# Analyse tribologique du rôle de constituants dans les performances de matériaux composites organiques pour garnitures de frein

Mouna Baklouti

▶ **To cite this version:**

Mouna Baklouti. Analyse tribologique du rôle de constituants dans les performances de matériaux composites organiques pour garnitures de frein. Autre. Ecole Centrale de Lille; École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie), 2013. Français. NNT : 2013ECLI0019 . tel-00991953

**HAL Id: tel-00991953**

**https://theses.hal.science/tel-00991953**

Submitted on 16 May 2014

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

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

**N° d'ordre : 232**

**UNIVERSITÉ DE SFAX**
**ÉCOLE NATIONALE D'INGENIEURS DE SFAX**
**UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE**
**ÉCOLE CENTRALE DE LILLE**

# THESE

présentée en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

en

**Spécialité : MECANIQUE**

par

**Mouna BAKLOUTI**

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

Titre de la thèse :

# ANALYSE TRIBOLOGIQUE DU ROLE DE CONSTITUANTS DANS LES PERFORMANCES DE MATERIAUX COMPOSITES ORGANIQUES POUR GARNITURES DE FREIN

Soutenue le 26 novembre 2013 devant le jury d'examen :

| | |
|---|---|
| **Présidente** | Marie-Ange BUENO, Professeur, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Sud Alsace |
| **Rapporteur** | Maher DAMMAK, Professeur, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax |
| **Rapporteur** | Hamid ZAIDI, Professeur, Université de Poitiers |
| **Directeur de Thèse** | Yannick DESPLANQUES, Professeur, Ecole Centrale de Lille |
| **Directeur de Thèse** | Riadh ELLEUCH, Professeur, Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax |
| **Examinateur** | Ali ZGHAL, Professeur, École Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis |
| **Invitée** | Anne-Lise CRISTOL, Maître de conférences, Ecole Centrale de Lille |
| **Invité** | Mohamed REGAYEG, Ingénieur PDG, Groupe SOPAL, Sfax |

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

*A mes parents*

*A mon fils et mon mari*

*A toute ma famille*

# Remerciements

Cette étude s'est déroulée dans le cadre d'une convention de cotutelle entre l'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax en Tunisie et l'Ecole Centrale de Lille en France, au sein du Laboratoire des Systèmes Eléctro-Mécaniques (LASEM) et du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML).

Cette étude a été soutenue par le Centre National de la Recherche Scientifique (CNRS) par l'octroi d'une bourse de doctorat pour ingénieurs réservée aux ressortissants des pays en développement (BDI-PED) ainsi que par le Ministère Tunisien de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique et par le Ministère Français des Affaires Etrangères qui ont financé une partie des échanges scientifiques au travers du Partenariat Hubert Curien (PHC) Utique.

Je tiens tout d'bord à remercier Pr. Mohamed JMAIEL et Pr. Etienne CRAYE, Directeurs respectifs de l'ENIS et de l'ECLille, pour m'avoir permis d'effectuer ma thèse au sein de leurs établissements.

Je tiens à remercier également Pr. Aref MAALEJ, Directeur du LASEM et Pr. Jian-Fu SHAO, Directeur du LML pour m'avoir accueilli au sein de leurs laboratoires.

Ce travail a été effectué sous la direction scientifique du Professeur Riadh ELLEUCH de l'Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax et le Professeur Yannick DESPLANQUES de l'Ecole Centrale de Lille. Je vous remercie Messieurs, mes maîtres, pour votre extrême sollicitude et pour m'avoir accompagné jusqu'à cet aboutissement. Veuillez croire à ma gratitude la plus sincère. Je voudrais également adresser mes plus vifs remerciements à Madame Anne-Lise CRISTOL qui par ses compétences, sa disponibilité et sa gentillesse m'a aidé à bien mener ce travail, tout comme Monsieur Denis NAJJAR. Tous les deux ont participé à l'encadrement scientifique de cette thèse. Avec leurs expériences, leurs conseils et leurs encouragements incessants, ils m'ont permis de mener à bien cette étude.

Je remercie également Monsieur Mohamed REGAYEG, PDG du Groupe SOPAL (Société de Production d'Articles en Laiton (SOPAL) et la Société Tunisienne de Garnitures de Freins et d'Embrayages (STUGAFREM)), pour son investissement personnel dans les activités de recherche en véritable mécène, pour son soutien indéfectible pour ma personne et tant d'autres jeunes chercheurs et pour avoir mis à ma disposition les matériaux et les

équipements nécessaires au bon déroulement de cette étude expérimentale, et sans lesquels ce travail n'aurait pas été possible. Monsieur Mohamed REGAYEG est à tout égard un exemple à suivre.

Je voudrais aussi adresser mes plus vifs remerciements aux membres du jury qui ont accepté d'examiner mon travail :

A Madame le Professeur Marie-Ange BUENO de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Sud Alsace, pour m'avoir fait l'honneur d'avoir accepter la présidence du jury ;

A Messieurs Maher DAMMAK, Professeur à l'Institut Préparatoire aux Etudes d'Ingénieur de Sfax, et Hamid ZAIDI, Professeur à l'Université de Poitiers, qui ont accepté de rapporter le mémoire ;

A Monsieur le Professeur Ali ZGHAL de l'École Supérieure des Sciences et Techniques de Tunis, pour avoir accepter de faire partie du jury en qualité d'examinateur.

Je ne peux pas oublier l'ensemble du personnel de ces deux entreprises, que je remercie du fond du cœur pour leur aide. Je cite notamment M. Moez REGAYEG, M. Mahdi REGAYEG, pour leur esprit coopératif.

Je tiens aussi à remercier Mme Najla BOUATTOUR, M. Ameur KESKES et M. Abdelkadeur TRIGUI pour leurs compétences industrielles fructueuses, M. Fayçal NJEH, M. Thameur BOUJELBEN, M. Hamdi FEKI, M. Sami LAJMI pour l'aide incessant et M. Akram AYEDI pour l'usinage des échantillons.

Je remercie aussi Jean François LESAFFRE pour la préparation des échantillons au Laboratoire de Mécanique de Lille.

Une profonde reconnaissance s'adresse à tous mes amis des deux équipes « Physique et Mécanique des Matériaux » du LASEM et « Freinage Contact Surfaces » de LML pour leur soutien moral et l'ambiance de travail collaborative. Je cite en particulier : Ridha, Mohamed, Nesrine, Amira, Fatma, Fatima, Emmanuel et Romain.

# Table des matières

Table des matières....1
Introduction générale....3
Chapitre I : Contexte de l'étude et état de l'art sur la tribologie des matériaux de garnitures de frein organiques....5
1. Introduction....6
2. Les matériaux de friction....7
3. Tribologie des matériaux de garnitures de frein....11
4. La formulation industrielle de référence....28
5. Conclusions....30
Chapitre II : Garniture industrielle : propriétés et performances....32
1. Introduction....33
2. Caractérisation de la garniture industrielle....33
3. Performance en freinage....43
4. Conclusions....54
Chapitre III : Méthodologie expérimentale : développement d'un essai d'usure et d'une formulation composite organique simplifiée....57
1. Introduction....59
2. Essais d'usure....59
3. Reproduction de la formulation industrielle en petite quantité....63
4. Développement d'une formulation simplifiée....71
5. Caractérisation du matériau modèle....73
6. Performance à l'usure....77
7. Performance en freinage....79
8. Conclusions....84
Chapitre IV: Développement de formulations modifiées et étude de l'influence de constituants sur les performances en freinage....87
1. Introduction....89
2. Formulations modifiées....89
3. Caractérisations des garnitures dérivées....91
4. Performance à l'usure....98
5. Performance en freinage....101
6. Analyse des mécanismes de frottement et d'usure....106
7. Corrélation avec les mécanismes de frottement et d'usure activés en freinage....119
8. Conclusions et discussion....121
Conclusion générale....125

Références bibliographiques.....129
Annexe A : Analyses morphologique, chimique et thermogravimétrique des constituants .....139
Annexe B : Essais d'indentation .....147
Annexe C : Essais de compression.....149
Annexe D : Caractérisation thermo-physique des matériaux .....151
Annexe E : Géométries du disque et du patin .....153
Annexe F : Calcul de la pression apparente de contact .....155
Annexe G : Suivi de l'évolution des courbes de frottement au cours de la succession des freinages de ralentissement.....156
Annexe H : Thermographie infrarouge .....158

# Introduction générale

En freinage par friction, les garnitures sont conçues pour obtenir une force de freinage constante en toute circonstance compte tenu du rôle sécuritaire du frein. Au cours d'un freinage, elles sont soumises à des sollicitations complexes qui mettent en jeu de nombreux phénomènes (tribologiques, mécaniques, thermiques, physico-chimiques,…), ce qui rend particulièrement difficile leur conception. Ce contexte a conduit à des matériaux de friction composites dont les formulations assez complexes ont été développées à partir d'un savoir faire empirique. Cette approche atteint aujourd'hui ses limites face aux besoins d'amélioration de la fiabilité et des performances.

Ce travail de thèse a pris naissance dans un cadre collaboratif avec un objectif de compréhension de la composition des matériaux de friction composites organiques pour garnitures de frein. La Société Tunisienne de Garnitures STUGAFREM est une industrie tunisienne spécialiste en fabrication de garnitures de frein. Son développement est acquis par une volonté d'amélioration continue de la qualité au service du consommateur. Elle produit en particulier des garnitures de frein pour véhicules poids lourd qui font l'objet de ce travail. L'équipe de recherche « Freinage Contact Surfaces » du Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) travaille sur les phénomènes induits par le freinage par friction depuis de nombreuses années et s'intéresse plus particulièrement à la compréhension des couplages physiques mis en jeu. Le Laboratoire des Systèmes Electro-Mécaniques à Sfax (LASEM) a acquis aussi une bonne expérience en tribologie.

La démarche expérimentale adoptée dans cette thèse repose sur deux volets : i) des matériaux « modèles » simplifiées, spécifiquement développés à partir de la formulation industrielle, composés d'un nombre réduit de constituants de manière à mieux cerner leur rôle dans les performances de freinage, ii) des essais d'usure, complémentaires aux essais de freinage, mis au point en considérant des sollicitations représentatives des situations de freinage poids lourd. Les travaux sont focalisés sur la compréhension des liens entre le matériau, sa microstructure, ses propriétés, le comportement tribologique et les mécanismes de frottement et d'usure.

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, la recherche bibliographique est particulièrement orientée vers la composition et l'élaboration des matériaux de garnitures de frein organiques et leur fonctionnalité, les phénomènes tribologiques induits par les

sollicitations subies par ces matériaux, ainsi que les différents essais de frottement utilisés pour étudier et caractériser leur comportement en freinage.

La formulation industrielle de référence fait l'objet du second chapitre. Une étude microstructurale et des propriétés permet de mieux connaître ce matériau. Le chapitre traite plus particulièrement des modes de dégradation thermique du matériau, des phénomènes induits en freinage et des performances. Le chapitre définit ainsi également le protocole expérimental adopté pour l'étude du comportement en freinage.

Le troisième chapitre présente la stratégie expérimentale adoptée pour l'étude. Un essai d'usure est défini permettant d'étudier le matériau selon la sévérité des sollicitations induites par le frottement, notamment du point de vue thermique. Une formulation d'un matériau « modèle », de composition simplifiée déduite de la garniture industrielle, est conçue et étudiée du point de vue de la microstructure, des propriétés et du comportement à l'usure et en freinage.

Le quatrième chapitre concerne le rôle des constituants. Deux constituants sont ainsi plus particulièrement étudiés, des particules de laiton et des fibres de verre, introduites dans la formulation modèle prise en référence. L'étude traite des mécanismes de frottement et d'usure impliqués en fonction de la sollicitation et des liens avec la microstructure et les propriétés et apporte ainsi des éléments d'explication des performances à l'usure et en freinage.

Cette thèse a obtenu le soutien du CNRS par le biais d'une bourse BDI-PED et s'est déroulée dans le cadre d'une cotutelle et d'un Partenariat Hubert Curien Utique entre le Laboratoire de Mécanique de Lille et le Laboratoire des Systèmes Electro-Mécaniques à Sfax.

# Chapitre I : Contexte de l'étude et état de l'art sur la tribologie des matériaux de garnitures de frein organiques

1. Introduction....6
2. Les matériaux de friction....7
   - *2.1. Fonctionnalité et qualités requises*....7
   - *2.2. Compositions*....8
   - *2.3. Elaboration*....9
3. Tribologie des matériaux de garnitures de frein....11
   - *3.1. Mécanismes de portance et d'accommodation de la* vitesse....11
   - *3.2. Circuit tribologique*....15
   - *3.3. Couplage avec les phénomènes de localisation thermiques*....18
   - *3.4. Procédures d'essais de freinage et d'usure*....21
     - 3.4.1 Essais de freinage....21
     - 3.4.2 Essais d'usure....24
   - *3.5. Sensibilité du frottement et de l'usure aux conditions du freinage*....25
     - 3.5.1. Sensibilité à la vitesse de glissement....25
     - 3.5.2. Sensibilité à la pression....26
     - 3.5.3. Sensibilité à la température....26
4. La formulation industrielle de référence....28
   - *4.1. Présentation et formulation*....28
   - *4.2. Procédé d'élaboration*....30
5. Conclusions....30

# 1. Introduction

Le freinage est essentiel au fonctionnement de tout véhicule pour le contrôle de la vitesse et de l'arrêt d'une manière prévisible. Cette fonctionnalité est le plus souvent fournie par la dissipation de l'énergie cinétique par frottement entre deux pièces en mouvement relatif et qui forment une paire tribologique constituée de deux matériaux différents. Dans le cas du freinage automobile, ces matériaux sont généralement une fonte à graphite lamellaire pour le disque ou le tambour, et un composite à matrice organique pour la garniture des plaquettes de frein ou des mâchoires. Les garnitures peuvent être désignées par garniture organique, métallique ou semi-métallique selon leur composition, en particulier la teneur en éléments métalliques **[Chan et Stachowiak 04]**. Une résine phénolique constitue le plus souvent la matrice organique du matériau en raison de sa bonne résistance thermique **[Cho et al. 08]**. Dans son ensemble, la composition des garnitures de frein reste en général un secret entrepreneurial, et la propriété industrielle limite les informations sur les ingrédients ajoutés aux matériaux de friction et leurs effets sur les caractéristiques de frottement **[Kato et Magario 94, Verma et al. 96, Kim et al. 01, Kim et al. 03]**. Les garnitures utilisées en freinage automobile, qui renferment généralement plus que 10 ingrédients, se caractérisent par une variabilité de composition induite par les morphologies, les tailles et les natures diverses des ingrédients ainsi que par le procédé d'élaboration, ce qui engendre une très grande hétérogénéité microstructurale et des propriétés **[Desplanques et al. 06, Mutlu et al. 06]**. Les industriels considèrent cette variabilité et cette complexité des formulations nécessaires afin d'obtenir un frottement stable et une bonne résistance à l'usure dans une large gamme de conditions de freinage **[Anderson 90].** Les multiples propriétés physiques, thermiques et mécaniques conférées au matériau sont déterminantes pour les performances de freinage. Ces performances sont également dépendantes des multiples phénomènes engendrés par le freinage, notamment à l'interface, à l'échelle locale de la microstructure des matériaux et des mécanismes de frottement et d'usure, où se produit la dissipation de l'énergie **[Jacko et al. 89, Rhee et al. 91, Bijwe et al. 08]**. C'est principalement à cette échelle qu'il est nécessaire de porter les efforts de compréhension pour expliquer le lien entre l'élaboration des matériaux de friction et leur performance en freinage.

Ce premier chapitre est, en premier lieu, une revue des formulations organiques, de leur fonctionnalité, de leur élaboration et de leurs propriétés ainsi qu'un état de l'art sur la tribologie de ces matériaux de garnitures de frein. Il se termine par une description de la

composition et du procédé de fabrication de la formulation industrielle qui sert de référence dans ce travail de thèse.

# 2. Les matériaux de friction

## *2.1. Fonctionnalité et qualités requises*

Les garnitures de frein sont des éléments essentiels pour la sécurité du conducteur. Elles ont pour rôle de serrer les disques lors du freinage afin de ralentir la vitesse du véhicule ou de l'immobiliser. Sous l'effet de la sollicitation mécanique mais également thermique (chaleur générée au contact), le matériau se dégrade et s'use. Les matériaux de garnitures de frein doivent cependant garantir un facteur de frottement maintenu constant aux diverses conditions de fonctionnement sur une grande plage de températures et résister à la dégradation thermique pour limiter la baisse du facteur de frottement à haute température **[Eriksson et al. 99]**. Le Tableau I-1 illustre une classification diversifiée des qualités requises pour les garnitures de frein. Il s'agit des qualités d'ordre tribologiques, mécaniques, thermiques, physiques, économiques et environnementales.

*Tableau I-1. Qualités requises pour un matériau de garniture de frein **[Lepré et al. 95]***

| **Qualités tribologiques** | **Qualités mécaniques** | **Qualités thermiques** |
|---|---|---|
| Valeur du facteur de frottement<br>Stabilité du facteur de frottement<br>Résistance à l'abrasion<br>Non-bruyance | Résistance à la traction<br>Compressibilité<br>Résistance à la flexion<br>Résilience | Réfractarité<br>Conductivité thermique |
| **Qualités économiques** | **Qualités physiques** | **Autres qualités** |
| Faiblesse du coût des constituants<br>Faiblesse du coût de fabrication | Dispersion des constituants<br>Porosité | Sans risque pour la santé<br>Sans risque pour l'environnement |

En ce qui concerne les propriétés thermiques, la conductivité thermique des garnitures de frein joue un rôle important dans l'amélioration de leurs performances en freinage **[Kumar et Bijwe 10a]**. Pour maintenir un niveau adéquat de frottement, un matériau de garniture de frein doit avoir une conductivité suffisante pour limiter l'augmentation excessive de la température amenant à la dégradation du matériau **[Bijwe et al. 08]** et abaisser les gradients thermiques **[Thuresson 04]**. Par contre, une conductivité trop élevée peut avoir un effet néfaste sur les pièces constituant le frein **[Roussette 05].** Cette propriété est une fonction de la nature des ingrédients et de la porosité, elle varie donc avec la composition et le processus de fabrication.

L'effusivité d'un matériau caractérise quant à elle l'équilibre entre la pénétration de la chaleur dans une épaisseur de matériau et son évacuation de cette même épaisseur **[Abdel-Aal**

**00]**. Dans le cas du freinage, l'effusivité conditionne le partage de flux entre le disque et la garniture. Un matériau ayant une plus grande effusivité thermique absorbe de l'énergie sans se réchauffer notablement ce qui permet de diminuer considérablement les gradients dans l'épaisseur et en surface **[Roussette 05]**.

La diffusivité conditionne la diffusion du flux dans le matériau. Une diffusivité élevée permet de conduire plus rapidement la chaleur dans la garniture jusqu'à son évacuation. Selon Cho, la conservation des performances au frottement est fortement liée à la diffusivité thermique des ingrédients et donc de la garniture entière **[Cho et al. 05]**.

## *2.2. Compositions*

Les garnitures de frein sont des matériaux composites, le plus souvent à matrice organique, qui peuvent contenir plus d'une vingtaine de constituants. Chacun de ces constituants agit sur les propriétés du matériau, sur son comportement mécanique, son comportement tribologique. La performance du frein est principalement contrôlée par la composition et la microstructure du matériau de garnitures **[Bijwe 97, Österle et al. 01, Gurunath et Bijwe 07].** D'une manière générale, la composition des garnitures à matrice organique comporte des ingrédients qui sont habituellement classés dans les familles suivantes :

- un liant, généralement une résine thermodurcissable réticulée en amenant la température à 100-200 °C pour permettre la mise en forme du produit. La résine phénolique est connue pour sa bonne tenue à la chaleur et ses propriétés mécaniques à température élevée **[Trotignon et al. 84]**.
- des fibres de différentes natures : synthétiques (polyamides, Kevlar), métalliques (acier, cuivre), minérales (verre, carbone, céramique), organiques (cellulose) qui sont généralement introduites pour remplacer l'amiante. La nature, la morphologie et la dureté des fibres ajoutées affectent différemment le comportement en friction et la résistance à l'usure de la garniture **[Jang et al. 04]**. Par exemple, les fibres de roche sont ajoutées à la formulation pour leur tenue à la chaleur et elles contribuent aussi à la tenue mécanique et la résistance à l'usure du matériau **[Cho et al. 05]**. Les fibres métalliques améliorent quant à elles en particulier la diffusivité thermique et la rigidité **[Anderson 90, Jang et Kim 00]** et réduisent la sensibilité à la vitesse et la pression **[Kumar et Bijwe 09]**. Les métaux ne sont pas abrasifs **[Lepré 97]** et leur introduction dans la composition favorise le renouvellement du film de troisième corps et améliore les performances **[Jacko et Rhee 83].**

- des remplisseurs dont la teneur dépassent 40 % du poids de la garniture. Ils permettent de diminuer le prix de revient du mélange tout en étant supposés neutres vis à vis du frottement. Néanmoins, certaines études montrent qu'ils agissent indirectement sur le comportement tribologique de la garniture en modifiant ses propriétés physiques et mécaniques **[Nicholson 95]**. La baryte, le carbonate de calcium et la craie sont des remplisseurs couramment utilisés.
- des abrasifs sont utilisés afin de garantir la performance en frottement. Ils sont généralement constitués de particules minérales de petites tailles telles la zircone ou l'alumine.
- des lubrifiants favorisent la stabilité du frottement à haute température **[Eriksson et Jacobson 00]** et la rendent moins sensible à la vitesse de glissement. Les ingrédients riches en carbone tel le graphite et le coke sont majoritairement utilisés.
- des modificateurs de friction qui entrent dans la formulation des garnitures de frein agissent à la fois sur les propriétés mécaniques et physico-chimiques des matériaux et modifient leur comportement en frottement. La poudre de friction (cashew : écorce de noix de cajou) diminue la résistance de la garniture au phénomène de fade car elle se décompose rapidement à haute température activant ses propriétés lubrifiantes **[Cho et al. 05].** Le caoutchouc est introduit pour contrôler le comportement dynamique du matériau compte tenu de sa capacité d'amortissement. Il apporte de l'élasticité au matériau permettant un contact plus grand avec le rotor avec une meilleure répartition des efforts appliqués à la surface. Il améliore ainsi la stabilité du frottement. Par contre, le caoutchouc diminue le frottement et améliore l'usure **[Cho et al. 05]**.

### *2.3. Elaboration*

D'une manière générale, l'élaboration de garniture de frein passe par les phases suivantes :

- La première étape consiste en la pesée et le mélange des ingrédients. On trouve encore des pesées manuelles mais dans le cas où cette phase est automatisée, les matières premières arrivent par convoyeur à la balance et sont introduites dans le mélangeur. Le mélange est une des phases délicates. En fait, la dispersion des ingrédients est l'une des caractéristiques les plus importantes d'un matériau de friction **[Lepré et al. 95]**. Une distribution homogène des ingrédients dans la matrice doit garantir l'homogénéité des propriétés du matériau indispensable à de bonnes performances. Dans tous les cas, le cycle de mélange doit être adapté aux matières premières utilisées suivant leurs morphologies : les ingrédients sont

introduits dans un ordre bien déterminé, l'ordre d'introduction des produits est généralement choisi afin de minimiser la ségrégation des matières due à leur grande différence de densité apparente. L'introduction en deux fois de la résine, par exemple, doit permettre un meilleur enrobage des poudres **[Bledzki et al. 05]**.

- Les étapes suivantes sont le préformage, le moulage sous pression à chaud et la post cuisson **[Cho et al. 05, Mutlu et al. 06]**. La préparation de préformes se fait sous pression à température ambiante afin d'obtenir un produit compact et dense qui conserve une bonne tenue lors du moulage à chaud. Ce dernier s'effectue à chaud et sous pression pour réaliser la réaction de polymérisation du liant afin de transformer le mélange en un produit insoluble et infusible qui agglomère tous les ingrédients. Cette opération dure quelques minutes et s'accompagne d'un dégagement gazeux qui peut causer des défauts de moulage à savoir des éclatements ou des soufflures. Pour ce fait, quelques secondes de dégazage sont régulièrement effectuées lors du moulage à chaud. Un cycle complémentaire de cuisson, dit de post cuisson, est ensuite nécessaire pour que la résine termine ses transformations. Cette opération est réalisée sans pression, à hautes températures (150 °C-200 °C) et dure généralement quelques heures. Cette opération permet également de relaxer les contraintes induites par le moulage à chaud.

Lors du procédé, le matériau subit une série de transformations qui déterminent sa microstructure et lui confèrent des propriétés. Par exemple, le mélange, le préformage, le moulage à chaud sont déterminants vis-à-vis de l'hétérogénéité du matériau, de son anisotropie, tandis que le moulage à chaud et la post-cuisson lui confèrent une cohésion essentielle à son comportement mécanique. De plus, les interactions entre la composition et le procédé sont nombreuses (ségrégation et orientation des constituants, cinétique de cuisson, etc.), et le plus souvent « maîtrisées » de manière empirique. Ainsi, l'élaboration de ces matériaux composites organiques est un processus extrêmement complexe et la conception d'une formulation relève aujourd'hui essentiellement d'un savoir faire industriel. Le choix de la composition et de la teneur de chaque constituant est généralement basé sur une démarche empirique, acquise de l'expérience et par essai-erreur, plutôt que sur une démarche scientifique **[Gudmand et al. 99]**. Certaines études s'appuient sur des plans d'expérience comme la méthode de Taguchi **[Kim et al. 03, Cho et al. 05]**, l'intelligence artificielle et les réseaux de neurones **[Aleksendrić et Duboka 07, Aleksendrić et al. 10, Xiao et Zhu 10]** ou les plans orthogonaux **[Drave et al. 96]** pour concevoir de nouveaux matériaux de friction ou pour optimiser les paramètres de fabrication. Ces méthodes statistiques nécessitent des bases

de données acquises de l'expérience afin de présélectionner les paramètres les plus influents, en ignorant les interactions possibles entre les paramètres étudiés **[Avoine 07]**. Le lien entre l'élaboration et la performance demeure encore mal compris.

# 3. Tribologie des matériaux de garnitures de frein

En freinage par friction, le frottement et l'usure sont dominés par la formation d'un « troisième corps » qui s'intercale dans le contact entre le disque et la garniture de frein. La notion de tribologie à trois corps a été introduite par Maurice Godet dans les années 70 **[Godet 84]**. Elle a été enrichie des notions de mécanismes d'accommodation de vitesse, de circuit tribologique et de triplet tribologique, introduites par Yves Berthier dans les années 80 **[Berthier 88]**. Les paragraphes qui suivent présentent dans ce contexte les mécanismes de frottement et d'usure induits lors de freinages, ainsi que leur couplage avec les phénomènes de localisation thermiques. Il se termine par une revue des essais de frottement et d'usure utilisés pour les étudier.

## *3.1. Mécanismes de portance et d'accommodation de la vitesse*

Le glissement d'un patin en matériau composite à matrice organique qui frotte sur un disque en fonte ou en acier modifie les surfaces frottées, les ingrédients qui y sont présents et génère un troisième corps, l'ensemble conduisant au développement de zones de portance localisées en surface. Ces zones de portance sont constitués de plateaux formés par le troisième corps piégé sur les constituants et compacté sous l'action combinée de la pression normale, la contrainte tangentielle et la chaleur de frottement **[Wirth et al. 94, Eriksson et al. 02]**. Ces plateaux supportent les contraintes de freinage **[Eriksson et Jacobson 00, Holinski et Hesse 03]**. Toutefois, il faut distinguer les plateaux dits « primaires » formés par l'arasement d'ingrédients de la garniture qui sont maintenus en surface, ancrés en profondeur dans la matrice, et les plateaux dits « secondaires » formés par l'accumulation et le compactage du troisième corps, le plus souvent piégé par les plateaux primaires. La Figure I-1 est une illustration de ces plateaux formés en surface d'une garniture de frein : un plateau secondaire, constitué du compactage de débris se développant en amont de deux plateaux primaires formés par l'arasement de fibres d'acier. La microscopie électronique à balayage est utilisée en électrons secondaires pour apprécier la morphologie de la surface tandis que l'image en électrons rétrodiffusés rend compte de la composition des plateaux. On note donc ici le rôle de portance de fibres longues, plus généralement de

constituants de grande taille. Eriksson a proposé une schématisation phénoménologie de la formation de ces plateaux (Figure I-1, c).

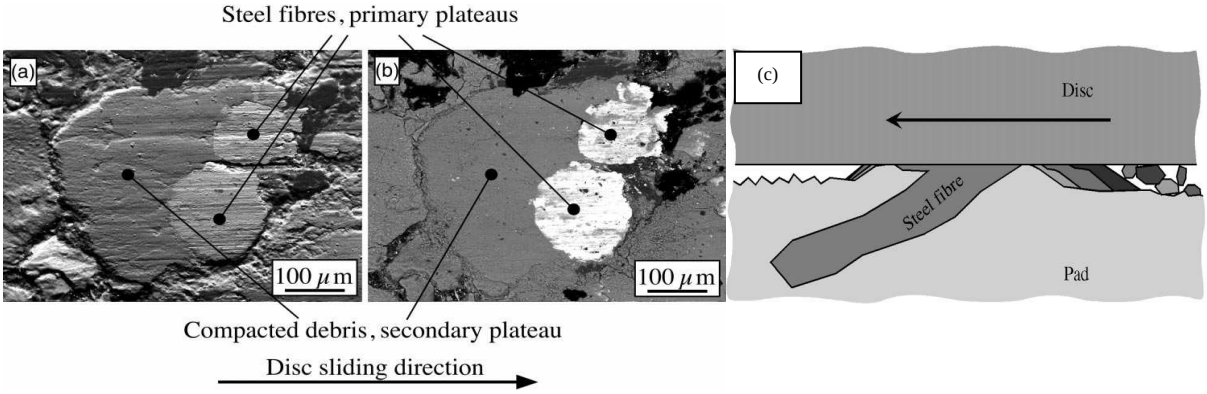



*Figure I-1. Observation MEB des plateaux primaires et secondaires à la surface d'une garniture de frein : (a) électrons secondaires ; (b) électrons rétrodiffusés* ***[Eriksson et Jacobson 00]****, (c) Schématisation du mécanisme proposé pour la croissance du plateau de contact en raison de l'accumulation et du compactage des débris d'usure* ***[Eriksson et al. 02]***

On peut observer que les plateaux sont relativement minces, mesurant souvent quelques microns d'épaisseur (Figure I-2). Dans le plan de glissement, les plateaux peuvent avoir des tailles variables, leur dimension caractéristique étant généralement de 50 à 500 µm et leur surface constituant 10 à 20 % de la surface apparente frottée. Dans certains cas, lorsque les températures et les pressions sont élevées, les plateaux peuvent atteindre des tailles millimétriques et couvrir la majorité de la surface frottée **[Eriksson et Jacobson 00]**. En surface des plateaux on distingue des signes d'usure comme le montre la Figure I-2, avec des stries parallèles à la direction du glissement. Ces plateaux sont entourés par des zones en dépression. Ces dernières ne participent donc pas directement au contact. Elles ont principalement comme origine la dégradation de la matrice organique et le détachement de constituants de petite taille **[Österle et al. 01]**, laissant en émergence les constituants de plus grande taille, comme le schématise la Figure I-1c. Les plateaux de portance peuvent également se fragmenter, sous l'impact des sollicitations mécaniques, par le détachement des débris compactés ou l'endommagement de la fibre ou de la particule qui constitue le plateau primaire **[Eriksson et al. 02, Roussette et al. 05].**

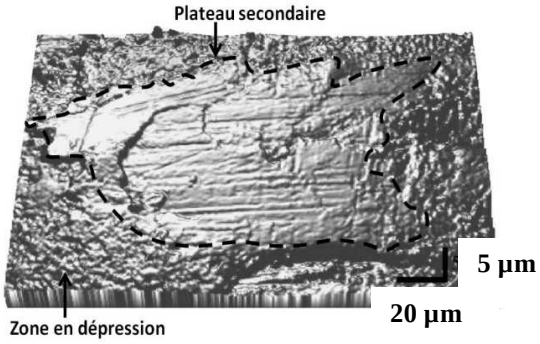



*Figure I-2. Micrographie profilométrique 3-D illustrant un plateau secondaire entouré de zones en dépression* ***[Eriksson et al. 02]***

Le développement des plateaux, la taille de leur surface de portance ainsi que leur composition dépend de la taille et de la nature des ingrédients qui y participent. Par exemple, une étude de Cho menée sur l'impact de la taille des particules de zircon sur le développement de l'interface de friction a montré que l'introduction de particules de petite taille (1±0.4 µm) amène à la formation de petits plateaux secondaires renouvelables qui sont défavorables à la stabilité de frottement et conduisent à une usure élevée des garnitures, notamment du fait que ces petites particules abrasives se détachent et circulent dans le contact (Figure I-3, a). Inversement, les garnitures contenant de grandes particules de zircon (140±22 µm) ont montré une meilleure stabilité de frottement due à la formation de plateaux primaires restant ancrés plus longtemps à la surface de contact et aidant ainsi à la formation d'un film de friction très lisse à leurs périphéries (Figure I-3, b) **[Cho et al. 08]**. D'autres études évoquent aussi cet impact de grandes particules qui supportent la portance **[Eriksson et Jacobson 00, Desplanques et Degallaix 09]**.

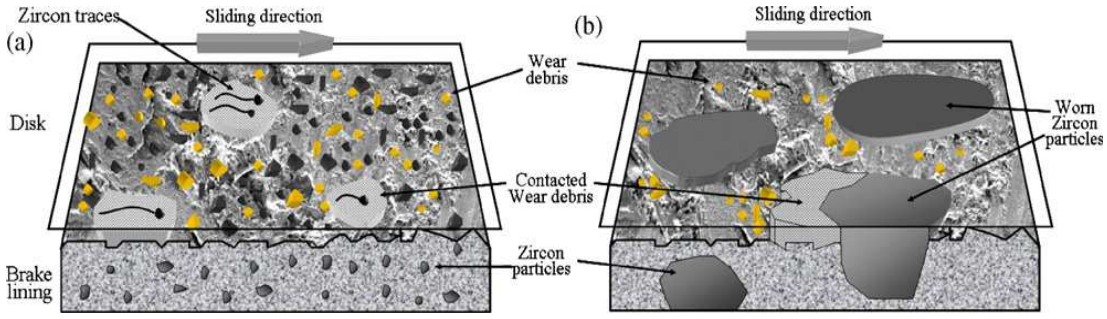
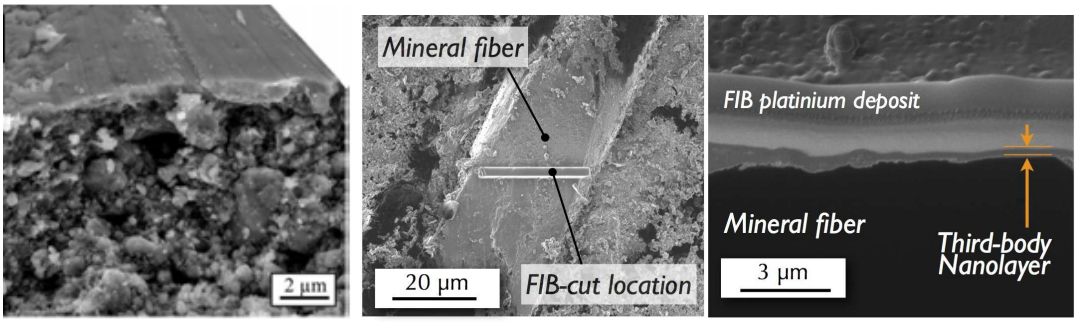



*Figure I-3. Représentation schématique de l'interface de frottement selon la taille des particules abrasives de zircon utilisées, (a) 1 µm et (b) 140 µm* ***[Cho et al. 08]****.*

Il est clair que ces plateaux primaires et secondaires supportent l'application de la charge normale de freinage, et qu'ils contribuent ainsi nécessairement à l'accommodation de la vitesse de glissement, donc à la dissipation d'énergie. Certains auteurs ont étudié la micro-

nano- structure de ces plateaux. Sur la Figure I-4a, une coupe transversale d'un plateau secondaire montre que sa structure varie dans son épaisseur **[Eriksson et Jacobson 00]**. En profondeur, la microstructure granuleuse provient du compactage de troisième corps à l'origine de la formation du plateau. En surface des plateaux, une couche superficielle de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur apparait plus dense et marquée de stries de glissement qui attestent de sa participation à l'accommodation de vitesse. Ces nano films sont constitués de particules nanométriques, majoritairement d'oxydes de fer provenant du disque auxquels se mêlent des particules issues des constituants de la garniture **[Österle et Urban 04]**. Ces films nanostructurés se développent également en surface des plateaux primaires. La Figure I-4b donne un exemple d'un tel film formé en surface d'une fibre minérale arasée par le frottement **[Desplanques et Degallaix 08]**. Ces films constituent le site principal où se localise l'accommodation de la vitesse.




**(a)** **(b)**

*Figure I-4. Films nanostructurés formés en surface des plateaux : a) Coupe transversale d'un plateau secondaire **[Eriksson et Jacobson 00]**, b) Coupe transversale d'un plateau primaire formé en surface d'une fibre minérale **[Desplanques et Degallaix 08]***

La profilométrie 2D de la surface de la garniture (Figure I-5, a) révèle que la rugosité dans la direction parallèle au glissement Ra=0,2 µm est inférieure à celle dans la direction perpendiculaire Ra=0,5 µm. De plus, la surface de la garniture est plus rugueuse que celle de la piste de frottement du disque dans les deux directions (Figure I-5, b) **[Eriksson et Jacobson 00]**. Ceci montre que, d'une part, les plateaux de troisième corps sont extrêmement lisses dans la direction de glissement, et d'autre part, ils se maintiennent dans le contact à la surface de garniture et qu'il y a transfert de troisième corps d'une surface frottante vers l'autre pendant le frottement.

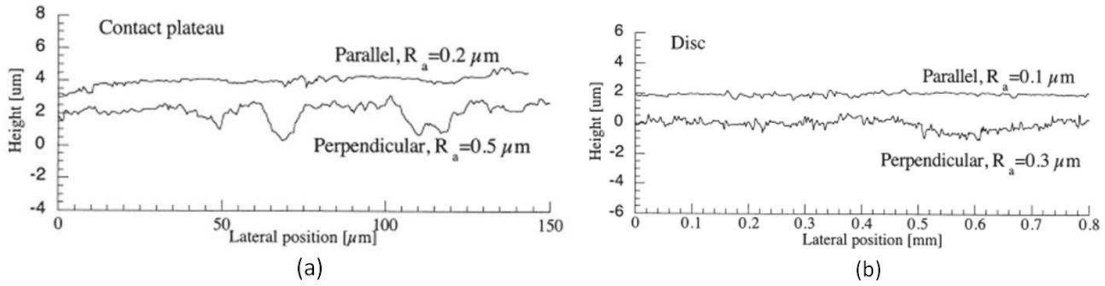



*Figure I-5. Profilométrie optique 2D de la surface (a) du patin et (b) du disque parallèlement et perpendiculairement à la direction de glissement* ***[Eriksson et Jacobson 00]***

Ainsi, les mécanismes de frottement et d'usure sont déterminés par ces plateaux dont la formation est rendue possible par la circulation du troisième corps entraîné par la rotation du disque.

## *3.2. Circuit tribologique*

La notion de circuit tribologique et les débits de troisième corps qui lui sont associés ont été introduits par Yves Berthier **[Berthier 88]** et sont schématisés sur la Figure I-6. Ils permettent l'alimentation du contact nécessaire à la formation et au renouvellement du troisième corps. Le circuit tribologique est ainsi composé de débits sources (1) qui représentent la production de particules et de débris qui constituent le troisième corps, de débits internes (2) qui définissent la circulation du troisième corps à l'intérieur du contact et de débits externes constitués des particules qui sortent du contact. Les débits externes se décomposent en débits de recirculation (3) qui réintroduisent le troisième corps dans l'aire de frottement et contribuent ainsi au fonctionnement du contact, et en débits d'usure (4) constitués des particules qui quittent définitivement le circuit et qui sont donc perdus du contact.

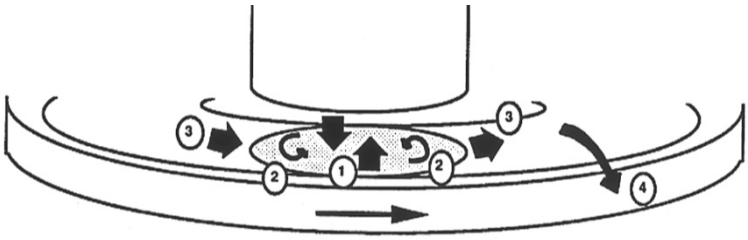



*Figure I-6. Circuit tribologique* ***[Berthier 88]***

En freinage, l'activation de ces débits est déterminante pour le fonctionnement du frein. Ainsi un bon matériau de friction doit être capable de former un film de troisième corps stable à l'interface **[Jacko et al. 89, Rhee et al. 91]**. Les performances en friction sont sensibles à la composition de ce film de troisième corps et à son épaisseur. Sa formation résulte de

mécanismes complexes qui dépendent de l'historique thermique à l'interface, des constituants organiques, des fibres et des lubrifiants qui contribuent à sa composition [**Xiao et Zhu 10]**. Mosleh s'est intéressé aux sources de troisième corps à partir d'essais tribologiques à faible vitesse de glissement (0,275 m/s) pour différentes pressions de contact (0,125 ; 0,375 ; 0,625 MPa) **[Mosleh et al. 04]**. Le contact est réalisé entre un disque en fonte grise et un pion commercial (materiau de friction semi-metallic Jurid 539 fabriqué par Knorr-Bremse). Dans cette étude, la distribution des particules d'usure, leurs tailles et leurs natures sont investiguées (Figure I-7). Cette distribution est obtenue par une machine LA-700 laser scattering capable de détecter des particules de tailles de 40 nm à 260 µm. Ils constatent une première population de particules de troisième corps dont la taille moyenne est de 350 nm. L'analyse par spectroscopie à énergie dispersive (EDS) de ces particules montre que cette première population est essentiellement constituée d'oxydes de fer provenant disque. Une seconde population de troisième corps se caractérise par des particules de plus grande taille, supérieure au micromètre. Cette population, qui est dépendante de la pression appliquée, provient en majorité du matériau de friction qui constitue le pion.

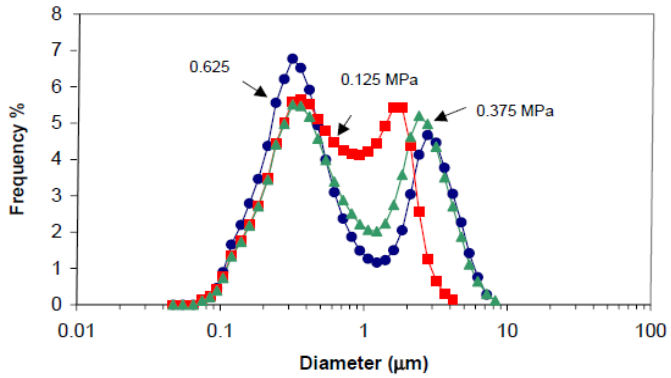



*Figure I-7. Distribution des tailles de particules générées durant des tests de frottement à une vitesse de 0.275 m/s et des pressions variables* ***[Mosleh et al. 04]***

Le troisième corps généré en freinage est ainsi composé d'une mixture de particules provenant principalement de 2 débits sources complémentaires qui dépendent des conditions de frottement. Ces débits sont activés dès les premiers instants du contact, comme le montre Shakhvorostov qui s'est intéressé aux phases de rodage et à l'évolution de la morphologie, de l'arrangement et des caractéristiques chimiques de la surface, due à la formation du troisième corps **[Shakhvorostov et al. 07]**.

En ce qui concerne la formation des plateaux, par compactage du troisième corps qui circule dans le contact, leur dynamique de formation est très dépendante des conditions de contact, notamment de la pression apparente et de la température. Eriksson s'est intéressé, par analyse d'images, à l'évolution de la taille et du nombre des plateaux de contact pour des

zones d'observation millimétriques. L'étude repose sur l'analyse de 10 emplacements différents localisés sur une ligne perpendiculaire à la direction de glissement (Figure I-8). Les images en profilométrie optique sont prises après chaque freinage en conservant les mêmes localisations d'observation. La Figure I-9 montre l'un de ces emplacements dont la taille est proche de 1 mm². Les images sont prises après des freinages à différents niveaux de pression. L'étude montre que l'augmentation de la pression apparente de contact favorise le piégeage du troisième corps et la coalescence des plateaux qui augmentent ainsi en taille. La surface totale des plateaux augmente tandis que leur nombre diminue (Figure I-9). Il a été observé que les plateaux formés à des faibles pressions (0,5 et 1 MPa) se composent majoritairement des fibres métalliques ou des particules abrasives. Pour les pressions plus élevées (1,5 et 2 MPa), l'augmentation de la taille des plateaux est attribuée à l'accumulation du graphite et des ingrédients organiques en amont des plateaux formés à basse pression **[Eriksson et al. 99]**.

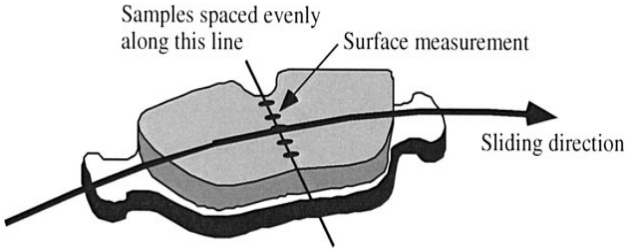



*Figure I-8. Localisation des 10 emplacements d'analyse d'images **[Eriksson et al. 99]***

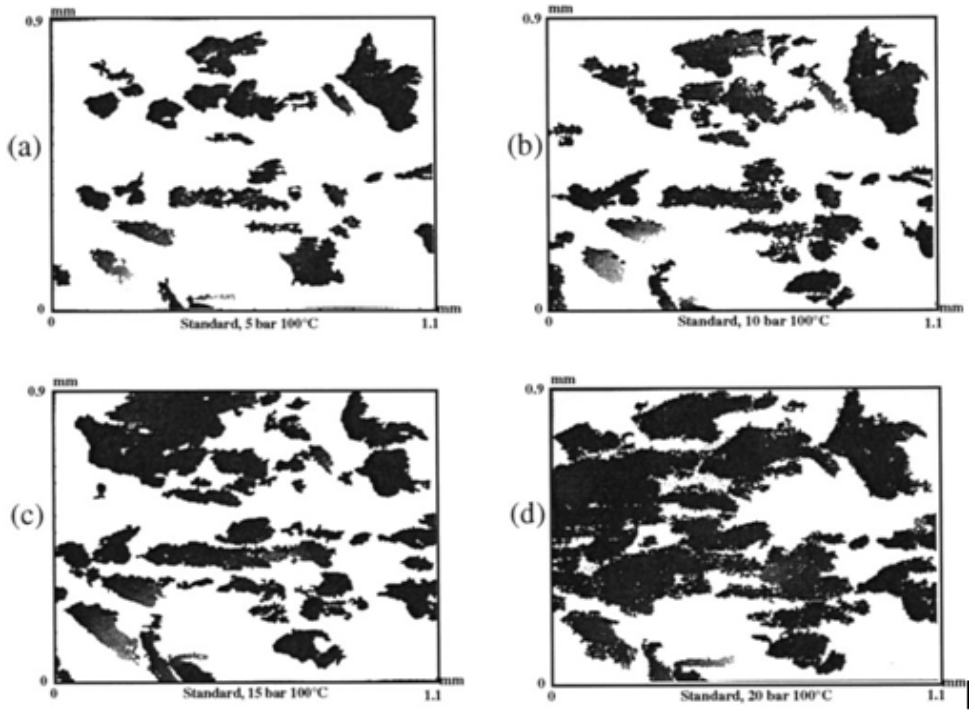



*Figure I-9. Evolution de la dimension et de la distribution des plateaux sur un emplacement de la surface de la garniture (a)-(d), respectivement pour une pression apparente de contact croissante de 0,5 ; 1 ; 1,5 et 2 MPa **[Eriksson et al. 99]***

La Figure I-10 illustre l'impact combiné de la pression et de la température sur le développement des plateaux, observés au MEB après deux freinages relatifs à deux sévérités différentes de température et de pression. Dans le cas d'une haute température et d'une forte pression, les plateaux s'étendent et peuvent atteindre des tailles millimétriques, couvrant la majorité de la surface de garniture (Figure I-10, b) **[Eriksson et Jacobson 00]**.

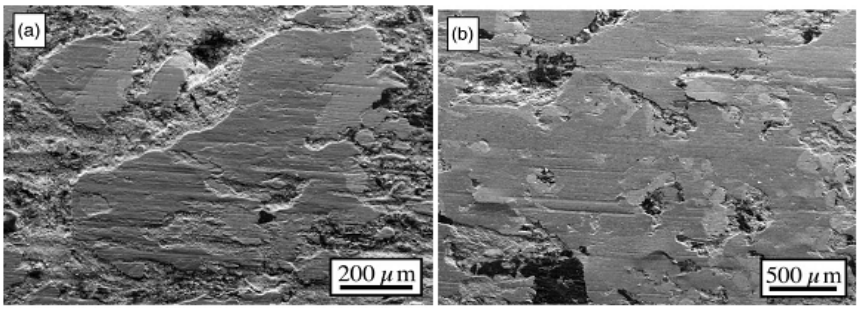



*Figure I-10. Observations MEB de plateaux de troisième corps à la surface du pion (a) basses température et pression (b) hautes température et pression **[Eriksson et Jacobson 00]***

Les débits sources de troisième corps sont fortement activés par la température, qu'il s'agisse de l'oxydation du disque ou de la dégradation de la garniture composite organique. Par le biais d'essais de frottement dont la température du disque était contrôlée et dont le pion était instrumenté d'un spectromètre de masse, Cristol a pu corréler, en fonction de la température, les évolutions du comportement tribologique d'un matériau de friction organique à la dégradation de la matrice organique et aux débits sources de troisième corps associés **[Cristol et al. 08]**.

### *3.3. Couplage avec les phénomènes de localisation thermique*

Pendant le freinage, les disques et les garnitures sont ainsi affectés de manière significative par la dissipation d'énergie, et en particulier par la chaleur qui en résulte. En effet, le freinage génère des altérations thermomécaniques sévères induites par les gradients thermiques qui déforment les corps en contact, conduisant à la formation de bandes chaudes et de points chauds **[Panier et al. 04, Kumar et al. 11]**. Ces phénomènes qui apparaissent à l'interface de frottement ainsi que leurs impacts sur le fonctionnement des matériaux de garnitures peuvent être étudiés par des bancs d'essais de l'échelle réduite **[Dufrenoy 97, Blau 01, Roussette et al. 03, Desplanques et al. 07]**. Les courbes de la Figure I-11 donnent l'évolution de la température de surface du disque relevée par pyrométrie infrarouge sur le rayon moyen de frottement pour trois essais de freinage de différentes sévérités, réalisés à échelle réduite sur un banc inertiel **[Roussette et al. 03]**. Les pics de température observés au début des freinages 2 et 3 correspondent au passage devant le pyromètre de bandes chaudes et des points chauds qui migrent ou se développent radialement sur la piste de frottement

pendant le contact. La migration de ces localisations thermiques est attribuée à la compétition entre la déformation thermomécanique des corps en contact et l'usure. Pour l'essai 1, qui correspond aux conditions les moins sévères du point de vue de la puissance dissipée, les déformations thermomécaniques n'étaient pas suffisantes pour créer ces bandes chaudes **[Desplanques et al. 07]**.

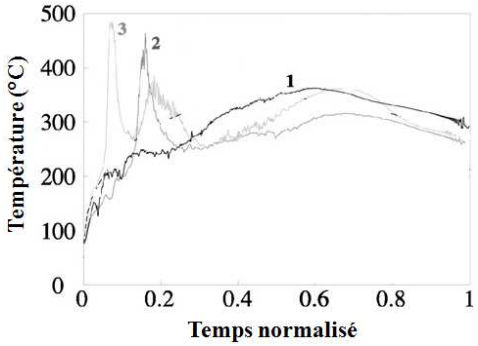



*Figure I-11. Températures de surface du disque **[Roussette et al. 03]***

La Figure I-12 montre six thermogrammes successifs de la piste de frottement, pris pendant un freinage d'arrêt. Ceux-ci montrent la formation et la migration de la bande chaude pendant les 10 premières secondes du freinage, et l'apparition progressive de localisation thermique périphérique dans la bande chaude, à partir de t = 5 s, conduisant à la formation de points chauds sur la surface intérieure de la piste, bien discernable à partir de t = 12,5 s **[Kumar et al. 11]**.

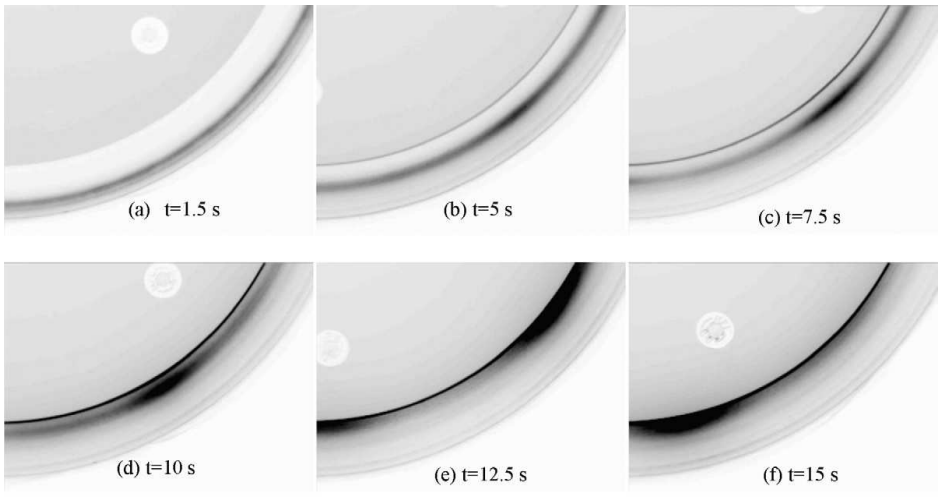



*Figure I-12. Phénomènes de localisation thermique observés par thermographie infrarouge pendant un freinage d'arrêt : (a-d) Migration de la bande chaude, (d-f) Formation de points chauds **[Kumar et al. 11]***

Ces phénomènes de localisation interagissent avec le circuit tribologique par l'activation de débits sources du fait de la température. Ils influencent également les débits de recirculation, les localisations thermiques correspondant à la localisation du contact dans l'aire apparente. Les migrations de bandes chaudes sont associées à des ouvertures et des fermetures du contact qui laissent circuler ou qui piègent le troisième corps. La Figure I-13 montre une étude de tels couplages. Les observations post-mortem de la surface d'une garniture après un freinage interrompu pendant la migration d'une bande chaude sont associées aux zones ouvertes de l'aire apparente de frottement. Des mécanismes de détachement de débris, d'une part, et de piégeage et d'agglomération de particules, d'autre part, expliquent la formation d'une bande continue de troisième corps dans la bande chaude où se localise le contact **[Desplanques et Degallaix 09]**.

