Nous pouvons remarquer, à partir de cette figure, que le matériau de frottement S1 exhibe des valeurs de coefficients de frottement élevées suivi par les matériaux S2 et S3. Nous pouvons constater aussi que le matériau S3 montre une stabilisé du coefficient de frottement après les 10 premières applications de freinage. La stabilisation du coefficient de frottement observée avec le matériau S3 (18 % de résine) comparativement aux matériaux S1 et S2 peut être expliquée par le taux des plateaux de contact généré lors du

frottement, ce qui engendre une meilleure stabilité du coefficient de frottement. Dans le cas des matériaux post-cuits S1-C, S2-C et S3-C, on remarque que ces matériaux affichent des valeurs de coefficient de frottement inférieures et stables comparativement aux matériaux non post-cuits. Ce résultat implique que le traitement thermique des matériaux de frottement améliore la stabilité et fait diminuer le coefficient de frottement lors de freinage répété.

Nous pouvons aussi observer durant l'étape de ligne de base-2 (figure 4.8b), comme dans le cas précédent, que le matériau non post-cuit S1 exhibe des valeurs de coefficient de frottement les plus élevées suivi des matériaux S2 et S3. On remarque aussi que les matériaux de frottement post-cuits S1-C, S2-C et S3-C affichent des valeurs de coefficient de frottement inférieures aux matériaux non post-cuits. Les tendances observées durant l'étape de ligne de base-1 et ligne de base-2 nous confirment que le traitement thermique des matériaux de frottement stabilise et fait diminuer le coefficient de frottement lors de freinage répété et que l'augmentation de la concentration de résine fait diminuer le coefficient de frottement et améliore la stabilité du coefficient de frottement.



(a)



(b)

Figure 4.8 - Variation du coefficient de frottement des matériaux de frottement à base de résine non modifiée durant : a) étape de ligne de base-1, b) étape de ligne de base-2

4.6.1.1.2 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de fade-1

La figure 4.9 montre la variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade-1 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée. On remarque premièrement que la variation du coefficient de frottement est différente du segment de la ligne de base précédente. À partir de cette figure, on remarque que le matériau S1 présente des valeurs du coefficient de frottement supérieures à celles de S2 suivi de S3. On remarque aussi que le coefficient de frottement des matériaux S1 et S2 diminue avec l'accroissement de la température tandis que pour le matériau S3, ce coefficient est relativement stable. Les valeurs élevées du coefficient de frottement de S1 peuvent s'expliquer par la diminution de la force de cohésion de la résine qui se trouve en faible concentration par rapport aux particules abrasives telles que la poudre de fer. De ce fait, ces dernières seront plus en contact avec le rotor, ce qui engendre un coefficient de frottement plus grand. Cette tendance est aussi confirmée par les mesures du taux d'usure de la formulation S1 (voir figure 4.15). Selon Blau et McLaughlin [23], les températures élevées engendrent une diminution de la résistance au cisaillement des matériaux de frottement lors de glissement et par conséquent une diminution de la force de frottement qui induit une diminution de coefficient de frottement. Les matériaux avec une concentration plus élevée de résine ont montré de meilleures résistances en flexion (cisaillement) par rapport aux matériaux à faible concentration de résine, ce qui explique leur bonne résistance au glissement à haute température.

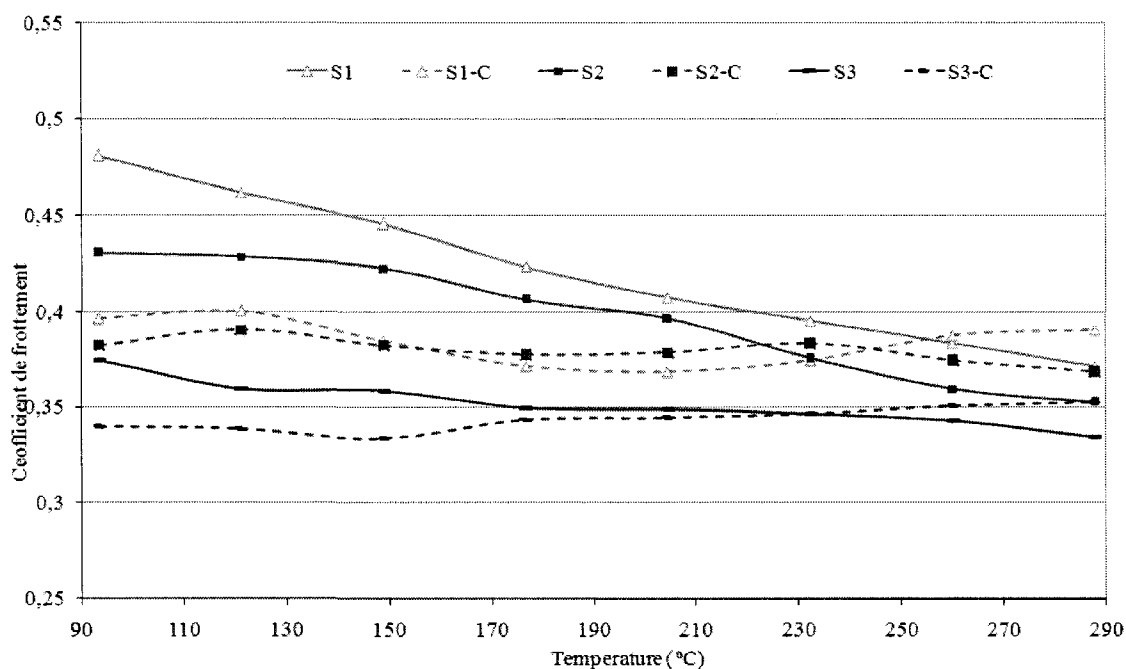


Figure 4.9 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de fade 1 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée

On peut aussi observer que la post-cuisson apporte une amélioration significative dans la stabilité du coefficient de frottement pour les trois concertations. Les matériaux S1-C et S2-C ont presque la même courbe de frottement, tandis que le matériau S3-C affiche des valeurs de coefficient de frottement inférieures aux valeurs enregistrées avec les matériaux S1-C et S2-C et cette tendance confirme la diminution du coefficient de frottement avec l'augmentation de taux de résine enregistré avec les matériaux non post-cuits.

4.6.1.1.3 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de recouvrement-1

La recouvrance ou recouvrement est la capacité d'un matériau de frottement, sous l'action d'un refroidissement en température, à retrouver son niveau de friction d'avant le fade. La meilleure recouvrance sera celle dont le coefficient de frottement revient à

son niveau précédent, i.e. lorsque le matériau aura récupéré 100 % de son niveau de friction.

La figure 4.10 illustre l'allure de la variation du coefficient de frottement en fonction de l'abaissement de la température. On peut remarquer que les courbes présentées ne sont pas très révélatrices du recouvrement réel des matériaux. Il faut en effet prendre en considération les résultats de fade pour chaque formulation.

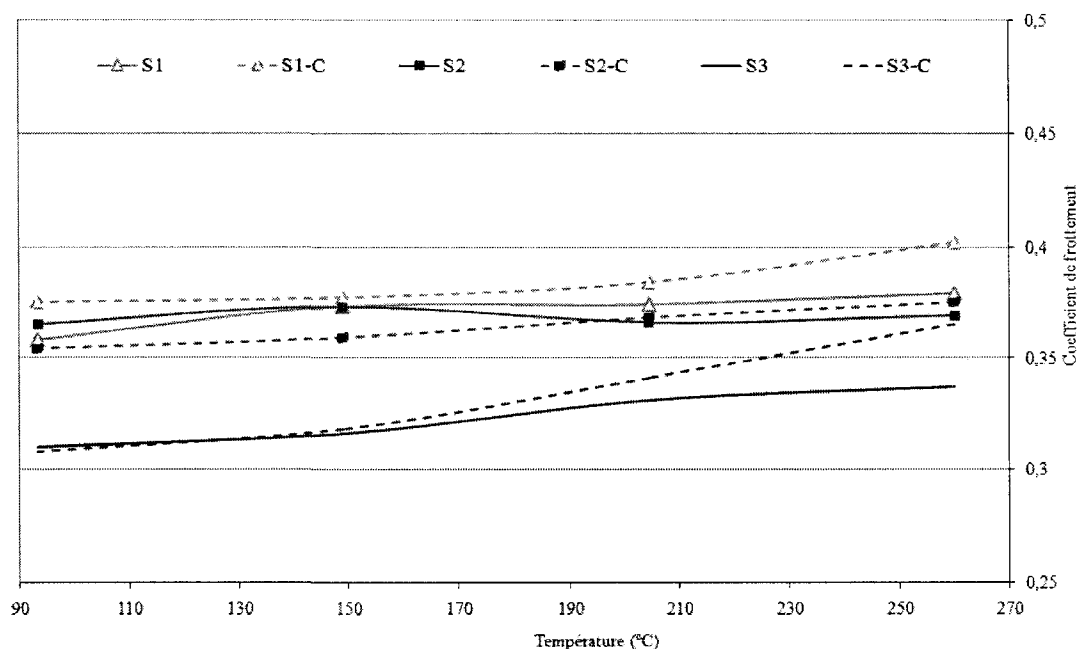


Figure 4.10 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-1 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.

Si la courbe relative au matériau non post-cuit S1 montre une pente positive et donc une meilleure récupération, il faut se rappeler que ces garnitures affichent la plus grande perte de friction lors de fade 1 comparativement aux autres matériaux S2 et S3. Nous avons donc jugé utile de calculer la perte du coefficient de frottement afin de mieux expliciter nos résultats. Ce calcul consiste à faire, pour les trois matériaux, la différence entre la valeur du coefficient de friction enregistrée durant le début de l'étape de fade 1 (à 93°C) et le coefficient de friction enregistré à la fin de l'étape du recouvrement-1 (à

93°C). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 4.11. À partir de cette figure, on peut voir que le matériau S1 contenant un faible taux de résine possède une perte du coefficient de frottement plus élevée suivi du matériau S3 ensuite S2. La même tendance est aussi observée pour les matériaux post-cuits (S1-C > S3-C > S2-C) sauf que la perte de frottement est moins prononcée comparativement aux matériaux non post-cuits.

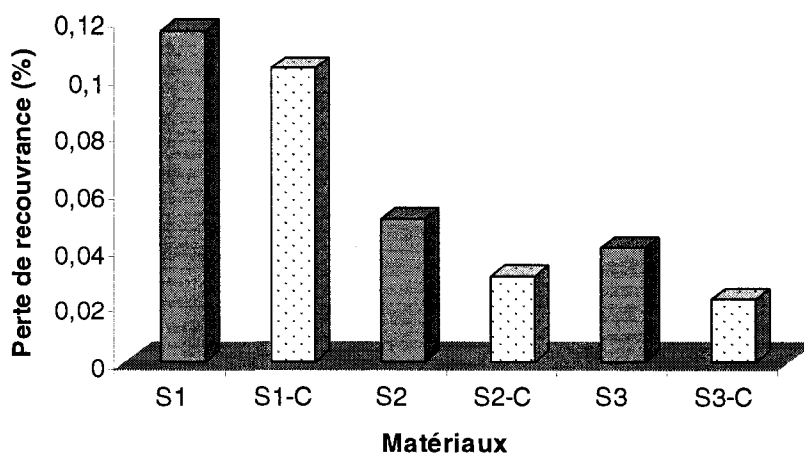


Figure 4.11 - Perte de recouvrement-1.

4.6.1.1.4 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de fade-2

La figure 4.12 montre la variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour l'étape du fade-2. De manière analogue au fade 1 (Figure 4.9), on constate que le coefficient de frottement des matériaux S1 et S2 présente des valeurs plus élevées par rapport au matériau S3. La valeur du coefficient de frottement du matériau S2 est stable jusqu'à la température de 170°C; ensuite cette valeur diminue mais de façon moins prononcée que dans le cas du fade-1. Pour le matériau S3, le coefficient de frottement est stable jusqu'à 170°C, ensuite il diminue légèrement.

Pour les matériaux post-cuits S1-C et S2-C et S3-C, on remarque une diminution du coefficient de frottement comparativement aux matériaux non post-cuits S1 et S2 et S3.

Cependant, une meilleure stabilité est enregistrée avec les matériaux post-cuits. On observe aussi le début d'une légère diminution du coefficient de frottement des matériaux S1-C et S2-C à partir de la température de 290°C. La stabilité des matériaux post-cuits peut s'expliquer par le fait qu'en présence d'une concentration élevée de résine, la post-cuisson améliore de façon notable la résistance des matériaux lors de températures élevées.

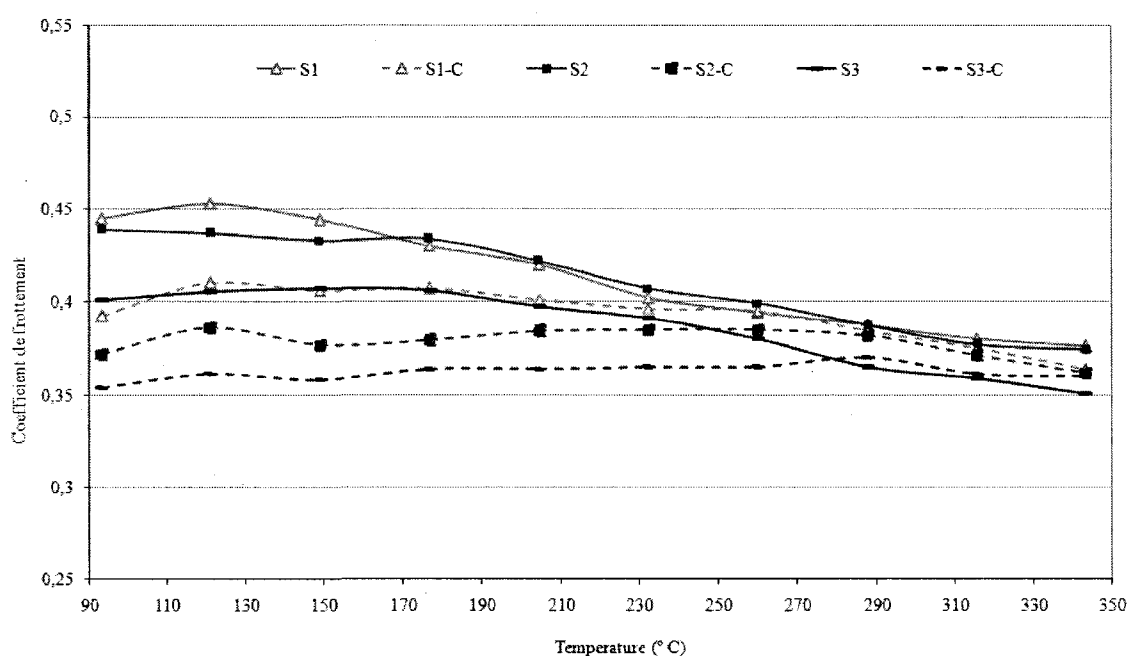


Figure 4.12 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade-2 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.

4.6.1.1.5 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de recouvrement-2

La figure 4.13 illustre l'allure de la variation du coefficient de frottement en fonction de l'abaissement de la température pour l'étape de recouvrement 2. De manière analogue à l'étape de recouvrement-1, on calcule la différence entre la valeur du coefficient de friction enregistrée durant le début de l'étape de fade 2 (à 93°C) et le coefficient de friction enregistré à la fin de l'étape de la recouvrement 2 (à 93°C). Les résultats

obtenus sont présentés sur la figure 4.14. Nous remarquons que le matériau S1 à faible taux de résine enregistre la perte la plus élevée, suivi du matériau S3 ensuite S2 et que les matériaux post-cuits ont une meilleure récupération du coefficient de frottement comparativement aux matériaux post-cuits.

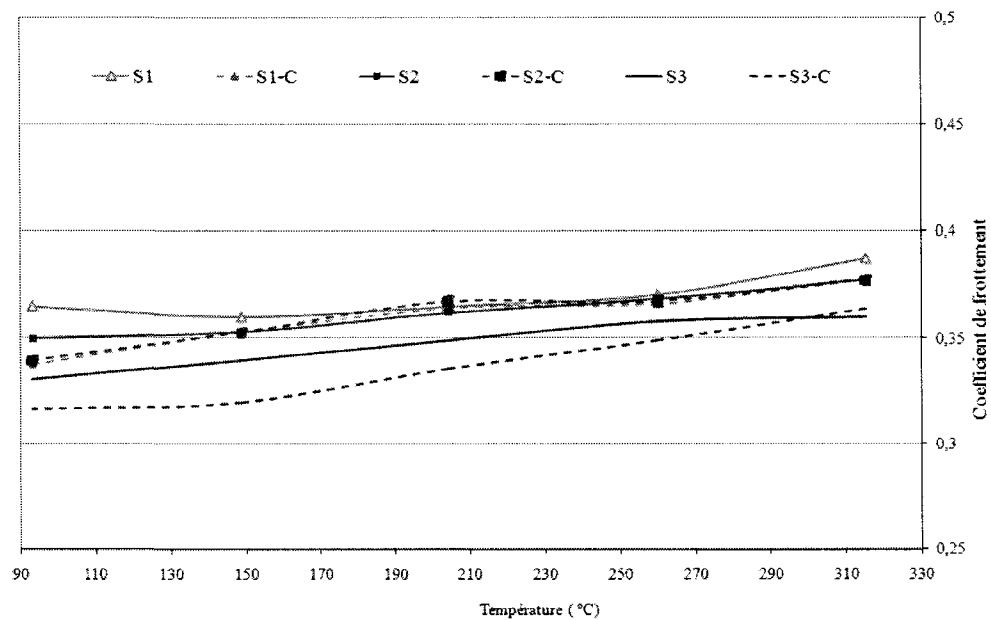


Figure 4.13 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-2 pour les matériaux de frottement à base de résine non modifiée.

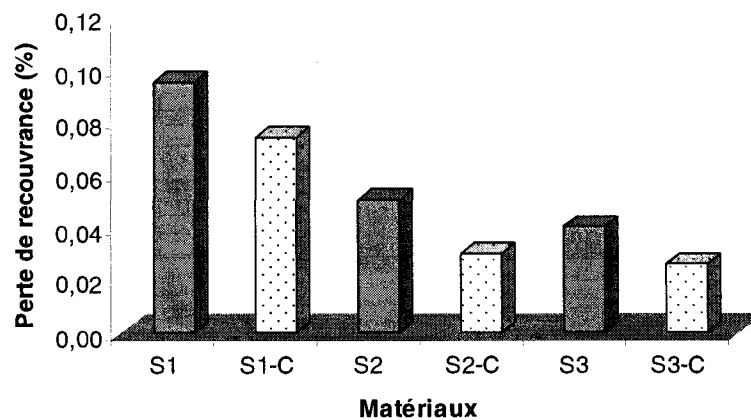


Figure 4.14 - Perte de recouvrement-2.

4.6.1.2 Comportement à l'usure

La résistance à l'usure a été quantifiée par les données de perte de masse des échantillons testés à l'aide de la machine de Chase. L'effet de la concentration de la résine sur le comportement à l'usure des garnitures post-cuites et non post-cuites a été étudié pour tous les matériaux. Pour des raisons de clarté, seuls les résultats des matériaux à base de résine S et RP seront présentés ici. À partir de la figure 4.15, nous pouvons constater que le taux d'usure du matériau S1 (6 %) est plus élevé que celui du matériau S2 (12 %), suivi du matériau S3 (18 %). Dans le cas des matériaux post-cuits, la même remarque est faite pour ces matériaux, le matériau S1-C présente un taux d'usure plus élevé que les matériaux S2-C et S3-C.

On peut donc conclure que la résistance à l'usure croît avec l'augmentation de la concentration de la résine et on peut aussi remarquer que cette résistance est plus prononcée pour les matériaux post-cuits.

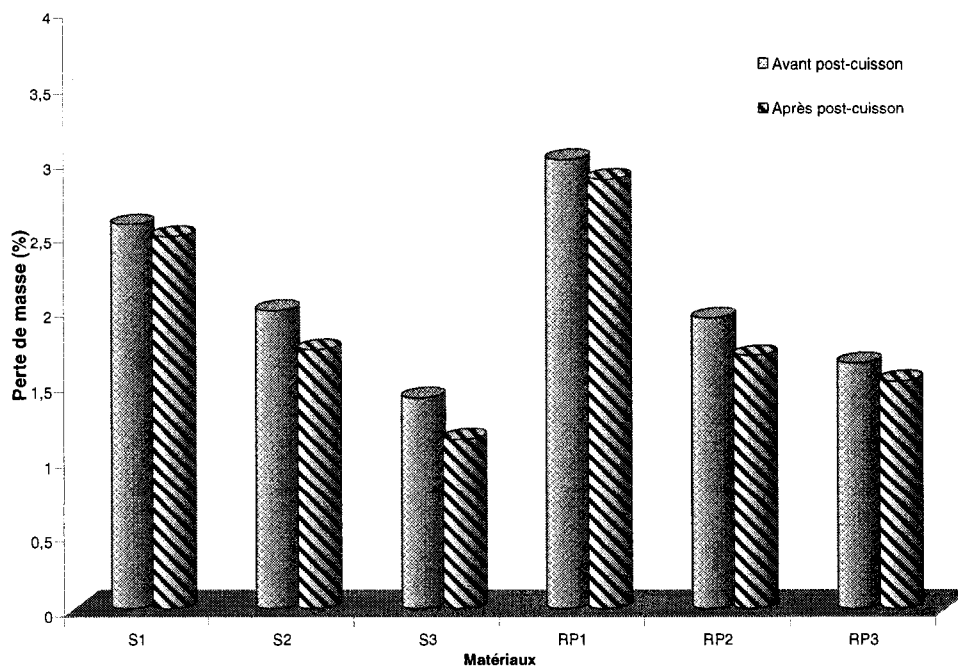


Figure 4.15 - Taux d'usure des matériaux à base de résines S et RP.

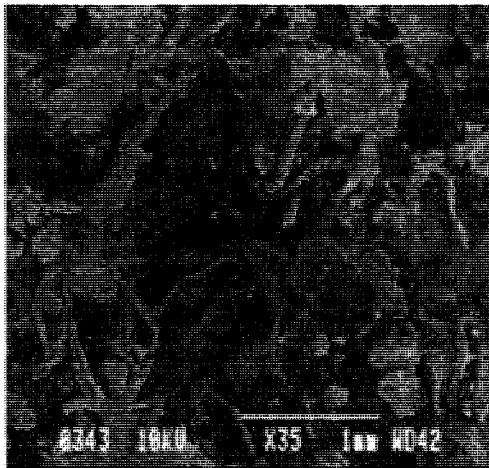
Les constatations précédentes confirment notre hypothèse de départ qui stipule que lorsque le matériau de frottement contient moins de résine, la cohésion entre les autres ingrédients et la matrice phénolique est faible. La faible résistance à l'usure de tous les matériaux contenant une faible concentration de résine est due à la faible force d'adhésion entre cette résine et les différents ingrédients qui composent le matériau de frottement. Cette faible adhésion favorise un détachement plus facile des particules solides par différents mécanismes d'usure. Par contre, une meilleure résistance à l'usure de matériaux contenant une concentration de résine plus élevée est observée, ce qui peut s'expliquer par une meilleure cohésion des ingrédients solides, liés par ces résines. Des images prises au microscope électronique à balayage (MEB) permettent de confirmer ces résultats et d'avancer certaines explications sur les mécanismes d'usure ayant lieu.

