

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
ECOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DES MINES ET DE LA MÉTALLURGIE
ENSMM-Annaba



DÉPARTEMENT DE SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX
Mémoire Présenté en vue de l'obtention du diplôme de master
Spécialité : Ingénierie des surfaces

THÈME

**ÉTUDE TRIBOLOGIQUE D'UN ALLIAGE
DE TITANE « Ti6Al4V » TRAITÉ PAR
NITRURATION IONIQUE**

Présenté par : ATTABI Selma.

Encadré par : Dr TAIBI Yasmina.

Co-encadré par : Mme MOKHTARI Majda.

Membres de jury :

- Dr N.Matougui.....Président .
- Mme L.KAHLOUL.....Rapporteur.

Juin 2016



Dédicaces

Je dédie ce mémoire:

À **Mon dieu**, le clément et le Miséricordieux et de fidélité. C'est avec la bénédiction d'ALLAH que j'ai pu compléter ce travail.

À mes chers parents **Messaouda** et **Chellali**, qui m'ont tout donné pour arriver ici. C'est grâce à vous que je suis cette personne-là. Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers vous. Que dieu vous garde pour moi, que vous seriez toujours fiers de moi.

À mon cher frère **Soufiane « ELWAZIR »**, la pupille de mes yeux. Pour toute ta générosité, pour tout ton soutien et pour ton soin. Que dieu te donne la force et le courage pour réaliser ton rêve.

À mes chères sœurs que j'ai vis avec eux autant des moments inoubliables. À toi **Sana** pour toute ta charité, pour ton soutien, pour tes conseils et pour tous ce que tu m'as donné jusqu'à ce jour-là. Tu as été et toujours mon exemple. À toi **Nabila, Saida, et Khaoula**, que dieu vous apporte le meilleur. A ma petite puce et la drôle **Rahma**, l'étoile de nos jours, que dieu me garde pour toi. À l'épouse de mon frère **Meriem** qui viens de compléter notre famille.

À tous mes chers neveux : **Nasser eddine, Hibat Errahman, Douaa Elhouda, Rahaf, Amina, Ahmed Anas, et Abed elmoumen**. Que dieu vous garde toujours autour nous.

À ma **sweet sahar**, la personne la plus adorable que j'ai connue, à toi ma belle amie. Pour tous ce qu'on a vit ensemble, et pour tous nos souvenirs inoubliables. J'avais durant ces années, la chance que nous sommes devenus les meilleurs amis. Je te dédie mon mémoire pour ton sourire et pour tes larmes, pour nos rires et pour nos soucis. Tu as été toujours mon âme sœur que dieu m'a donné avec tant de générosité. Je ne pourrai jamais t'exprimer ce que j'ai pour toi.

À toi aussi **Bouthaina**, que je souhaite te revoir encore une fois.

À **Soumia** et **Souad** qu'ont me fait vivre les meilleurs moments à l'école.

À toutes les personnes que j'ai connues et je n'ai pas cité ici.

À toute la promotion de 2016.

À moi-même

Selma

Remercîments

*Je tiens à remercier en premier lieu, et avec toute ma gratitude, mon encadreur l'honorable **Dr. Y.Taibi**, pour son soutien, pour son temps consacré avec moi, et pour son aimable encouragement. C'était un grand plaisir que vous me guidiez durant la réalisation de ce travail.*

*Je remercie également mon co-encadreur la respectueuse **Mme M.Mokhtari** pour son gracieux accueil, son aide, et son soutien.*

*J'exprime mes remerciements à la respectueuse **Dr N.Matougui** pour avoir accepté d'être le président de mon jury, et à la vénérable **Mme L.Kahloul** pour avoir accepté d'examiner mon mémoire.*

*Un grand merci à l'équipe de laboratoire SGM de l'ENSMM, à la généreuse **Mme S.Meddah** qui n'a jamais hésité à donner de l'aide, aux sympathiques **Mme Zeddouri Hakima, Rym, Nadir, et Hichem**. J'avais vraiment l'honneur de travailler avec vous.*

J'adresse mes remerciements à tous les enseignants que j'ai connus pendant mon cursus.

*Je remercie **Mr Zouied Hichem**, l'ingénieur de l'entreprise EPE/spa Etrag de Constantine, qui m'a permis de réaliser mon travail de la manière que j'ai voulu l'être.*

*Je tiens de remercier **Pr Mohammed Labaiz** pour ses conseils, et pour ses réponses qui m'ont permis de détecter tant de choses dans ce travail. J'exprime tous mes respects envers lui.*

Je remercie enfin ma famille et tous mes ami(e)s pour m'avoir soutenu tout au long de mon mémoire.

Table des matières

Dédicaces	
Remerciements	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Résumé	
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
1. RAPPELS THÉORIQUES SUR L'USURE ET LE FROTTEMENT.....	2
I.Généralités	2
II.Frottement et usure	2
II.1.Frottement solide	2
II.2.Usure	3
II.2.1. Usure abrasive.....	3
II.2.2. Facteurs influençant l'abrasion d'un matériau	5
II.2.3. Usure adhésive	5
II .3. Comportement tribologique du Ti6Al4V et son amélioration par la nitruration ionique.....	5
II.3.1.Mode opératoire	6
II.3.2.Recherche bibliographique.....	7
2. MATÉRIUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES	9
I. Analyse chimique.....	9
II.Traitement de surface : la nitruration ionique.....	9
III.Analyse microstructurale.....	10
III.1. Microscopie optique	10
III.2. Microscopie électronique à balayage	11
IV. Caractérisation mécanique : Microdureté	12
V. Test tribologique.....	13
3.RÉSULTATS ET DISCUSSIONS	15
I. Alliage à l'état brut	15
I.1. Analyse microstructurale	15
I.2.Microdureté.....	15
I.3. Test tribologique	15
I.4. Analyse du matériau après test tribologique	16
I.4.1. Estimation de la perte de masse	16
I.4.2. Analyse par le MEB de la trace d'usure	17
II. Alliage à l'état nitruré.....	18
II.1. Analyse par microscope électronique à balayage	18

TABLE DES MATIÈRE

II.2. Microdureté	18
II.3. Test tribologique.....	19
II.4. Analyse du matériau après test tribologique.....	20
II.4.1. Estimation de la perte de masse	20
II.4.2. Analyse par le MEB de la trace d'usure	21
CONCLUSION GÉÉRALE	23
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	24

Liste des figures

1. RAPPELS THÉORIQUES SUR L'USURE ET LE FROTTEMENT

Figure 1.1 : Schéma du processus de frottement	2
Figure 1.2 : schémas représentatifs de l'abrasion à deux et à trois corps et mécanismes de l'usure abrasive ...	4
Figure 1.3 : Schéma de l'usure adhésive	5
Figure 1.4 : Four de nitruration ionique	7
Figure 1.5 : Digramme d'équilibre Ti-N	7
Figure 1.6 : Mécanisme de formation des couches nitrurées	8

2. MATÉRIUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Figure 2.1 : Vue de four de nitruration ionique utilisé	10
Figure 2.2 : Vue du microscope NIKON utilisé	11
Figure 2.3 : Vue de microscope électronique à balayage utilisé	12
Figure 2.4 : Vue du microduromètre INNOVATEST utilisé	12
Figure 2.5 : Vue du tribomètre TRB utilisé	13
Figure 2.6 : Schéma expliquant le principe d'une mesure par un tribomètre	13

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Figure 3.1 : Microstructure de l'alliage Ti6Al4V à l'état initial obtenue par MO.	15
Figure 3.2 : Microstructure de l'alliage Ti6Al4V à l'état initial obtenue par MEB.	15
Figure 3.3 : Mesures de coefficient de frottement : échantillon brut, charge 5N	16
Figure 3.4 : Mesures de coefficient de frottement : échantillon brut, charge 10N	16
Figure 3.5 : Piste de frottement vue par MEB : charge 5N	17
Figure 3.6 : Piste de frottement vue par MEB : charge 10N	18
Figure 3.7 : Micrographie d'une coupe transversale de l'alliage Ti6Al4V nitruré obtenue par MEB.	18
Figure 3.8 : Profil de microdureté du Ti6Al4V après sa nitruration ionique.	19
Figure 3.9 : Mesures de coefficient de frottement : échantillon nitruré, charge 5N	20
Figure 3.10 : Mesures de coefficient de frottement : échantillon nitruré, charge 10N	20
Figure 3.11 : Piste de frottement vue par MEB : échantillon nitruré, charge 5N	22
Figure 3.12 : Piste de frottement vue par MEB : échantillon nitruré, charge 10N	22

Liste des tableaux

2. MATÉRIUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Tableau 2.1 : Composition chimique de l'alliage de titane Ti6Al4V étudié 9

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau 3.1 : Mesures des masses avant et après le test tribologique et les pertes de masse produites..... 17

Tableau 3.2 : Mesures des masses avant et après le test tribologique des échantillons nitrurés 21

Tableau 3.3 : Mesures des largeurs des pistes de frottement après le test tribologique des échantillons bruts et nitrurés 22

Résumé :

Le principe de cette étude se repose sur l'application d'un traitement de nitruration ionique en vue de l'amélioration du comportement tribologique d'un alliage de titane « le Ti6Al4V », connu par sa faible résistance à l'usure. L'incorporation de l'azote dans la surface engendre un grand durcissement, voire une microdureté plus grande 4,5 fois de celle de l'état non traité. Ce durcissement s'explique probablement par la formation des nitrures de titane de type Ti_2N et/ou TiN , sur une couche d'une épaisseur de 1,4 μm . Cette dernière a été observée par le microscope électronique à balayage, et la profondeur de nitruration de 100 μm , a été mesurée par un profil de microdureté. Le coefficient de frottement du métal nitruré présente une optimisation par rapport à celui du métal nu même avec augmentation de la charge appliquée. Encore, sa piste de frottement se rétrécisse et donc l'usure demeure plus au moins superficielle.

Mots clés: Ti6Al4V, usure, coefficient de frottement, nitruration ionique.

Abstract :

The principle of this study is based on the application of an ion nitriding treatment to improve the tribological behavior of a titanium alloy "the Ti6Al4V ", known for its low wear resistance . The incorporation of nitrogen in the surface generates a large hardening, greater with 4.5 times that of the untreated state . This hardening is probably explained by the formation of Ti_2N and/or TiN nitrides on a layer of 1.4 microns in thickness. This coating was observed by the scanning electron microscope , and the depth of nitriding of 100 μm , was measured by a micro hardness profile. The coefficient of friction of Ti6Al4V was equally optimized compared with the metal untreated, this remain true even with increasing of the applied load. Thus, the wear stills more superficial than the initial state.