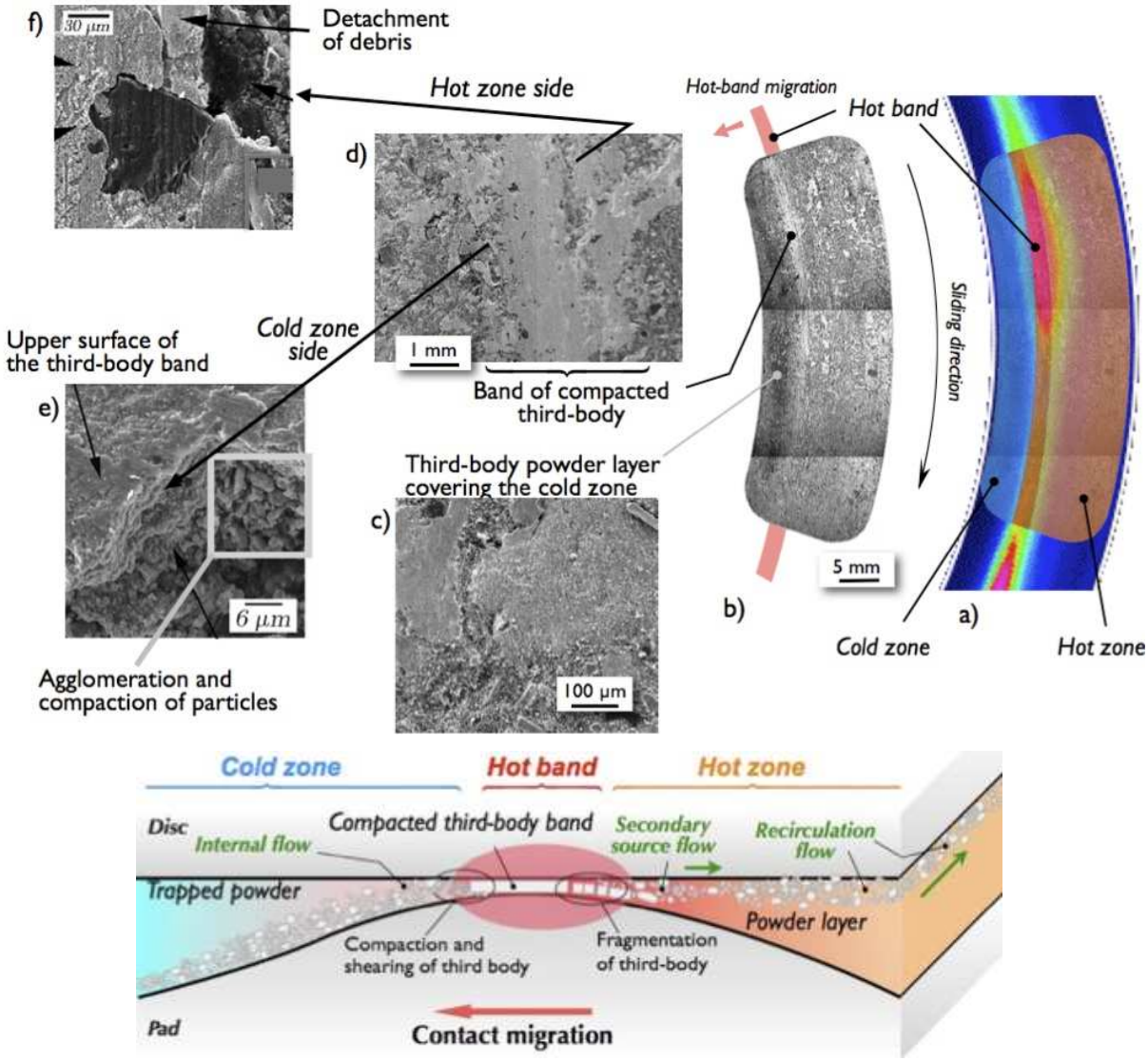



*Figure I-13. Analyse des interactions entre la migration de bande chaude et le circuit tribologique : en haut identification des mécanismes de formation et de dégradation du troisième corps, en bas schématisation des couplages* ***[Desplanques et Degallaix 09]***

## *3.4. Procédures d'essais de freinage et d'usure*

### 3.4.1. Essais de freinage

Des essais de caractérisation des matériaux de garnitures de frein comme les essais de compression, de dureté, les mesures de conductivité thermique, etc. sont employés au cours de leur élaboration, mais la qualification complète implique des essais de freinage de laboratoire et d'autre à l'échelle réelle du véhicule. En effet, outre la conception des pièces constituant le frein, les performances en freinage sont affectées aussi de manière significative par le comportement du conducteur, l'utilisation du véhicule, l'environnement global dans lequel le véhicule est conduit, etc. A l'échelle réelle des véhicules, des normes réglementent le freinage dans la plupart des pays. Citons, à titre d'exemple, la norme européenne ECE-R90 qui régit l'homologation des plaquettes de frein. Cette norme propose plusieurs types d'essais à savoir, le test de perte d'efficacité à chaud, le test d'équivalence de rendement à froid et le test de sensibilité à la vitesse. Le journal officiel des communautés européennes décrit aussi plusieurs procédés d'essais de freinages de service pour différents types de véhicules **[JOCE 98]**. Néanmoins, pour réduire les coûts préliminaires de qualification des matériaux et faciliter la recherche, une variété de machines sont développés pour réaliser des essais en laboratoire. Différentes méthodes d'évaluation de performances pour ces matériaux de friction tels que les essais d'évaluation de friction FAST **(**Friction Assessment Screening Test) **[Anderson et al. 67],** l'essai appelé Chase **[Tsang et al. 85]** et les essais de freinage dynamométrique **[Sanders et al. 01]** sont utilisés. Les essais Chase et FAST sont couramment utilisés et sont considérés comme des tests de contrôle de qualité utiles pour l'évaluation préalable de la performance des matériaux dans le laboratoire **[Kumar et Bijwe 10a]**. Ces essais de laboratoire sont réalisés à vitesses constantes pendant le frottement en appliquant une pression donnée et pour une durée d'essai précisée par l'opérateur. L'essai FAST est développé pour contrôler la stabilité de friction des matériaux de garniture de freins à disques **[Anderson et al. 67**], tandis que l'essai Chase est utilisé pour contrôler les matériaux de garnitures de freins à tambour **[Burkman et Highly 67].**

La majorité des études menées sur des matériaux de garniture de frein utilise des tribomètres de laboratoire. Les essais réalisés sont souvent à contacts intermittents d'un pion contre un disque. La force normale, la vitesse de glissement, la durée du contact ou la distance parcourue sont définies suivant les objectifs de l'opérateur et les niveaux de sollicitations thermomécaniques souhaités. D'éventuelles mesures de températures de masse ou de surfaces

du couple frottant peuvent être effectuées. Ce genre d'essais est employé pour étudier la sensibilité des matériaux de garniture aux pressions et aux vitesses (Figure I- 14).

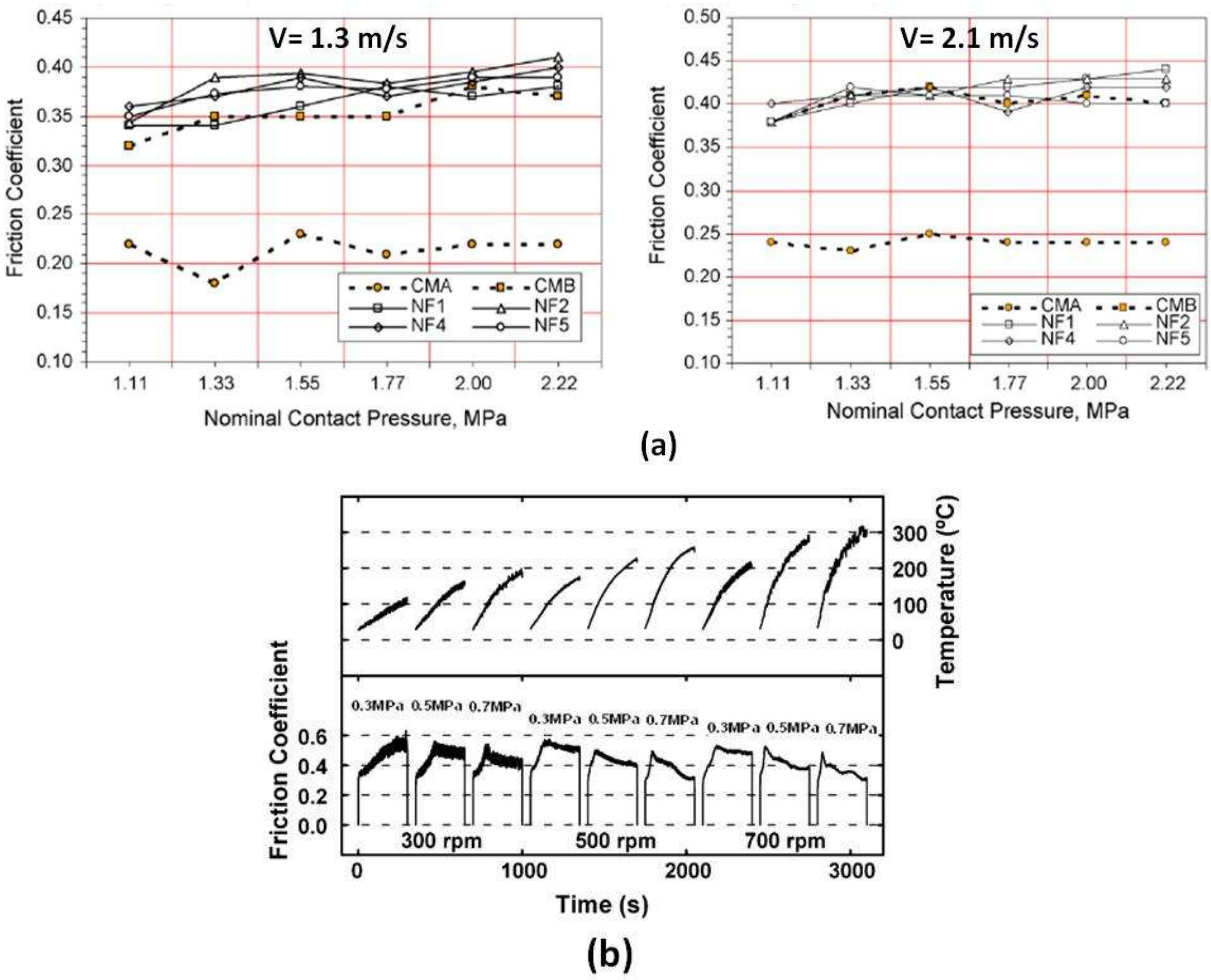



*Figure I-14.* ***(****a) Variation du facteur de frottement moyen en fonction de la pression de contact pour des vitesses de rotation du disque de 1.3 et 2.1 m/s* ***[EL-Tayeb et Liew 09]****, (b) Evolution du facteur de frottement et de la température en fonction de la pression et de la vitesse de glissement lors des essais de freinage* ***[Cho et al. 08]****.*

Les bancs dynamométriques présentent l'avantage de pouvoir réaliser des séquences complexes d'essais d'efficacité, d'évanouissement (Fade), de récupération, etc. **[Blau et McLaughlin 03]**. Ceux sont des bancs inertiels à l'échelle 1 permettant de simuler au mieux l'ensemble des conditions de freinage réelles et les performances de ces bancs permettent d'atteindre les niveaux d'énergie rencontrés en service. Par ailleurs, ce type d'essai est relativement long, couteux et ne permet pas directement la compréhension des phénomènes thermiques et mécaniques mis en jeu. Il se contente de qualifier les matériaux **[Lepré 97]**. Il est à noter que les résultats issus des divers bancs d'essai peuvent ne pas corréler les uns aux autres **[Blau 01]**.

Un exemple de résultats de frottement d'une séquence d'essais de freinage sur banc dynamométrique, réalisé dans une étude menée par Hee et Filip est donné par la Figure I- 15 **[Hee et Filip 05]**. La procédure utilisée consiste en 3 freinages d'efficacité ordinaire (Baseline), suivis de 9 freinages de perte d'efficacité (Fade) et puis 5 freinages de récupération (Recovery). La figure montre la baisse indésirable du facteur de frottement µ pendant le test de perte d'efficacité appelé « évanouissement thermique » où les garnitures de frein sont sollicitées à des températures élevées en frottement **[Handa et kato 96].** La séquence de freinages de récupération est utilisée pour identifier comment un matériau peut récupérer rapidement ses caractéristiques de base observées en freinage d'efficacité ordinaire (Baseline).

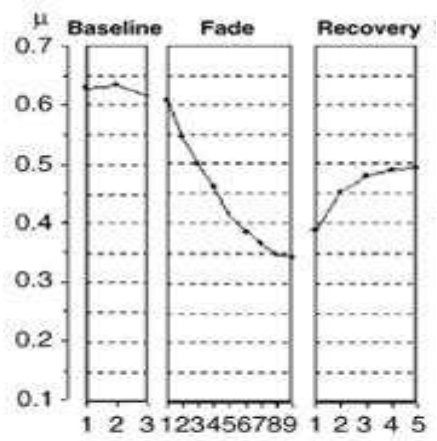



*Figure I-15. Résultats des essais dynamométriques exprimés par la valeur moyenne du facteur de frottement* ***[Hee et Filip 05]***

D'autres bancs d'essai inertiel, autres que les dynamomètres de l'échelle 1, sont conçus pour l'utilisation dans le domaine de la recherche sur les matériaux de freinage. Il s'agit de tribomètres capables de simuler des freinages à échelle réduite en dissipant l'énergie cinétique. Ils permettent une étude comparative des réponses fondamentales des matériaux testés dans des conditions soigneusement contrôlées sans toutefois rendre compte complètement du comportement en service. Des phénomènes comme l'évanouissement, l'instabilité thermo-élastique et la localisation thermique, l'usure et la formation du troisième corps peuvent être étudiés en utilisant ce type de tribomètre. Le tribomètre de freinage du Laboratoire de Mécanique de Lille est l'un de ces dispositifs. Il permet de reproduire à une échelle réduite des freinages d'arrêt et des freinages de maintien **[Desplanques et al. 07]**. Pendant le cycle de freinage d'arrêt, la vitesse de glissement du disque augmente et se stabilise à la valeur souhaitée. Le freinage est réalisé depuis cette vitesse jusqu'à l'arrêt sous un effort normal constant (Figure I-16, a). Le freinage de maintien consiste en une

augmentation de la vitesse, sa stabilisation et puis le freinage à vitesse constante et à couple constant pendant une durée prédéterminée. Le cycle est achevé par une décélération de la vitesse jusqu'à l'arrêt (Figure I-16, b). Ces essais de freinage reposent sur des règles de similitude et de changement d'échelle qui permettent d'obtenir à échelle réduite une sollicitation thermique induite par le frottement représentative des sollicitations rencontrées en service (Figure I-16, c).

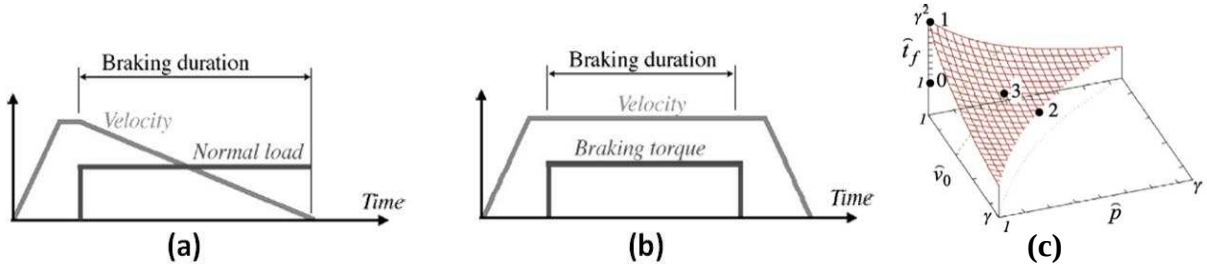



*Figure I-16. Essais de freinage à échelle réduite (a) cycle de freinage d'arrêt, (b) cycle de freinage de maintien (c) choix du triplet paramétrique (pression, vitesse, durée de freinage) en fonction du facteur d'échelle* ***[Desplanques et al. 07]***

### 3.4.2. Essais d'usure

La vitesse ou le taux d'usure des garnitures de frein est un paramètre important qui doit être contrôlé afin d'améliorer la tenue en service de ces matériaux et répondre aux exigences du marché sur le plan économique ainsi que pour des considérations de sécurité publique. En effet, la plupart de ces matériaux expulsent des poussières avec le potentiel de causer des problèmes environnementaux surtout dans les villes [**Naerheim 03]**. Ainsi, la caractérisation des performances des matériaux de garniture de frein inclus aussi leur résistance à l'usure.

Les bancs d'essais de frottement et de freinage, décrits ci-dessus, sont aussi utilisés pour tester la résistance à l'usure soit en situation réelle de freinage de l'échelle 1, soit avec des protocoles expérimentaux adaptés sur les bancs d'essais de l'échelle réduite. En définissant leurs protocoles expérimentaux sur tribomètres de laboratoire, plusieurs auteurs associent aux tests d'usure des durées de frottement totales plus élevées que les tests de caractérisation du frottement sans toute fois la nécessité de modifier la pression et la vitesse de glissement **[Cho et al. 05, Cho et al. 08, Boz et Kurt 07].**

L'évaluation de l'usure se fait par des mesures de perte en masse ou en épaisseur. L'usure peut être exprimée en pourcentage **[Hee et Filip 05, Boz et Kurt 07],** en coefficient d'usure en g/MPa.m défini comme la perte en masse divisée par la pression de contact et la distance de glissement **[Mosleh et al. 04]**, en vitesse d'usure ($mm^3/Nm$) obtenue en normalisant la quantité usée par l'énergie cinétique générée (force de contact × distance de glissement) **[Cho et al. 05]**. Cette vitesse d'usure est appelée, par Mutli et al., usure

spécifique exprimée en $cm^3/Nm$ **[Mutlu et al. 06].** Dans une autre étude menée par K.H. Cho et al., les auteurs ont exprimé la vitesse d'usure en mm/h **[Cho et al. 08]**.

## *3.5. Sensibilité du frottement et de l'usure aux conditions de freinage*

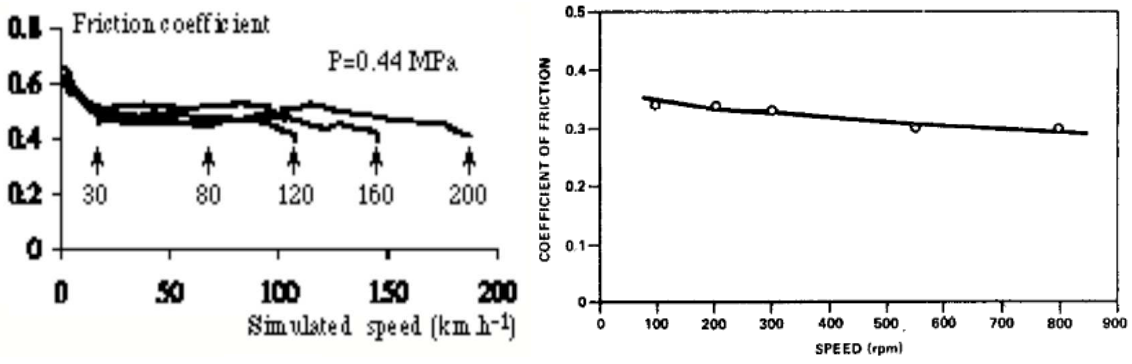
Comme il l'a été présenté précédemment, du fait de la dissipation de chaleur par frottement, il est difficile de dissocier les effets de la température de ceux de la vitesse ou de la pression sur le frottement et l'usure. Néanmoins, selon les conditions d'essais utilisées, ces facteurs peuvent être étudiés avec une certaine indépendance.

### 3.5.1. Sensibilité à la vitesse de glissement

Le cisaillement des ingrédients à l'interface de frottement contre un disque ou un tambour métallique engendre des sensibilités de frottement et d'usure à la pression et la vitesse du freinage plus aux moins prononcées en fonction de la composition du matériau composite **[Anderson 90]**. La Figure I-17a montre l'évolution du facteur de frottement en fonction de la vitesse initiale de freinages réalisés à échelle réduite sur un banc inertiel à une pression apparente de 0,44 MPa. Le facteur de frottement apparaît peu sensible à la vitesse initiale de freinage avec une même valeur moyenne de 0,45 **[Desplanques et al. 01]**.

D'après Rhee, des essais sur un banc dynamométrique réalisés avec un matériau de garniture de poids lourds, montrent que le facteur de frottement diminue avec la vitesse de glissement pour une pression et une température maintenues constantes (Figure I-17, b) **[Rhee 74a]**.

Dans une étude menée par Satapathy et Bijwe, ils trouvent, qu'à faibles pressions (1 MPa), les matériaux de friction sont très sensibles aux variations de la vitesse. Cependant, en augmentant davantage la pression de freinage, cette sensibilité diminue **[Satapathy et Bijwe 06]**.



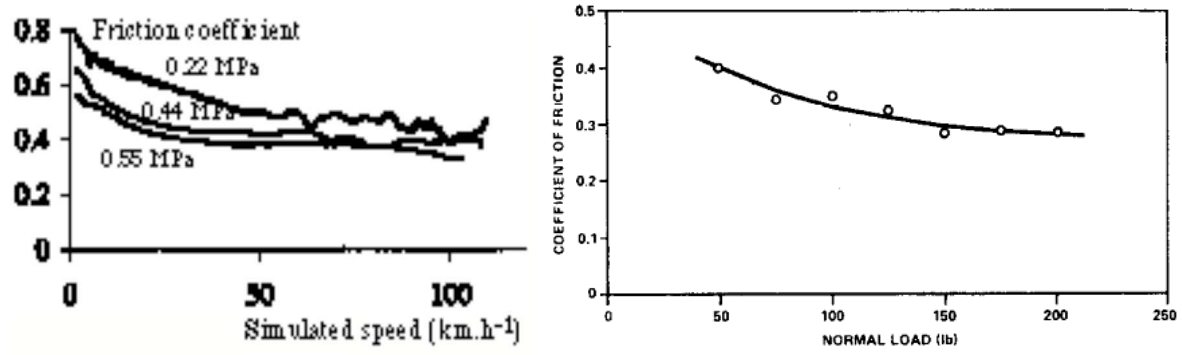

**(a)** **(b)**

*Figure I-17. Évolution du facteur de frottement pour différentes vitesses initiales de freinage* ***[Desplanques et al. 01]****, (b) Variation du facteur de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement à température et à pression constantes* ***[Rhee 74a]***

En ce qui concerne l'usure, Gopal et al. ont largement étudié la sensibilité de l'usure à la pression et la vitesse des matériaux de garnitures à l'aide de banc Chase à échelle réduite. Les composites étudiés ont montré peu de variation des taux d'usure en fonction de la vitesse initiale de glissement des freinages réalisés contre un tambour en fonte à des températures initiales de 100 °C **[Gopal et al. 95]**. De même, d'après Mosleh et al., la vitesse de glissement affecte peu le taux d'usure **[Mosleh et al. 04]**.

### 3.5.2. Sensibilité à la pression

Des freinages, réalisés à vitesse initiale de glissement constante tout en modulant les pressions apparentes de contact, donnent lieu à des évolutions différenciées du facteur de frottement (Figure I-18, a). Ces courbes montrent que le facteur de frottement est sensible à la pression, et qu'il décroît lorsque celle-ci augmente **[Desplanques et al. 01]**. Rhee montre également que le facteur de frottement diminue en augmentant la charge normale, à une vitesse de glissement et à une température constantes (Figure I-18, b) **[Rhee 74a]**. Cette décroissance est plus importante que celle enregistrée en modulant la vitesse de glissement à pression et à température constantes. Il est aussi évoqué par Kumar et al. que le facteur de frottement est plus sensible à la pression qu'à la vitesse de glissement **[Kumar et Bijwe 09]**. Pour l'usure, Satapathy et Bijwe indiquent qu'en général l'usure augmente avec la pression mais cet effet est plus important lorsque les deux paramètres, pression et vitesse de glissement, augmentent ensemble **[Satapathy et Bijwe 06]**.




**(a)** **(b)**

*Figure I-18. (a) Évolution du facteur de frottement pour différentes pressions de freinage **[Desplanques et al. 01]**, (b) Variation du facteur de frottement moyen en fonction de la pression à température et à vitesse de glissement constantes **[Rhee 74a]***

### 3.5.3. Sensibilité à la température

En pratique, deux méthodologies sont utilisées pour étudier cette sensibilité, soit en augmentant artificiellement la température du couple en contact puis procéder à l'essai de freinage, soit de manière indirecte en augmentant la sévérité du contact.

En freinage, les performances tribologiques des matériaux de garniture de frein organique sont influencées par la température à l'interface de friction, qui est le facteur majeur déterminant vis-à-vis du frottement et d'usure **[Naerheim et al. 99, Pan et al. 99]**. Leurs essais ont montré que le frottement et l'usure peuvent être semblables en variant la sévérité du freinage lorsque l'on préserve les mêmes niveaux de températures alors que les variations de frottement et d'usure sont notables lorsque l'on augmente la température à vitesse de glissement et pression maintenues constantes. La Figure I-19 illustre une diminution du facteur de frottement avec l'augmentation de la température pour des essais réalisés dans de telles conditions **[Rhee 74a]**. D'après Kumar et al., la sensibilité du frottement à la température d'interface peu être associée aux changements de l'adhérence et de la résistance à la déformation des matériaux de friction **[Kumar et Bijwe 09]**. Comme nous l'avons déjà vu, à haute température, la résine qui constitue la matrice du matériau composite se dégrade et ses propriétés s'affaiblissent ce qui entraîne une augmentation exponentielle du taux d'usure **[Rhee 74b]**. La dégradation de ces matériaux de friction organique commence à partir de 230 °C et s'accentue fortement entre 270 et 400 °C **[Talib et al. 03]**. Kim et Huh constatent également que l'usure de leur matériau composite organique est gouvernée essentiellement par des mécanismes de pyrolyse à partir de 230 °C **[Kim et Huh 98]**. Cho et al. reportent l'usure des matériaux de garnitures de frein à l'abrasivité et à la stabilité thermique des ingrédients à haute température **[Cho et al. 05].**

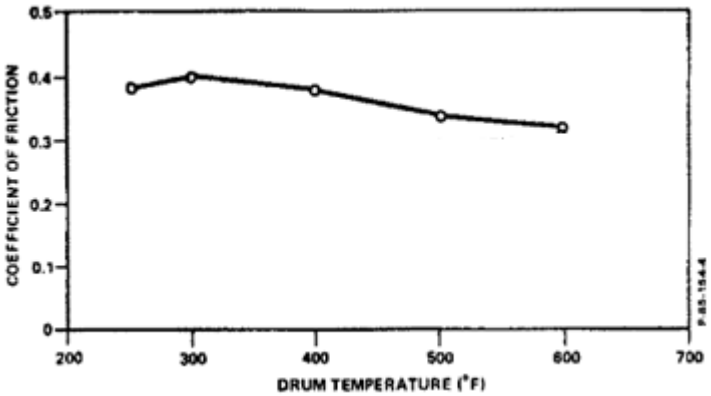



*Figure I-19. Variation du facteur de frottement moyen en fonction de la température à pression et à vitesse de glissement constantes **[Rhee 74a]***

# 4. La formulation industrielle de référence

## *4.1. Présentation et formulation*

Le matériau étudié est un composite à matrice organique fabriqué par la Société Tunisienne de Garnitures STUGAFREM pour des véhicules de type poids lourds.

Ce matériau est constitué de divers ingrédients, des particules et des fibres, dont la taille varie du micrométrique au millimétrique, englobés dans un liant phénolique (Tableau I-2). Chaque ingrédient introduit dans la formulation assure un rôle particulier qui permet d'ajuster les propriétés physiques, mécaniques, thermiques et tribologiques. Les ingrédients sont classés en fonction de leur principale implication sur le comportement mécanique et tribologique de la garniture.

*Tableau I-2. Composition de la garniture industrielle de référence*

| **Classification** | **Natures des ingrédients** | **Constituants** | **% Massique** |
|---|---|---|---|
| Liant | Organique | Résine phénolique | 14,2 |
| Fibres | Minérale | Fibres de verre<br>Fibres de roche | 22 |
| | Organique | Cellulose | |
| Remplisseurs | Minérale | Baryte<br>Carbonate de calcium<br>Craie | 44,5 |
| Abrasif | Minérale | Alumine | 1,7 |
| Lubrifiants | Organique | Graphite<br>Coke<br>Noir de carbone | 10,8 |
| Modificateurs de friction | Organique | Poudre de friction<br>Caoutchouc | 6,8 |

La Figure I-20 présente la morphologie de chaque constituant de la formulation à partir d'images prises en microscopie électronique à balayage. En plus du grand nombre de constituants, on peut noter leur très grande diversité en taille et en forme. Les constituants de la formulation industrielle sont présentés en détail dans l'Annexe A.

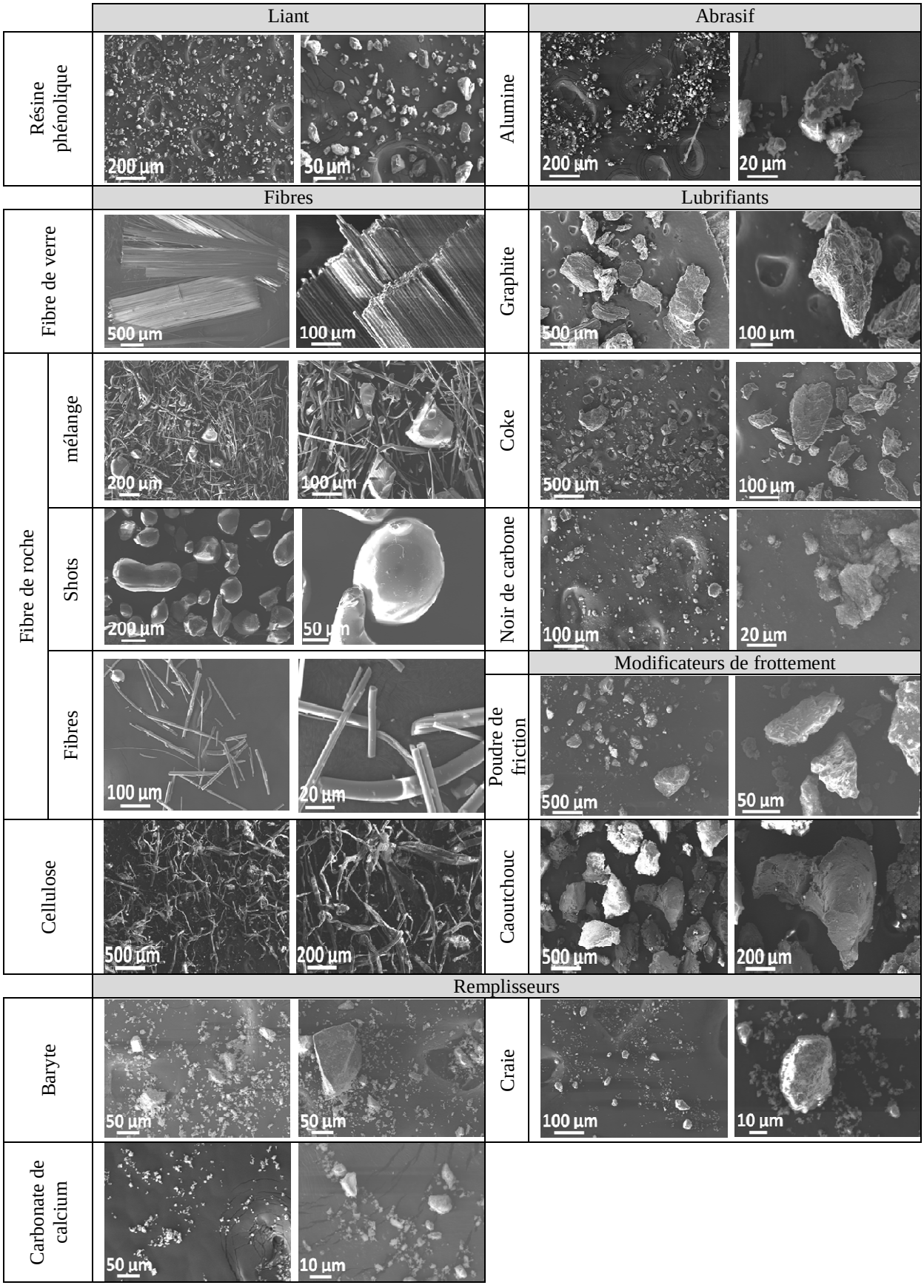



*Figure I-20. Morphologie des constituants de la formulation industrielle*

### *4.2. Procédé d'élaboration*

La procédure de fabrication du matériau comprend les étapes successives suivantes :

- Mélange : excepté les fibres de verres, les constituants sont introduits dans un mélangeur où ils sont continuellement malaxés par une hélice d'une part, et cisaillés par des lames tranchantes rotatives d'autre part. Les fibres de verre sont introduites dans le mélangeur après 10 minutes de malaxage. La durée totale du mélange est de 11 minutes.
- Prélèvement : une quantité de mélange est prélevée par pesée (6,5 kg) pour fabriquer une plaque de garniture.
- Préformage à froid : il s'agit du remplissage d'un moule parallélépipédique en appliquant une pression par des frappes successives pour obtenir une préforme de la plaque.
- Moulage à chaud : la préforme est introduite dans un moule parallélépipédique placé entre les deux plateaux d'une presse à chaud. Le moulage s'effectue en 18 min à une température de cuisson de 150 °C sous pression. Des cycles de dégazage sont appliqués à la face supérieure de la plaque par ouverture de la presse toutes les minutes pendant toute la durée du moulage.
- Trempe à l'eau : il s'agit d'une immersion de la plaque dans de l'eau froide pour figer sa géométrie.
- Cuisson : la plaque est maintenue pendant 10 h dans un four à 160 °C.

La fabrication se termine par une succession d'opérations de finition pour obtenir une plaque plane de 5,5 kg, d'épaisseur 16 mm et de dimension 400x400 mm².

## 5. Conclusions

Ce premier chapitre introductif a permis d'établir un état de l'art des matériaux composites organiques pour garniture de frein, de leur comportement tribologique et des phénomènes thermomécaniques induits par le frottement et la dissipation d'énergie. Cette revue montre que ces matériaux sont extrêmement complexes et que leur comportement en freinage dépend de nombreux facteurs, propres aux matériaux, leurs propriétés mécaniques, physicochimiques, leur microstructure et leurs constituants, propres également à la sollicitation, notamment thermique, et aux couplages physiques qui sont mis en jeu. Les phénomènes sont transitoires, interagissent et se manifestent simultanément à différents échelles, aux échelles nano et micrométriques de génération de particules, de cisaillement des films nanostructurés qui accommodent la vitesse, aux échelles mésoscopiques de la formation des plateaux de troisième corps qui assurent la portance, aux échelles macroscopiques des localisations thermiques et des altérations thermomécaniques des premiers corps. Le freinage

apparait comme une sollicitation complexe qui engendre des effets multiples, couplés et donc difficiles à cerner. Il est ainsi particulièrement difficile d'expliquer les liens entre l'élaboration et la performance en freinage des matériaux de friction organiques. Une conséquence est le développement empirique de ces matériaux qui est devenu un obstacle à l'amélioration de leur performance et à l'évolution de leur composition, un enjeu majeur dans le contexte actuel de développement durable.

La compréhension du rôle des constituants sur les performances de freinage est l'une des clés de l'amélioration de ces matériaux composites. Pour s'affranchir de la complexité des formulations industrielles et de la sollicitation de freinage, l'étude repose, d'une part, sur le développement et l'utilisation de formulations simplifiées, déduites de la formulation industrielle en en réduisant le nombre de constituants, d'autre part, sur des essais de frottement simplifiés néanmoins représentatifs de la sollicitation de freinage, et en particulier de sa sévérité thermique. Le second chapitre est une étude préalable de la formulation industrielle de référence présentée dans ce chapitre, du point de vue de sa microstructure et de ses propriétés, de son élaboration et de ses performances en situation de freinage poids lourd.

# Chapitre II : Garniture industrielle : propriétés et performances

1. Introduction....33
2. Caractérisation de la garniture industrielle....33
   *2.1. Microstructure*....33
   *2.2. Caractérisations de l'hétérogénéité et de l'anisotropie par essais mécaniques*....36
      2.2.1. Caractérisation par indentation instrumentée....36
      2.2.2. Caractérisation en compression....38
   *2.3. Caractérisations physiques et thermiques*....39
      2.3.1 Densité....39
      2.3.2 Propriétés thermiques....40
   2.4. *Transformations thermo induites*....40
      2.4.1. Analyse thermogravimétrique....40
      2.4.2. Dilatation thermique....41
3. Performance en freinage....43
   *3.1. Protocole expérimental*....43
      3.1.1. Tribomètre de freinage....43
      3.1.2. Mesures de températures....44
      3.1.3. Mesure du facteur de frottement....45
   *3.2. Conditions expérimentales.*....45
      3.2.1. Changement d'échelle....45
      3.2.2. Détermination des conditions d'essai....46
   *3.3. Situations de freinage étudiées*....47
   3.4. *Comportement en freinage et corrélation aux phénomènes thermiques mis en jeu*....48
      3.4.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie....48
      3.4.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés....50
4. Conclusions....54

# 1. Introduction

Ce chapitre présente l'étude des propriétés et des performances du matériau composite organique pour garniture de frein fourni par le partenaire industriel et pour lequel peu d'informations étaient disponibles en dehors de sa composition et de son procédé de fabrication. Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, les matériaux de friction doivent présenter une combinaison adéquate de propriétés physico-chimiques, mécaniques, thermiques et tribologiques qui agissent en synergie pour fournir la performance de freinage attendue tout en satisfaisant aux sollicitations engendrées par le freinage, notamment la chaleur générée par le freinage. Aussi, la connaissance des propriétés des matériaux et des performances associées est apparue comme un préalable incontournable. Les paragraphes suivants présentent la caractérisation de la microstructure et de propriétés mécaniques, physiques et thermiques, ainsi qu'une analyse de sa dégradation en thermogravimétrie et de sa dilation thermique. Il se termine par une étude de ses performances dans des conditions de freinage représentatives du freinage poids lourd.

# 2. Caractérisation de la garniture industrielle

## *2.1 Microstructure*

La microstructure de la garniture industrielle est observée au MEB. La Figure II-1, reconstituée à partir de 6 images, permet de mettre en évidence le caractère hétérogène de la microstructure. On y reconnait en bas à droite un faisceau de fibres de verre. Afin d'identifier les autres constituants, une cartographie en microanalyse X est réalisée sur une zone du matériau (Figure II-2).

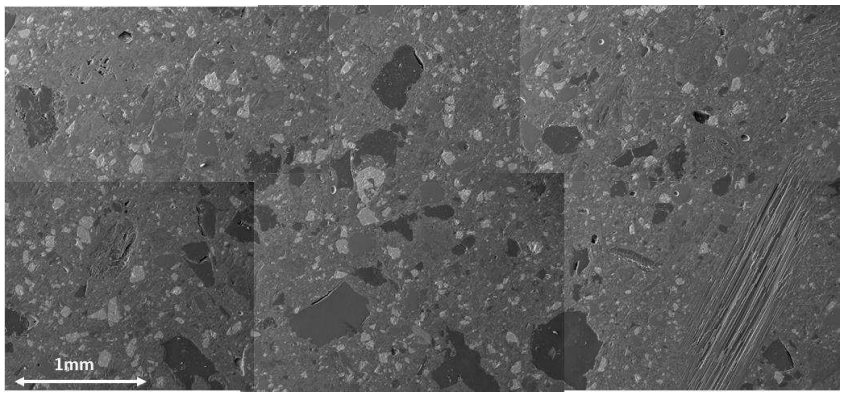



*Figure II-1. Observation MEB du matériau industriel*

On retrouve les éléments ayant des tailles maximales de 500 µm et riche en carbone : le caoutchouc et le graphite, ce dernier présentant le taux le plus élevé en carbone. On distingue

également les fibres de roche et les shots riches en silicium et aluminium ainsi que des particules de baryte identifiées par la présence conjointe de baryum et de soufre. Deux particules d'alumine sont visibles avec une forte présence en aluminium. La craie et le carbonate de calcium sont mêlés à la résine pour former la matrice du matériau comme le montre la présence diffuse du calcium.

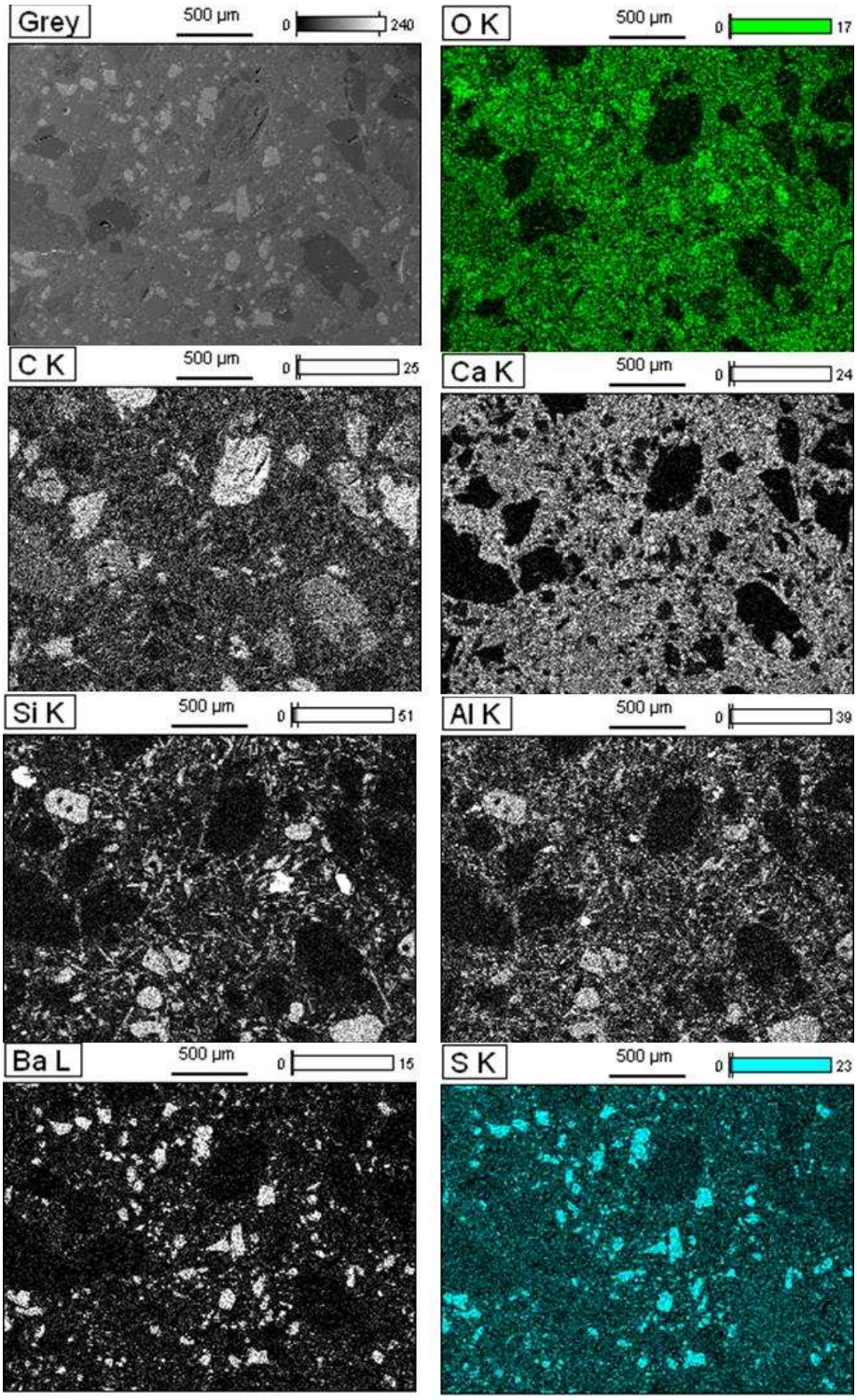



*Figure II-2. Observation MEB et cartographie X du matériau industriel*

Compte tenu du fait que les opérations de préformage et de moulage à chaud s'effectuent avec des pressions appliquées dans la direction normale, la distribution et l'orientation des constituants dans la matrice phénolique sont examinées pour déterminer si le matériau présente une anisotropie. Pour se faire, des échantillons prélevés dans la direction transversale et normale ont été examinés au microscope optique. Le constituant induisant l'anisotropie la plus importante est la fibre de verre présente sous la forme de long faisceau de fibres de plusieurs millimètres de long (Figures II-3 et II-4). Pour les observations dans la direction normale (Figure II-3, a), les amas de fibres visibles en surface (encerclées par traits interrompus) sont couchés et orientés parallèlement au sens de glissement (Figure II-3, b). Les observations dans les directions transversales (Figure II-4, a) montrent des amas de fibres debout orientés normalement à la direction de glissement (Figure II-4, b). Ainsi, on peut constater que lors de la mise en œuvre, les amas de fibres s'orientent préférentiellement parallèlement au grand plan de la plaque, i.e., à la direction de glissement.

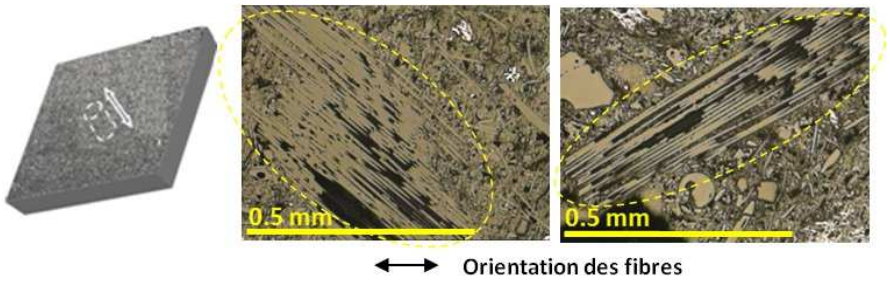



*Figure II-3. (a) Prélèvement dans la direction normale, (b) Orientation des fibres de verre des échantillons prélevés dans la direction normale*

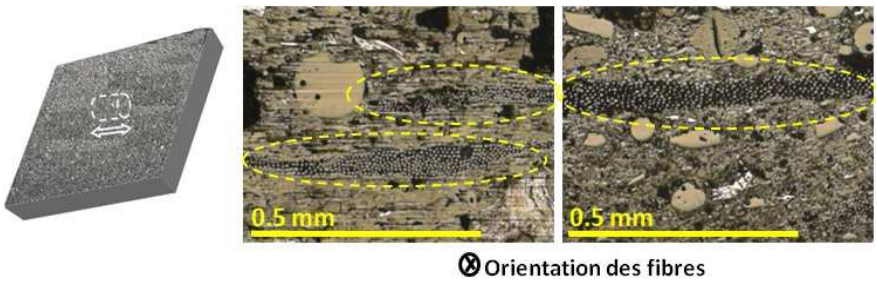



*Figure II-4. (a) Prélèvement dans la direction transverse, (b) Orientation des fibres de verre des échantillons prélevés dans la direction transverse*

## *2.2 Caractérisations de l'hétérogénéité et de l'anisotropie par essais mécaniques*

### 2.2.1. Caractérisation par indentation instrumentée

L'objectif des essais d'indentation est d'analyser le degré d'hétérogénéité des propriétés mécaniques du matériau à l'échelle d'une plaque complète de matériau industriel et d'identifier une échelle d'appréciation de ces propriétés qui soit représentative d'un comportement homogénéisé compte tenu de l'hétérogénéité de la microstructure. L'indenteur utilisé est de type Brinell de diamètre 12,7 mm. Sur 1/8$^{ème}$ de plaque, 7 zones sont étudiées avec 9 mesures d'indentation par zone. Les deux faces de la plaque sont soumises à ces essais. Rappelons que seule la face supérieure est soumise au dégazage lors du process d'élaboration. Le paramètre retenu est l'énergie d'indentation correspondant à l'aire sous la courbe charge en fonction de déplacement lors de la phase de chargement. Les données sont ensuite traitées par analyse de la variance (par le test LEVENE) et des moyennes (ANOVA). Le protocole expérimental adopté ainsi que la méthode d'exploitation des résultats sont détaillés dans l'Annexe B.

La Figure II-5 présente les valeurs moyennes des énergies d'indentation obtenues ainsi que les intervalles de confiance à 95 % associés à ces moyennes pour chaque zone analysée et chaque face. Les intervalles de confiance à 95 % ont sensiblement la même largeur indépendamment de la position et quelle que soit la face. Ce résultat qualitatif est confirmé par un test de LEVENE qui donne des p-valeurs de 0,70 et 0,78 pour les essais effectués respectivement sur la face inférieure et la face supérieure. Cela permet de conclure que les variances sont homogènes. En résumé, même si la microstructure est localement hétérogène, le degré d'hétérogénéité reste le même quelle que soit la position sur chaque face de la plaque. Ce constat permet de procéder ensuite à un test ANOVA sur les moyennes des énergies d'indentation obtenues entre les différentes positions sur chaque face.

Pour la face supérieure, la p-valeur obtenue est de 0,008 et permet de conclure qu'au moins une des moyennes obtenues pour une des zones est différente des autres. L'observation de la Figure II-5a permet de supposer qu'il s'agit de la zone 2. Un nouveau test ANOVA excluant cette zone permet de vérifier cette hypothèse en obtenant une p-valeur de 0,33 (supérieure à 0,05) permettant de conclure alors que toutes les autres zones peuvent être considérées comme équivalentes en moyenne. En résumé, si on exclue la zone 2, la face supérieure de la plaque peut être considérée homogène du point de vue de l'indentation si l'on considère les résultats en moyenne par zone, avec un degré d'hétérogénéité local similaire.

Pour la face inférieure, la p-valeur est proche de 0 et permet également de conclure qu'au moins une des moyennes obtenues pour une des zones est différente des autres. L'observation de la Figure II-5b permet de constater que les moyennes sont un peu plus dispersées les unes par rapport aux autres pour les différentes zones avec toutefois de nombreux recouvrements possibles entre les différents intervalles de confiance. Il est plus difficile d'exclure une zone particulière par rapport aux autres pour effectuer un nouveau test ANOVA. En excluant, par exemple, la zone 7 qui correspond à la moyenne la plus élevée, la p-valeur obtenue est de 0,002 permettant de conclure ainsi qu'il existe encore au moins une moyenne différente des autres parmi les 6 zones restantes. Une analyse similaire en excluant la zone 7 et la zone 2 donne une p-valeur de 0,004 signifiant qu'il existe encore au moins une moyenne différente des autres parmi les 5 zones restantes. En résumé, il n'est pas possible de conclure à une homogénéité de la plaque sur la face inférieure à partir de ces mesures d'indentation, même si le degré d'hétérogénéité local est similaire pour l'ensemble des zones analysées.

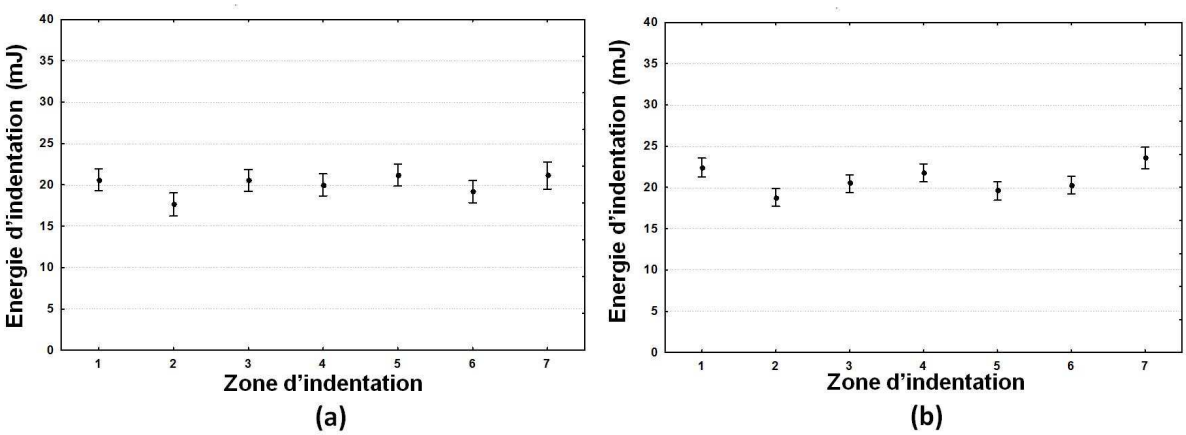



*Figure II-5. Evolution de la moyenne des énergies d'indentation et des intervalles de confiance à 95% associés pour chaque zone de a) la face supérieure, b) la face inférieure*

Par ailleurs, si l'ensemble des résultats sont regroupés pour chaque face, en excluant de l'analyse, la zone 2 pour la face supérieure et la zone 7 pour la face inférieure, il est intéressant de noter sur la Figure II-6 que les moyennes sont égales et que les variances sont homogènes, ce que confirment le test de LEVENE et le test ANOVA qui donnent respectivement des p-valeurs de 0,88 et 0,73. Néanmoins, ces résultats sont qualitatifs. Pour l'analyse quantitative, le nombre de points doit être suffisant pour vérifier la normalité de la distribution ce qui exige au moins des centaines de points.

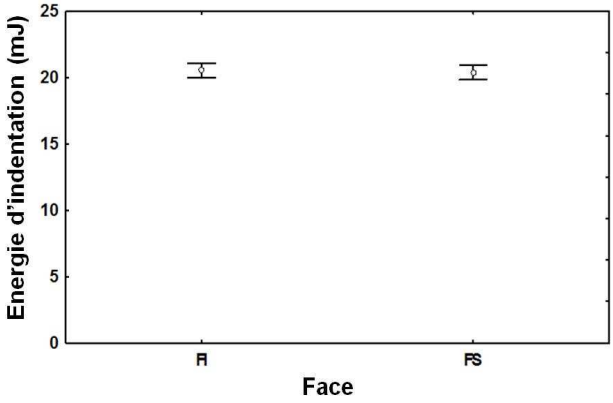



*Figure II-6. Moyennes de l'ensemble des énergies d'indentation enregistrées et des intervalles de confiance à 95% associées pour la face inférieure (FI) et la face supérieure (FS). Les résultats de la zone 2 de la face supérieure et de la zone 7 de la face inférieure n'ont pas été considérés pour effectuer les calculs de moyennes et d'intervalles de confiance associés.*

### 2.2.2. Caractérisation en compression

Des essais de compressions sont réalisés sur des échantillons du matériau industriel prélevés dans le sens normal et dans le sens tangentiel. Les détails de la procédure sont donnés dans l'Annexe C.

Une première série d'essais de compression a été menée jusqu'à rupture (Figure II-7).

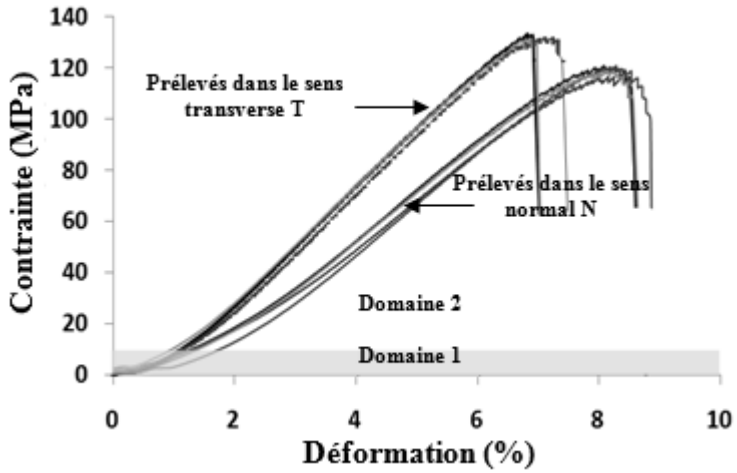



*Figure II-7. Courbes de compression à rupture pour les échantillons prélevés dans la direction normale et transversale au plan de la garniture industrielle.*

Les courbes contrainte-déformation pour les deux directions de prélèvement présentent une évolution en 2 temps ce qui conduit à définir les domaines 1 et 2. Dans le domaine 1, pour des déformations inférieures à 1 %, de faibles pentes sont enregistrées alors que dans le domaine 2, pour des déformations supérieures à 1 %, les pentes sont plus élevées. Le changement de pente peut être attribué à la présence de pores dans le matériau qui se ferment progressivement au cours de la sollicitation conduisant à une augmentation de la raideur du

matériau. Pour des déformations supérieures à 1.5 % (i.e. pour des contraintes supérieures à 10 MPa), les pores sont fermés donnant lieu à une raideur du matériau plus importante.
Il convient également de noter que les courbes associées aux échantillons prélevés dans le sens transversal montrent une rigidité plus élevée que celle des échantillons de la direction normale. Cette différence en rigidité peut être expliquée par l'orientation préférentielle de certains constituants, tout particulièrement les fibres de verre, suivant la direction transverse et peut favoriser l'aptitude du matériau à s'accommoder à la déformation induite sous sollicitation en freinage dans la direction normale.

Ces courbes de compression à rupture ont permis de mettre en évidence le comportement anisotrope du matériau. Cependant, en conditions de freinage, la pression appliquée à un matériau de garniture de frein ne dépasse pas 10 MPa (domaine 1). Une deuxième série d'essai est donc menée sur des échantillons de tailles similaires en considérant des compressions par palier de contraintes à 2, 5 et 10 MPa. La démarche expérimentale est détaillée dans l'Annexe C.
Les modules en compression par palier de contrainte sont calculés et sont donnés par le Tableau II-1. Dans les deux directions, les modules calculés augmentent avec la contrainte. Par exemple, dans la direction normale, le module est de 1,85 GPa à 1 MPa et de 6,85 GPa à 10 MPa. Compte tenu des écarts type, on peut dire que les deux directions présentent des modules comparables.

*Tableau II-1. Modules en compression par palier de contrainte*

| Direction de prélèvement | Module (GPa) | | | |
|---|---|---|---|---|
| | 1 MPa | 2 MPa | 5 MPa | 10 MPa |
| **N** | 1,85 (0,33) | 2,93 (0,58) | 4,51 (0,45) | 6,85 (0,66) |
| **T** | 1,76 (0,09) | 2,98 (0,32) | 4,48 (0,49) | 7,14 (0,64) |

** Les écarts type sont mentionnés entre parenthèses.

## *2.3 Caractérisations physiques et thermiques*

### 2.3.1. Densité

Les étapes de la mise en œuvre des plaques en les pressant sous haute pression permettent de compacter le mélange des ingrédients pour conférer à la garniture une bonne densité dont la valeur satisfaisante dépend du fabricant. Ainsi, la mesure de la densité du produit fini est importante pour s'assurer de la bonne exécution du procédé et de la compacité du produit. La mesure de la densité est obtenue en utilisant la poussée d'Archimède (Annexe D). Cependant la densité mesurée n'atteint pas la densité théorique à cause des

porosités rémanentes qui en résultent. La densité mesurée pour la garniture industrielle est de 2,13 $g.cm^{-3}$.

