

Influence de nano-rugosités sur le frottement d'un indenteur sphérique sur surface de polymère vitreux à faibles pressions de contact

A. RUBIN^a, C. GAUTHIER^a, R. SCHIRRE^a

a. Univ. de Strasbourg – Institut Charles Sadron,
CNRS-UPR 22, 23 rue du Loess, BP 84047, 67034 Strasbourg.

Résumé :

Une texturation de billes rigides de différents rayons a été réalisée par attaque chimique pour disposer d'une gamme complète de billes de différentes rugosités de quelques nm à 140 nm. Des expériences de frottement réalisées sur une surface de Polycarbonate montrent que l'évolution du coefficient de frottement μ en fonction de la pression moyenne de contact p_{moy} est clairement influencée par la rugosité. Pour les très faibles pressions de contact ($0,05\text{MPa} < p_{\text{moy}} < 5\text{MPa}$) la rugosité permet de diminuer le frottement.

Abstract :

A nanotexturation of spherical rigid indenter of various radii was realized by chemical etching to get a complete set of nano-roughness from a few nm to 140nm. Friction experiments performed on an amorphous glassy polymer surface of polycarbonate show that the evolution of the friction coefficient μ function of the mean contact pressure p_{mean} is influenced by the nano-roughness. Roughness decreases the friction coefficient at very low contact pressures ($0.05\text{MPa} < p_{\text{mean}} < 5\text{MPa}$)

Mots clefs : friction, pression de contact, polymère, interface, nano-rugosité.

1 Introduction

L'étude du contact entre deux surfaces est un domaine interdisciplinaire au carrefour de la mécanique, de la physique et de la physicochimie [1,2]. Ce positionnement particulier peut expliquer le fait qu'il n'y ait pas à ce jour de loi de frottement pour les contacts dit secs. Il est en effet remarquable que l'on gère encore le frottement comme un coefficient adimensionnel, par opposition à une constante physique qui a une unité. Pour progresser vers une modélisation thermomécanique du frottement, il faut essayer de l'analyser comme un mécanisme de rhéologie interfaciale, en milieu confiné, avec une surface solide en mouvement qui pilote le confinement tout en étant plus ou moins rugueuse. La réalité du contact entre deux surfaces est complexe : le frottement entre deux surfaces macroscopiques doit être modélisé par une approche statistique/microscopique prenant en compte la contribution élémentaire de chaque jonction entre rugosités antagonistes qui intègre un comportement local au niveau de chaque contact. A l'échelle locale, le frottement est apparent et lié au frottement vrai, à l'écoulement viscoplastique de matière autour de la pointe rigide et/ou à la viscoélasticité qui entoure la zone de contact. Il y a donc trois échelles de frottement, et la connaissance à ces différentes échelles n'est pas égale. Les techniques expérimentales développées à ces différentes échelles peuvent générer des pressions de contact très différentes. Ainsi, à l'échelle du mono contact, les pressions de contact associées varient du MPa au GPa, en relation avec la contrainte seuil du matériau considéré. Il n'y a pas d'échelle géométrique spécifique pour ce frottement apparent : seule la singularité géométrique est à considérer, et c'est à cette échelle que la rugosité peut être considérée comme variable/paramètre important pilotant le frottement.

Les premiers résultats de frottement à différentes pressions moyennes sur Polycarbonate sont présentés en fonction d'une nano-rugosité de surface contrôlée. Des frotteurs sphériques ont été utilisés pour piloter la pression moyenne de contact.