Key words: Ti6Al4V, wear, friction coefficient, ion nitriding.

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Depuis leur invention, les alliages de titane sont devenus les métaux les plus demandés grâce à leur réponse satisfaisante aux différentes exigences industrielles. Tous les secteurs d'industries presque utilisent ces alliages, à savoir l'aérospatiale, l'aéronautique, l'industrie marine, chimique et la biomédecine. Cette dernière par exemple, considère l'alliage Ti-6Al-4V comme son premier métal à utiliser depuis 30 ans. Le grand succès de ces matériaux revient à leur meilleure combinaison entre les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

Le Ti-6Al-4V est l'un des premiers alliages de titane inventés et intensivement étudiés, il offre des excellentes propriétés avec une légèreté intéressante. Ces propriétés s'englobent en une meilleure résistance à la corrosion, des propriétés mécaniques intéressantes, une biocompatibilité, et une possibilité de travail dans un large domaine de température. Ces caractéristiques spécifiques font que cet alliage est le plus produit sans conteste en prenant 50% du marché industriel [1].

Cependant, il existe une défaillance de cet alliage qui limite son emploi. Du fait de sa faible propriété tribologique, le T6AV est reconnu pour avoir de mauvais comportement à l'usure et au frottement. C'est pour cela qu'il est rarement employé dans les applications industrielles où les pièces sont souvent soumises à des mouvements provoquant un frottement ou un glissement.

Les mécanismes de frottement et de glissement engendrent l'usure du matériau à partir de sa surface, ce qui arrache la matière et provoque également d'autres pertes économiques considérables. Ainsi, pour corriger cette faiblesse et pour qu'il soit conforme aux exigences industrielles, la surface du Ti-6Al-4V doit être revêtue ou traitée. La nitruration ionique est d'ailleurs un traitement de surface répondant efficacement à ces besoins. En effet, nous avons choisi dans cette étude d'incorporer l'azote dans la surface du Ti-6Al-4V avec un bombardement ionique, et comparer ensuite son comportement vis-à-vis à l'usure, par rapport à son état nu.

Sur la base de cet objectif, nous divisons notre travail en trois parties : la première partie regroupe une synthèse théorique sur les notions principales de frottement et de l'usure, appliqués ensuite particulièrement sur l'alliage étudié « le Ti-6Al-4V, la deuxième partie cite les moyens expérimentaux utilisés dont le tribomètre est le test principal qui nous permet d'estimer l'amélioration des propriétés anti-usure du Ti-6Al-4V étudié, et la dernière partie comprend tous les résultats avec une discussion justifiée de l'ensemble de ces conséquences.

2.RAPPELS THÉORIQUES SUR L'USURE ET FROTTEMENT

I. Généralités :

Au cours de l'usage d'un objet, les mouvements produits souvent par frottement entraînent sa dégradation et effectivement sa perte d'utilité. Les problèmes reliés à l'usure des matériaux sont nombreux et se rencontrent dans tous les secteurs d'activités. A chaque fois qu'une surface se déplace sur une autre, une certaine forme d'usure apparaît. En effet, l'aspect économique de l'usure a incité et justifiée son étude très précise afin de déterminer ses origines, et donc réduire ses effets. Cet aspect, évidemment négatif, se traduit par la chaleur produite au cours de frottement, les pertes en matières par usure et le coût des lubrifiants. [2, 3].

II. Frottement et usure:

II.1.Frottement solide:

Le coefficient de friction est défini de la façon suivante : Soit une charge N appliquée de façon normale sur un corps (son poids ou une force imposée) et une force T appliquée sur le bord de l'objet de telle sorte que sa vitesse soit constante. Une force de réaction R vient compenser les deux premières forces (**Figure 1.1**).

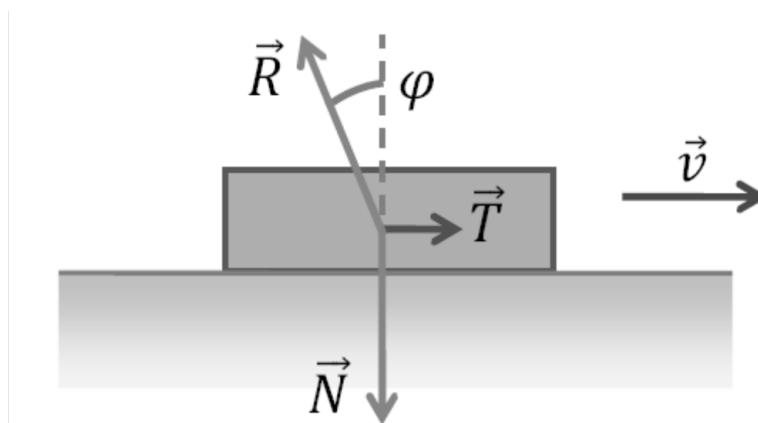


Figure 1.1. Schéma du processus de frottement.

Le coefficient de friction est alors défini comme :

$$f = \tan\varphi = \frac{\|\vec{T}\|}{\|\vec{N}\|}$$

Une autre définition est souvent utilisée : deux solides en contact le long d'une surface d'aire S ne peuvent glisser l'un sur l'autre que si on leur applique une force T tangentielle à la surface, suffisante pour vaincre le frottement. Cette force croît proportionnellement à la force normale N , qui s'exerce perpendiculairement à la surface S :

$$\mathbf{T} = \mu_s \cdot \mathbf{N} \text{ (La loi de Coulomb)}$$

2.RAPPELS THÉORIQUE SUR L'USURE ET FROTTEMENT

Où μ_s est le **coefficient de frottement statique** des deux matériaux.

Le coefficient de friction est dépendant de nombreux paramètres, comme le type de matériau utilisé, la vitesse de friction, les traitements de surface appliqués à ces matériaux, et l'environnement extérieur. Plus ce coefficient est faible, plus les pertes d'énergies par friction sont faibles. Habituellement, le coefficient de frottement mesuré est correspondant à un couple bien défini, par exemple, le coefficient de friction du couple Ti6Al4V - aluminium est de 0.55 en milieu non lubrifié [4], ce qui sera les conditions de tests dans notre étude [5].

D'ailleurs, l'origine physique du phénomène de frottement réside dans la création de microsoudures, par contact à l'échelle atomique entre les aspérités des surfaces des deux solides en l'absence de lubrification. Par fluage de ces aspérités, la surface de contact s'accroît avec la force normale et avec le temps [5].

II.2. Usure :

L'usure peut être produite par un contact de glissement (frottement), ou de roulement entre les surfaces de deux solides, ou bien par l'écoulement sur une surface d'un fluide chargé de particules solides (érosion). Dans le premier cas, on distingue souvent entre l'usure abrasive (à deux corps ou à trois corps) et l'usure adhésive [3].

II.2.1.Usure abrasive :

L'usure abrasive est un phénomène mécanique d'enlèvement de matière causé par le glissement ou le roulement des particules dures sur une surface sous l'effet d'une pression externe [3]. Il existe deux processus différents de ce phénomène : l'usure abrasive à deux corps et l'usure abrasive à trois corps comme le montre la **figure 1.2a**. En effet, au cours de leur mouvement, si les particules fortement ancrées à la surface d'un matériau pénètrent la surface d'un autre matériau, on parle de l'usure abrasive à deux corps ; Si ces particules sont libres de glisser entre les deux surfaces, on parle donc de l'usure abrasive à trois corps.

Les mécanismes responsables de l'enlèvement de matière sont le labourage, la coupe, la fatigue de surface et la fragmentation (**figure 1.2b**). Toutefois, le labourage est le mécanisme le plus dominant pour les matériaux ductiles, et la coupe reste particulièrement repérée pour les matériaux fragiles. A noter cependant, qu'aucun mécanisme n'est responsable à lui seul des pertes de matière [3, 6].

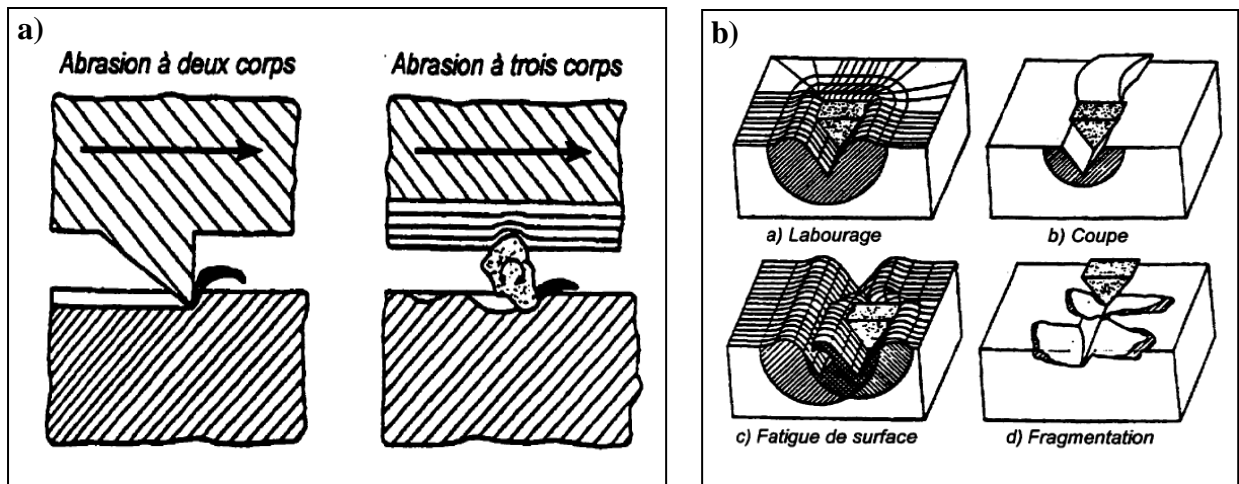


Figure 1.2. Schémas représentatifs : a) l'abrasion à deux corps et à trois corps ; b) mécanismes de l'usure abrasive.

II.2.2.Facteurs influençant l'abrasion d'un matériau [3]:

L'abrasion d'un matériau est effectivement influencée par certains facteurs dont le degré d'influence est plus ou moins significatif.