### 2.3.2. Propriétés thermiques

Pour la conductivité thermique et la capacité thermiques massique, cinq mesures par propriété sont effectuées en utilisant une machine HOT DISC (Annexe D). Les mesures de capacité thermique massique donnent une valeur moyenne de 847 J $kg^{-1}$ $K^{-1}$. La conductivité thermique moyenne de la garniture industrielle vaut quant à elle 1,22 $W.m^{-1}.K^{-1}$. Dans la littérature, la conductivité thermique des matériaux de garniture de frein varie de 1 à 10 $W.m^{-1}.K^{-1}$ **[Avoine 07**, **Thuresson 04]**. Cette propriété est une fonction de la nature des ingrédients et de la porosité, elle varie donc avec la composition et le processus de fabrication. Dans le cas présent, la conductivité n'est pas trop élevée compte tenu de l'absence de poudres ou de fibres métalliques, elle est principalement pilotée par la présence de graphite.

La diffusivité et l'effusivité thermiques sont deux propriétés qui peuvent être calculées en connaissant la densité, la conductivité thermique et la chaleur spécifique du matériau, respectivement, selon les équations (II-1) et (II-2) :

$$D=\lambda/\rho Cp \qquad \textbf{(II-1)}$$

$$\xi=\sqrt{(\lambda\rho Cp)} \qquad \textbf{(II-2)}$$

Avec :

D : Diffusivité thermique ($m^2.\ s^{-1}$)

$\xi$ : Effusivité du matériau de garniture de frein ($J\ K^{-1}\ m^{-2}\ s^{-1/2}$)

$\lambda$ : Conductivité thermique ($W\cdot m^{-1}\cdot K^{-1}$)

$\rho$ : Densité ($kg\ .m^{-3}$)

Cp : Capacité thermique massique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)

La diffusivité de la garniture industrielle est de 0,7. $10^{-6}$ $m^2.\ s^{-1}$ et son effusivité de 1486 $J\ K^{-1}\ m^{-2}\ s^{-1/2}$.

## *2.4 Transformations thermo induites*

### 2.4.1. Analyse thermogravimétrique

Afin d'évaluer l'impact de la température sur la stabilité chimique du matériau de garniture, une analyse thermogravimétrique est réalisée. Cette technique consiste à mesurer l'évolution de la masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une montée en température

sous air. La perte en masse traduit alors certaines des transformations que subit le matériau. La procédure expérimentale adoptée est détaillée dans l'Annexe A qui présente également les résultats obtenus sur les constituants et auxquels les résultats obtenus sur le matériau (Figure II-8) pourront être comparés.

Selon la Figure II-8, la dégradation thermique de la garniture industrielle commence à 280 °C. La perte de masse avant cette température est similaire à celle de la cellulose (Annexe A), pouvant être attribuée à une perte en eau. La première dégradation de la garniture commence à 280 °C et se termine à 630 °C, avec une perte de masse de 46 %. D'après les analyses thermogravimétriques réalisées sur les constituants, ceux se dégradant dans cet intervalle de température sont, la résine, la cellulose, le caoutchouc, la poudre de friction et le noir de carbone. Pour la 2$^{ème}$ étape, la perte en masse évolue entre 630 °C et 880 °C, et la perte de masse vaut 67 %. A partir de 600 °C, ceux sont les lubrifiants solides qui entament leur dégradation: coke, graphite, noir de carbone. Au-delà, le carbonate de calcium et la craie vont se dégrader à partir de 750 °C. A partir de 880 °C, on observe une perte très faible jusque 1100 °C, température à laquelle la perte de masse reprend. La perte en masse de la garniture industrielle, relevée à 1200 °C, est de 74 %, ce qui résulte de la dégradation de tous les ingrédients à part la baryte, la fibre de roche, la fibre de verre et l'alumine.

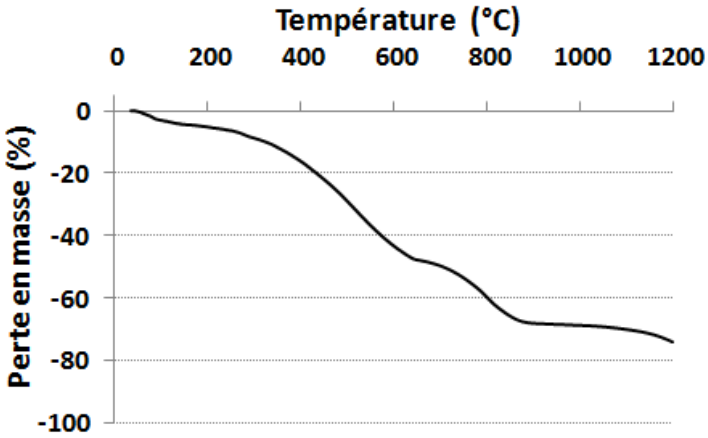



*Figure II-8. Analyse thermogravimétrique de la garniture industrielle*

### 2.4.2. Dilatation thermique

La dilatation thermique du matériau est évaluée lors de deux élévations de température à 2 °C/min jusqu'à 200 °C. Des échantillons sont prélevés dans le sens normal (N) et dans le sens tangentiel (T). Les détails expérimentaux sont donnés en Annexe D et les résultats sont présentés en Figure II-9.

Pour l'échantillon prélevé dans le sens tangentiel, une expansion de 0,38 % est enregistrée à la fin du premier chauffage et après le premier refroidissement, l'échantillon retrouve sa longueur initiale. Lors du second cycle chauffage-refroidissement, l'échantillon présente le même comportement avec une dilatation de 0,26 %. Pour l'échantillon prélevé dans le sens normal, on note à la fin du premier chauffage jusqu'à 200 °C, une dilatation de 1 %. Après refroidissement jusqu'à l'ambiante, l'échantillon présente une expansion irréversible de 0,45 %. La dilatation mesurée au cours du second chauffage est de 0,33 % et une contraction équivalente est enregistrée après refroidissement. On note ainsi que la variation de l'épaisseur pendant l'essai devient réversible à partir du deuxième cycle.

Le comportement en dilatation diffère donc entre le sens normal et le sens tangentiel : d'une part, dans le sens normal, le matériau subit une modification irréversible au premier cycle qui entraîne une expansion du matériau ceci disparaissant au second cycle, et d'autre part, dans un comportement stabilisé au second cycle, le matériau présente une dilatation plus élevée dans le sens normal (Figure II-10). Une fois de plus, on peut attribuer ces différences à l'anisotropie transverse de la microstructure du matériau.

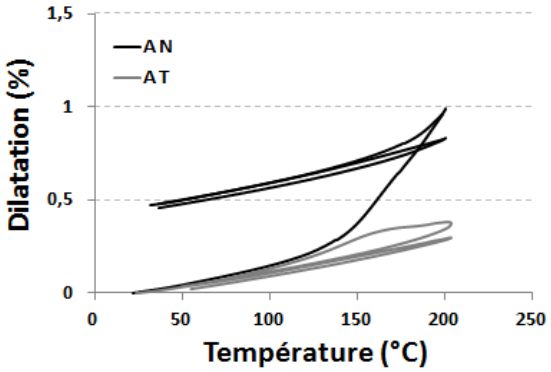



*Figure II-9. Evolution de la dilatation en fonction de la température pour les échantillons prélevés dans les sens normal N et tangentiel T de la garniture industrielle.*

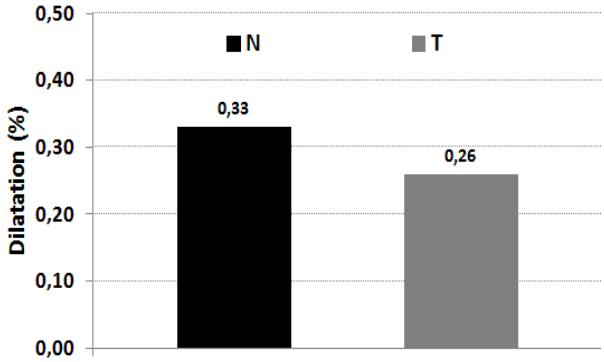



*Figure II-10. Dilatations thermiques mesurées pendant le 2ème chauffage des échantillons prélevés dans les sens normal N et tangentiel T de la garniture industrielle.*

# 3. Performance en freinage

Les essais de freinage visent à étudier les performances du matériau de garniture de freinage industriel. Il s'agit, d'une part, d'essais de freinage d'arrêts isolés permettant d'évaluer une efficacité ordinaire à froid. Trois vitesses initiales de glissement sont considérées, permettant de simuler des arrêts à basse, moyenne et hautes énergies (soit respectivement à 30, 60, et 90 km/h).

D'autre part, des essais de cumul de chaleur permettent d'évaluer les performances à chaud de la garniture de frein. Une succession de 28 ralentissements répétés est réalisée en limitant le temps de refroidissement du disque entre chaque ralentissement afin d'accumuler la chaleur pour atteindre des sollicitations thermiques du matériau considérées comme sévères.

## *3.1. Protocole expérimental*

### 3.1.1. Tribomètre de freinage

Les essais de freinage sont réalisés sur le tribomètre de freinage du Laboratoire de Mécanique de Lille (Figure II-11). Ce tribomètre de type pion-disque a été développé pour reproduire, à échelle réduite, plusieurs types d'essais permettant l'étude du couple de matériaux de friction sous différentes conditions de freinage allant des faibles aux hautes puissances et énergies dissipées **[Desplanques et al. 06, 07]**.

Le patin a une géométrie en forme de secteur angulaire de 68 mm de longueur, sa largeur est de 16 mm, son épaisseur de 16 mm. Son aire apparente de frottement est de 11 $cm^2$, elle couvre un neuvième de la piste de frottement du disque. Le disque en fonte à graphite lamellaire a un rayon moyen de frottement de 100 mm, une piste de frottement de largeur 17 mm et d'épaisseur 22 mm. Les dessins de définiton du disque et du patin sont présentés dans l'Annexe E.

Les tailles et les formes du patin et du disque correspondent à des compromis comparativement aux géométries utilisées sur les freins à disque. Il s'agit effectivement d'étudier les phénomènes induits par le frottement dans une configuration simplifiée qui a été déterminée pour obtenir en laboratoire des sollicitations de freinage similaires aux sollicitations subies en service. En particulier, les géométries d'échantillons ont été choisies de tailles suffisantes vis-à-vis de l'hétérogénéité et de la microstructure des matériaux de garniture, ainsi que du point de vue des phénomènes de localisation thermique et de portance **[Cristol et al. 07]**. Conçu pour la grande vitesse ferroviaire, ce tribomètre permet d'atteindre

des vitesses de glissement élevées, jusque 40 $m.s^{-1}$, une pression apparente maximale de 1 MPa et une énergie maximale dissipée lors d'un freinage d'arrêt peut atteindre 1 MJ.

*Figure II-11. Tribomètre de freinage*

### 3.1.2. Mesures de températures

#### *3.1.2.1. Mesure par thermocouples*

Une instrumentation complète permet de suivre les phénomènes thermiques. Les températures de masses sont relevées par des thermocouples placés sous les surfaces frottées du disque et du patin. Quatre thermocouples donnent les températures de masse du disque : Trois thermocouples sont noyés à 2 mm sous la piste de frottement, placés sur les rayons extérieur, moyen et intérieur de la piste, notés respectivement TDE à 2 mm, TDM à 2 mm et TDI à 2 mm. Ces thermocouples sont suffisamment proches de la surface pour être sensibles aux localisations thermiques. Le quatrième thermocouple est placé plus en profondeur sur le rayon moyen de la piste de frottement, à 5 mm sous la surface. Il est noté TDM à 5 mm (Figure II-12, a). Quant au patin, sa température de masse est mesurée par un thermocouple placé au centre de l'aire de frottement, à 2 mm sous la surface (Figure II-12, b).

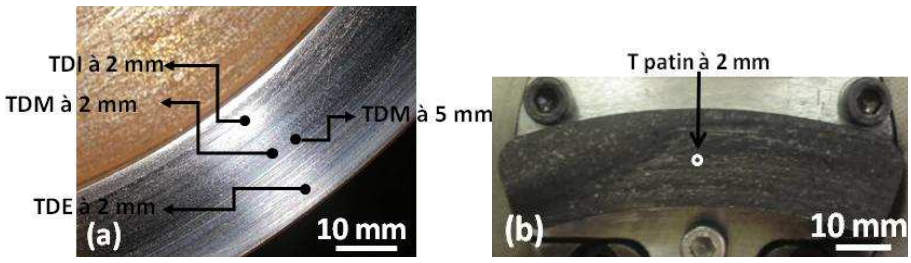



*Figure II-12. Position des thermocouples dans a) le disque, b) le patin*

#### *3.1.2.2. Mesure par caméra infrarouge*

La thermographie infrarouge est utilisée pour effectuer des mesures thermiques de la surface de frottement du disque. La caméra infrarouge vise un huitième de la piste de frottement, accessible. L'émissivité de la surface frottée ne peut pas être connue a priori. Elle varie pendant l'essai du fait de l'évolution de la surface (usure, oxydation, circulation du troisième corps, etc). Aussi, les mesures par infrarouge ne permettent pas de déterminer une

température vraie de surface. Néanmoins, la variation de la luminance donne des informations pertinentes sur les phénomènes de localisation thermique qui affectent les surfaces frottées. Les mesures sont fournies en « degrés numériques » (DL) qui, correspondent à l'intensité du rayonnement infrarouge de la surface. Elles peuvent être converties en températures de luminance en considérant arbitrairement une émissivité de corps noir égale à 1.

### 3.1.3. Mesure du facteur de frottement

Le facteur de frottement est déterminé à partir des mesures des forces normales et tangentielles réalisées grâce à un capteur piézoélectrique multiaxial placé au dos de la garniture.

## *3.2. Conditions expérimentales*

Les essais de freinage à échelle réduite sont définis par des similitudes relatives à l'énergie dissipée et par une règle de changement d'échelle permettant de simuler des situations de freinage en service. La représentativité des essais de freinage à échelle réduite a fait l'objet de plusieurs études précédentes développées au sein du Laboratoire de Mécanique de Lille **[Desplanques et al. 01, Roussette et al. 03, Desplanques et al. 07]**. Le principe du changement d'échelle repose sur le modèle de Newcomb qui donne l'évolution de l'élévation de la température moyenne de surface en fonction du temps lors d'un freinage d'arrêt **[Newcomb 59]**.

La méthode est ici appliquée aux niveaux d'énergie dissipée en freinage poids lourd.

### 3.2.1. Changement d'échelle

Le modèle de Newcomb permet d'obtenir une bonne estimation de la température moyenne θd(t) de la surface du disque lors d'un freinage d'arrêt isolé. Il suppose que toute l'énergie cinétique est dissipée en chaleur et que le contact est parfait, c'est-à-dire avec des températures de surface du disque et du patin égales. L'estimation de la température moyenne de surface par le modèle de Newcomb est donnée par la relation (II-3) :

$$\theta d(t) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \times \frac{\varphi d}{Sd\,\xi d} \times \sqrt{t} \times \left(1 - \frac{2t}{3tf}\right) + \theta i \qquad \textbf{(II-3)}$$

avec, $\varphi d$, le flux de chaleur absorbé par le disque pendant un freinage, $Sd$, la surface frottante du disque à l'échelle réelle, $\xi d$, l'effusivité du matériau du disque, $\theta i$, la température initiale du disque et, $tf$, la durée du freinage. En appliquant ce modèle aux deux configurations de

freinage, en service et à échelle réduite, l'égalité des élévations de température permet de déduire une relation qui lie les triplets de paramètres pression, vitesse et durée de freinage :

$$p\, v_0 \sqrt{t_f} = \gamma\, P\, V_0 \sqrt{T_f} \qquad \textbf{(II-4)}$$

avec, $\gamma$ un facteur d'échelle, p la pression apparente, $v_0$ la vitesse de glissement initiale, $t_f$ la durée de freinage à l'échelle réduite, les lettres majuscules désignant le triplet de paramètres de l'échelle 1. Le facteur $\gamma$ est déduit de l'éffusivité des matériaux et des aires des surfaces de frottement de disque et de garniture aux 2 échelles.

### 3.2.2. Détermination des conditions d'essai

Dans la présente étude, les essais de freinage ont été choisis pour étudier les performances des garnitures dans des conditions très sévères. Deux types de freinage sont considérés : des freinages d'arrêt isolé, qui permettent d'évaluer l'efficacité ordinaire à froid, et des freinages de ralentissement répétés avec cumul de chaleur, qui permettent de soumettre le matériau à des sollicitations thermiques sévères.

La configuration étudiée est un frein à disque de poids lourd. Le disque présente un diamètre externe de 445 mm et la garniture couvre un secteur angulaire de largeur 82 mm dans la direction radiale et de surface 15900 mm². La distance entre le rayon médian de la garniture et le centre de rotation du disque, soit le rayon moyen $R_{moy}$ de la piste de frottement est d'environ 180 mm. Le rayon du pneu $R_{pneu}$ est 478 mm et la décélération en freinage est de 5 $m.s^{-2}$. La vitesse de glissement du disque $V_g$ sur le rayon moyen peut être calculée comme suit :

$V_g = R_{moy} / R_{pneu}\, V_{véhicule}$ **(II-5)**

La pression apparente de contact nécessaire à la décélération de freinage est déterminée en considérant une valeur constante du facteur de frottement de 0,3 (Annexe F).

Trois essais de freinage sont ainsi définis de manière à reproduire des conditions d'arrêt à des niveaux d'énergies dissipées correspondant à des freinages à basse, moyenne et haute énergies. Ils correspondent respectivement à une vitesse initiale de freinage poids lourd de 30, 60 et 90 $km.h^{-1}$. Le Tableau II-2 donne les conditions d'essai à l'échelle réduite ER pour les trois niveaux de sévérité de freinage, comparées aux conditions E1 de freinage à l'échelle 1. Comme on peut le constater, les conditions sont des compromis compte tenu des capacités du tribomètre de freinage, développé dans le cadre d'applications ferroviaires et de ce fait limité du point de vue de la force normale. Ainsi, le respect de l'élévation de température est obtenu par le biais d'énergies dissipées importantes compensant les puissances dissipées inférieures

sur le tribomètre par rapport à l'échelle 1. La Figure II-13 donne l'évolution des températures moyennes de surface correspondantes, estimées par le modèle de Newcomb.

*Tableau II-2. Conditions de freinage d'arrêt à basse, moyenne et haute énergie dissipée pour les essais sur tribomètre (ER) comparées aux conditions de freinage à l'échelle 1 (E1)*

| **Paramètres** | Basse énergie (30 Km/h) | | Moyenne énergie (60 Km/h) | | Haute énergie (90 Km/h) | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | E1 | ER | E1 | ER | E1 | ER |
| Pression apparente : $p$ (MPa) | 4,2 | 0,6 | 4,2 | 0,6 | 4,2 | 0,6 |
| Vitesse de glissement initiale : $v_0$ (m/s) | 3,1 | 11 | 6,3 | 22 | 9,4 | 33 |
| Durée de freinage $(\mu=0,3)$ : $t_f$ (s) | 1,7 | 6,7 | 3,3 | 14 | 5 | 21 |
| Elévation de T° $\Delta\theta$ (°C) | **40** | **40** | **100** | **100** | **200** | **200** |
| Densité d'énergie dissipée $Q_S$ ($10^6$ J/m$^2$) | 6,6 | 7,1 | 26,2 | 27,4 | 59 | 61,6 |
| Densité de flux initial $\Phi_{0S}$ ($10^6$ W/m$^2$) | 3,9 | 0,6 | 7,9 | 1,2 | 11,8 | 1,9 |

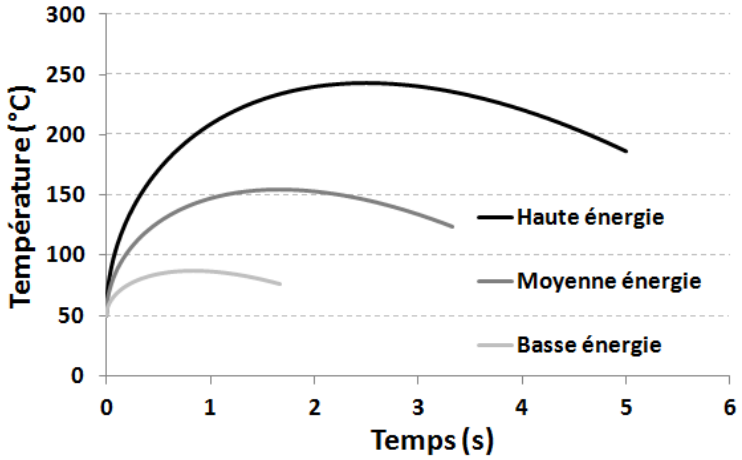



*Figure II-13. Estimation des températures moyennes de surface par le modèle de Newcomb pour des freinages d'arrêt à haute, moyenne et basse énergies.*

### *3.3. Situations de freinage étudiées*

Plusieurs situations de freinage sont étudiées : des essais d'efficacité ordinaire à froid jusque l'arrêt, qui correspondent aux trois freinages présentés ci-dessus et des essais de perte d'efficacité (Fade). Un exemple de variation de la vitesse de glissement d'un disque lors d'un freinage d'arrêt à 60 km/h est donné sur la Figure II-14a. L'essai de perte d'efficacité correspond à une succession de 28 freinages de ralentissement de 60 à 30 km.h$^{-1}$ (Figure II-14, b). Le temps d'attente total de 20 s entre deux freinages successifs ne permet pas le refroidissement complet du couple disque-patin et conduit ainsi à une augmentation de la température de freinage par cumul de chaleur. Il consiste en une durée minimale de 5 s entre deux coups de frein, 10 s de montée en vitesse de la broche et 5 s de stabilisation à la vitesse initiale de freinage. Cet essai permet d'évaluer la perte de performance d'une garniture lorsque la température de fonctionnement augmente.

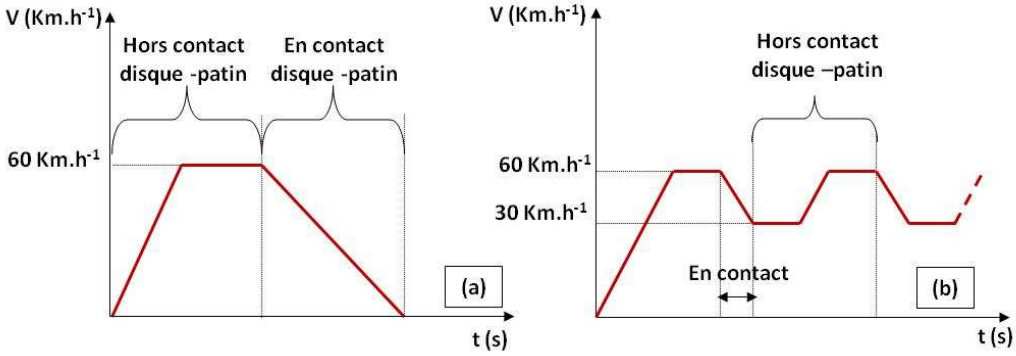



*Figure II-14. (a) Freinage d'arrêt à 60 km/h, (b) Freinages de ralentissement successifs*

Chaque essai est précédé d'une phase de rodage afin d'obtenir la conformité du contact plan disque-patin. Elle consiste en une succession de freinage à basse énergie jusqu'à ce que le patin soit frotté sur une aire égale à 90 % de sa surface. La température initiale de freinage, mesurée à 2 mm de la surface du disque, est de 50 °C.

## *3.4. Comportement en freinage et corrélation aux phénomènes thermiques mis en jeu*

### 3.4.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

Les résultats suivants concernent l'efficacité de freinage ordinaire à froid pour des essais de freinage d'arrêt à basse, moyenne et haute énergies. L'évolution du facteur de frottement est présentée dans la Figure II-15 pour chaque freinage d'arrêt isolé. Dans chaque cas, l'évolution de sa valeur moyenne est représentée par un trait blanc passant au milieu du signal qui présente une amplitude de fluctuation. Pour le freinage à basse énergie, la valeur moyenne du facteur de frottement est proche de 0,25 en début d'essai et elle augmente ensuite continuellement au cours de l'essai pour atteindre 0,32 (Figure II-15, a). D'éventuelles perturbations peuvent apparaître au début du contact marquées par une diminution suivie d'une ré-augmentation du facteur de frottement. Pour un freinage à moyenne énergie dissipée, la valeur moyenne du facteur de frottement reste plutôt stable autour de 0,23 pendant la moitié de l'essai avant de diminuer légèrement puis d'augmenter de manière significative pendant les trois dernières secondes du contact (Figure II-15, b). Pour le dernier freinage à haute énergie, des fluctuations de plus forte amplitude sont notées autour de la valeur moyenne qui est elle-même plus perturbée au cours de l'essai en comparaison avec les autres conditions de freinage. Le niveau de friction diminue davantage et le facteur de frottement moyen atteint une limite basse de 0,15 (Figure II-15, c).

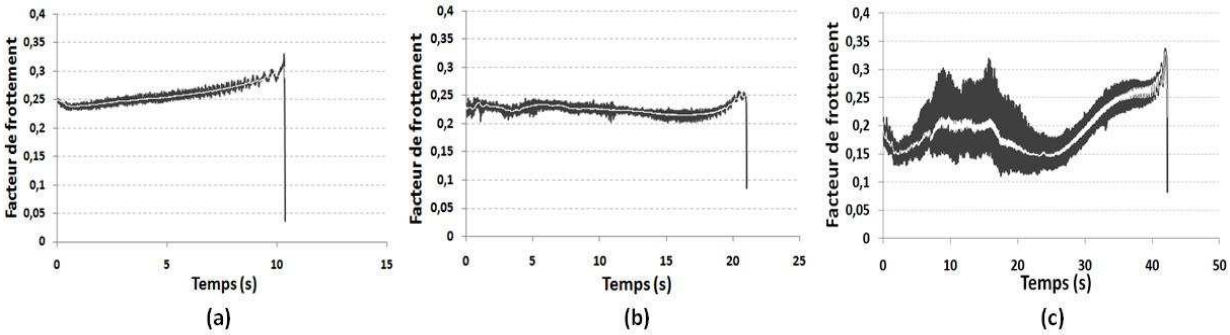



*Figure II-15. Evolution du facteur de frottement pendant les freinages d'arrêt à : (a) basse énergie; (b) moyenne énergie et (c) haute énergie*

Les températures de masse, les mesures du rayonnement infrarouge de la surface par thermographie exprimés en degrés numériques (DL) et les thermogrammes correspondants aux freinages décrits ci-dessus sont présentés dans la Figure II-16 afin de corréler l'évolution du facteur de frottement aux phénomènes thermiques qui se produisent pendant le freinage. Cette figure présente, sur la durée totale de freinage, l'évolution des degrés numériques DL, relevées radialement sur la piste de frottement sur une bosse attribuée à une déformée ondulatoire créée par l'usinage des disques. Les thermogrammes sont représentatifs des gradients thermiques induits par la dissipation d'énergie. On peut ainsi comparer les résultats obtenus lors des diverses sollicitations exercées.

Des phénomènes de localisation thermiques de type bande chaude et points chauds sont observés au cours de ces essais. L'amplitude des gradients thermiques et les degrés numériques moyens de rayonnement infrarouge de la surface du disque (représentées par un trait blanc passant au milieu du signal) augmentent avec le niveau énergétique.

Pour l'essai de freinage à basse énergie, une élévation modérée des degrés numériques est notée et l'amplitude des fluctuations est réduite (Figure II-16, a). Dans ces conditions où les gradients thermiques sont limités, le freinage peut être considéré comme doux et il ne provoque pas de dégradations localisées marquées du matériau de garniture. En augmentant le niveau d'énergie, les degrés numériques, la température à 2 mm de la surface et l'amplitude des fluctuations s'intensifient progressivement. Les phénomènes thermiques dominants pendant ce test consiste à l'apparition de bande chaude et ses gradients thermiques (Figure II-16, b). Au début de ce freinage, les degrés numériques fluctuent de manière croissante et sa moyenne augmente, atteignant un pic à la 2$^{ème}$ seconde avant de décroitre. Ce pic est du à la naissance d'une bande chaude sur le périmètre extérieur de la piste et de son intensification alors qu'elle migre vers le périmètre intérieur avant de s'y atténuer à la 5$^{ème}$ seconde. En se

basant sur ces résultats, ce freinage peut alors être considéré comme un freinage à moyenne énergie.

Pour le freinage le plus énergétique, les observations sont différentes de celles présentées pour les freinages à basse et moyenne énergie. En premier lieu, on note la disparition du pic de variation de la moyenne des degrés numériques obtenu en début de freinage et donc de la formation d'une bande chaude. La température moyenne mesurée augmente très rapidement et se stabilise à 150 °C à 2 mm de la surface. En second lieu, on constate que l'amplitude des fluctuations est très élevée (présence de points chauds) avec un maximum détecté à mi-durée de freinage (Figure II-16, c).

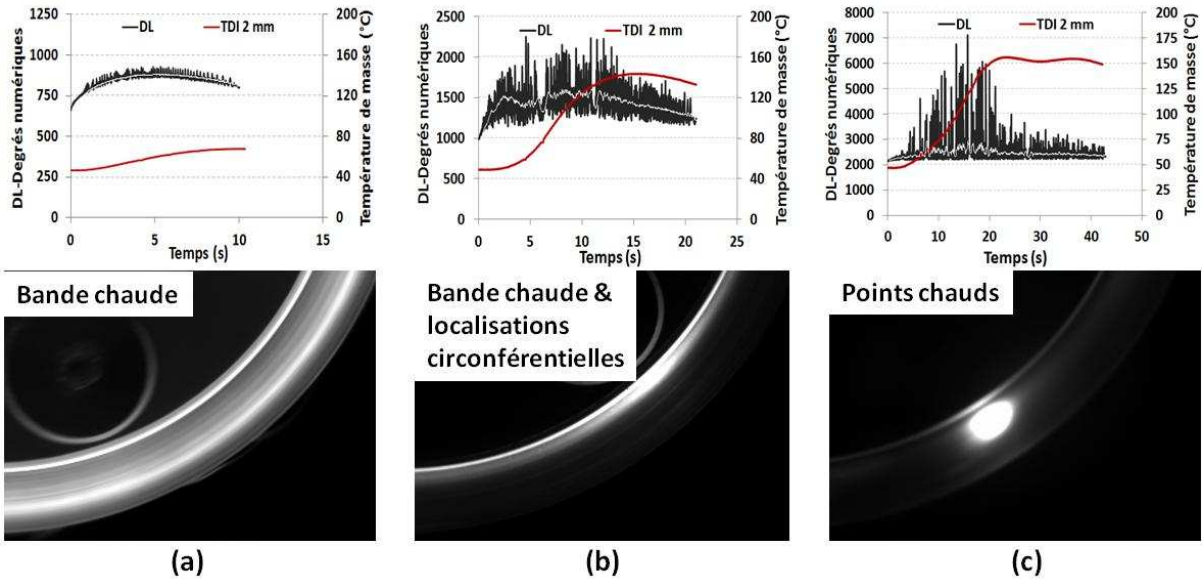



*Figure II-16. Degrés numériques de rayonnement infrarouge de la surface du disque, températures de masse à 2 mm de la surface sur le rayon intérieur et thermogrammes infrarouges correspondantes aux freinages d'arrêt à (a) basse énergie; (b) moyenne énergie et (c) haute énergie*

### 3.4.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

Les résultats concernent la succession de freinages de ralentissement effectuée afin de caractériser la perte d'efficacité de la garniture avec l'augmentation de la température. Le Tableau G-1 représente des évolutions sélectionnées de la succession correspondantes aux freinages n°1, 4, 7, 10, 15, 18, 24 et 28 (Annexe G).

Initialement, le facteur de frottement présente une évolution équivalente à celle observée dans le cas de freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie. Il s'amorce à 0,22 et fluctue autour de cette valeur au début du freinage. Une augmentation de sa valeur moyenne est enregistrée avant de se stabiliser au milieu du freinage à 0,28. Les fluctuations du facteur de

frottement au début du freinage sont dues au passage de la bande chaude. Quand la chaleur commence à s'emmagasiner dans le disque, le facteur de frottement, stabilisé au début de la succession autour d'une valeur moyenne de 0.2, montre une dégradation continue durant la succession associée à un allongement du temps de ralentissement de 14 à 18 s. Ceci traduit une perte d'efficacité de fonctionnement.

A la fin de la succession le facteur de frottement se stabilise rapidement au alentour de 0,12. La stabilisation rapide est due à une baisse de l'intensité des phénomènes de localisation thermique suite à l'homogénéisation de la température de masse du disque. En effet, le premier freinage de la succession montre une évolution de la température semblable à celle enregistrée au cours d'un essai de freinage d'arrêt isolé (Figure II-17, a). Au début de freinage, une augmentation plus rapide de la température TDE à 2 mm est illustrée justifiant une localisation du contact au rayon extérieur du disque. La température maximale enregistrée atteint 100 °C résultante d'une augmentation de 50 °C par rapport à la température initiale. Cette température est relevée sur le rayon interne de la piste de frottement TDI à 2 mm à la fin du freinage. Elle est due à la migration radiale des gradients thermiques. Par ailleurs, après accumulation de chaleur, les courbes de température de masse à 2 mm de la surface (TDE, TDM et TDI) se superposent reflétant une homogénéisation de la température du disque (Figure II-17, b).

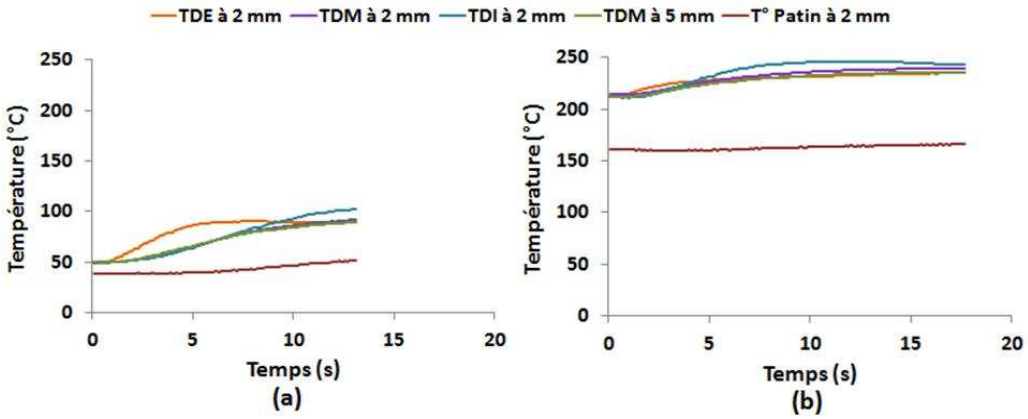



*Figure II-17. Evolution des températures de masse du disque et patin pendant l'essai de perte d'efficacité (a) au premier freinage et (b) au freinage n° 28*

Pour évaluer la perte en performance totale à l'issue de cet essai, la Figure II-18a présente l'évolution du facteur de frottement moyen durant les 28 freinages. Une baisse de moitié du facteur de frottement entre le premier freinage, à température modérée, et les derniers freinages à haute température est enregistrée. La baisse du frottement se manifeste dès les premiers freinages et devient très significative dès le dixième freinage alors que les températures maximales mesurées dans la masse du disque atteignent des valeurs supérieures

à 200 °C (Figure II-18, b). En effet, la Figure II-18b montre une élévation rapide et continue des températures enregistrées avec l'enchainement des freinages. La température initiale du premier freinage mesurée à 2 mm de la surface du disque est de 50 °C. Une élévation rapide et continue de la température du disque au début de la succession des freinages est enregistrée. La température maximale atteinte au cours du premier freinage, mesurée dans la masse sur le rayon intérieur et donnée par TDI 2 mm, est de l'ordre de 100 °C. Au cours du deuxième freinage, elle est proche de 150 °C. La température continue à s'élever d'un freinage au suivant jusqu'à atteindre une température de 250 °C dans le disque et 170 °C dans le patin.

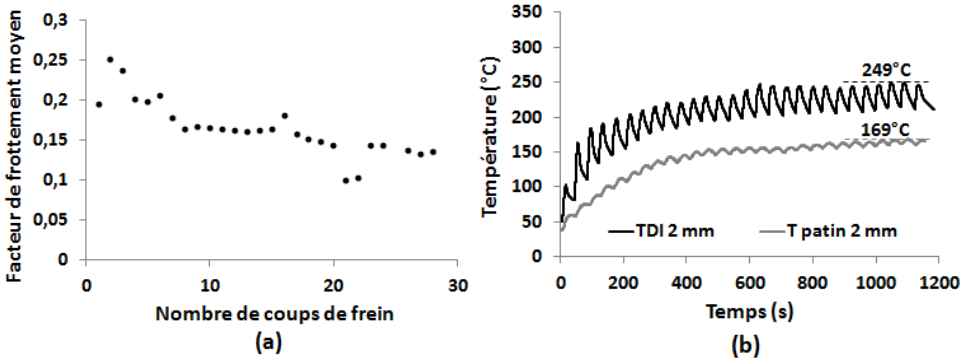



*Figure II-18. (a) Evolution du facteur de frottement moyen et perte en performance pendant les ralentissements successifs (b) Evolution au cours du temps des températures du disque et du patin pendant la succession des freinages de ralentissement*

Couplées aux mesures thermiques dans la masse, les thermogrammes du disque et les mesures des degrés numériques DL permettent une comparaison qualitative des sollicitations thermiques que subit le disque au cours des différents essais réalisés. Les Figures II-19 et II-20 sont révélatrices des phénomènes thermiques types observés par thermographie lors du freinage. Les phénomènes observés sont dus à la localisation thermique circonférentielle. Sur les thermogrammes, les nuances de gris du plus foncé au plus clair correspondent aux degrés numériques DL allant du plus faible au plus élevé.

Le premier freinage consiste en une succession de phénomènes de localisation, de type bande chaude en début de freinage (Figure II-19, a), qui migrent en surface et évoluent avec l'apparition de gradients thermiques dans la bande chaude (Figure II-19, b). En effet, la bande chaude apparaît sur le périmètre extérieur à cause d'une plus grande vitesse de glissement sur ce rayon de la piste de frottement. La migration de bande chaude est attribuée à une compétition entre les déformées thermomécaniques du disque et du patin et les phénomènes tribologiques tels que le frottement et l'usure **[Dufrenoy 97, Cristol et al. 07]**.

Dans le cas du 1er freinage de la succession, il y a formation de points chauds macroscopiques à partir de la 5ème seconde (Figure II-19, c) sur le tiers extérieur de la piste de frottement. Ces points chauds continuent à apparaitre jusqu'à la fin du coup de frein et migrent vers le tiers intérieur de la piste (Figure II-19, d et e). Ils proviennent d'une déformée ondulatoire du disque et de la localisation de la portance du patin sur les bosses de la piste de frottement.

Pendant le dernier freinage de la succession et dès la première seconde du freinage, des points chauds apparaissent sur le rayon extérieur de la piste de frottement et deviennent rapidement plus intenses et plus larges (Figure II-20, a et b). Ils persistent à apparaitre et à s'élargir sur la moitié extérieure de la piste (Figure II-20, c) jusqu'à la 5ème seconde puis se concentrent au milieu et deviennent de plus en plus larges (Figure II-20, d). Ils perdent d'intensité à partir de la 7ème seconde jusqu'à la fin du ralentissement (Figure II-20, e).

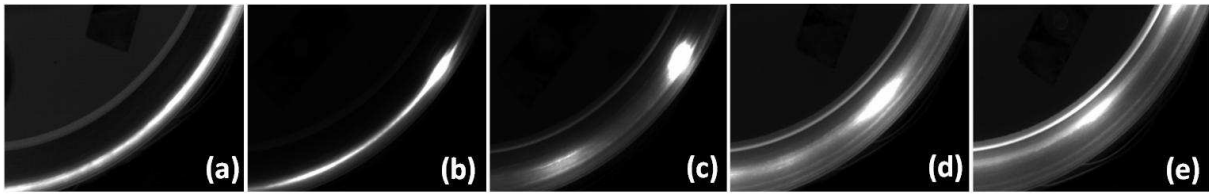



*Figure II-19. Thermogrammes du disque à différents instants du premier freinage de ralentissement a) 0,7 s, b) 2,5 s, c) 5,6 s, d) 6,7 s, e) 13,3 s*

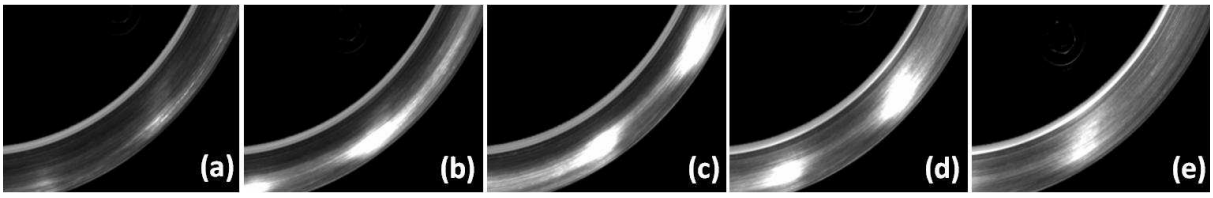



*Figure II-20. Thermogrammes à différents instants du freinage n°28 de ralentissement a) 0,1 s, b) 1,1 s, c) 2,1 s, d) 4,8 s, e) 8,7 s*

Les courbes de degrés numériques DL sur la Figure II-21 illustrent aussi les phénomènes thermiques observés pour le 1er et le dernier freinage de la succession. Ces courbes donnent l'évolution des DL relevés sur un rayon de la piste à chaque instant. Les traits blanc passant au milieu des signaux représentent les évolutions moyennes. Les fluctuations des DL sont révélatrices des gradients thermiques circonférentiels.

L'amplitude des fluctuations relevées autour des degrés numériques moyens est plus réduite pour le premier freinage. En revanche, certains pics ponctuels de DL sont enregistrés correspondant à la formation de gradients thermiques ponctuels associés aux gradients de la bande chaude au début du contact et aux points chauds à partir de la 5ème seconde comme le révèle le thermogramme.

Par ailleurs, pour le dernier freinage, le niveau et l'amplitude des fluctuations sont plus importants mais avec moins de pics traduisant ainsi des degrés de températures plus élevés avec moins de gradients thermiques suite à l'homogénéisation de la température de masse du disque par diffusion de la chaleur.

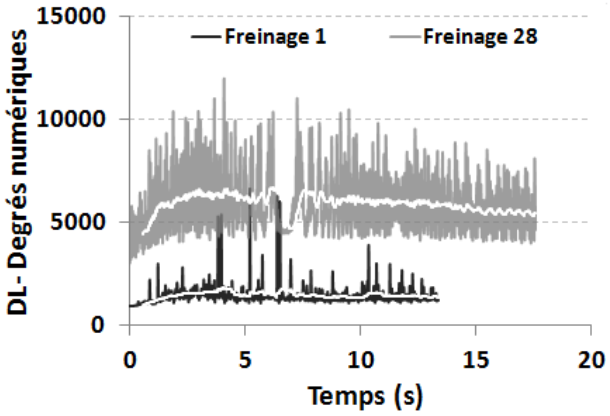



*Figure II-21. Degrés numériques de rayonnement infrarouge relevés aux freinages n°1 et 28 de la succession de ralentissements*

Il est clair alors que les degrés numériques de rayonnement infrarouge de surface s'intensifient progressivement au cours du cumul de chaleur ce qui modifie et intensifie la déformée thermomécanique du disque pendant la succession des freinages. Ceci traduit l'augmentation des températures de masse et de surface. Les températures de masse atteignent 250 °C. Les températures de surface dépassent ce seuil et peuvent atteindre localement 1000 °C **[Qi et Day 07, Rongping et al. 10]**. Ainsi, la garniture perd sa stabilité physico-chimique, surtout par la perte de stabilité de la résine phénolique qui joue le rôle de matrice et qui est altérée à cette température **[Costa et al. 97, Bijwe et al. 05]** ce qui entraine une chute des performances tribologiques.

## 4. Conclusions

Le matériau de garniture industrielle a été étudié à différentes échelles, du microscopique au macroscopique, du point de vue de la microstructure, du comportement mécanique, des propriétés physiques et des performances en freinage.

L'étude microstructurale a montré un matériau fortement hétérogène de par sa composition avec en particulier par la présence de particules de grandes tailles telles que les particules carbonées, les agglomérats de particule minérales, les amas de fibres de verre et les shots des fibres minérales. D'autre part, la microstructure est anisotrope transverse par

l'orientation préférentielle des fibres parallèlement au plan de glissement de la garniture du fait du procédé de fabrication.

L'homogénéité et l'anisotropie ont également été étudiées du point de vue mécanique. En cohérence avec la microstructure, le matériau apparaît hétérogène à l'échelle millimétrique, c'est-à-dire à l'échelle mésoscopique caractéristique des mécanismes de frottement. Les propriétés mécaniques apparaissent homogènes en considérant une échelle d'appréciation macroscopique de l'ordre du centimètre cube. L'anisotropie transverse de la garniture est logiquement caractérisée en compression par une plus forte rigidité dans la direction d'orientation des fibres parallèle au plan de glissement.

Les propriétés thermiques ont également été étudiées, l'analyse en dilatométrie ayant montrée là encore une anisotropie du comportement, notamment avec une expansion irréversible dans la direction normale aux fibres. Du point de vue de la dégradation thermique, une analyse thermogravimétrique a été menée pour chaque constituant et pour le matériau composite. Elle a montré plusieurs paliers de dégradation du matériau composite, les ingrédients organiques étant les moins résistants (résine phénolique, cellulose, poudre de friction, caoutchouc), la fibre de verre et la fibre de roche ayant à l'inverse une très bonne tenue à la température. Les remplisseurs ont tous des températures de début de dégradation thermique assez élevées, la baryte étant le constituant le plus résistant. Parmi les lubrifiants, le graphite est plus résistant à la chaleur que le coke et le noir de carbone.

Une étude des performances de la garniture industrielle en situations de freinage de véhicule poids lourd pour différents niveaux d'énergie dissipée a été réalisée en considérant un protocole expérimental incluant des essais instrumentés en thermographie infrarouge effectués sur un tribomètre de freinage. Les phénomènes thermiques qui se produisent à l'interface de contact sont corrélés à l'évolution du facteur de frottement et aux propriétés thermiques de la garniture. L'augmentation de l'énergie dissipée entraîne une baisse du facteur de frottement alors que la bande chaude qui caractérise le début de freinage s'intensifie et évolue avec apparition de localisations thermiques circonférentielles. Pour des freinages à plus haute énergie, l'intensification des localisations thermiques mène à la formation de points chauds, avec une perte très marquée des performances. Ainsi, le matériau étudié se révèle très sensible à la localisation thermique qui affecte l'efficacité de freinage dès les moyennes énergies. Le cumul de chaleur obtenu par succession de ralentissements entraine une augmentation graduelle des températures associée elle-aussi à une chute significative du facteur de frottement.

La forte sensibilité du matériau à la localisation thermique et la perte d'efficacité en freinage rendent difficile l'analyse du comportement vis-à-vis de la friction. La délicatesse et la complexité de la mise en œuvre des essais de freinage limitent aussi la multiplication des essais. Ainsi, l'objectif de compréhension du rôle des ingrédients des garnitures nécessite des essais tribologiques complémentaires plus simples que les essais de freinage, permettant une évaluation primitive des performances des formulations développées en frottement et à usure.

# Chapitre III: Méthodologie expérimentale : développement d'un essai d'usure et d'une formulation composite organique simplifiée


1. Introduction.....59
2. Essais d'usure.....59
   - *2.1. Choix du protocole expérimental et des paramètres expérimentaux* .....59
   - *2.2. Tribomètre d'usure*.....61
   - *2.3. Résultats des essais d'usure sur la formulation industrielle*.....62
3. Reproduction de la formulation industrielle en petite quantité .....63
   - *3.1. Méthodologie adoptée* .....64
   - *3.2. Détermination des paramètres granulométriques*.....66
   - *3.3. Granulométrie des mélanges* .....68
   - *3.4. Validation de la reproduction de la formulation industrielle par essais d'usure*.....69
4. Développement d'une formulation simplifiée.....71
   - *4.1. Composition de la formulation simplifiée* .....72
   - *4.2. Elaboration*.....72
   - *4.3. Microstructure*.....72
5. Caractérisation du matériau modèle.....73
   - *5.1. Propriétés physiques et thermiques* .....73
   - *5.2. Transformations thermo induites*.....73
     - 5.2.1. Analyse thermogravimétrique.....73
     - 5.2.2. Dilatation thermique.....74
   - *5.3. Caractérisations mécaniques* .....75
     - 5.3.1. Caractérisation par indentation instrumentée.....75
     - 5.3.2. caractérisation en compression.....76
6. Performance à l'usure.....77
   - *6.1. Evolution du facteur de frottement* .....77
   - *6.2. Taux d'usure* .....78
7. Performance en freinage .....79
   - *7.1. Comportement en freinage et comparaison à la performance de la garniture industrielle*.....79
     - 7.1.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie.....79

7.1.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés……80
*7.2. Phénomènes thermiques mis en jeu*……81
7.2.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie……81
7.2.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés……82
*7.3. Estimation des pertes de masse des garnitures modèle et industrielle en freinage avec cumul de chaleur*……83
8. Conclusions ……84

# 1. Introduction

Comme nous l'avons vu aux chapitres précédents, les matériaux de garniture de frein sont des matériaux composites de formulation très complexe, fortement hétérogènes qui sont donc particulièrement difficiles à étudier. De plus, la sollicitation de freinage implique de nombreux phénomènes couplés et qui s'expriment à différentes échelles. L'objet de ce chapitre est de présenter la méthodologie qui a été adoptée pour appréhender le rôle des constituants de garniture de frein. D'une part, des essais d'usure ont été développés. Il s'agit d'évaluer la performance à l'usure des matériaux sous des niveaux de sollicitation représentatifs de freinages, en particulier du point de vue de la thermique, facteur déterminant du comportement tribologique de ces matériaux. Ces essais fournissent également des surfaces frottées dont on connaît la sévérité de sollicitation, ce qui est particulièrement intéressant pour identifier les mécanismes de frottement et d'usure engagés et leur interaction avec la microstructure des matériaux. D'autre part, pour s'affranchir de la complexité des formulations composites, une formulation simplifiée est développée. L'enjeu est de simplifier le fonctionnement tribologique du matériau, de faciliter l'étude de ses propriétés, de son comportement mécanique, avec l'objectif de mieux cerner l'action des constituants. La performance de ces matériaux « modèles » n'est pas recherchée, néanmoins il est nécessaire qu'ils aient une certaine performance en freinage et à l'usure pour pouvoir être étudiés dans des conditions réalistes vis-à-vis de la sollicitation de freinage.

Le chapitre se décompose en plusieurs parties. La première présente les essais d'usure qui ont été développés. Elle est suivie de la conception et de l'élaboration d'une formulation modèle, déduite par simplification de la composition de la formulation industrielle et qui sera utilisée comme une référence. Le chapitre se termine par la caractérisation de cette formulation modèle et de l'étude de son comportement et de ses performances à l'usure et en freinage.

# 2. Essais d'usure

## *2.1. Choix du protocole expérimental et des paramètres expérimentaux*

Étant donné que la sollicitation thermique est déterminante du comportement des garnitures de frein **[Naerheim et al. 99, Pan et al. 99]**, le choix des paramètres des essais d'usure a été défini en fonction de niveaux thermiques distincts pouvant être atteints en

freinage. Il s'agit d'obtenir cette sollicitation thermique par frottement, en ajustant la puissance dissipée. Trois niveaux de sollicitations thermiques sont proposés en considérant des seuils de températures en relation avec des sollicitations de freinage douces, moyennes et sévères. Ceci permettra d'analyser l'impact de telles sollicitations sur le comportement en usure du matériau de friction ainsi que les mécanismes de frottement associés aux ingrédients. Ainsi, les trois types d'essai d'usure sont désignés par « Sollicitation Douce SD », « Sollicitation Moyenne SM » et « Sollicitation Sévère SS ».

Le programme des essais d'usure est composé de deux séquences pilotées par la température de masse du disque. La première séquence consiste à élever la température de ΔT1 à partir d'une température initiale Ti = 50 °C. La seconde séquence consiste en 30 cycles successifs de " On contact / Off contact " à une pression et une vitesse de glissement constantes. Au cours de "On contact", le pion frotte contre le disque et la température augmente de ΔT2 et, au cours de "Off contact", le pion ne frotte plus et le disque refroidit de ΔT2 (Figure III-1).

Pour chaque niveau, le choix de ΔT1 et ΔT2 est basé sur la dégradation thermique du matériau comme vue précédemment en ATG. Les trois niveaux de sollicitation sont atteints en imposant des couples vitesse de glissement/pression de contact différents (Tableau III-1).

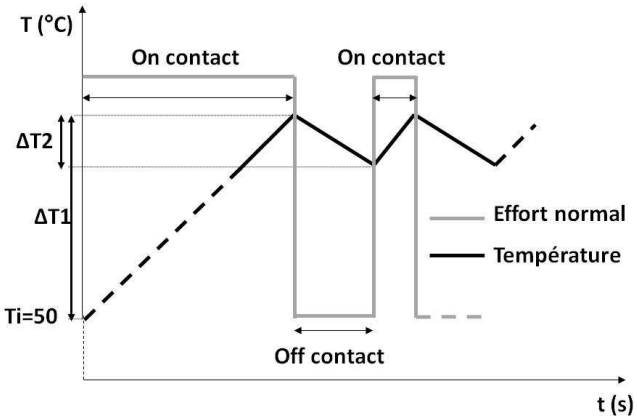



*Figure III-1. Programme d'essai d'usure*

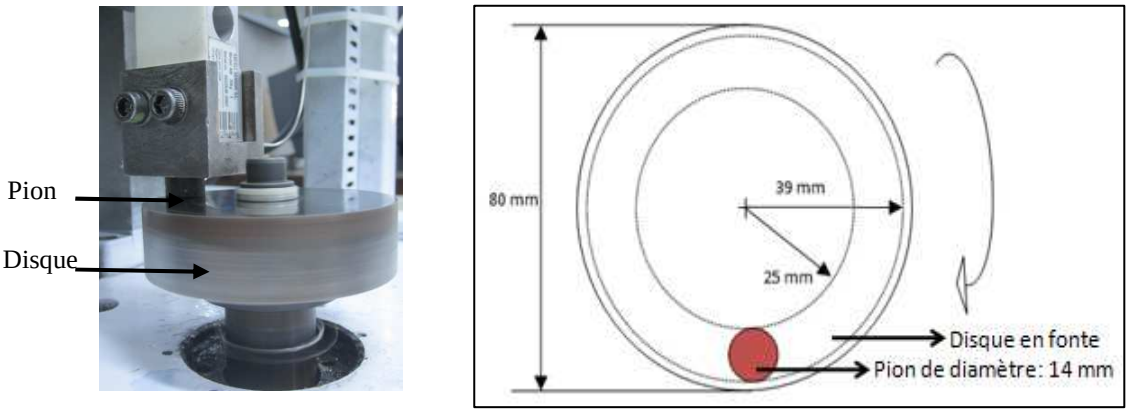
*Tableau III-1. Paramètres expérimentaux des essais d'usure*

| Type d'essai | Pression (MPa) | Vitesse de glissement ($m.s^{-1}$) | ΔT1 (°C) | ΔT2 (°C) |
|---|---|---|---|---|
| **SD** | 0,6 | 3 | 100 | 50 |
| **SM** | 1,2 | 6 | 200 | 50 |
| **SS** | 1,8 | 9 | 300 | 50 |

## *2.2. Tribomètre d'usure*

Les essais d'usure sont réalisés sur un tribomètre de type pion-disque (Figure III-2, a) sur lequel la charge normale est imposée sur le pion par l'intermédiaire d'un vérin pneumatique et la vitesse de rotation du disque pilotée par un moteur électrique.

Le facteur de frottement est calculé à partir des valeurs instantanées des charges normale et tangentielle mesurées par des capteurs d'effort. Des thermocouples de type K permettent des mesures de températures de masse dans le pion et le disque à 2 mm de la surface de frottement sur le rayon moyen de frottement. La perte de masse par unité de distance parcourue est le paramètre choisi pour comparer la résistance à l'usure des matériaux de friction. Deux essais d'usure sont réalisés pour chaque matériau de friction et pour chaque niveau de sollicitation.