Les figures 4.16a, b et c montrent respectivement les surfaces des échantillons des matériaux S1, S2 et S3 ayant subi le test de Case. Les photos ont été prises à un grossissement de 35 pour visualiser les plateaux primaires et secondaires. Sur la figure 4.16a, nous pouvons observer une très faible cohésion des ingrédients qui est flagrante. Nous observons aussi au centre un creux visible relativement grand (1 à 2 mm) et des ingrédients complètement détachés de la matrice. Ceci peut s'expliquer par une insuffisance d'imprégnation et de mouillabilité des ingrédients par de la résine qui se trouve en faible concentration. Nous constatons aussi la présence d'une faible proportion de plateaux secondaires bien définis.

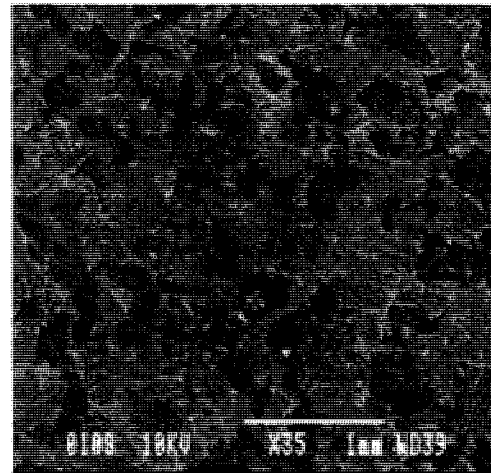
Dans la figure 4.16b, on remarque l'absence de morceaux d'ingrédients détachés, ce qui est principalement dû à une meilleure imprégnation des ingrédients par la résine. On observe aussi une grande proportion de plateaux secondaires larges et uniformément distribués ainsi que des traces d'usure (rayures) dans la direction de glissement. Dans la figure 4.16c, les plateaux secondaires sont plus étendus et on note moins de traces d'usure sur les surfaces comparativement au matériau S2. Nous retiendrons que la photo

a), par comparaison avec les photos b) et c), est très représentative du taux d'usure donné par le test de Chase.

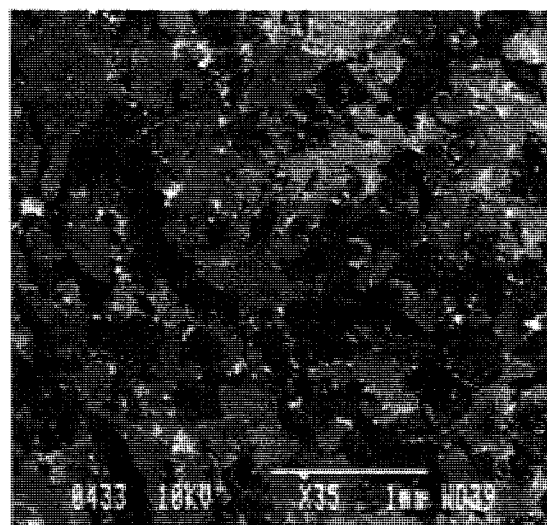
Les figures 4.17a, b et c montrent respectivement les surfaces des matériaux S1, S2 et S3 ayant subi le Chase Test. Les photos ont été prises à des grossissements de 2500 afin de voir plus en détail les débris d'usure. Nous remarquons que les micrographies sont très différentes les unes des autres. Dans le cas du matériau S1, la figure 4.17a montre des particules de grande taille, non uniformes, saillantes et sans adhésion entre elles. Ce manque d'adhésion peut expliquer le taux d'usure élevé du matériau. Pour le matériau S2 (figure 4.17b), des amas de particules compactes et de faibles tailles sont observés, ce qui s'explique par une meilleure adhésion entre les différents ingrédients. Dans le cas du matériau S3 (figure 4.17c), on observe que la taille des débris dus à l'usure des particules est très faible et homogène.



(a)



(b)

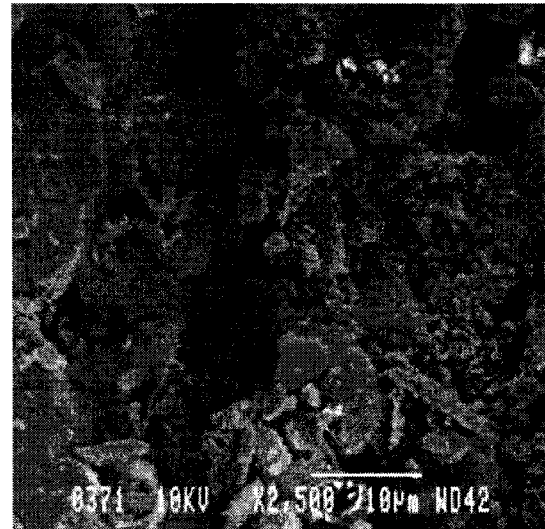


(c)

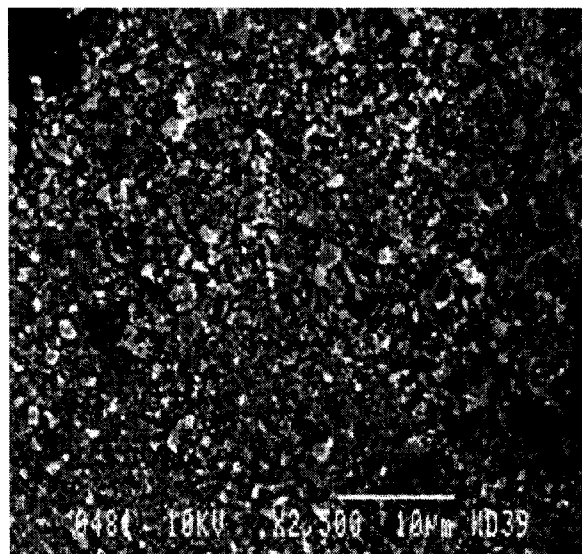
Figure 4.16 - Micrographies illustrant les surfaces usées des matériaux :
a) S1, b) S2, et c) S3.



(a)



(b)



(c)

Figure 4.17 - Micrographies illustrant les surfaces usées des matériaux :
a) S1, b) S2 (b) et c) S3.

4.6.2 Influence du type de résine

Dans cette partie on abordera l'effet du type de résine sur le comportement tribologique des matériaux étudiés.

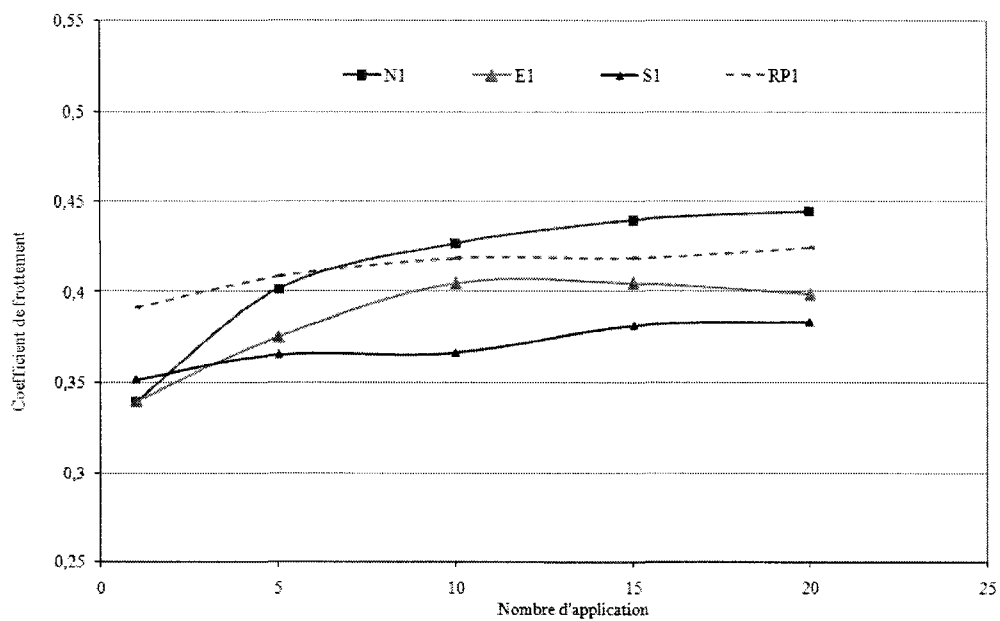
4.6.2.1 Comportement au frottement

Les différentes étapes du test de Chase des matériaux à base de différentes résines seront analysées dans cette partie.

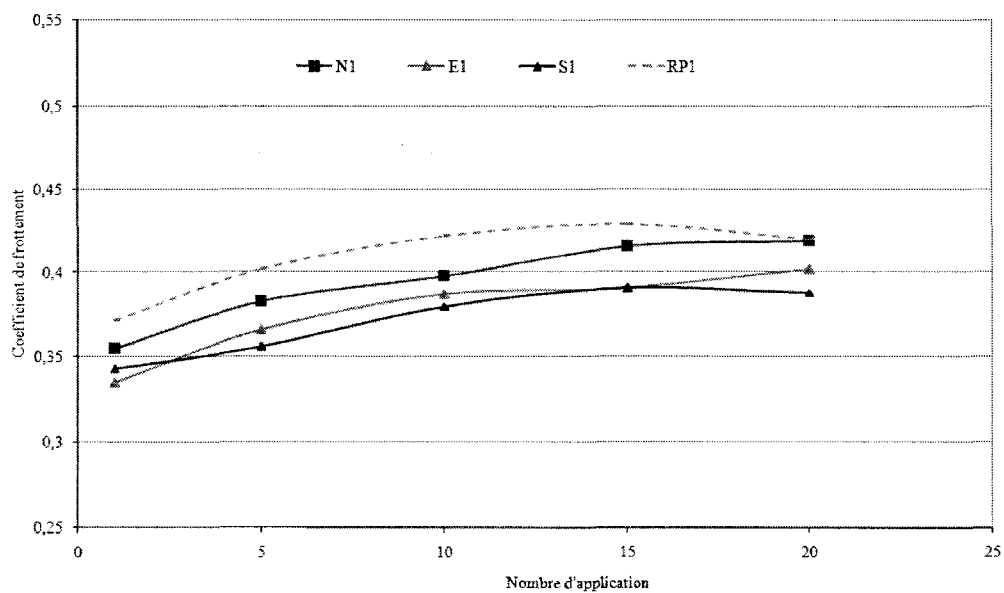
4.6.2.1.1 Comportement des matériaux de frottement durant un freinage répété

La Figure 4.18a montre la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre d'application de freinage pour les formulations contenant différentes résines. On observe des variations du coefficient de frottement jusqu'à 10 applications de freinage pour les matériaux E et N. Cependant, les matériaux S et RP affichent une meilleure stabilité du coefficient de frottement. La variation observée au début de l'essai avec les matériaux E et N est due à l'augmentation de la surface de contact entre le matériau de frottement et la surface du rotor. Ensuite, une stabilisation graduelle est enregistrée et la variation disparaît après un certain nombre d'applications de freinage. Ces premiers frottements vont donner lieu à la formation des plateaux primaires puis des plateaux secondaires. Ainsi, ces plateaux initiaux permettent au matériau de friction d'acquiescer une certaine stabilité.

L'analyse de la figure 4.18b qui présente la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre d'application de freinage durant l'étape de ligne de base 2 nous permet de constater une augmentation du coefficient de frottement des quatre formulations en fonction du nombre d'applications de freinage. Comparativement à la ligne de base 1, lors des premiers freinages, la formulation RP exhibe aussi un coefficient de frottement élevé par rapport aux 3 autres formulations. Ensuite, lorsque le nombre de freinage augmente, le coefficient de frottement de la formulation N1 augmente jusqu'à atteindre la valeur du coefficient de la formulation RP.



(a)



(b)

Figure 4.18 - Variation du coefficient de frottement des matériaux de frottement durant :
a) étape de ligne de base-1, b) étape de ligne de base-2.

4.6.2.1.2 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de fade-1

La variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour l'étape de fade 1 est montrée sur la figure 4.19. On remarque qu'au début de l'essai le matériau N affiche un coefficient de frottement initial élevé jusqu'à 115°C. Au delà de cette température une nette diminution du coefficient de frottement est enregistrée tandis que les trois autres formulations restent stables. À 230°C, on enregistre une légère diminution du coefficient de frottement des formulations S1 et E1 tandis que la formulation RP1 reste stable.

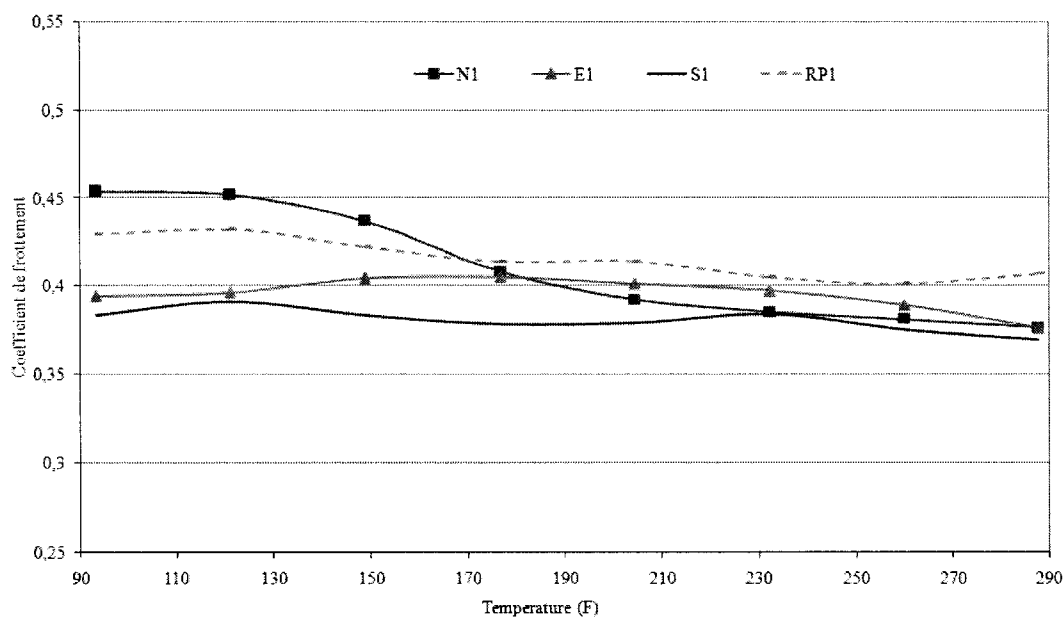


Figure 4.19 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade 1 pour les différents matériaux.

4.6.2.1.3 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de recouvrement-1

La figure 4.20 illustre l'allure de la variation du coefficient de frottement en fonction de l'abaissement de la température pour les différents matériaux. Les courbes présentées ne sont pas très révélatrices du recouvrement réel des matériaux et ici aussi on calcule la différence entre le coefficient de friction enregistré durant le début de l'étape de fade 1 (à 93°C) et le coefficient de friction enregistré à la fin de l'étape de recouvrement 1 (à 93°C). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 4.21. On peut voir que le matériau à base de résine E montre une perte du coefficient de frottement plus élevée suivi du matériau à base de résine S, puis de N et enfin de RP.

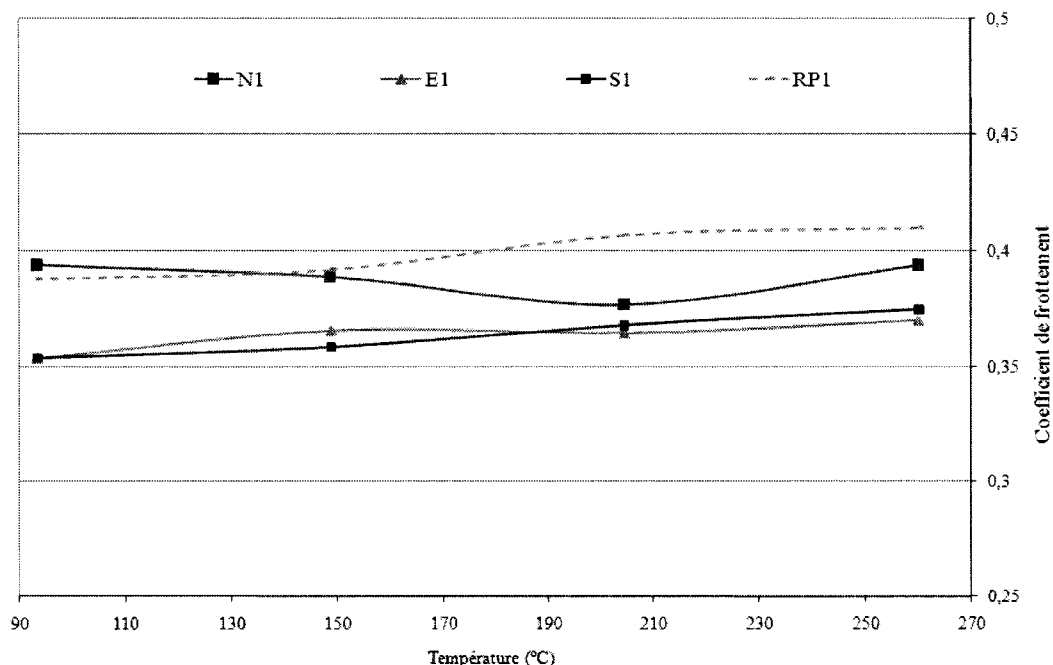


Figure 4.20 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-1 pour les différents matériaux.

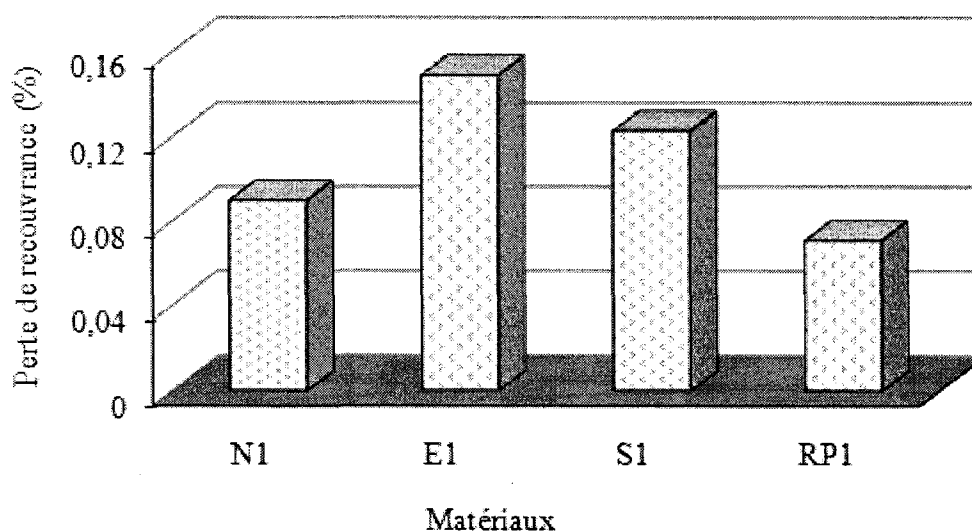


Figure 4.21 - Perte de recouvrance-1.

4.6.2.1.4 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de fade-2

Les variations des coefficients de frottement des différents matériaux durant l'étape de fade 2 sont présentées sur la figure 4.22. À partir de cette figure, on remarque une meilleure stabilité du coefficient de frottement des 4 formulations durant l'étape de fade 2 comparativement au fade 1 et ceci jusqu'à la température de 260°C. On peut conclure que cette amélioration de la stabilité à la température par rapport au fade 1 est due à l'histoire thermique subie par les formulations lors des étapes précédentes de l'essai de Chase. Après 260°C, on constate une diminution du coefficient de frottement pour les trois formulations E1, S1, N1 et la diminution est plus prononcée pour cette dernière formulation. Le matériau E montre une diminution du coefficient de frottement après 310°C, ce qui implique que la formulation E exhibe une meilleure stabilité thermique lors de frottement comparativement aux résines S et N. Enfin, pour le matériau de friction RP, le coefficient de frottement enregistré est relativement stable, ce qui démontre que ce matériau a une très bonne résistance au fade comparativement aux 3 autres formulations étudiées.

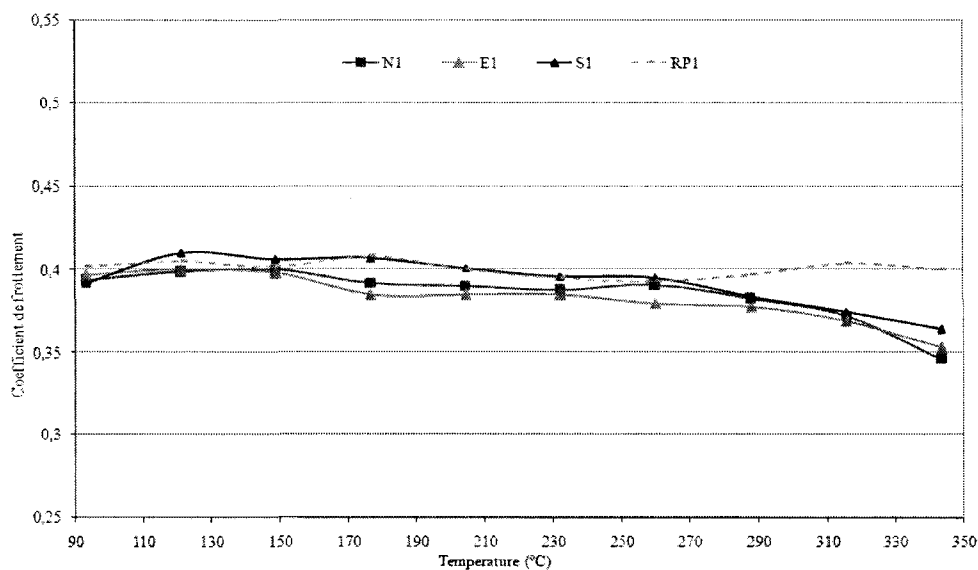


Figure 4.22 - Variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade 1 pour les différents matériaux.

4.6.2.1.5 Comportement des matériaux de frottement durant l'étape de recouvrement-2

La figure 4.23 illustre l'allure de la variation du coefficient de frottement en fonction de l'abaissement de la température pour l'étape de recouvrement 2. Afin de mieux mettre en évidence le comportement au recouvrement des différents matériaux, nous avons calculé la différence entre le coefficient de frottement enregistré au début de l'étape de fade 2 (à 93°C) et celui enregistré à la fin de l'étape de recouvrement 2 (à 93°C). Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 4.24. De manière analogue à la figure 4.21, on remarque que le matériau à base de résine E affiche la perte du coefficient de frottement la plus élevée comparativement aux matériaux S, N et RP respectivement.

