

ECOLE DOCTORALE : MATERIAUX – STRUCTURE – MECANIQUE

THESE

présentée devant

L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

pour obtenir le grade de **DOCTEUR**

SPECIALITE : SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

par

Ghislain Roméo YANTIO NJANKEU SABEYA

Ingénieur génie mécanicien

COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE D'UN ALLIAGE DE TITANE TRAITÉ ET / OU REVÊTU EN FRETTEMENT A DEBATTEMENT LIBRE

Soutenue le 11 mai 2007 devant le jury composé de :

M.	Jean-Paul RIVIERE	Professeur, Université de Poitiers	Président
M.	Jean DENAPE	Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieur de Tarbes	Directeur de thèse
M.	Jamal TAKADOUM	Professeur, ENSMM Besançon	Rapporteur
M.	Siegfried FOUVRY	CR CNRS, Ecole Centrale de Lyon	Rapporteur
M.	Jean-Yves PARIS	MC, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes	Membre
M.	Jean-Michel DEMONICAULT	Ingénieur, Snecma-moteurs-DMF	Membre
Mme	Sylvie DESCARTES	Ingénieur de recherche CNRS, INSA de Lyon	Membre

*A mon père,
A ma mère avec toute ma tendresse,
A mon oncle maternel,
A ma marraine,
A Claire de Castelbajac de Boulaur,
A Notre Dame de Lourdes.*

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein de l'équipe Interfaces et Matériaux Fonctionnels (IMF) du Laboratoire de Génie de Production (LGP) de l'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (ENIT).

Je tiens à remercier M. Daniel NOYES, directeur du Laboratoire de Génie de Production (LGP) et M. Jacques-Alain PETIT, responsable de l'équipe de l'Interfaces et Matériaux (IMF) pour m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire.

J'ai été touché que M. Siegfried FOUVRY et M. Jamal TAKADOUM aient accepté d'être rapporteur de ce travail et faire partie du Jury. Ma culture « fretting » m'a été enseignée par M. Fouvry et je le remercie vivement.

J'ai apprécié la liberté que m'a laissée mon directeur de thèse, M. Jean DENAPE dans la conduite de mes recherches. Il m'a témoigné une confiance presque illimitée. J'ai puisé un grand nombre d'idées dans nos réunions avec lui. Idées qui m'ont permis d'avancer dans mes travaux.

J'ai largement alimenté en questions, Jean-Yves PARIS. Il m'a témoigné une disponibilité presque illimitée. Je crois que nous partageons la même volonté d'aller au fond des choses. Je tiens à le remercier pour cela et pour sa participation à ce Jury. Que cette thèse soit pour lui, une marche de plus pour l'obtention de son Habilitation à Diriger la Recherche (HDR).

Je tiens à remercier M. Jean-Paul RIVIERE, pour l'attention qu'il a bien voulu porter à ce travail et pour l'honneur qu'il m'a fait de présider ce jury de thèse. Les brèves discussions que j'ai eues avec Mme Sylvie DESCARTES ont été profitables pour l'amélioration de ce travail. Je tiens à la remercier pour cela et aussi par l'honneur qu'elle m'a fait en participant à ce jury et pour les corrections apportées à mon travail.

Ce travail a été mené en collaboration avec les sociétés Snecma-moteurs, Airbus et Turboméca et les laboratoires universitaires CIRIMAT et CEMES de Toulouse, LMP et LMPM de Poitiers. Mes vifs remerciements vont à Mme Dominique POQUILLON et MM. Jean-Pierre BONINO, Luc PICHON, Stéphane VAILLANT, Sylvain AUDION, Thomas GANNE pour les échantillons fournis et leur assistance technique. Je tiens à exprimer ma gratitude à M. Jean-Michel DEMONICAULT coordonateur industriel du projet APROSUTIS et pour sa participation à mon jury de thèse.