2 Expérimental

2.1 Préparation des surfaces des frotteurs

Différents profils de topographie nanométrique ont été réalisés sur des billes rigides sphériques de différents rayons, en cherchant des profils plutôt coniques à extrémités sphériques pour analyser leurs effets sur la rhéologie interfaciale. La texturation de billes en verre borosilicaté est obtenue par attaque chimique dont le mécanisme d'attaque associé – et donc la rugosité obtenue, dépend de la composition chimique du verre [3, 4]. Les agents chimiques les plus actifs pour l'attaque du verre sont l'acide fluorhydrique et les solutions fortement alcalines. La figure 1 présente des topographies obtenues après attaque à l'acide fluorhydrique dilué à 10% et 15% à partir d'une solution commerciale (40%, Sigma). Les pointes sont préalablement nettoyées en solution Piranha (H_2SO_4/H_2O_2 3:1) à température ambiante pendant 5 minutes, rincées à l'eau Milli-Q et plongées dans la solution d'attaque soumise aux ultra-sons. Enfin les pointes sont soigneusement rincées à l'eau Milli-Q pour arrêter la réaction chimique. La table 1 résume les valeurs rms de la rugosité des pointes rugueuses réalisées (R_q). Ces valeurs ont été obtenues après mesure de la topographie par AFM en mode contact. L'enjeu est d'obtenir un jeu complet de billes de différents rayons – pour piloter la pression moyenne de contact – et de différentes rugosités. D'autres méthodes (mécaniques, chimiques) sont en cours d'évaluation pour disposer d'une gamme complète de rugosité (10nm-100nm), avec d'autres formes de rugosités.

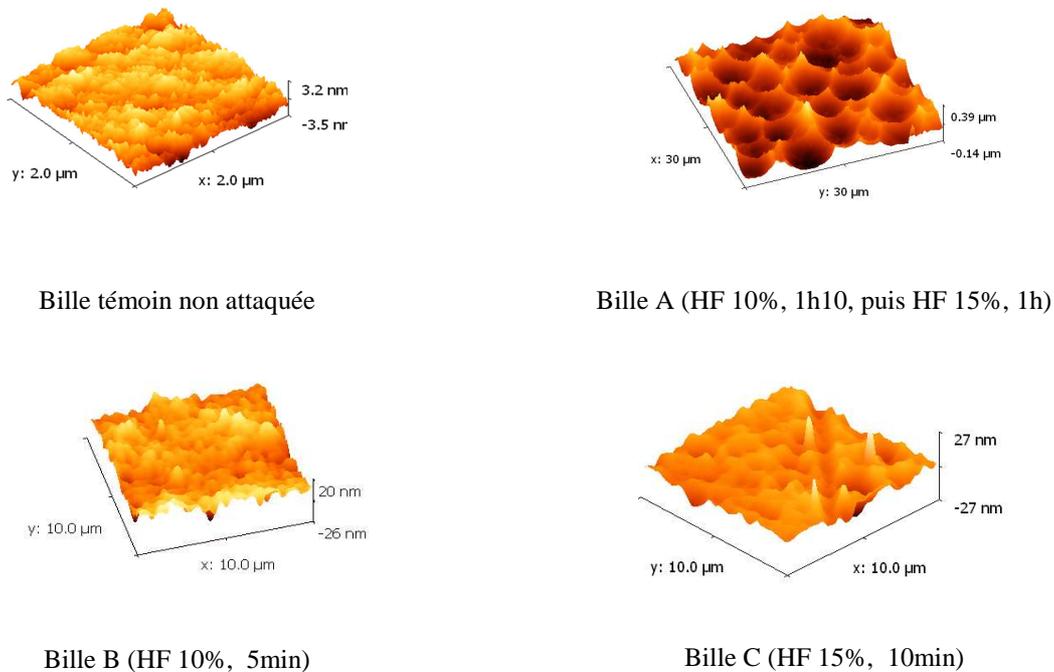


FIG. 1 – Relevé topographique des billes sphériques

Bille	Paramètres de rugosité (nm)
	R_q (rms)
Témoin A - Δ	0,7
B - \blacksquare	5
C - \star	8,5
D - \square	10,5
E - \circ	140

TABLE. 1 – Paramètres de forme et de rugosité des topographies de billes borosilicatés attaquées à l'acide fluorhydrique.