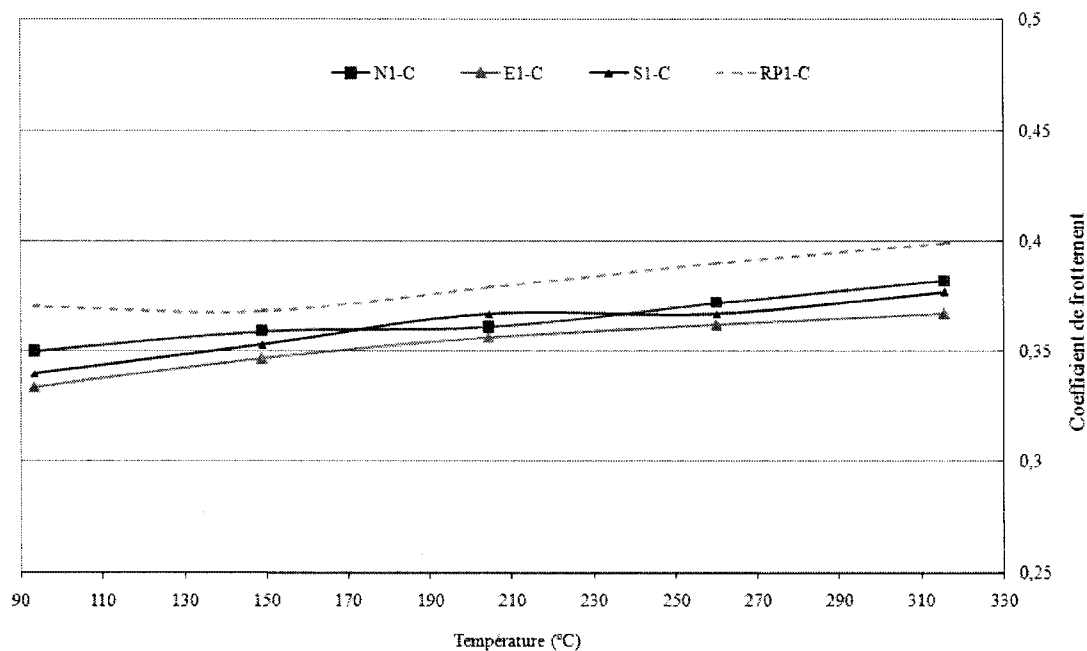


Figure 4.23 - Variation du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-2 pour les différents matériaux.

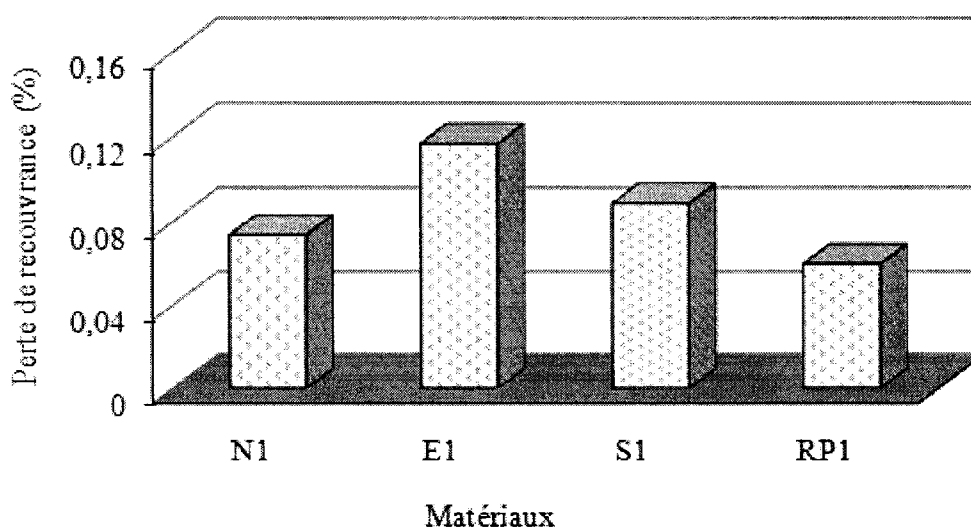


Figure 4.24 - Perte de recouvrement-2.

4.6.2.2 Comportement à l'usure

Le comportement à l'usure des différents matériaux post-cuits et non post-cuits a été quantifiée par les données de perte de masse des échantillons enregistrés à la fin des essais de Chase. Afin d'extraire une éventuelle tendance, ces valeurs de perte de masse sont regroupées et présentées à la figure 4.25. À partir de cette figure, nous pouvons constater que le matériau RP affiche la perte de masse la plus élevée, suivi des matériaux N, E et S. Dans le cas des matériaux post-cuits, on remarque que le matériau RP-C exhibe la valeur d'usure la plus élevée suivi des matériaux N-C, E-C et S-C. Les valeurs de perte de masse des matériaux post-cuits sont légèrement inférieures à celles enregistrées avec les matériaux non post-cuits. Ceci confirme notre hypothèse que le traitement thermique améliore la résistance à l'usure des matériaux de frottement.

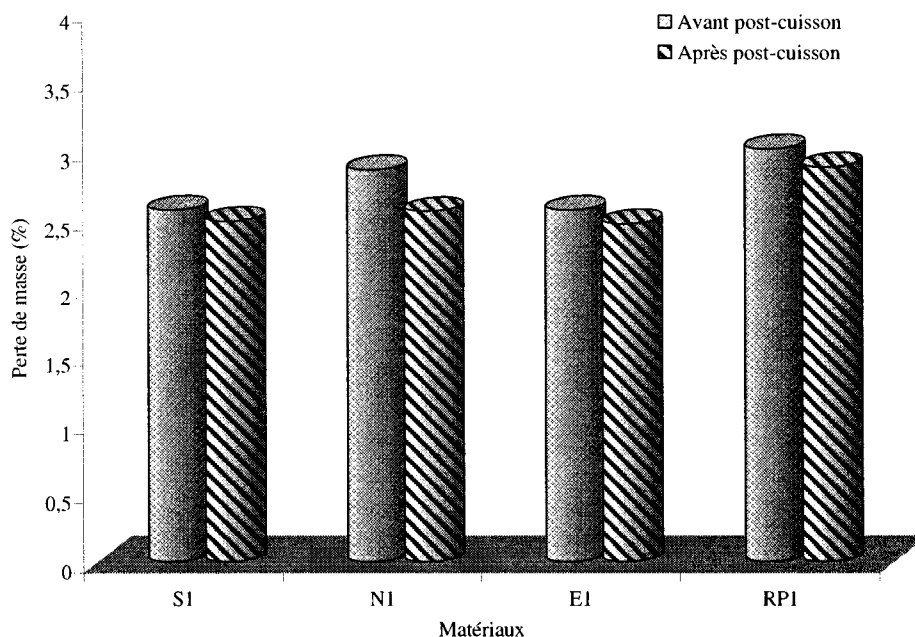


Figure 4.25 - Taux d'usure des matériaux à base de différentes résines.

Afin de mieux visualiser l'effet du type de résine et de l'accroissement du taux de résine sur les propriétés physiques, mécanique et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique, les résultats des différents tests obtenus ont été résumés dans le tableau 4.6.

Tableau 4.6- Résumé de l'effet du type de résine sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique.

Propriété	Accroissement du taux de résine	Traitement thermique	Type de résine			
			RP	E	S	N
Densité	-		++	+	-	-
Résistance à la dégradation thermique (TGA)			++	+	-	--
Résistance à la rupture en compression	+		++	+	--	-
Rigidité en compression	+		++	-	--	+
Résistance à la rupture en flexion	+		++	+	--	-
Rigidité en flexion	+		++	+	-	--
Expansion thermique temporaire	--		-	--	+	++
Expansion thermique permanente	-		--	-	++	+
Comportement lors d'un freinage répété	+	++	++	+	+	+
Résistance au freinage à haute température	+	++	++	+	+	-
Comportement à la récupération	+	+	++	--	-	+
Résistance à l'usure	++	+	-	+	+	+

où : (-) Effet négatif, (--) Effet très négatif, (*) Effet négligeable, (+) Effet positif et (++) Effet très positif

CHAPITRE 5 - EFFET DES CHARGES DE REMPLISSAGE SUR LES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES DES MATÉRIAUX DE FROTTEMENT

5.1 Introduction

Les différentes études consacrées aux matériaux de frottement se basent principalement sur l'influence des abrasifs, lubrifiants, modificateurs de frottement afin d'améliorer les propriétés de ces matériaux. Cependant, une moindre importance a été dédiée à l'effet des charges de remplissage malgré que ces dernières jouent aussi un rôle non négligeable dans la performance des matériaux de frottement. En plus, le peu d'études existantes sur l'effet des charges sont orientées essentiellement sur le comportement mécanique des matériaux plutôt que sur le comportement tribologique. Les charges de remplissage les plus utilisées dans les matériaux de frottement sont les mêmes que celles utilisées dans les matériaux composites et plastiques. L'influence de ces charges sur le comportement physique et mécanique est bien connu dans les matériaux composites. Cependant très peu de travaux ont été consacrés à l'influence de ces charges sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement.

Dans cette partie, nous présentons tout d'abord l'effet de l'ajout des différentes charges de remplissage sur les propriétés mécaniques, physiques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique. La formulation de type faible métallique sélectionnée pour réaliser cette étude est décrite dans la partie expérimentale (chapitre 2- page 72). Six différents types de charge minérale de remplissage : sulfate de baryum (baryte), carbonate de calcium, carbonate de calcium pulvérisé (piqua), mica, vermiculite expansée et talc ont été incorporés dans les matériaux de frottement et leurs effets sur les propriétés mécaniques, physiques et tribologiques de ces matériaux ont été étudiés. Le but est de comparer leurs propriétés et d'en déduire une combinaison de charge qui améliorerait le comportement au frottement du matériau. Ensuite, l'effet de

la combinaison de vermiculite avec chacune des charges sur le comportement tribologique est présenté et on termine par la partie qui traite de l'influence de la concentration de la charge de remplissage de sulfate de baryum sur le comportement au frottement.

Pour des raisons de simplification, des codes ont été affectés à chaque formulation de matériau de frottement et ces désignations seront utilisées pour la suite dans notre étude. Le matériau de frottement qui ne contient aucune charge de remplissage sera désigné par les deux lettres « LM », la lettre « B » pour la formulation contenant la charge de remplissage de baryte, la lettre « C » pour la formulation contenant la charge de remplissage de carbonate de calcium, la lettre « P » pour la formulation contenant la charge de remplissage de piqua, la lettre « M » pour la formulation contenant la charge de remplissage de mica, la lettre « V » pour la formulation contenant la charge de remplissage de vermiculite et la lettre « T » pour la formulation contenant la charge de remplissage de poudre de talc.

5.2 Effet des différentes charges de remplissage sur le comportement mécanique, physique et tribologique des matériaux de frottement

5.2.1 Observation microscopique des différentes charges étudiées

Des observations au microscope électronique à balayage MEB ont été réalisées au préalable afin de voir la forme des particules de ces charges de remplissage. Les images sont montrées aux figures 5.1a, b, c, d et e. Les grossissements d'images sont différents dus à la sensibilité et à la chaleur des particules, particulièrement la vermiculite et le mica, qui peuvent brûler lorsqu'on prend des vues rapprochées. L'image de la charge de remplissage de talc n'est pas présentée due à la sensibilité de cette charge à la chaleur lors de prise de photos avec le MEB.

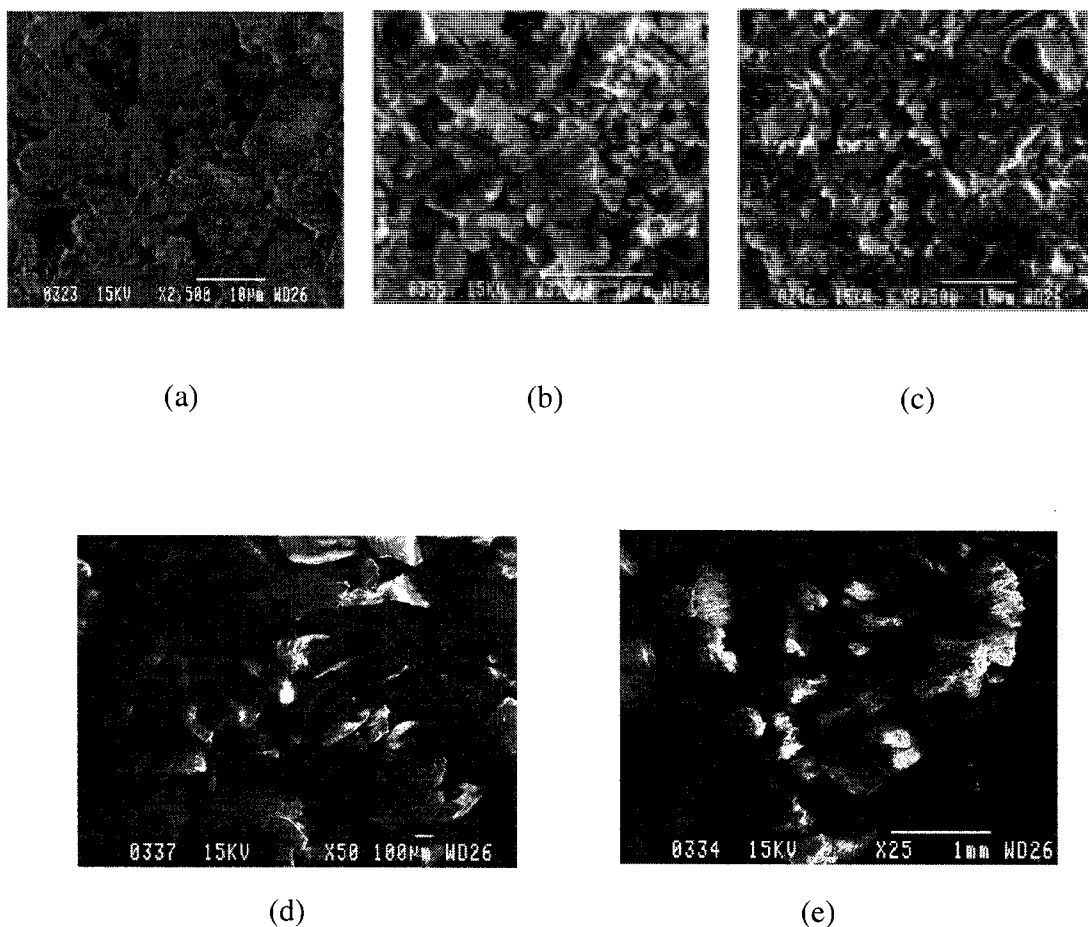


Figure 5.1 - Micrographes MEB des charge de remplissage : (a) baryte, b) carbonate de calcium, c) piqua, d) mica et (e) vermiculite.

5.2.2 Effet des charges de remplissage sur les propriétés mécaniques

Cette partie présente l'effet des différentes charges de remplissage sur les propriétés en flexion et en compression des différents matériaux. Rappelons que le chargement en flexion induit des contraintes normales (σ_{11}) et des contraintes en cisaillement (τ_{31}) et que l'importance de l'une ou l'autre des ces contraintes dépend de l'élancement L/h (rapport de la longueur entre les appuis sur l'épaisseur). La rupture aura lieu dès que l'une des deux contraintes aura atteint sa limite. Les données de la caractérisation en

flexion et en compression fournissent une indication sur la liaison entre les particules de charge de remplissage et les autres ingrédients formant le matériau de frottement.

Les valeurs obtenues de la caractérisation mécanique des matériaux de frottement contenant les différents types de charges sont regroupées dans le tableau 5.1. La première constatation qu'on peut faire est que les valeurs de la contrainte et du module en flexion et en compression de tous les matériaux étudiés sont faibles comparativement aux matériaux composites traditionnels à base de résines phénoliques. Cette faiblesse des propriétés mécaniques est une caractéristique typique des matériaux de frottement [114-115] et s'explique par la fraction volumique très faible de la matrice. À partir de ce tableau, on peut voir aussi que le matériau de frottement à base de baryte (B) exhibe des résistances et des modules en flexion et en compression plus élevés comparativement à tous les autres matériaux. Les matériaux C, P, V, M et T présentent des variations des propriétés en flexion et en compression. Pour les matériaux C et P, les résistances en compression et en flexion sont comparables à celles du matériau sans charge de remplissage (LM). Cependant, leurs modules en flexion et en compression sont plus faibles. Les matériaux M et V montrent une résistance et un module en flexion faibles tandis que leurs résistances et leurs modules en compression sont plus élevés par rapport au matériau LM. Dans le cas du matériau T, les propriétés en flexion sont plus élevées que celles de LM alors que les propriétés en compression y sont plus faibles.

On peut aussi constater à partir de ce tableau que les matériaux B, C et P affichent des valeurs de résistance et des modules supérieurs à ceux des matériaux V et M. Ces différences s'expliquent par le fait que les charges de remplissage baryte, carbonate de calcium et pica sont sous forme de poudres fines alors que les charges de vermiculite et de mica sont sous forme de particules plus grosses et irrégulières (voir figures 5.1). La présence de charges sous forme de poudre fine permet une meilleure mouillabilité par la résine et donc plus d'homogénéité dans le matériau de frottement.

Tableau 5.1 - Résultats des essais de flexion et de compression pour les matériaux

Propriétés	LM	B	C	P	M	V	T
σ_f (MPa)	43,4	46,78	41,3	43,3	32,5	31,76	45,4
E_f (GPa)	0,95	1,11	0,84	0,80	0,50	0,75	1,05
σ_c (MPa)	52,56	62,64	51,6	51,76	54,64	54,96	39,28
E_c (GPa)	0,22	0,24	0,21	0,20	0,22	0,25	0,20

où σ_f , E_f , σ_c , et E_c sont respectivement la contrainte ultime en flexion, le module en flexion, la contrainte ultime en compression et le module en compression.

5.2.3 Effet des charges de remplissage sur les propriétés physiques

5.2.3.1 Mesure de densité

Les résultats des tests de densité des différents matériaux sont présentés dans le tableau 5.2. On constate que la densité mesurée suit la tendance $B > C = P > M > T > V$. Ceci est conforme à la loi du mélange, où l'ajout d'une charge plus dense donne un matériau ayant une densité plus élevée.

Tableau 5.2 - Densité des différents matériaux

	LM	B	C	P	M	V	T
Densité de la charge de remplissage	-	4.4	2.7	2.8	2.8	0,9	2.7
Densité du matériau de frottement	2.73	2.77	2.65	2.65	2.43	2.36	2.60

5.2.3.2 Mesure de la dureté

L'essai de dureté de Rockwell de type S a été utilisé afin de mesurer la dureté des surfaces des matériaux étudiés. Le but de mesurer la dureté surfacique des différents matériaux est d'étudier l'existence probable d'une relation entre le comportement tribologique (coefficient de frottement et usure) de ces matériaux et leurs duretés surfaciques. Les résultats de la mesure de dureté de nos matériaux sont présentés dans le tableau 5.3. On peut constater que le matériau B montre la valeur de dureté la plus élevée comparativement aux matériaux C, P, V et T. La faible dureté est enregistrée avec le matériau T.

Tableau 5.3 - Dureté mesurée pour les différents matériaux

Matériau	LM	B	C	P	M	V	T
Dureté							
Dureté du matériau de frottement	95.6	93.4	87	87.2	90.7	88.8	80

5.2.3.3 Mesure du gonflement et de la croissance

La figure 5.2 montre les valeurs du gonflement (expansion thermique temporaire) mesuré à 205 °C pendant 40 minutes pour les différents matériaux étudiés. À partir de cette figure, on peut constater de manière claire que les valeurs de gonflement pour tous les types de matériaux sont inférieures à 1.2 % alors que la limite généralement tolérée par l'industrie de fabrication de garnitures de freins se situe autour de 2.7 %. Ceci est un indice qui nous permet d'affirmer que tous les matériaux étudiés peuvent être utilisés comme garnitures de freins adéquates. On note aussi à partir de cette figure que les matériaux B, C et P présentent des valeurs du gonflement légèrement inférieures au matériau LM et ceci s'explique par le fait que l'ajout des charges sous forme de poudre minérale ayant une dilatation thermique très faible entraîne une meilleure stabilité dimensionnelle de ces matériaux. En ce qui concerne le taux élevé de gonflement observé pour les matériaux M, T et V comparativement aux matériaux C, P et B, ceci est dû à la forme des particules de charges qui se présentent sous forme de feuille. La valeur de gonflement du matériau M est la plus élevée et ceci peut être aussi associé à la structure chimique de cette charge. Le mica est un minéral sous forme de lamelles, qui renferme jusqu'à 4 % d'eau, chimiquement piégée entre ces lamelles [116-117]. En présence de la chaleur, la vaporisation de l'eau piégée force les lamelles à prendre de l'expansion, ce qui gonfle le matériau. On peut constater que la valeur du gonflement du matériau V est inférieure à celle du matériau M bien que les deux charges présentes dans ces deux matériaux appartiennent à la même famille de mica. La seule différence est que le vermicule expansé provient du traitement thermique de mica sous forme brute dont l'eau emprisonnée a été évacuée. Le matériau T présente aussi une valeur du gonflement assez élevée dû à la structure de la charge de talc. Ce dernier est un silicate de magnésium naturel, doté d'une structure en « mille-feuilles » reliées entre elles par de faibles liaisons.

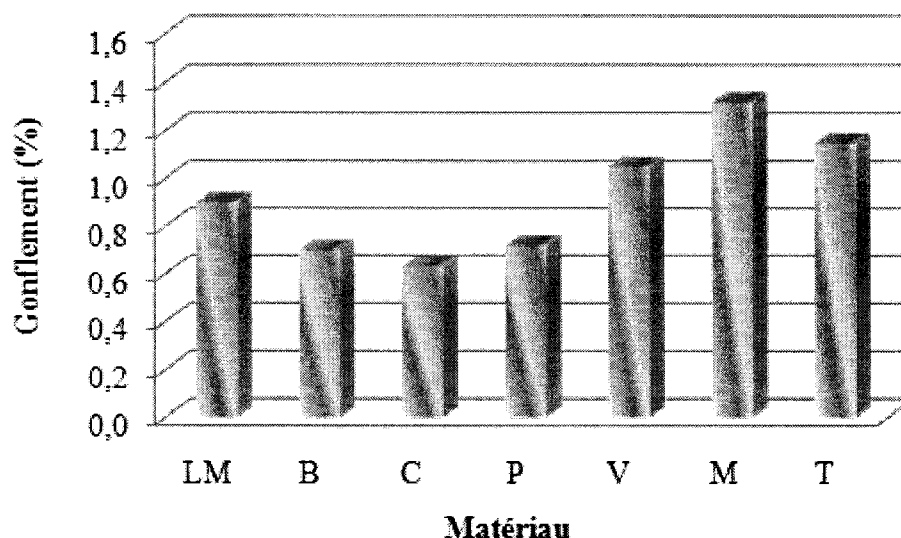


Figure 5.2 - Expansion thermique temporaire mesurée pour les différents matériaux.