En premier lieu, la dureté est la première propriété à tenir en compte, lorsqu'on veut prévoir la résistance à l'abrasion d'un matériau. En effet, la dureté est inversement proportionnelle avec la perte en matière, autrement dit, plus le matériau est dur plus qu'il résiste à sa pénétration par les particules abrasives. A dureté égale, les métaux purs présentent des propriétés plus intéressantes que les alliages et les céramiques.

En deuxième lieu, la ténacité qui est une mesure de la résistance à la propagation des fissures, y joue un rôle important. Si la charge appliquée au matériau demeure inférieure à un seuil critique dépendant de sa ténacité, cette dernière demeure sans effet. Cependant, et au cas contraire, il faut avoir une ténacité relativement élevée afin d'éviter le mécanisme de fragmentation même si la dureté est diminuée. Ceci ne constitue pas un obstacle contre l'augmentation de la dureté, car selon les conditions auxquelles le matériau est soumis, une résistance à l'abrasion optimale peut être obtenue par la constitution d'un compromis entre la dureté et la ténacité du matériau en question.

En outre, la présence d'une seconde phase dans le matériau est également un facteur à prendre en compte. En effet, une matrice ductile dans laquelle des éléments durs sont insérés est effectivement plus résistante à l'usure abrasive. Toutefois, ceci dépend de la grosseur et de la concentration de la phase introduite. Ainsi, dans certains cas, la ténacité peut être baissée diminuant la résistance à l'usure abrasive du matériau.

En dernier lieu, les propriétés de l'abrasif influent directement sur l'aptitude à l'abrasion d'un matériau. Il est évident que l'abrasif doit être plus dur que le matériau pour qu'il puisse le rayer et

2.RAPPELS THÉORIQUE SUR L'USURE ET FROTTEMENT

pénétrer. En plus, un abrasif de forme angulaire est plus pénétrant qu'un autre arrondie. La dimension des particules abrasives joue de sa part également un rôle significatif ou le maintien de la dimension des particules sous un seuil critique diminue sensiblement le taux d'usure.

II.2.3. L'usure adhésive :

L'usure adhésive est un phénomène physico-chimique provoquée par le mécanisme de transfert matière entre deux surfaces pendant leur mouvement relatif, qui est due de sa part par un processus de soudure en phase solide. Autrement dit, pendant leur mouvement, la matière d'une pièce est transférée vers l'autre par un soudage en phase solide (**figure.1.3**). En effet, si les métaux en contact sont solubles l'un dans l'autre, il y a formation des liaisons interatomiques ou intermoléculaires formant des alliages à l'interface par diffusion.

D'ailleurs, le mécanisme engendré au niveau de l'interface dépend essentiellement de celle-ci. Si l'interface est moins solide que les pièces, les jonctions se cisailent par rupture adhésive, l'usure est donc modérée, douce ou quasi nulle. Par contre, si l'interface est plus solide qu'une des pièces, il y a rupture cohésive, donc usure sévère et grippage. L'interface se fixe sur la pièce la plus résistante ou se détache sous forme des particules qui, écrouies et oxydées, peuvent contribuer à l'adhésion [3,6].

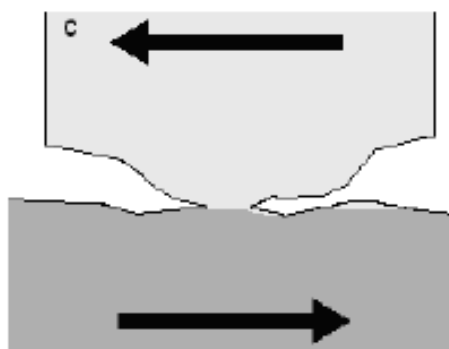


Figure 1.3. Schéma de l'usure adhésive.

III. Comportement tribologique du Ti6Al4V et son amélioration par la nitruration ionique :

Les alliages de titane sont souvent jugés par leur mauvais comportement tribologique. Ce dernier est dû par leur coefficient de frottement élevé, ce qui provoque une dissipation d'une grande énergie et une perte en matière également considérée. En effet, l'utilisation de ces alliages nécessite la plus grande attention des conditions de contact, c'est-à-dire du matériau antagoniste et des paramètres de glissement. Par exemple, pour des assemblages avec des boulons en titane, il est conseillé d'utiliser un acier inoxydable en contact avec une lubrification à base de polyéthylène téréphtalate fluoré (PTFE) pour éviter tout phénomène de grippage susceptible de se produire [7].

2.RAPPELS THÉORIQUE SUR L'USURE ET FROTTEMENT

Dans ce sens, plusieurs solutions ont été trouvées pour corriger ces problèmes. Etant donné que le frottement et donc l'usure sont des phénomènes de surfaces, l'emploi de revêtements anti-usure et des traitements de surface permet d'utiliser le titane et ses alliages pour des applications mécaniques où les conditions de service peuvent être sévèrement dangereuses. La nitruration est l'une des traitements de surface habituellement utilisés; D'une manière générale, elle se définit comme étant un traitement thermo-chimique de diffusion de l'azote dans la surface du métal. Elle est classée selon l'atmosphère employée en nitruration gazeuse, nitruration liquide en bain de sel, et la nitruration ionique. Cette dernière est un traitement de surface très utilisée et également efficace si on vise l'amélioration des propriétés tribologiques du Ti6Al4V. D'ailleurs, l'intérêt de ce traitement revient à l'amélioration de la résistance au frottement, à l'usure, au grippage et même à la corrosion. Ces intérêts sont plutôt le résultat de l'amélioration de la dureté. Les microduretés augmentent avec le temps et la température du traitement de nitruration. Les paramètres définis pour réaliser un traitement de nitruration influent également sur la microstructure et sur l'épaisseur de la couche de nitrures de titane obtenue. Une augmentation de la pression d'azote, du temps ou de la température suscite une augmentation de l'épaisseur de couche. En fait, la surface obtenue après ce traitement peut être utilisée par exemple pour des outils de coupe, vu qu'elle les protège de l'usure et leur confère une durée de vie plus étendue [3,8].

Donc, nous avons choisi pour notre étude la nitruration assistée par plasma, cette nitruration ionique consiste à incorporer l'azote dans la surface par un bombardement ionique d'un gaz réactif constitué d'un mélange de l'azote, de l'hydrogène, et parfois avec de l'argon. Le processus s'effectue à une température entre 500 et 600°C.

III.1 Mode opératoire :

Dans une enceinte contenant un mélange gazeux à base d'azote sous une pression de 10 à 10³ Pa, on applique une tension continue, comprise entre deux électrodes. L'échantillon à traiter fait office de cathode et les parois de la cuve d'anode (**voir figure 1.4**). Le courant et la tension sont choisis de manière à provoquer une décharge lumineuse qui conditionne le départ et l'accélération des électrons libres de l'échantillon métallique vers les surfaces anodiques du four. Lorsque ces électrons entrent en collision avec les molécules de gaz proches de la surface de l'échantillon, celles-ci s'ionisent, c'est-à-dire, qu'elles libèrent un ou plusieurs électrons de valence qui peuvent percuter d'autres molécules et libérer ainsi d'autres électrons. De plus, le champ électrique au voisinage de la cathode et de l'anode est suffisamment élevé pour provoquer ainsi l'ionisation des atomes de l'atmosphère gazeuse au voisinage des pièces. L'ensemble des particules ionisées constitue ainsi le plasma dans lequel les ions négatifs formés sont attirés par l'anode tandis

2.RAPPELS THÉORIQUE SUR L'USURE ET FROTTEMENT

que les ions positifs sont attirés par la cathode. C'est le cas des ions d'azote, qui sont majoritairement positifs et sont attirés par la pièce à traiter. L'interaction entre les ions d'azote et la matière conduit alors à un processus d'absorption et, suivant les paramètres de traitement, à la formation de nitrures et à la diffusion d'azote atomique à travers la section de la pièce [9].

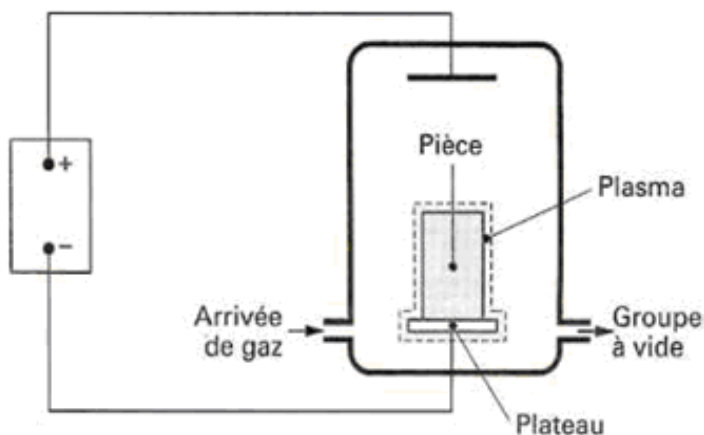


Figure 1.4. Principe d'un four de nitruration ionique

III.2.Recherches bibliographique :

Selon le diagramme d'équilibre (figure 1.5), l'azote possède une grande solubilité dans le $Ti(\alpha)$, et de ce fait, il durcit cette phase très efficacement où on observe généralement une zone de diffusion constituée de α -Ti sursaturée en azote et une couche superficielle de TiN avec quelques fois la présence d'une couche Ti_2N sous-jacente. Le résultat étant une dureté de surface très élevée qui peut arriver à 3000 Hv [3,10]. Le mécanisme de formation des couches nitrurées est illustré dans la figure 1.6.