Mes remerciements vont également à toute l'équipe IMF, dont l'hospitalité l'amitié et la disponibilité ont contribué à enrichir ce travail de thèse. Je pense particulièrement à Jean-Marie CECCON et Mariana Claudia GEORGESCU.

Je tiens à remercier toute l'équipe du département de langue pour mon apprentissage à la langue anglaise et pour les corrections de mes publications. Je pense à Mme Ann MACDONALD PLENACOSTE, M. Yves –Pol HEMONIN, François SAIZ. Et aussi, le très disponible Pascal MAFFRE. A vous tous, je dis MERCI.

Ce travail n'aurait pu avoir lieu si je n'avais pas été soutenue moralement, physiquement, matériellement et spirituellement par ma grande famille de Tarbes. Je pense particulièrement à la Famille LEROUX (Françoise, Gilles et leurs enfants et petits enfants), à la famille BORDAS (Maylis, Patrick, Camille et Jean-Alexandre), à la grande famille LACLAVERIE (Ma marraine Maïté, Roland, Isabelle, Marine, Franck, Adama et le tout petit nouveau né). Je pense également à mon homonyme Sœur Marie de SACRE CŒUR de la congrégation SAINT FRAI pour ses prières consacrées à ma réussite, à Martine DAVEZIES pour sa bonne humeur et ses belles crêpes, à JEAN-PHILIPPE pour nos soirées footballistiques passées devant la télé, à Christophe MANSAUT et à fr. BERNARD pour mon intégration à l'équipe jeune de l'hospitalité de Bigorre et surtout pour leur sympathie. Je tiens à exprimer ma gratitude à toutes les personnes de l'hospitalité de Bigorre qui sont au service des malades. Je profite de cette occasion pour dire à mon frère Thierry LABORDE de s'appliquer davantage au sein de cette hospitalité. Tu trouveras vieux frère paix, douceur, bonté, générosité et spiritualité auprès des hospitaliers et des pèlerins malades.

Vous ne pourriez également pas lire ces quelques lignes si je n'avais pas été encadré médicalement par les grands médecins de Tarbes pendant ma longue période de maladie. Je pense particulièrement au Dr. Régis GAILLETON, Dr. Virginie FICHET et Dr. Martine COUDERC. Je vous remercie sincèrement pour tout ce que vous avez pu faire afin que je puisse retrouver une santé de « fer ». Que l'aboutissement de ce travail de thèse soit pour vous une jolie récompense.

Une profonde reconnaissance à toute ma famille qui m'a soutenu moralement et matériellement tout au long de ces trois années. Je pense particulièrement à Marie NTANKEU ma mère, Romuald TAMPE mon oncle bien aimé, mes frères et sœurs Guy, Maxime, Narcisse, Dada, Mamado, Jojo, Tété, Mon neveu et ma nièce, Franck et Urielle pour leurs multiples conseils qui ont énormément contribué à édifier ma personne.

Enfin à tous ceux qui se réjouissent quand je me réjouis, et qui pleurent quand je pleure.

CADRE DE L'ETUDE

Cette étude entre dans un vaste programme de recherche : le Réseau National de recherche et d'innovation technologique Matériaux et Procédés (RNMP) soutenue par le Ministère de la Jeunesse, de l'Education et de la Recherche dont l'objectif principal est l'Amélioration des PROPriétés de SURface des alliages de Titane Structuraux en conditions sévères de fonctionnement (APROSUTIS). L'étude a été menée en collaboration avec les industriels de Snecma Moteurs, Airbus, Turbomeca et les laboratoires de recherche du Centre d'Elaboration des Matériaux et d'Etudes Structurales de Toulouse (CEMES), du Centre Interuniversitaires et de l'Ingénierie des Matériaux de Toulouse (CIRIMAT), du Laboratoire de Mécanique et de Physiques des Matériaux de Poitiers (LMPM) et du Laboratoire de Métallurgie Physique de Poitiers (LMP).