On rappelle que la croissance est désignée comme étant l'expansion permanente de l'épaisseur mesurée à température ambiante. Dans la figure 5.3, on observe un rétrécissement de l'épaisseur pour tous les matériaux comparativement aux valeurs d'épaisseurs mesurées dans l'étape de gonflement précédente. Le rétrécissement s'explique par l'évacuation partielle des matières volatiles résiduelles lors du refroidissement des garnitures. Les matériaux B, C et P présentent des valeurs de croissance presque identiques et faibles parce que les charges contenues dans ces matériaux sont inertes et stables. La croissance élevée constatée avec les matériaux V, M et T est toujours expliquée par la structure chimique et la forme des particules des charges. Lors du dégagement partiel de l'eau emprisonnée entre les lamelles, les deux matériaux subissent un certain rétrécissement. Dans ce cas, un traitement thermique additionnel est souhaitable afin d'améliorer la stabilité dimensionnelle de ces matériaux.

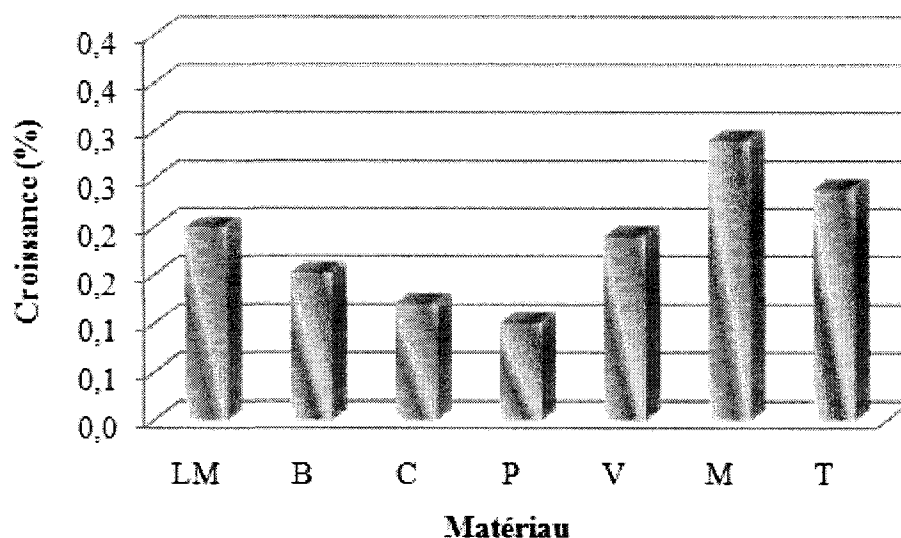


Figure 5.3 - Expansion thermique permanente mesurée pour les différents matériaux.

5.2.4 Effet des charges de remplissage sur les caractéristiques tribologiques

5.2.4.1 Comportement au frottement

Dans cette partie, les résultats des essais de frottement des matériaux contenant les différentes charges de remplissage sont présentés et analysés. La figure 5.4a montre la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre d'application de freinage pour l'étape de la ligne de base-1. On peut voir que pour tous les matériaux, le coefficient de frottement se stabilise à partir de la dixième application. La variation enregistrée durant les dix premières applications est considérée comme l'étape de rodage pour la création de la surface de contact active entre le matériau et la surface du rotor.

La figure 5.4b montre la variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour l'étape du fade-1. On constate que le matériau non chargé exhibe une diminution prononcée du coefficient de frottement avec l'augmentation de la

température. Les matériaux V et M présentent une diminution du coefficient de frottement et affichent des valeurs presque identiques. Cette ressemblance est due au fait que la vermiculite et le mica appartiennent à la même famille chimique et ont des propriétés très semblables. Le talc, par contre, exhibe des valeurs du coefficient de frottement supérieures et plus stables par rapport à tous les autres matériaux et ceci jusqu'à température de 235°C où ce coefficient commence à chuter. Pour les matériaux B, C et P, une stabilité du coefficient de frottement est enregistrée avec cependant une légère diminution pour le matériau B.

La figure 5.4c présente la variation du coefficient de frottement en fonction de la température pour l'étape de fade-2. Une légère stabilité du coefficient de frottement est observée pour le matériau non chargé et ceci jusqu'à la température de 205°C. Ensuite, une diminution progressive est enregistrée. Cette stabilité observée par rapport au fade-1 s'explique par l'histoire thermique subie par le matériau et qui a permis son raffermissement. Le matériau V montre une meilleure stabilité du coefficient de frottement par rapport au matériau LM. Ce résultat montre clairement que l'ajout de vermiculite améliore la résistance à la température des matériaux de frottement. Dans le cas du matériau B, C et P, les valeurs de coefficients de frottement sont plus stables jusqu'à la température 235°C; ensuite, seule une chute du coefficient du matériau B est observée. La présence de charge de remplissage de baryte n'apporte pas dans ce cas d'amélioration à la résistance au fade des matériaux faibles métalliques.

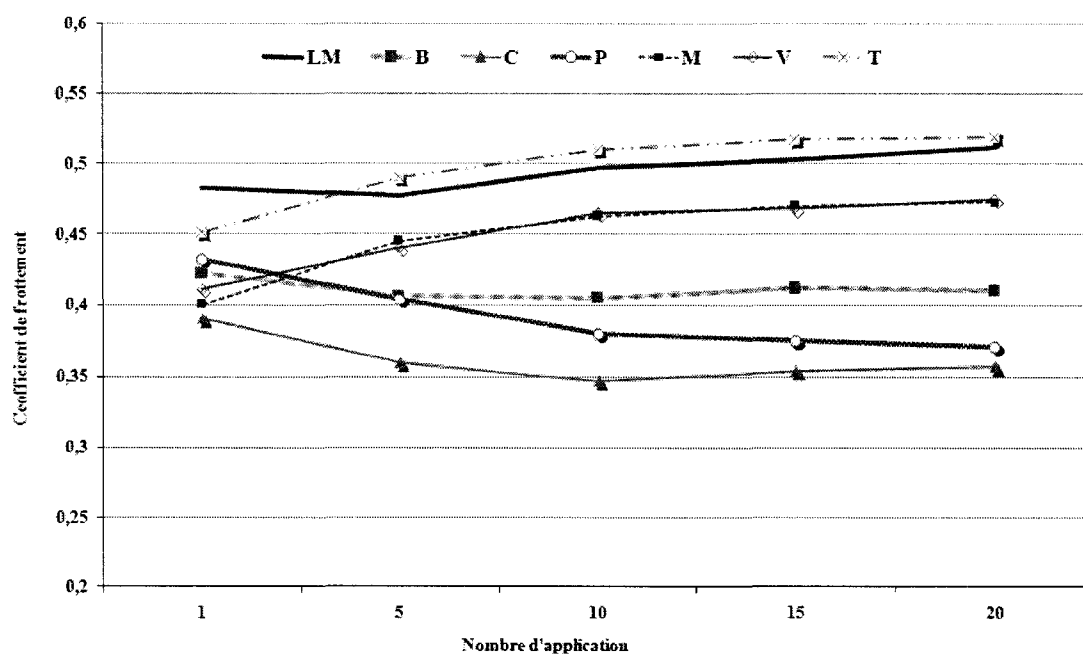
La figure 5.4d montre la variation du coefficient de frottement en fonction du nombre d'application de freinage pour l'étape de ligne de base-2. Dans le cas du matériau V, une stabilité du coefficient est enregistrée. Pour les matériaux T et M, et de façon analogue à l'étape du fade 2, on enregistre une certaine variation du coefficient de frottement jusqu'à dix applications. Ensuite, seul le matériau T se stabilise, ce qui indique que ces deux matériaux ne sont pas convenables comme charge de remplissage

destinés aux matériaux faibles et semi-métalliques. Par contre, les matériaux C, P et B montrent une meilleure stabilité du coefficient de frottement.

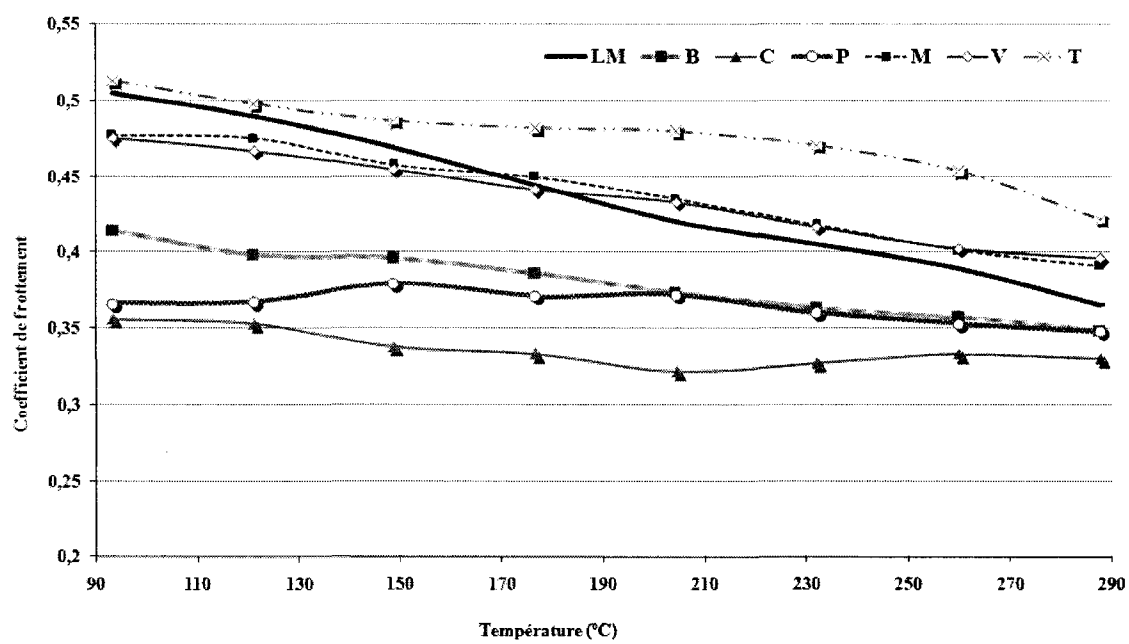
Le tableau 5.4 présente les valeurs des coefficients de frottement à chaud (μ_c) et à froid (μ_f) des matériaux étudiés (pour plus de détails voir tableau 2.8 page 84). D'après ce tableau, on peut voir que seuls les matériaux LM, B, C et P présentent des valeurs comprises entre 0.35 et 0.45, ce qui est adéquat pour les matériaux de frottement utilisés comme garniture de frein. Cependant, les matériaux V, M et T affichent des valeurs des coefficients de frottement à chaud et à froid supérieurs à 0.45. Les valeurs élevées enregistrées impliquent que ces matériaux ont tendance à générer du bruit (ce qui a été constaté lors du test du Chase) et du grincement (autrement appelé stick-slip) lors de freinage, ce qui n'est pas apprécié dans les matériaux de frottement destinés au freinage automobile.

Tableau 5.4 - Coefficient de frottement à chaud et à froid des matériaux

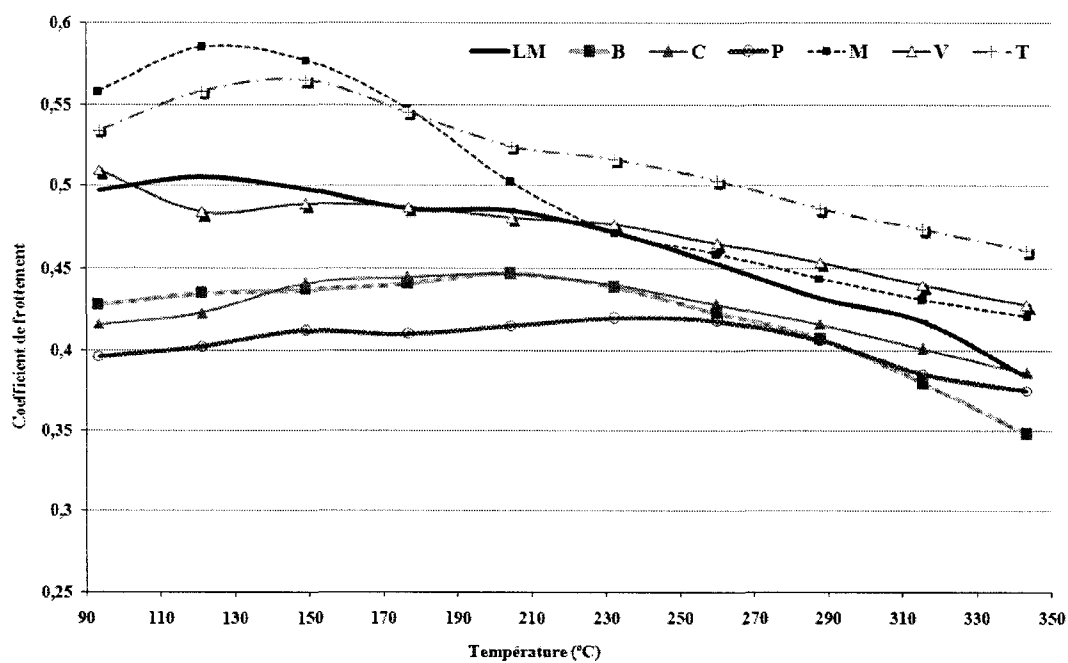
Matériau Coefficient de frottement	LM	B	C	P	V	M	T
Coefficient de frottement à froid	0.45	0.44	0.43	0.41	0.49	0.55	0.55
Coefficient de frottement à chaud	0.40	0.39	0.39	0.36	0.46	0.45	0.50



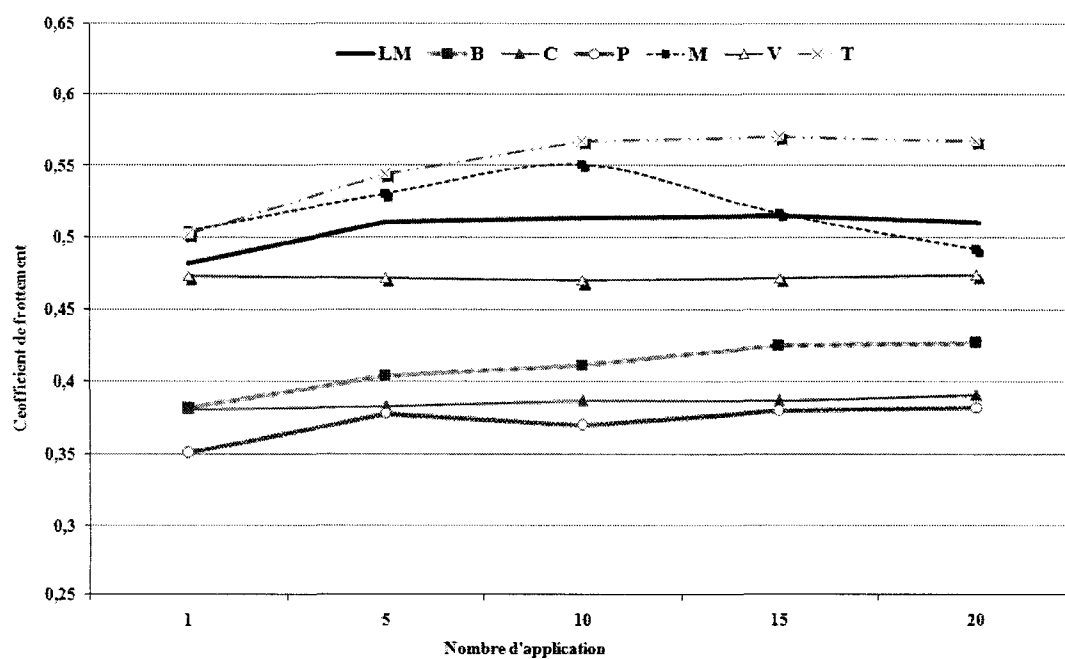
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 5.4 - Courbes des différentes étapes du test de Chase pour les différents matériaux : a) ligne de base; b) fade-1; c) fade 2; d) ligne de base 2.

5.2.4.2 Comportement au recouvrement des matériaux

Pour montrer et mieux visualiser l'effet de l'ajout des charges de remplissage sur le comportement à la récupération des différents matériaux étudiés, nous avons calculé la différence entre le coefficient de frottement enregistré au fade avec celui enregistré durant l'étape de récupération suivant la relation 3.3 (voir page 118). Les résultats sont présentés à la figure 5.5a pour les valeurs de $\Delta\mu$ pour l'étape de recouvrement-1 et sur la figure 5.5b pour les valeurs de $\Delta\mu$ pour l'étape de recouvrement-2. Il faut se rappeler qu'une valeur de $\Delta\mu$ positive ou élevée implique que le matériau de frottement n'arrive pas à atteindre son coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade, ce qui implique une mauvaise récupération du coefficient de frottement après un freinage à haute température.

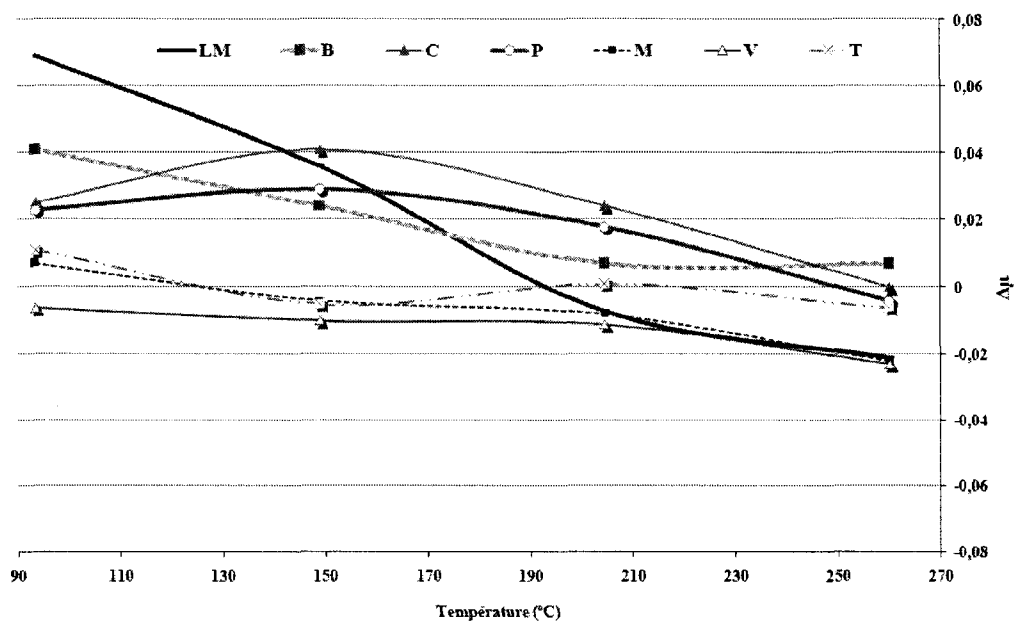
La figure 5.5a montre la variation de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade-1}} - \mu_{\text{récupération-1}}$) remarquée durant l'étape de recouvrement-1. On remarque que le matériau de frottement sans charge de remplissage LM montre une augmentation élevée de $\Delta\mu$ lors du refroidissement, ce qui implique une mauvaise récupération du coefficient de frottement. La même tendance est enregistrée avec les matériaux B, C et P. Cependant, l'augmentation avec ces matériaux est moindre que celle enregistrée avec le matériau sans charge de remplissage LM. Dans le cas des matériaux M, T et V, on remarque que ces matériaux exhibent des valeurs de $\Delta\mu$ légèrement stables et varient autour de zéro, ce qui implique une meilleure récupération du coefficient de frottement durant l'étape de recouvrement-1.

La figure 5.5b montre les valeurs de $\Delta\mu$ ($\mu_{\text{fade-2}} - \mu_{\text{récupération-2}}$) enregistrées durant l'étape de recouvrement-2. On remarque que le matériau LM affiche la même tendance observée dans l'étape de recouvrement-1 où le matériau montre une augmentation de $\Delta\mu$ lors du refroidissement et ceci confirme que le matériau LM (sans charge de remplissage) exhibe de faibles propriétés de récupération. Dans le cas des matériaux B, C et P, on observe que ces matériaux affichent des valeurs de $\Delta\mu$ positives lors du

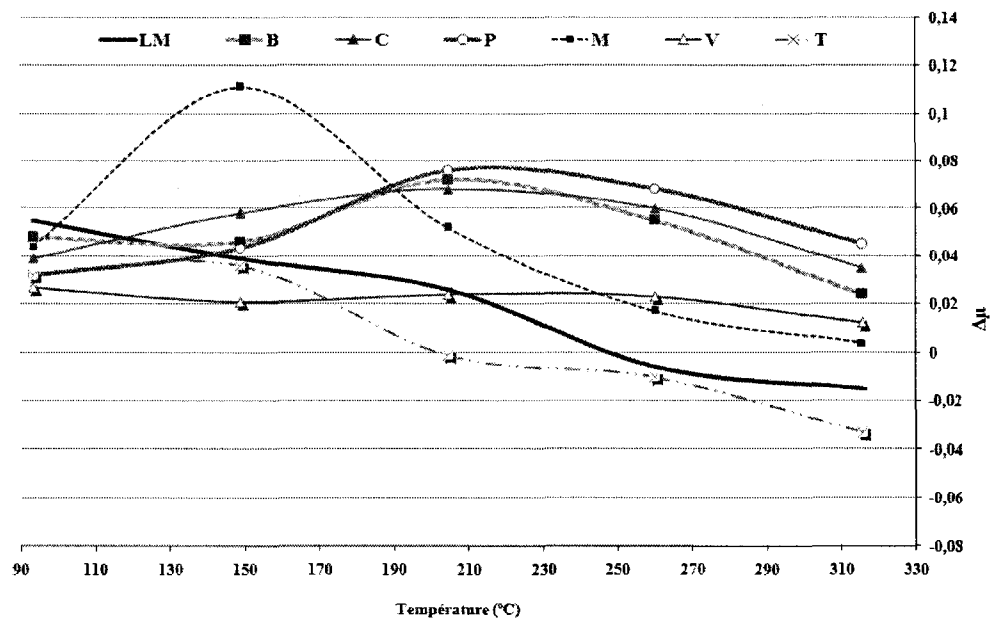
refroidissement, ce qui implique que ces matériaux ne récupèrent pas les valeurs de coefficient de frottement enregistrées durant l'étape de fade-2. Dans le cas des matériaux V, M et T, la même tendance observée durant l'étape de recouvrement-1 où le matériau V montre la meilleure stabilité durant le refroidissement, ce qui implique que l'ajout de vermiculite améliore et stabilise les propriétés de récupération. Cette stabilité peut être attribuée au grand nombre de cavités dans les particules de vermiculite (mica expansé à structure feuilletée) [118-119]. Ces cavités peuvent absorber les volatiles et les gaz générés par la résine lors du glissement, ce qui retarde la production de la couche de lubrification sur la surface de frottement et retient ainsi la baisse des propriétés lors du freinage à haute température.