2.2 Préparation des surfaces de polycarbonate

Les échantillons sont en polycarbonate commercial. Le protocole de préparation a été précédemment mis en place pour des surfaces de PMMA [5]. Le nettoyage est effectué sans solvant, par un ponçage aux papiers abrasifs de plus en plus fins, jusqu'au grade 12000, afin d'éliminer sans solvant les couches contaminées présentes sur la surface. Pour obtenir un matériau rajeuni [6,7] et une surface d'étude de bonne qualité optique (lisse), les échantillons sont comprimés sous presse, entre deux plaques de verre à une température supérieure de 50°C à leur température de transition vitreuse pendant 1h et en les écrasant d'environ 30%. Après refroidissement, les échantillons sont stockés à une température constante de 30°C et un taux d'humidité inférieur à quelques % jusqu'au moment de l'essai.

3 Dispositif et protocoles expérimentaux

3.1 MacroScléromètre MVS : 0,5 MPa p_{moy} <math>< 200\text{ MPa}</math>

Le dispositif expérimental utilisé, le « micro-visio-scratch » (MVS) [8], a été élaboré au sein de l'équipe. Il est constitué d'une table motorisée supportant une enceinte thermique contenant l'échantillon. La force normale est appliquée sur une pointe immobile et une caméra CCD permettra à tout instant d'avoir une vision *in situ* du contact à travers l'échantillon transparent. La gamme de force normale applicable s'étend de 0,05 N à 25 N. La vitesse de déplacement est réglable de 1 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ à 15 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et la température des essais peut varier de -60°C à +120°C. Tous ces paramètres sont contrôlés et enregistrés.

Les essais sur le scléromètre sont réalisés de la manière suivante : la force normale croît par paliers pendant que la pointe glisse à vitesse constante de 30 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. L'atmosphère de l'enceinte est totalement contrôlée : une température de 30°C et taux d'humidité inférieur à 1%. Pour chaque palier de force normale, une image *in-situ* de l'aire de contact est enregistrée, et les mesures des efforts normaux et tangentiels sont enregistrées tous les 10 microns de déplacement (à comparer aux diamètres des billes compris entre 0,5 mm et 50 mm). Afin de contrôler les déformations imposées au contact et en conséquence la plasticité lors du glissement de la pointe, différents rayons de billes sont en effet utilisés.

3.2 NanoScléromètre NVS : 0,05 MPa p_{moy} <math>< 2\text{ MPa}</math>

Pour diminuer d'une décade les pressions de contact, des essais ont été réalisés avec le nano-scratch (CSM Instruments[®]) en adaptant les montages de pointes et le système de visualisation *in-situ* développé sur le MVS. Les forces normales imposées sont dans la gamme 0,3mN - 100mN et une table de force permet de mesurer l'effort tangential. La pointe glisse à vitesse constante de 30 $\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. L'atmosphère de l'enceinte est totalement contrôlée : une pression de 1mbar, une température de 30°C et un taux d'humidité de 1%. Les premières mesures pour des pressions de contacts inférieures au MPa avec les billes lisses et les billes nano-rugueuses sont présentées. La figure 2 présente une aire de contact *in-situ* obtenue lors d'un essai de nanofrottement.