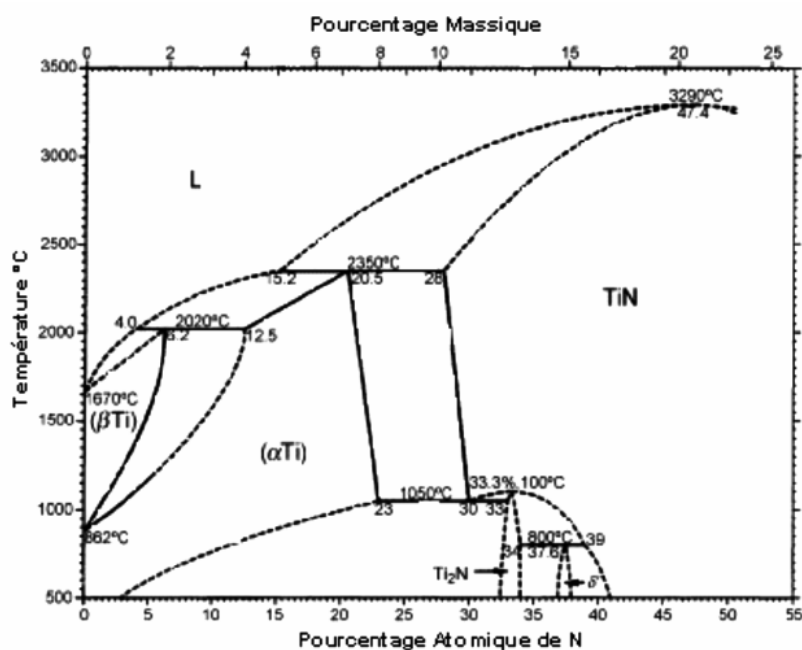


Figure 1.5. Diagramme d'équilibre titane-azote [11].

2.RAPPELS THÉORIQUE SUR L'USURE ET FROTTEMENT

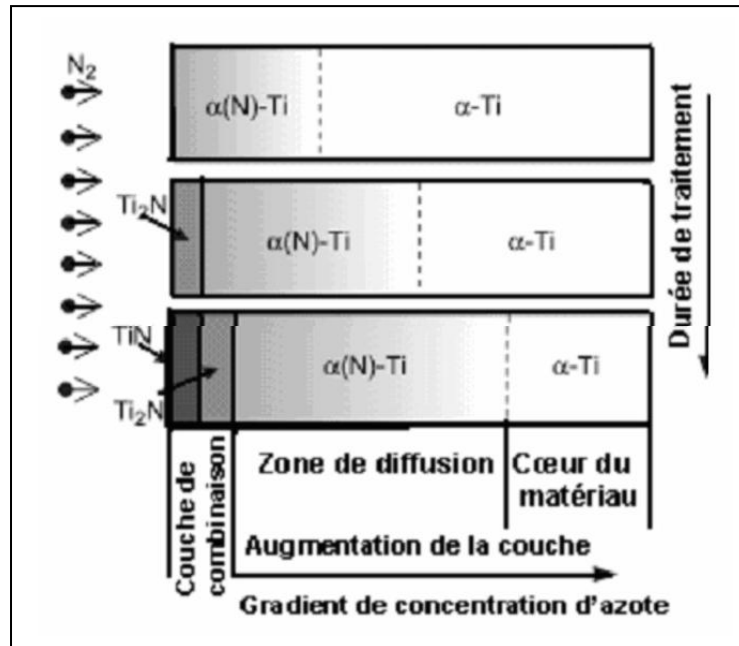


Figure 1.6. Mécanisme de formation des couches nitrurées [8].

Il existe beaucoup de travaux qui ont traité de l'amélioration des alliages de titane et du Ti-6Al-4V particulièrement par la nitruration ionique. Aravind Vadiraj et M. Kamaraj [12] ont amélioré la surface du Ti-6Al-4V par une nitruration ionique pendant 4h, à une température de 500 °C, et avec une pression de 480 à 520 Pa, ceci a permis la formation de TiN et de Ti_2N sur une couche de 7 μm avec une dureté de 956 Hv. Les échantillons sont testés à l'usure, et ils ont présenté la meilleure résistance par rapport aux échantillons qui ont été traités par une implantation ionique, une déposition d'un revêtement TiN par PVD, une oxydation thermique ou une nitruration au laser. Une autre étude réalisée par Masashi Yoshida, Ryuta Ichiki et Noah Utsumi [13] consistait à une nitruration du titane pur avec changement des paramètres de traitement, ils ont conclu que la profondeur des couches nitrurées et leurs duretés dépendent fortement du temps de traitement, toutefois, pour les températures de traitement inférieures à 700 °C, la profondeur de nitruration ne dépend pas du temps de traitement. Un autre travail sur un alliage β montre l'influence de la température et de la composition du gaz de nitruration ; Les résultats ont montré que la nitruration à une température au-dessus de la température de transus β et un gaz mélangé avec l'hydrogène donnent les meilleures profondeurs de nitruration. D'ailleurs, Il n'existe pas tant de travaux qui ont traité l'alliage pendant une durée plus longue que 20h.

2.MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Notre travail traite de l'étude des propriétés tribologiques de l'alliage de titane Ti6Al4V. Cet alliage, trouvé dans une situation de mouvement et donc de frottement, montre un mauvais comportement à l'usure, provoquant ainsi une perte de matière suite à sa dégradation. Cet alliage contient des teneurs massiques fixes en aluminium et en vanadium de 6% et 4% respectivement.

Le **Ti6Al4V** a été inventé tôt grâce à son développement accéléré. Le succès de cet alliage revient à deux raisons ; En premier lieu, il présente un bon équilibre de ses propriétés, et en second lieu, il est le plus développé et testé de manière intensive, ce qui est un avantage important, en particulier dans l'industrie aérospatiale, le plus grand utilisateur de Ti6Al4V. [1,14].

Dans le cadre de ce travail, nous allons étudier cet alliage en exploitant sa composition chimique, sa microstructure, ses propriétés mécaniques et finalement ses caractéristiques tribologiques. Comme nous l'avons dit auparavant, nous allons discuter ces termes avant et après le traitement de surface de l'alliage par la nitruration ionique. En effet, l'ensemble des techniques expérimentales utilisées sont les suivantes :

2.1.Analyse chimique :

Notre alliage est un alliage modèle dont la composition chimique est indiquée dans le **tableau 3.1**. Chaque élément d'alliage a son rôle spécifique. L'aluminium et le vanadium sont les éléments de substitution les plus importants, jouant le rôle de stabilisants de la phase α et de la phase β respectivement. Le carbone, l'oxygène et l'azote ont le même effet, qui rend le métal moins ductile à basse température. Le fer et l'hydrogène sont des stabilisants de la phase β . Le premier améliore le compromis résistance-ductilité-fluage à moyenne température et abaisse considérablement la température de transus T_{β} , ce qui permet de travailler à température plus basse. Quant à l'hydrogène, sa teneur est maintenue toutefois faible afin d'éviter la fragilisation de l'alliage.

Elément	C	O	Fe	Al	V	H	N	Ti
Pourcentage massique (%)	0,08	0,13	0,25	6	4	0,02	0,05	Solde

Tableau 2.1. Compositions chimiques de l'alliage de titane Ti-6Al-4V étudié [1].

2.2. Traitement de surface : la nitruration ionique.

La nitruration ionique est l'une des traitements de surface les plus utilisés et également les plus répandus. Elle améliore certaines propriétés des matériaux notamment leur dureté, leur résistance à l'usure, et leur résistance à la corrosion. Le principe de cette technique et son mode opératoire sont donnés déjà dans le chapitre précédent.

2. MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Les échantillons de Ti-6Al-4V ont été nitrurés dans un four de nitruration ionique (**figure 2.1**) au niveau de l'atelier des traitements thermochimiques de l'entreprise EPE/Spa Etrag de Constantine. Le procédé a été précédé par une préparation de surface par polissage afin d'éliminer la couche d'oxyde adhérente sur leur surface. Le traitement a été effectué selon les conditions opératoires fixées pour les propres besoins de l'atelier des traitements thermochimiques de l'entreprise : une température de traitement 570 °C, pendant 30 heures, avec une pression de 4 mbar.



Figure 2.1. Four de nitruration ionique utilisé.

2.3. Analyse microstructurale par microscope optique:

Dans le but d'explorer la microstructure de cet alliage, nous avons utilisé un microscope optique marque NIKON (**Figure 2.2**), branché à un micro-ordinateur permettant l'observation et l'enregistrement des micrographies par le logiciel NIS-ELEMENTS. L'observation métallographique est précédée par une préparation de l'échantillon (polissage avec un papier abrasif de granulométrie décroissante jusqu'au grade 4000, polissage de finition par l'alumine sur papier feutre, et attaque chimique pendant 30 secondes par le réactif de Kroll).

L'obtention de l'aspect miroir de la surface est nécessaire pour que la lumière soit réfléchiée par elle-même. L'appareil optique, muni de lentilles, permet le grossissement de l'image et donc d'observer de petits détails.

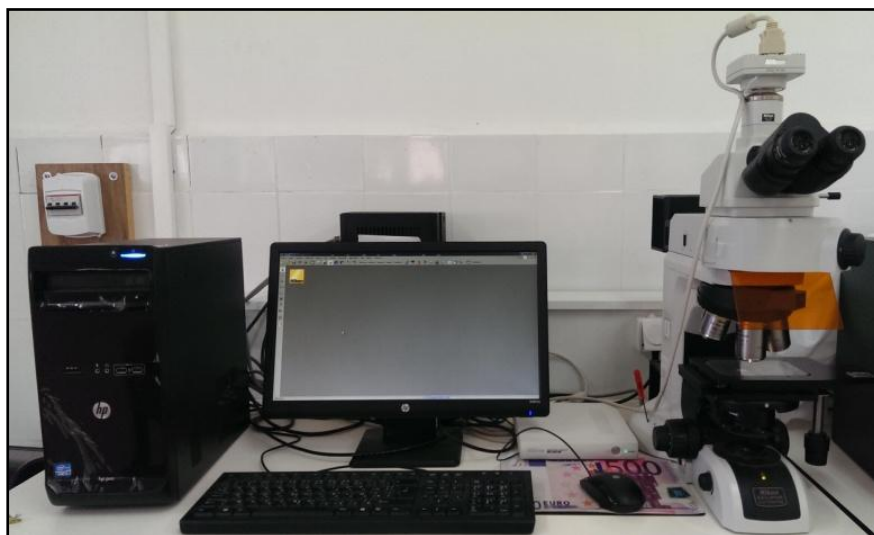


Figure 2.2. Vue microscope optique utilisé.

2.4. Analyse microstructurale par microscope électronique à balayage:

Nous avons utilisé le microscope électronique à balayage afin de visualiser les couches formées à la surface de l'alliage après la nitruration ionique. La même préparation de surface décrite ci-avant a été effectuée, sauf qu'il faut nettoyer les échantillons à ultrason avant de les attaquer chimiquement. Les observations par le microscope électronique à balayage sont accomplies au niveau du laboratoire de génie des matériaux de l'école nationale supérieure des mines et de la métallurgie-annaba- par un MEB de marque FEI (**figure 2.3**).