De nombreux assemblages mécaniques sont soumis à des sollicitations de chargement vibratoire occasionnant des déplacements de très faibles amplitudes entre les pièces en contact (conditions dites de « fretting »). Les microglissements générés entre les surfaces provoquent des dégradations susceptibles d'altérer fortement la fiabilité et la durabilité des structures dans lesquelles ces organes sont impliqués. Ce type d'avarie se rencontre dans toutes les liaisons quasi statiques. Les mécanismes d'endommagement par fretting sont bien connus : fissuration et rupture, corrosion ou transformations structurales, usure avec formation de débris, usure adhésive pouvant conduire au grippage, suivant les conditions opératoires. Dans les domaines aéronautique et spatial, les alliages de titane, à l'instar du Ti-6Al-4V sont choisis pour réduire les masses des structures auxquels ils sont impliqués tout en conservant les caractéristiques mécaniques élevées. A cause de leurs mauvaises propriétés tribologiques, ces matériaux sont confrontés à des problèmes d'usure marquée, ce qui implique de fréquentes opérations préventives de maintenance entraînant des surcoûts élevés.

Dans le domaine aéronautique, des liaisons quasi statiques Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V se rencontrent au contact disque/aubes de soufflante des turboréacteurs sous l'effet des vibrations conduites par des instabilités aérodynamiques induites par les différents régimes de fonctionnement du moteur durant le vol (décollage, atterrissage...). Le disque en Ti-6Al-4V n'est pas revêtu du fait de sa géométrie, mais un grenailage est effectué sur sa surface. Les pieds d'aubes de soufflante en Ti-6Al-4V sont grenailés et protégés par une couche de CuNiIn revêtue d'un film polymérique contenant du MoS₂. Cette solution cumule plusieurs avantages : le revêtement CuNiIn a une grande capacité de s'adapter plastiquement aux contraintes, en limitant l'amorçage et la propagation des fissures ; le film polymérique contenant du MoS₂ favorise le glissement et donc une diminution du coefficient de frottement.

Dans le domaine spatial, des contacts Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V existent au niveau des paliers à roulement des turbopompes des moteurs cryogéniques. Ces contacts subissent d'intenses vibrations lors du lancement avant leur mise en rotation. Le revêtement CuNiSi est utilisé pour palier les problèmes de fretting dans une ambiance cryogénique.

La durée de vie de ces solutions reste cependant encore trop limitée en imposant des maintenances de réparation intermédiaire entre deux révisions consécutives. Ainsi, plusieurs revêtements protecteurs et traitements ont été proposés pour palier à l'endommagement du Ti-6Al-4V dans cette étude. L'objectif de ce travail est d'étudier le comportement tribologique des différentes solutions proposées en fretting dans différentes conditions mécaniques en s'appuyant sur les modèles de la mécanique du contact et de la dynamique des interfaces. L'originalité de l'étude consiste, à analyser directement le phénomène de grippage entre les surfaces en contact en utilisant un dispositif d'essais commandé en boucle ouverte, c'est-à-dire où l'amplitude de débattement n'est pas imposée et peut évoluer librement au cours du temps.

L'étude s'articule autour de cinq chapitres.

Le *chapitre 1* est consacré à une synthèse bibliographique sur le fretting, en particulier sur les résultats obtenus sur des machines à débattements imposés. Par la suite, une nouvelle approche pour analyser le fretting est proposée dans ce travail.

Le *chapitre 2* présente les différentes solutions actuellement et nouvellement préconisées. L'accent est mis sur leurs modes d'élaboration, leurs microstructures et leurs caractéristiques surfaciques et mécaniques.

Dans le *chapitre 3*, les études faites sur le dispositif de fretting à débattements libres sont présentées. Ces études ont mis en évidence les différentes énergies mises en jeu pendant le fonctionnement du dispositif ainsi que la réponse mécanique du contact. Ainsi, les différents régimes de fonctionnement du contact ont été établis. De plus, les conditions d'essais réalisées ainsi que la configuration de contact sont précisées.