**(a)** **(b)**

*Figure III-2. Tribomètre de type pion-disque pour essais d'usure, (a) vue d'ensemble (b) géométrie du disque et du pion*

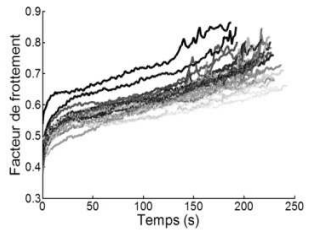
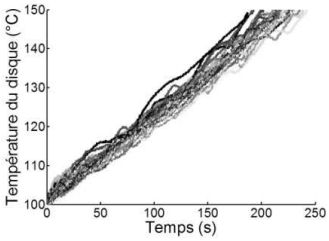
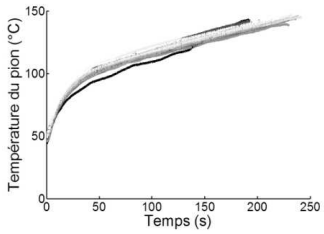
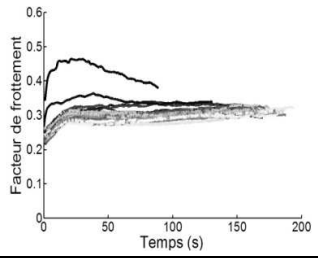
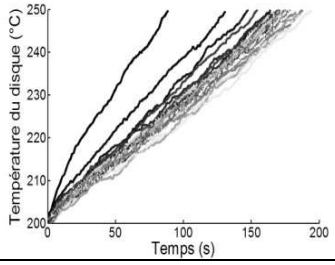
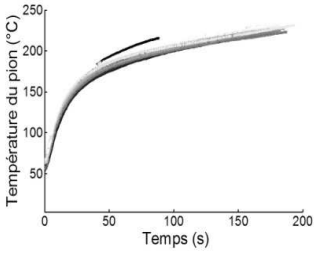
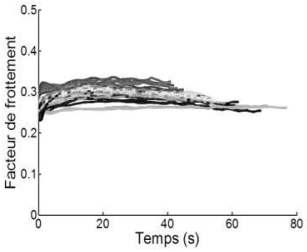
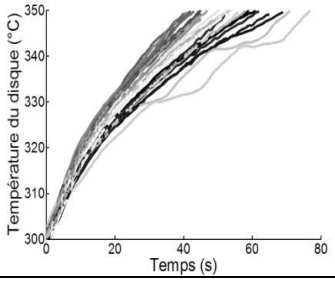
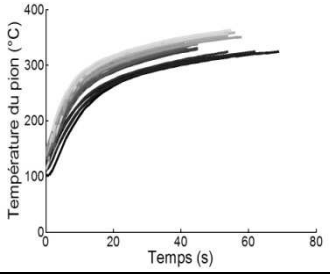
Les pions sont obtenus en usinant les plaques de garniture de frein pour obtenir des cylindres de 14 mm de diamètre et 16 mm de hauteur. Le pion frotte contre un disque de fonte à graphite lamellaire (ENGJL 250) de diamètre 80 mm et d'épaisseur 22 mm. Le rayon moyen de frottement est égal à 32 mm (Figure III-2, b). La préparation des échantillons consiste à rectifier la surface du pion et à polir celle du disque jusqu'au grade 320. Des mesures de battement du disque permettent de vérifier sa planéité après montage : des battements inférieurs à 10 µm sont acceptés.

Une phase de rodage précède les essais pour assurer un contact plan-plan entre le disque et le pion. Pendant le rodage, le frottement est effectué dans des conditions modérées pour ne pas altérer les matériaux en contact. Le rodage est réalisé avec une pression de 0,6 MPa, une vitesse de glissement de 3 $m.s^{-1}$ et des températures de masse inférieures à 100 °C.

## *2.3. Résultats des essais d'usure sur la formulation industrielle*

Pour chaque phase " On contact " d'un essai d'usure, on obtient des courbes de l'évolution du facteur de frottement et des températures de masse. Le cumul de 30 cycles d'un essai d'usure permet l'obtention de 30 courbes superposées. Pour chaque sollicitation des essais d'usure sur la garniture industrielle, les graphes sont donnés par le Tableau III-2. Pour chaque graphe, les 30 courbes sont représentées en nuance de gris : les variations du niveau de gris du plus foncé au plus clair correspondent au passage du cycle n°1 au cycle n°30.

*Tableau III-2. Essais d'usure sur la formulation industrielle : Facteur de frottement et température de masse du disque et du pion*

| | Facteur de frottement | Température du disque | Température du pion |
|---|---|---|---|
| SD |  |  |  |
| SM |  |  |  |
| SS |  |  |  |

En ce qui concerne le facteur de frottement, dans le cas des sollicitations douces SD, on distingue une augmentation continue pendant le contact alors qu'en SM et SS, le facteur de frottement se stabilise. Au fil des essais en SD et SM, une diminution du niveau de frottement est observée. Par contre en SS, les premiers cycles présentent des niveaux plus bas sans tendance nette ensuite. Au début du cyclage, les courbes sont plus dispersées alors qu'ensuite elles présentent une meilleure superposition reflétant une meilleure reproductibilité du frottement quand la température de masse du disque devient plus homogène.

Les élévations de la température de masse du disque suivent une loi assez linéaire en SD et SM sur les intervalles de température 100 à 150 °C et de 200 à 250 °C. En SS, les évolutions suivent une loi non linéaire. Pour ces essais à haute température (entre 300 et 350 °C), la puissance dissipée par frottement n'est plus suffisante pour compenser les pertes par convection de la chaleur absorbée par le disque et la machine. Le dispositif expérimental tend alors vers un équilibre thermique qui correspond à une température de disque proche de 300 °C.

Les courbes d'évolution des températures de masse des pions se superposent en SD et SM et les températures maximales atteintes ne dépassent pas celles des disques. En SS, les courbes de température de pion sont plus dispersées. Les températures atteintes à la fin du cyclage sont plus élevées qu'au début et atteignent celles du disque. Cette évolution peut être attribuée à l'élévation importante des taux d'usure du pion en SS. En effet, la garniture industrielle s'use respectivement 2 et 4 fois plus rapidement qu'en SM et SD (Figure III-3). Cette usure élevée conduit à une diminution de la distance entre le thermocouple et la surface frottante ce qui peut expliquer que les températures mesurées sont de plus en plus élevées.

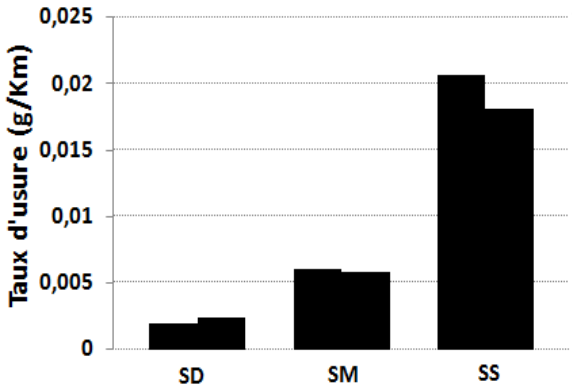



*Figure III-3. Taux d'usure de la garniture industrielle à SD, SM et SS*

## 3. Reproduction de la formulation industrielle en petite quantité

Cette étape est préparatoire à l'élaboration d'une formulation simplifiée. Il s'agit en effet de valider un procédé d'élaboration en petite quantité, adaptée aux travaux de laboratoire, pour obtenir une qualité proche de celle de la production industrielle. L'étape du procédé à adapter à l'échelle du laboratoire est celle du mélange des ingrédients, préparé à l'échelle industrielle dans un mélangeur d'une capacité de 100 kg de matière première. Les autres étapes de fabrication des formulations modèles seront en effet réalisées sur la chaine de

production, dans les mêmes conditions que les garnitures industrielles. Il s'agit donc de reproduire le même mélange dans un mélangeur de laboratoire de petite taille, disponible chez le partenaire industriel, permettant de préparer quelques kilogrammes de matière. Pour déterminer les paramètres de mélange des ingrédients en petite quantité, la démarche consiste à réaliser une garniture intermédiaire de transition, ayant la même composition que la garniture industrielle. L'opération de mélange étant susceptible d'affecter la forme et la taille des constituants, l'attention est portée sur la taille des ingrédients **[Baklouti et al. 13]**. Des préparations de mélange sont ainsi effectuées dans le mélangeur de laboratoire en variant les paramètres de mélange, puis contrôlées par granulométrie. Dans une deuxième étape, des garnitures sont réalisées à partir de mélanges et comparées du point de vue microstructural et des performances à l'usure, à la garniture industrielle.

## *3.1 Méthodologie adoptée*

Le mélange constitue la première étape de fabrication d'un matériau de garniture de frein pour homogénéiser la formulation et déterminer la morphologie des ingrédients. Pour élaborer des garnitures de laboratoire en petite quantité, le procédé de fabrication utilisé est le même que le procédé industriel, sauf pour l'opération de mélange. Celui-ci est effectué avec un mélangeur de laboratoire de faible capacité fabriqué et adapté dans ce but. Ce mélangeur est équipé d'un bras de malaxage et de deux hélices tranchantes (Figure III-4).

*Figure III-4. Le mélangeur du laboratoire*

Pour étudier l'impact du mélange industriel sur la forme et la taille des particules, une analyse morphologique des constituants est menée après mélange en microscopie électronique à balayage. Les observations montrent que la morphologie des composants présents sous forme de particules poudreuses minérales et organiques ne change pratiquement pas. La baryte, le carbonate de calcium et la craie (Figure III-5, a, b, c) subissent peu de modifications. Quelques agglomérats de ces constituants, similaires à ceux observés sur les matières premières avant mélange, peuvent se présenter. La morphologie et la taille de particules de graphite, de coke et de caoutchouc peuvent être affectées par le mélange avec une diminution de leurs dimensions initiales (Figure III-5, a et c). La fibre de roche est un

ingrédient peu modifié par le mélange. Les shots gardent leur forme sphérique et les fibres courtes sont peu cisaillées (Figure III-5, d). Les fibres de cellulose conservent leur taille millimétrique après mélange (Figure III-5, e) et d'éventuels agglomérats de fibre de cellulose peuvent persister (Figure III-5, f). Les fibres de verre qui sont ajoutées en fin de mélange sont peu modifiées. Elles sont légèrement dispersées et conservent leur longueur initiale ou sont légèrement fragmentées (Figure III-5, g). Elles restent groupées en amas de fibres parallèles (Figure III-5, h).

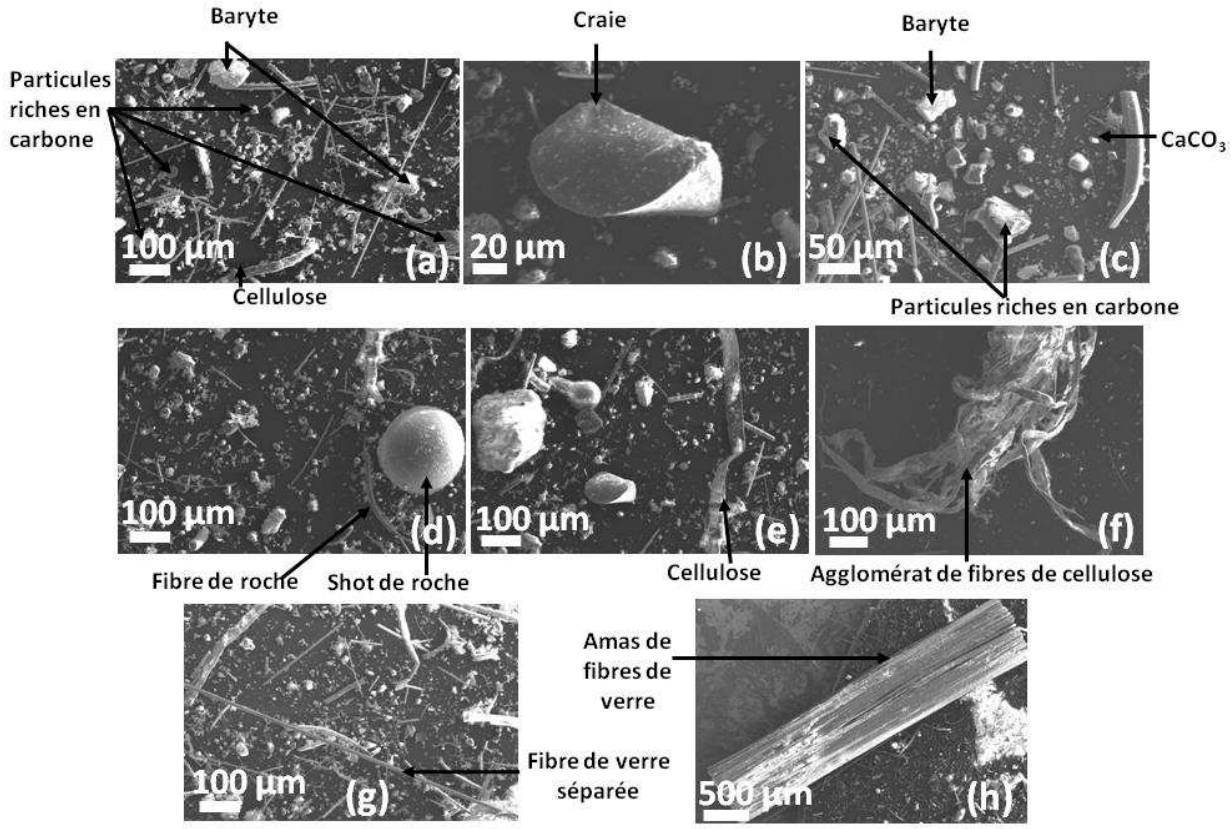



*Figure III-5. (a-h) Analyse de la morphologie des constituants après mélange*

Pour obtenir des résultats de laboratoire similaires à la production industrielle, les durées de malaxage, les instants et les ordres d'introduction des divers constituants sont donc étudiés. Pour ce faire, plusieurs mélanges (M1 à M6) sont préparés avec la formulation industrielle dans le mélangeur de laboratoire en modulant ces derniers paramètres. Leurs granulométries sont comparées au mélange préparé dans le mélangeur industriel. Les mélanges ayant des granulométries proches seront ramenés à l'usine afin de fabriquer les plaques par la procédure industrielle. La validation des paramètres de mélange de la formulation de laboratoire retenue est assurée par ses performances en usure aux divers niveaux de sollicitations thermiques comparés à ceux de la garniture industrielle notée A.

## *3.2 Détermination des paramètres granulométriques*

Le protocole expérimental des mesures de granulométrie repose sur les données de la Norme E 933-1 et sur des essais préliminaires réalisés pour déterminer la quantité à tamiser et la durée adéquate de tamisage. La taille des particules est mesurée en utilisant un tamiseur vibratoire à 8 tamis superposés, dont les tailles des mailles sont de 600, 425, 300, 212, 150, 106, 75 et 53 µm (Figure III-6). Un fond étanche permet la récupération du tamisât. Le refus de chaque tamis ainsi que du tamisât sont pesés à l'aide d'une balance de précision 0,1 g.

*Figure III-6. Tamiseur vibratoire pour les tests de granulométrie*

La quantité du mélange introduite dans le tamiseur a été choisie en réalisant un compromis expérimental. D'une part, il est préférable que la quantité soit assez grande pour être représentative de l'ensemble du mélange hétérogène mais d'autre part, il faut veiller à éviter la saturation des tamis. Suivant la norme E 933-1, les tamis ne sont pas saturés si on respecte la condition donnée par l'équation (III-1) :

$$M \leq \frac{A\sqrt{d}}{k} \qquad \textbf{(III-1)}$$

Avec :

M: Masse à introduire (g)

A: Aire du tamis ($mm^2$)

d: Taille de la maille (mm)

k : Coefficient donné par la norme ($k= 200\ mm^{5/2}g^{-1}$)

En appliquant cette règle, la masse à introduire doit rester inférieure à 110 g. Des tests préliminaires sur le mélange industriel avec des masses initiales de 100 et 50 g sont menés, trois essais sont réalisés pour chaque masse. Les refus, c'est à dire les pourcentages massiques de la matière retenue dans chaque tamis, sont donnés par la Figure III-7. Pour une quantité introduite de 100 g, des agglomérats de poudres et de cellulose se forment et persistent

jusqu'à la fin du tamisage créant un manque de reproductibilité alors que les tests réalisés avec une quantité de 50 g présentent une bonne reproductibilité. À l'issu de cette campagne d'essais, une quantité initiale de mélange de garniture de 50 g est utilisée pour les tests de tamisages.

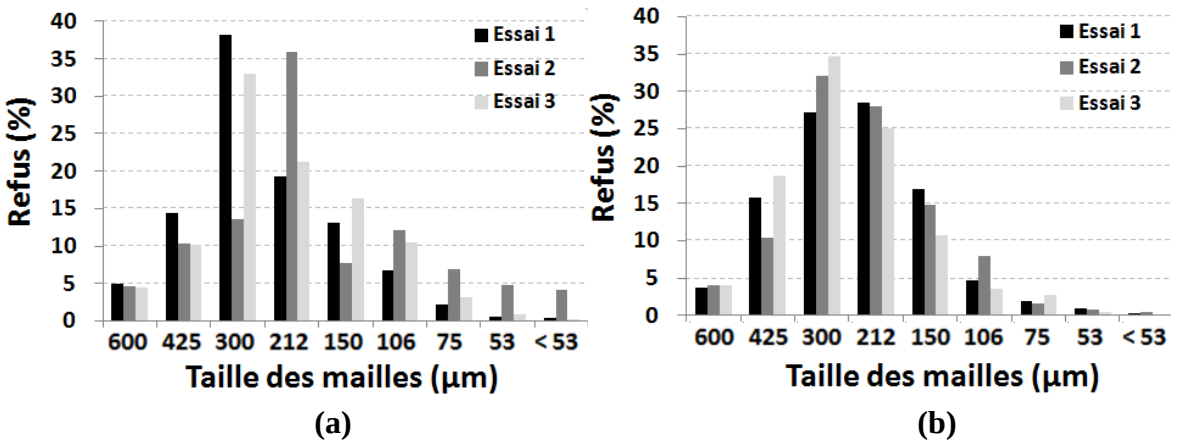



*Figure III-7. Répartition granulométrique du mélange industriel testé avec des quantités initiales de : (a) 100 g, (b) 50 g*

La durée de tamisage constitue également un paramètre important. En se référant à la même norme E 933-1, on peut considérer qu'un tamisage est terminé lorsque le refus sur un tamis n'évolue pas de plus de 1 % en une minute de tamisage. Une autre campagne d'essais est donc menée afin d'identifier la durée convenable de tamisage. Le refus des tamis est contrôlé toutes les minutes. Les refus des tamis pour des durées de tamisage de 20 à 29 minutes sont illustrés par la Figure III-8. Cette figure montre que la différence de refus ne dépasse pas 1 % à partir de 26 minutes de tamisage. Cette durée est donc retenue pour analyser la distribution granulométrique des différents mélanges.

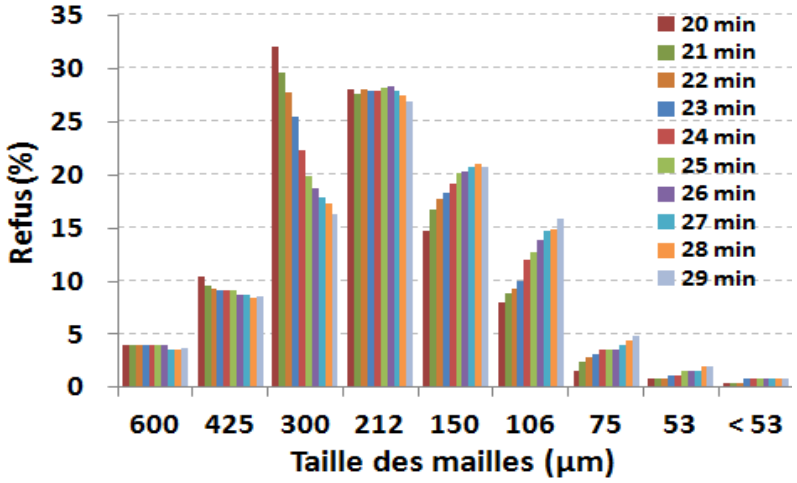



*Figure III-8. Refus du mélange industriel testé entre 26 et 29 minutes*

## *3.3 Granulométrie des mélanges*

Il s'agit à présent de passer du mélange industriel au mélange de laboratoire. Afin de reproduire la distribution en tailles de particules du mélange industriel, des tests de granulométrie sont réalisés sur des mélanges élaborés en laboratoire à composition équivalente. Les mélanges, désignés par M1 à M6, sont préparés en petite quantité au laboratoire. Le Tableau III-3 décrit les séquences « S » d'introduction des ingrédients dans le mélangeur ainsi que la durée associée à chaque séquence. Dans le mélangeur industriel, tous les constituants à l'exception des fibres de verre sont mélangés au cours d'une première séquence de 10 min, la fibre de verre étant introduite pour un malaxage de 1 min en fin de mélange. Dans le mélangeur du laboratoire, les mélanges sont préparés avec divers ordres et durées des séquences d'introduction des ingrédients.

*Tableau III-3. Ordre et durées des séquences de mélange industriel et en laboratoire*

| | **A** | **M1** | **M2** | **M3** | **M4** | **M5** | **M6** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Constituants** | Séquences (S) d'introduction dans le mélangeur (min) | | | | | | |
| **Cellulose** | S1=10 | S1=13 | S1=13 | S1=3 | S1=3 | S1=3 | S1=30 |
| **Autres constituants** | | | | S2=13 | S2=13 | S2=13 | S2=13 |
| **Fibres de verre** | S2=1 | S2=4 | S2=5 | S3=5 | S3=7 | S3=9 | S3=7 |
| **Durée totale du malaxage (min)** | 11 | 17 | 18 | 21 | 23 | 25 | 50 |

Les distributions granulométriques des mélanges M1 à M6 sont mesurées et comparées à celle du mélange industriel (Figure III-9).

Les refus du premier tamis sont similaires pour tous les mélanges. Les mélanges M1 et M2 présentent des refus plus importants dans les deux tamis de 425 et 300 µm comparés à ceux du mélange industriel A. A la fin du tamisage, la majorité de la cellulose reste agglomérée piégeant d'autres constituants. M3 est alors élaboré avec une séquence préliminaire de malaxage de la cellulose de 3 min. Cette dernière est introduite seule dans le mélangeur avant d'ajouter les autres constituants. M3 présente une répartition granulométrique plus proche de celle de la garniture A.

La durée de la dernière séquence de malaxage des fibres de verre est alors augmentée à 7 min pour M4 et 9 minutes pour M5. Les résultats montrent une bonne répartition granulométrique pour M4 mais moins bonne pour M5 avec des refus plus réduits dans les premiers tamis et plus importants dans les derniers.

A l'issue de cette campagne d'essai, une plaque du mélange M4 est fabriquée avec la même procédure industrielle. La plaque obtenue présente une densité semblable à la garniture industrielle d'une valeur de 2,13 g.cm$^{-3}$. En revanche, la présence de quelques petits agglomérats de fibres de cellulose sont observés. Un sixième mélange M6 est alors préparé en augmentant le malaxage de la cellulose. La répartition granulométrique du mélange M6 montre une distribution proche du mélange industriel. Une plaque de M6 est fabriquée : elle possède une densité équivalente à la garniture industrielle et ne présente pas d'agglomérats de cellulose. Le mélange M6 peut alors être considéré comme étant la reproduction de la formulation industrielle en laboratoire : la cellulose est introduite en premier lieu et malaxée seule durant 30 minutes, elle est suivie du reste des ingrédients excepté la fibre de verre pour un mélange pendant 13 minutes, cette dernière est introduite à la fin du procès et malaxée pendant 7 min. La durée totale du procès de malaxage est de 50 minutes.

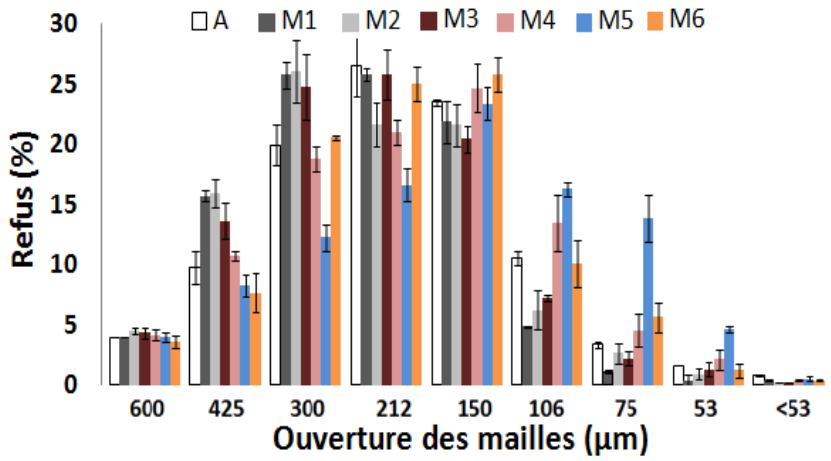


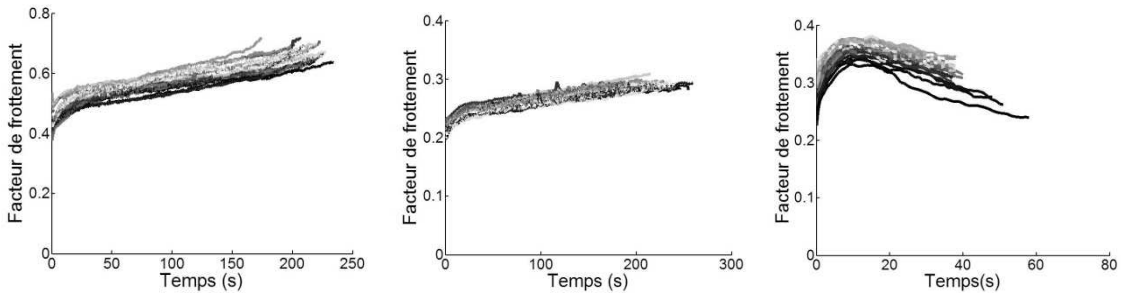

*Figure III-9. Distribution granulométrique des mélanges A, M1, M2, M3, M4 M5 et M6*

## *3.4 Validation de la reproduction de la formulation industrielle par essais d'usure*

L'étude du comportement en frottement et en usure de la reproduction de la garniture industrielle en mélangeur de laboratoire est adoptée pour s'assurer de ses performances et valider les paramètres de sa préparation. Les résultats seront comparés au comportement de la garniture industrielle A. Le suivi du comportement en usure est assuré par le biais du contrôle du facteur de frottement au cours du cyclage et de la perte en masse à la fin de l'essai.

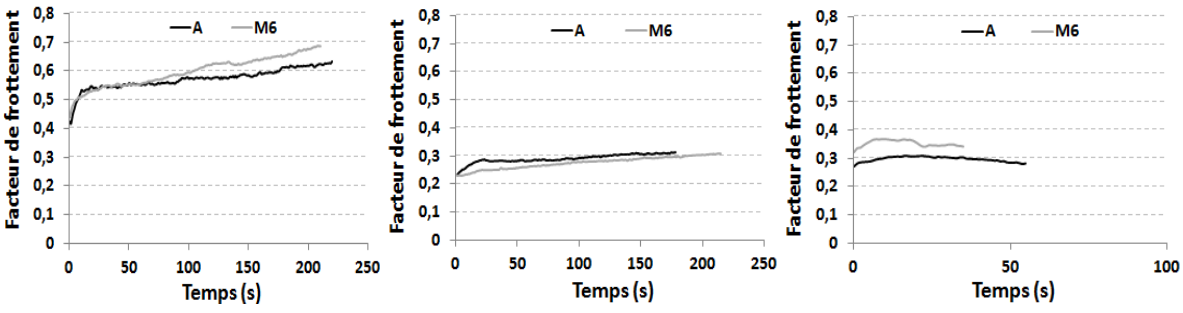
La Figure III-10 présente l'ensemble de 30 courbes d'évolution du facteur de frottement de la garniture M6 pendant le cyclage pour les trois types d'essai d'usure. Les variations du niveau de gris du plus foncé au plus clair correspondent au passage du cycle n°1 au cycle

n°30. En SD, le facteur de frottement varie globalement entre 0,4 et 0,7 avec une augmentation continue au cours du contact disque-pion (Figure III-10, a). En SM, le niveau de frottement est plus bas qu'en SD : les valeurs du facteur de frottement varient de 0,2 à 0,3 (Figure III-10, b). En SS, le facteur de frottement augmente en début du contact puis diminue rapidement. Une meilleure stabilité est observée lors des derniers cycles avec une augmentation du niveau de frottement qui varie globalement entre 0,22 et 0,37 (Figure III-10, c). Pour comparer les résultats obtenus par rapport à ceux de la garniture industrielle, des courbes représentatives de frottement des garnitures A et M6 sont données en Figure III-11. Ces courbes sont obtenues à la fin du cyclage pour chaque sollicitation quand une meilleure reproductibilité est observée d'un cycle à l'autre. Pour les essais SD et SM, les variations du facteur de frottement de M6 sont comparables à celles de A (Figure III-11, a et b). En SS, un niveau de frottement un peu plus élevé est obtenu pour M6 (Figure III-11, c).




**(a)** **(b)** **(c)**

*Figure III-10. Evolution des courbes de frottement de la garniture M6 au cours des essais d'usure SD, SM et SS.*




**(a)** **(b)** **(c)**

*Figure III-11. Courbes représentatives de frottement des garnitures A et M6 au cours des essais d'usure SD, SM et SS.*

La Figure III-12 présente les taux d'usure des deux garnitures A et M6 après 30 cycles de frottement de chaque échantillon, les essais ayant été doublés. Ces taux s'usure sont obtenus en divisant la perte de masse par la distance totale parcourue. Comme déjà évoqué

pour la garniture industrielle, les taux d'usure augmentent en élevant la sévérité de la sollicitation à cause des dégradations progressives de la résine et des autres ingrédients. Les usures mesurées pour les deux matériaux sont équivalentes en SD et SM et en SS, le matériau M6 s'use légèrement moins que le matériau industriel A.

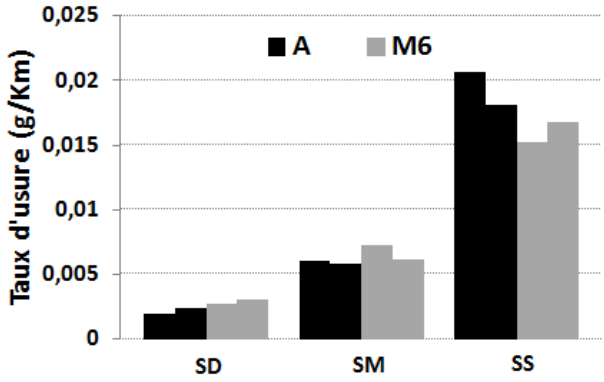



*Figure III-12. Taux d'usure des garnitures A et M6*

En conclusion, on peut dire que la garniture M6 présente un comportement en frottement et en usure comparable à la garniture industrielle. La garniture M6 répond donc aux qualités souhaitées et reproduits correctement le matériau fabriqué chez le partenaire industriel.

## 4. Développement d'une formulation simplifiée

Le développement d'une formulation simplifiée a pour objectif de s'affranchir de la complexité des formulations industrielles qui est un obstacle à l'analyse du rôle des constituants dans le fonctionnement en freinage de la garniture. Le parti pris est de simplifier la formulation en limitant la composition à 6 ingrédients, dont la résine et un remplisseur incontournables, au lieu de 13 pour la formulation industrielle de référence. L'enjeu est de limiter l'hétérogénéité du matériau et de simplifier sa microstructure pour faciliter l'identification et la compréhension du rôle de constituants particuliers, qui devraient être ainsi exacerbés, que ce soit pour les propriétés du matériau ou à l'échelle des mécanismes de frottement et d'usure. Ainsi, une formulation simplifiée « Modèle » est développée, dérivée de la composition de la garniture commerciale. Elle est désignée par formulation « M ». L'objectif n'est pas d'atteindre la performance de la formulation commerciale. Il s'agit d'avoir un matériau qui fonctionne suffisamment pour être étudié dans des conditions d'utilisation réalistes pour l'application freinage.

## *4.1 Composition de la formulation simplifiée*

Les constituants conservés dans la formulation simplifiée sont choisis par rapport à la classification des constituants présentée au Chapitre I. Plusieurs constituants de la formulation industrielle peuvent être classés dans une même famille (Tableau I- 2). Pour simplifier la formulation, seul le constituant prépondérant de chaque famille est conservé. La proportion de chaque constituant du modèle correspond à celle de la famille à laquelle il appartient dans la formulation industrielle. Le modèle regroupe alors 6 constituants dont chacun appartient à une famille particulière (Tableau III-4).

*Tableau III-4. Formulation de la garniture modèle*

| | **Matrice** | **Fibres** | **Lubrifiant** | **Abrasif** | **Modificateur de friction** | **Remplisseur** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Ingrédient** | Résine phénolique | Fibres de roche | Graphite | Alumine | Caoutchouc | Baryte |
| **%massique** | 14 | 22 | 10 | 2 | 7 | 45 |

## *4.2 Elaboration*

Mise à part l'étape de mélange des ingrédients, la garniture modèle a été élaborée en suivant le protocole de fabrication de la garniture industrielle, sur la ligne de production du partenaire industriel, et avec les mêmes paramètres du procédé industriel indiqué au premier chapitre. L'étape de mélange est réalisée selon le protocole mis au point précédemment à l'aide du mélangeur de laboratoire, c'est-à-dire une durée de mélange de 13 minutes en l'absence de cellulose et de fibres de verre dans la formulation modèle. Le produit obtenu est une plaque carrée de 400 mm de coté et d'épaisseur 16 mm, géométrie identique à celle du produit industriel.

## *4.3 Microstructure*

La microstructure du matériau modèle est observée au MEB dans la direction normale au sens de glissement (Figure III-13). On identifie les particules de caoutchouc et de graphite en noir et avec une taille moyenne d'environ 500 microns. La baryte, apparaissant en blanc, est un constituant friable qui se retrouve distribué dans la matrice en particules de tailles variables de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres. Des shots et des fibres de roche sont observés. La taille des fibres varie de 50 à 300 µm en longueur et de 2 à 10 µm en diamètre. Les shots ont une forme sphérique d'un diamètre moyen de 100 µm. L'alumine est présent sous forme de particules de taille moyenne 25 µm.

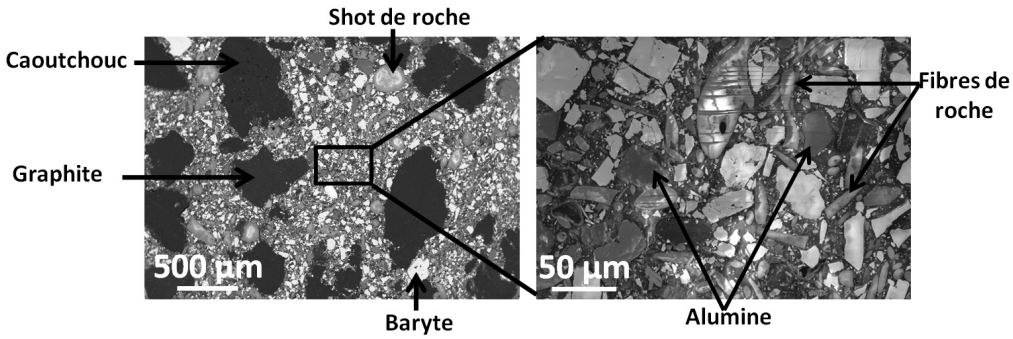



*Figure III-13. Observations MEB du matériau modèle*

# 5. Caractérisation du matériau modèle

## *5.1 Propriétés physiques et thermiques*

Les résultats obtenus pour les mesures des propriétés thermiques et physiques pour la garniture modèle M sont reportés dans le Tableau III-5 en comparaison à la référence industrielle A. Les deux garnitures possèdent des masses volumiques équivalentes égales à 2,13 g.cm$^{-3}$. La conductivité, l'effusivité et la capacité thermique du modèle sont plus faibles que celles de la garniture industrielle. Les diffusivités des deux garnitures sont égales.

*Tableau III-5. Propriétés physiques et thermiques des garnitures A et M.*

| **Garniture** | **A** | **M** |
|---|---|---|
| **Masse volumique ρ (g.cm$^{-3}$)** | 2,13 | 2,13 |
| **Conductivité thermique λ [W.m$^{-1}$.K$^{-1}$]** | 1,22 (0,007/5) | 1,04 (0,003/5) |
| **Diffusivité D [10$^{-6}$ m². s$^{-1}$]** | 0,7 | 0,7 |
| **Effusivité ξ [J K$^{-1}$ m$^{-2}$ s$^{-1/2}$]** | 1486 | 1221 |
| **Capacité thermique massique Cp [J Kg$^{-1}$ K$^{-1}$]** | 847 (1,46/5) | 673 (1,6/5) |

**L'écart type et le nombre d'essai sont mentionnés entre parenthèses.
**L'effusivité et la diffusivité sont calculées à partir des valeurs données par ce tableau des conductivités thermiques, des capacités thermiques et des masses volumiques.

## *5.2 Transformations thermo induites*

### 5.2.1. Analyse thermogravimétrique

La dégradation thermique du matériau modèle est testée par ATG (Figure III-14). La perte de masse totale est inférieure à celle obtenue pour le matériau industriel. En effet, la craie et le carbonate de calcium (dégradation à 700 °C) ont été écartés au profit de la baryte ne se dégradant pas en dessous de 1200 °C.

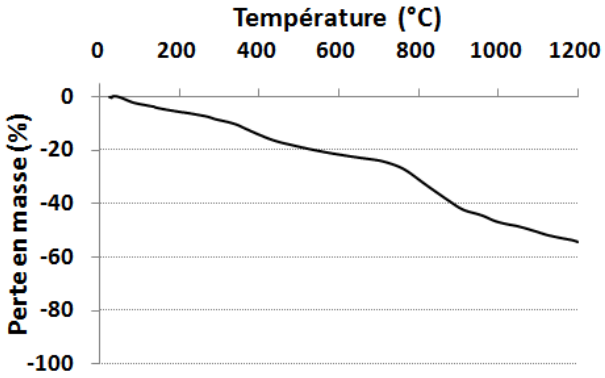



*Figure III-14. Analyse thermogravimétrique de la garniture modèle*

### 5.2.2. Dilatation thermique

La Figure III-15 présente les évolutions de la dilatation exprimé en % pour les échantillons prélevés dans le sens normal N et tangentiel T au cours des deux montées en température. Les comportements dans les deux directions sont similaires : à la suite du premier cycle le matériau présente une rétractation puis lors du second cycle, il n'est plus affecté de manière irréversible par la dilatation. Le matériau modèle présente donc des différences avec le matériau industriel lors du premier cycle : le matériau modèle se dilate irréversiblement dans le sens normal mais également dans le sens tangentiel. Sur le second cycle, les comportements sont similaires avec des dilatations thermiques de 0,34 % dans les deux sens de prélèvement des échantillons. Comparativement aux dilatations obtenues pour la garniture industrielle, cette dernière a montré une dilatation plus faible dans le sens transverse (0,26 %) et une dilatation comparable au modèle dans le sens normal (0,33 %) (Figure III-16). On peut donc noter que le caractère anisotrope en dilatation thermique que présente la garniture industrielle a disparu avec la garniture modèle.

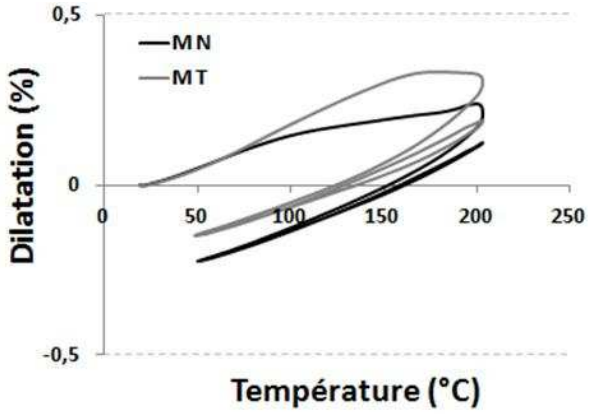



*Figure III-15. Evolution de la dilatation en fonction de la température pour les échantillons prélevés dans les sens normal N et tangentiel T de la garniture modèle.*

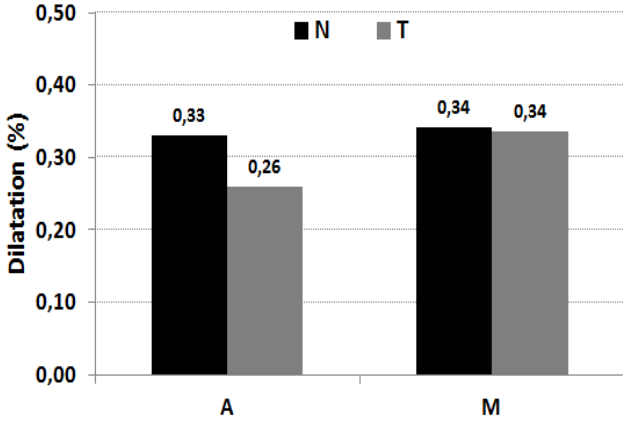
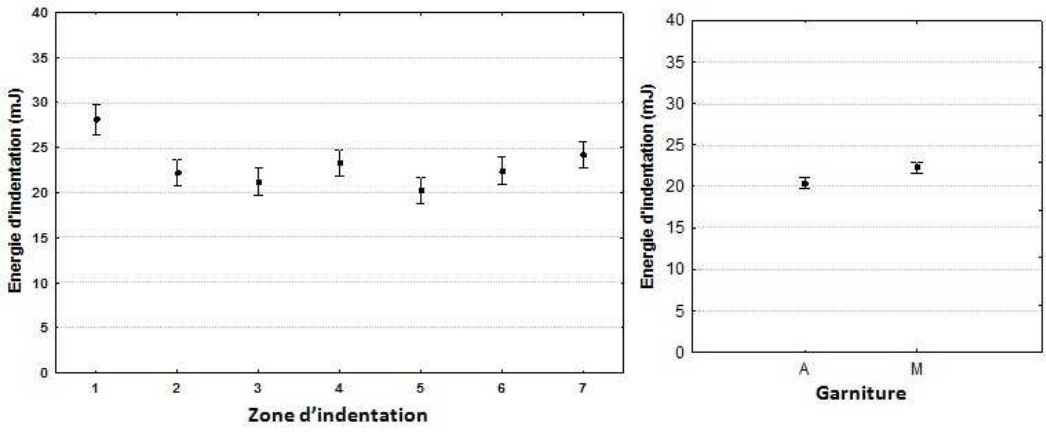



*Figure III-16. Dilatations thermiques mesurées pendant le 2ème chauffage des échantillons prélevés dans les sens normal N et Tangentiel T des garnitures A et M*

## *5.3 Caractérisations mécaniques*

### *5.3.1.* Caractérisation par indentation instrumentée

La Figure III-17a présente les valeurs moyennes des énergies d'indentation obtenues ainsi que les intervalles de confiance à 95% associés à ces moyennes pour chaque zone analysée de la face supérieure. En considérant la totalité des zones testées, le test de LEVENE donne une p-valeurs de 0,01. Ainsi, on ne peut pas considérer que les variances sont homogènes. En excluant une zone, les variances restent non homogènes. En excluant les zones 1, 5 et 7, une p-valeur de 0,07 montre que les variances sont homogènes d'où un degré d'hétérogénéité considéré équivalent pour le reste des zones. En excluant les mêmes zones, le test ANOVA illustre une p-valeur de 0,29, ce qui permet de conclure que les énergies peuvent être considérées comme équivalentes en moyenne. En résumé, en excluant les zones 1, 5 et 7, la plaque peut être considérée homogène. Les moyennes de l'ensemble des énergies d'indentation enregistrées et leurs intervalles de confiance à 95% associées pour les faces supérieures des garnitures M et A sont données par la Figure III-17b. Une moyenne plus élevée est associée à la garniture modèle d'une valeur de 22, 277 mJ. Celle de la garniture industrielle est égale à 20,430 mJ.




**(a)** **(b)**

*Figure III-17. (a) Evolution de la moyenne des énergies d'indentation et des intervalles de confiance à 95% associés pour chaque zone d'indentation de la face supérieure de la garniture M, (b) Moyennes de l'ensemble des énergies d'indentation enregistrées et des intervalles de confiance à 95% associés pour la face supérieure. Les résultats de la zone 2 de A, les zones 1, 5 et 7de M n'ont pas été considérés pour effectuer les calculs des moyennes et des intervalles de confiance associés.*

### *5.3.2.* Caractérisation en compression

Comme pour la garniture industrielle, la garniture modèle a été étudiée en compression dans les directions normale et parallèle à la direction de glissement. Les résultats montrent que les modules en compression de la direction transverse, mesurés par palier de contrainte, sont plus élevés que ceux de la direction normale (Tableau III- 6). Cette différence de comportement peut être attribuée à l'impact de la procédure de mise en forme qui détermine son anisotropie. En plus de l'orientation des fibres, les porosités formées lors du moulage à chaud ont une forme d'ellipsoïde aplatie dans la direction transverse, qui influe également sur l'anisotropie du matériau. Par rapport à la garniture industrielle, le matériau modèle est moins rigide dans les deux directions.

*Tableau III-6. Mesures des modules en compression des garnitures A et M.*

| Garnitures | Direction de prélèvement | Module (GPa) | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | 1 MPa | 2 MPa | 5 MPa | 10 MPa |
| **A** | **N** | 1,85 (0,33) | 2,93 (0,58) | 4,51 (0,45) | 6,85 (0,66) |
| | **T** | 1,76 (0,09) | 2,98 (0,32) | 4,48 (0,49) | 7,14 (0,64) |
| **M** | **N** | 0,98 (0,04) | 1,53 (0,04) | 2,89 (0,14) | 4,65 (0,21) |
| | **T** | 1,13 (0,12) | 1,80 (0,16) | 3,08 (0,31) | 5,39 (0,22) |

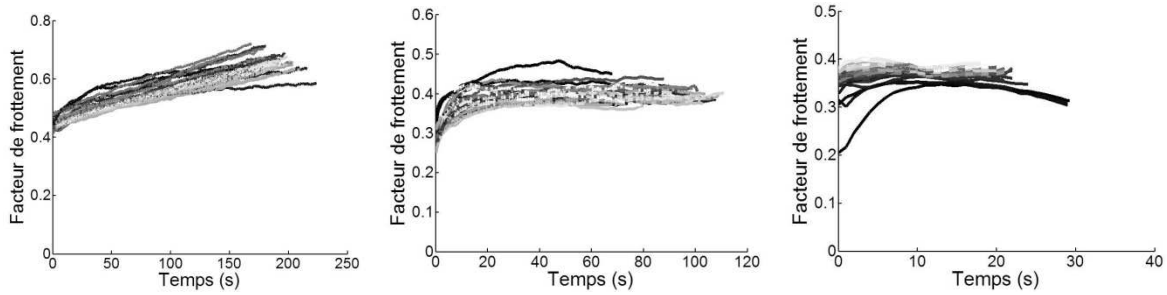
** Les écarts type sont mentionnés entre parenthèses.

# 6. Performance à l'usure

Développer un matériau de friction modèle à formulation simplifiée, ayant des performances adéquates en usure et en freinage comparées à celles de la référence industrielle, est l'objectif de cette partie de l'étude. Le facteur de frottement, les taux d'usure et la performance en freinage seront les paramètres à contrôler par le biais des trois types d'essais d'usure et des deux types d'essai de freinage définis auparavant.

## *6.1 Evolution du facteur de frottement*

Les évolutions du facteur de frottement du modèle durant les 30 cycles successives de chaque sollicitation thermique sont représentées par la Figure III-18. Pour chaque graphe, les premiers cycles sont tracés en noir et les derniers en gris clair. De même que pour la garniture industrielle, en sollicitation thermique douce (SD), une augmentation continue du facteur de frottement pendant le contact disque-pion est observée (Figure III-18, a). En SM et SS, le facteur de frottement est plus stable durant le contact notamment pour les derniers cycles (Figure III-18, b). Tout comme pour la garniture industrielle, le niveau de frottement diminue pendant le cyclage pour SD et SM et augmente dans le cas de SS (Figure III-18, c).




**(a)** **(b)** **(c)**

*Figure III-18. Evolution du facteur de frottement de la garniture modèle au cours des essais d'usure SD, SM et SS.*

Une meilleure reproductibilité du frottement est aussi observée pour les derniers cycles de chaque essai. Ainsi, des courbes représentatives de variation du facteur de frottement de A et M prises de la fin du cyclage sont considérées pour comparer à chaque sollicitation le comportement du modèle à celui de la garniture industrielle (Figure III-19).

L'essai SD montre des valeurs proches du facteur de frottement pour les deux garnitures variant de 0,4 à 0,65 (Figure III-19, a). Pour les deux autres niveaux de sollicitation thermique SM et SS, le facteur de frottement de la garniture modèle présente des valeurs plus élevées que la garniture A et des durées de contact plus réduites (Figure III-19, b et c). Pour ces deux

dernières sollicitations, le niveau de frottement de M est maintenu autour d'une valeur moyenne de 0,4 et celui de A varie au tour de 0,3.

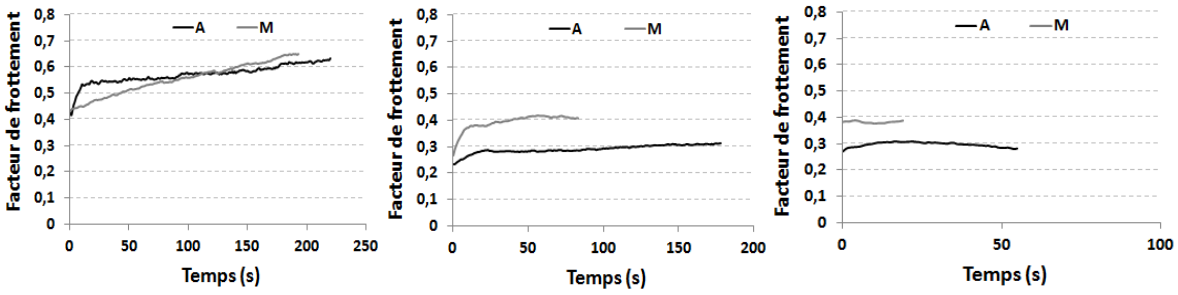



*Figure III-19. Courbes représentatives du facteur de frottement des garnitures A et M pour les essais d'usure (a) SD, (b) SM et (c) SS*

## *6.2 Taux d'usure*

Pour comparer la résistance à l'usure des deux garnitures modèle et industrielle, les taux d'usure sont illustrés par la Figure III-20. D'une part, les essais d'usure de type SD et SM montrent des taux d'usure semblables pour les deux garnitures. D'autre part, les essais d'usure de type SS montrent que le modèle présente des taux d'usure considérablement plus faibles que ceux de la garniture industrielle. Par conséquence, à des températures de masse supérieures à 250 °C, le matériau modèle de formulation simplifiée, montre une meilleure tenue thermique et une meilleure résistance à l'usure que le matériau A.

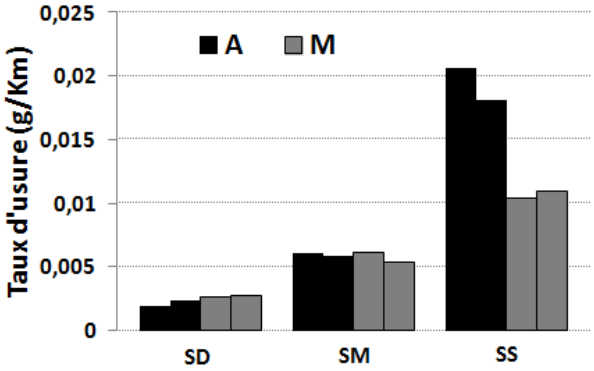



*Figure III-20. Comparaison des taux d'usure des garnitures A et M*

Ainsi, le matériau modèle présente, de meilleures performances en usure (facteur de frottement et taux d'usure) que la garniture modèle. Ces résultats peuvent être attribués à la composition du modèle. En premier lieu, la fibre de roche, remplace dans la formulation du modèle tous les autres ingrédients appartenant à la famille des fibres de la formulation industrielle. Cet ingrédient, connu par sa bonne tenue au feu, peut stimuler la résistance à

l'usure et assurer une meilleure performance en fonctionnement à de très hautes températures. En second lieu, le graphite est un ingrédient organique largement utilisé dans les compositions de garnitures de frein comme lubrifiant. Son pourcentage massique dans la formulation du modèle est équivalent à celui de l'ensemble des lubrifiants de la garniture industrielle. Il est possible que cet ingrédient ait permis d'améliorer l'efficacité du matériau modèle à haute température par sa capacité à contrôler le niveau de friction et à réduire l'usure.

Une bonne performance du matériau modèle dans les conditions opératoires adoptées est donc acquises à l'issue de cette première campagne d'essais ce qui répond aux objectifs prédéfinis que doit assurer le matériau à formulation simplifiée.

Une deuxième campagne d'essais en conditions de freinage permettra de vérifier les résultats obtenus et de confirmer les constatations dégagées.

# 7. Performance en freinage

## *7.1. Comportement en freinage et comparaison à la performance de la garniture industrielle*

### *7.1.1.* Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

L'évolution du facteur de frottement en freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie, simulant un freinage d'efficacité ordinaire à froid, des deux formulations modèle et industrielle est illustrée par la Figure III-21. La valeur moyenne du facteur de frottement, considérée pour décrire son évolution au cours du temps, est représentée dans chaque cas par un trait passant au milieu du signal ayant une amplitude de fluctuation. La garniture modèle présente une performance proche de la garniture industrielle avec un arrêt en 21 secondes et un facteur de frottement moyen légèrement supérieur. D'éventuelles perturbations peuvent apparaître au début du contact marquées par une augmentation suivie d'une diminution du facteur de frottement. A partir de la 4$^{ème}$ seconde de freinage, le facteur de frottement moyen se stabilise et oscille légèrement entre 0,22 et 0,24. A la fin des deux freinages, aux très faibles vitesses de glissement, le facteur de frottement augmente jusque 0,25 et 0,27 respectivement pour les garnitures industrielle et modèle.

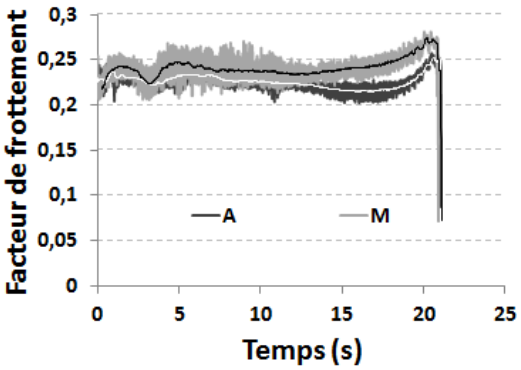



*Figure III-21. Evolution du facteur de frottement en freinage d'efficacité ordinaire avec frein à froid des garnitures M et A*

### *7.1.2.* Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

Une succession de 28 freinages de ralentissement avec cumul de chaleur simulant un essai de perte d'efficacité est réalisée avec la garniture modèle et comparée aux résultats obtenus dans le cas de la garniture industrielle A. Le suivi de l'évolution des courbes de frottement au cours de la succession est donné par l'Annexe G. Le Tableau G-1 représente des évolutions sélectionnées correspondantes aux freinages n°1, 4, 7, 10, 15, 18, 24 et 28.

Dans le cas de la garniture A, le facteur de frottement se stabilise pendant les premiers freinages de la succession autour d'une valeur moyenne de 0,2. Il montre une dégradation continuelle durant la succession associée à une diminution du frottement, ce qui entraine un allongement du ralentissement de 14 à 18 secondes. À la fin de la série de ralentissements, le facteur de frottement décroit intensément et varie autour de 0,1.

Dans le cas de la garniture modèle, le facteur de frottement évolue de manière plus stable. Durant la succession de ralentissements, le facteur de frottement moyen se stabilise autour de 0,2. La durée de ralentissement est mieux maintenue, même à la fin de la séquence lorsque les sollicitations thermiques par cumul de chaleur sont sévères : elle s'allonge progressivement de 12 s à 13,5 s pendant la succession.

La Figure III-22 représente l'évolution du facteur de frottement moyen durant les 28 ralentissements successifs avec cumul d'énergie des garnitures industrielle et modèle. Une meilleure stabilité avec moins de fluctuations du facteur moyen est remarquée pour la garniture M. De plus, la garniture industrielle montre une réduction significative du facteur moyen, appelée perte d'efficacité, de 50 % à haute température. En revanche, la garniture modèle montre une perte de performance réduite à 25 %.

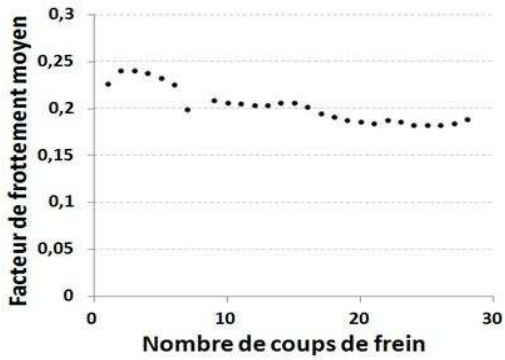



*Figure III-22. Evolution des facteurs de frottement moyens et perte en performance pendant les ralentissements successifs de la garniture M*

## *7.2. Phénomènes thermiques mis en jeu*

### *7.2.1.* Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

Pendant le freinage d'arrêt à moyenne énergie, les températures de masse du patin et du disque mesurées chacune à 2 mm de la surface sont illustrées par la Figure III-23. Les températures des disques au début de freinage est de 50 °C. Elles augmentent lentement au début du contact et plus rapidement à partir de la 5$^{ème}$ seconde quand la chaleur est transmise par conduction à la masse du disque. Les valeurs maximales atteintes sont de 143 °C pour le disque frottant contre la garniture industrielle et de 163 °C pour le disque frottant contre le modèle. Les températures mesurées dans les patins sont beaucoup plus faibles du fait de leur faible diffusivité thermique. Toutefois, elle apparait un peu plus élevée dans le cas du patin industriel où elle atteint 52 °C, comparativement aux 37 °C atteints dans le cas de la formulation modèle. Les propriétés thermiques de ces deux garnitures, données dans le paragraphe III-5-1, montrent que la garniture A conduit mieux la chaleur que la garniture M ce qui explique cet écart d'élévation de température dans les garnitures.