Ce microscope est destiné à l'observation d'échantillons secs et conducteurs ainsi qu'à l'analyse des éléments chimiques présents par un spectromètre de dispersion d'énergie EDAX (analyse EDS). L'observation de la microstructure s'effectue avec le mode d'imagerie d'électrons secondaires du MEB appelé mode SEI (Secondary Electron Imaging). Ce mode permet d'observer des objets ayant une morphologie et un relief importants. Les topographies sont obtenues via un détecteur collectant les électrons secondaires émis par l'échantillon. La résolution est de l'ordre de quelques nanomètres. Les parties sombres et claires visibles sur les images obtenues dépendent de la position des détecteurs par rapport à l'échantillon et surtout de l'angle entre le faisceau incident et la surface analysée. En effet, l'émission secondaire varie selon $\frac{1}{\cos(i_0)^p}$ où i_0 correspond à l'angle entre le faisceau incident et la normale à la surface de l'échantillon, et, $p < 1$ dépend de l'énergie des électrons incidents [10].



Figure 2.3. Vue du MEB utilisé.

2.5. Caractérisation mécanique:

Pour estimer la dureté du Ti6Al4V, nous avons accompli les essais de microdureté Vickers avant et après le traitement de nitruration ionique, à l'aide d'un microduromètre de la marque INNOVATEST (**Figure 2.4**). Le principe étant de pénétrer le matériau à l'aide d'un pénétrateur en diamant dont la forme est pyramidale à base carrée, et de maintenir cette charge constante pendant un temps précise. La mesure des deux diamètres de l'empreinte provoquée permet le calcul de la valeur de la dureté par la relation : $H_v = 1,8544m/d^2$, où **d** est la moyenne des diamètres de l'empreinte en μm) et **m** est la charge appliquée (en Kgf).

Les essais de dureté du Ti-6Al-4V sont réalisés en appliquant une charge de 100 gf pendant 10 secondes.

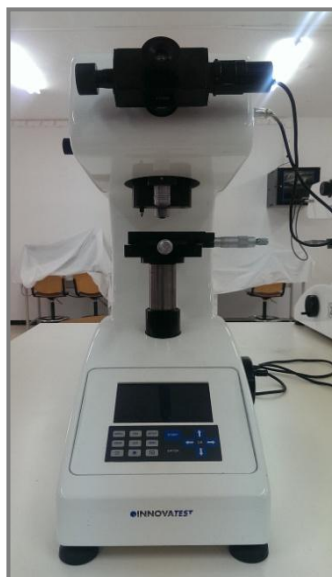


Figure 2.4. Vue du microduromètre utilisé.

2.6. Test tribologique:

Pour examiner le comportement tribologique de l'alliage étudié, nous nous intéressons à la mesure du coefficient de frottement et l'estimation de la perte de masse.

Nous effectuons nos mesures avec une configuration bille sur disque en rotation (ball on disk). Nous disposons pour cela d'un tribomètre TRB (**Figure 2. 5**).



Figure 2.5. Tribomètre TRB.

Le principe de la mesure est schématisé sur la **figure 2.6** : on applique une charge sur une bille fixée sur un bras. L'échantillon, quand à lui, fixé sur un support rotatif. La bille est excentrée du centre de la rotation d'un rayon R et tourne à une vitesse V . La force tangentielle F est mesurée au niveau du bras. En connaissant la charge P , un logiciel en déduit par un calcul le coefficient de friction en fonction du temps.

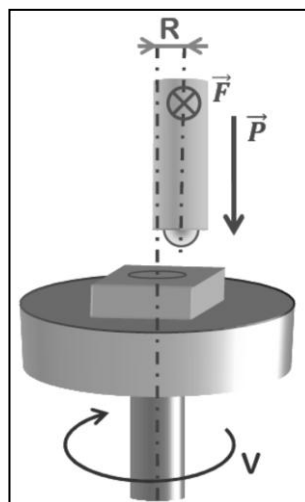


Figure 2.6. Schéma expliquant le principe d'une mesure par un tribomètre [4].

2.MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Les paramètres à déterminer pour une mesure de coefficient de friction sont donc la charge appliquée, le temps de mesure, le matériau de la bille, la vitesse, et le diamètre de rotation. Il est aussi possible de changer l'environnement en utilisant une cuve de lubrifiant, en injectant un gaz dans l'enceinte ou en jouant sur l'hygrométrie.

D'après les travaux antérieurs [15] qui ont traité du même matériau, les paramètres suivants ont été choisis :

- La charge appliquée : 5 N et 10 N.
- Le matériau de la bille : bille en alumine.
- La vitesse de rotation : vitesse constante de 5 cm/sec.
- L'environnement : les tests sont effectués sans lubrification et à l'air.

Le tribomètre peut parfois être muni d'un profilomètre afin de mesurer l'usure de l'échantillon, malheureusement dans notre cas, le tribomètre ne dispose pas de cette option. L'usure étant un paramètre important dans la caractérisation d'un traitement de surface, on procédera de la manière suivante : nous estimons l'usure de l'échantillon par la mesure de la perte en masse. Pour cela, pour chaque échantillon, nous mesurons sa masse avant et après le test tribologique à l'aide d'un balance permettant les mesures jusqu'à 10^{-4} g.

3.RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

I. Alliage à l'état brut:

I.1. Analyse microstructurale : Microscopie optique et électronique à balayage

La microstructure obtenue par microscope optique (**Figure 3.1**) montre l'existence de deux phases : la phase β semble claire et la phase α semble sombre. La phase α est une solution solide d'insertion alors que la phase β est une solution solide de substitution.

Dans la micrographie obtenue par microscope électronique (**Figure 3.2**), il apparaît également la présence de deux phases : la phase α , riche en aluminium apparaît comme une zone sombre et la phase β , riche en vanadium, semble claire [16].

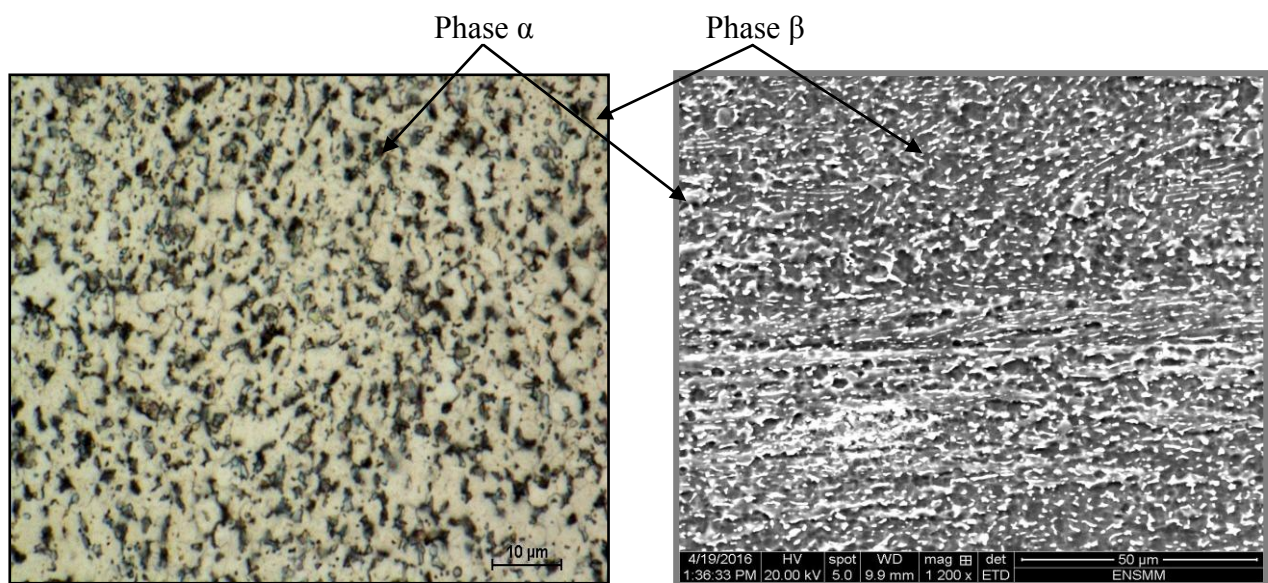


Figure 3.1. Microstructure de l'alliage Ti6Al4V obtenue par MO.

Figure 3.2. Microstructure de l'alliage Ti6Al4V obtenue par MEB.

I.2. Microdureté

Les tests de microdureté ont été faits selon le protocole annoncé auparavant et afin d'avoir une valeur correcte des résultats, nous avons répété les mesures dix fois avec un décalage d'empreinte vers 50 μm après chaque mesure. La microdureté du Ti6Al4V obtenue est de l'ordre de 330,7 Hv, ce qui est conforme avec les caractéristiques connus de cet alliage [1].

I.3. Test Tribologique:

La **figure 3.3** montre les variations du coefficient de frottement en fonction des nombres des tours pour l'échantillon brut usé par application de 5N, la courbe montre que le coefficient de friction est au départ plus faible que la valeur théorique de 0.55. Ceci peut être dû à la formation d'une couche d'oxyde sur la surface de l'échantillon. Cependant, après 735 tours, nous trouvons

3.RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

une valeur stable du coefficient de frottement de 0.55, qui est identique de la valeur théorique. En moyenne, la valeur de coefficient de frottement est de 0,411.

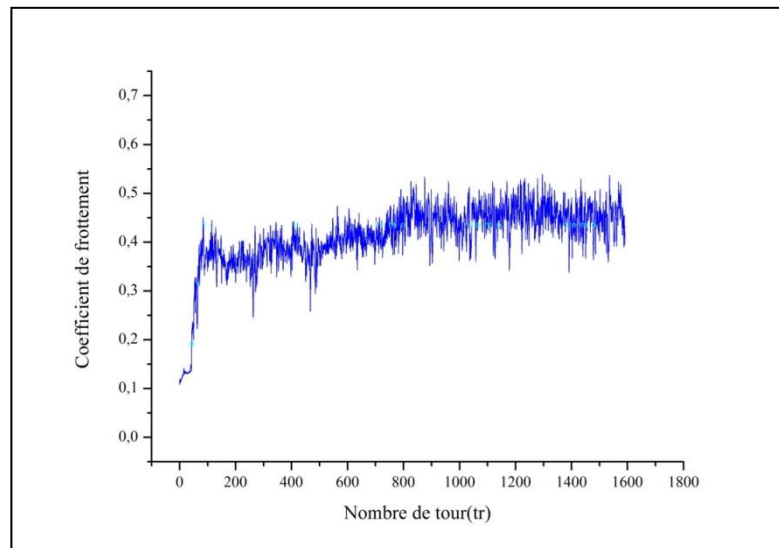


Figure 3.3. Mesure de coefficient de frottement : échantillon brut, charge 5N.