Pour les matériaux M et T, contrairement à ce qui a été observé dans le cas de recouvrement-1, on remarque que le matériau M affiche une variation et une grande instabilité de $\Delta\mu$ durant le refroidissement tandis que le matériau T affiche une augmentation de $\Delta\mu$ lors du refroidissement.

On peut conclure que l'ajout des charges de remplissage B, C et P n'influence pas vraiment le comportement de récupération des matériaux de frottement et ceci peut être attribué à la nature minérale inerte de ce type de charge de remplissage. Dans le cas des matériaux M et T, le comportement observé durant l'étape de recouvrement 1 et 2 nous laisse croire que le comportement de recouvrement des matériaux chargés mica ou talc dépend de l'histoire thermique subie par ces matériaux. Pour le matériau chargé de vermiculite, la stabilité enregistrée durant l'étape de recouvrement 1 et 2 confirme l'effet bénéfique de la charge de vermiculite sur le comportement de récupération.



(a)



(b)

Figure 5.5 - Variation de $\Delta\mu$ durant les étapes de récupération pour les différents matériaux : (a) durant l'étape de recouvrement-1 (b) durant l'étape de recouvrement-2.

Afin de mieux comparer l'effet des différentes charges de remplissage par rapport au matériau de base (matériau sans charge de remplissage LM), les résultats obtenus lors de la caractérisation de ces matériaux de frottement ont été résumés dans le tableau 5.5.

Tableau 5.5 - Résumé de l'analyse des résultats de caractérisation

Propriété \ Matériau	B	C	P	V	M	T
Densité	+	*	*	-	-	-
Dureté	*	--	--	-	-	--
Résistance à la rupture en compression	++	*	*	+	+	--
Rigidité en compression	+	*	*	*	+	-
Résistance à la rupture en flexion	+	-	*	--	--	+
Rigidité en flexion	+	-	-	--	-	+
Expansion thermique temporaire	+	+	+	+	--	--
Expansion thermique permanente	+	+	+	+	--	--
Résistance au freinage à haute température (fade)	-	+	+	+	+	+
Comportement à la récupération-2	*	*	*	++	-	-
Coefficient de frottement à froid	*	+	+	-	--	--
Coefficient de frottement à chaud	*	+	+	+	+	--

où : (-) Effet négatif, (--) Effet très négatif, (*) Effet négligeable, (+) Effet positif et (++) Effet très positif

5.2.4.3 Comportement à l'usure

La résistance à l'usure des matériaux est déterminée par les pertes de masse et d'épaisseur mesurées à la fin du test de Chase. La figure 5.6 montre les valeurs de ces pertes pour les différents matériaux étudiés. On constate d'après cette figure que les matériaux P et C présentent les meilleures résistances à l'usure, ce qui montre que l'ajout du pica et du carbonate de calcium a un apport bénéfique pour cette propriété. Les matériaux chargés B, M, V et T enregistrent une perte de masse et d'épaisseur élevée comparativement au matériau LM. L'amélioration de la résistance à l'usure des matériaux C et P par rapport au matériau B est attribuée à la bonne combinaison du carbonate de calcium (contenu dans les charges C et P) avec la poudre de fer et la laine d'acier. Ces résultats sont conformes aux travaux de certains auteurs [113, 120-121] qui ont constaté que la présence de baryte dans les matériaux de frottement contenant la laine d'acier et la poudre de fer fait diminuer la résistance à l'usure.

Dans le cas des matériaux M, V et T, la faible résistance à l'usure semble due principalement au détachement des particules de charge de remplissage lors du frottement. Ce détachement est facilité par la forme des particules, génère des vides qui agissent comme fissures intensifiant ainsi la dégradation des matériaux. Ceci a été confirmé par les observations au microscope MEB effectuées sur les surfaces usées tel que détaillé dans la section suivante.

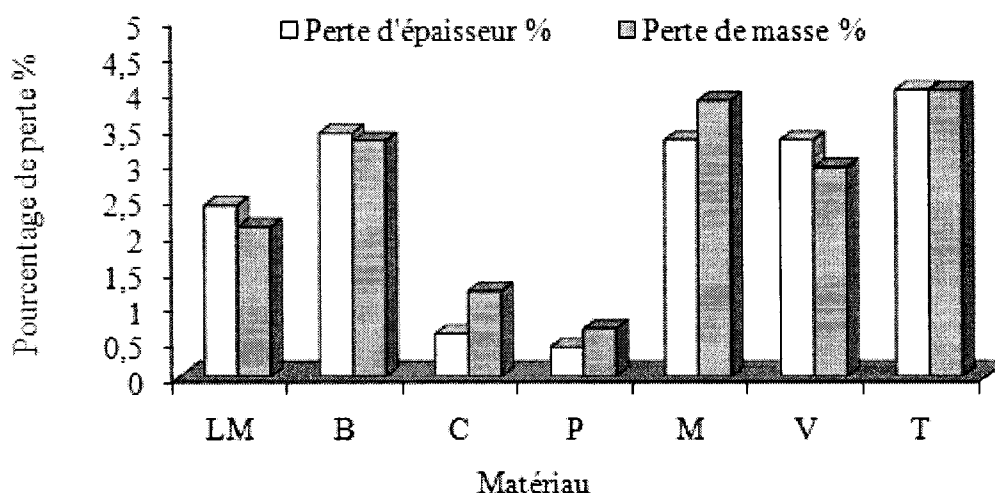


Figure 5.6 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.

5.2.4.4 Observation microscopique

La microscopie électronique à balayage a été utilisée pour comprendre et expliquer les mécanismes et le comportement à l'usure des matériaux étudiés. Les photos de la figure 5.7 montrent les surfaces usées de ces matériaux à la fin du test de Chase. Les photos 5.7a et b montrent les surfaces de frottement des matériaux LM et B respectivement. On remarque que ces deux matériaux montrent des surfaces d'usures couvertes avec des plateaux secondaires. Dans le cas des matériaux C et P, les photos 5.7c et d montrent des surfaces de frottement largement couvertes avec des plateaux secondaires avec une étendue élevée comparativement aux matériaux LM et B. Ceci explique la stabilité du coefficient de frottement ainsi que la bonne résistance à l'usure enregistrée lors du test de Chase pour les matériaux C et P. Les photos 5.7e et 5.7f montrent les surfaces des matériaux M et V. Contrairement aux photos précédentes, les surfaces des matériaux M et V montrent une topographie de surface différente où on observe moins de plateaux de contact. On peut voir également un détachement des particules de vermiculite et de mica, ce qui a permis d'expliquer le taux d'usure élevé de ces matériaux. Les micrographes montrent une dégradation étendue entre la matrice et les particules de

charge de remplissage due au cisaillement et à la faible quantité des plateaux secondaires. Toutes ces remarques justifient l'usure la plus élevée de ces matériaux de frottement. Par contre, les matériaux chargés C et P montrent une surface de frottement largement couverte avec des plateaux secondaires, ce qui est bénéfique pour les matériaux de frottement pour avoir une stabilité du coefficient de frottement et un faible taux d'usure. Dans le cas du matériau T, la surface testée présentée par la photo 5.7g montre une surface couverte avec quelques plateaux secondaires de moindre étendue.

5.3 Effet de la combinaison des charges de remplissage sur le comportement tribologique des matériaux de frottement

L'étude de l'effet des charges sur le comportement tribologique nous a montré que l'ajout de vermiculite dans les formulations faibles métalliques engendre une amélioration dans le comportement de recouvrement de coefficient de frottement durant le freinage. Cependant, on a remarqué aussi qu'il produit une légère diminution de la résistance à l'usure de ces formulations. C'est pour cela que nous avons jugé pertinent de combiner la vermiculite avec les charges de baryte (VB), de carbonate de calcium (VC), de mica (VM) et de talc (VT) afin d'étudier le comportement tribologique de ces formulations et d'en déduire une combinaison optimale.

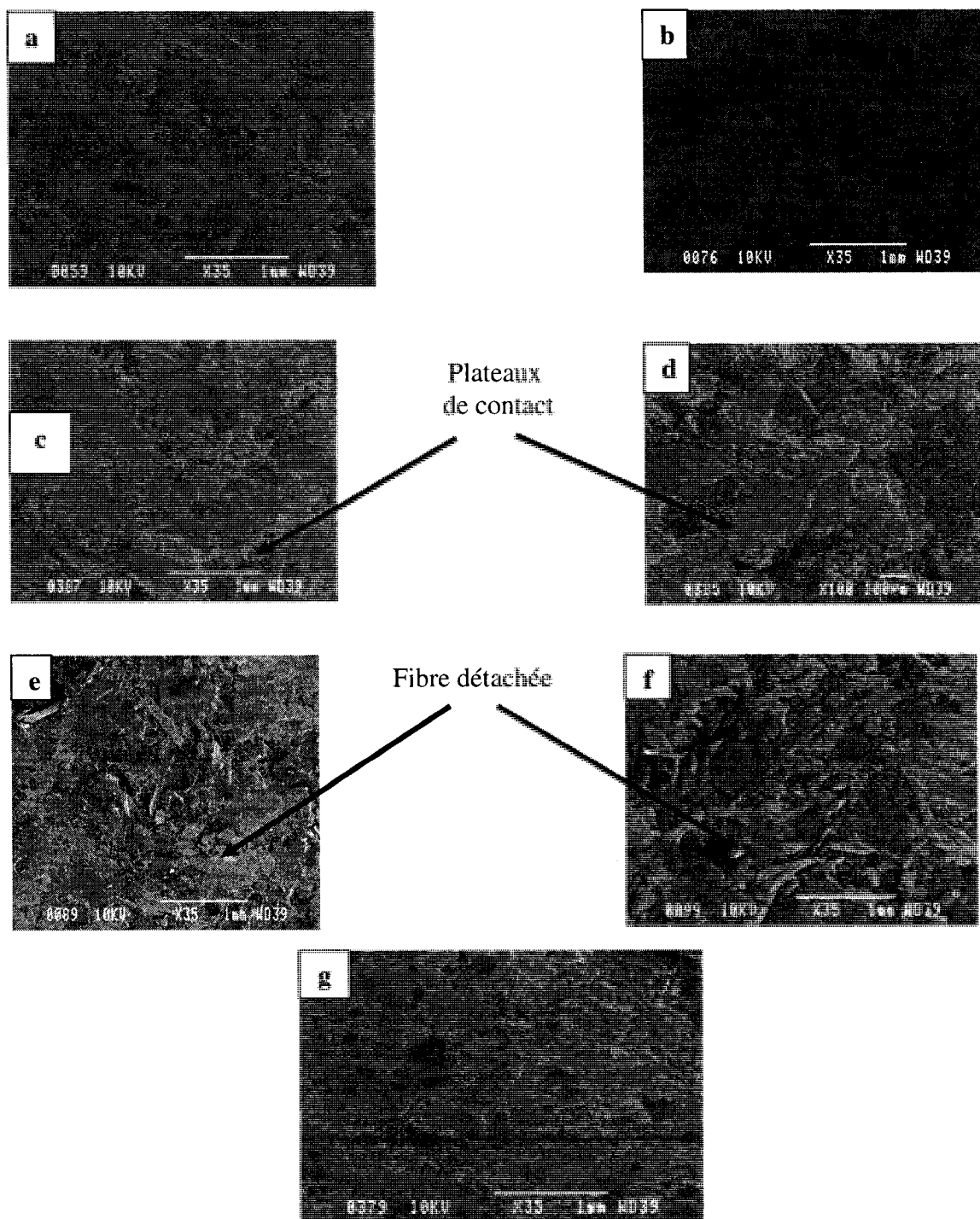


Figure 5.7 - Micrographes illustrant les surfaces usées après frottement des matériaux (a) LM, (b) baryte, (c) carbonate de calcium, (d) piqua, (e) mica et (f) vermiculite (g) talc.

5.3.1 Comportement au frottement

Seuls les résultats de fade-2 et recouvrement-2 des tests de Chase seront présentés afin de mieux visualiser l'effet de l'ajout des mélanges de charges de remplissage mentionné au-dessus. La figure 5.8 présente la variation du coefficient de frottement en fonction de la température enregistrée durant l'étape de fade 2. On peut voir que le matériau V présente une stabilité du coefficient de frottement avec des valeurs assez élevées comprises entre 0.46 et 0.50. Le matériau VC présente une bonne stabilité du coefficient de frottement (comparable à celle du matériau V) avec des valeurs comprises entre 0.42 et 0.44, ce qui est adéquat pour les matériaux de frottement utilisés comme garnitures de frein. La combinaison vermiculite/carbonate est d'un avantage certain pour les formulations de type faible métallique destinées aux garnitures de frein. Les valeurs du coefficient de frottement VT présentent une légère augmentation du coefficient de frottement jusqu'à la température de 205°C; ensuite, ce coefficient diminue. Le comportement du matériau VT est comparativement stable par rapport au matériau T et dans ce cas la combinaison vermiculite/talc améliore la stabilité de la formulation. Avec le matériau VM, on constate une instabilité du coefficient analogue à celle observée dans la figure 5.4.c pour le matériau M. Ceci nous permet d'avancer que l'utilisation du mica comme charge dans les formulations faibles métalliques est fortement déconseillée. Pour le matériau VB, on enregistre une meilleure stabilité du coefficient de frottement jusqu'à 210°C et au-delà de cette température, le coefficient de frottement diminue de manière plus prononcée comparativement au matériau V.

Pour le comportement de récupération enregistré durant l'étape de recouvrement-2, nous avons calculé la différence entre le coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade-2 avec celui enregistré durant l'étape de récupération-2 suivant la relation 3.3 (pour plus de détails voir page 118) et les résultats sont présentés sur la figure 5.9. À partir de cette dernière, on peut constater que les deux matériaux VB et VC affichent des valeurs positive de $\Delta\mu$ et ceci implique une faible récupération du coefficient de frottement lors du refroidissement de ces deux matériaux.

comparativement au matériau V. Cependant, une amélioration dans la stabilité de $\Delta\mu$ est notée avec ces deux matériaux comparativement aux matériaux B et C (voir figure 5.5). Dans le cas des matériaux VM et VT, on remarque une instabilité dans la variation de $\Delta\mu$ durant la période de recouvrement. Ce résultat implique que l'ajout de la charge de remplissage de mica ou du talc aux formulations faible métallique qui contiennent préalablement de la vermiculite engendra une instabilité de coefficient de frottement durant le refroidissement.

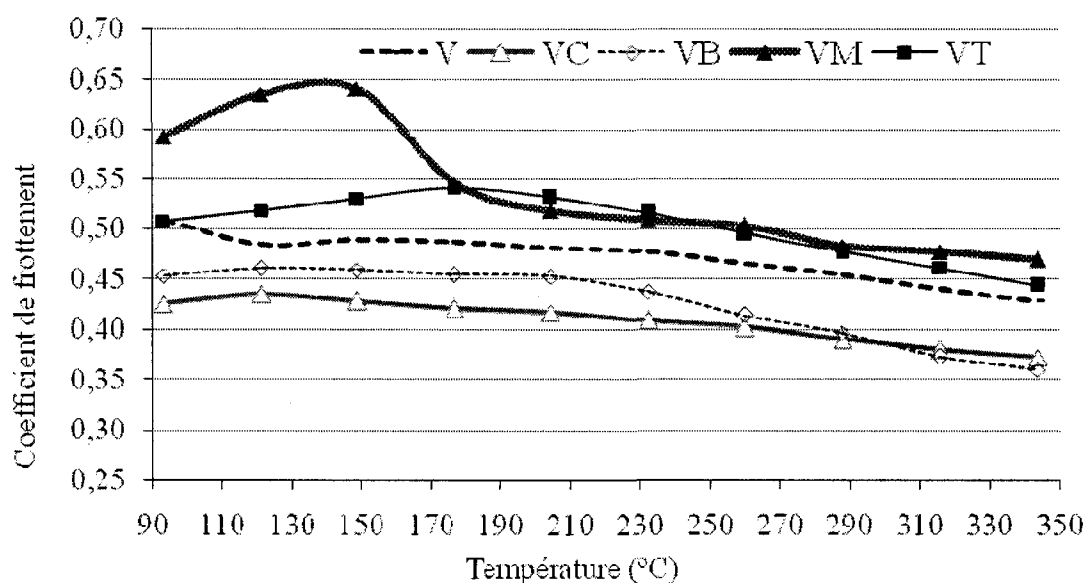


Figure 5.8 - Courbes enregistrées durant l'étape de fade-2 des différents matériaux.

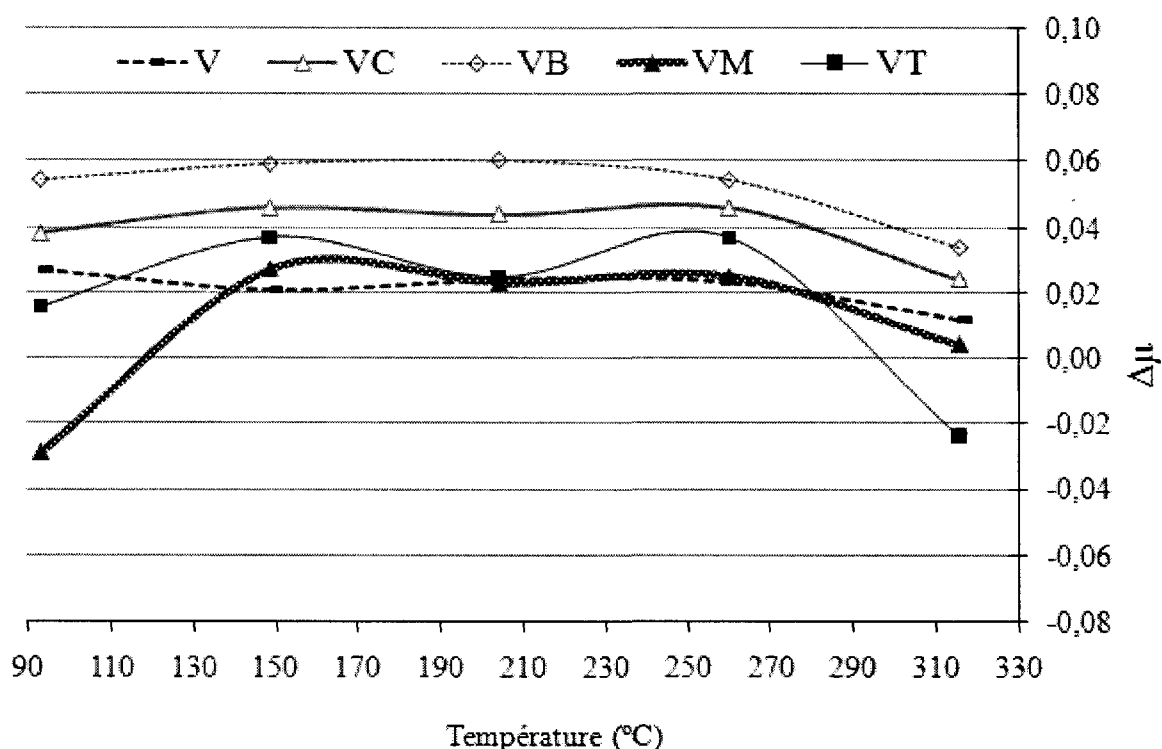


Figure 5.9 - Variation de $\Delta\mu$ durant les étapes de récupération pour les différents matériaux durant l'étape de recouvrement-2.

5.3.2 Comportement à l'usure

La figure 5.10 présente les résultats de la perte d'épaisseur et de masse des matériaux obtenus à la fin des tests de Chase. À partir de cette figure, on peut voir que le matériau VC affiche les plus faibles valeurs de perte d'épaisseur et de masse, suivi des matériaux VB et VT. Le matériau VM montre les valeurs de pertes les plus élevées. Dans ce cas aussi, on peut affirmer que la substitution d'une partie de vermiculite par le carbonate de calcium comme charge de remplissage améliore le comportement à l'usure des matériaux. Le matériau VM montre les valeurs de perte de masse et d'épaisseur les plus élevées. Ceci indique que la substitution d'une partie de vermiculite par du mica est déconseillée. On a observé des tendances semblables en pourcentage de perte

d'épaisseur qui est proportionnelle avec les pourcentages de perte de poids des matériaux.

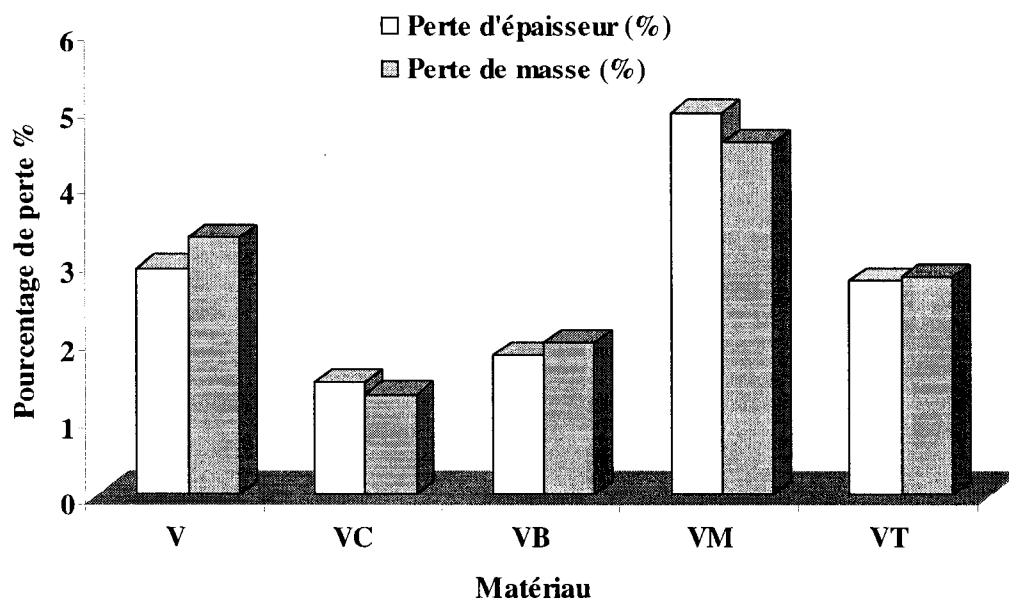


Figure 5.10 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.

5.3.3 Microscopie électronique à balayage

Les images prises au microscope électronique à balayage pour les surfaces usées des matériaux V, VC, VB, VM et VT après le test de Chase sont présentées sur la figure 5.11. On remarque que les matériaux VC et VB montrent des surfaces partiellement couvertes de plateaux secondaires et quelques particules de vermiculite apparaissent sur les deux surfaces. La surface étudiée du matériau VM montre un taux élevé de particules détachées, un nombre de plateaux secondaires moindre et des surface moins étendues. On rappelle que la présence des plateaux secondaires en grand nombre et de grande taille stabilisent le coefficient de frottement et protègent la surface des matériaux contre l'usure. Ces observations microscopiques nous permettent d'avancer que le taux

d'usure élevé du matériau VM semble dû au détachement des particules de mica et de vermiculite du matériau. Ces observations aident aussi à expliquer l'instabilité du coefficient de frottement enregistré lors du test de Chase qui peut être attribuée au faible nombre et à la petite taille des plateaux secondaires. L'observation des surfaces du matériau VT montre aussi une présence de particules détachées ainsi que des plateaux secondaires de petites tailles et en grand nombre. Ceci permet une meilleure stabilité du coefficient de frottement.