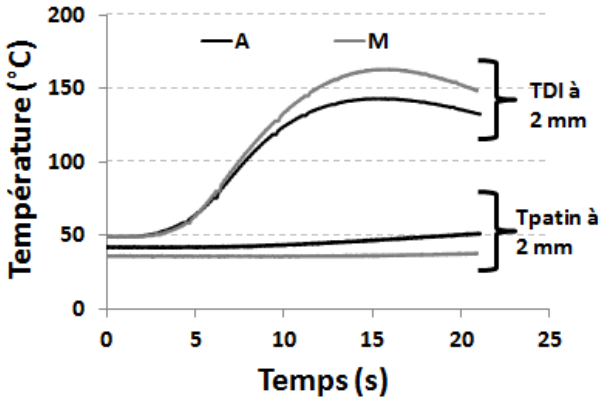



*Figure III-23. Evolution des températures de masse des disques et des patins pendant les essais de freinage d'arrêt avec les garnitures A et M*

Des phénomènes thermiques de surface semblables à ceux observés dans le cas de la garniture industrielle sont observés (Annexe H). Ils se caractérisent en début de freinage par une bande chaude avec gradients thermiques qui apparaît sur le tiers extérieur de la piste de frottement, suivie d'un basculement de cette bande entre l'extérieur et le milieu de la piste. Les gradients thermiques s'intensifient jusqu'à la formation de points chauds qui sollicitent localement sévèrement le tiers interne de la piste de frottement. À la fin du freinage, les gradients thermiques perdent de leur intensité tout en restant stationnaires sur le tiers interne de la piste de frottement.

Le freinage avec la garniture modèle montre des gradients thermiques plus intenses que ceux enregistrés dans le cas de la garniture industrielle. Leurs degrés numériques sont plus élevés que ceux atteints par la garniture industrielle A (Figure H- 4). Les détails de ces mesures ainsi que les figures correspondantes sont reportés à l'Annexe H. Il est aussi remarqué que l'effusivité de la garniture A est plus élevée que celle de la formulation modèle (Tableau III-5). Ainsi, cette propriété, qui détermine une part du partage de flux de chaleur entre le disque et la garniture, influence les capacités de la garniture à limiter les gradients thermiques.

### *7.2.2.* Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

La Figure III-24 présente les évolutions de températures du disque et du patin mesurées chacune à 2 mm de la surface au cours de l'essai de ralentissements successifs. La température du disque au début du premier ralentissement est de 50 °C. Durant ces ralentissements, le disque s'échauffe progressivement et atteint 274 °C lors des derniers ralentissements. Cette température maximale en fin de la succession de ralentissements était de l'ordre de 250 °C dans le cas de la garniture industrielle A. Le cumul de chaleur conduit à un échauffement de la garniture modèle qui atteint 108 °C, alors que la température atteinte pour la garniture industrielle A était de 170 °C (Figure II-18). Comme dans le cas des essais de freinage d'arrêt isolés, ce résultat est du à la conductivité thermique plus faible de la garniture modèle, qui a de ce fait une diffusivité thermique moindre que la garniture industrielle.

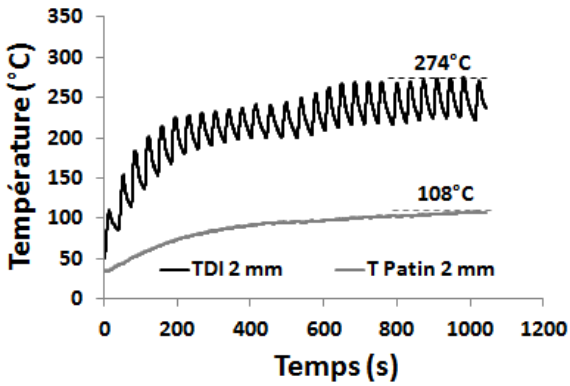



*Figure III-24. Evolution au cours du temps des températures du disque et du patin modèle pendant la succession des freinages de ralentissement*

Du point de vue des mesures thermiques de surface par camera infrarouge, une bande chaude avec gradients thermiques apparait au début du freinage sur le tiers extérieur de la piste de frottement. La bande chaude s'élargit jusqu'à couvrir les deux tiers intérieurs de la piste de frottement. Elle s'attenue peu à peu jusqu'à la fin du ralentissement (Figure H-5).

En cohérence avec les températures de masse des disques, plus élevées dans le cas de la garniture modèle, les degrés numériques (DL) de la piste sont également plus élevés comparativement à ceux obtenus dans le cas de la garniture industrielle. Les localisations thermiques sont ainsi plus intenses pour la garniture modèle (Figure H-8). Ces résultats confirment les observations faites dans le cas du freinage d'arrêt isolé, que l'on peut attribuer à la faible effusivité de la garniture modèle.

## *7.3. Estimation des pertes de masse des garnitures modèle et industrielle en freinage avec cumul de chaleur*

Une estimation de la perte de masse donnée par l'usure des patins après les essais de freinage avec cumul de chaleur est représentée par la Figure III-25. Cette estimation permet de comparer la résistance à l'usure des deux garnitures modèle et industrielle et de confirmer les tendances notées au cours des essais d'usure. Les pertes de masse mesurées sont respectivement de 0,24 g et 0,37 g pour le matériau modèle et la garniture industrielle. Ces mesures montrent que la formulation modèle s'use moins que la garniture industrielle, pour les conditions de freinage investiguées. Ainsi, les résultats de perte de masse issus des essais de freinage sont en concordance avec ceux des essais d'usure.

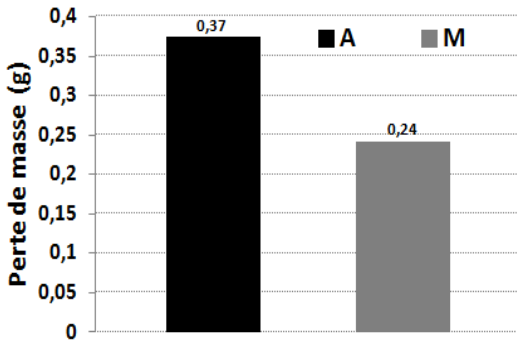



*Figure III-25. Estimation de perte de masse après les essais de freinage de ralentissements successifs des garnitures A et M*

Cette campagne d'essais réalisée sur la garniture modèle a permis de s'assurer de ses performances en freinage par rapport à celles de la garniture industrielle. En effet, malgré la simplicité de la formulation, la combinaison des ingrédients qui ont été choisis conduit à un comportement performant en usure et en freinage.

## 8. Conclusions

Ce chapitre a présenté la méthodologie adoptée pour aborder par une approche scientifique la compréhension de l'impact de la formulation sur l'usure et le frottement et sur les performances en freinage des matériaux de friction composites organiques.

En premier lieu une procédure expérimentale a été proposée pour étudier l'usure de ces matériaux de friction sur un tribomètre pion-disque sous des sollicitations, notamment thermiques, représentatives de situation de freinage poids lourd. Trois procédures d'essai ont ainsi été définies, modulées par la puissance dissipée par frottement et conduisant à étudier l'usure dans des conditions de freinage douces, moyennes et sévères.

Une formulation modèle, à nombre réduit d'ingrédients, a été développée à partir de la formulation industrielle. Elle a nécessité une maîtrise des paramètres de production des garnitures, l'enjeu étant de reproduire le procédé pour la réalisation de matériaux en petite quantité, la difficulté étant la phase du mélange. Ainsi, à partir d'un cas test de reproduction de la formulation industrielle, une détermination de l'ordre d'introduction et du temps de malaxage des divers ingrédients dans un petit mélangeur de laboratoire a été établie sur des critères de granulométrie, de microstructure et de performance à l'usure. La composition de la formulation modèle développée, réduite à 6 ingrédients choisis selon leur famille et donc leur rôle au sein du matériau de garniture, s'est révélée performante. Elle présente des niveaux de friction adéquats comparés à ceux de la garniture industrielle pour les trois sévérités de

sollicitation, la garniture modèle résistant mieux à l'usure que la garniture commerciale dans ces conditions d'essais.

Les essais de freinage de la garniture modèle ont aussi révélé un comportement plus performant, notamment en situation de cumul de chaleur. Elle montre une perte de performance réduite à 25 % par rapport à 50 % dans le cas de la garniture industrielle. Par ailleurs, malgré des gradients thermiques plus intenses et des températures élevées apparaissant à l'interface, la formulation modèle s'échauffe moins en volume, ce qui peut être un facteur de sa meilleure performance à l'usure. Ces impacts positifs sur les performances en usure et en freinage peuvent aussi être attribués à la composition du modèle, qui inclut un taux plus important en fibres de roche et en graphite que la formulation industrielle, du fait du remplacement des autres ingrédients appartenant aux mêmes familles. Les résultats ont montré que la fibre de roche, autant qu'élément de renfort de la structure, a aidé à stimuler la résistance à l'usure et à assurer une meilleure performance en fonctionnement à de très hautes températures compte tenu de sa très bonne résistance thermique.

La substitution du coke par du graphite par rapport à la référence industrielle n'a pas amené une élévation de la conductivité thermique comme cela était attendu. Mais cette substitution peut être à l'origine de l'amélioration du caractère lubrifiant de la formulation qui s'illustre par la baisse des taux d'usure et l'amélioration de l'efficacité à haute température produite par frottement.

Compte tenu de sa malléabilité élevée, l'augmentation de la proportion de caoutchouc, incorporée dans la formulation du modèle, peut aussi être à l'origine de la meilleure compressibilité. Ainsi un meilleur comportement dynamique de la garniture peut être assuré ce qui favorisera la stabilité du frottement donnant lieu à moins de dommage et d'usure.

En ce qui concerne les modifications des propriétés thermo-physiques, la dilatation thermique du modèle est plus importante dans le sens transverse que la garniture industrielle, réduisant l'anisotropie. Ceci doit contribuer à rendre la géométrie de garniture plus stable thermiquement. Les propriétés thermiques, à savoir la conductivité, l'effusivité et la capacité thermique du modèle sont plus faibles que la garniture industrielle. Ceci explique la plus forte sensibilité de la garniture modèle aux localisations thermiques et son moindre échauffement observés en freinage, la baisse de l'effusivité conduisant, d'une part à une localisation de la chaleur en surface, d'autre part à une modification du partage du flux thermique dissipé au contact à la faveur du disque.

Cette étude a montré qu'il est possible de simplifier la composition d'une garniture industrielle tout en conservant de bonnes performances. Une des raisons est la motivation

commerciale d'utiliser plusieurs ingrédients pour réaliser une fonction, comme les remplisseurs par exemple, ou pour des raisons d'esthétisme comme le noir de carbone qui détermine la couleur du produit. Par ailleurs, l'étude expérimentale menée a permis de valider la garniture modèle comme matériau de friction à formulation simplifiée à six ingrédients. Cette formulation a fonctionné de manière satisfaisante en freinage et en usure dans les conditions opératoires choisies.

Ce matériau modèle constitue un matériau support de l'étude du rôle des constituants, sa simplification rendant plus à même la compréhension des liens entre la composition, les mécanismes engagés à l'interface et les performances, notamment par la réduction de la complexité microstructurale, des synergies possibles entre constituants, aussi par une compréhension facilité de la relation entre la formulation et ses propriétés.

# Chapitre IV : Développement de formulations modifiées et étude de l'influence de constituants sur les performances en freinage

1. Introduction……89
2. Formulations modifiées ……89
   *2.1. Constituants étudiés*……89
   *2.2. Préparation des mélanges et proportions des constituants*……90
3. Caractérisations des garnitures dérivées……91
   *3.1. Microstructures*……91
   *3.2. Caractérisations physiques et thermiques* ……92
   *3.3. Transformations thermo induites*……93
      3.3.1 Analyse thermogravimétrique……93
      3.3.2. Dilatation thermique……93
   *3.4. Caractérisations mécaniques* ……95
      3.4.1 Caractérisation par indentation……95
      3.4.2 Caractérisation en compression……96
4. Performance à l'usure……98
   *4.1. Evolution du facteur de frottement* ……98
   *4.2. Comportement représentatif en usure du facteur de frottement et des températures de masse des couples frottants*……99
   *4.3. Taux d'usure*……101
5. Performance en freinage……101
   *5.1. Comportement en freinage et comparaison à la performance de la formulation modèle* ……101
      5.1.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie ……101
      5.1.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés……102
   *5.2. Phénomènes thermiques mis en jeu*……103
      5.2.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie……103
      5.2.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés……104
   *5.3. Estimation des pertes de masse des garnitures testées en freinage avec cumul de chaleur*……106
6. Analyse des mécanismes de frottement et d'usure……106
   *6.1. Garniture modèle* ……107
      6.1.1. Sollicitation Douce (SD) ……107

6.1.2. Sollicitation moyenne (SM) ……109
6.1.3. Sollicitation sévère (SS) ……110
*6.2. Garniture dérivée du modèle : formulation avec du laiton (ML)*……112
*6.3. Garniture dérivée du modèle : formulation avec fibres de verre (MV)* ……114
*6.4. Microstructures et compositions des plateaux secondaires*……115
7. Corrélation avec les mécanismes de frottement et d'usure activés en freinage……119
8. Conclusions et discussion ……121

# 1. Introduction

Ce chapitre concerne l'étude des liens entre les constituants de garniture de frein, les performances de freinage et les mécanismes tribologiques activés. Cette étude s'appuie sur les résultats du chapitre précédent, c'est-à-dire sur l'utilisation de formulations simplifiées et la caractérisation de leur comportement tribologique par des essais d'usure. Les constituants étudiés, du laiton et des fibres de verre, ont été choisis en fonction de l'intérêt du partenaire industriel et de leur utilisation comme ingrédients de garnitures de frein organiques. Le chapitre se décompose en cinq parties. En premier lieu, il s'agit d'introduire les formulations simplifiées, dérivées de la formulation modèle présentée au Chapitre III, incluant le laiton et les fibres de verre. La partie suivante concerne la caractérisation de leur microstructure et de leurs propriétés. Dans les deux parties suivantes, les matériaux sont étudiés à l'usure et en freinage selon les protocoles définis dans les chapitres précédents, et par comparaison au comportement de la formulation modèle prise en référence. L'étude des mécanismes de frottement et d'usure, en lien avec la microstructure, est réalisée à partir d'observation et d'analyse en microscopie électronique à balayage des surfaces frottées en usure. La dernière partie vise à corréler les résultats obtenus à partir des essais d'usure à ceux obtenus en situation de freinage.

# 2. Formulations modifiées

## *2.1. Constituants étudiés*

L'ajout de renfort fibreux joue un rôle majeur dans le maintien de la tenue, la rigidité, la stabilité thermique et les propriétés de friction du matériau composite **[Gopal et al. 94].** Il est aussi connu que le phénomène d'évanouissement peut être affaibli par l'ajout de divers types d'ingrédients métalliques dans un matériau de friction **[Inoue 92].**

Il convient de rappeler que la garniture industrielle de référence contient de la fibre de verre mais ne contient pas de laiton.

Une description détaillée de la morphologie et du rôle tribologique des fibres de verre est évoquée dans le Chapitre I. Nous avons vu que la longueur de la fibre de verre était importante. En tant que fibre de renforcement, leur morphologie ainsi que leur présence sous forme d'amas permettront une meilleure tenue mécanique du composite notamment dans la direction parallèle au sens de glissement. Evans R-E et Trainor J-T ont montré que plus la longueur de la fibre est importante, plus la contrainte à la rupture est élevée **[Evans et Trainor 90].** Leur composition confère une stabilité à haute température et une dureté qui

permet d'élever les facteurs de frottement par action abrasive **[Gee 94]**. En effet, ces fibres minérales possèdent une faible conductivité thermique isolant le corps du matériau des forts échauffements surfaciques et permettant de limiter la dégradation du liant en profondeur **[Lepré 97]**. Griffith **[Griffith 80]** a montré que les taux d'usure des matériaux de friction sont réduits par l'ajout de 0,5 à 11 % en masse de fibres de verre.

Le laiton est un alliage de cuivre et de zinc. Il est ajouté sous forme de coupeaux issus d'usinage. Leur morphologie en tant que grandes particules, parfois fibreuses, contribuent aussi à renforcer la garniture et apporter de la tenue mécanique au matériau. Une telle morphologie aide aussi à élever le frottement des fibres métalliques **[Lepré 97]**. Il est connu que cet ingrédient possède une conductivité thermique élevée de 110 W/m.°C **[Kumar et Bijwe 10a]**. L'impact d'une conductivité élevée peut être à la fois bénéfique ou néfaste. D'une part, une conductivité élevée peut diminuer le niveau de frottement au freinage et sa stabilité **[Lepré 97].** Elle peut aussi contribuer à accroitre l'usure. D'autre part, les températures de surface influencent ultimement le frottement et les températures du volume du rotor ont un impact moins intense **[Day 88]**. Une conductivité élevée permet de dissiper la chaleur par conduction à travers la garniture et réduit l'échauffement du rotor **[Libsch et Rhee 78]**. Yuji et Takahisa **[Yuji et Takahisa 96]** ont rapporté que l'addition du cuivre dans les mélanges de garniture de frein, permet un meilleur maintien du facteur de frottement malgré les fortes températures apportées au disque (400 °C). Selon Boz et Kurt, le cuivre ou ses alliages sont ajoutés afin de contrôler le niveau de frottement, tout en évitant l'agressivité contre la surface frottée par la production d'oxydes de cuivre à l'interface de friction **[Boz et Kurt 06].**

## *2.2. Préparation des mélanges et proportions des constituants*

De même que pour le mélange de la formulation modèle, la préparation des formulations dérivées se fait dans le mélangeur de laboratoire. Le laiton et la fibre de verre sont introduits dans la composition des garnitures modifiées en les substituant à l'équivalent en %massique de baryte. La formulation contenant le laiton est désignée par ML et contient 6 % en masse de copeaux de laiton. Celle contenant la fibre de verre est désignée par MV et contient 4 % en masse de fibres de verre. Le choix de ces teneurs s'est fait en se basant sur la bibliographie et sur la composition de la garniture industrielle. Dans la littérature, un large éventail de proportions de ces deux ingrédients est utilisé.

Concernant le laiton, Jayashree Bijwe étudie des garnitures en variant les taux massiques de laiton respectivement de 0, 4, 8 et 12 % **[Bijwe et al. 08]**. Une composition de

garniture Volvo contenant 5 % en volume de laiton a été étudiée par Gudmand-Hover et al. **[Gudmand et al. 99]**. Une autre garniture de la même marque a été étudiée par Eriksson et contient 15 % en proportion massique de laiton **[Eriksson et Jacobson 00]**. Howell et Ball ont étudié trois formulations dont le pourcentage massique en cuivre varie de 0,6 à 15 % **[Howell et Ball 95]**.

Concernant les fibres de verre, le choix d'un pourcentage massique de 4 % repose plutôt sur la composition de la garniture industrielle de référence qui en contient 3,5 %. Des exemples de formulations contenant de 6 à 24 % de fibres de verre sont étudiés par Tsang et al. **[Tsang et al. 85]**. D'autres exemples de formulations sont mentionnés sans que des taux massiques précis soient évoqués **[Eriksson et Jacobson 00, Aleksendrić et Duboka 07, Bijwe et al. 08]**.

Le Tableau IV-1 présente les compositions détaillées des deux garnitures ML et MV.

*Tableau IV-1. Pourcentages massiques des ingrédients des formulations dérivées du modèle*

| | Résine phénolique | Fibres de roche | Graphite | Alumine | Caoutchouc | Baryte | Laiton | Fibres de verre |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **ML** | 14 | 22 | 10 | 2 | 7 | 39 | 6 | - |
| **MV** | 14 | 22 | 10 | 2 | 7 | 41 | - | 4 |

# 3. Caractérisation des garnitures dérivées

## *3.1 Microstructures*

Les microstructures des deux garnitures ML et MV sont données par des observations MEB réalisées dans la direction normale au sens de glissement (Figure IV-1). Au vue de leurs compositions proches, elles ressemblent à celle de la garniture modèle décrite dans le Chapitre III. Toute fois, dans la garniture ML, les copeaux de laiton, apparaissant en gris clair, sont des particules de morphologies diverses non ordonnées et de taille millimétrique (Figure IV-1, a). De même que pour la garniture industrielle, les amas de fibres de verre apparaissent en majorité couchés, c'est-à-dire orientés dans la direction parallèle au plan de glissement. Néanmoins, certains amas apparaissent debout, orientés normalement au plan de glissement (Figure IV-1, b). Les autres particules et fibres ont une morphologie similaire par rapport aux garnitures modèle et industrielle.

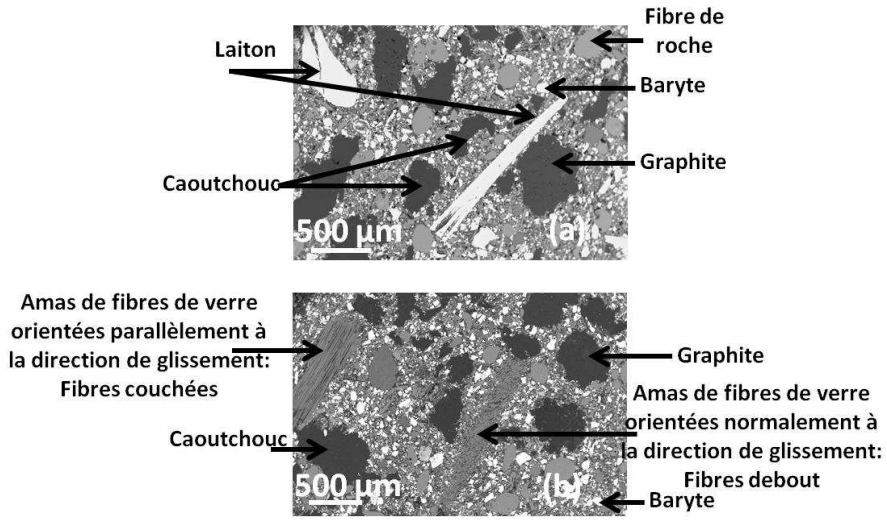



*Figure IV-1. Microstructures des garnitures, (a) ML et (b) MV*

## *3.2 Caractérisations physiques et thermiques*

Les mesures de propriétés thermiques et physiques des matériaux ML et MV sont données dans le Tableau IV-2 en comparaison avec les résultats du matériau modèle M afin de discerner l'impact de l'ajout du laiton et de la fibre de verre. Les détails des procédures de mesures sont donnés en Annexe D.

La masse volumique augmente en ajoutant des fibres de verre ou du laiton dans les formulations. La conductivité thermique augmente également avec l'ajout de ces deux constituants passant de 1,04 $W.m^{-1}.K^{-1}$ à 1,31 et 1,30 $W.m^{-1}.K^{-1}$ respectivement pour ML et MV. Des résultats similaires sont obtenus dans la littérature pour l'ajout du laiton **[Kumar et Bijwe 10a, Kumar et Bijwe 10b]**. La capacité thermique massique, de 673 $J.Kg^{-1}.K^{-1}$ pour la garniture M, diminue avec l'ajout de fibres de verre (634 $J.Kg^{-1}.K^{-}1$) et encore plus avec l'ajout de laiton (543 $J.Kg^{-1}.K^{-1}$).

A partir de ces données, on peut calculer la diffusivité et l'effusivité : l'ajout de laiton augmente ces propriétés, l'ajout de fibres de verre également, l'augmentation de la diffusivité étant moindre et celle de l'effusivité étant supérieure à celle de ML.

*Tableau IV-2. Propriétés physiques et thermiques des garnitures : M, ML et MV*

| **Garniture** | M | ML | MV |
|---|---|---|---|
| **Masse volumique ρ ($g.cm^{-3}$)** | 2,13 | 2,17 | 2,27 |
| **Conductivité thermique λ [$W.m^{-1}.K^{-1}$]** | 1,04 (0,003/5) | 1,31 (0,017/5) | 1,30 (0,011/5) |
| **Diffusivité D [$10^{-6}$ $m^2.$ $s^{-1}$]** | 0,7 | 1,1 | 0,9 |
| **Effusivité ξ [$J\ K^{-1}\ m^{-2}\ s^{-1/2}$]** | 1221 | 1244 | 1366 |
| **Capacité thermique massique Cp [$J\ Kg^{-1}\ K^{-1}$]** | 673 (1,6/5) | 543 (0,4/5) | 634 (0,6/5) |

** L'écart type et le nombre d'essai sont mentionnés entre parenthèses.

## *3.3 Transformations thermo induites*

### *3.3.1.* Analyse thermogravimétrique

Des analyses thermogravimétriques ont aussi été menées sur les matériaux ML et MV (Figure IV-2). Elles sont comparées aux résultats obtenus pour la garniture modèle. La perte en masse en fonction de l'augmentation de température présente trois étapes distinctes. Cette évolution se produit pour les trois garnitures à des températures équivalentes. Des évolutions superposées sont obtenues au début du chauffage. Vers 350 °C, une perte en masse de 10 % est enregistrée. La deuxième étape commence à partir de 350 °C et évolue jusqu'à 740 °C. À la fin de cette étape, des dégradations des trois garnitures sont voisines, de l'ordre de 25 %, 20 %, 22 % respectivement pour M, ML et MV. Des pertes en masse plus importantes sont obtenues lors de la 3ème étape à partir de 750 °C. La dégradation est plus intense pour le modèle. Elle atteint 54 % vers 1200 °C. Elle est moindre pour ML, de l'ordre de 39 %. La dégradation de MV est de l'ordre de 46 %.

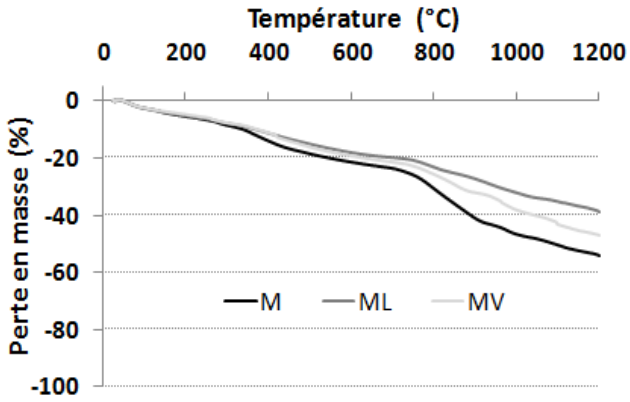



*Figure IV-2. Analyses thermogravimétriques des garnitures M, ML et MV*

En conclusion, les évolutions enregistrées et les pertes de masse récupérées montrent des dégradations plus intenses et plus rapides de M suivies de MV. ML montre la meilleure résistance à l'impact de la température.

### *3.3.2.* Dilatation thermique

Les courbes de dilatations des échantillons prélevés dans les sens normal et tangentiel des garnitures ML et MV sont représentées par la Figure IV-3.

Le matériau ML présente un comportement similaire à celui du matériau modèle M : comportement similaire dans les directions normale et tangentielle et contraction de l'échantillon après un premier chauffage. Le matériau MV quant à lui possède un comportement similaire à celui de la garniture industrielle notamment dans le sens normal de

prélèvement de l'échantillon avec une importante expansion irréversible dans le sens normal. Le matériau présente une expansion thermique relativement importante lors du premier cycle de chauffage de l'ambiante à 200 °C, sans contraction par rapport à la longueur initiale pendant le refroidissement. Ainsi, les mesures de dilatation thermique sont réalisées en considérant la deuxième montée en température dans l'intervalle 50-200 °C (Figure IV-4).

Dans le sens normal, MV présente une expansion de 0,4 %, plus élevée que M (0,34 %) et ML (0,33 %). Dans cette direction, les lattes de fibres de verre semblent favoriser la dilatation thermique des garnitures. Dans la direction transverse, MV et ML se dilatent moins que M avec des expansions respectives de 0,27 %, 0,25 % et 0,34 %. Ainsi, pour M, les dilatations thermiques sont semblables dans les deux sens de prélèvement des échantillons. Pour ML et MV, les dilatations sont moindres dans la direction transverse. L'orientation des fibres semble limiter l'expansion thermique des échantillons dans cette direction (Figure IV-5). Cette anisotropie du comportement thermique pour MV et ML peut induire une moindre stabilité dimensionnelle de ces deux garnitures.

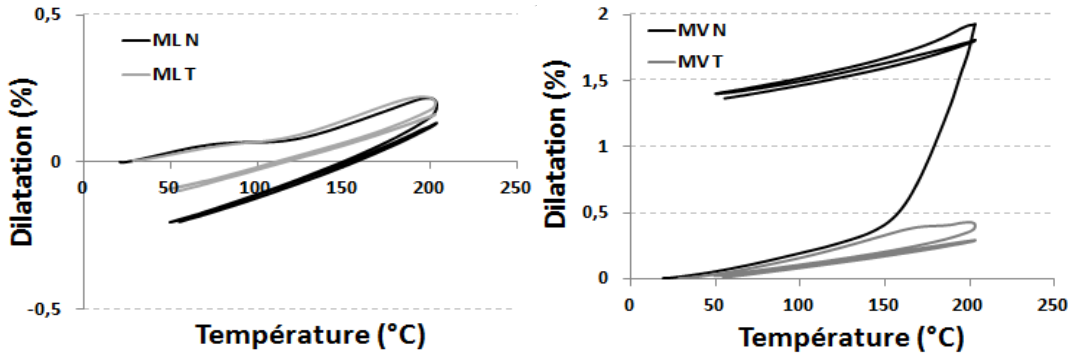



*Figure IV-3. Courbes de dilatations thermiques des échantillons prélevés dans les sens normal N et tangentiel T des garnitures ML et MV*

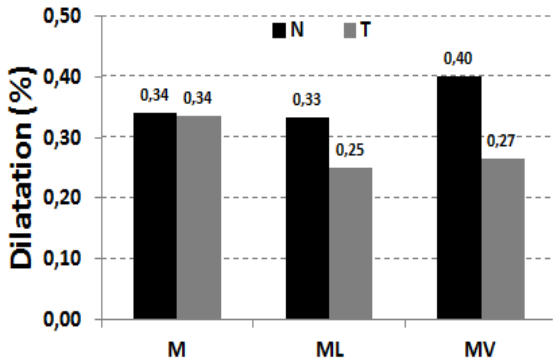



*Figure IV-4. Dilatations thermiques mesurées pendant le 2ème chauffage de 50 à 200 °C*

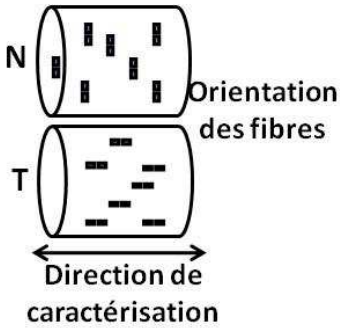



*Figure IV-5. Orientation des fibres par rapport aux sens de prélèvement des échantillons et à la direction de caractérisation*

## *3.4 Caractérisations mécaniques*

### 3.4.1. Caractérisation par indentation

Sept zones d'indentation sont investiguées en fonction de leur localisation sur la plaque comme détaillé dans l'Annexe B. Neuf mesures par zone sont réalisées. Les énergies moyennes d'indentation obtenues ainsi que les intervalles de confiance à 95 % associés à ces moyennes pour chaque zone sont données par les Figures IV-6 a et b.

En considérant les 7 zones de ML, le test LEVENE donne une p-valeur de 0,01 permettant de conclure que les variances ne sont pas homogènes. Pour cette garniture, les tests LEVENE effectués en excluant une zone particulière par rapport aux autres ne suffisent pas pour avoir des variances homogènes. Pour avoir des variances homogènes, il a fallut éliminer au moins trois zones. En effet, en ne considérant que les zones 2, 3, 4 et 5, on obtient une p-valeur de 0,15.

Pour MV, trouver une variance homogène est plus facile en excluant la zone 1 ce qui donne une p-valeur mesurée de 0,42.

En résumé, il peut être constaté que l'introduction du laiton augmente l'hétérogénéité de la garniture. Ceci peut être attribué à sa faible proportion dans la garniture sous forme de particules assez grosses.

En considérant les zones qui présentent des homogénéités de variance, la garniture ML présente une homogénéité de moyennes des énergies d'indentation entre les zones 3, 5 et 6 ou les zones 2, 3 et 4 avec des p-valeurs respectives de 0,17 et 0,23. La garniture MV présente une homogénéité de moyennes des énergies en excluant juste la zone 1 avec une p-valeur de 0,85.

En résumé, excepté la zone 1 pour MV, la garniture peut être considérée homogène du point de vue de l'indentation si l'on considère les résultats en moyenne par zone, avec un degré d'hétérogénéité local similaire. Par contre, ML est beaucoup plus hétérogène localement, à l'échelle d'une zone d'indentation et globalement, à l'échelle de la plaque.

Les moyennes de l'ensemble des énergies d'indentation enregistrées et leurs intervalles de confiance à 95 % associées pour les faces supérieures des garnitures M, ML et MV sont données par la Figure IV-7. Ces énergies moyennes sont proches l'une de l'autre. Toutefois, l'ensemble des indentations réalisées sur chaque garniture montre que ML présente une énergie d'indentation plus élevée que M, qui a son tour, est un peu plus élevée que celle de MV. Les valeurs respectives de ces énergies sont 24,242 ; 22,277 et 20,664 mJ.

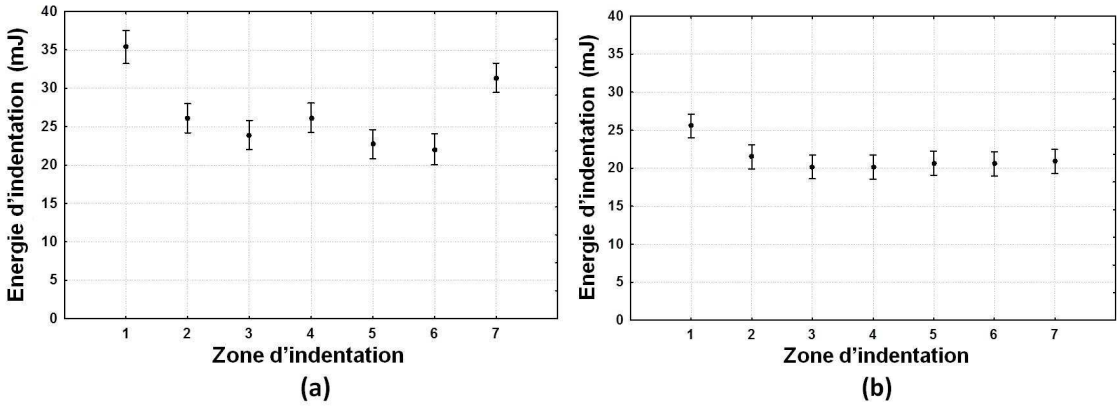



*Figure IV-6. Evolution de la moyenne des énergies d'indentation et des intervalles de confiance à 95 % associés pour chaque zone d'indentation de la face supérieure de a) ML, b) MV*

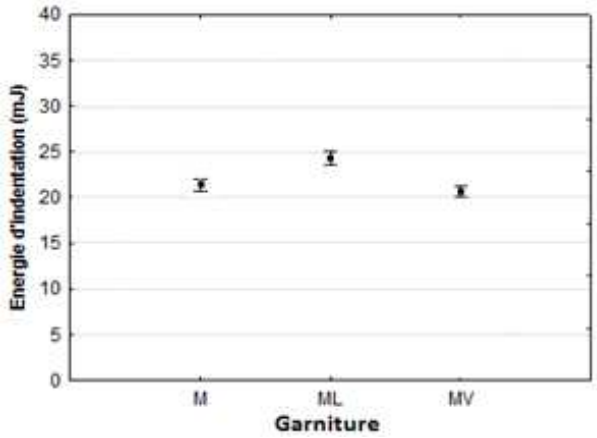



*Figure IV-7. Moyennes de l'ensemble des énergies d'indentation enregistrées et des intervalles de confiance à 95 % associés pour la face supérieure. Les résultats des zones 1 ,5 et 7 de M, les zones 1 et 7 de ML et la zone 1 de MV n'ont pas été considérés pour effectuer les calculs des moyennes et des intervalles de confiance associés.*

### 3.4.2. Caractérisation en compression

Le même protocole expérimental adopté pour les garnitures industrielle et modèle est appliqué aux garnitures ML et MV (Annexe C). Trois courbes contrainte-déformation sont obtenues pour chaque direction de prélèvement des échantillons et chaque matériau (Figure C-2). De même que dans le cas de la garniture modèle, les paquets de courbes des deux garnitures ML et MV montrent que les échantillons prélevés dans la direction normale

présentent des déformations plus importantes que ceux prélevés dans la direction transverse. La différence du comportement dans les deux directions peut être justifiée par l'anisotropie des matériaux dont les origines probables, détaillés en premier chapitre, sont le mode de mise en forme utilisé qui oriente préférentiellement les fibres dans la direction transverse.

Le Tableau 1 de l'Annexe C montre les modules des trois garnitures aux divers niveaux de contraintes atteints en compression. La comparaison des résultats, par rapport au sens de prélèvement et aux compositions des garnitures, montre des tendances semblables pour tous les paliers. Pour cette mesure, seuls les modules calculés à 10 MPa seront discutés dans cette partie (Tableau IV-3). Rappelons que les deux garnitures, comme la garniture modèle, possèdent des modules transverses plus élevés que ceux mesurés dans la direction normale, en conséquence de la procédure de fabrication.

Comparés au modèle, les modules de compression dans la direction normale augmentent avec l'addition du laiton et de la fibre de verre qui jouent le rôle de renfort de structure et améliorent les propriétés mécaniques. Dans la direction transverse, alors que les modules de M et ML sont similaires, l'ajout de la fibre de verre augmente la rigidité en compression. D'une manière générale, dans les deux directions de prélèvement des échantillons, les modules de la garniture MV sont les plus élevés. Ceci indique une capacité moindre à s'accommoder aux déformations par rapport aux autres garnitures.

En conclusion, la différence de rigidité observée dans les deux directions peut s'expliquer par le procédé de fabrication qui renforce les garnitures dans le sens transverse du fait de l'orientation préférentielle des fibres dans cette direction. Les fibres agissent comme des renforts qui rigidifient le matériau dans leur direction. Ce phénomène est plus sensible pour la garniture modèle ne contenant que des fibres de roches et qui présente la plus forte anisotropie, celle-ci étant très ténue pour les 2 formulations modifiées.

*Tableau IV-3. Mesures des modules en compression des garnitures M, ML et MV à 10 MPa*

| | **M** | **ML** | **MV** |
|---|---|---|---|
| **Module dans la direction N (GPa)** | 4,65 (0,21/3) | 5,27 (0,31/3) | 5,76 (0,5/3) |
| **Module dans la direction T (GPa)** | 5,39 (0,22/3) | 5,35 (0,22/3) | 5,91 (0,54/3) |

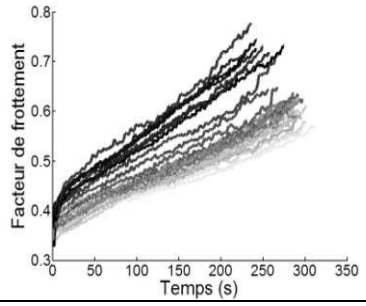
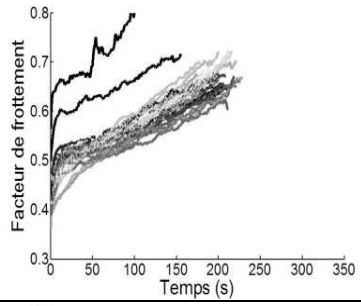
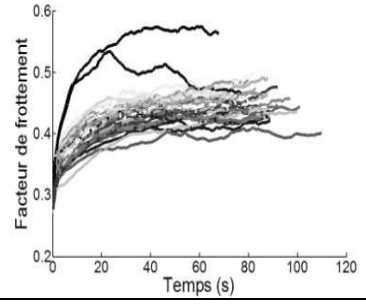
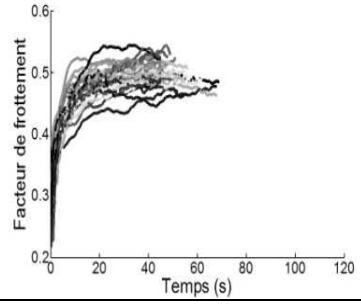
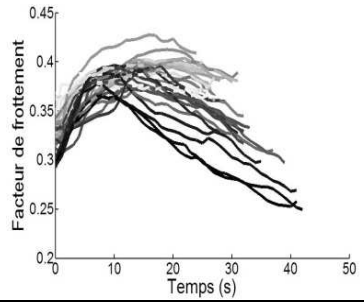
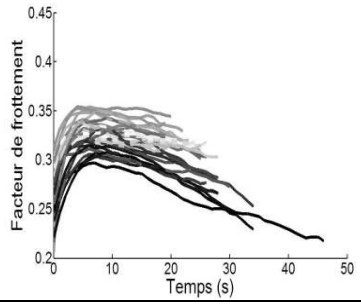
** L'écart type et le nombre d'essai sont mentionnés entre parenthèses.

# 4. Performance à l'usure

## *4.1. Evolution du facteur de frottement*

A l'aide du tribomètre pion-disque instrumenté décrit au Chapitre III, l'évolution du facteur de frottement au cours des 30 cycles « on contact» des couples frottants est suivie pour les trois niveaux de sollicitations thermiques exercées (Tableau IV-4). Rappelons que les niveaux de variation des nuances de gris de plus foncé au plus clair correspondent au passage du cycle n°1 au cycle n°30.

*Tableau IV-4. Evolution des courbes de frottement des garnitures ML et MV pendant les 30 cycles des essais d'usure à SD, SM et SS*

| | ML | MV |
|---|---|---|
| SD |  |  |
| SM |  |  |
| SS |  |  |



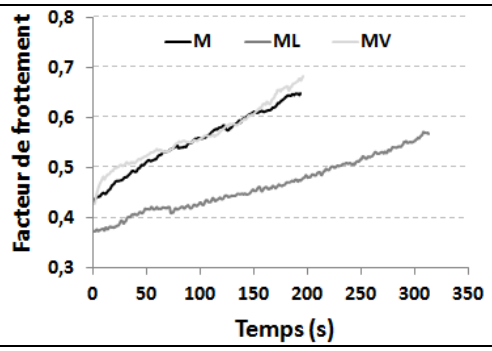
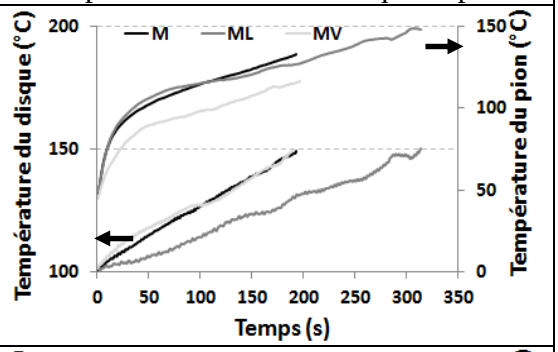
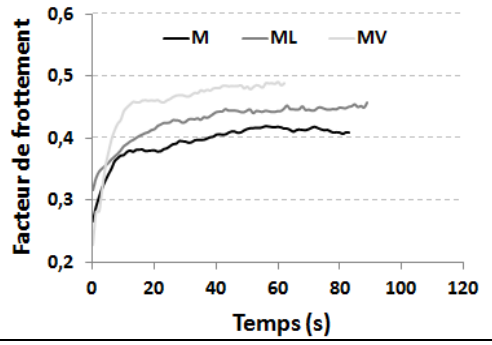
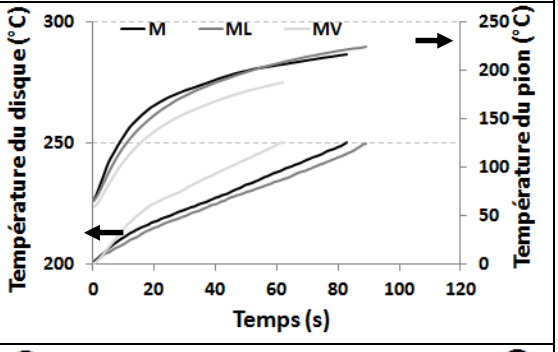
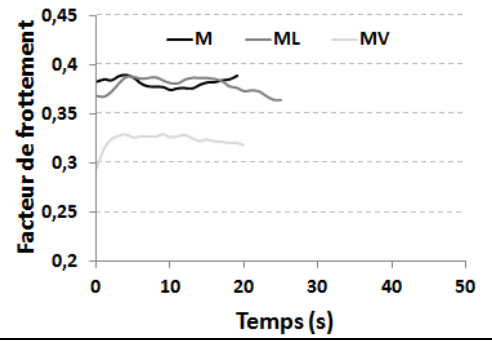
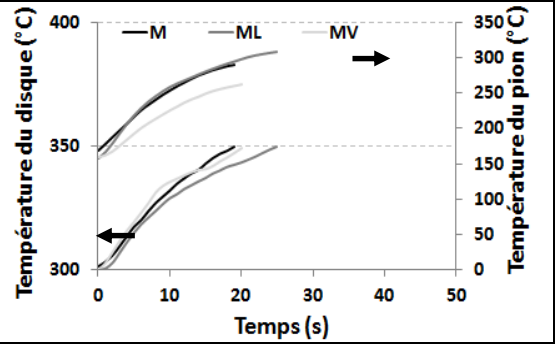
A sollicitation thermique douce (SD), des évolutions particulières du facteur de frottement similaires à celles observées pour les garnitures industrielle et modèle sont observées. Elles sont caractérisées par une augmentation continue du facteur de frottement tout au long du contact disque-pion. Une diminution du niveau de frottement est observée au cours du cyclage. A sollicitation modérée (SM), une élévation du facteur de frottement est observée au début du contact suivie d'une tendance vers la stabilisation. Pour la sollicitation

sévère (SS), le facteur de frottement augmente au début du contact puis décroit rapidement. Une meilleure stabilité est enregistrée pour les derniers cycles avec une augmentation du niveau de frottement.

## *4.2. Comportement représentatif en usure du facteur de frottement et des températures de masse des couples frottants*

Des paquets de 30 courbes représentent l'évolution du frottement pendant le cyclage. Les courbes étant plus resserrées, plus reproductibles et plus stables à la fin du cyclage, le choix d'une courbe représentative du comportement de chaque garniture est alors fait en fin de cyclage. Les évolutions de température de masse du disque et du pion, qui lui sont associées, sont également représentées (Tableau IV-5). Elles sont relevées sur les rayons moyens et mesurées par des thermocouples à 2 mm de la surface.

*Tableau IV-5. Courbes représentatives de frottement et des variations de température du disque et du pion des trois garnitures M, ML et MV pour les essais d'usure SD, SM et SS*

| | Facteur de frottement | Températures de masse disque et pion |
|---|---|---|
| SD |  |  |
| SM |  |  |
| SS |  |  |

À SD, les garnitures M et MV présentent des niveaux de friction similaires et supérieurs à celui de ML. Ceci engendre des montées en température plus rapides du disque de 100 à 150 °C et par conséquent des durées de frottement réduites. Les températures mesurées dans la masse du pion sont plus élevées dans les garnitures M et ML. Dans ML, la température atteint 150 °C, une température équivalente à celle mesurée dans le disque. Pour M, la température finale mesurée à la fin du cycle est égale à 133 °C. MV est la garniture dont la température de masse est la plus faible, avec une valeur maximale atteinte de 116 °C.

À SM, le facteur de frottement devient plus stable après une première montée lors des premières secondes de contact. À cette sollicitation, MV présente le niveau de friction le plus élevé (0,48). Il est suivi de celui de ML qui se stabilise à 0,45. Le niveau de friction pour M varie proche de 0,4. La rapidité de montée en température du disque est relative à la durée du frottement. Dans les pions, des variations superposées en température sont enregistrées pour M et ML comme ceux de SD. Pour ML, la température atteinte à la fin du contact est égale à 225 °C et pour M, elle est égale à 216 °C. Comme en SD, la température de masse de MV s'élève moins que celles de M et ML. La température maximale en fin de contact est égale à 187 °C.

À SS, une baisse du niveau de friction est observée pour les trois garnitures. Toute fois M et ML ont gardé un niveau de frottement plus élevé (entre 0,35 et 0,4) que MV qui, à son tour, présente une baisse marquée à cette sollicitation (entre 0,3 et 0,35). De même que pour SD et SM, la vitesse de montée en température du disque est relative à la durée du cycle. De plus, les pions de M et ML présentent des courbes d'évolution de température superposées. Une augmentation moins importante de la température de masse de MV est enregistrée. Les températures maximales mesurées à la fin des cycles sont respectivement égales à 309 °C, 290 °C et 262 °C pour ML, M et MV.

En conclusion, d'une part, l'ajout du laiton conduit à un facteur de frottement plus faible à faible sollicitation thermique. Selon Boz et al. **[Boz et Kurt 06]**, le cuivre ou ses alliages jouent un rôle lubrifiant qui limite l'agressivité contre le disque comme vu en SD. D'autre part, le laiton a permis des baisses modérées du facteur de frottement en augmentant la sévérité des sollicitations thermiques. Suivant Jang et al. **[Jang et al. 04],** les mêmes constatations ont été faites dans le cas d'ajout de cuivre. Katsuhiro et al. **[Katsuhiro et al. 93]** attribuent ce comportement à la formation des oxydes de cuivre à l'interface de friction et à la haute conductivité thermique du matériau de friction.

La fibre de verre a conduit à un frottement plus élevé en SD et SM, alors qu'à très haute température (SS), ce résultat s'inverse avec une chute marquée du frottement. Dans une étude menée par Mohanty et Chugh, il a été constaté que la fibre de verre ne pouvait pas fournir assez de stabilité thermo-mécanique à la matrice de garniture de frein **[Mohanty et Chugh 07]**. Ce résultat suggère que la température d'interface a été intensément élevé ce qui peut influer la tenue thermique de la garniture.

### *4.3. Taux d'usure*

Les mesures de perte en masse sont réalisées après 30 cycles de frottement de chaque échantillon. Les mesures sont converties en taux d'usure en divisant les pertes en masse par les distances totales parcourues. Logiquement, les taux d'usure augmentent avec la sévérité de la sollicitation thermique (Figure IV-8). À SD, où la sollicitation thermique reste inférieure à la température de dégradation de la résine phénolique, des taux d'usure similaires sont enregistrés pour les trois formulations. À SM et SS, ML présente les taux d'usure les plus élevés. À l'inverse, la garniture MV possède les taux d'usure les plus faibles. Relativement aux propriétés thermiques et mécaniques, aucune corrélation particulière peut-être établie avec les taux d'usure.

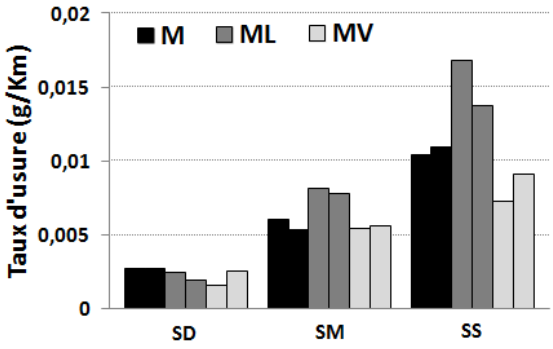



*Figure IV-8. Comparaison des taux d'usure des garnitures M, ML et MV pour les différentes sollicitations thermiques*

# 5. Performance en freinage

## *5.1 Comportement en freinage et comparaison à la performance de la formulation modèle*

### *5.1.1.* Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

La Figure IV-9 montre l'évolution du facteur de frottement des deux garnitures ML et MV comparée à celle du modèle. Le trait blanc passant au milieu du signal fluctuant

représente l'évolution moyenne. Une durée de freinage semblable, de 22 s, est enregistrée pour les trois garnitures ainsi que des perturbations du facteur de frottement apparaissant pendant les 4 premières secondes marquées par une augmentation légère suivie d'une diminution. A partir de la 5ème seconde, le facteur de frottement moyen se stabilise mieux et varie entre 0,23 et 0,25. Les garnitures M et MV ont un frottement plus constant que ML qui montre dès la 10ème seconde de freinage une augmentation significative du facteur de frottement de 0,23 à 0,33. Pour M et MV, la fin de freinage est marquée par une légère augmentation du facteur de frottement qui atteint 0,27.

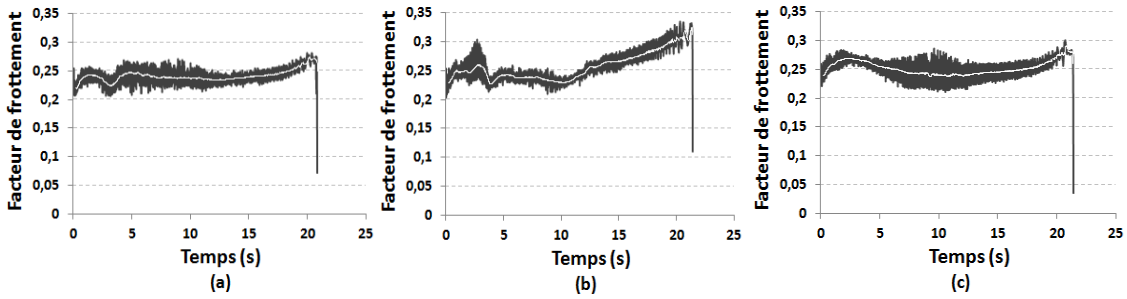



*Figure IV-9. Evolution du facteur de frottement en freinage d'efficacité ordinaire avec frein à froid des garnitures : (a) M, (b) ML et (c) MV*

### *5.1.2.* Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

Le suivi du frottement pendant la succession des ralentissements est illustré par des courbes d'évolution du facteur de frottement correspondantes aux freinages n°1, 4, 7, 10, 15, 18, 24 et 28 des garnitures M, ML et MV (Annexe G).

Comme indiqué au paragraphe III-7-1-2, la garniture M a montré des performances améliorées par rapport à la garniture industrielle pour ce type d'essai de freinage. Les durées de ralentissement de M augmentent progressivement de 12 à 13,5 s avec le cumul de chaleur. Pour ML, elles sont maintenues à 11 s (excepté pour les freinages n° 4 et 15). Dans le cas de MV, les durées de ralentissement sont aussi maintenues à 11 s durant les 10 premiers freinages. Tandis que, au freinage n° 15, la durée est plus longue et atteint 12 s à la fin de la succession.

Des perturbations de l'évolution du facteur de frottement moyen sont observées à l'engagement des contacts. Après quelques secondes « on contact », des stabilisations plus ou moins retardées du facteur de frottement moyen sont observées autour d'une valeur moyenne de 0,2. Néanmoins, une meilleure stabilité du frottement pour la garniture modèle est notée.

En effet, sous l'action de cumul de chaleur, ML et MV montrent pour certains ralentissements des diminutions remarquées du frottement au début du contact.

Les mesures de perte d'efficacité indiquent une dégradation du facteur de frottement moyen pendant les successions de ralentissement pour les trois garnitures simplifiées (Figure IV-10). Dès les premiers cycles de ralentissement, le facteur de frottement moyen diminue continuellement. Comparées à la garniture industrielle, qui atteint une perte d'efficacité de 50 % (Chapitre II), les garnitures à formulations simplifiées montrent une amélioration importante. Bien que le comportement ait montré une certaine amélioration dans les derniers cycles, beaucoup de fluctuations du facteur de frottement moyen ainsi qu'une baisse globale de 30 % sont observées pour la garniture ML (Figure IV-10, b). Par contre, les garnitures M et MV montrent moins de fluctuations avec des pertes de performances respectives de 25 % et 30 % (Figure IV-10, a et c).

En conclusion, les garnitures ML et MV montrent des pertes de performance plus prononcées que le modèle. Un frottement plus perturbé durant la succession est enregistré pour ML. Ho et al. ont aussi étudié l'effet d'ajout de fibres de natures diverses sur les performances de garnitures de frein **[Ho et al. 05]**. Ils trouvent qu'une perte en performance (fade) significative affecte les garnitures contenant les fibres, en particulier le laiton, comparées aux garnitures sans fibres.