Dans le *chapitre 4*, l'analyse du glissement et des conditions d'apparition du grippage des matériaux sont étudiées. L'analyse a été menée à partir d'un critère quantitatif basé sur la distance totale de glissement définie comme l'aptitude d'un couple de matériaux à différer les phénomènes de grippage. Par la suite, des cartes de fretting délimitant la zone de glissement de la zone de grippage ont été proposées. Enfin, les discussions sur les conditions d'apparition du grippage se sont intéressées à la théorie thermodynamique de l'adhésion.

Enfin, au *chapitre 5*, les endommagements des matériaux sollicités en fretting à débattements libres sont étudiés et quantifiés. L'analyse quantitative s'est effectuée à partir d'un critère énergétique d'usure proposé prenant en compte le volume d'usure du couple frottant, la distance totale de glissement et l'énergie totale dissipée dans le contact. Par la suite, les comportements tribologiques des matériaux ont été reliés aux différentes morphologies du troisième corps systématiquement observées dans le contact. Ces différentes morphologies ont été caractérisées par leur cohésion, leur ductilité et leur adhérence vis-à-vis des premiers corps.

SOMMAIRE

CONTEXTE DE D'ETUDE.....	1
SOMMAIRE.....	3
NOMENCLATURE.....	7

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. INTRODUCTION.....	11
I.1 Bref historique.....	11
I.2 Origines du fretting.....	12
I.3 Endommagements causés en fretting.....	13
II. CARACTERISATION DU FRETTING.....	15
II.1 Configurations de contact étudiées en fretting.....	15
II.2 Conditions de glissement.....	15
II.3 Régimes de glissement et cartes de fretting.....	18
II.4 Conditions de sollicitation.....	19
III. ANALYSE DES DEGRADATIONS INDUITES PAR LE FRETTING.....	20
III.1 Analyse de la fissuration.....	20
III.2 Analyse de l'usure.....	24
III.3 Analyse du grippage.....	30
IV. SOLUTIONS PALLIATIVES AU PHENOMENE DE FRETTING.....	34
IV.1 Critères recherchées.....	34
IV.2 Etude de cas : solutions préconisées dans l'industrie aérospatiale.....	35
V. SYNTHESE ET DEMARCHE DE RECHERCHE ADOPTEE.....	40
BIBLIOGRAPHIE.....	42

CHAPITRE II : MATERIAUX ETUDIES

I. INTRODUCTION.....	51
II. LE TITANE ET L'ALLIAGE Ti-6Al-4V.....	51
II.1 Le Titane.....	51
II.2 L'alliage de titane Ti-6Al-4V.....	52
II.3 Grenailage de précontrainte.....	54
III REVETEMENTS CUPRONICKELS ET VERNIS DE GLISSEMENT.....	55
III.1 Modes d'élaboration.....	56
III.2 Microstructures et propriétés.....	56
III.3 Etats de surface.....	58
IV. REVETEMENTS ET/OU TRAITEMENTS NOUVELLEMENT PRECONISES.....	58
IV.1 Revêtements céramiques.....	58
IV.2 Revêtements composites à base de talc.....	63
IV.3 Traitements de nitruration.....	66
IV.4 Solutions combinées conduisant à des multicouches.....	70

SOMMAIRE

V. CONCLUSION PARTIELLE	72
BIBLIOGRAPHIE.....	74

CHAPITRE III: METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

I. MACHINES DE FRETTEMENT EXISTANTES.....	77
II. MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF DE FRETTEMENT A DEBATTEMENTS LIBRES..	78
II.1 Partie mécanique.....	79
II.2 Géométrie des échantillons et des pions.....	81
II.3 Instrumentation.....	82
II. 4 Logiciel de commande et d'acquisition de données.....	83
II.5 Conditions d'essais.....	85
III SPECIFICITE DU DISPOSITIF DE FRETTEMENT A DEBATTEMENTS LIBRES.....	86
III.1 Relation débattement – force tangentielle.....	86
III.2 Complaisance du contact.....	88
III.3 Evaluation des énergies mises en jeu.....	90
III.4 Régimes de fonctionnement du contact.....	94
IV. OUTILS CONCEPTUELS.....	96
IV.1 La théorie thermodynamique de l'adhésion.....	96
IV.2 L'approche du troisième corps.....	99
V. SYNTHESE.....	101
BIBLIOGRAPHIE.....	103