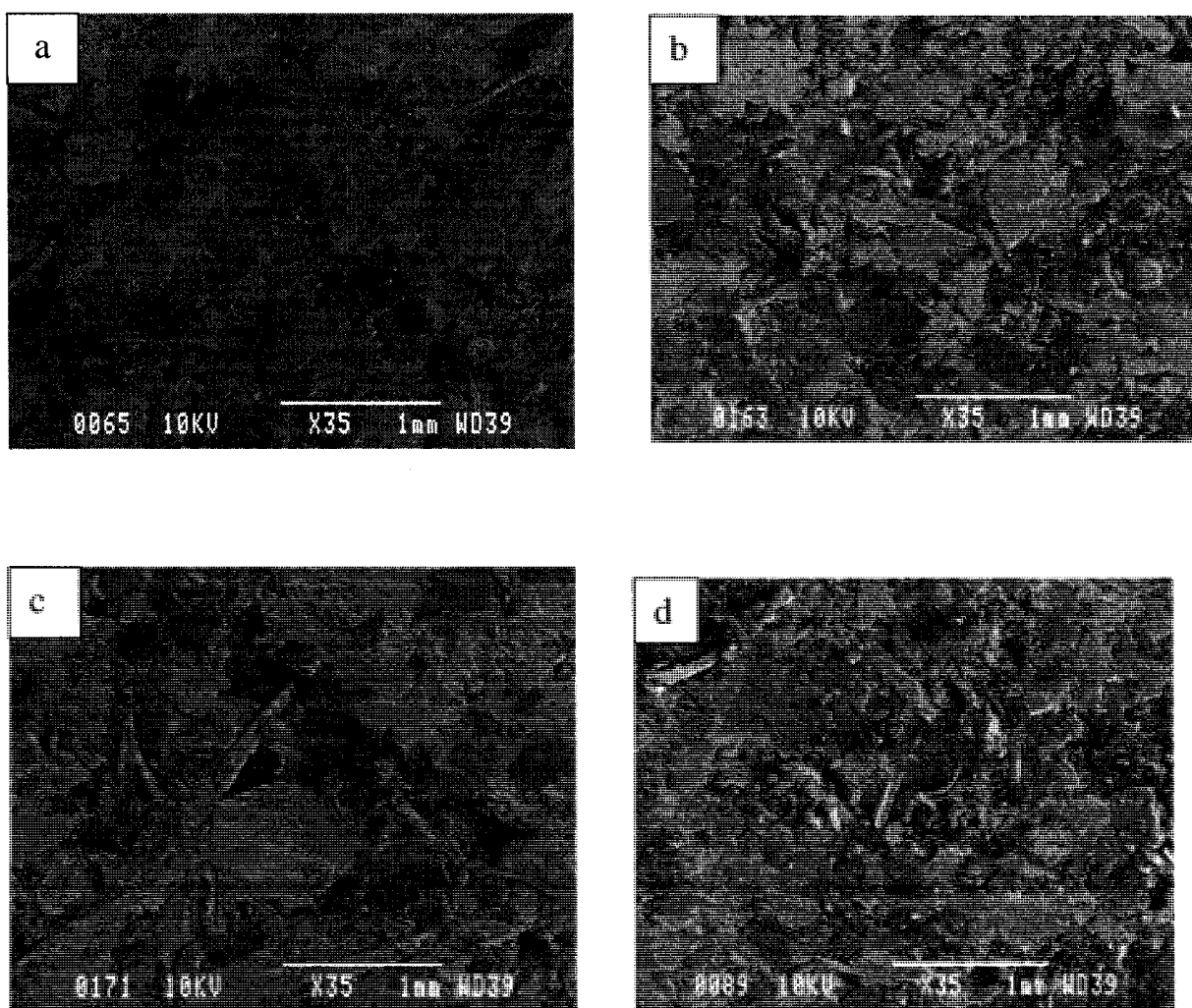


Figure 5.11 - Micrographes illustrant les surfaces usées après frottement des matériaux (a) VC, (b) VB, (c) VM et (d) VT.

5.4 Effet de la concentration de la baryte sur le comportement tribologique des matériaux de frottement

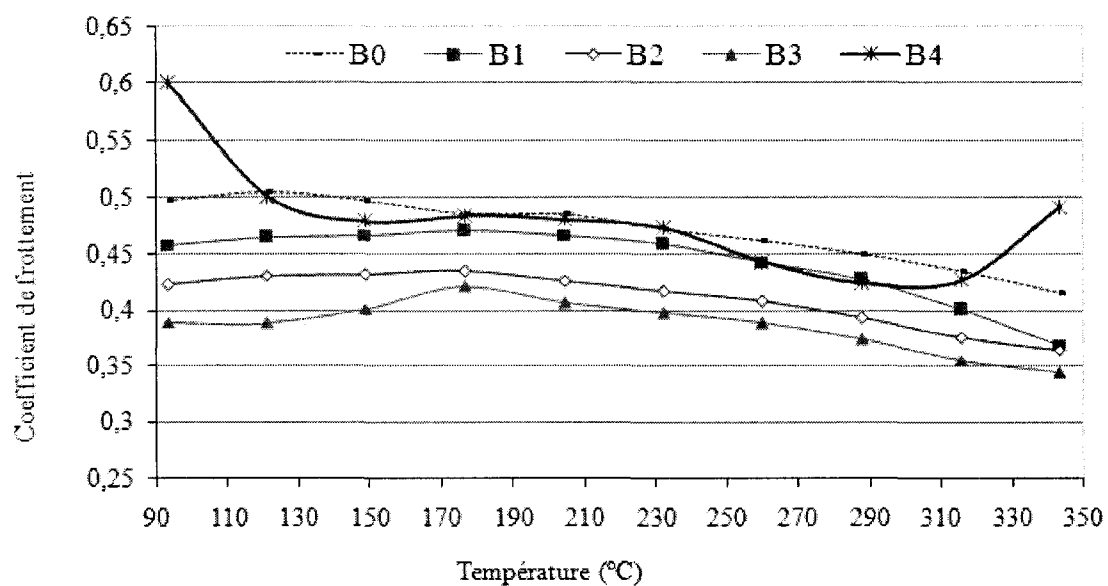
5.4.1 Effet de la concentration de la baryte sur le comportement au frottement

Les fabricants de matériaux de frottement utilisent beaucoup de baryte dans leurs formulations comme charge de remplissage afin d'augmenter la densité du matériau de frottement et diminuer le coût. Cependant, selon nos essais préliminaires, il s'est avéré que l'ajout de baryte dans les formulations faible métallique a un rôle négatif sur la performance de ces matériaux comme il était constaté dans les résultats précédents. Nous avons donc jugé utile d'approfondir notre étude afin de voir l'influence de la concentration de la baryte sur le comportement tribologique. Pour ce faire, cinq formulations faibles métalliques contenant chacune respectivement une concentration de 0, 10, 20, 30 et 40 % mass ont été fabriquées. Ces formulations sont respectivement désignées par B0, B1, B2, B3 et B4. Des tests de Chase ont été effectués sur ces formulations et seuls les segments de fade 2 et de recouvrement 2 sont exploités.

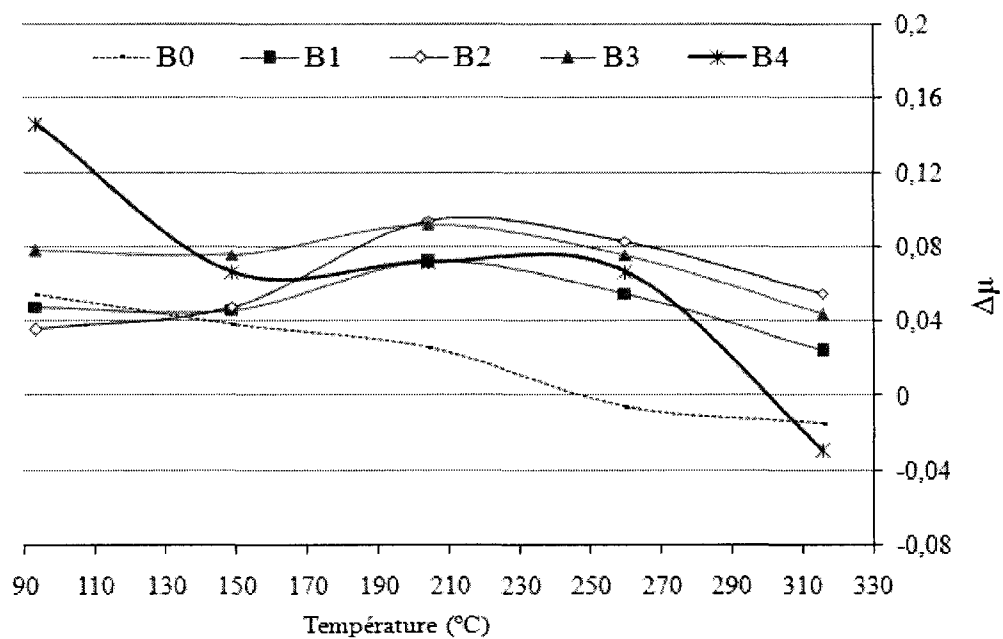
La figure 5.12a montre la variation du coefficient de frottement en fonction de la température durant l'étape de Fade-2 pour les différentes formulations étudiées. À partir de cette figure, on peut voir que le coefficient de frottement diminue au fur et à mesure de l'accroissement de la concentration de la charge de remplissage de baryte et ceci plus particulièrement pour les matériaux B1, B2 et B3. Pour ces derniers matériaux, on constate aussi une légère diminution du coefficient de frottement à partir de 180°C. Cette diminution implique que la charge de remplissage de baryte joue un rôle de lubrifiant dans les formulations de type faible métallique. L'effet lubrifiant de la charge de remplissage peut être attribuée à la présence de particules de soufre provenant de la baryte (BaSO_4) et qui sont transférées au film de frottement [113]. Ces particules, thermodynamiquement instables, fondent et peuvent se transformer en un fluide lubrifiant, ce qui fait diminuer le coefficient de frottement à haute température. Dans le

cas du matériau B4, on observe une instabilité du coefficient de frottement et ce comportement peut être expliqué par la teneur élevée de la baryte. Cette dernière, sous forme de poudre fine et de forte concentration, a tendance à s'agglomérer. Lors du frottement, un matériau contenant des agglomérations engendre une surface de contact non uniforme et donc une dispersion non uniforme des plateaux de contact. Cette non uniformité engendre à son tour un mauvais contact entre le disque et le matériau, ce qui entraîne une instabilité du coefficient de frottement.

Pour montrer l'effet de la concentration de baryte sur le comportement au frottement, nous avons calculé la différence entre le coefficient de frottement enregistré au fade-2 avec celui enregistré durant l'étape de récupération-2 (voir page 118). Les résultats sont présentés à la figure 5.12b pour les valeurs de $\Delta\mu$ pour l'étape de recouvrement-1. Il faut se rappeler qu'une valeur de $\Delta\mu$ élevée ou positive implique que le matériau de frottement n'arrive pas à atteindre son coefficient de frottement enregistré durant l'étape de fade-2 et ceci implique une mauvaise récupération. D'après la figure 5.12, on remarque que le matériau B0 affiche une augmentation de $\Delta\mu$ lors du refroidissement, cette augmentation indique que le matériau de base sans charge de remplissage ne récupère pas les valeurs de coefficient de frottements enregistrés durant l'étape de fade-2. Dans le cas des matériaux chargés baryte, on remarque bien que l'ajout des charges de remplissage de baryte (10%-B1) augmente les valeurs de $\Delta\mu$ comparativement au matériau B0 et ceci jusqu'à 210°C, après cette température les valeurs de $\Delta\mu$ rejoignent les valeurs enregistrées avec le matériau B. Dans le cas des matériaux B2 et B3, on observe la même tendance enregistrée avec le matériau B1. Pour le matériau B4 (40 % en masse de baryte), on remarque une variation aléatoire de $\Delta\mu$ lors du refroidissement du matériau. Ce résultat implique que l'ajout de baryte engendre une faiblesse dans le comportement de recouvrement du matériau de frottement à haute température et ceci indépendamment de la concentration.



(a)



(b)

Figure 5.12 - Courbes des différentes étapes du test de Chase pour les différents matériaux : a) fade- 2 et b) recouvrement-2.

5.4.2 Effet de la concentration de la baryte sur le comportement à l'usure

La figure 5.13 montre la perte de masse et la diminution d'épaisseur mesurées pour les cinq matériaux étudiés. À partir de cette figure, en comparant les valeurs d'usures des matériaux chargés baryte par rapport au matériau B0, on constate que l'augmentation de taux de baryte fait accroître le pourcentage de la perte massique et de la perte volumétrique des matériaux étudiés. Ce résultat implique que l'ajout de la charge de remplissage de type baryte à un effet négatif sur la résistance à l'usure des matériaux de frottement de type faible métallique et que le taux d'usure de ces matériaux de frottement dépend fortement de la quantité de baryte utilisée.

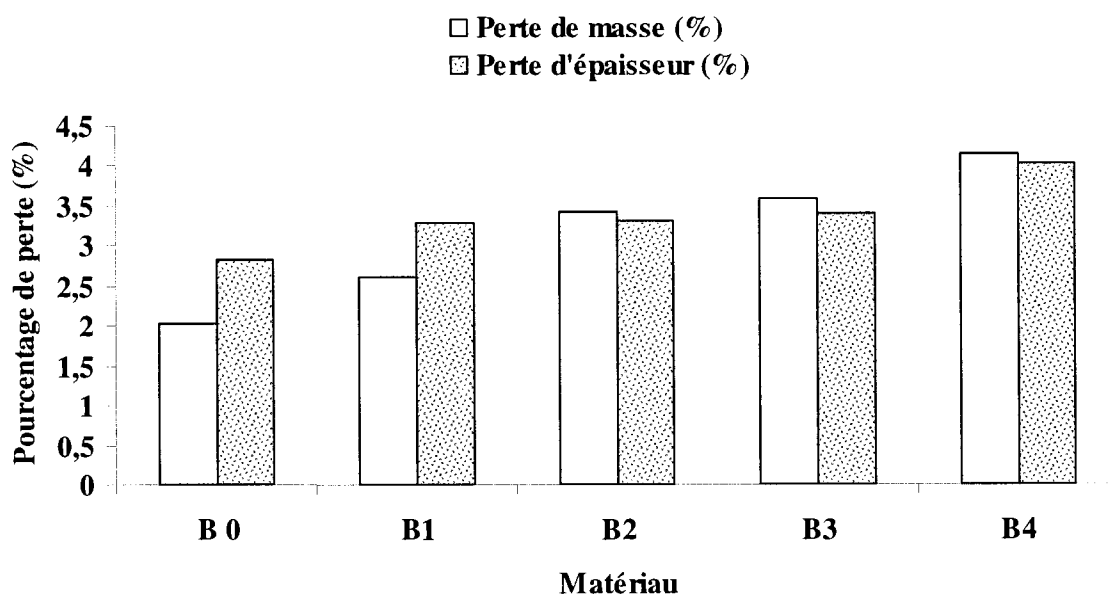


Figure 5.13 - Perte de masse et d'épaisseur des différents matériaux.

CHAPITRE 6 - DISCUSSION GÉNÉRALE

Cette discussion générale a pour but de récapituler les résultats importants de notre thèse de recherche. Les thèmes évoqués au cours du présent travail de recherche ont permis de comprendre et de mettre en évidence l'effet des paramètres de mise en œuvre ainsi que des constituants sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des garnitures de freins. Dans une première étape nous avons investigué l'effet des paramètres de cuisson sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement de type faible métallique destinés au freinage automobile. La deuxième étape a porté sur l'effet du type de la résine, de la concentration de ces résines ainsi que de la post-cuisson sur le comportement mécanique, physique et tribologique de ces matériaux. La troisième partie a été consacrée à l'étude de l'effet des charges de remplissage sur les propriétés mécaniques, physiques et tribologiques de ces mêmes matériaux.

6-1 Effet des paramètres de cuisson sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement

La présente discussion va porter sur l'influence des paramètres de mise en œuvre (pression, température et temps de moulage) sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique destinés au freinage automobile.

Le rôle de la pression de moulage est déterminant lors de la mise en œuvre des matériaux de frottement à base de résines polymériques. Les hautes pressions de moulage ont tendance à améliorer la consolidation des matériaux moulés et nos mesures du taux de porosité ont permis de mettre en évidence ce phénomène. Les matériaux utilisés dans notre étude sont à base de résine de type phénolique et lors de la cuisson de ces résines par polycondensation, on assiste à la génération de matières

volatiles. Si ces matières ne sont pas évacuées lors de la cuisson, elles engendrent des microvides à l'intérieur des matériaux. L'application de pressions élevées permet le confinement de ces matières volatiles ainsi que le compactage des matériaux ce qui mène à une diminution de la porosité dans les matériaux.

Une diminution de la porosité est aussi constatée avec l'accroissement de la température de moulage. Lors de l'accroissement de la température, la viscosité de la résine diminue ce qui permet une bonne mouillabilité des différents constituants du matériau. De ce fait l'adhésion entre la résine et ces ingrédients est améliorée engendrant ainsi une diminution du taux de vide dans le matériau.

On a aussi montré que le temps de moulage a aussi un effet significatif sur le taux de porosité des matériaux moulés. Un temps de moulage assez long permet une uniformisation de la température à travers le matériau et une meilleure évacuation des matières volatiles. Cependant, lorsque le temps de moulage est assez court, le matériau de frottement contenant la résine polymérique se réchauffe moins vite lors de l'application de la pression de moulage. Lors du démoulage, la réticulation de la résine est incomplète ce qui mène à un matériau partiellement consolidé.

Nous avons constaté que tous les matériaux moulés gonflent et les valeurs de gonflement dépendent des paramètres de moulage. L'accroissement de la pression de moulage fait augmenter les valeurs de gonflement des matériaux. Ceci s'explique par le fait qu'une pression élevée fait diminuer le taux d'évacuation des matières volatiles lors de la cuisson en exerçant une force élevée lors de la fusion et de l'écoulement de la résine. Lors des tests de gonflement ces matières volatiles confinées reprennent de l'expansion et les matériaux gonflent.

Avec l'accroissement du temps de moulage les valeurs de gonflement diminuent. Cette diminution a été associée au fait que les matières volatiles générées lors de la cuisson

des résines phénoliques ont suffisamment de temps pour être évacuées du matériau ce qui engendre une diminution de la pression interne.

Lors des tests de gonflement, des fissures et des boursouflures en surface sont apparues sur les échantillons qui ont été fabriqués avec des températures de moulage et des temps de séjour élevés. Une température de moulage élevée engendre un dégagement excessif des gaz internes et donc accélère la formation des matières volatiles. La pression interne est donc beaucoup plus élevée, ce qui provoque plus de gonflement.

Nous avons noté que l'accroissement de la pression de moulage fait aussi augmenter le taux de croissance. Une pression de moulage élevée a pour effet de produire des matériaux hautement consolidés avec des quantités minimales de microvides ce qui empêche une évacuation complète des matières volatiles résiduelles. De même, l'accroissement de la température de moulage fait augmenter aussi les valeurs de croissance. Ceci peut être expliqué par la quantité élevée des matières volatiles générées lors du moulage de la résine à haute température. Enfin, nous avons constaté que le taux de croissance diminue avec l'accroissement du temps de moulage. Cette tendance a été attribuée à la diminution de la teneur en matières volatiles résiduelles lors de l'augmentation du temps de moulage.

Des essais de flexion trois points et de compression sous conditions statiques ont été effectués afin de déterminer les résistances et les modules en compression et en flexion des matériaux. Ces résultats montrent que la pression, la température et le temps de moulage influent de manière significative sur les résistances et les modules de compression et de flexion. L'accroissement de la pression de moulage améliore les résistances en compression et en flexion de ces matériaux. Ces améliorations peuvent être attribuées à l'augmentation de la mobilité de la résine durant la cuisson à haute pression ce qui engendre moins de vide dans le matériau. L'adhérence entre la résine et les différents constituants du matériau devient plus efficace que lors du moulage à basse pression. Cette augmentation de l'adhérence améliore aussi l'efficacité de transfert de

charge de la résine vers les constituants de renforcement ce qui est d'un apport certain sur les propriétés mécaniques globales du matériau.

On note aussi que la résistance en compression croît graduellement avec l'augmentation du temps de moulage. Ceci a été expliqué par le fait qu'un temps de moulage assez long permis une amélioration de la mouillabilité des ingrédients par la résine, ce qui favorise l'adhésion des différents ingrédients et engendre ainsi une diminution du taux de vide.

Nous avons aussi noté qu'une combinaison d'une faible pression avec une basse température de moulage engendre des matériaux avec des rigidités trop faibles. Ceci est attribué à la présence des défauts internes dans ces matériaux suite à une mauvaise cuisson de la résine au cours du procédé de moulage. Dans le cas des pressions de moulage élevées, l'accroissement de la température engendre une augmentation de la rigidité des matériaux, cependant l'écart entre les différentes rigidités est moins prononcé qu'aux faibles pressions.

L'effet des paramètres de cuisson sur le comportement tribologique des matériaux lors de freinage a été mis en évidence grâce aux différentes étapes du test de Chase. Nous rappelons que les étapes des lignes de base-1 et de base-2 permettent d'évaluer le comportement des matériaux de frottement étudiés lors d'un freinage répété. Les résultats obtenus des ces deux premières étapes du test de Chase permettent d'affirmer que l'augmentation de la température de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement et fait aussi accroître les valeurs de coefficient de frottement aux temps de moulage assez courts. D'autre part, l'accroissement de la pression de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement des matériaux moulés avec un temps de moulage assez long. Cependant, à un temps de moulage assez court, la pression de moulage n'influence pas les valeurs de coefficient de frottement des matériaux.

Pour le comportement des matériaux étudiés lors d'un freinage à haute température (étapes de fade 1 et 2), on note clairement que l'augmentation de la température de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement et fait accroître de manière significative les valeurs de coefficient de frottement des matériaux moulés à un temps de moulage assez court. Cependant, pour un temps de moulage assez long, l'augmentation de la température de moulage fait accroître seulement les valeurs du coefficient de frottement initial. D'autre part, l'augmentation de la pression de moulage présente un effet négligeable sur les valeurs des coefficients de frottement de ces matériaux lors d'un freinage à haute température

Pour le comportement en récupération des matériaux, les deux étapes de recouvrement-1 et 2 ont été analysées. Il a été montré que la température de moulage influence fortement le comportement de recouvrement des matériaux ayant un temps de moulage assez court ou une meilleure stabilité et un meilleur recouvrement du coefficient de frottement lors de refroidissement sont observés avec les matériaux moulés à basse température. Cependant, l'accroissement de la température de moulage a un effet moindre sur le comportement de recouvrement des matériaux à un temps de moulage assez long. D'autre part, une pression de moulage élevée combinée à un temps de moulage assez long aide à stabiliser les valeurs des coefficients de frottement des matériaux. Cependant, une combinaison d'une pression de moulage élevée et d'un temps de moulage assez court n'a pas d'effet sur les valeurs de ces coefficients.