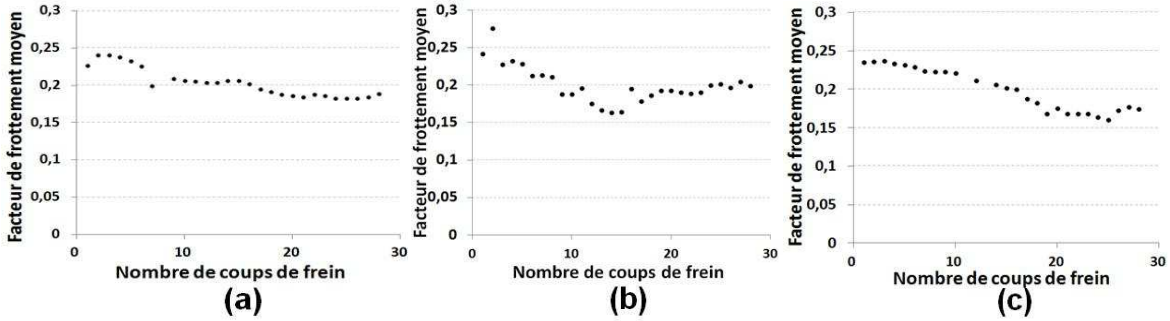



*Figure IV-10. Evolution des facteurs de frottement moyen et perte en performance pendant les ralentissements successifs des garnitures : (a) M, (b) ML et (c) MV*

## *5.2 Phénomènes thermiques mis en jeu*

### *5.2.1.* Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

Les températures de masse des couples disque-patin sont données par la Figure IV-11. Chaque coup de frein est déclenché après refroidissement du disque, lorsque sa température atteint 50 °C. La température du patin au début du freinage n'est pas contrôlée. Elle est dépendante du temps de refroidissement nécessaire pour le disque. Pendant les 5 premières

secondes des freinages d'arrêt réalisés, les températures de masse des disques augmentent lentement. À partir de la 5ème seconde, des élévations plus importantes et plus rapides sont enregistrées. Elles atteignent leurs maximums vers la 15ème seconde. Les températures de masse maximales des disques frottants contre les garnitures M et ML sont similaires de l'ordre de 163 °C. Celle enregistrée pour le disque frottant contre MV est de l'ordre de 138 °C. Au niveau des patins, une plus grande quantité de chaleur est absorbée par les garnitures dans le cas de ML et MV. Les températures mesurées à 2 mm de la surface atteignent respectivement 70 °C, 58 °C et 37 °C pour ML, MV et M. Les mesures de conductivité et de diffusivité détaillées dans le paragraphe IV-3.2 justifient ces résultats.

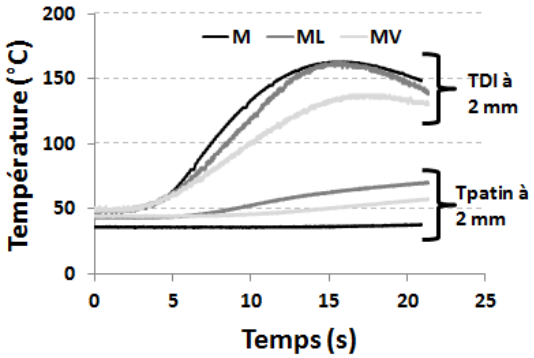



*Figure IV-11. Evolution des températures de masse des disques et des patins pendant les essais de freinage d'arrêt avec les garnitures M, ML et MV*

En surface, des phénomènes thermiques semblables sont observés pour les trois garnitures avec une apparition de bande chaude avec gradients au début du freinage suivie de points chauds localisés en particulier au tiers intérieur de la piste de frottement. Les thermogrammes associés à chaque freinage ainsi que les descriptions détaillées des localisations thermiques sont donnés dans l'Annexe H (Figures H 2, 3 et 4).

Les degrés numériques moyens de rayonnement infrarouge indiquent également une équivalence des phénomènes thermiques en surface de disque dans les cas de ML et MV. Tandis que, dans le cas du freinage réalisé avec M, des DL plus élevés sont enregistrés indiquant des localisations plus intenses.

### *5.2.2.* Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

Le cumul de chaleur dans la masse du disque et du patin est illustré par l'évolution des températures au cours de la succession des freinages de ralentissement (Figure IV-12). Des évolutions semblables à celles obtenues pour les couples disque-garniture industrielle et modèle sont observées avec une élévation continue de la température du disque et du patin qui

tend vers une saturation à la fin de la succession. A 2 mm de la surface, les températures maximales atteintes à la fin des essais sont de 317 °C et 278 °C pour les disques frottant respectivement contre les garnitures ML et MV. La Figure III-24 montre que la température maximale atteinte dans la masse du disque frottant contre la garniture modèle est de 274 °C. Au niveau des patins, les températures maximales mesurées à 2 mm de la surface sont de 201 °C pour ML et 168 °C pour MV. Pour la garniture modèle, elle est de 108 °C.

Le disque et le patin atteignent donc des températures plus élevées dans le cas de la garniture ML. Comparativement à la garniture de référence M, la garniture MV s'échauffe également davantage que la garniture modèle.

Ces résultats sont cohérents avec les propriétés thermiques des trois garnitures, une conductivité thermique augmentée ainsi qu'une chaleur spécifique réduite pour les garnitures MV et surtout ML conduisent à une diffusivité plus importante. Comparativement à la garniture modèle M, la chaleur accumulée dans les garnitures ML et MV est de ce fait plus élevée.

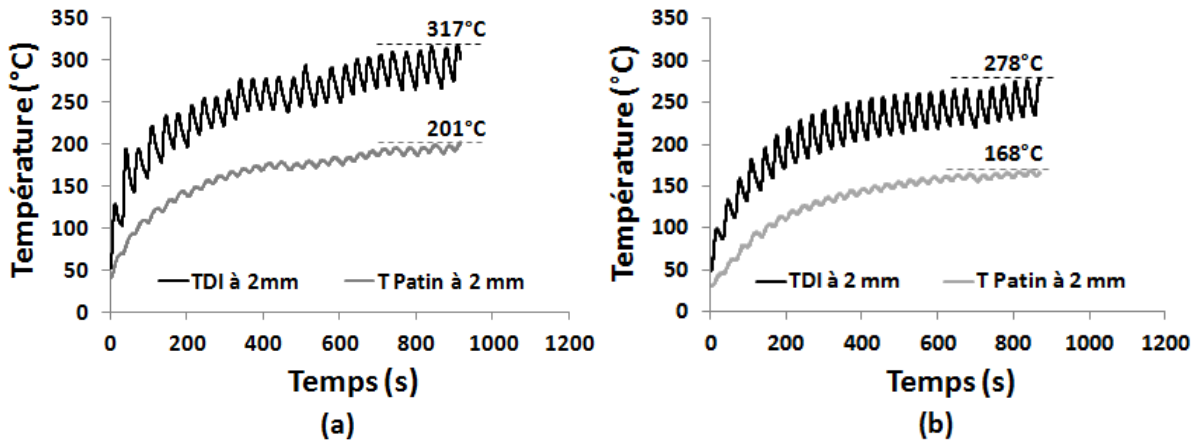



*Figure IV-12. Evolution au cours du temps des températures du disque et du patin pendant la succession des freinages de ralentissement : (a) ML et (b) MV*

Les thermogrammes du dernier freinage de la succession de ralentissements des trois garnitures montrent des localisations intenses de type points chauds qui apparaissent dès le début du contact (Les détails sont en Annexe H). A la surface, les degrés numériques de rayonnement infrarouge illustrent des fluctuations importantes variant entre 5000 et 15000 DL pour les disques frottant contre les trois garnitures simplifiées. Les courbes moyennes tracées en blanc au milieu des signaux montrent aussi des évolutions similaires. L'équivalence des DL peut être attribuée à l'homogénéisation des températures des disques à la fin de la succession.

### *5.3 Estimation des pertes de masse des garnitures testées en freinage avec cumul de chaleur*

Une estimation de la perte en masse des patins testés en freinage de ralentissement avec cumul de chaleur a été réalisée par pesée avant et après essai. La perte de masse qui est obtenue est le résultat de l'usure du patin pendant la phase de rodage et les ralentissements successifs. L'histogramme de la Figure IV-13 montre une perte de masse plus élevée de la garniture ML. La résistance à l'usure de la garniture MV est un peu meilleure que celle de M. Handa et Kato **[Handa et Kato 96]** ont aussi étudié l'impact d'ajout de cuivre à des garnitures organiques sur l'usure : ils ont conclu que le cuivre entraîne une diminution de la résistance à l'usure. Les résultats obtenus en freinage de cumul sont en accord pour les 2 garnitures ML et MV avec ceux obtenus lors des essais d'usure.

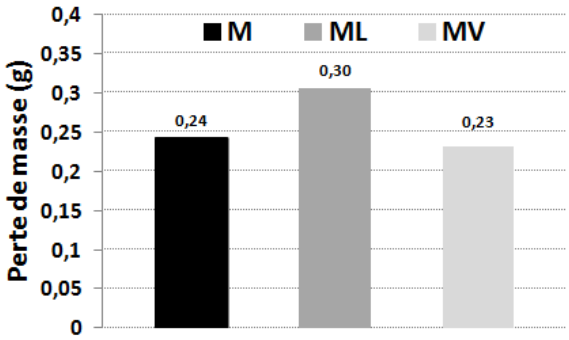


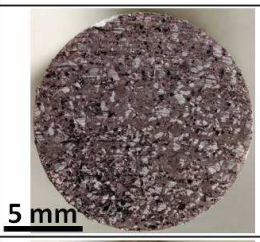
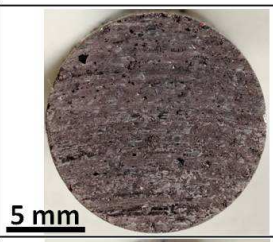
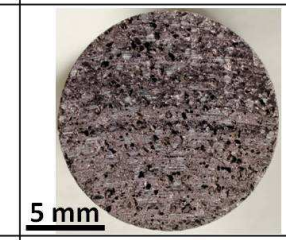
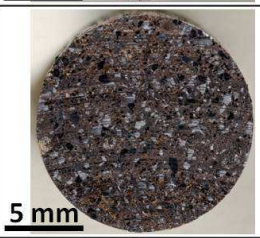
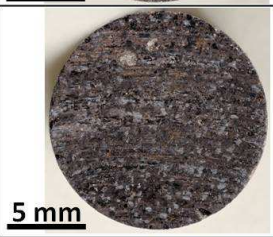
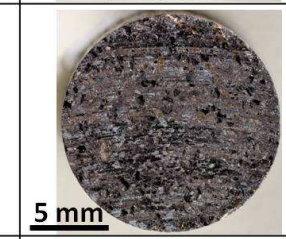
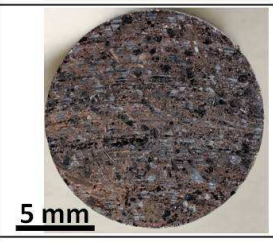
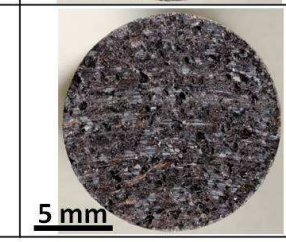

*Figure IV-13. Estimation de perte de masse après les essais de freinages de ralentissements successifs des garnitures M, ML et MV*

## 6. Analyse des mécanismes de frottement et d'usure

Pour les trois garnitures étudiées, une étude macroscopique de la surface de frottement a été réalisée pour chaque pion après essai d'usure (Tableau IV-6).

Dans le cas de SD, la surface des pions frottés laisse apparaitre des constituants que l'on peut distinguer par la couleur et la morphologie. On distingue aussi la formation du troisième corps compacté. Les pions, ayant subi des sollicitations thermiques moyennes SM, présentent des surfaces frottées couvertes d'une couche dense en troisième corps, les constituants sont de ce fait moins discernables. Quant aux sollicitations SS, les surfaces frottées sont peu couvertes de troisième corps. Des empreintes laissées par des particules arrachées sont fréquentes en surface.

*Tableau IV-6. Vues macroscopiques des surfaces des pions après essais d'usure*

| Sévérité de l'essai d'usure / Matériaux | SD | SM | SS |
|---|---|---|---|
| M<br>Sens de glissement ← |  |  |  |
| ML<br>Sens de glissement ← |  |  |  |
| MV<br>Sens de glissement ← | |  |  |

## *6.1 Garniture modèle*

### *6.1.1.* Sollicitation douce (SD)

La Figure IV-14a présente des observations, réalisées en microscopie électronique à balayage de la surface frottée de la garniture M, caractéristiques de la surface et de ses mécanismes de frottement et d'usure en sollicitation douce. Les porosités, formées autour d'amas de fibres de roche enchevêtrées, sont remplies de poudre, signe d'un contact enrichi en troisième corps (Figure IV-14b). Les shots de roche sont visibles, arasés et maintenus ancrés à la matrice. Ils constituent des plateaux primaires, entourés d'ilots de poudre compactée qui forment des plateaux secondaires. Des traces de troisième corps, orientés dans le sens de glissement, montrent que les shots contribuent effectivement à la portance et à l'accommodation de vitesse (Figure IV-14, c et d). La baryte apparaît à la surface sous forme de taches blanches qui restent attachées à la matrice et qui s'usent facilement au fur et à mesure du glissement à cause de leur friabilité (Figure IV-14, d). Les particules carbonées sont elles aussi bien visibles, donc peu couvertes de troisième corps. Certaines particules de caoutchouc se trouvent partiellement ou complètement arrachées laissant des empreintes qui captent des débris d'usure. Elles semblent s'être dégradées sous l'effet de la chaleur

(Figure IV-14, e, f et g). Le caoutchouc est l'ingrédient qui apparaît le plus affecté par la température sous ces sollicitations douces.

Le graphite, restant ancré à la matrice et arasé par le frottement. Les particules ne semblent pas particulièrement dégradées à ce niveau de sollicitation (Figure IV-14, h).

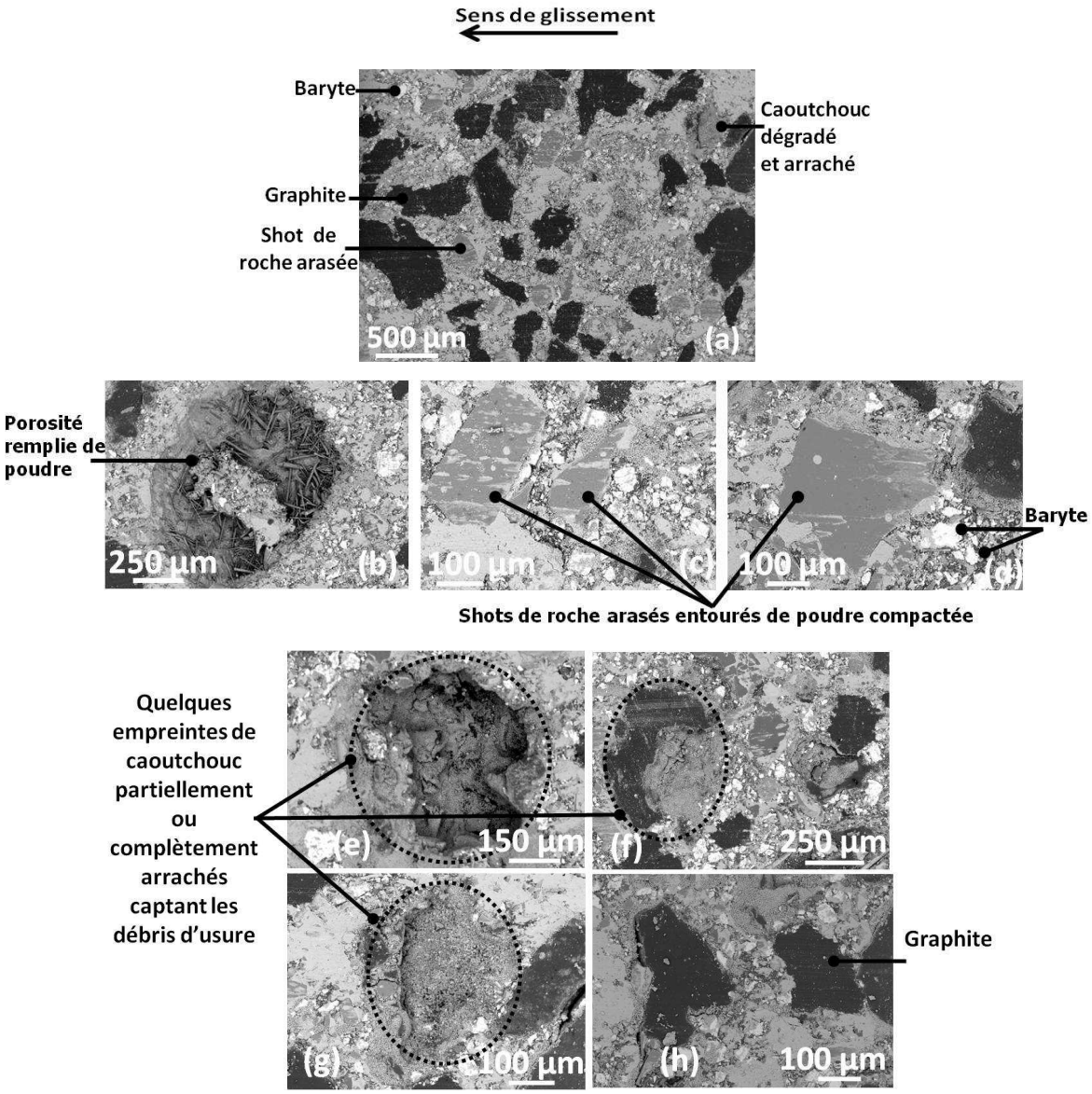



*Figure IV-14. Comportement des ingrédients de la garniture M à SD*

La Figure IV-15a présente la distribution du troisième corps à la surface du pion frotté de la garniture M en sollicitation douce. Des zones de troisième corps compacté sont bien développées. Elles forment des plateaux secondaires dont la taille moyenne caractéristique atteint 500 µm et qui sont distribués sur toute la surface frottée (Figure IV-15, b).

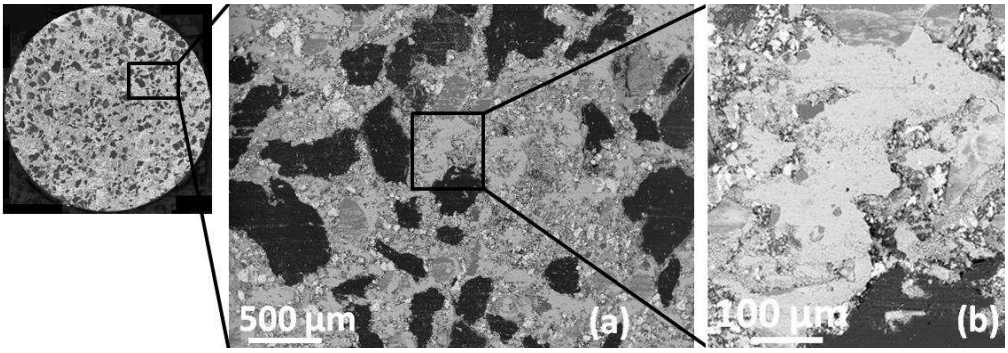



*Figure IV-15. (a) Distribution du troisième corps de la garniture M à SD, (b) Plateau secondaire*

Pour les sollicitations moyenne SM et sévère SS, les mécanismes de frottement et d'usure ont certains traits communs avec les mécanismes présentés sous sollicitation douce. Ils ont ainsi un caractère général du fonctionnement tribologique du matériau. Aussi, ils ne sont pas repris dans les paragraphes qui suivent, les descriptions des mécanismes de frottement et d'usure s'attachent à présenter et à discuter ce qui est spécifique à chaque niveau de sollicitation.

### *6.1.2.* Sollicitation moyenne (SM)

Dans le cas de sollicitation moyenne SM, certaines particules de graphite, qui demeuraient ancrées dans la matrice en SD, présentent des décollements de leur interface avec la matrice (Figure IV-16, a et b). La dégradation des particules de caoutchouc évolue avec la sollicitation. En plus des particules arrachées observées en SD, certaines particules présentent des fissures aléatoirement orientées (Figure IV-16, b et c).

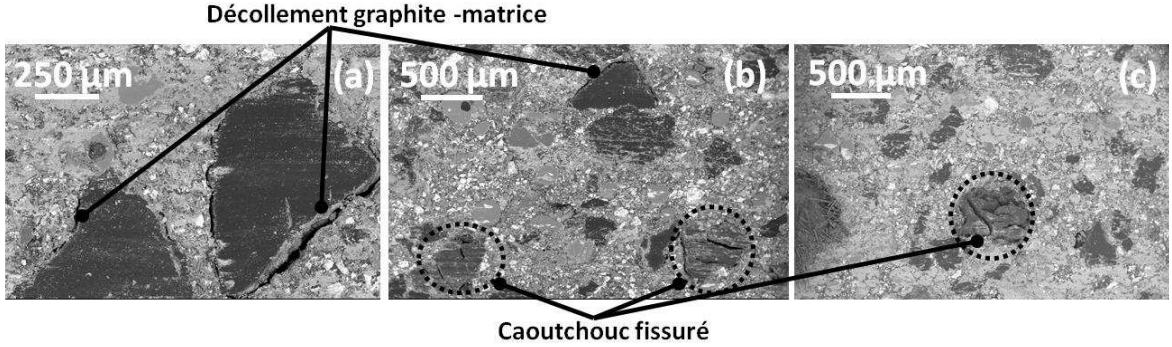



*Figure IV-16. Mécanismes de dégradation de la garniture M à SM*

En SM, la garniture M montre une surface couverte d'une couche plus riche en troisième corps poudreux. Comparativement à la sollicitation douce, les plateaux secondaires sont moins discernables et moins bien formés, plus petits, d'une taille caractéristique

moyenne de 250 µm (Figure IV-17, a et b). Ce résultat peut paraître surprenant puisque le taux d'usure mesuré de la garniture M est deux fois plus important en SM qu'en SD. En effet, le débit source du troisième corps étant plus élevé, on pourrait s'attendre à un enrichissement de la surface en troisième corps, favorable la formation des plateaux portants. Plusieurs explications peuvent être apportées. D'une part, la durée de mise en contact du couple disque-garniture, qui est réduite de moitié, peut être un facteur influent selon la cinétique de formation de ces plateaux secondaires. Ce temps de contact joue effectivement un rôle important sur l'expansion de ces plateaux. D'autre part, il peut y avoir une compétition plus sévère entre la formation des plateaux et leur destruction du fait de la dégradation plus rapide de la garniture, les plateaux perdant plus rapidement le support (les plateaux primaires) sous sollicitation SM. Enfin, la température plus élevée peut altérer la propension de la surface du pion à piéger et agglomérer les particules de troisième corps ou celle de la surface du disque à recirculer les particules éjectées du contact.

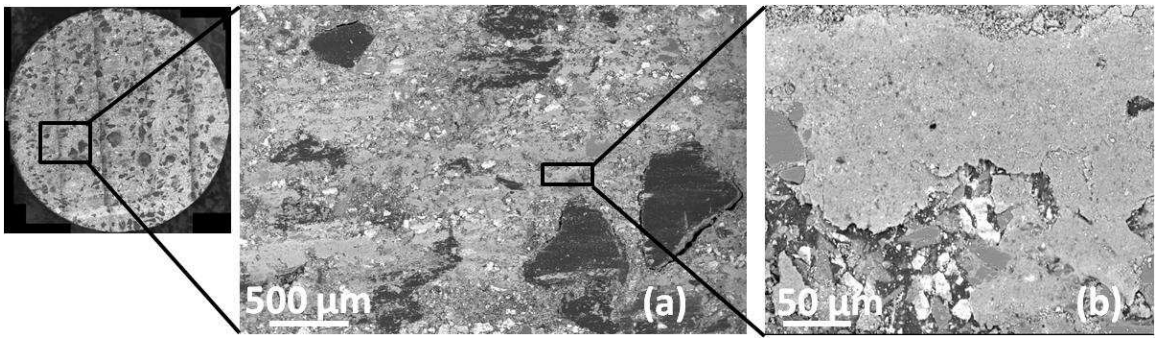



*Figure IV-17. (a) Distribution du troisième corps de la garniture M à SM, (b) Plateau secondaire*

### *6.1.3.* Sollicitation sévère (SS)

En SS, on note la présence de particules de graphite fissurées et qui ont perdu leur cohésion avec la matrice (Figure IV-18, a). De même, mais d'une manière plus prépondérante qu'en SD ou SM, les particules de caoutchouc sont fragmentées et arrachées. Un exemple caractéristique de particules de caoutchouc présentant un décollement de l'interface particule-matrice, une fragmentation et un arrachement est donné par la Figure IV-18, b.

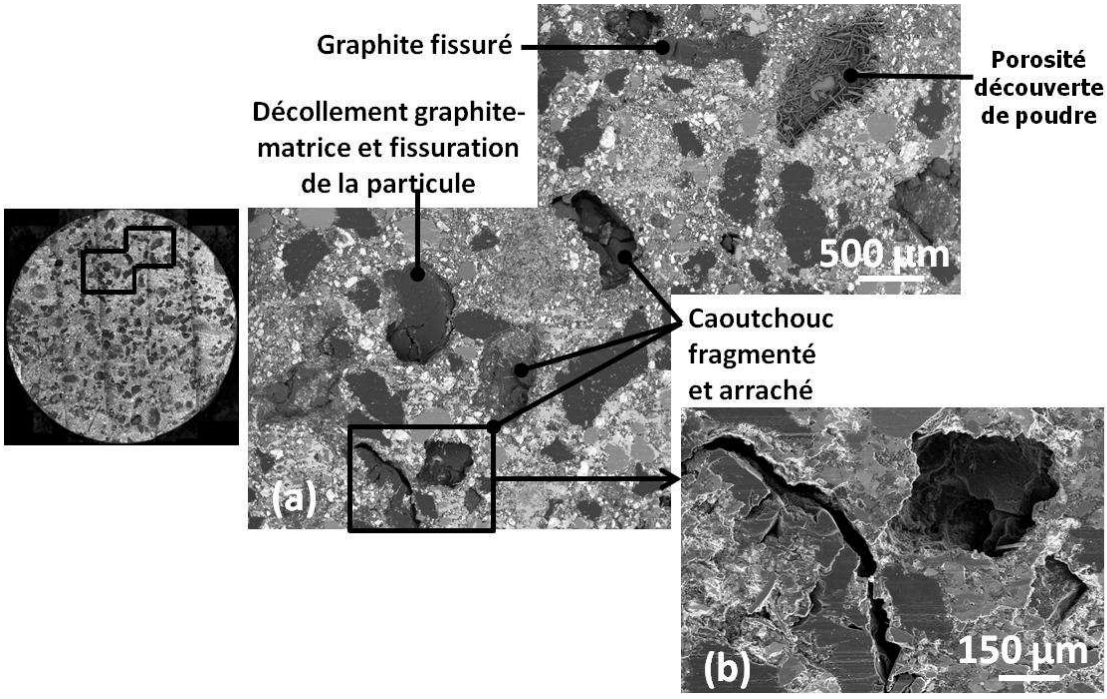



*Figure IV-18. Mécanismes de dégradation de la garniture M à SS*

Comparativement aux surfaces obtenues après les sollicitations SD et SM, beaucoup moins de troisième corps est déposé sur la surface de la garniture M en sollicitation sévère SS. Même les cavités formées par les porosités ne contiennent pas de la poudre emprisonnée (Figure IV-18, a). La surface frottée apparaît ainsi plus découverte en l'absence de troisième corps poudreux et les plateaux secondaires formés sont de tailles réduites de moins de 100 µm (Figure IV-19, a et b).

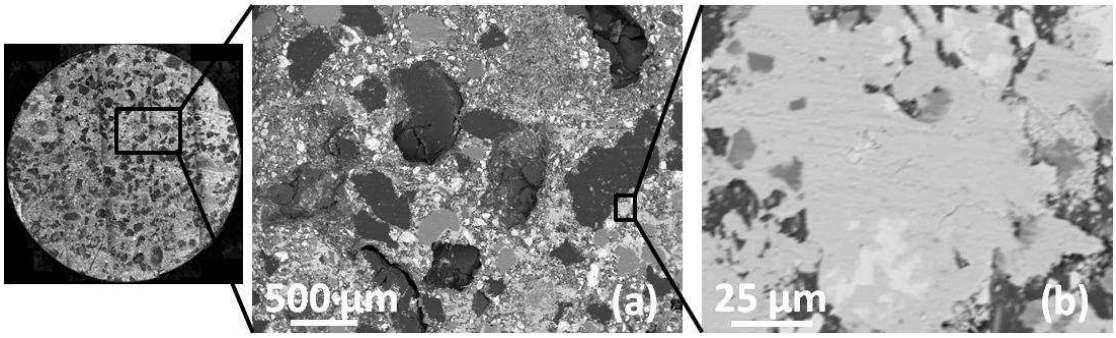



*Figure IV-19. (a) Distribution du troisième corps de la garniture M à SS, (b) Plateau secondaire*

En conclusion, on peut dire que, en cohérence avec les taux d'usure mesurés, la dégradation et la perte de cohésion des constituants s'aggravent avec la sévérité de la sollicitation appliquée à la garniture modèle. Ainsi, la capacité du contact à piéger la poudre

de troisième corps et à développer des plateaux secondaires diminue avec la sévérité de sollicitation.

### *6.2 Garniture dérivée du modèle : formulation avec du laiton (ML)*

Pour des sollicitations douces, la garniture ML présente une surface frottée similaire à la formulation M, à savoir une surface riche en troisième corps, des porosités remplies de poudre, la présence de plateaux secondaires bien développés dans le contact, du graphite et des shots de roche ancrés à la matrice et peu couverts de troisième corps ainsi que du caoutchouc dégradé et arraché de la matrice. S'agissant des particules de laiton, ajoutées dans la formulation de ML, elles apparaissent arasées supportant du troisième corps compacté. Elles agissent comme des plateaux primaires qui forment des supports permettant aux plateaux secondaires de se développer (Figure IV-20).

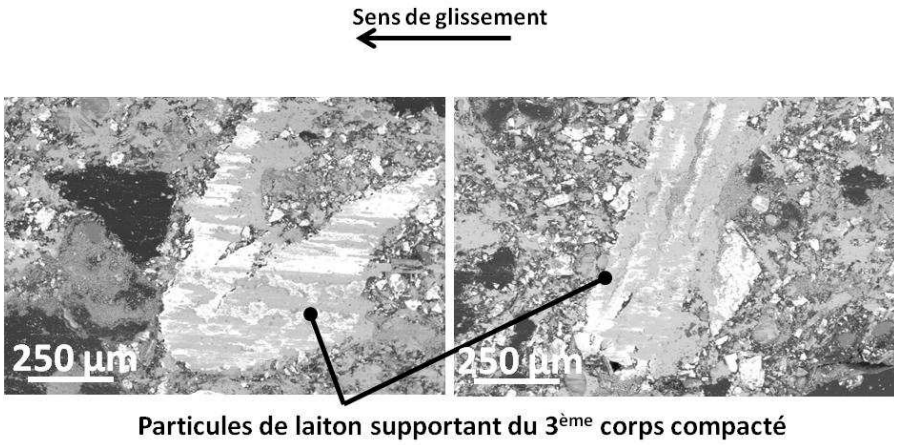



*Figure IV-20. Comportement du laiton de la garniture ML à SD*

La garniture ML présente le taux d'usure le plus élevé que la garniture M à SM d'où une quantité plus importante en poudre générée dans le contact. Ainsi, bien que la durée de contact soit réduite par rapport à SD, les plateaux secondaires ont pu se développer et atteindre des tailles comparables à celles observées à SD (Figure IV-21). La surface est bien enrichie en troisième corps de sorte que des particules de caoutchouc sont aussi couvertes de poudre compactée. Là encore, on peut émettre l'hypothèse de l'enrichissement en troisième corps grâce à un débit source plus élevé, et/ou celle d'une modification de la propension du contact à piéger et à agglomérer le troisième corps en présence du laiton.

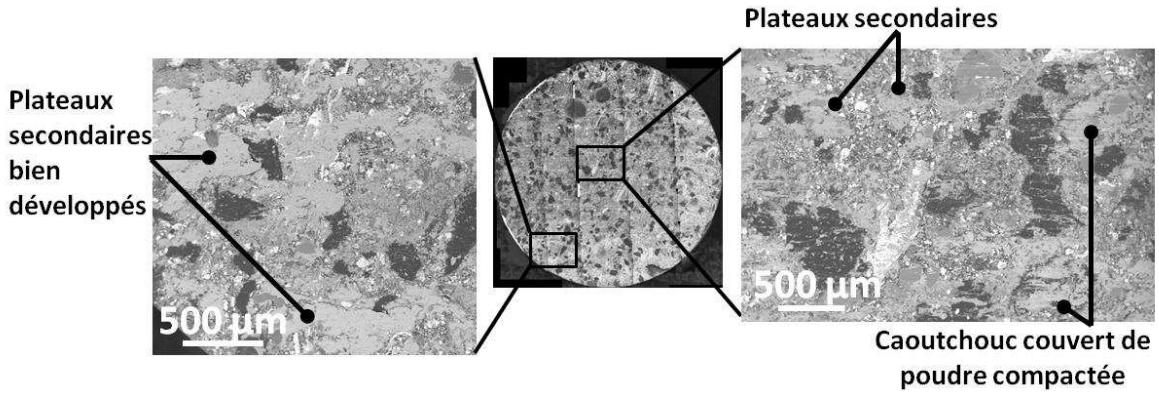



*Figure IV-21. Distribution du troisième corps et plateaux secondaires de la garniture ML à SM*

La surface frottée de la garniture ML en SS a la particularité d'être riche en troisième corps avec la présence de plateaux secondaires bien développés en dépit de la durée relativement courte des cycles de frottement à SS (Figure IV-22). Ceci confirme la capacité du matériau ML à former rapidement des plateaux secondaires. Le contact étant notamment nourri par un débit source élevé de troisième corps. Le caoutchouc est le constituant le plus fortement dégradé dans la garniture ML par la sollicitation SS (Figure IV-22). Les observations montrent des particules fragmentées et arrachées comme dans le cas de la garniture M. Les autres constituants présentent des comportements similaires à ceux observés pour les sollicitations SD et SM.

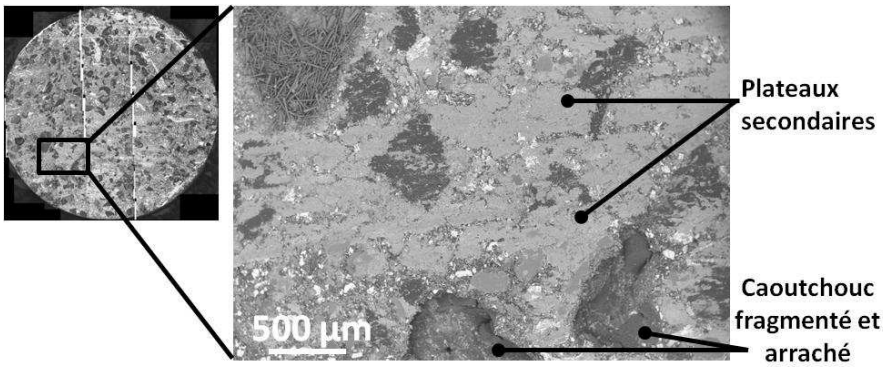



*Figure IV-22. Distribution du troisième corps et plateaux secondaires de la garniture ML à SS, dégradation des particules de caoutchouc*

La garniture ML a ainsi montré une plus grande capacité de piégeage et de compactage du troisième corps illustrée par la formation des plateaux secondaires étendus couvrant même par endroit quelques particules de caoutchouc. Cette couche importante de troisième corps protège la surface d'où une moindre dégradation du matériau, notamment en sollicitation moyenne. Dans cette formulation, le laiton agit également comme plateau primaire et fournit

un support supplémentaire qui favorise le piégeage du troisième corps et donc améliore le développement des plateaux secondaires.

### *6.3 Garniture dérivée du modèle : formulation avec fibres de verre (MV)*

Une distribution du troisième corps similaire aux garnitures M et ML est observée pour la garniture MV en SD. La surface et les porosités sont riches en poudre. Des plateaux secondaires sont bien développés et des comportements similaires des ingrédients communs aux compositions des trois garnitures sont observés. La particularité de MV réside dans la présence des fibres de verre qui ont deux comportements différents vis-à-vis de la portance. D'une part, les fibres couchées, orientées parallèlement au plan de glissement, restent découvertes incapables de piéger le troisième corps (Figure IV-23, a). D'autre part, les fibres debout, orientées perpendiculairement au plan de glissement, peuvent agir comme des plateaux primaires autour desquels la poudre se compacte pour former des plateaux secondaires (Figure IV-23, b).

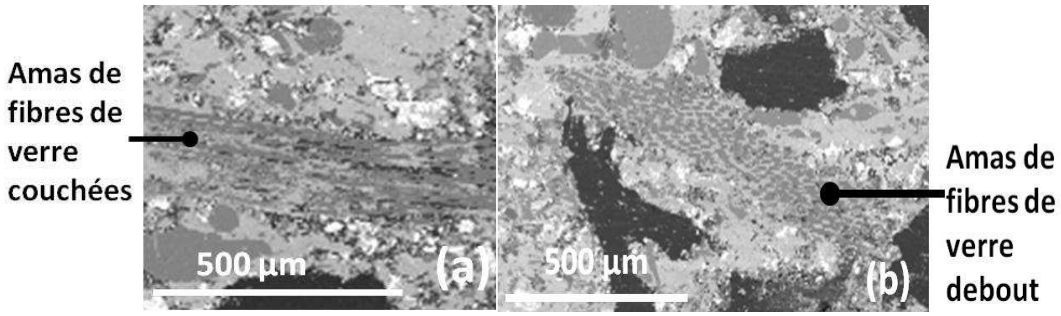



*Figure IV-23. Comportement de la fibre de verre de la garniture MV à SD*

Comme dans le cas de la garniture modèle en SM, la garniture MV présente une surface riche en troisième corps poudreux avec des plateaux secondaires de taille réduite et peu développés. Les ingrédients se comportent de la même manière, décrite dans les cas précédents. Le caoutchouc est dégradé et arraché (Figure IV-24).

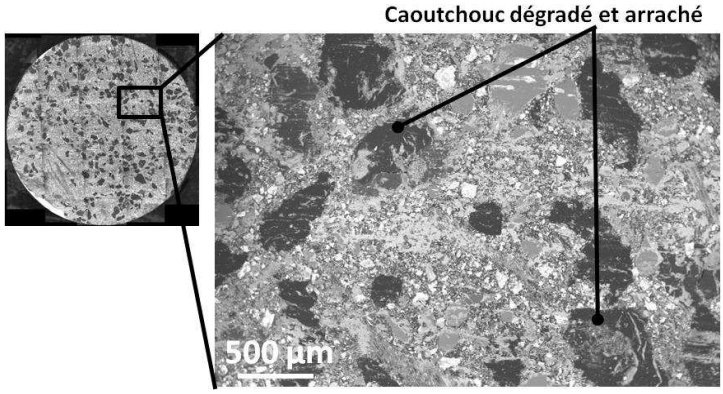



*Figure IV-24. Distribution du troisième corps de la garniture MV à SM.*

En SS, de même que dans le cas de la garniture M, la garniture MV fournit une surface pauvre en troisième corps et en plateaux secondaires (Figure IV-25). Semblablement à M et ML, les particules de caoutchouc sont aussi fragmentées et arrachées.

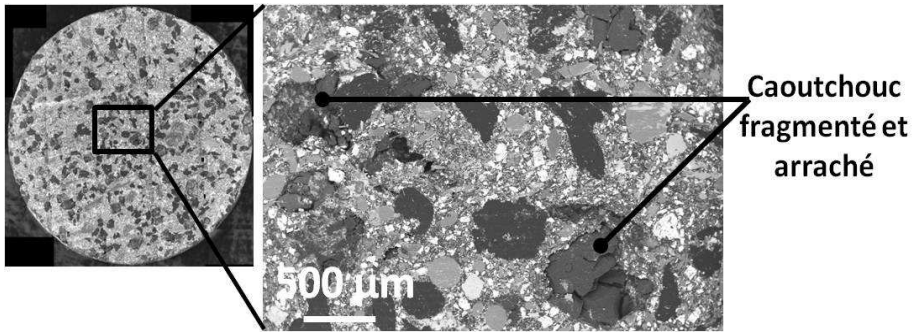



*Figure IV-25. Distribution du troisième corps de la garniture MV à SS.*

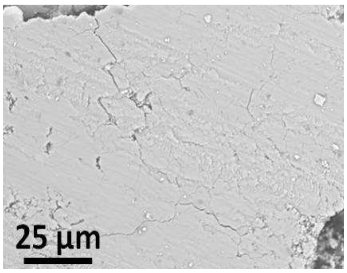
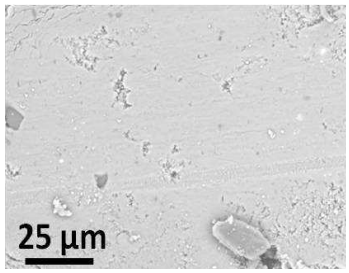
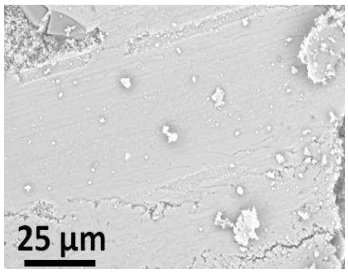
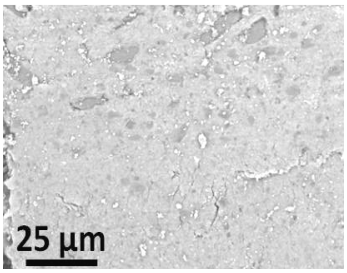
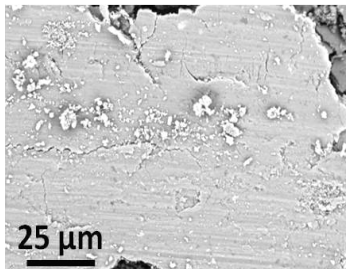
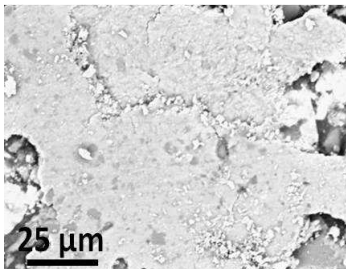
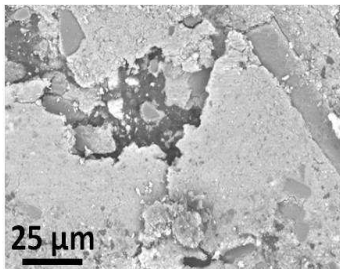
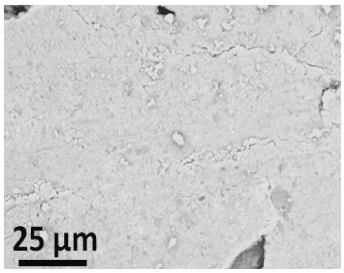
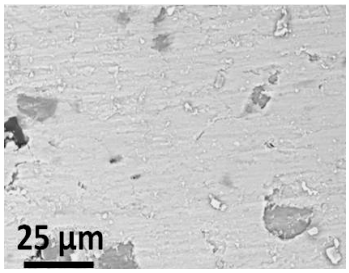
Les analyses des mécanismes de frottement, liés à la nature des ingrédients, montrent qu'il n'y a pas d'impact significatif de la fibre de verre pour limiter la dégradation des matériaux ou pour améliorer la capacité de formation de portance, les fibres de verre dans les matériaux de garniture de frein étant principalement orientées parallèlement à la surface de frottement du fait de la pression appliquée pendant la fabrication. Dans cette configuration, elles ne sont pas capables de piéger le troisième corps. Seuls quelques amas, restées orientés perpendiculairement à la surface de frottement, peuvent agir comme des plateaux primaires pour aider à former des plateaux secondaires.

## *6.4 Microstructures et compositions des plateaux secondaires*

L'aspect microscopique des plateaux secondaires diffère d'une sollicitation à une autre et d'une garniture à une autre (Tableau IV-7). Dans le paragraphe précédent, nous avons avancé l'hypothèse d'une compétition entre cinétique de formation de plateaux secondaires

gérée par le débit du troisième corps et temps de mise en contact du couple frottant. Les observations au MEB en électrons rétrodiffusés ont permis de discerner les particularités des plateaux suivantes. À SD, les plateaux secondaires des trois garnitures apparaissent bien compactés et ont un aspect homogène. Les composants du troisième corps sont bien broyés, mixés et homogénéisés par le frottement. À SM, les plateaux de M et MV sont tachetés de granulés de composants qui ont encore une taille supérieure au micromètre, qui n'ont donc pas eu le temps d'être réduits dans le contact. Toutefois, ML montre des plateaux d'aspect homogène comme dans le cas de SD. À SS, les plateaux de ML sont aussi tachetés de granulés, néanmoins de manière moins marquée que dans le cas des garnitures M et MV. La présence de composants de quelques micromètres en taille dans les plateaux de troisième corps montrent qu'ils ont été peu transformés dans le contact, donc que ces plateaux sont constitués d'un troisième corps relativement récent, qui a peu circulé dans le contact.

*Tableau IV-7. Microstructures des plateaux secondaires observés sur les surfaces frottées des trois garnitures en SD, SM et SS*

| | M | ML | MV |
|---|---|---|---|
| SD |  |  |  |
| SM |  |  |  |
| SS |  |  |  |

Les analyses des compositions des plateaux de troisième corps présente aussi des différences suivant la sévérité de la sollicitation pour chaque composition de garniture

(Tableau IV-8). Leurs compositions montrent des mélanges des éléments chimiques des constituants et du fer provenant de l'oxydation du disque. Selon Österle [**Österle et al. 01]**, le mécanisme d'usure majeur est le délaminage des particules des remplisseurs en plus de la dégradation de la résine phénolique pendant le chauffage. En effet, la baryte est un constituant friable qui s'use facilement et génère une part importante de la composition du troisième corps. Pour les trois garnitures, des proportions de plus en plus élevées de Ba et S sont présents dans la composition du troisième corps lorsqu'on augmente la sévérité de la sollicitation. De même, une augmentation des proportions massiques de Mg, Al, Si et Ca est observée. Pour les ingrédients communs aux trois garnitures, ces derniers éléments concernent la fibre de roche et la baryte en plus de l'aluminium issu de l'alumine.

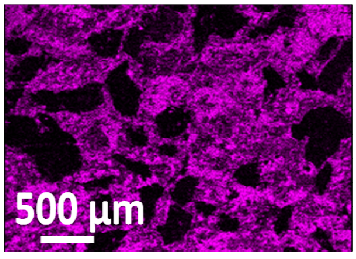
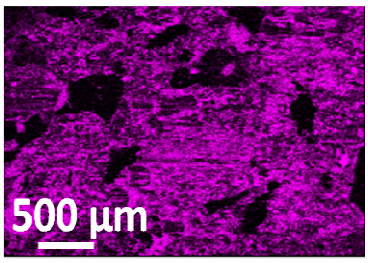
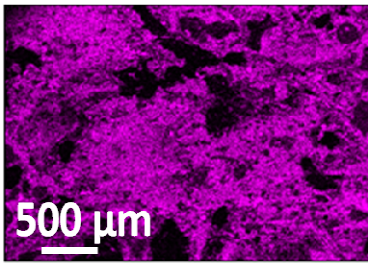
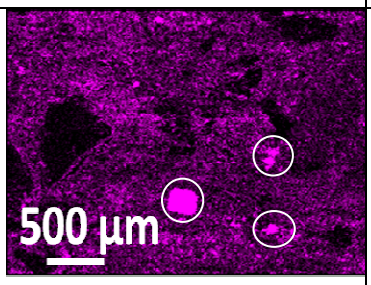
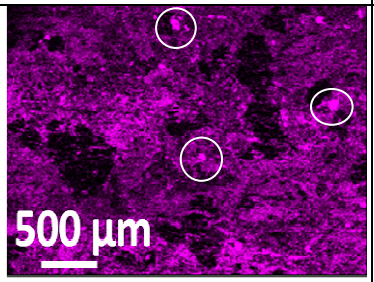
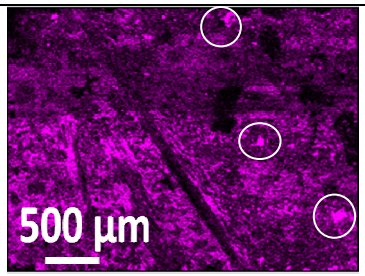
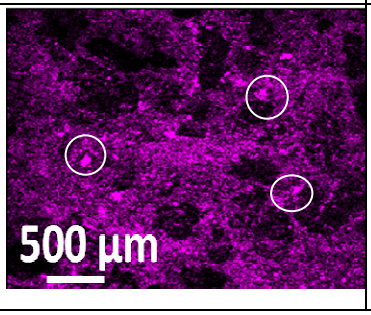
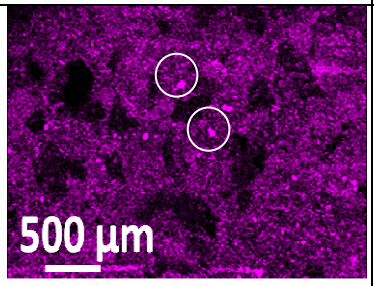
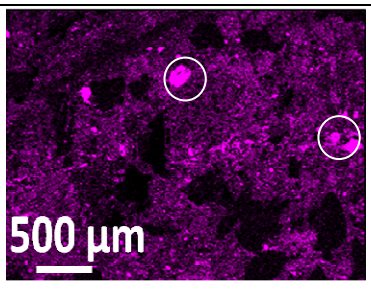
*Tableau IV-8. Composition chimique des plateaux secondaires en pourcentages massiques*

| **Elément chimique** | | **C** | **O** | **Na** | **Mg** | **Al** | **Si** | **S** | **Ca** | **Fe** | **Ba** | **Cu** | **Zn** |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | **% Massique** | | | | | | |
| **SD** | **M** | 10,9 | 20,8 | 0,6 | 0,4 | 1,8 | 5,1 | 1,4 | 2,2 | 42,7 | 14,3 | - | - |
| | **ML** | 11,4 | 22,3 | 0,9 | 0,3 | 1,7 | 4,5 | 2,4 | 2,4 | 34,6 | 12,9 | 3,6 | 2,7 |
| | **MV** | 10,5 | 21,9 | 0,6 | 0,4 | 1,9 | 5,3 | 2,6 | 3,2 | 37,8 | 15,9 | - | - |
| **SM** | **M** | 16,5 | 20,8 | 1,0 | 0,8 | 3,5 | 7,8 | 3,7 | 4,5 | 18,4 | 23,0 | | |
| | **ML** | 14,1 | 20,8 | 0,9 | 0,5 | 2,7 | 6,1 | 3,6 | 3,3 | 23 | 22,8 | 1,3 | 1,1 |
| | **MV** | 12,6 | 22,5 | 1,0 | 0,7 | 3,1 | 6,8 | 4,4 | 4,7 | 22,0 | 22,1 | - | - |
| **SS** | **M** | 11,8 | 17,7 | 1,2 | 1,1 | 5,0 | 9,9 | 3,4 | 5,9 | 7,6 | 36,4 | - | - |
| | **ML** | 18,3 | 19,1 | 0,7 | 0,9 | 4,5 | 8,4 | 4,3 | 5,4 | 6,9 | 26,1 | 3,3 | 2,7 |
| | **MV** | 11,5 | 18,3 | 1,2 | 1,2 | 4,9 | 9,7 | 4,2 | 7,0 | 7,5 | 33,9 | - | - |

Inversement, le Tableau IV-8 illustre une diminution importante de la part du fer dans la composition du troisième corps avec l'augmentation de la sévérité de la sollicitation. Cette raréfaction du fer dans le troisième corps peut paraître surprenante dans la mesure où l'oxydation du disque est d'autant plus active que les températures sont élevées. Il est clair que le débit source par oxydation du disque croit avec la température. Le fait d'avoir l'élément fer en plus faible proportion peut indiquer une compétition à l'avantage du débit source provenant du pion, ou la difficulté du contact à conserver le troisième corps au profit du débit d'usure. En fonction de la sévérité des sollicitations thermiques, des cartographies en EDS de l'élément Fe permettent de renseigner sur la présence et la distribution en surface de cet élément. Ainsi, à SD, les cartographies du fer présentent une intensité de couleur nuancée due à la présence de fer d'une façon hétérogène en surface, concentrée dans la composition des plateaux de troisième corps, plus ou moins disséminée ailleurs, et absente des régions carbonées correspondant aux particules de graphite et de caoutchouc (Tableau IV-9). À SM et

SS, on remarque la présence de taches de couleur très intense, encerclées dans les figures pour les marquer, tandis que les concentrations de fer caractéristiques des plateaux de troisième corps se raréfient. L'origine de ces zones est attribuée à des particules de fer détachées du disque, le fer étant absent de la composition du matériau de garniture. Leur taille moyenne est de 50 µm, quelques particules atteignant 200 µm. En effet, sous sollicitation de frottement à température élevée, comme en freinage, la fonte à graphite lamellaire qui constitue le disque s'endommage, fragilisée par les lamelles de graphite, ce qui entraîne des détachements de débris **[Collignon et al. 13]**. Ces cartographies confirment les pourcentages massiques décroissants du fer dans la composition des plateaux secondaires. Elles marquent un manque d'homogénéité du fer du fait de l'évolution du débit source de troisième corps provenant du disque à SM et SS.

*Tableau IV-9. Cartographies EDS de l'élément Fe des garnitures M, ML et MV aux différentes sollicitations thermiques*

| | M | ML | MV |
|---|---|---|---|
| SD |  |  |  |
| SM |  |  |  |
| SS |  |  |  |

Pour conclure, ces résultats montrent que le troisième corps et sa composition résulte d'une compétition entre des débits sources d'une part, du disque principalement par oxydation et de la garniture, et du débit d'usure, c'est-à-dire du troisième corps qui quitte le contact et qui n'est pas réintroduit par le disque dans le contact. Ces débits qui constituent le circuit

tribologique sont propres à la sévérité de la sollicitation, notamment thermique, qui active de manière plus ou moins importante chaque débit (par oxydation, par dégradation des matériaux organiques). La formation des plateaux de troisième corps dépend ensuite de la propension de la garniture à le piéger dans le contact, comme le favorise la présence du laiton.

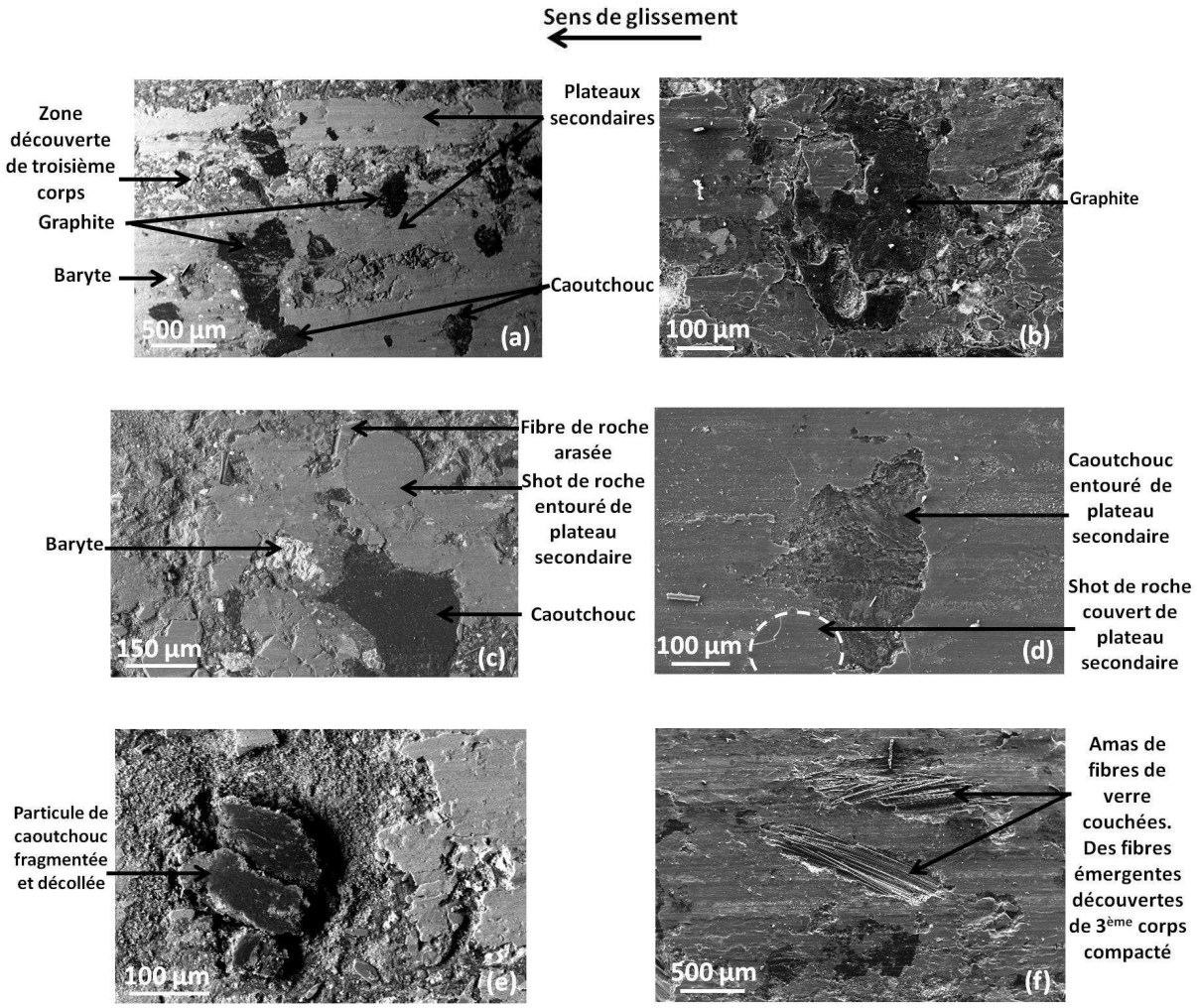
# 7. Corrélation avec les mécanismes de frottement et d'usure activés en freinage

L'action de constituants sur les mécanismes de frottement et d'usure a été étudiée à partir d'essais d'usure réalisés sur un tribomètre pion-disque. Ces essais ont été choisis de manière à solliciter les matériaux de garniture dans une gamme de sollicitations mécaniques et thermiques pertinente vis-à-vis de situations rencontrées en freinage, notamment du point de vue de la température induite par la dissipation d'énergie. Comme nous l'avons vu dans les chapitres précédents, les sollicitations induites par le freinage sont particulières, notamment par les phénomènes de localisation thermique qu'elles impliquent et qui interagissent avec le circuit tribologique. Les mécanismes de frottement et d'usure peuvent ainsi avoir des caractères propres au freinage. Il s'agit, dans ce paragraphe, d'étudier les analogies qui existent entre ces mécanismes induits en freinage et ceux que l'on a pu mettre en évidence à travers les essais d'usure sur le tribomètre pion-disque.