CHAPITRE IV : ETUDE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE

I. CRITERES D'ANALYSE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE.....	107
I.1 Critères de glissement.....	107
I.2 Paramètres de grippage.....	108
II. COMPORTEMENT DU Ti-6Al-4V ET DES CUPRONICKELS.....	110
II.1 Comportement du Ti-6Al-4V.....	110
II.2 Comportement des cupronickels.....	115
II.3 Cartes de sollicitation locale.....	119
III. COMPORTEMENT DE QUELQUES REVÊTEMENTS ET TRAITEMENTS.....	121
III.1 Revêtements céramiques.....	133
III.2 Les traitements de nitruration.....	124
III.3 Traitements combinés.....	126
III.4 Revêtements composites NiP-talc.....	129
IV. ANALYSES DES RESULTATS.....	131
IV.1 Incertitudes de mesure.....	131
IV.2 Distance totale de glissement et coefficient de frottement.....	133
VI.3 Distance totale de glissement et travail d'adhésion.....	133
V. SYNTHESE.....	137
BIBLIOGRAPHIE.....	139

CHAPITRE V : ETUDE DE L'USURE

I - STRATEGIE DEVELOPPEE POUR L'ANALYSE DE L'USURE EN FRETTING.....	143
I.1 Quantification de l'usure.....	143
I.2 Approche par un taux d'usure.....	145
I.3 Introduction d'un coefficient énergétique d'usure.....	147
I.3 Incertitudes sur le coefficient énergétique d'usure.....	148
II - COMPORTEMENT A L'USURE DES MATERIAUX ETUDIES.....	149
II.1 Comportement des cupronickels.....	149
II.2 Comportement des revêtements céramiques.....	152
II.3 Comportement des substrats nitrurés.....	155
II.4 Comportement des traitements combinés.....	157
II.5 Comportement des revêtements composites NiP à dispersoïdes de talc...158	
II.6 Relation usure et travail d'adhésion.....	159
II.7 Synthèse partielle.....	160
III - ANALYSE DES ENDOMMAGEMENTS DES SURFACES.....	161
III.1 Description générale des traces de fretting.....	161
III.2 Troisièmes corps avec Ti-6Al-4V et cupronickels.....	164
III.3 Troisièmes corps formés avec des revêtements céramiques.....	167
III.4 Troisièmes corps formés avec les substrats nitrurés et les traitements combinés.....	169
III.5 Troisièmes corps formés par des revêtements composites NiP-talc.....	172
III.6 Relation comportement à l'usure et propriétés du 3 ^e corps.....	172
IV - CONCLUSION PARTIELLE.....	173
BIBLIOGRAPHIE.....	175
CONCLUSION.....	177
ANNEXES	179
ANNEXE A : Calcul analytique des sollicitations élastiques : contact sphère /plan.....	181
ANNEXE B : Dispositifs d'élaboration des matériaux étudiés.....	185
ANNEXE C : Mesure d'angles de contact des matériaux et calculs des énergies de surface des matériaux.....	193
ANNEXE D : Microscope interférentiel.....	199
BIBLIOGRAPHIE.....	200