La résistance à l'usure de nos matériaux a été évaluée à la fin des tests de Chase. Les résultats ont montré que l'accroissement de la pression améliore la résistance à l'usure de ces matériaux. On remarque une augmentation de la résistance à l'usure avec l'accroissement de la température de moulage et cette augmentation est plus prononcée avec les matériaux moulés à faible pression de moulage. La faible résistance à l'usure enregistrée avec les matériaux moulés à basse température et un court temps de moulage a été attribuée à la faible adhésion entre les différents constituants du matériau

de frottement. Une faible adhésion est due essentiellement à la cuisson incomplète de ces matériaux où le détachement des constituants est favorisé. Nous avons constaté aussi que le fait d'accroître le temps de moulage améliore la résistance à l'usure des matériaux moulés.

6-2 Effet de la résine sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement

Nous rappelons que lors de l'étude de l'effet du type et de la concentration de résines, nous avons sélectionné quatre résines commerciales de type phénoliques. Ces dernières sont essentiellement une résine phénolique non modifiée (S), une résine phénolique modifiée avec du caoutchouc acrylonitrile-butadiène (N), une résine phénolique modifiée avec de l'époxy (E) et enfin une résine phénolique modifiée avec du phosphore (RP). Pour chaque résine, nous avons utilisé trois concentrations différentes 6 (S1), 12 (S2) et 18 % (S3) en masse. Afin de déterminer l'effet de la post-cuisson, une partie des matériaux fabriqués avec ces résines a subi un traitement thermique (post-cuisson) à une température de 200°C, pendant une durée de deux heures.

Dans une première étape, nous avons étudié les propriétés mécaniques des matériaux moulés. Les résultats des tests mécaniques effectués ont montré que l'augmentation du taux de résine améliore les résistances et les modules en compression et en flexion des matériaux. L'amélioration de ces propriétés mécaniques a été attribuée à une meilleure mouillabilité des différents constituants qui composent le matériau ce qui engendre ainsi des fortes liaisons entre ces différents ingrédients et par conséquent fait accroître ces résistances et ces modules. Les essais ont aussi montré que le matériau RP affiche les meilleures propriétés mécaniques comparativement aux matériaux E, N et S. Ces bonnes propriétés mécaniques ont été expliquées par le fait que la résine RP possède de bonnes propriétés adhésives comparativement aux autres résines.

Dans le cas des mesures des densités nous avons remarqué une tendance qui se vérifie autant pour les matériaux de frottement post-cuits que non post-cuits. La valeur de la densité diminue lorsque la concentration de résine augmente dans la formulation et les matériaux à base de résine E affiche la densité la plus élevée suivis des matériaux RP, S et N.

Les résultats de gonflement et de croissance obtenus ont montré d'une manière claire que les valeurs du gonflement et de croissance augmentent avec l'accroissement du taux de résine et ceci pour tous les matériaux. L'augmentation des valeurs de gonflement et de croissance en fonction du taux de résine peut être associée à la concentration élevée de matières volatiles résiduelles emprisonnées lors de la cuisson. Les valeurs du gonflement du matériau E sont les plus élevées suivies de RP puis de S et enfin de N. D'autre part, nous avons vu que les matériaux S et N exhibent des valeurs de croissance plus élevées par rapport aux matériaux E et RP. Ce qui nous laisse suggérer qu'afin d'améliorer la stabilité dimensionnelle des matériaux à base de ces deux résines nous recommandons un traitement thermique additionnel.

Pour le comportement au frottement et durant les étapes des lignes de base-1 et de base-2, nous avons constaté dans le cas des matériaux non post-cuits que le matériau de frottement contenant 6% de résine (S1) exhibe des valeurs de coefficients de frottement élevées suivi des matériaux contenant 12 (S2) et 18 % (S3) de résine. Ceci implique que l'augmentation de la concentration de résine fait diminuer le coefficient de frottement et améliore la stabilité du coefficient de frottement. D'autre part, la post-cuisson de ces matériaux a engendré une diminution des valeurs de coefficient de frottement comparativement aux matériaux non post-cuits. Ceci nous permet d'avancer que la post-cuisson des matériaux de frottement de type faible métallique stabilise et fait diminuer le coefficient de frottement lors de freinage répété. Pour les formulations contenant différentes résines, nous avons noté des variations du coefficient de

frottement des matériaux E et N. Cependant, les matériaux S et RP affichent une meilleure stabilité du coefficient de frottement.

Pour le comportement des matériaux de frottement étudiés lors d'un freinage à haute température nous avons noté que l'augmentation du taux de résine fait diminuer le coefficient de frottement des matériaux. Une meilleure stabilité du coefficient en fonction de l'accroissement de la température est enregistrée avec le matériau à base de 18% de résine. La post-cuisson permet aussi une amélioration significative de la stabilité du coefficient de frottement et ceci pour les trois concentrations. La comparaison entre les différents matériaux, nous a permis d'observer une meilleure stabilité du coefficient de frottement en fonction de la température pour les matériaux RP et E comparativement aux matériaux S et N.

Pour le comportement de récupération (recouvrement), nous avons constaté que le matériau contenant 6% de résine possède une perte du coefficient de frottement plus élevée suivi du matériau contenant 18 ensuite 12% de résine. La même tendance est aussi observée pour les matériaux post-cuits sauf que la perte de frottement est moins prononcée comparativement aux matériaux non post-cuits. Les valeurs de perte de recouvrement sont plus élevées pour le matériau à base de résine E, suivies du matériau à base de résine S, puis de N et enfin de RP.

La résistance à l'usure a été quantifiée par les données de perte de masse des échantillons enregistrées à la fin des tests de Chase. Il a été constaté que la résistance à l'usure diminue avec l'augmentation de la concentration de la résine et que cette résistance est meilleure dans le cas des matériaux post-cuits comparativement aux matériaux non post-cuits. La faible résistance à l'usure des matériaux contenant une faible concentration de résine est due à la faible force d'adhésion entre cette résine et les différents ingrédients qui composent le matériau de frottement. Cette faible adhésion

favorise un détachement plus facile des particules solides et donc une usure plus prononcée.

Pour les valeurs d'usure des matériaux à base de différentes résines, nous avons constaté que le matériau S non-post cuit exhibe la meilleure résistance à l'usure suivi des matériaux, E, N et RP. La même tendance est observée pour les matériaux post-cuits. Cependant la résistance à l'usure de ces derniers est légèrement supérieure. Ceci nous permet d'avancer que le traitement thermique est bénéfique pour les matériaux de frottement afin d'améliorer leur résistance à l'usure.

6-3 Effet des charges de remplissage comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement

L'ajout des charges de remplissage a généralement pour but de diminuer le coût des matériaux de frottement. Cependant, ces charges risquent d'affecter les caractéristiques mécaniques, physiques et tribologiques de ces matériaux. Toute la question est donc de connaître l'étendue de ces effets. Six différents types de charges ont été incorporés dans les matériaux de frottement afin de comparer leurs influence sur les propriétés de ces matériaux et d'en déduire ainsi une combinaison de charge de remplissage qui améliorerait le comportement tribologique des matériaux de frottement. Les charges de remplissage sélectionnées sont: sulfate de baryum (baryte- B), carbonate de calcium (C), carbonate de calcium pulvérisé (piqua-P), mica (M), vermiculite expansée (V) et talc (T).

La caractérisation mécanique a montré que le matériau de frottement à base de baryte exhibe des résistances et des modules en flexion et en compression plus élevés comparativement à tous les autres matériaux. Pour les matériaux (C) et (P), les résistances en compression et en flexion sont comparables à celles du matériau sans charge de remplissage (LM). Cependant, leurs modules en flexion et en compression

sont plus faibles. Les matériaux (M) et (V) montrent une résistance et un module en flexion faibles tandis que leurs résistances et leurs modules en compression sont plus élevés par rapport au matériau LM. Dans le cas du matériau (T), les propriétés en flexion sont supérieures à celles du matériau LM alors que les propriétés en compression y sont plus faibles. Les valeurs élevées de résistance et de module des matériaux B, C et P comparativement à celles des matériaux V et M a été attribuée à la forme physique des charges de remplissage de baryte, de carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé qui sont sous forme de poudres fines alors que les charges de vermiculite et de mica sont sous forme de particules plus grosses et irrégulières. La présence de charges sous forme de poudre fine permet une meilleure mouillabilité par la résine ce qui engendre donc plus d'homogénéité dans le matériau de frottement.

L'ajout des charges de sulfate de baryum, de carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé fait diminuer les valeurs de gonflement et de croissance des matériaux de frottement. Par contre, l'ajout de mica, de vermiculite expansée et du talc fait accroître les valeurs de gonflement et de croissance de ces matériaux. Dans le premier cas, la tendance a été attribuée au fait que l'ajout des charges sous forme de poudre minérale ayant une dilatation thermique très faible entraîne une meilleure stabilité dimensionnelle de ces matériaux. Cependant, dans le deuxième cas, les charges sont sous forme de feuille ce qui fait que les valeurs de gonflement augmentent. La valeur de gonflement la plus élevée est enregistrée avec le matériau à base de charge de mica. Il est connu que ce dernier est un minéral sous forme de lamelles, qui renferme jusqu'à 4 % d'eau chimiquement piégée. En présence de chaleur, la vaporisation de l'eau piégée force les lamelles à prendre de l'expansion, ce qui gonfle le matériau. Même si les deux charges V et M appartiennent à la même famille de mica, le matériau V exhibe des valeurs de gonflement inférieures à celles du matériau M. Cette différence a été attribuée au fait que le vermicule expansé provient du traitement thermique de mica sous forme brute dont l'eau emprisonnée a été évacuée.

L'étude du comportement des matériaux de frottement lors d'un freinage à haute température a permis de mettre en évidence une meilleure stabilité du coefficient de frottement et ainsi qu'une meilleure résistance au fade pour les matériaux C et P. Dans le cas du matériau B, la présence de charge de remplissage de baryte n'apporte pas, dans ce cas, d'amélioration à la résistance au fade des matériaux faibles métalliques. Les matériaux V et M présentent une diminution du coefficient de frottement et affichent des valeurs presque identiques. Cette ressemblance est due au fait que la vermiculite et le mica appartiennent à la même famille chimique et ont des propriétés très semblables. Le matériau T, par contre, exhibe des valeurs du coefficient de frottement supérieures et plus stables par rapport à tous les autres matériaux jusqu'à température de 235°C et au delà de cette température le coefficient de frottement commence à chuter.

Pour le comportement au recouvrement, on peut conclure que l'ajout des charges de remplissage B, C et P n'influence pas vraiment le comportement de récupération des matériaux de frottement. Ceci peut être attribué à la nature minérale inerte de ce type de charge de remplissage. Dans le cas des matériaux M et T, les résultats observés durant l'étape de recouvrement 1 et 2 nous laissent croire que le comportement de récupération de ces deux matériaux dépend de l'histoire thermique subie par ces matériaux. Pour le matériau V, une meilleure stabilité est enregistrée durant l'étape de recouvrement 1 et 2 ce qui indique l'effet bénéfique de la charge de vermiculite.

En ce qui concerne la résistance à l'usure, les matériaux P et C présentent les meilleures valeurs, ce qui montre que l'ajout du carbonate de calcium a un apport bénéfique pour cette propriété. Les matériaux B, M, V et T exhibent des faibles valeurs de résistance. Dans le cas du matériau B la faible résistance à l'usure enregistrée est attribuée à la mauvaise combinaison du baryte avec la poudre de fer et la laine d'acier qui entrent dans la composition des matériaux étudiés. Dans le cas des matériaux M, V et T, la faible résistance à l'usure semble due principalement au détachement des particules de

charge de remplissage lors du frottement. Ce détachement est facilité par la forme des particules qui génèrent des vides et qui agissent comme fissures intensifiant ainsi l'usure des matériaux. Ceci a été confirmé par les observations au microscope MEB effectuées sur les surfaces usées.

L'étude de l'effet des charges sur le comportement tribologique nous a montré que l'ajout de vermiculite améliore le comportement de récupération des matériaux de frottement. Cependant, on a remarqué aussi qu'il produit une légère diminution de la résistance à l'usure de ces formulations. Dans ce cas la combinaison de vermiculite avec les charges de baryte (VB), de carbonate de calcium (VC), de mica (VM) et de talc (VT) a été jugé pertinente afin d'en déduire une combinaison optimale.

Les variations du coefficient de frottement lors d'un freinage à haute température a permis de constater que c'est la combinaison vermiculite/carbonate de calcium qui présente un avantage certain pour les formulations de type faible métallique. Avec le matériau VM, une instabilité du coefficient a été constatée ceci nous permet d'avancer que l'utilisation du mica comme charge dans les formulations faibles métalliques est fortement déconseillée.

Pour la résistance à l'usure, le matériau VC affiche les plus faibles valeurs, suivi des matériaux VB et VT, tandis que le matériau VM montre les valeurs d'usure les plus élevées. Dans ce cas, on peut affirmer que la substitution d'une partie de vermiculite par le carbonate de calcium comme charge de remplissage améliore le comportement à l'usure des matériaux. Cependant, la substitution d'une partie de vermiculite par du mica est déconseillée.

L'influence de la concentration de la charge de Baryte sur le comportement tribologique des matériaux de frottement a permis de mettre en évidence l'effet lubrifiant de cette charge. Nous avons mis en évidence le fait que l'incorporation de la charge de baryte

entraîne une perte d'efficacité au freinage à haute température ainsi qu'un faible comportement de recouvrement. L'ajout de baryte a aussi un autre effet négatif sur la résistance à l'usure. Cette dernière diminue avec l'accroissement du taux de baryte contenue dans la formulation. Cette faible résistance à l'usure observée est attribuée comme signalée précédemment à la mauvaise combinaison des particules de baryte avec la poudre de fer et la laine d'acier qui entrent dans la composition des matériaux étudiés.

CONCLUSION

Dans la présente thèse nous avons étudié trois sujets principaux: Au début nous avons étudié l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des matériaux de frottement de type faible métallique destinés au freinage automobile. Par la suite nous avons entamé une étude sur l'effet de type et de la concentration de résine sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques de ces matériaux. Finalement, nous avons élargi notre étude à l'évaluation de l'effet des charges de remplissage sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des mêmes matériaux.

L'évaluation de l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les propriétés des matériaux de frottement nous a permis de constater que les hautes pressions de moulage ont tendance à diminuer le taux de porosité des matériaux de frottement. Une diminution de la porosité est aussi constatée avec l'accroissement de la température et du temps de cycle de moulage. L'accroissement de la pression et de la température de moulage fait augmenter les valeurs de gonflement et de croissance des matériaux. Cependant, le taux de gonflement et de croissance diminuent avec l'accroissement du temps de moulage.

L'effet des paramètres de cuisson sur le comportement tribologique a été mis en évidence grâce aux différentes étapes du test de Chase. Pour le comportement des matériaux lors d'un *freinage répété*, il est montré que l'augmentation de la température de moulage améliore la stabilité du coefficient de frottement et fait accroître sa valeur pour des cycles de moulage assez courts. D'autre part, l'effet bénéfique de l'augmentation la pression de moulage sur la stabilité du coefficient de frottement devient notable pour des cycles de moulage suffisamment longs. Dans le cas du *freinage à haute température*, nous avons constaté que la stabilité de coefficient de frottement et sa valeur sont améliorées en combinant une haute température et un cycle

de moulage court. Cependant, pour un temps de moulage assez long, l'augmentation de la température de moulage fait accroître seulement les valeurs du *coefficient de frottement initial*. Nous avons noté aussi que l'augmentation de la pression de moulage présente un effet négligeable sur les valeurs des coefficients de frottement de ces matériaux.

Les résultats des mesures d'usure ont montré que l'accroissement de la pression de moulage améliore d'une manière significative la résistance à l'usure des matériaux de frottement. En ce qui concerne la température de moulage, on a constaté que l'accroissement de la température de moulage fait augmenter la résistance à l'usure et l'augmentation est plus prononcée avec les matériaux moulés à faible pression. Nous avons constaté aussi que le fait d'accroître le temps de moulage améliore la résistance à l'usure des matériaux moulés.

L'étude de l'effet du type de la résine, de la concentration et de la post-cuisson a montré ce qui suit :

- l'augmentation du taux de résine améliore les propriétés mécaniques et fait accroître les valeurs de gonflement et de croissance des matériaux de frottement,
- accroître le taux de résine fait diminuer les valeurs de coefficients de frottement et améliore la stabilité de ces coefficients lors d'un freinage répété et lors d'un freinage à haute température,
- la résistance à l'usure augmente avec l'augmentation de la concentration de la résine.
- le traitement thermique (post-cuisson) stabilise et fait diminuer les valeurs des coefficients de frottement lors d'un freinage répété et porte une amélioration significative à la stabilité du coefficient de frottement lors d'un freinage à haute température.
- la post-cuisson améliore la résistance à l'usure des matériaux de frottement.

L'étude de l'effet des charges de remplissage sur le comportement physique, mécanique et tribologique des matériaux de frottement a montré ce qui suit :

- l'ajout des charges de remplissage de sulfate de baryum, de carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé améliore les propriétés mécaniques et fait diminuer les valeurs de gonflement et de croissance des matériaux de frottement.
- l'ajout de mica, de vermiculite expansée et du talc fait accroître les valeurs de gonflement et de croissance de ces matériaux et engendre une diminution des propriétés mécaniques.
- les matériaux à base de carbonate de calcium et de carbonate de calcium pulvérisé présentent une meilleure stabilité du coefficient de frottement et ainsi qu'une meilleure résistance au fade lors d'un freinage à haute température.
- la présence de charge de remplissage de sulfate de baryum entraîne une faible résistance au fade.
- L'ajout de vermiculite expansée améliore le comportement de recouvrement des matériaux de frottement.
- En termes de résistance à l'usure, l'ajout du carbonate de calcium et du carbonate de calcium pulvérisé a un apport bénéfique pour cette propriété,
- l'ajout de sulfate de baryum, de mica, de vermiculite expansée et du talc fait diminuer la résistance à l'usure des matériaux de frottement.

L'ensemble des travaux exposés dans cette thèse démontrent que toute modification au niveau des ingrédients et des conditions de mise en œuvre affecte la réponse au freinage des garnitures de freins à différents niveaux : fade, freinage répété, freinage haute température, recouvrement, usure etc. Un approfondissement de l'analyse des résultats de ces travaux permettrait probablement de mieux rationaliser ces effets et donc de produire des garnitures de freins adaptées aux besoins, petites voitures, utilitaires, sportives, etc. En effet, à date, le domaine de l'industrie des freins semble plus régi par l'empirisme et les essais réels que par les sciences des matériaux et la tribologie.

CONTRIBUTION ORIGINALE

Les garnitures de freins de type semi métallique sont apparues sur le marché dans les années 70. Ces garnitures sont comparativement moins chères que les autres types de garnitures mais exhibent des faibles propriétés au freinage à cause de la teneur élevée des ingrédients métalliques (bruit, faible efficacité de freinage à basse température, faible résistance à l'usure). Pour éviter ces problèmes, l'industrie a proposé deux solutions : les garnitures dites «céramiques» et les garnitures dites «organiques». Cependant, les garnitures «céramiques» sont très chères et les garnitures «organiques» ne couvrent que les petits véhicules à cause de leur performance de freinage limitée à haute température. Notre recherche bibliographique nous a montré que peu d'importance a été consacrée au développement des formulations de frottement de type faible-métallique. D'où un manque de compréhension du comportement tribologique de cette catégorie de garniture. Notre première contribution originale est d'avoir permis de mieux comprendre le comportement de ces matériaux à travers les essais de Chase. Ceci permettra de relancer le développement à grande échelle de ce type de garniture qui peut être considéré comme une meilleure alternative aux garnitures semi-métalliques, céramiques et organiques

Notre deuxième contribution originale est d'avoir mis clairement en évidence l'effet des paramètres de moulage (la pression, la température et le temps de moulage) sur les propriétés physiques, mécaniques et tribologiques des garnitures de freins de type faible métallique. Il faut signaler que c'est la première fois dans la littérature ouverte que les propriétés tribologiques ont été investiguées de façon approfondie à travers les différents modes de freinage : freinage répété, freinage à haute température et recouvrement. Ceci est d'autant plus pertinent que la pratique courante montre que lors du développement de nouvelles formulations destinées aux garnitures de frein, les industriels font varier les ingrédients qui composent la formulation sans tenir compte de l'importance de l'effet des paramètres de mise en œuvre sur les performances de ces

garnitures. En effet, les industriels se basent principalement sur des données fournies par le fournisseur de matières premières pour fixer les valeurs de ces paramètres. Or les paramètres de fabrication doivent être ajustés afin d'accroître les performances des garnitures moulées.

L'effet de la résine sur les propriétés physiques et tribologiques des matériaux fabriqués par le procédé de moulage positif n'a jamais été abordé dans la littérature scientifique. Et encore là, cette thèse contribue à faire connaître l'importance du choix du type de résine. Nous avons montré que le procédé de moulage positif permet d'utiliser de très faibles taux de résines, donc moins de *fade*, tout en conservant suffisamment d'intégrité mécanique pour la garniture.

Les charges de remplissage sont des ingrédients de forme et de natures chimiques très différentes les uns des autres et qui sont considérées comme des constituants inertes dans le domaine des matériaux composites traditionnels. Nos travaux de recherche ont montré de façon claire que l'incorporation de ces charges dans les matériaux de frottement de type faible métallique influence fortement les propriétés tribologiques de ces matériaux.

Enfin, notre contribution originale la plus importante est de mettre à la disposition des chercheurs et surtout des industriels une base de données assez vaste sur les formulations de type faible métallique ce qui permettra de mieux comprendre leurs comportement (physiques, mécaniques et tribologiques) de ces formulations et d'améliorer leurs performances.