Pour une charge de 10N, sur la **figure 3.4**, nous remarquons également que le coefficient de frottement est au départ faible, mais après 500 tours, il atteint sa valeur stable de 0,427 qui est une valeur plus faible que celle trouvée pour une force de 5N. Ainsi, la valeur du coefficient de frottement est de 0,321.

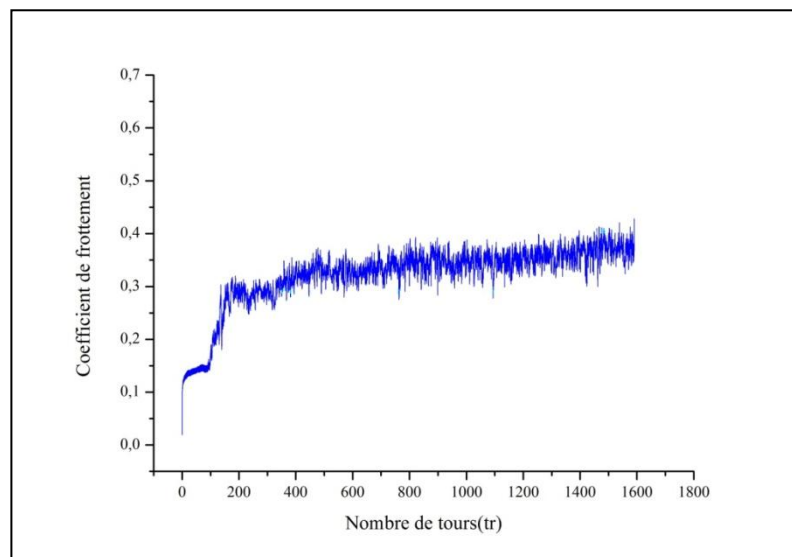


Figure 3.4. Mesure de coefficient de frottement : échantillon brut, charge 10N

I.4. Analyse de l'échantillon après le test d'usure:

I.4.1. Estimation de la perte de masse:

Nous avons pesé les masses des échantillons avant et après l'essai. Le **tableau 3.1** montre

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

les valeurs trouvées avec les pertes en masses produites. Nous calculons la perte en masse par la formule suivante :

$$perte(\%) = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

	5N	10N
Masse avant le test (g)	1,2058	1,0615
Masse après le test (g)	1,2054	1,0609
Perte en masse(%)	0,0331	0,0565

Tableau 3.1. Mesures des masses avant et après le test tribologique et les pertes en masses produites

D'après ces données, on constate que quelque soit la charge appliquée, le frottement a causé une perte de masse du Ti-6Al-4V. Cette perte est toutefois proportionnelle avec la force normale de l'essai. En effet, la perte en masse de l'échantillon utilisé avec application d'une charge de 10N est presque le double de celle de l'échantillon utilisé avec application d'une charge de 5N (rapport de 1,7).

I.4.2. Analyse par le MEB de la trace d'usure :

Afin de préciser le mécanisme d'usure qui a eu lieu, nous avons examiné les sillons d'usure par le microscope électronique à balayage. Les **figures 3.5** et **3.6** montrent les micrographies obtenues pour les deux charges appliquées. Dans toutes les figures, les sillons de labourage sont présents, ce qui correspond à une usure abrasive. Ceci est déjà confirmé par la mesure de perte en masse.

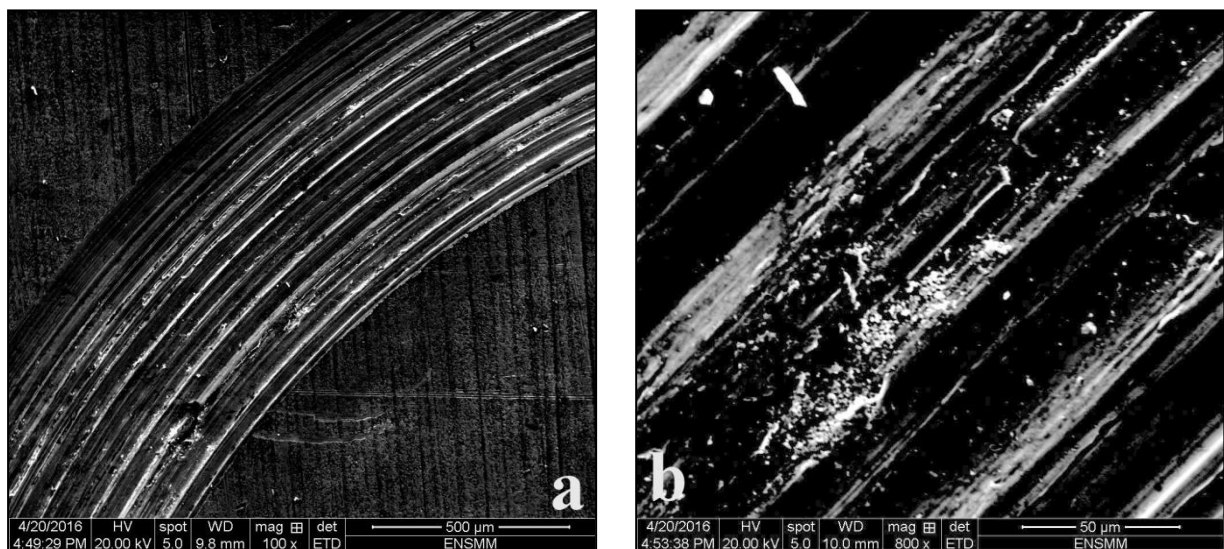


Figure 3.5. Piste de frottement vue par MEB-charge 5N- ; a) G× 100, b) G×800.

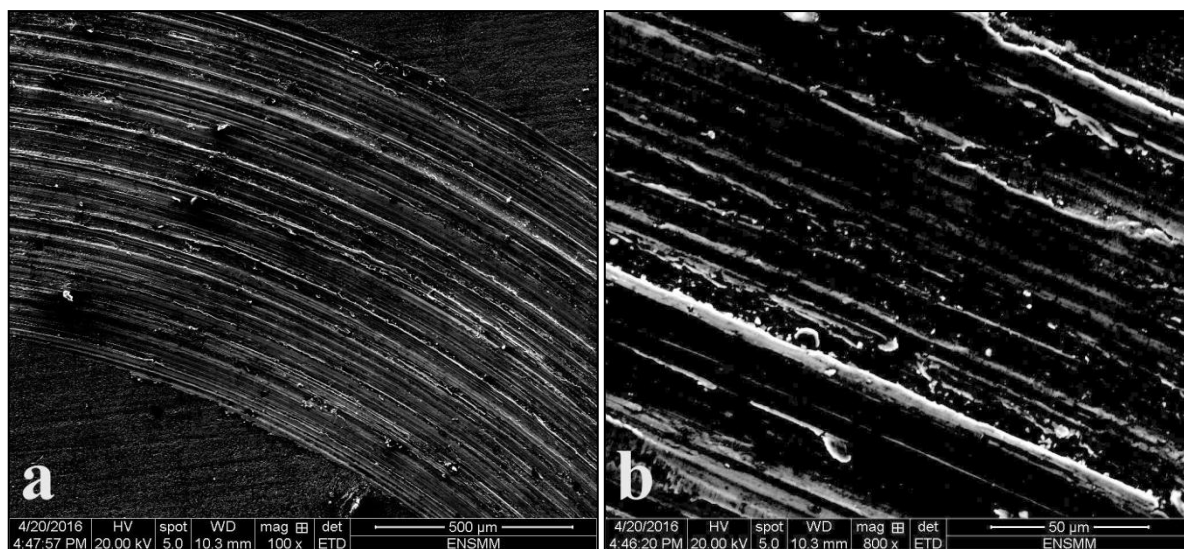


Figure 3.6. Piste de frottement vue par MEB -charge 10N-; a) G× 100, b) G×800.

II. Alliage à l'état nitruré :

II.1. Analyse par microscope électronique:

Après la nitruration ionique, nous avons examiné les couches nitrurées sur les surfaces des échantillons sur une coupe transversale par microscopie électronique. La **figure 3.7** montre l'existence sur la surface du Ti6Al4V d'une couche nitrurée d'une épaisseur de 1.4 μm .

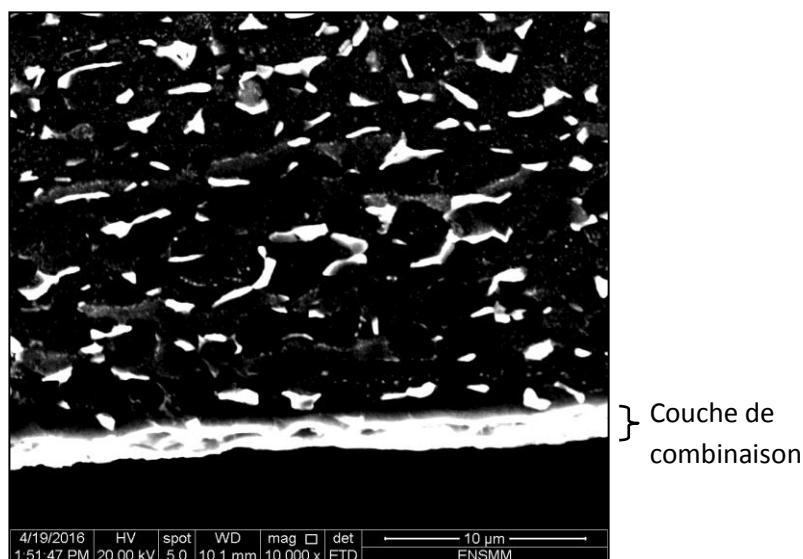


Figure 3.7. Micrographie par MEB de la coupe transversale du Ti6Al4V nitruré.