Ainsi, des essais ont été réalisés sur le tribomètre de freinage du LML avec la formulation modèle M et ses formulations dérivées ML et MV. Le protocole expérimental non détaillé ici, est identique à celui qui a été présenté et utilisé au second chapitre pour caractériser les performances de la formulation industrielle de référence. Les surfaces frottées étudiées sont donc représentatives de matériaux qui ont subi des sollicitations de freinage sévères. Elles sont donc à mettre en relation avec les surfaces ayant subi la sollicitation sévère SS.

Des observations réalisées en microscopie électronique à balayage sont présentées en Figure IV-26. Ces observations présentent les mécanismes de frottement et d'usure qui caractérisent le fonctionnement des 3 matériaux M, ML et MV. La Figure IV-26a concerne la répartition du troisième corps à l'échelle mésoscopique. De grandes zones, de taille millimétrique, sont couvertes de plateaux secondaires étendus dans le sens de glissement. Au voisinage de ces plateaux, la surface en dépression est dépourvue de troisième corps. La majorité des particules de graphite et de caoutchouc sont totalement ou partiellement visibles, peu couvertes de troisième corps (Figure IV-26, a-d). Elles sont souvent fragmentées et décollées (Figures IV-26 b et e) et ne forment pas de plateaux primaires. Les particules de

baryte, friables, s'usent par effritement (Figure IV-26, c). Les fibres et les shots de roche arasés constituent des plateaux primaires qui supportent le développement de plateaux secondaires de troisième corps. Par endroit, les shots apparaissent complètement couverts de troisième corps (Figure IV-26, c et d). En freinage, les fibres de verre présentent aussi un comportement différent selon leur orientation par rapport à la direction de glissement. Orientées parallèlement ou avec une légère inclinaison au plan de glissement, les fibres émergeant de la surface frottée apparaissent sous du troisième corps et peinent à le piéger dans le contact (Figure IV-26, f). Elles ne forment pas des plateaux primaires. A l'inverse, lorsqu'elles sont orientées perpendiculairement au plan de glissement, les fibres de verre jouent le rôle de plateaux primaires. Elles apparaissent arasées et entourées par le troisième corps compacté (Figure IV-26, g et h). Les copeaux de laiton apparaissent « aplatis », déformés sous l'effet combiné de la pression, du cisaillement et de la température. On peut attribuer cette déformation du laiton, qui n'a pas été observée après les essais d'usure, aux sollicitations très intenses induites produites par les localisations thermiques. Les particules de laiton contribuent au piégeage du troisième corps et constituent des plateaux primaires.



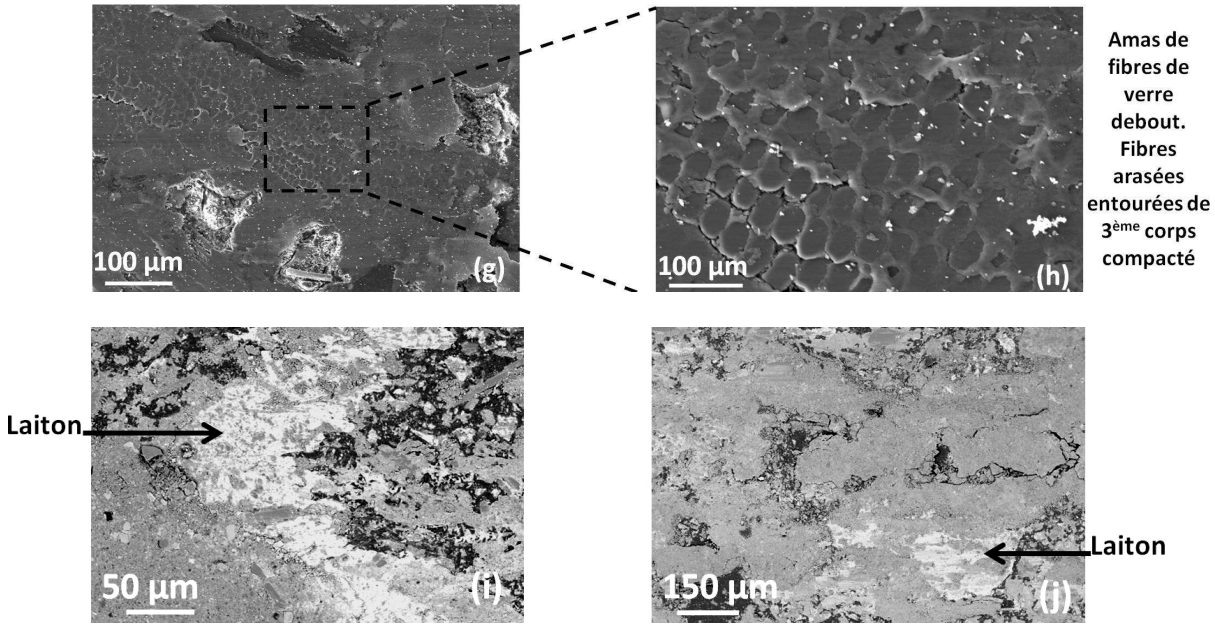



*Figure IV-26. Observations des ingrédients des surfaces frottées du patin en freinage*

Pour conclure, les mécanismes de frottement et d'usure observés après freinage sont en de nombreux points semblables à ceux qui ont été étudiés après essais d'usure. La différence majeure en freinage réside dans la propension des matériaux à développer des plateaux de troisième corps de taille millimétrique, étendus dans la direction de glissement. De tels plateaux se forment par le biais de mécanismes propres aux migrations de localisations thermiques **[Desplanques et Degallaix 09]**. Ces localisations entraînent par ailleurs des sollicitations locales très intenses et qui sévérisent les endommagements. Mise à part ces spécificités, les mécanismes de dégradation du matériau et le rôle des constituants sur la formation des plateaux primaires et secondaires sont tout à fait semblables, qu'ils soient engendrés en freinage ou par les essais d'usure.

# 8. Conclusions et discussion

Deux formulations simplifiées de garnitures de frein dérivées de la formulation modèle de référence présentée au Chapitre III ont été étudiées dans une perspective de meilleure compréhension du rôle des constituants, notamment du laiton et des fibres de verre, sur les mécanismes de frottement et d'usure et de leur lien avec les performances à l'usure et en freinage.

La conductivité, la diffusivité et l'effusivité thermiques de ces formulations augmentent avec l'addition du laiton et des fibres de verre. D'une part, cela engendre par diffusion de la chaleur des températures de masse plus élevées de la garniture, ce qui devrait conduire à une

hausse de la perte de masse du fait de la dégradation en volume de la matrice organique. Le matériau avec laiton présente effectivement un taux d'usure supérieur que le matériau modèle de référence. En revanche, ce n'est pas le cas du matériau avec fibres de verre, qui se comporte mieux à l'usure. Ainsi, une analyse à partir des propriétés n'est pas suffisante. Dans le cas des fibres de verre, dont les lattes mesurent plusieurs millimètres de longueur, un effet d'ancrage en profondeur dans la matrice doit permettre au matériau de contenir l'usure. D'autre part, une effusivité thermique élevée est un facteur de réduction des températures et des localisations thermiques en surface, elles apparaissent effectivement plus intenses dans le cas de la formulation modèle qui a l'effusivité la plus faible. De ce point de vue, les garnitures ML et MV sont moins agressives pour le disque dont la durée de vie est très sensible aux cyclages thermiques et aux gradients thermiques de surface.

Du point de vue de la dilatation thermique, l'ajout des particules de laiton et des fibres de verre diminue la dilatation thermique dans la direction transverse. De plus, dans le cas des fibres de verre, la garniture présente une expansion résiduelle importante dans la direction normale, phénomène déjà observé dans le cas de la garniture industrielle. Ces écarts de comportement et l'anisotropie qui en résulte engendrent une moins bonne stabilité thermique et dimensionnelle de ces deux garnitures. Par ailleurs, l'expansion résiduelle observée pour la garniture MV pourrait être expliquée par une faible cohésion entre les fibres de verre présentes en lattes et à l'intérieur desquelles la résine ne peut s'introduire lors de l'élaboration.

Du point de vue mécanique, l'ajout des fibres de verre ou du laiton renforce la rigidité en compression notamment dans la direction normale, ce qui tend à réduire l'anisotropie du matériau. Les modules de compression de MV sont les plus élevés, la contribution des fibres de verre au renforcement du matériau étant ainsi prédominante.

Les mécanismes de frottement et d'usure, étudiés pour les 3 matériaux simplifiés M, ML et MV à partir des essais d'usure, ont présenté un certain nombre de facteurs communs, propres à chaque niveau de sollicitation.

Sous sollicitation douce, un troisième corps composé des éléments de la garniture et riche en oxydes de fer provenant du disque, est étendu sur les surfaces frottées de garniture, notamment sous la forme de plateaux dits « secondaires » qui portent la charge. La texture de ces plateaux très homogène indique qu'il s'agit bien d'une mixture de particules extrêmement fines, en accord avec la bibliographie présentée dans le premier chapitre à ce sujet. Ces plateaux se développent par accumulation et compactage d'un troisième corps pulvérulent

piégé par les plateaux « primaires » formés par les particules et fibres arasées du matériau composite, en particuliers les fibres de roches et leurs shots. De ce point de vue, l'ajout de laiton, qui forme des plateaux primaires, favorise la formation des plateaux de troisième corps, alors que les fibres de verre, du fait de leur orientation parallèle au plan de glissement peinent à piéger le troisième corps. Seules les lattes de fibres orientées normales à la surface de frottement constituent des plateaux primaires. Le graphite apparaît arasé par le frottement, sans constituer de support à la formation des plateaux de troisième corps, tandis que certaines particules de caoutchouc apparaissent arrachées laissant leurs empreintes en surface.

Lorsque la sollicitation augmente, les matériaux peinent à piéger un troisième corps dans le contact. Les plateaux secondaires sont plus épars et plus petits, moins riches en fer au profit des constituants de garniture, en cohérence avec l'augmentation du débit source provenant des matériaux composites du fait de leur dégradation croissante avec la température. Leur texture est plus grossière, laissant apparaître des amas et des particules de quelques micrométriques en taille, ce qui laisse à penser qu'ils sont constitués d'un premier corps assez « jeune », qui n'a pas eu le temps d'être transformé dans le contact. On peut associer cette texture grossière du troisième corps à un renouvellement rapide des plateaux donc à une augmentation du taux d'usure comme cela est observé. L'ajout de fibres de verre ne modifie pas notamment ces mécanismes, alors que le laiton induit certaines modifications. La plus notable est le maintien dans le contact des plateaux secondaires, sans doute favorisé par un débit source augmenté du fait du taux d'usure élevé du matériau ML. On notera aussi la plus grande facilité du contact à piéger le troisième corps, en particulier sur les particules de caoutchouc qui sont ainsi protégées du frottement. Du point de vue de la dégradation du matériau, elle est logiquement croissante avec la sollicitation et donc la dégradation de la matrice organique : décohésion et fissuration des particules de caoutchouc, fragmentation des particules de graphite. En ce qui concerne l'ajout du laiton et des fibres de verre, les particules de laiton, ductiles, s'écoulent dans le sens du glissement sous l'effet combiné de la chaleur, de la pression et du cisaillement, tandis que les fibres de verre, introduites sous forme de lattes assez longues dans le matériau, semblent bien ancrées dans la matrice, ce qui expliquerait la bonne performance à l'usure du matériau MV.

Un certain nombre de traits communs ont pu être établis avec les mécanismes de frottement et d'usure en situation de freinage et en relation avec la microstructure des matériaux de garniture, notamment sur le rôle de constituants en tant que plateaux primaires, également sur la dégradation des matériaux et de leurs constituants. Les essais de freinage

conduisent à des pertes de masses qui sont en adéquation pour chaque matériau avec les résultats lors des essais d'usure. En revanche, certaines différences apparaissent en ce qui concerne la formation et le développement des plateaux de troisième corps. Le freinage génère des plateaux de troisième corps selon un circuit tribologique qui est propre, en particulier fortement dépendant des phénomènes de localisation thermique (bandes chaudes, points chauds). Le circuit tribologique n'a pas été étudié lors des essais d'usure qui montrent d'ailleurs un comportement en frottement propre à chaque type de sollicitation.

# Conclusion générale

Les garnitures de frein à friction subissent des sollicitations multiples induites par le frottement et la dissipation d'énergie, particulièrement sévères du point de vue thermique. Etant donné le rôle sécuritaire d'un frein, elles doivent assurer l'arrêt en toute circonstance. Ce contexte a conduit au développement de matériaux de friction extrêmement complexes, issus d'un savoir-faire industriel empirique. Cette complexité rend aujourd'hui difficile la compréhension du continuum élaboration - matériau - propriétés - performance qui est devenu un obstacle à l'amélioration des performances des garnitures de frein dans un contexte de réduction des coûts et de développement durable.

Ce contexte a motivé l'objectif de la thèse de compréhension du rôle de constituants dans le cadre d'une collaboration entre le Laboratoire de Mécanique de Lille (LML) et le Laboratoire des Systèmes Electro-Mécaniques à Sfax (LASEM), en partenariat avec la Société Tunisienne de Garnitures STUGAFREM à Sfax. L'étude a concerné une garniture de frein industrielle commercialisée par le partenaire. Les principales difficultés résidaient dans la complexité de la formulation de cette garniture et de la sollicitation de freinage. Pour y pallier, les travaux ont reposé, d'une part, sur le développement d'une garniture « modèle » de formulation simplifiée, d'autre part, sur une approche originale fondée sur un essai d'usure spécifiquement développé et complémentaire aux essais de freinage. Le rôle des ingrédients a été appréhendé en variant la formulation modèle par ajout de constituants. Les travaux ont été menés dans un but de compréhension des phénomènes à l'échelle de la microstructure et des mécanismes de frottement et d'usure en lien avec la composition et les propriétés des matériaux.

**L'étude du contexte** a conduit à un état de l'art des matériaux de friction composites organiques pour garniture de frein, s'agissant de leur fonctionnalité, de leur composition et de leur élaboration, et de leur comportement tribologique en situation de freinage. Elle a révélé la complexité des formulations et la dépendance de leur comportement en freinage à de nombreux facteurs, propres aux matériaux et à la sollicitation. Le fonctionnement de ces matériaux de friction implique un troisième corps notamment présent sous forme de « plateaux » qui déterminent la portance et la dissipation de l'énergie, leur formation et la circulation du troisième corps dans le contact résultant d'un circuit tribologique qui interagit avec les multiples phénomènes induits par le frottement.

**L'analyse de la garniture industrielle**, de ses propriétés et de ses performances a permis de mieux appréhender la complexité des matériaux composites organiques pour

garniture de frein. Sa microstructure est très diversifiée, en termes de nature, de tailles et de morphologies des constituants, et du fait du procédé de fabrication qui induit en particulier une anisotropie transverse par orientation des fibres longues. D'un point de vue mécanique, une analyse statistique en indentation instrumentée a montré une forte hétérogénéité du comportement jusqu'à une échelle millimétrique en adéquation avec les observations microstructurales. Une étude du comportement en compression a montré que l'anisotropie transverse conduit à une rigidité élevée dans les directions parallèles au plan de glissement des garnitures et à une plus grande souplesse dans la direction normale au bénéfice de l'accommodation du contact. Outre que les propriétés thermo-physiques, la caractérisation thermique a été abordée en thermogravimétrie, pour la dégradation du matériau et de chacun de ses constituants, ainsi qu'en dilatométrie. Le comportement en freinage de la garniture industrielle est aussi analysé à des niveaux de sévérités énergétiques différents. Deux types d'essai de freinage sont considérés, à savoir, le test d'efficacité ordinaire avec frein à froid et l'essai de perte d'efficacité avec de cumul de chaleur. Le comportement tribologique est étudié en corrélation avec les phénomènes de localisation thermique de type bande chaude ou points chauds selon la sévérité de freinage, suivis pendant les essais par thermographie infrarouge. La garniture industrielle s'est révélée très sensible à la localisation thermique qui affecte l'efficacité de freinage dès les moyennes énergies.

**La méthodologie mise en place** pour étudier l'impact de la composition sur les performances a reposé sur 2 volets. D'une part, des essais de frottement complémentaires plus simples sont développés permettant une évaluation primitive des performances à l'usure des formulations sous des sollicitations contrôlées par la thermique. Trois niveaux de sollicitations sont proposés en considérant des seuils de températures représentatifs de la sévérité thermique de freinages à basse, moyenne et haute puissance dissipée. Le protocole a fait l'objet de l'adaptation d'un tribomètre pion disque et a été appliqué à la garniture industrielle en référence. D'autre part, une formulation simplifiée « modèle », à nombre réduit d'ingrédients, a été développée, la sélection des ingrédients par famille étant déduite de la formulation industrielle. Un protocole d'élaboration en laboratoire a été mis au point de manière à reproduire la fabrication industrielle des garnitures, notamment du point de vue du mélange des ingrédients pour des besoins en petite quantité. Les propriétés ainsi que les performances à l'usure et en freinage ont été étudiées, et discutées vis-à-vis de celles de la garniture industrielle. La formulation modèle s'est révélée performante tant à l'usure qu'en freinage.

**Le rôle des constituants** a été abordé à partir de formulations dérivées de la formulation modèle par ajout de constituants. Deux matériaux ont ainsi été étudiés, l'un incluant des particules de laiton, l'autre des fibres de verre présentes dans la formulation industrielle et non sélectionnées dans la formulation modèle. Leurs propriétés et le comportement mécanique ont été étudiés comparativement à la formulation modèle prise en référence, permettant de corréler certaines évolutions liées à la composition.

Ainsi, l'ajout de fibres de verre ou des particules de laiton rigidifient le matériau et limitent son anisotropie, qui était principalement due à l'orientation des fibres de roche dans la formulation modèle. L'ajout du laiton et des fibres de verre modifie également de manière significative les propriétés thermiques, augmentant la diffusivité et l'effusivité. L'étude en dilatation thermique a permis d'attribuer une expansion résiduelle, déjà observée sur la garniture industrielle, aux fibres de verre présentes en lattes peu cohésives dans les formulations.

Le comportement à l'usure et en freinage a également fait l'objet d'une étude en comparaison à la formulation modèle et de corrélations avec les mécanismes de frottement et d'usure analysés à partir d'analyses en microscopie des surfaces frottées après les essais d'usure. Les matériaux ont révélé certaines caractéristiques communes en lien avec la microstructure et d'autres spécifiques aux constituants ajoutés vis-à-vis de leur capacité à former un troisième corps et des plateaux de portance dans le contact. Les particules de laiton, par leur fonction de plateau primaire, se sont avérées favorables à la formation de ces plateaux alors que les fibres de verre, pénalisées par leur orientation parallèle au glissement, peinent à piéger le troisième corps dans le contact. Sous sollicitations sévères, l'ajout du laiton a conduit à maintenir davantage le troisième corps et les plateaux dans le contact, alors qu'ils se raréfient pour les autres formulations. La meilleure performance de frottement sous sollicitations sévères de la formulation avec laiton pourrait être liée à cette capacité à maintenir les plateaux de troisième corps dans le contact. Du point de vue de l'usure et de la dégradation du matériau et des constituants, elles sont croissantes avec la sollicitation pour toutes les formulations. La formulation avec laiton conduit aux taux d'usure les plus élevés ce que l'on peut attribuer aux températures atteintes élevées du fait des propriétés thermiques de la garniture. L'ajout des fibres de verre permet au matériau de contenir l'usure. Ancrées en profondeur dans la matrice du fait de leur longueur millimétrique, ces fibres contribuent à maintenir la cohésion du matériau. Les mécanismes constatés après essais de freinage étaient similaires s'agissant de la propension des formulations à fournir des plateaux primaires de portance ou des mécanismes de dégradation des constituants.

Certaines perspectives peuvent être envisagées à l'issue de ce travail. Du point de vue méthodologique, l'introduction de formulations réduites, simplifiées au regard des formulations industrielles a montré son intérêt. Néanmoins, l'hétérogénéité de ces formulations demeure élevée, en particulier du fait de la forte variabilité en taille et en morphologie des constituants. Cela a rendu difficile et chronophage par exemple la caractérisation des propriétés (variabilité des mesures, choix de l'échelle, etc.). Limiter l'hétérogénéité par une sélection de taille et de morphologie pourrait ainsi simplifier davantage les formulations modèles. Cela permettrait également d'identifier des effets d'échelle sur le fonctionnement tribologique du contact, et donc d'ouvrir d'autres voies d'amélioration de la formulation industrielle.

Les travaux ont montré l'importance de la microstructure de la garniture sur le piégeage du troisième corps et la formation des plateaux de portance. Le mélange des ingrédients et leur orientation pendant le procédé d'élaboration est sans doute également un facteur de progression des performances des garnitures de frein qui mériterait d'être étudié.

Par ailleurs, les essais d'usure présentés dans ce travail de thèse se sont révélés intéressants par leur mise en œuvre aisée, pertinents et complémentaires aux essais de freinage. La température d'essai a été volontairement induite par le frottement, en similitude à la situation de freinage. Toutefois, ce « contrôle » des températures par la puissance dissipée a conduit à des cinétiques d'élévation de température différentes, d'autant plus rapides que la puissance dissipée est élevée. De ce point de vue, les essais d'usure pourraient être améliorés, par exemple par l'ajustement pour chaque sévérité thermique de la capacité thermique du disque.

# Références bibliographiques

**[Abdel-Aal 00]** H.A. Abdel-Aal, The correlation between thermal property variation and high temperature wear transition of rubbing metals, Wear, vol. 237, p. 147-151, (2000).

**[Aleksendrić et Duboka 07]** D. Aleksendrić, C. Duboka, Fade performance prediction of automotive friction materials by means of artificial neural networks, Wear, vol. 262, p. 778-790, (2007).

**[Aleksendrić et al. 10]** D. Aleksendrić, D.C. Barton, B. Vasić, Prediction of brake friction materials recovery performance using artificial neural network, Tribology International, vol.43, p. 2092-2099, (2010).

**[Anderson et al. 67]** A. E. Anderson, S. Gratch, H. Hayes, A new laboratory friction and wear test for the characterization of brake linings, Soc. of Automotive Engineers paper, 670079, (1967).

**[Anderson 90]** A.E. Anderson, Friction and wear of automotive brakes, Friction, lubrication and wear technology. ASM hand book, vol. 18, p. 569–577, (1990).

**[Avoine 07]** J. Avoine, Analyse expérimentale et modélisation de couplages multiphisiques dans un contact frottant/ Acier-matériau de friction modèle, Thèse de doctorat, Lille (2007).

**[Baklouti et al. 13]** M. Baklouti, R. Elleuch, A-L Cristol, D. Najjar, Y. Desplanques, Relationships between the heterogeneous microstructure, the mechanical properties and the braking behaviour of an organic brake lining material, Proc IMechE Part D: J Automobile Engineering, vol. 227, p. 549–560, (2013).

**[Berthier 88]** Y. Berthier, Mécanismes et tribologie, Thèse d'état es-science : Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Juillet 1988, 156 p., n°88ISAL0050.

**[Bijwe 97]** J. Bijwe, Composites as friction materials: recent developments in non-asbestos fiber reinforced friction materials – a review, Polym Composite, vol. 18, p. 378-396, (1997).

**[Bijwe et al. 05]** J. Bijwe, Nidhi, N. Majumdar, B.K. Satapathy, Influence of modified phenolic resins on the fade and recovery behavior of friction materials, Wear, vol. 259, p. 1068-1078, (2005).

**[Bijwe et al. 08]** J. Bijwe, M. Kumar, P.V. Gurunath, Y. Desplanques, G. Degallaix, Optimization of brass contents for best combination of tribo-performance and thermal conductivity of non-asbestos organic (NAO) friction composites, Wear, vol. 265, p. 699–712, (2008).

**[Blau 01]** P.J. Blau, Compositions, Functions, and Testing of Friction Brake Materials and Their Additives, ORNLITM-2001/64, (2001).

**[Blau et McLaughlin 03]** P.J. Blau, J.C. McLaughlin, Effects of water films and sliding speed on the frictional behavior of truck disc brake materials, Tribology International, vol. 36, p. 709-715, (2003).

**[Bledzki et al. 05]** A.K. Bledzki, M. Letman, A. Viksne, L. Rence, A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre – PP Composites, Composites Part A, vol. 36, p. 789-797, (2005).

**[Boz et Kurt 06]** M. Boz, A. Kurt, The influence of zinc on friction-wear performance of powder metal brake friction materials, J Fac Eng Arch Gazi Univ, vol. 21, p. 115-21, (2006).

**[Boz et Kurt 07]** M. Boz, A. Kurt, The effect of $Al_2O_3$ on the friction performance of automotive brake friction materials, Tribology International, vol. 40, p. 1161–1169, (2007).

**[Burkman et Highly 67]** A.J. Burkman, F.H. Highly, Laboratory evaluation of brake lining materials, Society of Automotive Engineers paper, 670510, (1967).

**[Chan et Stachowiak 04]** D. Chan, G. W. Stachowiak, Review of automotive brake friction materials, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering, vol. 218, p. 953-966 (2004).

**[Cho et al. 05]** M. H. Cho, S. J. Kim, D. Kim, H. Jang, Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study, Wear, vol. 258, p. 1682–1687, (2005).

**[Cho et al. 08]** K. H. Cho, H. Jang, Y. S. Hong, S. J. Kim, R. H. Basch, J. W. Fash, The size effect of zircon particles on the friction characteristics of brake lining materials, Wear, vol. 264, p. 291-297, (2008).

**[Collignon et al. 13]** M. Collignon, G. Regheere, A-L. Cristol, Y. Desplanques, D. Ballay, Braking performance and influence of microstructure of advanced cast irons for heavy goods vehicle brake discs, Proc. iMechE Part J: Journal of Engineering Tribology, vol. 227, P. 930-940, (2013).

**[Costa et al. 97]** L. Costa, L. Rossi di Montelera, G. Camino, E. D. Weil, E. M. Pearce, Structure-charring relationship in phenol-formaldehyde type resins, Polymer Degradation and Stability, vol. 56, p. 23-35, (1997).

**[Cristol et al. 07]** A. L. Cristol-Bulthé, Y. Desplanques, G. Degallaix, Coupling between friction physical mechanisms and transient thermal phenomena involved in pad–disc contact during railway braking, Wear, vol. 263, p. 1230-1242, (2007).

**[Cristol at al. 08]** A. L. Cristol, Y. Desplanques, G. Degallaix, Y. Berthier, Mechanical and chemical investigation of the temperature influence on the tribological mechanisms occurring in OMC/cast iron friction contact, Wear, vol. 264, p. 815-825, (2008).

**[Day 88]** A. J. Day, Analysis of speed, temperature and performance characteristics of automotive drum brakes, Journal of tribology, vol. 110, p.298-305, (1988).

**[Desplanques et al. 01]** Y. Desplanques, G. Degallaix, R. Copin, Y. Berthier, A tribometer for the study of materials under braking condition, In: Tribology research: from model experiment to industrial problem, a century of efforts in mechanics, materials science and physico-chemistry, 27th Leeds–Lyon symposium on tribology, Tribology series, vol. 39, p. 381-391, Lyon, France, 5-8 September 2000, Amsterdam: Elsevier, (2001).

**[Desplanques et al. 06]** Y. Desplanques, G. Degallaix, O. Roussette, A reduced-scale test for pad–disc contact tribological analysis in railway braking, In: Advances in vehicle braking technology, IMechE international conference on braking technology, York, 7-9 May 2006, p. 218-230, Bury St Edmunds: Professional Engineering Publishing Limited.

**[Desplanques et al. 07]** Y. Desplanques, O. Roussette, G. Degallaix, R. Copin, Y. Berthier, Analysis of tribological behaviour of pad–disc contact in railway braking Part 1. Laboratory

test development, compromises between actual and simulated tribological triplets, Wear, vol. 262, p. 582-591, (2007).

**[Desplanques et Degallaix 08]** Y. Desplanques, G. Degallaix, Tribological mechanisms activated during localised thermal phenomena induced in railway brakings, IWAAFC-2, Int. W. on Advances in Asbestos-Free friction Composites II, New Delhi (India), February 8-9, (2008).

**[Desplanques et Degallaix 09]** Y. Desplanques, G. Degallaix, Interactions between third-body flows and localisation phenomena during high-energy railways stop-braking, SAE Int. J. of Passenger Cars - Mechanical Systems, vol. 1, p. 1267-1275, (2009).

**[Drave et al. 96]** G. Drave, R. Leardi, A. Portesani, E. Sales, Application of chemometrics to the production of friction materials : analysis of previous data and search of new formulations, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, vol. 32, p. 245-255, (1996).

**[Dufrenoy 97]** P. Dufrenoy, Etude du comportement thermomécanique des disques de freins vis à vis des risques de défaillance, Thèse de doctorat, Université de Lille 1, (1997).

**[EL-Tayeb et Liew 09]** N.S.M. EL-Tayeb, K.W. Liew, On the dry and wet sliding performance of potentially new frictional brake pad materials for automotive industry, Wear, vol. 266, p. 275-287, (2009).

**[Eriksson et al. 99]** M. Eriksson, F. Bergman, S. Jacobson, Surface characterisation of brake pads after running under silent and squealing conditions, Wear, vol. 232, p. 163-167, (1999).

**[Eriksson et Jacobson 00]** M. Eriksson, S. Jacobson, Tribological surfaces of organic brake pads, Tribology International, vol. 33, p. 817-827, (2000).

**[Eriksson et al. 02]** M. Eriksson, F. Bergman, S. Jacobson**,** On the nature of tribological contact in automotive brakes, Wear, vol. 252, p. 26-36, (2002).

**[Evans et Trainor 90]** R. E. Evans, J. T. Trainor, Acrylic fibers in non-asbestos friction materials, In Actes du 8ème colloque annuel de la S.A.E. (Society of Automotive Engineers) : Brake, Atlantic City, New Jersey, (1990).

**[Gee 94]** M. G. Gee, Wear testing and ceramics, Proceeding of the institution of mechanical engineer, Part J: Journal of Engineering Tribology, vol. 208, p. 153-166, (1994).

**[Godet 84]** M. Godet, The third-body approach, a mechanical view of wear, Wear, vol. 100, p. 437-452, (1984).

**[Gopal et al. 94]** P. Gopal, L. R. Dharani, F. D. Blum, Fade and wear characteristics of a glass-fiber-reinforced phenolic friction material, Wear, vol. 174, p. 119-127, (1994).

**[Gopal et al. 95]** P. Gopal, L. R. Dharani, F. D. Blum, Load, speed and temperature sensitivities of a carbon fibre reinforced phenolic friction material, Wear, vol. 181-183, p. 913-921, (1995).

**[Griffith 80]** A. M. Griffith, Composition railroad friction material with synthetic fiber content, US Patent, 4217255, (1980).

**[Gudmand et al. 99]** L. Gudmand-Hoyer, A. Bach, G. T. Neilsen, P. Morgan, Tribological properties of automotive disc brakes with solid lubricants, Wear, 232, p. 168-175, (1999).

**[Gurunath et Bijwe 07]** P. V. Gurunath, J. Bijwe, Friction and wear studies on brake-pad materials based on newly developed resin, Wear, vol. 263, p. 1212-1219, (2007).

**[Handa et Kato 96]** Y. Handa, T. Kato, Effects of Cu powder, $BaSO_4$ and cashew dust on the wear and friction characteristics of automotive brake pad, Tribology Transactions, vol. 39, p. 346-353, (1996).

**[Hee et Filip 05]** K.W. Hee, P. Filip, Performance of ceramic enhanced phenolic matrix brake lining materials for automotive brake linings, Wear, vol. 259, p. 1088-1096, (2005).

**[Ho et al. 05]** S. C. Ho, J. H. Chern Lin, C. P. Ju, Effect of fiber addition on mechanical and tribological properties of a copper/phenolic-based friction material, Wear, vol. 258, p. 861-869, (2005).

**[Holinski et Hesse 03]** R. Holinski, D. Hesse, Changes at interfaces of friction components during braking, Proc IMechE Part D: J Automobile Engineering, vol. 217, p. 765-770, (2003).

**[Howell et Ball 95]** G. J. Howell, A. Ball, Dry sliding wear of particulate reinforced aluminum alloys against automobile friction materials, Wear, vol. 181-183, p. 379-390, (1995).

**[Inoue 92]** M. Inoue, Application of polymers to brakes and clutches, Jpn. J. Tribol, vol. 37, p. 493-496, (1992).

**[Jacko et Rhee 83]** M.G. Jacko, S. K. Rhee, Brake linings and clutch facing, , Encyclopedia of Composite Materials and Components, In: M. Grayson Edition, Wiley, p. 144-154, (1983).

**[Jacko et al. 89]** M.G. Jacko, P. H. S. Tsang, S. K. Rhee, Wear debris compaction and friction film formation of polymer composites, Wear, vol. 133, p. 23-38, (1989).

**[Jang et Kim 00]** H. Jang, S. J. Kim, The effect of antimony trisulfide ($Sb_2S_3$) and zirconium silicate ($ZrSiO_4$) in the automotive brake friction material on friction characteristics, Wear, vol. 239, p. 229-36, (2000).

**[Jang et al. 04]** H. Jang, K. Ko, S. J. Kim, R. H. Basch , J. W. Fash, The effect of metal fibers on the friction performance of automotive brake friction materials, Wear, vol. 256, p. 406-414, (2004).

**[JOCE 98]** Journal officiel des Communautés européennes, DIRECTIVE 98/12/CE DE LA COMMISSION du 27 janvier 1998, adaptation au progrès technique de la directive 71/320/CEE sur le rapprochement des législations des États membres relatives au freinage de certaines catégories de véhicules à moteur et de leurs remorques, (1998).

**[Kato et Magario 94]** T. Kato, A. Magario, The Wear of Aramid Fiber Reinforced Brake Pads: The Role of Aramid Fibers, Tribology Transactions, vol. 37, p. 559-565, (1994).

[**Katsuhiro et al. 93**] S. Katsuhiro, G. Akira, Y. Satoshi, A. Yuichi, N. Koji, Development of brake friction material, SAE Tech. Pap. 930806, p. 149-161, (1993).

**[Kim et Huh 98]** H. S. Kim, J. S. Huh, Role of ceramics fillers in the friction and wear behaviour of phenolics resin composites, Journal of Materials Science Letters, vol. 17, p. 501-502, (1998).

**[Kim et al. 01]** S. J. Kim, M. H. Cho, D. S. Lim, H. Jang, Synergistic effects of aramid pulp and potassium titanate whiskers in the automotive friction material, Wear, vol. 251, p. 1484-1491, (2001).

**[Kim et al. 03]** S. J. Kim, K. S. Kim, H. Jang, Optimization of manufacturing parameters for a brake lining using Taguchi method, Journal of Materials Processing Technology, vol. 136, p. 202-208, (2003).

**[Kristkova et al. 04]** M. Kristkova, P. Filip, Z. Weiss, R. Peter, Influence of metals on the phenol-formaldehyde resin degradation in friction composites, Polymer Degradation and Stability, vol. 84, p. 49-60, (2004).

**[Kumar et Bijwe 09]** M. Kumar, J. Bijwe, Role of different metallic fillers in non-asbestos organic (NAO) friction composites for controlling sensitivity of coefficient of friction to load and speed, Tribology International, Vol. 43, p. 965-974, (2009).

**[Kumar et Bijwe 10a]** M. Kumar, J. Bijwe, NAO friction materials with various metal powders: Tribological evaluation on full-scale inertia dynamometer, Wear, vol. 269, p. 826-837, (2010).

**[Kumar et Bijwe 10b]** M. Kumar, J. Bijwe, Studies on reduced scale tribometer to investigate the effects of metal additives on friction coefficient – Temperature sensitivity in brake materials, Wear, vol. 269, p. 838-846, (2010).

**[Kumar et al. 11]** M. Kumar, X. Boidin, Y. Desplanques, J. Bijwe, Influence of various metallic fillers in friction materials on hotspot appearance during stop braking, Wear, vol. 270, p. 371-381, (2011).

**[Lepré et al. 95]** N. Lepré, F. Robbe-Valloire, D. Alleaume, G. Bouquet, Recherche et caractérisation d'une garniture de frein à tambour, Actes des Journées Européennes de Freinage, Lille, France, 12-13 December 1995, p. 301-310, (1995).

**[Lepré 97]** N. Lepré (1997), Synthèse et élaboration d'un matériau composite pour garnitures de freins. Caractérisations physico-chimique et mécanique du matériau. Thèse de doctorat, Le Havre (1997).

**[Libsch et Rhee 78]** T. A. Libsch, S. K. Rhee, Microstructural changes in semimetallic disc brake pads created by low temperature dynamometer testing, Wear, vol. 46, p. 203-212, (1978).

**[Mohanty et Chugh 07]** S. Mohanty, Y. P. Chugh, Development of fly ash-based automotive brake lining, Tribology International, vol. 40, p. 1217-1224, (2007).

**[Mosleh et al. 04]** M. Mosleh, P. J. Blau, D. Dumitrescu**,** Characteristics and morphology of wear particles from laboratory testing of disk brake materials, Wear, vol. 256, p. 1128-1134, (2004).

**[Mutlu et al. 06]** I. Mutlu, O. Eldogan, F. Findik, Tribological properties of some phenolic composites suggested for automotive brakes, Tribology International, vol. 39, p. 317-325, (2006).

[**Naerheim et al. 99]** Y. Naerheim, J. Pan, and P. Min, A Tribometer for Studying Friction Films in Brakes, Fourth SAE International Brake Colloquium, Gramado, Brazil, April 15-16, (1999).

[**Naerheim 03]** Y. Naerheim, Truck Brake Lining Rating Methods, Tribo Materials Technology, LLC, Thousand Oaks, CA 91360, August 13, (2003).

**[Newcomb 59]** T.P. Newcomb, Transient temperatures attained in disk brakes, British Journal of Applied Physics, vol. 10, p. 339-340, (1959).

**[Nicholson 95]** G. Nicholson, Fact about friction, P&W Price Enterprises, Inc., Croydon, PA 19021, (1995).

**[Österle et al. 01]** W. Österle, M. Griepentrog, Th. Gross, I. Urban, Chemical and microstructural changes induced by friction and wear of brakes, Wear, vol. 251, p. 1469-1476, (2001).

**[Österle et Urban 04]** W. Österle, I. Urban, Friction layers and friction films on PMC brake pads, Wear, vol. 257, p. 215–226, (2004).

**[Pan et al. 99]** J. Pan, Y. Naerheim, P. Min, A Study of Friction Film Formation as a Function of Operating Conditions, 17$^{th}$ Annual SAE Brake Colloquium, Miami Beach, October 10-13, (1999).

**[Panier et al. 04]** S. Panier, P. Dufrénoy, D. Weichert, An experimental investigation of hot spots in railway disc brakes, Wear, vol. 256, p. 764-773, (2004).

**[Qi et Day 07]** H. S. Qi, A. J. Day, Investigation of disc/pad interface temperatures in friction Braking, Wear, vol. 262, 505–513, (2007).

**[Rhee 74a]** S. K. Rhee, Friction properties of a phenolic resin filled with iron and graphite-sensitivity to load, speed and temperature, Wear, vol. 28, p. 217-281, (1974).

[**Rhee 74b**] S. K. Rhee, Wear mechanisms for asbestos-reinforced automotive friction materials, Wear, vol. 29, p. 391-393, (1974).

**[Rhee et al. 91]** S. K. Rhee, M. G. Jacko, P. H. S. Tsang, The role of friction film in friction, wear and noise of automotive brakes, Wear, vol. 146, p. 89-97, (1991).

**[Rongping et al. 10]** Y. Rongping, P. Filip, L. Yafei, Performance and evaluation of eco-friendly brake friction materials, Tribology International, vol. 43, p. 2010-2019, (2010).

[**Roussette et al. 03**] O. Roussette, Y. Desplanques, G. Degallaix, Représentativité thermique d'essais tribologiques à échelle réduite, C. R. Mecanique, vol. 331, p. 343-349, (2003).

**[Roussette 05]** O. Roussette, Etude tribologique de couples de matériaux sous sollicitations de freinage très sévères, thèse de doctorat, Lille, (2005).

**[Roussette et al. 05]** O. Roussette, Y. Desplanques, G. Degallaix, Comportement tribologique en freinage : étude du contact disque/garniture a différents instants du freinage pour le couple C45 - composite à matrice organique, La tribologie dans les transports De l'analyse du contact… à la fiabilité des systèmes, JFT 11-13 mai, Tarbes, France, (2005).

**[Satapathy et Bijwe 04]** B. K. Satapathy, J. Bijwe, Performance of friction materials based on variation in nature of organic fibres Part I: fade and recovery behavior, Wear, vol. 257, p. 575-584, (2004).

**[Satapathy et Bijwe 06]** B. K. Satapathy, J. Bijwe, Composite friction materials based on organic fibres : sensitivity of friction and wear to operating variables, Composites Part A, vol. 37, p. 1557-1567, (2006).

**[Sanders et al. 01]** P. G. Sanders, T. M. Dalka, R. H. Basch, A reduced-scale brake dynamometer for friction characterization, Tribology International, vol. 34, p. 609-615, (2001).

**[Shakhvorostov et al. 07]** D. Shakhvorostov, B. Gleising, R. Buscher, W. Dudzinski, A. Fischer, M. Scherge, Microstructure of tribologically induced nanolayers produced at ultra-low wear rates, Wear, vol. 263, p. 1259-126, (2007).

**[Talib et al. 03]** R. J. Talib, A. Muchtar, C. H. Azhari, Microstructural characteristics on the surface and subsurface of semimetallic automotive friction materials during braking process, J Mater Process Technol, vol. 140, p. 694-699, (2003).

**[Thuresson 04]** D. Thuresson, Influence of material properties on sliding contact braking applications, Wear, vol. 25, p. 451-460, (2004).

**[Trotignon et al. 84]** J. P. Trotignon, J. Verdu, M. Piperaud, A. Dobraczynski, Précis de matières plastiques-Structures, propriétés, mise en œuvre et normalisation, 2ème Edition, Afnor-Nathan, (1984).

**[Tsang et al. 85]** P. H. S. Tsang, M. G. Jacko, S. K. Rhee, Comparison of chase and inertia brake dynamometer testing of automotive friction materials, ASME Wear of Materials, p. 129-137, (1985).

**[Verma et al. 96]** A. P. Verma, B. Vishwanath, C. V. S. Kameswara Rao, Effect of resin modification on friction and wear of glass phenolic composites, Wear, vol. 193, p. 193-198, (1996).

**[Wirth et al. 94]** A. Wirth, D. Eggleston, R. Whitaker, A fundamental tribochemical study of the third body layer formed during automotive friction braking, Wear, vol. 179, p. 75-81, (1994).

**[Xiao et Zhu 10]** G. Xiao, Z. Zhu, Friction materials development by using DOE/RSM and artificial neural network, Tribology International, vol. 43, p. 218-227, (2010).

**[Yuji et Takahisa 96]** H. Yuji, K. Takahisa, Effects of Cu powder, $BaSO_4$ and cashew dust on the wear and friction characteristics of automotive brake pads, Tribology Transactions, vol. 39, p. 346-353, (1996).

# Annexe A : Analyses morphologique, chimique et thermogravimétrique des constituants

Les constituants de la garniture industrielle de référence ont été soumis à des études morphologique et chimique (MEB/EDS) ainsi qu'à une étude de leur dégradation avec l'élévation de température (Thermogravimétrie). La composition de la garniture industrielle de référence est rappelée en Tableau A-1.

*Tableau A-1. Composition de la garniture industrielle de référence*

| Classification | Natures des ingrédients | Constituants | % Massique |
|---|---|---|---|
| Liant | Organique | Résine phénolique | 14,2 |
| Fibres | Minérale | Fibres de verre<br>Fibres de roche | 22 |
| | Organique | Cellulose | |
| Remplisseurs | Minérale | Baryte<br>Carbonate de calcium<br>Craie | 44,5 |
| Abrasif | Minérale | Alumine | 1,7 |
| Lubrifiants | Organique | Graphite<br>Coke<br>Noir de carbone | 10,8 |
| Modificateurs de friction | Organique | Poudre de friction<br>Caoutchouc | 6,8 |

## A.1. Analyse morphologique et chimique des constituants

Afin de mieux appréhender la complexité de la formulation et l'impact du procédé d'élaboration de la garniture industrielle sur sa microstructure et ses propriétés, in fine sur son comportement en freinage, il était intéressant d'analyser la forme et la taille de chaque élément constitutif du matériau étudié. Il s'agit notamment de construire une base de données détaillée contenant des descriptions de chaque élément constitutif de la garniture étudiée, dans la perspective d'établir des corrélations avec les mécanismes de frottement en liaison avec les phénomènes de localisation de contact en freinage. La caractérisation morphologique est réalisée au MEB (Figure I-20), les constituants étant placées sur un patch en carbone puis métallisés à l'or. Des analyses EDS sont également effectuées afin de connaître la composition chimique des ingrédients (Tableau A-2).

*Tableau A-2. Composition (% at) des constituants obtenues par analyse EDS*

| Ingrédient | C | O | Na | Mg | Al | Si | S | K | Ca | Ti | Fe | Sb | Sr | Ba | Zn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | % Atomique | | | | | | | | | | | | | | |
| Résine phénolique | 81,2 | 18,3 | - | - | 0,2 | 0,3 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Fibres de verre | - | 56,8 | 0,9 | 1,2 | 6,4 | 24,5 | - | 0,03 | 10 | 0,1 | 0,07 | - | - | - | - |
| Shot de roche | - | 53,6 | 2,2 | 3,1 | 9,4 | 18,8 | - | 0,4 | 9,7 | 0,5 | 2,3 | - | - | - | - |
| Fibres de roche | - | 48,7 | 2 | 3,1 | 9,9 | 20,1 | - | 0,5 | 12,2 | 0,6 | 2,9 | - | - | - | - |
| Cellulose | 75,4 | 22,5 | 0,2 | - | 0,7 | 0,8 | - | - | 0,4 | - | - | - | - | - | - |
| Baryte | - | 53,6 | - | - | 0,4 | 1,8 | 18,3 | - | 1,2 | - | 1,9 | - | 1,3 | 21,5 | - |
| Carbonate de calcium | 26,5 | 54,2 | 0,1 | 0,07 | 0,03 | 0,05 | - | 0,01 | 18,4 | - | 0,03 | 0,6 | - | - | - |
| Craie | 20 | 61,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,8 | - | - | 17,8 | - | 0,08 | - | - | - | - |
| Alumine | - | 66,9 | 0,2 | - | 32,8 | - | - | - | - | - | 0,02 | - | - | - | - |
| Graphite | 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Coke | 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Noir de carbone | 100 | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Poudre de friction | 75,9 | 19,8 | 0,5 | 0,4 | 0,1 | - | - | 2,9 | 0,1 | - | 0,2 | - | - | - | |
| Caoutchouc | 89,9 | 5,8 | - | - | - | 1,3 | - | - | 1,8 | - | - | - | - | - | 1 |

- Le Liant est une résine phénolique qui se présente dans le mélange sous forme de poudre ayant une granulométrie inférieure à 50 µm, majoritairement comprise entre 10 µm et 20 µm. La faible taille des particules facilite sa diffusion dans le mélange et l'enrobage des constituants du matériau composite en se polymérisant par maintien en température. La résine est majoritairement constituée de Carbone.
- Les fibres :
  - Les fibres de verre sont introduites par paquets composés de dizaines de fibres parallèles et agglomérées. Elles ont un diamètre de 10 µm et une longueur moyenne de 3.2 mm. La composition chimique des fibres de verre est complexe et contient majoritairement de la silice ainsi que du calcium et de l'aluminium sous forme d'oxydes ($SiO_2$, CaO, $Al_2O_3$). Des traces de Mg, Na, Ti, Fe et K sont aussi présentes.
  - La fibre de roche est la seconde fibre minérale introduite dans la composition du matériau. De point de vue morphologique, elle est constituée de fibres et de particules appelées « Shot ». La taille des fibres varie de 50 à 300 µm en longueur et de 2 à 10 µm en diamètre. Les shots ont une forme sphérique de diamètre variable, de 200 µm en moyenne et de taille maximale 500 µm. Les compositions chimiques des shots et des fibres sont semblables contenant du silicium, du calcium, du magnésium, de l'aluminium présents sous forme d'oxydes ($SiO_2$, CaO, MgO, $Al_2O_3$). On remarque aussi la présence de sodium,

de magnésium, de fer et de traces de potassium et de titane. Cette composition se proche de celle des fibres de verre, mais les différences morphologiques permettront de les différencier.

- La troisième fibre incluse dans la formulation est la cellulose. Les fibres sont enchevêtrées, de longueur millimétrique, et d'épaisseur variant de 10 à 50 µm, ayant l'aspect d'une laine. Leur morphologie fibrillée assure plus d'isotropie que les fibres linéaires **[Lepré 97]**. La composition chimique de la cellulose est majoritairement constituée de carbone et d'oxygène avec des traces d'aluminium, de silicium et de calcium.

- Les remplisseurs :
  - La baryte ou sulfate de baryum, de formule chimique $BaSO_4$, est présente sous forme de poudre, le plus souvent dispersée, et de particules friables, de taille variable, allant de quelque micromètres à quelques centaines de micromètres. Ce minéral contient à plus de 90 % les éléments Ba, S et O, le reste étant constitué de traces d'Al, Si, Ca, Fe et Sr.
  - Le carbonate de calcium $CaCO_3$ est également introduit dans le mélange sous forme de poudre de granulométrie égale à 2 µm. Cette poudre, qui est plus fine que la poudre de baryte, contribue à une meilleure homogénéité du remplissage. La matière première utilisée contient 95 % de $CaCO_3$ avec des traces de Na, Mg, Al, Si, K, Fe et Sb.
  - La craie se présente sous la forme de particules de 10 µm qui peuvent éventuellement rester assemblées formant des agglomérats dont la taille peut atteindre 50 µm. La craie a quasiment la même composition que le carbonate de calcium $CaCO_3$.
- L'abrasif utilisé est de l'oxyde d'aluminium ou alumine $Al_2O_3$ introduit sous forme de poudre de taille moyenne 15 µm.
- Les lubrifiants :
  - Le graphite (composition 100 % carbone) est constitué de particules éparses possédant la plus grande granulométrie par rapport aux autres particules du mélange avec une taille moyenne de l'ordre de 500 µm.
  - La composition et la morphologie des particules de coke utilisées dans la formulation sont très proches de celles du graphite. Le carbone est le seul élément qui compose le coke. Néanmoins, les grains de coke sont plus petits que ceux du graphite ayant une taille moyenne de l'ordre de 50 µm.

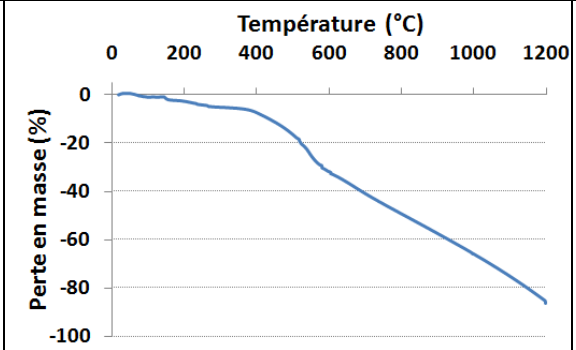
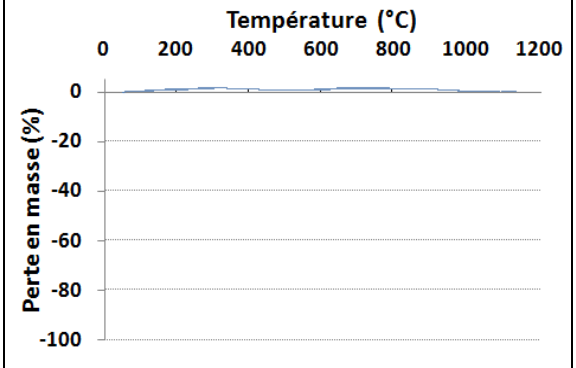
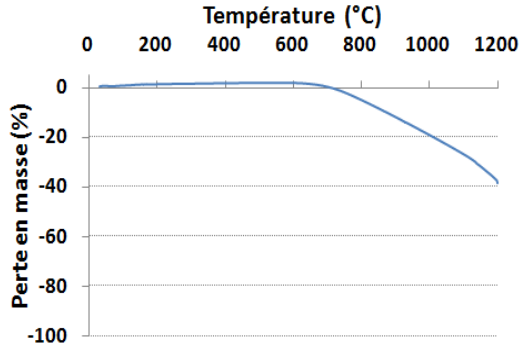
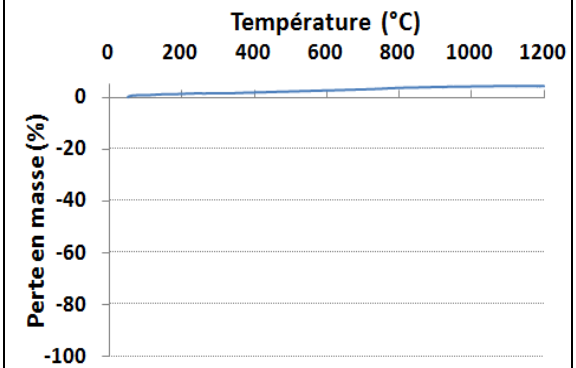
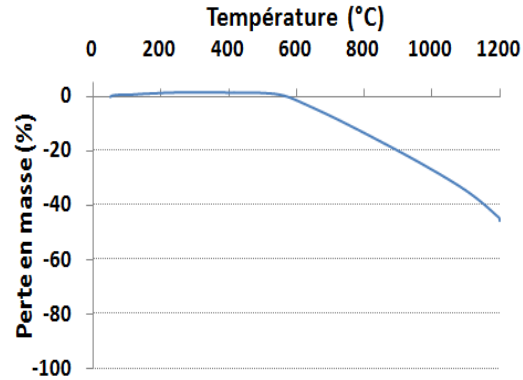
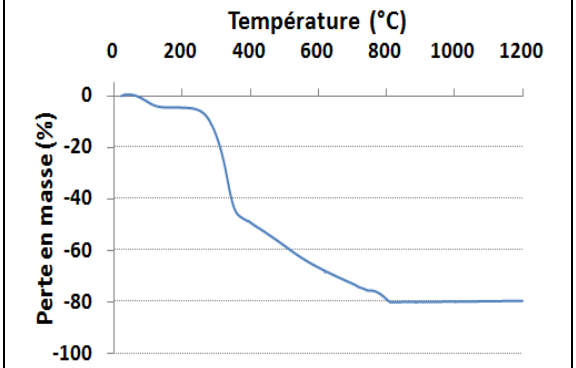
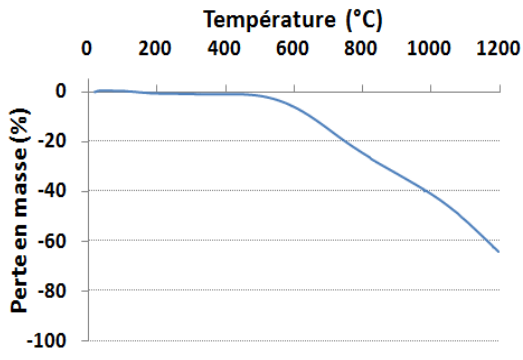
- Le noir de carbone est introduit dans la formulation sous la forme d'une poudre très fine dont la taille moyenne des particules est de l'ordre de 10 µm. Les plus grosses particules peuvent atteindre une taille de 50 µm. Le noir de carbone est utilisé également comme colorant pour donner sa teinte foncée à la garniture de frein.