RÉFÉRENCES

- [1] Giuliana, D., et al. (1996). Application of chemometrics to the production of friction materials: Analysis of previous data and search of new formulations. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 32, 245-255.
- [2] Roussette, O., et al. (2001). Comportement tribologique en freinage à haute énergie de garnitures en matériaux organiques. *Journées Internationales Francophones de Tribologie (JIFT 2001)*. OBERNAI : SIRPE Editor, 36-48.
- [3] Metzler, H. (1990). Brake rotor. Friction partner of brake linings. *1990 SAE International Congress and Exposition*. Detroit, MI, USA: SAE, Warrendale. 1-21.
- [4] Rainbolt, J.D. (1975). Effects of disk material selection on disk brake rotor configuration. *SAE Preprints*. Technical Paper Series no.750733. 22 p.
- [5] Rhee, S.K. et al. (1972). Effects of surface roughness of brake drum on coefficient of friction and lining wear. *SAE Preprints*. Technical Paper Series no.720449. 8 p.
- [6] Davis, J.R. (1992). *ASM handbook*. Materials Park, Ohio: ASM International. 942 p.
- [7] Rhee, S.K., Ducharme, R.T. and Spurgeon, W.M. (1972). Characterization of cast iron friction surfaces. *SAE Preprints*. Technical Paper Series no.720056. 7 p.
- [8] Libsh, T. and Rhee, S.K. (1979). The effects of compositional variations in heavy truck rotors upon rotor and pad wear. *Wear of Materials*. 34(3), 350-358.
- [9] Zhang, Y., Chen, Y., He, R. and Shen, B. (1993). Investigation of tribological properties of brake shoe materials - phosphorous cast irons with different graphite morphologies. *Wear*. 166 (2), 179-186.

- [10] Hecht, R.L. et al. (1996). Thermal properties of gray cast irons. *SAE Preprints*. 962126. 9 p.
- [11] Jimbo, Y., Mibe, T., Akiyama, K., Matsui, H., Yoshida, M. and Ozawa, A. (1990). Development of high thermal conductivity cast iron for brake disk rotors. *1990 SAE International Congress and Exposition*. Detroit, MI, USA: SAE, Warrendale. 22-28.
- [12] Cho, M.H., Kim, S.J., Basch, R.H., Fash, J.W. and Jang, H. (2003). Tribological study of gray cast iron with automotive brake linings: The effect of rotor microstructure. *Tribology International*. 36 (7), 537-545.
- [13] Rhee, S.K. et al. (1972). Wear of metal-reinforced phenolic resins. *Wear*.18, 471-477.
- [14] Kwon, S.J. and Goo, B.C. (2000). Study on the friction and wear characteristics of brake pads for Al MMC brake disc. *Key Engineering Materials: 4th International Conference on Fracture and Strength of Solids*. Pohang, South Korea: Trans Tech Publications Ltd, Switzerland.183, 1225-1230.
- [15] Lu, Y., Tang, C.-F. and Wright, M.A. (2002). Optimization of a commercial brake pad formulation. *Journal of Applied Polymer Science*. 84 (13), 2498-2504.
- [16] Bijwe, J. (1997). Composites as friction materials: Recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials-A review. *Polymer Composites* 18 (3), 378-396.
- [17] Jacko, M.G. and Rhee, S.K. (1983). Brake linings and clutch facings, in: M. Grayson (Ed.), *Encyclopaedia of Composite Materials and Components*, Wiley, 144-154.

- [18] Jacko, M.G. (1978). Physical and chemical changes of organic disc pads in service, *Wear*. 46, 163–175.
- [19] Rhee, S. K. (1974). Wear Mechanisms for Asbestos-Reinforced Automotive Friction Materials. *Wear*, 29 (3), 391-393.
- [20] Bowden, F.P. and Tabor, D. (1964). The Friction and Lubrication of Solids, Clarendon Press, Oxford, Chapter 13.
- [21] Dow, T.A. (1980). Thermoelastic effects in brakes, *Wear*. 59, 213–221.
- [22] Lee, K., Barber, J.R. (1993). Frictionally excited thermo-elastic instabilities in automotive disk brakes, *Trans. ASME J. Tribol.* 115, 607–614.
- [23] Blau, P.J. and McLaughlin, J.C. (2003). Effects of water films and sliding speed on the frictional behavior of truck disc brake materials. *Tribology International*, 36 (10), 709-715.
- [24] Masahiko A. (1996). Friction Materials for Automotive Brakes. *Japanese journal of Tribology*. 41, 319-328.
- [25] Tanaka, K., Ueda, S. and Noguchi, N. (1973). Fundamental studies on the brake friction of resin-based friction materials. *Wear*. 23, 349-365.
- [26] Herring, j (1967). Mechanism of Brake Fade in Organic Brake Linings. *Society of Automotive Engineers*, 6p.
- [27] Anderson, A.E. (1990). Friction, lubrication and wear technology, *ASM Hand Book*, ASM Materials Information Society, USA, 18, 569–577.

- [28] Wirth, A., Eggleston, D. and Whitaker, R. (1994). Fundamental tribochemical study of the third body layer formed during automotive friction braking. *Wear*, 179 (1-2), 75-81.
- [29] Jacko, M.G. and Rhee, S.K. (1983). in: M. Grayson (Ed.), *Encyclopaedia of composite materials and components*, John Wiley and Sons, 144–154.
- [30] Lee, K.J., Lin, J.H. Chern and Ju, C.P. (1996). Surface effect on braking behavior of PAN-pitch carbon-carbon composite. *Wear*. 199 (2), 228-236.
- [31] Satapathy, B.K. and Bijwe, J. (2004). Performance of friction materials based on variation in nature of organic fibres Part I. Fade and recovery behaviour. *Wear*. 257 (5-6), 573-584.
- [32] Satapathy, B.K. and Bijwe, J. (2005). Influence of operating parameters on the performance of friction composites based on combinations of rock fibers and organic fibers. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 24 (6), 579-595.
- [33] Satapathy, B.K. and Bijwe, J. (2005). Fade and recovery behavior of non-asbestos organic (NAO) composite friction materials based on combinations of rock fibers and organic fibers. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 24 (6), 563-577.
- [34] Bera, S.C., Pillai, C.K.S., Prasad, V.S., Sudha, J.D., and Menon, A.R.R. (1990). Polymeric resins from renewable resources. II. Synthesis and characterization of flame-retardant prepolymers from cardanol. *Journal of Applied Polymer Science*, 41 (9-10), 2487-2501.
- [35] Rhee, S.K., Jacko M.G. and Tsang, P.H.S. (1991). The role of friction film in friction, wear and noise of automotive brakes. *Wear* 146, 89–97.

- [36] Jang, Ho (2000). Effects of antimony trisulfide (Sb_2S_3) and zirconium silicate (ZrSiO_4) in the automotive brake friction material on friction characteristics. *Wear*, 239 (2), 229-236.
- [37] Masahico, A. (1996). Friction materials for automotive brakes. *Japanese Journal of Tribologists*. 41(4), 319-324.
- [38] Rasmousse, S. et al. (2001). Thermal characterisation of brake pads, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 64 (3), 933-943.
- [39] Kim, S.J., Jang, H., (2000). Friction characteristics of non-asbestos organic (NAO) and low-steel friction materials: The comparative study, *KSTLE International Journal*, 1(1), 1-7.
- [40] Eichhorn, L. and Owen, C. (2004). *Automotive brake systems*, 3rd edition, Thomson Delmar Learning, p368.
- [41] Collar, R. and Reinhardt, K. (2003). Automotive brake repair trends and safety issues. *Business briefing: Global automotive manufacturing & technology*.
- [42] EURAC TECHNICAL BULLETIN 00010433. Consulté le 18 octobre 2006, tiré de <http://www.eurac-group.com/documents/frictionmaterials.doc>.
- [43] Takase, Y., Nishi, M., Yamagishi, T.A. and Nakamoto, Y. (2005). Synthesis of flexible phenolic resins. Polymer Preprints, Japan, *54th SPSJ Annual Meeting 2005 - Polymer Preprints, Japan*, 54 (1), 397.
- [44] Bakelite AG. *Resins for the friction material industry*. Consulté le 17 mars 2006, tiré de http://www.mas-handel.de/mas-handel/produkte/PH_Bakelite_Phenolic_Resins_Guide.pdf.

- [45] Moura Branco, C., Ferreira, J.M., Fael, P. and Richardson, M.O.W. (1996). Comparative study of the fatigue behaviour of GRP hand lay-up and pultruded phenolic composites. *International Journal of Fatigue*, 18,(4), 255-263.
- [46] Ma, Chen-Chi M., Wu, H.D., Su, Y.-F., Lee, M.S. and Wu, Y.D. (1997). Pultruded fiber reinforced novolac type phenolic composite - processability, mechanical properties and flame resistance. *Composites - Part A: Applied Science and Manufacturing*, 28 (9-10), 895-900.
- [47] Tyberg, C.S., Sankarapandian, M., Bears, K., Shih, P., Loos, A.C., Dillard, D., McGrath, J.E., Riffle, J.S and Sorathia, U. (1999). Tough, void-free, flame retardant phenolic matrix materials. *Construction and Building Materials*, 13 (6), 343-353.
- [48] Camino, G., Alba, E., Buonficio, P. and Vikoulov, K. (2001). Thermal behavior of elastomer-resin mixtures used as friction materials. *Journal of Applied Polymer Science*, 82 (6), 1346-1351.
- [49] Cho, M. H., Kim, S.J., Kim, D. and Jang, H. (2005). Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study. *Wear*, 258, (11-12), 1682-1687.
- [50] Nicholso,. G (1995). Facts about Friction. Virginia, USA: Gedoran America Limited, 243p.
- [51] Masoomi, M., Katbab, A.A. and Nazockdast, H. (2006). Noise generation and propagation control in disc brake systems using composite friction materials composed of thermoplastic elastomers as viscoelastic materials. *Polymer Composites*, 27 (5), 461-469.
- [52] Jang, H., Lee, J.S. and Fash, J.W. (2001). Compositional effects of the brake friction material on creep groan phenomena. *Wear*, 250-251, (2), 1477-1483.

- [53] Yu, G. (1994). Study on the thermal stability of phenol-formaldehyde resins modified with tung oil. *Gaofenzi Cailiao Kexue Yu Gongcheng/Polymeric Materials Science and Engineering*, 10 (2), 87-92.
- [54] Verma, A.P., Vishwanath, B. and Kameswara Rao, C.V.S. (1996). Effect of resin modification on friction and wear of glass phenolic composites. *Wear*, 193 (2), 193-198.
- [55] Kim, S. J. and Jang, H. (2000). Friction and wear of friction materials containing two different phenolic resins reinforced with aramid pulp. *Tribology International*, 33 (7), 477-484.
- [56] Anderson AE. (1987). *Fibres in friction materials symposium*. Proceedings of Society Automotive Engineers, Atlantic City, New Jersey.
- [57] Sasaki Y. (1988). Development of non-asbestos friction materials, Aramid fibers. In: *Proceedings of 5th Akzo Symposium*, 1-12.
- [58] Inoue, M., Hara, Y. and Sasada, T., Degradation of cured phenolic resin for brake linings caused by shearing force. (2nd Report, influence of metal powders). Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Part C, 56 (526), 1614-1619.
- [59] Hepter, J., Sobera, M., (1999). Thermal degradation of novolac resins by pyrolysis-gas chromatography with a movable reaction zone. *Journal of Chromatography A*. 833, 277-281.
- [60] Nidhi, Satapathy, B.K., Bijwe, J. and Majumdar, N. (2006). Influence of modified phenolic resins on the fade and recovery properties of the friction materials: Supportive evidence Multiple Criteria Decision-making Method (MCDM). *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 25 (13), 1333-1340.

- [61] Kristkova, M., Filip, P., Weiss, Z. and Peter, R. (2004). Influence of metals on the phenol–formaldehyde resin degradation in friction composites. *Polymer degradation and stability*. 84 (1), 49-60.
- [62] Bijwe, J., Nidhi, Majumdar, N. and Satapathy, B.K. (2005). Influence of modified phenolic resins on the fade and recovery behavior of friction materials. *Wear*, 15th International Conference on Wear of Materials, 259 (7-12), 1068-1078.
- [63] Dong, F., Blum, F.D. and Dharani, L.R. (1996). Thermal stability and fade property of cashewnut shell liquid compounds. *American Chemical Society, Polymer Preprints, Division of Polymer Chemistry*, 37 (1), 733-734.
- [64] Lu, Y. (2002). Friction performance of phenolic binders. *International SAMPE Symposium and Exhibition (Proceedings)*, 47 (I), 236-244.
- [65] Milewski, J.V. and Katz, H.S. (1987). *Handbook of Reinforcements for Plastics*. New York: Van Nostrand Reinhold Co. 431p.
- [66] Simm, W., Freti, S. (1989). Abrasive wear of multiphase materials. *Wear*. 129 (1), 105-121.
- [67] Kim, S.J., Cho, M.H., Lim, D.-S. and Jang, H. (2001). Synergistic effects of aramid pulp and potassium titanate whiskers in the automotive friction material. *Wear*. 250-251 (2), 1484-1491.
- [68] Crosa, G.et.al. (1993). Study on the effect of abrasives in friction materials composites. *Proceedings of Symposium A4 on Composite Materials of the International Conference on Advanced Materials (ICAM 91)*. Strasbourg, France: Elsevier Science Publishers B.V. P.87.

- [69] Kato, T. and Magario, A. (1994). Wear of aramid fiber reinforced brake pads: The role of aramid fibers. *S.T.L.E. Tribology Transactions*. 37 (3), 559-565.
- [70] Sinha, S.K. and Biswas, S.K. (1992). Friction and wear behaviour of continuous fibre as cast Kevlar-phenolic resin composite. *Journal of Materials Science*. 27 (10), 3085-3901.
- [71] Sinha, S.K. and Biswas, S.K. (1995). Effect of sliding speed on friction and wear of uni-directional aramid fibre-phenolic resin composite. *Journal of Materials Science*. 30 (9), 2430-2437.
- [72] Shibata, K. et al. (1993). Development of brake friction material. *SAE Preprints*. Technical Paper Series no. 930806. 6p.
- [73] Subramaniam, N. et al. (1991). Glass Fiber Based Friction Materials. *International Journal of polymeric materials*. 15, 93-102.
- [74] Gopal, P., Dharani, L.R. and Blum, F.D. (1994). Fade and wear characteristics of a glass-fiber-reinforced phenolic friction material. *Wear*. 174 (1-2), 119-127.
- [75] Gopal, P., Dharani, L.R. and Blum, F.D. (1995). Load, speed and temperature sensitivities of a carbon-fiber-reinforced phenolic friction material. *Wear: Proceedings of the 10th International Conference on Wear of Materials*. Boston, MA, USA. 2, 913-921.
- [76] Gopal, P. and Dharani, L.R. (1994). Tribological Study of Non-Asbestos Fiber Reinforced Phenolic Composites for Braking Applications. *Proc. Am. Soc. Composites - 9th Conference*. Lancaster, PA: Technomic Publishing, Inc. 106-113.

- [77] Gopal, P., Dharani, L.R. and Blum, F.D. (1996). Hybrid phenolic friction composites containing Kevlar pulp. Part I. Enhancement of friction and wear performance. *Wear*. 193 (2), 199-206.
- [78] Dong, F., Blum, F.D. and Dharani, L.R. (1996). Lapinus fibre reinforced phenolic composites: flexural and friction properties. *Polymers & Polymer Composites*. 4 (3), 155-161.
- [79] Hoshino, T. (1993). Friction materials of non-asbestos for automobiles - wear characteristics of brake pads using fibrous potassium titanate. *Journal of Mechanical Engineering Laboratory*. 47 (4), 117-129.
- [80] Jang, H.et.al. (2003). The effect of metal fibers on the friction performance of automotive brake friction materials. *Wear (Article in press)*. 1-9.
- [81] Handa, Y. and Kato, T. (1996). Effects of Cu powder and cashew dust on the wear and friction characteristics of automotive brake pads». *Tribology Transactions*. 39 (2), 346-353.
- [82] Jang, H. and Kim, S.J. (2000). Effects of antimony trisulfide and zirconium silicate in the automotive brake friction material on friction characteristics. *Wear*. 239 (2), 229-236.
- [83] Rabinowicz, E. (1995). *In Friction and Wear of Materials*. 2ed, USA: Hardcover. 336p.
- [84] Jang, H. (1997). Effect of different solid lubricants in the automotive friction material on friction characteristics. *Journal of KSTLE*. 14
- [85] Savage, R.H., Biswas, S.K. (1965). Vapor Lubrication of Graphite Sliding Contacts». *Journal of Applied Physics*. 27, 136-138.

- [86] Gao, C., Bredell, L., Kuhlmann-Wilsdorf, D. and Makel, D.D. (1993). Micromechanics of lubrication. *Wea.* 162(64), 480-491
- [87] Seong, J.K., Young, J. (2001). Effect of Humidity on Friction Characteristics of Automotive Friction Materials. *KSTLE International Journal*. 2 (2), 150-153.
- [88] Riopel, S. (1999). *Étude expérimentale de la cuisson d'un composite unidirectionnel verre/polyester de grande épaisseur*. Mémoire de maîtrise. École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.
- [89] Moussa, M.M., Hossamel, D.H. (1999). Optimization of automotive brake lining material and processing. *International SAMPE Technical Conference*, Chicago, IL, USA, 31, 40-45.
- [90] Kim, S.J. and Kim, K. (2003). Optimization of manufacturing parameters for a brake lining using Taguchi method. *Journal of Materials Processing Technology*, 136 (1-3), 202-220.
- [91] Dong, F. and Blum, F.D. (2000). Effects of moulding pressure on the mechanical and friction properties of a semi-metallic friction material. *Polymers and Polymer Composites*, 8 (3), 151-156.
- [92] Mathur, R. B. Thiyagarajan, P and Dhami, T. L. (2004). Controlling the hardness and tribological Behaviour of non-asbestos brake lining materials for Automobiles. *Carbon Science*, 5 (1), 6-11.
- [93] Nguyen., D. and Taylor, J., (2000). Continuous process for manufacturing of friction materials- *International SAMPE Symposium and Exhibition (Proceedings)*, 45 (II), 2307-2317.
- [94] Eriksson, M. and Jacobson, S. (2000). Tribological surfaces of organic brake pads. *Tribology International*. 33 (12), 817-827.

- [95] Österle, W., Griepentrog, M., Gross, Th. and Urban, I. (2001). Chemical and microstructural changes induced by friction and wear of brakes. *Wear*. 251 (1-12), 1469-1476.
- [96] Talib, R. J. Muchtar, A. and Azhari, C. H. (2003). Microstructural characteristics on the surface and subsurface of semimetallic automotive friction materials during braking process». *Journal of Materials Processing Technology*. 140 (1-3), 694-699.
- [97] Eriksson, M., Lord, J. and Jacobson, S. (2001). «Wear and contact conditions of brake pads: dynamical in situ studies of pad on glass». *Wear*, 249 (3-4), 272-278.
- [98] Eriksson, M., Bergman, F. and Jacobson, S. (2002). On the nature of tribological contact in automotive brakes. *Wear*, 252 (1-2), 26-36.
- [99] Bettge, D. and Starcevic, J. (2003). Topographic properties of the contact zones of wear surfaces in disc brakes. *Wear*. 254 (3-4), 195-202.
- [100] Peter, F., Weiss, Z. and Rafaja, D. (2002). On friction layer formation in polymer matrix composite materials for brake applications, *Wear*. 252 (3-4), 189-198.
- [101] Yannick, D. and Copin, R. (2001). Mécanisme D'accommodation de Vitesse Dans un Contact Pion-Disque sous Sollicitation de freinage. *15^{me} Congrès Français de Mécanique*. Nancy : 1-6.
- [102] SAE J380. (1993). *Specific Gravity of Friction Material*. USA: Society of Automotive Engineers. 2 (25).121.
- [103] SAE J160. (1998). *Swell, growth, and dimensional stability of brake linings*. USA: Society of Automotive Engineers. 2 (25). 110.

- [104] ASTM D790-99. (2003). *Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*. USA: American Society for Testing and Materials. 8.01.
- [105] SAE J661A. (1997). *Brake Lining Quality Control Test Procedure*. USA: Society of Automotive Engineers. 2 (25). 26.
- [106] SAE J866. (1996). *Friction coefficient identification system for brake linings*. USA: Society of Automotive Engineers. 2 (25). 122.
- [107] Anderson, A. E. (1990). Truck Brake Block Swell, Growth, and Thermal Instability. *Society of Automotive Engineers*. Document Number .902248 (P844-855).
- [108] Borazghi, H. (1998). *Moulage et propriétés des composites à partir de préimprégnés à base de résine phénolique*. Mémoire de maîtrise. École Polytechnique de Montréal, Québec, Canada.
- [109] Hetper, J. and Sobera, M. (1999). Thermal degradation of novolac resins by pyrolysis-gas chromatography with a movable reaction zone. *Journal of Chromatography A*, 833 (2), 277-281.
- [110] Kristkova, M., Filip, P., Weiss. Z. and Peter, R. (2004). Influence of metals on the phenol-formaldehyde resin degradation in friction composites. Polymer degradation and stability. 84 (1), 49-60.
- [111] Costa L, Rossi di Monterlera L, Camino G, Weill ED. (1997). And Pearle E.M. Structure-charring relationship in phenol-formaldehyde type resins. *Polymer Degradation and Stability*, 56, 23-35.

- [112] Lu, G, Huang, Y., Yan, Y., Zhao, T. and Yu, N. (2006). Morphology transition of bismaleimide-modified novolac resin. *Journal of Applied Polymer Science*. 102 (1), 76-83.
- [113] Filip, P. (1997). Wright M.A. Automotive Brake Lining Characterization, SAE Technical Papers, Document Number: 973024 , Southern Illinois Univ. (P41-61)
- [114] Robinson J.W., Mogensen G.E., Packard K.D. and Herman J. (1990). , Ceramic fibers for friction applications, *Automotive Engineering*, 98 (12), 47-52.
- [115] Narayan S., Sinha B. R., Blum F.D. (1990). -Non-asbestos friction materials: mechanical properties of binary systems, *SAMPE Quarterly*, 21 (2), 17-22.
- [116] Panagapko D. (2003). *Granulats*, Annuaire des minéraux du Canada, p28.4.
- [117] Fenton, M., Naik, S., Hawley, G.C. (1984). New surface treatments and technical developments of mica and other micaceous minerals in reinforced plastics. SPI Reinforced Plastics/Composites 30th Annual Technical Conference. P9.
- [118] Xiankun, C et al. (2000). Modification of flake reinforced friction brake composite material. *Journal of Wuhan University of Technology-Materials Science Edition*, 15, (1), 54-59
- [119] Monika, K. Weiss, k. Filip, P. (2004). Hydration properties of vermiculite in phenolic resin friction composites. *Applied Clay Science*, 25 (3-4), 229-236

- [120] Kim, S.J. Cho, M, H. Basch, R.H., Fash, J.W and Jang, H. (2004). Tribological Properties of Polymer Composites Containing Barite (BaSO_4) or Potassium Titanate ($\text{K}_2\text{O} \cdot 6(\text{TiO}_2)$). Tribology Letters, 17 (3), 655-661.
- [121] Choong-Fong, T. YAFEI, L. (2004). Combinatorial screening of ingredients for steel wool based semimetallic and aramid pulp based nonasbestos organic brake materials. Journal of reinforced plastics and composites, 23 (1), 51-63.