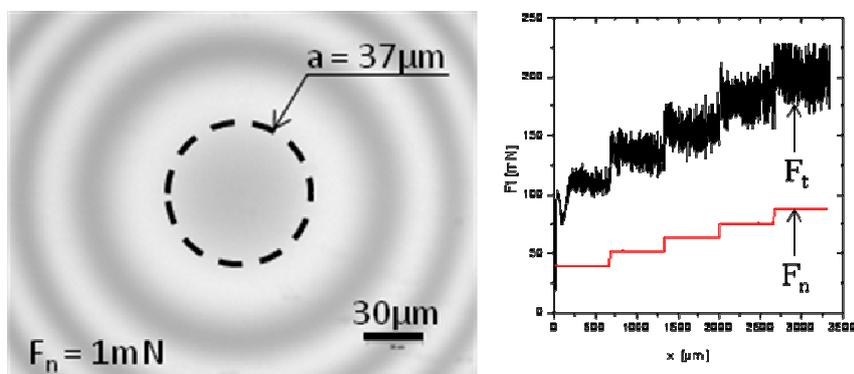


FIG. 2 – Gauche : visualisation directe du contact pour une force normale imposée de 1mN et un rayon de bille de 13mm. Droite : force tangentielle mesurée sur le nano-scratch pour des forces normales imposées de 40mN à 80mN. Température 30°C, vitesse 30 $\mu\text{m}/\text{s}$, humidité relative inférieure à 3%.

4 Résultats

4.1 Influence d'une nanotexturation sur les paramètres de frottement

En respectant le protocole expérimental, il n'y a pas d'influence d'une quelconque pollution au niveau de la surface du PC. Il faut noter que dans ces conditions (faible % d'humidité notamment) la formation de troisième corps entre la pointe et la surface n'a pas lieu, et les variations de la valeur de coefficient de frottement entre le premier passage et les passages successifs attribuées au rodage de la pointe préalablement nettoyée sont minimales. En fonction de la tête de force utilisée, donc de sa raideur, les mesures de frottement peuvent présenter un stick-slip. Pour ces essais nous avons retenu de calculer la valeur moyenne de la mesure enregistrée. Lorsque le contact ne présente pas de dissymétrie dans la forme, le coefficient de frottement apparent est identique au coefficient de frottement vrai local μ . Lorsque le contact présente une dissymétrie, ce coefficient de frottement vrai local est estimé à partir des mesures des forces normales et tangentielles et des informations géométriques en utilisant le modèle précédemment développé [9]. L'estimation de la contrainte de cisaillement moyenne se fait en effectuant le produit de ce frottement vrai par la pression moyenne de contact.

La figure 3a présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la force normale appliquée. Selon le rayon de la bille et pour une même rugosité, une force normale peut générer différentes pressions de contact et différents coefficients de frottement. Il est difficile d'identifier l'influence respective de la rugosité et de la géométrie de la pointe dans une classique représentation en fonction de la force normale.