II.2. Microdureté :

Après le traitement de nitruration, nous avons tracé le profil de microdureté du Ti6Al4V (voir **figure 3.8**) La profondeur de nitruration est définie conventionnellement comme la distance entre la surface, et la couche ayant une dureté correspondante à celle du cœur (mesurée en HV) augmentée de 100 HV. La microdureté obtenue en extrême surface est de l'ordre de 1500 Hv, ce durcissement

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

est attribué théoriquement à la formation des couches de TiN et de Ti₂N en extrême surface. On remarque également sur le profil que la microdureté diminue à partir de l'extrême surface, et elle atteint sa valeur correspondante au cœur après 110 µm depuis l'extrême surface.

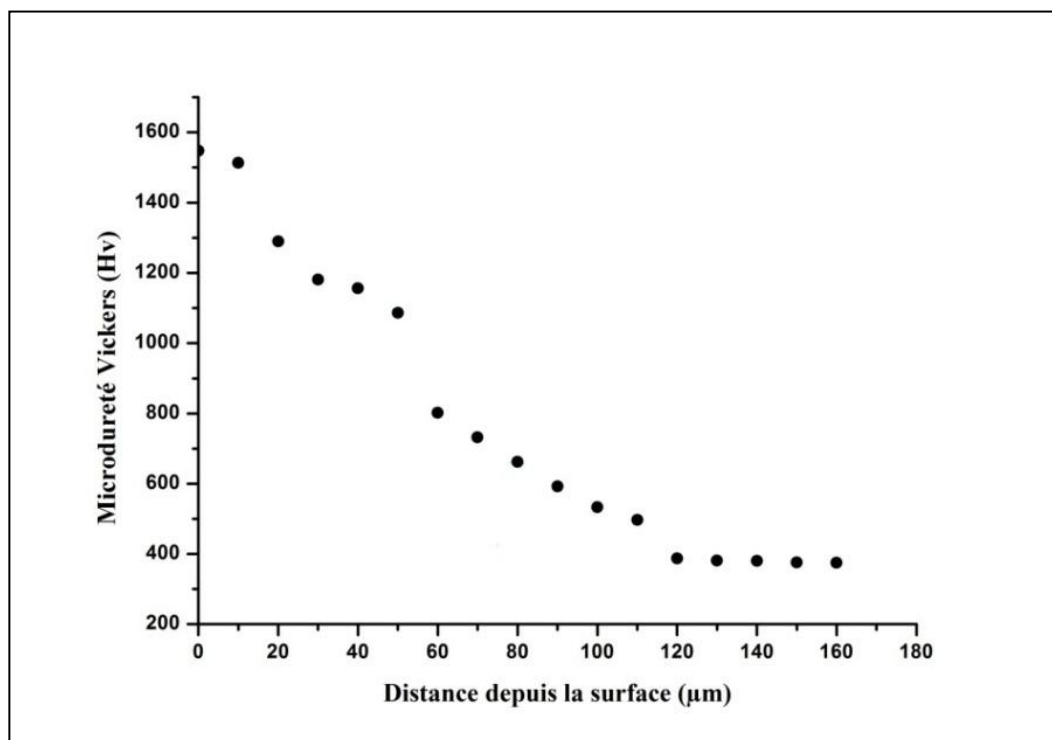


Figure 3.8. Profil de microdureté du Ti-6Al-4V après sa nitruration ionique.

II.3. Test tribologique:

De la même façon que les échantillons bruts, nous avons testé les échantillons nitrurés par le même tribomètre. La **figure 3.9** montre les variations du coefficient de frottement en fonction des nombres des tours pour ces échantillons avec les mêmes conditions que précédemment.

Pour une force de 5N, on observe le même comportement du coefficient de frottement en fonction des nombre des tours. Or, et pour la même charge appliquée, on remarque que le coefficient de frottement atteint sa valeur stable plus rapidement que celui de l'échantillon brut, voire après 420 tours, et il atteint une valeur stable de 0,424. En moyenne, le coefficient de frottement est de l'ordre de 0,379 qui est une valeur plus faible que celle de l'échantillon brut, et donc nous constatons une amélioration.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

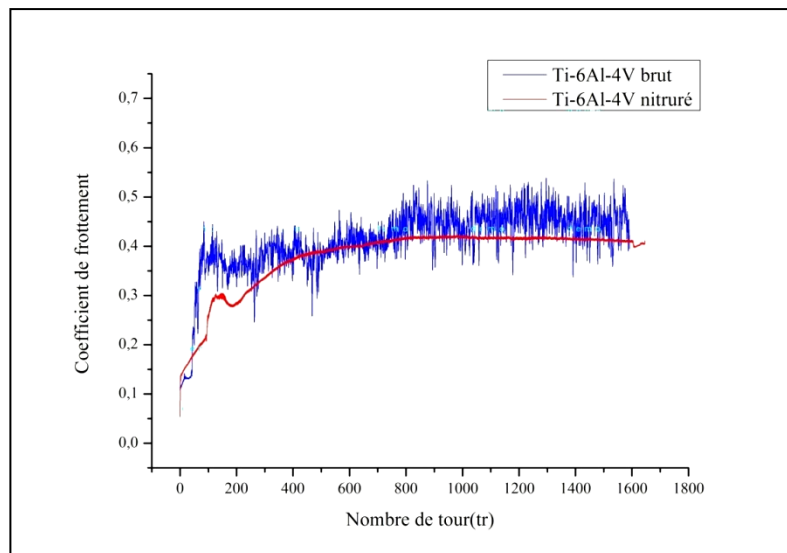


Figure 3.9. Mesure de coefficient de frottement : échantillon nitruré, charge 5N.

Pour une charge de 10N, sur la **figure 3.10**, nous remarquons que le coefficient de frottement est au départ faible mais il augmente progressivement et lentement jusqu'à ce qu'il atteigne son régime stable au bout de $1,5 \cdot 10^3$ tours, voire à la fin du test. Ce qui est considéré comme une amélioration du comportement vis-à-vis au frottement, car il retarde l'augmentation brutale du coefficient de frottement [4].

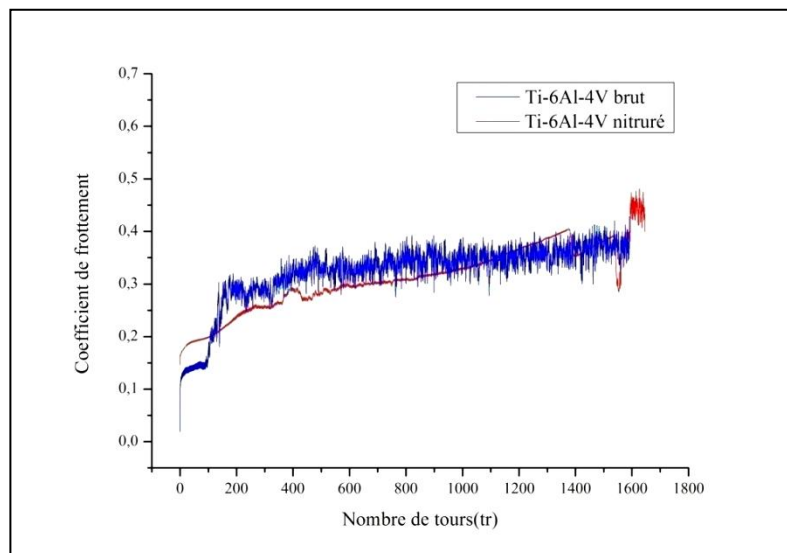


Figure 3.10. Mesure de coefficient de frottement : échantillon nitruré, charge 10N.

II.4. Analyse de l'échantillon après le test tribologique:

II.4.1. Estimation de la perte de masse:

Nous avons pesé les masses des échantillons avant et après l'essai. Le **tableau 3.2** montre les valeurs trouvées:

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

	6N	10N
Masse avant le test (g)	1,8674	0,9493
Masse après le test (g)	1,8688	0,9498
Gain en masse(%)	0,0749	0,0526

Tableau 3.3. Mesures de masse avant et après le test tribologique des échantillons nitrurés.

D'après ces valeurs, on observe un gain de masse et non une perte de masse, ce qui est probablement dû au changement du mode de l'usure, de l'usure abrasive en usure adhésive, et également à l'usure de la bille d'alumine. Nous avons mis cette supposition vu que la dureté de l'alumine (1300-1400 Hv []) est équivalente que celle de la surface du Ti-6Al-4V nitruré. Nous allons confirmer cette proposition par l'analyse de la trace d'usure par le MEB.

On remarque aussi d'après les valeurs de perte en masse trouvées que le gain en masse pour l'échantillon correspondant à une charge de 5N est plus élevé que celui de l'échantillon usé par l'application d'une charge de 10N.

II.4.2. Analyse par le MEB de la trace d'usure :

Les **figures 3.11** et **3.12** montrent les observations par le MEB obtenues pour les deux charges appliquées. Ces images mettent en évidence le même mécanisme d'usure abrasive que celui observé pour les échantillons bruts. Cependant, on remarque pour l'échantillon usé par une charge de 10N que les rayures semblent être plus profondes et celles de l'échantillon usé à 5N sont seulement superficielles. C'est-à-dire que les rayures en parallèles à la direction de glissement, ont tendance à s'élargir quand la force normale augmente.

Nous avons mesurés les largeurs des traces d'usure pour chaque échantillon. Le **tableau 3.4** montre l'ensemble de ces valeurs. D'après ce tableau, on peut constater que :

- Quelque soit l'état de surface (échantillon brut ou nitruré), si la charge appliquée est augmentée, la piste de frottement s'élargit. Cette observation vient en accord avec notre hypothèse déclarant que la bille d'alumine est également usée.
- Pour les deux charges appliquées, les traces d'usure du Ti6Al4V brut sont plus larges que celles de l'alliage nitruré.

3. RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

	Ti-6Al-4V brut		Ti-6Al-4V nitruré	
	5N	10N	5N	10N
Largeur de (μm)	663	900,9	171,8	235,8

Tableau 3.3. Mesures des largeurs des traces d'usure après le test tribologique des échantillons bruts et nitrurés.

D'après l'ensemble de ces analyses, nous supposons que le troisième corps s'est formé à l'interface du frottement de l'échantillon usé avec une charge de 10N. Cette supposition aurait mieux être confirmée par une analyse EDS (analyse par dispersion d'énergie) couplé au MEB, mais nous n'avons pas pu la confirmer à cause du manque de temps.