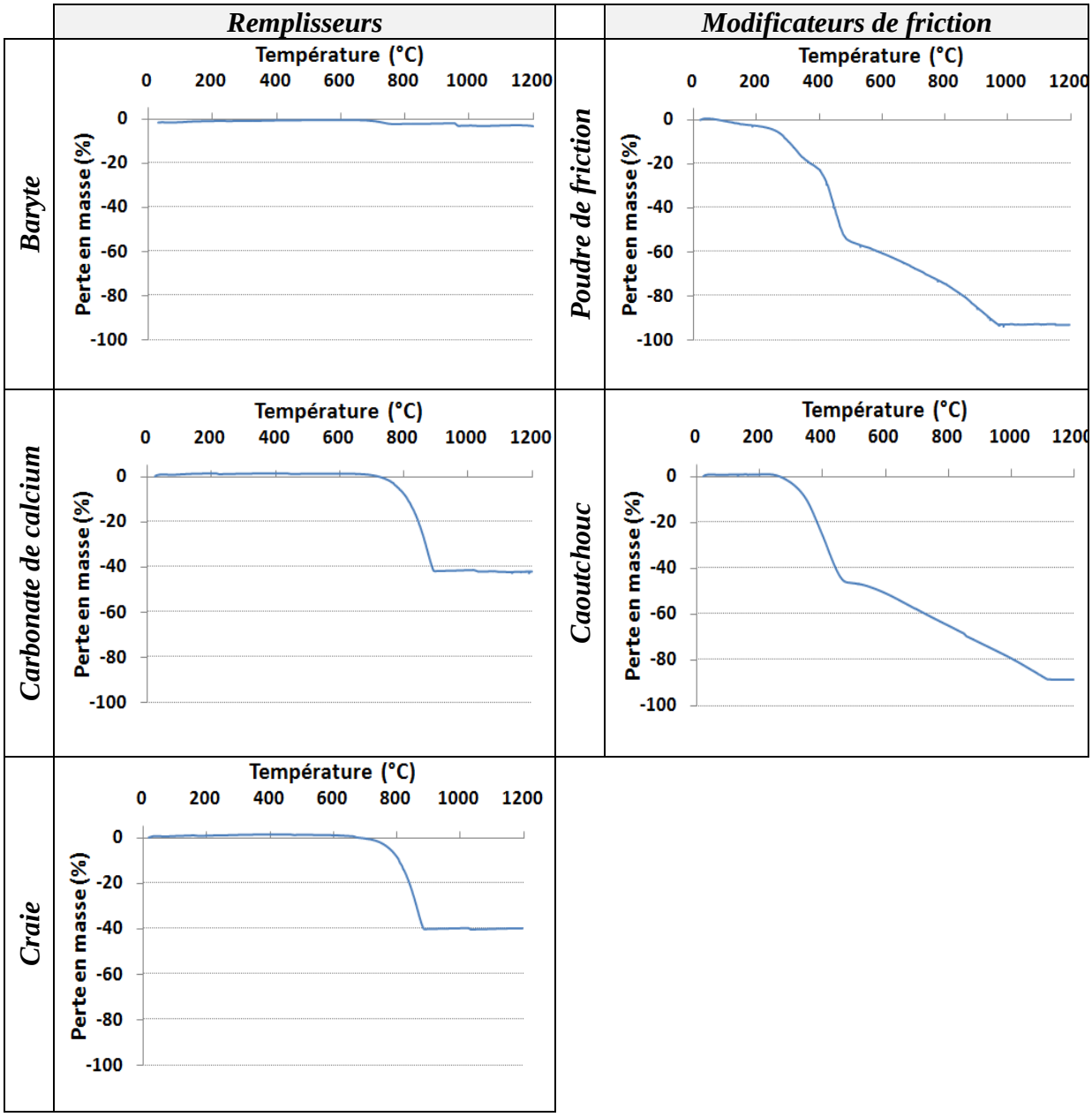
- Les modificateurs de frottement :
  - La poudre de friction se présente sous forme de particule de taille micrométrique variant de 10 à 500 µm. La composition chimique obtenue par analyse EDS montre que cet élément organique est majoritairement constitué de carbone.
  - Les particules de caoutchouc ont une taille moyenne de l'ordre de 500 µm. Elles sont majoritairement constituées de carbone avec quelques traces de silicium et de calcium. On note aussi la présence d'oxyde de zinc introduit lors de l'opération de vulcanisation du caoutchouc.

## A.2. Analyses thermogravimétriques des constituants

Pour évaluer l'impact de la température sur la stabilité chimique des constituants, des analyses thermogravimétriques (ATG) sont réalisées. Cette technique permet de mesurer la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est exposé à un régime de température. L'appareil utilisé est dénommé LABSYS, fabriqué par la société SETARAM et composé d'un four pouvant atteindre la température maximale de 1600 °C, d'un système de balayage gazeux et d'un logiciel permettant le pilotage des essais et l'acquisition de données. Pour étudier les réactions des échantillons dans la présente étude, on a utilisé un gaz de balayage actif contenant de l'oxygène et des creusets en alumine de taille 100 $mm^3$. Le cycle de programmation pour réaliser la décomposition de l'échantillon consiste à une rampe de 20 °C à 1200 °C, à la vitesse de chauffage vers 10 °C/min, avec la masse d'échantillon de 30 mg. Les matériaux de garnitures testées sont réduits en poudre par broyage pour remplir les creusets d'alumine. Chacun des constituants de la garniture industrielle de référence sont analysés par ATG. Les résultats sont reportés dans le Tableau A-3.

*Tableau A-3. Analyses thermogravimétriques des ingrédients de la garniture industrielle*

| | ***Liant*** | | ***Abrasif*** |
|---|---|---|---|
| ***Résine phénolique*** |  | ***Alumine*** | Mesure impossible |
| | ***Fibres*** | | ***Lubrifiants*** |
| ***Fibre de verre*** |  | ***Graphite*** |  |
| ***Fibre de roche*** |  | ***Coke*** |  |
| ***cellulose*** |  | ***Noir de carbone*** |  |




- La résine présente au cours de l'ATG une première perte en masse de 8 % commençant à 150 °C (polymérisation de la résine phénolique) et se poursuit jusqu' à 390 °C. Le constituant testé est bien la résine telle qu'introduite dans la préparation du mélange. Elle n'a pas subi la cuisson classique qui intervient lors du processus de fabrication. D'après Costa **[Costa et al. 97]**, la première perte en masse de la résine est de l'ordre de 10 % commençant à 180 °C (température aussi confirmée par Bijwe **[Bijwe et al. 05]**) n'a pas un effet nuisible détectable sur la tenue mécanique du matériau de la garniture. La 2$^{ème}$ dégradation commence à 390 °C et continue jusqu'à 580 °C température de début de la troisième dégradation. Elle s'accompagne d'une perte en masse totale de 30 %. Certains auteurs considèrent ce niveau thermique

comme étant celui du début de dégradation de la résine. En effet, Kristkova **[Kristkova et al. 04]** stipule que la deuxième étape de perte en masse est une dégradation par oxydation de la résine phénolique qui commence à 340 °C et atteint 22 % de perte de masse à 500 °C. À 1200 °C, sa perte de masse augmente jusqu'à 85 %.

- Les fibres :
  - La fibre de verre et la fibre de roche sont des fibres minérales qui ne présentent pas de dégradation jusque 1200 °C.
  - La dégradation de cellulose provoque une perte de masse totale de 80 %, qui se compose de 3 étapes. On observe une perte de masse de 4,5 % au début de la dégradation thermique commençant à 60 °C. L'origine de cette perte de masse est plutôt due à l'évaporation de l'eau résiduelle. La 2$^{ème}$ étape commence à 210 °C et se termine à 360 °C, avec une perte de masse de 55 %. La 3$^{ème}$ étape commence à 360 °C et se termine à 800 °C, elle s'accompagne d'une perte de masse de 80 %. Cette fibre présente une faible résistance thermique par rapport aux deux fibres minérales. Par conséquence sa résistance mécanique à haute température est faible comme l'ont indiqué Satapathy et Bijwe **[Satapathy et Bijwe 04, Satapathy et Bijwe 06]**.
- Les Remplisseurs :
  - La baryte fond à 1580 °C. Normalement, en dessous de 1200 °C, la température n'exerce pas d'influence sur la baryte. Par contre, on observe une perte de masse de 2% qui commence à 700 °C. Cette dégradation laisse supposée que la baryte contient des impuretés causant la dégradation observée.
  - Comparée à la baryte, le carbonate de calcium a une tenue thermique plus faible. En effet, en atmosphère oxydante, une perte de masse de 40 % est enregistrée entre 650 et 890 °C.
  - Les caractéristiques de la craie, sont semblables à celles du carbonate de calcium. En effet, les résultats d'ATG montrent aussi une perte en masse de 40 % enregistrée entre 650 et 890 °C.
- L'alumine utilisée comme abrasif est très thermostable et possède un haut point de fusion vers 2050 °C. L'ATG n'a donc pas été réalisée sur ce matériau.

- Les lubrifiants :
    - Le graphite réagit fortement avec l'oxygène par formation de $CO_2$ volatil. Le gaz $CO_2$ se libère et on a une perte de masse de 36 % pour le graphite à 1200 °C. Cette décomposition de graphite se déclenche à 630 °C et n'est pas finit à 1200 °C lors de l'arrêt de l'essai.
    - Pour le coke, on retrouve des résultats similaires à ceux obtenus pour le graphite. Néanmoins, la dégradation du coke sous atmosphère oxydante se déclenche plus tôt à une température de 480 °C. La perte de masse à 1200 °C est plus importante (45 %).
    - Sous l'effet du chauffage, une perte de masse importante d'environ 64 % de sa masse initiale est mesurée pour le noir de carbone.
- Les modificateurs de frottement :
    - Sous l'atmosphère oxydante, la poudre de friction, qui est une résine naturelle à base de noix de cajou, présente une perte de masse importante. Des dégradations successives sont distinguées entre 60 et 240 °C, 240 et 380 °C, 380 et 490 °C et finalement entre 490 et 970 °C. Une perte de masse totale de 90 % est atteinte à 970 °C.
    - Sous atmosphère oxydante, la perte de masse totale du caoutchouc passe à 88 %. A cause de la présence de l'oxygène pratiquant la combustion de carbone, cette dégradation totale se divise en 2 parties. La 1$^{ère}$ étape commence à 230 °C et se termine à 470 °C, elle s'accompagne d'une perte de masse de 46 %. Pour la 2ème étape, la perte en masse évolue entre 470 et 1110 °C, et la perte de masse vaut 42 %.

# Annexe B : Essais d'indentation

## B.1. Protocole expérimental

Les essais d'indentation sont considérés comme un moyen d'analyse globale donnant une information générale de l'impact de l'hétérogénéité des garnitures de frein sur les propriétés mécaniques tout en tenant compte de l'anisotropie induite par le process d'élaboration.

En raison de la composition complexe de la garniture, un indenteur Brinell de diamètre 12,7 mm est sélectionné. Une charge totale de 680 N est appliquée avec une vitesse de chargement de 0,5 mm / min. Le choix du diamètre de l'indenteur et de la charge appliquée est un compromis entre le nombre des mesures locales, la taille de la surface analysée et la sensibilité aux divers ingrédients.

La Figure B-1 présente les positions d'indentation sur une plaque. En considérant les symétries du procédé d'élaboration de la plaque, l'analyse est réduite à un huitième de plaque indiqué par le triangle en trait blanc interrompu (Figure B-1, a).

Sept zones sont investiguées en fonction de leur localisation sur la plaque (Figure B-1, b). La zone 1 au centre de la plaque, les zones 2 et 4 en position médiane, les zones 3 et 5 proches du périmètre extérieur et les zones 6 et 7 prises en extrême périphérie. Pour chaque zone, neuf mesures uniformément réparties sur un carrée de 12 mm x 12 mm, sont effectuées sur chacune des deux faces de la plaque (Figure B-1, c). Rappelons que seule la face supérieure a subit des cycles de dégazage pendant la phase de moulage à chaud.

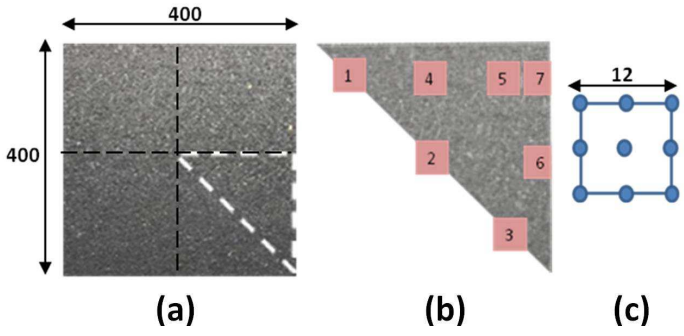



*Figure B-1. Positions des indentations sur une plaque : (a) Analyse d'un huitième de la plaque (b) Localisations des sept zones d'indentation (c) Localisations des indentations sur chaque zone.*

## B.2. Analyse des résultats

Les résultats sont présentés par des courbes charge-déplacement. Un exemple d'une série de neuf courbes par zone et par face est donné dans la Figure B-2. Une certaine variabilité de la réponse peut être observée dans ces courbes pour les deux faces de la plaque (Figure B-2, a et b). Cette variabilité peut être corrélée à l'hétérogénéité de la microstructure de la garniture et des constituants millimétriques dispersés aléatoirement, qui avaient des tailles proches des empreintes d'indentation (Figure B-2, c).

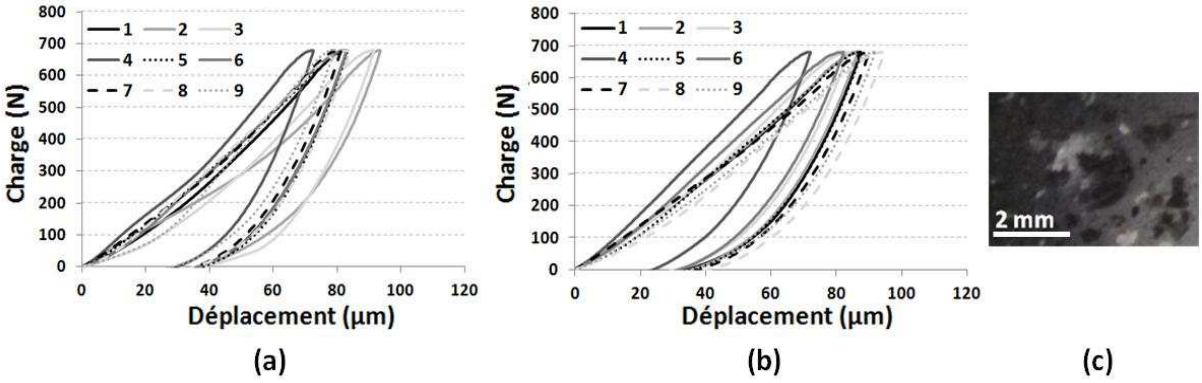



*Figure B-2. Courbes charge-déplacement obtenues par essais d'indentation : (a) Indentation de la face supérieure, (b) Indentation de la face inférieure, (c) Empreinte d'indentation*

Le paramètre choisi pour évaluer l'homogénéité du comportement mécanique entre les différentes zones analysées est l'énergie d'indentation. L'énergie d'indentation, correspondante à l'aire sous la courbe est évaluée par la méthode des trapèzes. Une charge maximale de 600 N est considérée pour cette évaluation afin de s'affranchir des éventuels problèmes d'asservissement liée à la réponse de la machine en fin d'essai proche de la charge finale visée.

Le logiciel STATISTICA est ensuite utilisé pour effectuer un traitement des données par analyse de la variance (par le test LEVENE) et des moyennes (par le test ANOVA) afin d'évaluer le degré d'homogénéité des résultats entre les différentes zones étudiées sur chaque face.

# Annexe C : Essais de compression

## C.1. Compression jusqu'à la rupture

La caractérisation mécanique du matériau de garniture de frein par des essais de compression est effectuée en premier lieu jusqu'à la rupture des échantillons. Les échantillons sont prélevés dans les directions transversale et normale par rapport au plan de la plaque. Cinq mesures sont réalisées pour chaque direction de prélèvement. Les pions sont cylindriques de diamètre 14 mm et d'épaisseur 16 mm. Les courbes de compression conventionnelles des échantillons prélevés dans les deux directions présentent l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Les valeurs sont issues de l'enregistrement de l'effort par la cellule de la machine de traction et du déplacement par les capteurs de la machine.

## C.2. Compression par palier

La méthode consiste en l'application sur l'échantillon d'une compression augmentant par palier : trois paliers correspondant à des contraintes de 2, 5, 10 MPa sont considérés. Cette application de la contrainte est effectuée pour chaque niveau de contrainte cinq fois (Figure C-1). Le déplacement du plateau supérieur est mesuré par 3 capteurs à courant de Foucault, on en déduit la déformation. La vitesse en charge-décharge est de 0.1 KN/s. Les échantillons de forme cylindrique ont un diamètre de 14 mm et une épaisseur de 16 mm. Trois mesures sont réalisées pour chaque direction de prélèvement et chaque matériau testé.

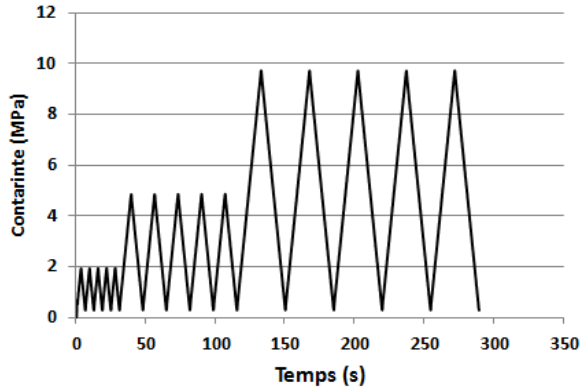



*Figure C-1. Programme des essais de compression par palier de contrainte*

Les résultats obtenus sont illustrés par des courbes contrainte-déformation (Figure C-2). Les courbes de compression en nuances de gris correspondent aux échantillons de la direction normale et celles en nuances de rouge correspondent à ceux de la direction transverse. AN1 et AT1 désignent respectivement l'échantillon numéro 1 de la garniture industrielle prélevé dans

la direction normale et l'échantillon numéro 1 prélevé dans la direction transverse et respectivement pour les autres échantillons.

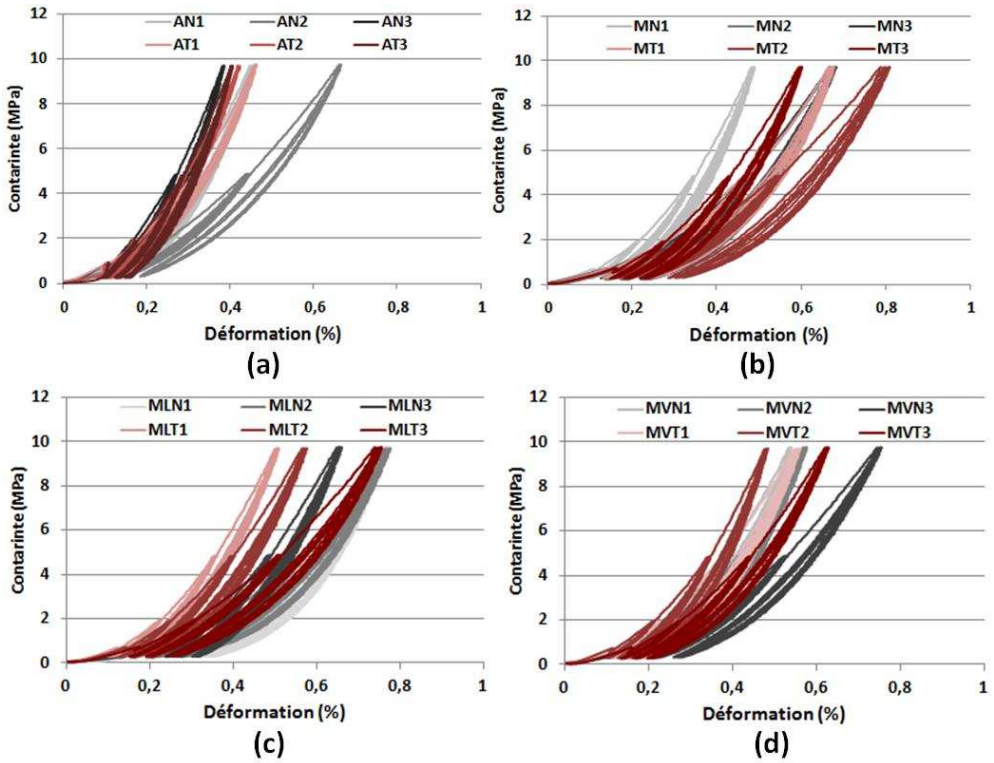



*Figure C-2. Courbes de compression des échantillons prélevés dans les deux directions N et T pour les garnitures: (a) A, (b) M, (c) ML et (d) MV*

Des modules en compression par palier de contrainte sont déterminés à 1, 2, 5 et 10 MPa. Ils sont calculés à l'aide d'un programme développé sous SCILAB. Le Tableau C-1 regroupe les modules de compression par palier de contrainte.

*Tableau C-1. Modules en compression par palier de contrainte des garnitures A, M, ML et MV*

| Garnitures | Direction de prélèvement | Module (GPa) | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | 1 MPa | 2 MPa | 5 MPa | 10 MPa |
| **A** | **N** | 1,85 (0,33) | 2,93 (0,58) | 4,51 (0,45) | 6,85 (0,66) |
| | **T** | 1,76 (0,09) | 2,98 (0,32) | 4,48 (0,49) | 7,14 (0,64) |
| **M** | **N** | 0,98 (0,04) | 1,53 (0,04) | 2,89 (0,14) | 4,65 (0,21) |
| | **T** | 1,13 (0,12) | 1,80 (0,16) | 3,08 (0,31) | 5,39 (0,22) |
| **ML** | **N** | 1,18 (0,26) | 1,95 (0,38) | 3,48 (0,19) | 5,27 (0,31) |
| | **T** | 1,28 (0,05) | 2,05 (0,07) | 3,49 (0,15) | 5,35 (0,22) |
| **MV** | **N** | 1,18 (0,19) | 1,94 (0,14) | 3,43 (0,12) | 5,76 (0,50) |
| | **T** | 1,36 (0,19) | 2,09 (0,17) | 3,76 (0,27) | 5,91 (0,54) |

** Les écarts type sont mentionnés entre parenthèses.

# Annexe D : Caractérisation thermo-physique des matériaux

## D.1. Densité

La mesure de la densité est obtenue en utilisant la poussée d'Archimède. On utilise une balance dont le plateau est muni d'un fil permettant de suspendre les échantillons et de les immerger dans l'eau. Des pesées des échantillons de chaque garniture fabriquée sont effectuées d'abord dans l'air. Une deuxième pesée est effectuée quand l'échantillon est attaché au fil suspendu et l'ensemble est immergé dans l'eau. La densité est obtenue en divisant la masse de l'échantillon par son volume suivant l'équation (D-1).

$$d = \frac{Pa}{Pa - Pi} \qquad \textbf{(D-1)}$$

Avec :

Pa : masse de l'échantillon dans l'air (g)

Pi : masse de l'échantillon immergé dans l'eau (g)

Cependant la densité mesurée n'atteint pas la densité théorique à cause des porosités fermées présentes au sein de l'échantillon.

## D.2. Conductivité thermique

Cinq mesures sont effectuées en utilisant une machine HOT DISC (Figure D-1) et deux échantillons de 50 mm de diamètre et 16 mm d'épaisseur. Une sonde placée entre les deux échantillons donne la mesure de la conductivité thermique. Les paramètres expérimentaux de tests sont: P = 0,12 W et t = 20 s, où P et t sont respectivement la puissance et le temps.

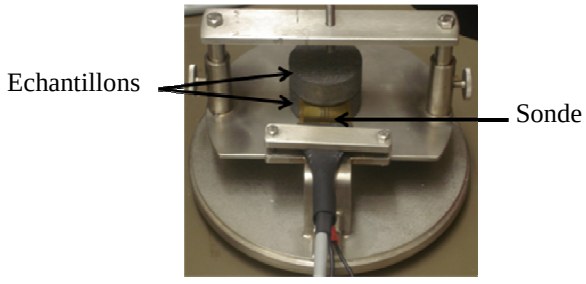



*Figure D-1. Dispositif de mesure de la conductivité thermique*

## D.3. Capacité thermique massique

La machine HOT DISC a été également utilisée pour mesurer la chaleur spécifique des garnitures. La sonde est équipée d'une petite capsule où l'on met des échantillons de 14 mm de

diamètre et 4 mm d'épaisseur (Figure D-2). Les paramètres expérimentaux de tests sont : P = 1,5 W et t = 20 s, où P et t sont respectivement la puissance et le temps.

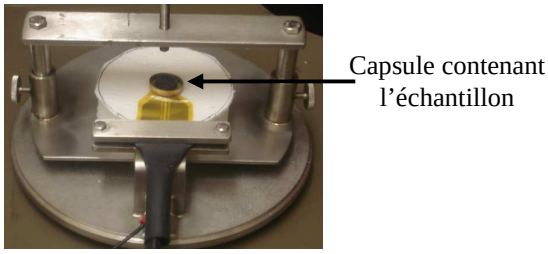



*Figure D-2. Système de mesure de la capacité thermique massique*

## D.4. Dilatation thermique

On mesure la variation dimensionnelle de la garniture en fonction de la température à l'aide d'un appareil NETZCH (Figure D-3, a) avec une vitesse de montée et de descente en température de 2 °C/min et en atmosphère non oxydante. Le programme d'essai consiste à augmenter la température de l'ambiante jusqu'à 200 °C. En atteignant cette consigne, la température est maintenue pendant 14 minutes puis redescendue à l'ambiante. Ce cycle est répété une fois après une stabilisation de la température à l'ambiante durant 14 minutes (Figure D-3, b). Des échantillons cylindriques de diamètre 10 mm et d'épaisseur 16 mm prélevés dans le sens normal N et dans le sens transverse T sont utilisés. Ils sont placés dans un tube récepteur en alumine ouvert sur le dessus à une extrémité. Une tige d'alumine ou poussoir vient en contact avec l'échantillon qui sert à transmettre le déplacement de ce dernier au dispositif de mesure lorsqu'il se dilate.

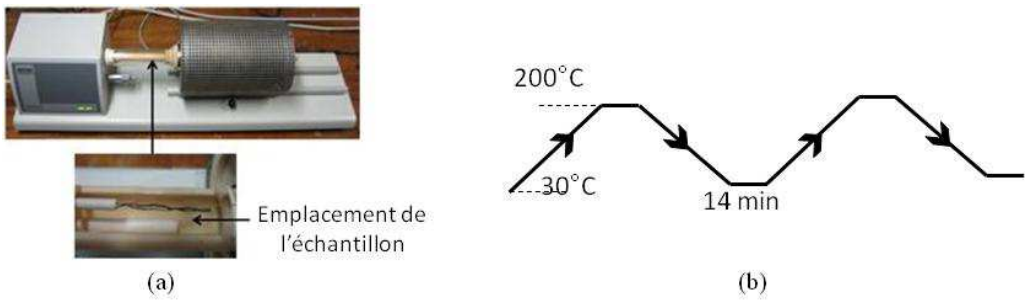



*Figure D-3. Système de mesure de la dilatation thermique (b) Variation de la température pendant le test*

# Annexe E : Géométries du disque et du patin

## E.1. Géométrie du disque

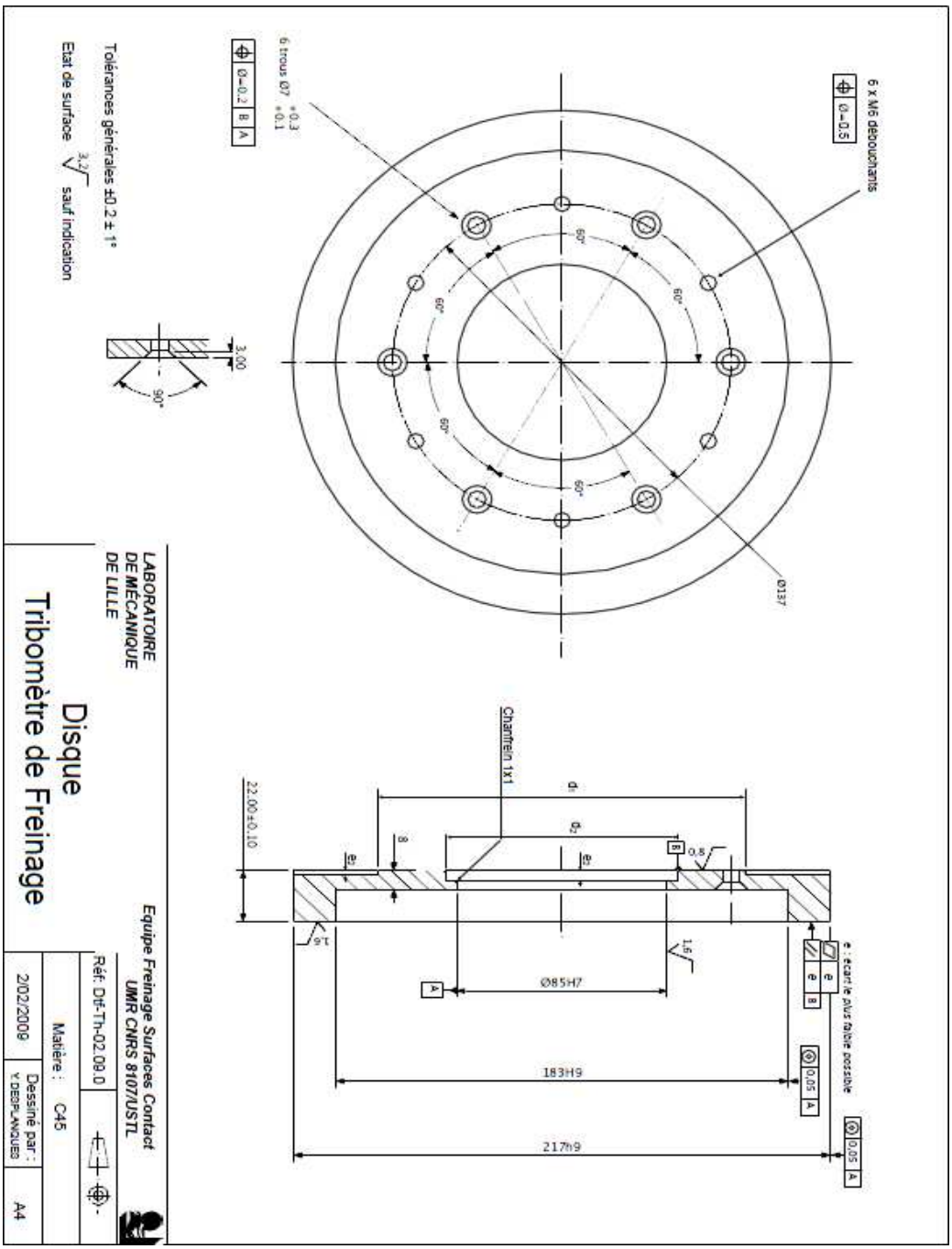



*Figure E-1. Plan du disque en fonte à graphite lamellaire utilisé pour essais de freinage*

## E.2. Géométrie du patin

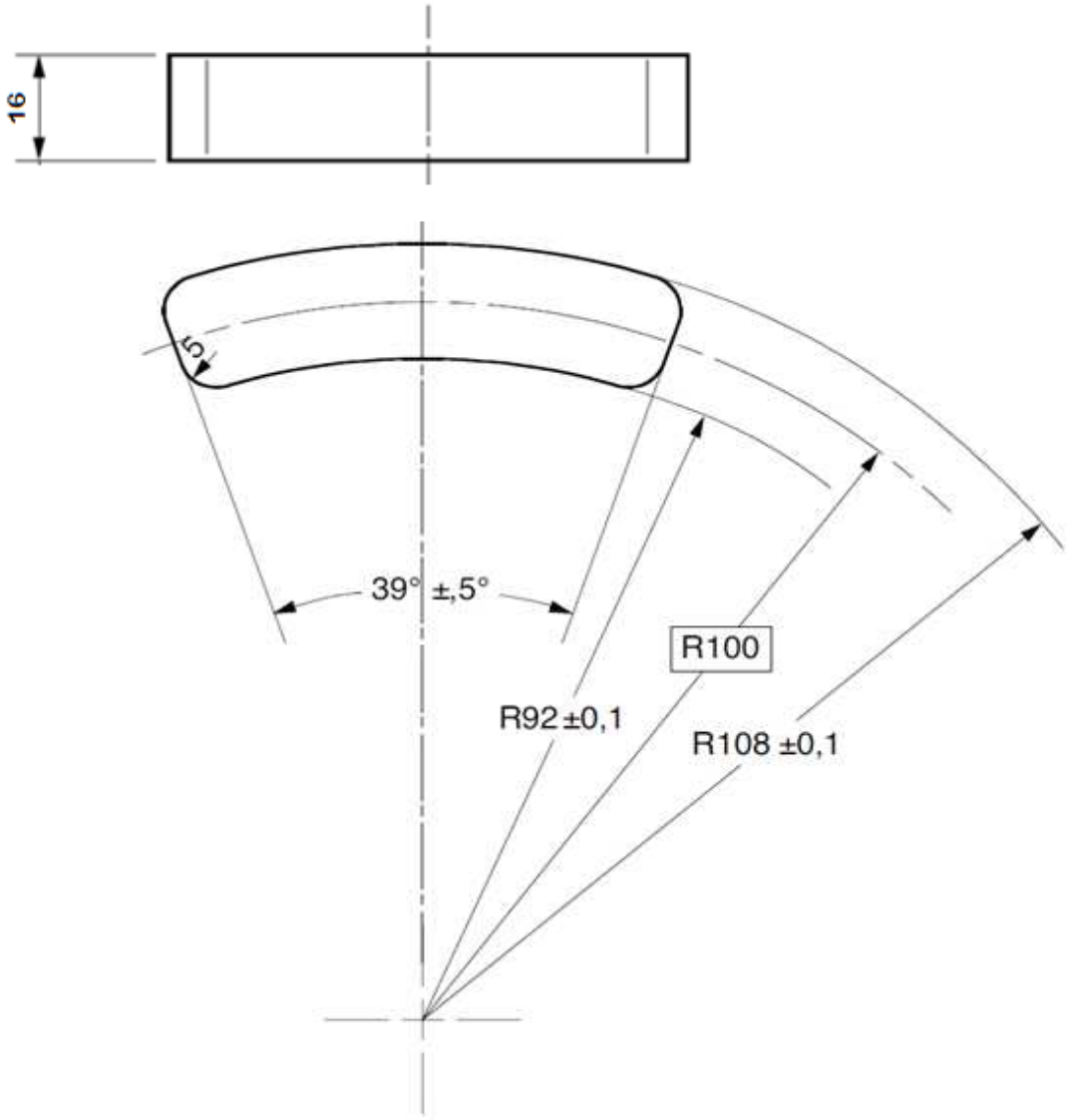



*Figure E-2. Plan du patin utilisé pour essais de freinage*

# Annexe F : Calcul de la pression apparente de contact

**$T_f$ :** durée de freinage (s)

**Vl :** vitesse linéaire du véhicule (m/s)

**a :** décélération en freinage (m/s²)

**Ec :** Energie cinétique (J)

**M :** masse à freiner par disque

**P :** Puissance initiale (W)

**Fr :** effort retardateur à la roue (N)

**Ft :** effort tangentiel (N)

**R :** Rayon de la  roue (pneu) (m)

**Rmoy :** rayon moyen de la piste de frottement (m)

**Fn :** effort normal (N)

**µ :** Facteur de frottement

**Pa :** Pression apparente (MPa)

**Sg :** Surface de la garniture (mm²)

$$Tf = Vl/a$$

$$Ec = (\frac{1}{2} M.Vl^2)$$

$$P = 2\,EC/Tf$$

$$Fr = P/Vl$$

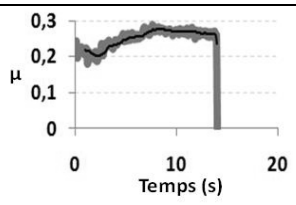
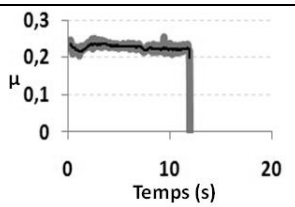
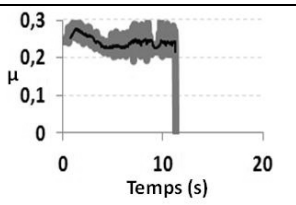
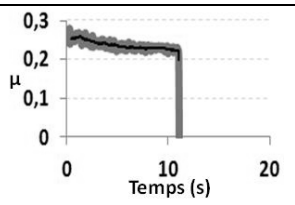
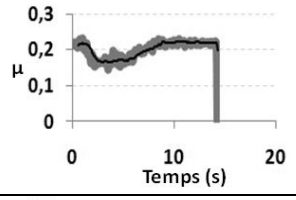
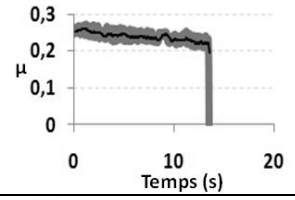
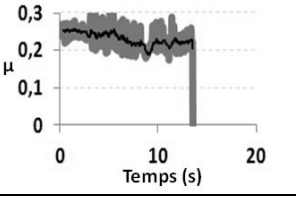
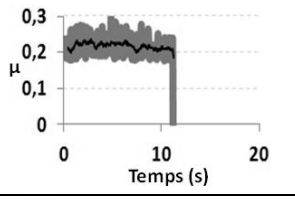
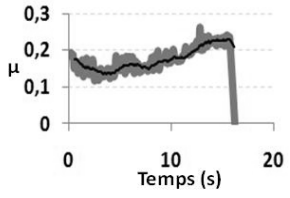
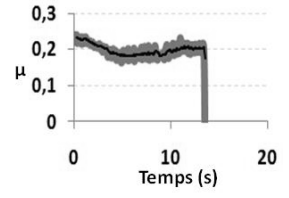
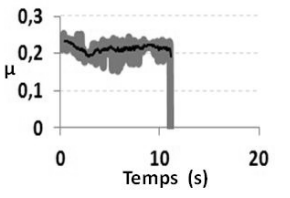
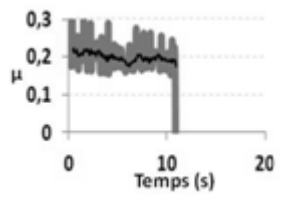
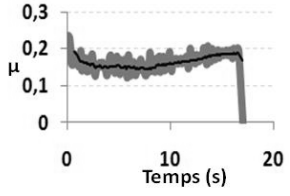
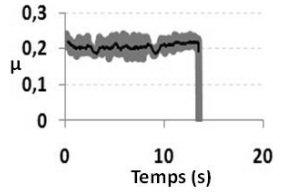
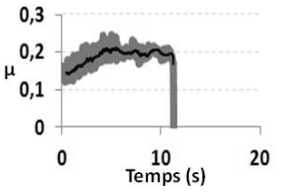
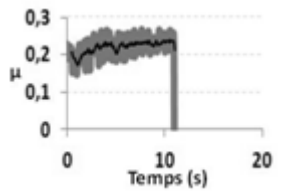
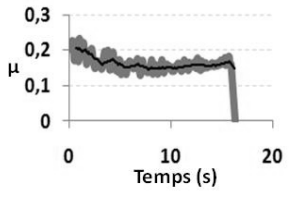
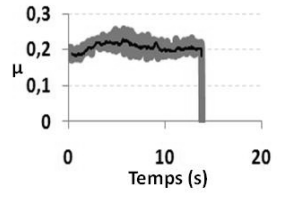
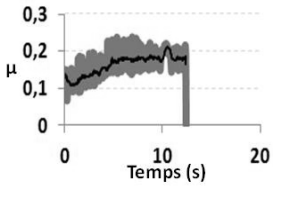
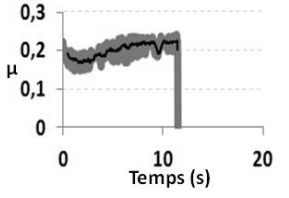
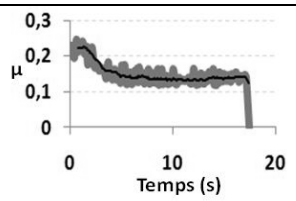
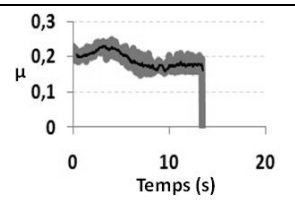
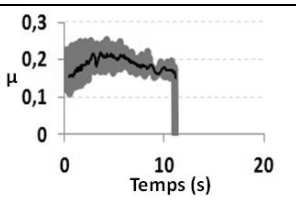
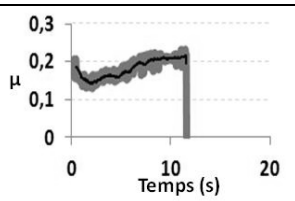
$$Ft = \frac{1}{2}[(Fr \times R)/Rmoy]$$

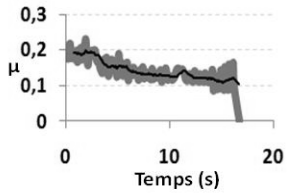
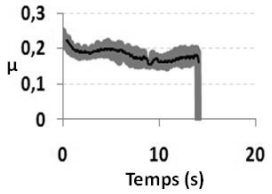
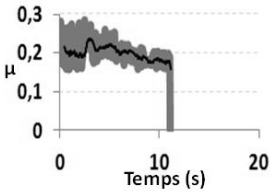
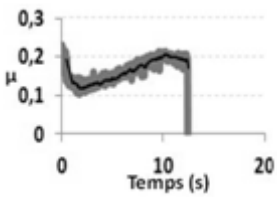
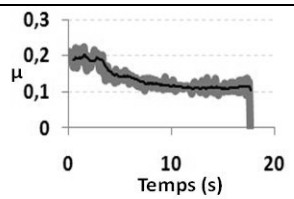
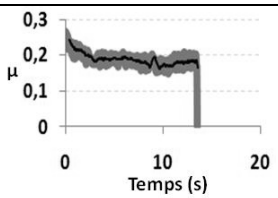
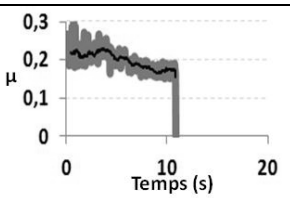
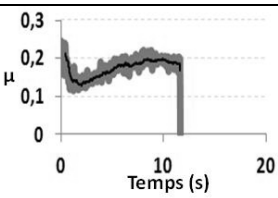
$$Fn = Ft/\mu$$

$$Pa = Fn/Sg$$

# Annexe G : Suivi de l'évolution des courbes de frottement au cours de la succession des freinages de ralentissement

*Tableau G-1. Evolution d'une sélection des courbes de frottement des trois garnitures M, ML et MV au cours des 28 ralentissements successifs.*

| Numéro du coup de frein | A | M | ML | MV |
|---|---|---|---|---|
| 1 |  |  |  |  |
| 4 |  |  |  |  |
| 7 |  |  |  |  |
| 10 |  |  |  |  |
| 15 |  |  |  |  |
| 18 |  |  |  |  |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 24 |  |  |  |  |
| | 28 |  |  |  |  |

**μ désigne le facteur de frottement

# Annexe H : Thermographie infrarouge

## H.1. Essai d'efficacité ordinaire avec frein à froid : freinage d'arrêt isolé à moyenne énergie

Au début du freinage, une bande chaude avec gradients thermiques apparait sur le tiers extérieur de la piste de frottement (Figure H-1, a). A partir de la troisième seconde de freinage, un basculement de cette bande s'effectue de l'extérieur vers le milieu de la piste jusqu'à l'instant 3,9 s (Figure H-1, b). A partir de la 4ème seconde, la bande chaude et ses gradients persiste sur le tiers intérieur de la piste de frottement. Ces gradients s'intensifient pour devenir des points chauds larges (Figure H-1, c et d) qui sollicitent fortement la piste de frottement sur le tiers interne. À la fin du freinage, les gradients thermiques perdent leur intensité tout en restant localisés sur le tiers interne de la piste de frottement. Ces phénomènes thermiques sont semblables à ceux observés dans le cas de la garniture industrielle avec des intensités différentes.

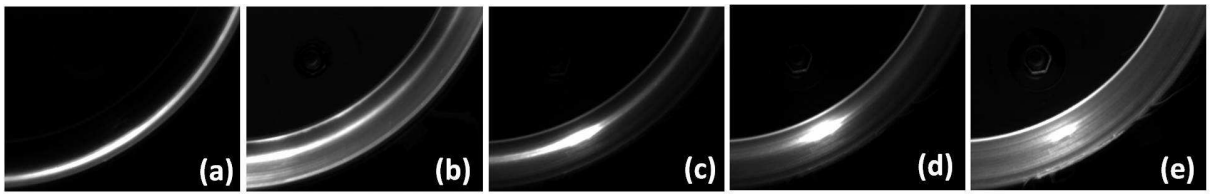



*Figure H-1. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture M à différents instants de freinage a) 1,4 s, b) 3,4 s, c) 6,3 s, d) 11,9 s, e) 19,5 s*

Dans le cas de freinage réalisé sur la garniture ML, une bande chaude avec gradients apparait au début du contact sur le rayon extérieur de la piste de frottement (Figure H-2, a). Cette bande persiste sur le rayon extérieur jusque la 4ème seconde du freinage où elle effectue un saut vers le milieu de la piste (Figure H-2, b). La bande chaude s'installe ensuite sur le rayon médian de la piste de frottement jusqu'à la 9ème seconde (Figure H-2, c). Pendant les 12 dernières secondes du freinage, des points chauds se forment dans la bande sur le tiers intérieur de la piste (Figure H-2, d et e).

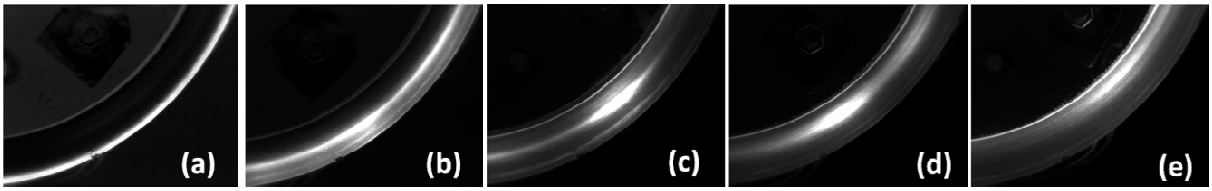



*Figure H-2. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture ML à différents instants de freinage a) 0,3 s, b) 4,2 s, c) 7,8 s, d) 9,4 s, e) 17,6 s*

Des phénomènes thermiques semblables sont observés dans le cas de MV. Les localisations de type bande chaude avec gradients sont apparues sur le tiers extérieur de la piste de frottement pendant les 8 premières secondes (Figure H-3, a et b). A partir de cet instant, les localisations sont localisées au milieu de la piste et s'y maintiennent jusqu'à la 13$^{ème}$ seconde (Figure H-3, c). La fin du freinage est marquée par la formation de point chauds dans la bande qui se situe sur le tiers intérieur de la piste (Figure H-3, d).

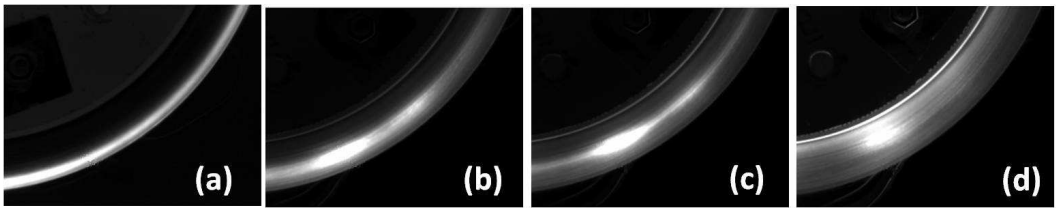



*Figure H-3. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture MV à différents instants de freinage a) 1 s, b) 6,8 s, c) 8,9 s, d) 12,8 s*

Les degrés numériques (DL) moyens de rayonnement infrarouge relevés sur les pistes de frottement du disque reflètent aussi l'équivalence de l'intensité des phénomènes thermiques que subissent les surfaces. Les degrés moyens (courbes moyennes tracées en blanc) varient au tour de 1500 DL pour les deux garnitures ML et MV (Figure H-4). Des fluctuations dues à l'apparition de points chauds dans la bande sont aussi enregistrées pour les deux garnitures avec des degrés numériques maximaux de 3000 DL. Ces pics sont moins intenses que ceux enregistrés dans le cas de la garniture modèle.

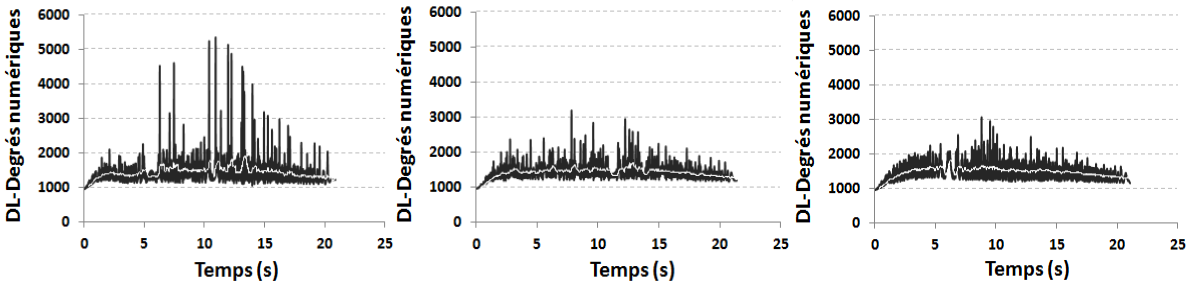



*Figure H-4. Suivis temporels de la variation des degrés numériques moyens de rayonnement infrarouge de la piste de frottement pendant les essais de freinage d'arrêt des garnitures : (a) M (b) ML et (b) MV*

## H.2. Essai de perte d'efficacité : Succession de freinages de ralentissement répétés

Une bande chaude avec gradients thermiques apparait au début du freinage sur le tiers extérieur de la piste de frottement (Figure H-5, a). La bande chaude s'élargit pour couvrir la piste jusqu'au rayon médian (Figure H-5, b) à l'instant 5,5 s. A partir de cet instant, les localisations thermiques couvrent les deux tiers intérieurs de la piste de frottement (Figure H-5, c). Elles s'atténuent peu à peu jusqu'à la fin du ralentissement (Figure H-5, d).

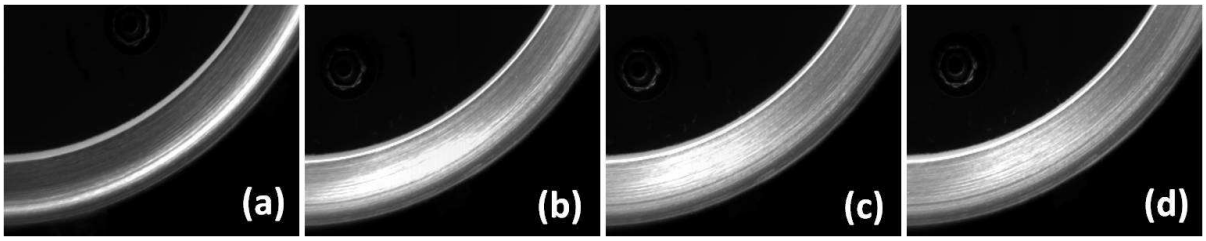



*Figure H-5. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture M à différents instants du dernier ralentissement a) 0,2 s, b) 5,5 s, c) 9 s, d)13,3 s*

Les figures H-6 et H-7 montrent des thermogrammes enregistrés pendant les derniers freinages de la série des ralentissements réalisés avec les garnitures ML et MV. Des localisations circonférentielles intenses prennent naissance dés le début des deux freinages, formant rapidement des points chauds. Ils s'élargissent radialement jusqu'à solliciter toute la largeur de la piste de frottement.

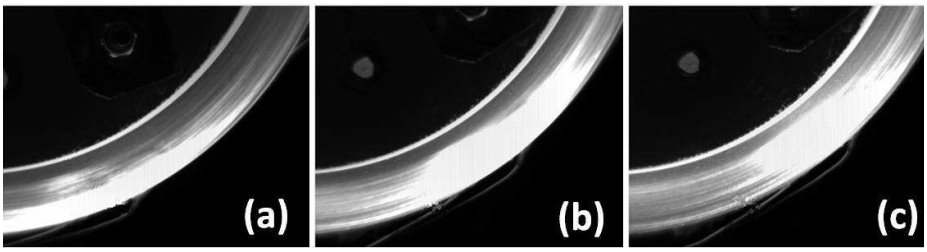



*Figure H-6. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture ML à différents instants du dernier ralentissement a) 0,2 s, b) 2,8 s, c) 10,4 s*

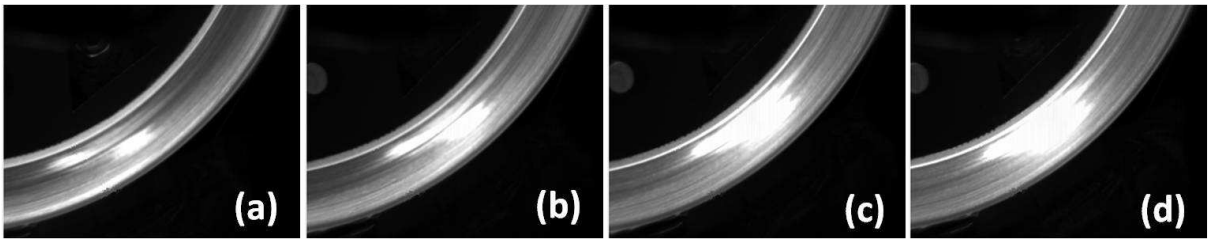



*Figure H-7. Thermogrammes du disque frottant contre la garniture MV à différents instants du dernier ralentissement a) 0,3 s, b) 2,3 s, c) 5,1 s, d) 10,8 s*

Des fortes fluctuations et des degrés numériques de rayonnement infrarouge élevés sont obtenus (Figure H-7). Les températures de masse des disques, étaient plus élevées dans le cas d'essai avec la garniture ML. Davantage de chaleur est accumulée dans le disque dans ce cas. A la surface, les DL montrent des fluctuations importantes variant entre 5000 et 15000 DL pour les disques frottants contre les trois garnitures simplifiées. Les courbes moyennes tracées en blanc au milieu des signaux montrent aussi des évolutions similaires.

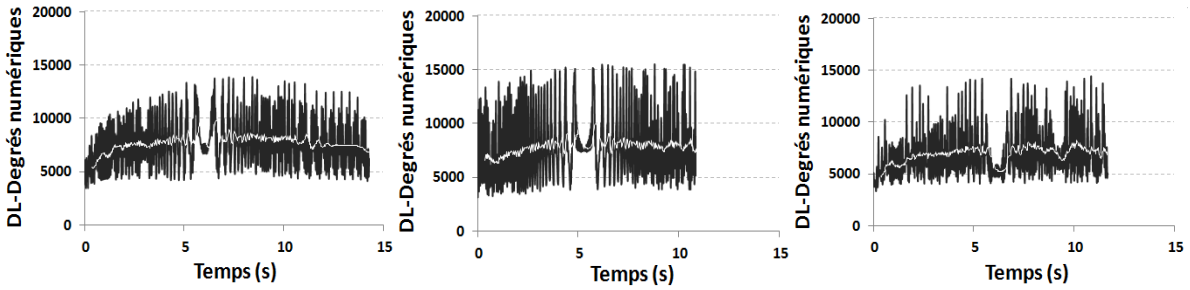



*Figure H-8. Suivis temporels de la variation des degrés numériques moyens de rayonnement infrarouge de la piste de frottement pendant les derniers freinages de la succession de ralentissement avec cumul de chaleur : (a) M, (b) ML et (c) MV*

UNIVERSITÉ DE SFAX
ÉCOLE NATIONALE D'INGENIEURS DE SFAX
UNIVERSITÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE
ÉCOLE CENTRALE DE LILLE

Titre de la thèse :

# ANALYSE TRIBOLOGIQUE DU ROLE DE CONSTITUANTS DANS LES PERFORMANCES DE MATERIAUX COMPOSITES ORGANIQUES POUR GARNITURES DE FREIN

**Mouna BAKLOUTI**

## Résumé :

Le rôle des constituants au sein des matériaux de friction pour garniture de frein est encore mal connu du fait, d'une part de la complexité des formulations de ces matériaux composites organiques, d'autre part de la sollicitation induite par le freinage qui engendre de multiples phénomènes physiques. Il s'avère donc particulièrement difficile d'établir les liens entre la composition d'une garniture et ses performances. Les travaux ont concerné une garniture de frein industrielle pour véhicule poids lourd. Une étude préalable a été réalisée du point de vue de sa microstructure et de ses constituants, de ses propriétés, de son élaboration et de ses performances en freinage. La démarche expérimentale adoptée a reposé sur le développement i) d'une formulation « modèle », déduite de la formulation industrielle par simplification de la composition, ii) d'un essai d'usure représentatif de sollicitations de freinage, pour aborder le fonctionnement tribologique des constituants dans une configuration simplifiée. Deux constituants ont été plus particulièrement étudiés, des particules de laiton et des fibres de verre introduites dans la formulation modèle prise en référence. L'analyse des performances a porté sur la compréhension des liens entre les mécanismes de frottement et d'usure, la microstructure et les propriétés des matériaux et leur comportement tribologique.

## Abstract:

The role of the constituents within friction materials for brake lining still largely unknown due to the complexity of these organic composite formulations and to the induced solicitation by braking which generates multiple physical phenomena. Therefore, it is especially difficult to establish the relationship between the composition of a brake lining and its performance. The work has concerned an industrial brake lining for heavy vehicle. A preliminary study was conducted in terms of its microstructure, constituents, properties, elaboration and its braking performance. The experimental approach was based, on the one hand, on the development of a "model" formulation, derived from the simplification of the industrial one and, on the other hand, on a specific wear test representative of braking solicitations, to take up the tribological behaviour of constituents in the framework of a simplified configuration. Brass particles and glass fibres have been particularly studied, introduced into the model formulation taken as a reference. The analysis of performance has focused on understanding the relationship between friction and wear mechanisms, microstructure and properties of materials, and their tribological behaviour.