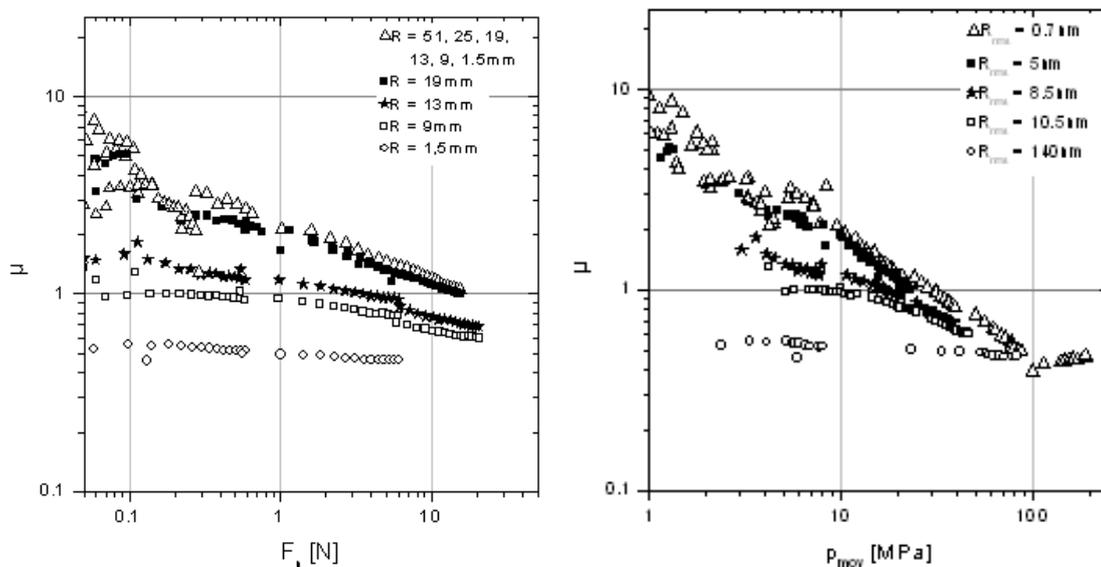


FIG. 3 – Gauche : coefficient de frottement en fonction de la force normale pour les différents rayons de billes et rugosités. Droite : coefficient de frottement en fonction de la pression moyenne de contact.

La figure 3b présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la pression moyenne de contact. Le jeu de pointe lisse de rayon compris entre 51mm et 1,5 mm (témoin – $R_{rms} = 0,7 \text{ nm}$) permet de mettre en évidence une évolution remarquable avec une courbe maîtresse de frottement indépendante des rayons des billes. Dans ce cas, le frottement diminue avec l'augmentation de la pression de jusqu'à une valeur seuil pour les contacts plastiques où le coefficient de frottement vaut 0.45. Cette valeur est comparable à celle mesurée pour le PMMA pour des conditions comparables [8].

Lorsque la rugosité de la bille augmente faiblement, on observe une très faible influence de ce paramètre sur le coefficient frottement dans le domaine des contacts élastiques (bille type B – $R_{rms} = 5 \text{ nm}$). Il existe donc un seuil de rugosité dépendant de la géométrie et de l'amplitude de la rugosité générée en-dessous de laquelle cette rugosité est sans effet sur le frottement. Au-delà de ce seuil, l'augmentation de la rugosité diminue le coefficient de frottement sur la gamme intermédiaire de pression de contact ($5 \text{ MPa} < p_{moy} < 100 \text{ MPa}$). Les nanorugosités participent activement à la portance des billes : il règne localement une pression supérieure à la valeur moyenne mesurée, et les scissions locales modifient la valeur moyenne du frottement.

Si ces points de nanocontacts sont plastiques, la valeur locale de la contrainte interfaciale est celle obtenue pour les hautes pressions mesurées pour la bille lisse (faible coefficient de frottement de 0,45) et ces pics locaux de pression à faible scission interfaciale permettent de faire baisser la valeur moyenne de la contrainte de scission interfaciale et donc le coefficient de frottement.

La figure 4 présente l'ensemble des résultats obtenus pour tous les rayons de billes et rugosités. Dans cette gamme de pression ($0,05\text{MPa} < p_{\text{moy}} < 5\text{MPa}$) la rugosité de la bille B a peu d'influence sur le coefficient de frottement. Il est à noter que pour ces plus faibles forces normales, les billes C et D peuvent glisser sur la surface sans laisser de traces visibles. Comme précédemment, l'aire de contact n'est plus l'aire apparente mais l'aire réelle somme des rayons de micro-rayures. L'évolution du coefficient de frottement pour les billes C et D est similaire à celle de la bille lisse, décalé de l'effet « micro-rugosité ». Les angles d'attaques de ces deux billes semblent suffisamment faibles pour ne pas plastifier localement les surfaces et ne générer que des surpressions locales de contact. L'analyse des contributions élémentaires de ces nano-rugosités est en cours et une loi des mélanges pour la loi de frottement semble réalisable.