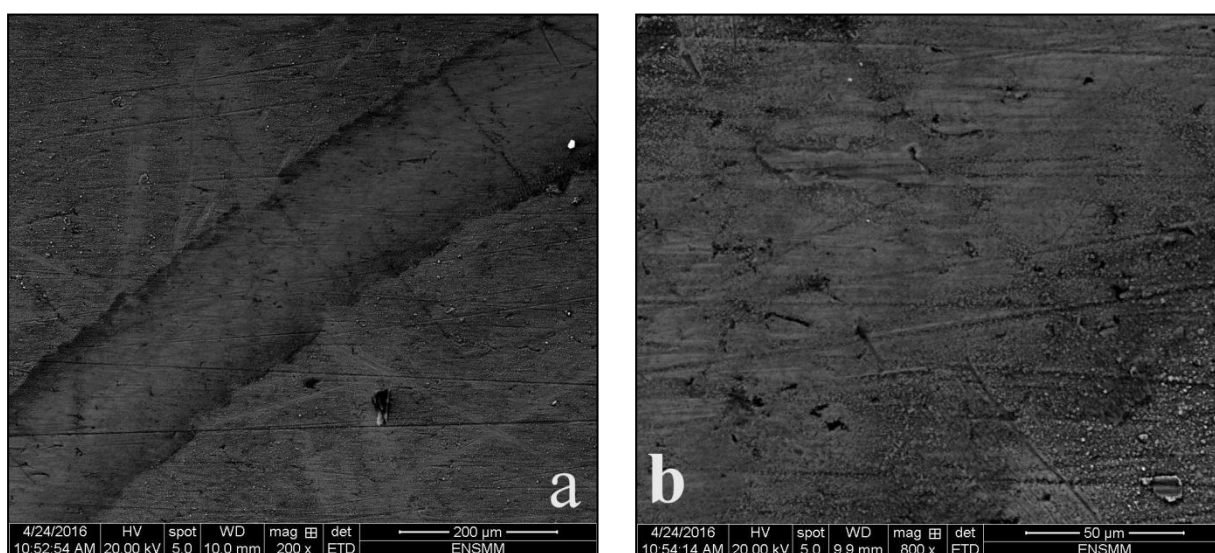


Figure 3.11. Piste de frottement vue par MEB-échantillon nitruré, charge 5N- ; a) G \times 100, b) G \times 800

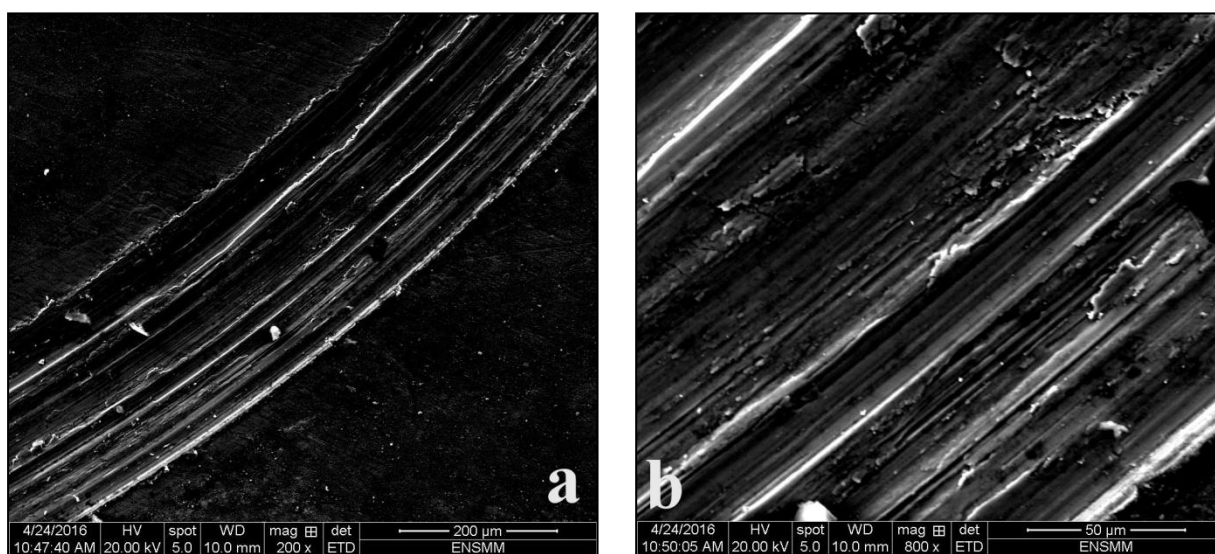


Figure 3.12. Piste de frottement vue par MEB –échantillon nitruré, charge 10N-; a) G \times 100. b) G \times 800.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans la présente étude, un alliage de titane « Ti6Al4V » a été étudié en vue d'améliorer ses propriétés tribologiques. Ces dernières représentent souvent des obstacles face à l'utilisation de cet alliage dans la conception des pièces frottantes et glissantes. Nous nous sommes dirigés donc à renforcer la surface du métal par un traitement thermo-chimique de nitruration ionique, et d'évaluer par la suite les changements favorables dues à ce traitement.

L'étude expérimentale s'est portée sur une analyse microstructurale, une caractérisation mécanique, et une analyse tribologique par tribométrie. Ces essais expérimentaux ont été appliqués sur l'alliage à son état brut et ensuite à son état nitruré, suivis par une comparaison de la microstructure, de durcissement superficiel, de coefficient de frottement et de la perte en masse après le test tribologique.

À son état initial, le Ti6Al4V avec une microstructure biphasée, a montré une dureté modérée et un coefficient de frottement considérable, inversement proportionnelle à la force normale exercée, avec une perte en masse proportionnelle à la charge appliquée. Quant à l'alliage à son état nitruré, la microstructure montre la formation sur son extrême surface, d'une couche des nitrures de 1,4 μm et une couche de diffusion difficilement distinguée. Le durcissement engendré par ces couches était de l'ordre de 1500 Hv, voir 5 fois plus grand que la dureté du cœur.

Ainsi, et comme le coefficient de frottement est inversement proportionnel à la dureté du métal en mouvement, le Ti-6Al-4V nitruré a présenté un coefficient de friction diminué par rapport à celui dans son état initial. Ce coefficient diminue si l'on augmente la charge appliquée, ce qui est confirmé par la loi de Coulomb.

En complément à ces constats, les observations par microscope électronique à balayage ont confirmé la présence des sillons de labourages correspondants à une usure abrasive et dont les largeurs étaient sensiblement inférieures à ceux de l'état initial, ce qui confirme l'amélioration importante qui a eu lieu. En outre, à partir des estimations de poids avant et après le test tribologique, un gain de masse a été observé pour le T6AV nitruré contrairement à l'état brut. Ce phénomène s'explique probablement par le changement du mode de l'usure en une combinaison d'une usure abrasive et une usure adhésive, où le matériau antagoniste au frottement (Al_2O_3) a été également usé à cause de la grande dureté du Ti6Al4V nitruré.

Il vaut mieux que ce travail soit complété par une analyse EDS, permettant l'identification de la nature du troisième corps, et donc de déterminer précisément le processus d'usure ayant lieu.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert et al. *Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys*. In: C.Leyens, M.Peters. Titanium and Titanium alloys. Weinheim: WILEY-VCH, 2003.
- [2] : A. Mousa, *L'état de surface du titane et de ses alliages en implantologie, comparaison des implants dentaires de marques différentes*. Thèse de doctorat : Chirurgie dentaire, Lorraine : Université de Lorraine, 2012, 107p.
- [3] : M.Grenier, *Microstructure et résistance à l'usure de revêtements créés par fusion laser avec gaz réactifs sur du titane*, Thèse de maitre des sciences : Université de Laval, 1998.
- [4] : C.Pierret. *Comportements mécaniques et tribologiques du Ti-6Al-4V traité par implantation d'ions carbone et oxygène multichargés. Développement des moyens associés*. Science des matériaux. Université de Caen, 2011.
- [5] : G.Murry. *Aide mémoire-métallurgie « Métaux, alliages, propriétés »*. 2^{ème} édition. Paris: Dunod, 2010.
- [6] : N.Fillote, *Etude mécanique de l'usure- Modélisation par Eléments Discrets des débits de troisième corps solide -*, Thèse de doctorat : Institut national e des sciences appliquées de Lyon, 2004.
- [7] : F.Dartigues, *La précipitation à la solidification de monoborure de titane dans l'alliage de titane Ti6Al4V, peut-elle modifier sa microstructure et son comportement mécanique ?*, Thèse de doctorat : Université bordeaux 1, 2004.
- [8] : E. NOUICER, *Comportement électrochimique et propriétés mécaniques de l'alliage de Titane Ti6Al4V. Effet des traitements de surface*, Thèse de doctorat : Université Mentouri de Constantine, 2008.
- [9]: Y. Bedouin, D.M Gordin et T.Gloriant, *Procédé de nitruration d'un alliage de titane superélastique pour des applications biomédicales*, EDP Sciences, 2013, 04002-p.2.
- [10] : J.Dupuis, *Investigation d'alliages à base de titane de types β -métastables pour applications marines : cas particulier d'un winch innovant*, Thèse de doctorat : Matériaux. INSA de Rennes, 2014.
- [11] : J. Arturo Montes de Oca-Valero, thèse de doctorat de l'Université de Bordeaux I (2002).
- [12] : A.Vadiraj, M. Kamaraj, *Fretting fatigue behavior of surface modified biomedical titanium alloys*, Transactions of The Indian Institute of Metals, Vol .63, Issues 2-3, April-June 2010,pp. 217-223.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [13]: Masashi Yoshida, Ryuta Ichiki et Noah Utsumi ,*Surface Hardening of Titanium Using Gas Nitriding*, International journal of precision engineering and manufacturing Vol. 14, No. 6, pp. 971-976, 2013.
- [14] : Y.Combres, *Titane et Alliages de Titane*. In : Clomobié Michel et coll. Matériaux Métalliques. 2^{ème} édition. Paris : Dunod, 2008.
- [15] : M. Labaiz, F. Z. Dzrradji, M. Fellah, S.Meddah, *Etude Tribologique Comparative de Biomatériaux AISI 316L et Ti-4Al-6V*, 22ème Congrès Français de Mécanique Lyon, 24 au 28 Août 2015.
- [16] : D.Bok Lee¹, I.Pohrelyuk, O.Yaskiv, J.Chun Lee, *Gas nitriding and subsequent oxidation of Ti6Al4V alloys*, Nanoscale Research Letters 2012, 7:21, 2012.