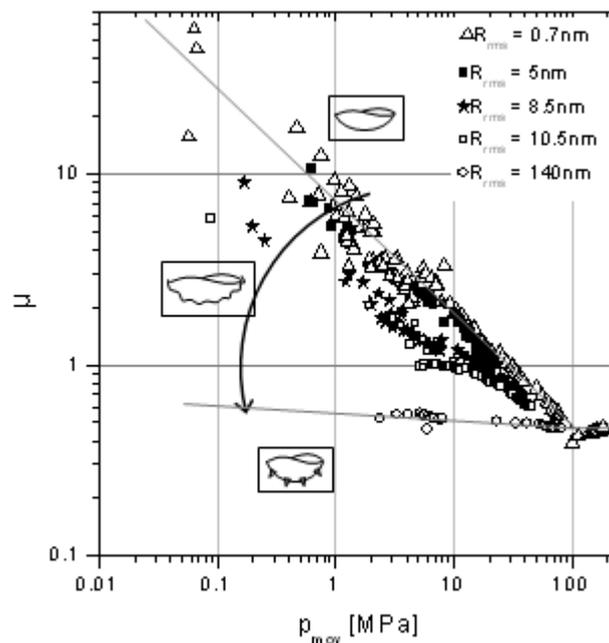


FIG. 4 –coefficient de frottement en fonction de la force normale pour les différents rayons de billes et rugosités en incluant les résultats à très faibles pressions (NVS)

L'étude du frottement, ou plus précisément du cisaillement interfacial, revient à étudier la rhéologie d'une couche de polymère confinée entre un frotteur et un substrat polymère. Dans cette optique les perspectives s'ouvrent vers une étude de l'épaisseur de cisaillement à l'interface en tenant compte, outre la mécanique du contact, de la thermique de surface, la rugosité des billes et l'énergie de surface.

5 Conclusions et perspectives

Un protocole de préparation a été développé pour obtenir des jeux de billes de différents rayons et de différentes rugosités, ces rugosités devant avoir entre quelques nanomètres et une centaine de nanomètres. Des essais de frottement ont été réalisés sur des surfaces de Polycarbonate nettoyées et rajeunies physiquement.

Il a été montré :

- L'existence d'une courbe maîtresse du frottement quelle que soit le rayon du frotteur.
- Aux faibles pressions de contact, le coefficient de frottement peut prendre des valeurs importantes même si la pression de contact continue de diminuer.

- Pour les pressions de contact supérieures à la contrainte seuil d'écoulement plastique, le frottement peut être qualifié de coulombien : le rapport scission/pression est constant.
- Ces essais confirment qu'une rugosité nanométrique peut modifier les valeurs du coefficient de frottement local même pour une très faible pression de contact.
- Dans le domaine des pressions moyennes de contact élastiques, les nanorugosités diminuent le coefficient de frottement

Références

- [1] Bowden F.P., Tabor D., The friction and lubrication of solids, Clarendon Press, Oxford, 1950.
- [2] Persson, B.N.J., Sliding Friction: physical principles and applications, Springer-Verlag, Berlin Germany, 1998.
- [3] Spierings G.C.M., Wet chemical etching of silicate glasses in hydrofluoric acid based solutions, Journal of Materials Science, 28, 6261-6273, 1993.
- [4] Iliescu, C., Jing, J., Tay F.E.H., Miao J., Sun T., Characterization of masking layers for deep wet etching of glass in an improved HF/HCl solution, Surface & Coatings Technology, 198, 314-318, 2005.
- [5] Charrault E., Gauthier C., Marie P., Schirrer R., Structural recovery (physical ageing) of the friction coefficient of polymers, Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 46, 1337-1347, 2008.
- [6] Struik L.C.E., One the rejuvenation of physically aged polymers by mechanical deformation, Polymer, 38, 4053-4057, 1997.
- [7] Mc Kenna G.B., Mechanical rejuvenation in polymer glasses: fact or fallacy?, Journal of Physics: Condensed Matter, 15, S737-S763, 2003.
- [8] Gauthier C., Schirrer R., Time and temperature dependence of the scratch properties of poly(methylmethacrylate) surfaces, Journal of Materials Science, 35, 2121-2130, 2000.
- [9] Lafaye S., Gauthier C., Schirrer R., A surface flow line model of a scratching tip: apparent and true local friction coefficients, Tribology International, 38 (2), 113, 2005.