SOMMAIRE

NOMENCLATURE

Propriétés des matériaux et des surfaces

e :	épaisseur du revêtement (μm)
E :	module de Young du matériau (GPa)
H :	dureté du matériau (GPa)
G :	module de cisaillement du matériau (GPa)
Ra, Rt, Rq, Rz :	rugosité moyenne, rugosité pic/vallée, écart quadratique de rugosité, profondeur moyenne des profondeurs de cinq zones d'évaluations successives (μm)
W_{12} :	travail d'adhésion à deux corps (J.m^{-2})
W_{12}^{AB} :	travail d'adhésion dû aux interactions du type non dispersif (J.m^{-2})
W_{12}^{LW} :	travail d'adhésion dû aux interactions du type dispersif (J.m^{-2})
ν :	coefficient de Poisson
γ :	énergie libre de surface (J.m^{-2})
γ_i :	énergie libre de surface du corps i (J.m^{-2})
γ_i^{AB} :	composante acide-base de l'énergie libre de surface du corps i (J.m^{-2})
γ_i^{LW} :	composante dispersive de l'énergie libre de surface du corps i (J.m^{-2})
γ_{LV} :	tension superficielle du liquide (J.m^{-2})
γ_{SL} :	énergie libre d'interaction solide/liquide (J.m^{-2})
γ_{SV} :	énergie interfaciale du solide/vapeur (J.m^{-2})
γ_{12} :	énergie libre interfaciale (J.m^{-2})
ΔF :	variation de l'énergie libre (J)
θ_e :	angle de contact ($^\circ$)
π_e :	pression d'étalement du liquide (Pa)
σ_D :	limite d'endurance du matériau (MPa)
σ_e :	limite d'élasticité du matériau (MPa)

Sollicitations de fretting, mécanique du contact et paramètres du dispositif

a :	rayon de Hertz (μm)
c :	rayon de la zone collée (μm)
C_c :	complaisance du contact ($\mu\text{m.N}^{-1}$)
C_m :	complaisance mesurée du contact ($\mu\text{m.N}^{-1}$)
C_t :	complaisance tangentielle du contact ($\mu\text{m.N}^{-1}$)
E_c :	énergie consignée (J)
E_G :	énergie au grippage (J)
F_D :	force dynamique délivrée par le pot vibrant sans contact des matériaux (N)
F_s :	force tangentielle au grippage (N)
F_t :	force tangentielle avec échantillon et pion en contact (N)
F :	fréquence (Hz)
K :	raideur du contact ($\text{N.}\mu\text{m}^{-1}$)
L :	longueur du matériau (m)
N :	nombre de cycles
P :	charge normale (N)
P_c :	charge normale critique au grippage (N)

NOMENCLATURE

P_o :	pression de Hertz (MPa)
Q :	force tangentielle (N)
S :	section du matériau (m^2)
RG :	régime de grippage
RGD :	régime de grippage différé
RGP :	régime de glissement partiel
RGM :	régime de glissement mixte
RGT :	régime de glissement total
TA6V(G) :	Ti-6Al-4V grenailé
TA6V(NG) :	Ti-6Al-4V non grenailé
μ :	coefficient de frottement
δ :	débattement réel (μm)
δ_g :	déformation du contact (μm)
δ_m :	débattement mesuré (μm)
δ_c :	débattement consigne (μm)
δ_o :	ouverture de cycle (μm)
δ_{oi} :	ouverture de cycle à chaque cycle i (μm)
δ_T :	débattement total (μm)
δ_s :	débattement seuil (μm)
δ_1, δ_2 :	Déplacement du porte-pion et déplacement du pion (μm)
ΔE :	perte d'énergie par le pot vibrant (J)

Analyse du glissement, du grippage et de l'endommagement

D_o :	distance totale de glissement (m)
E_d :	énergie dissipée (J)
E_{di} :	énergie dissipée d'un cycle i (J)
E_{dt} :	énergie totale dissipée (J)
E_t :	énergie totale (J)
FW :	facteur d'usure (J.m)
GY :	coefficient énergétique d'usure (J).
Q_e :	débit externe du troisième corps ($m^3.s^{-1}$)
Q_i :	débit interne du troisième corps ($m^3.s^{-1}$)
Q_r :	débit de recirculation du troisième corps ($m^3.s^{-1}$)
Q_s^i :	débit source du troisième corps ($m^3.s^{-1}$)
Q_w :	débit d'usure du troisième corps ($m^3.s^{-1}$)
r :	rayon d'usure de la trace (μm)
R :	rayon du pion (μm)
TTS :	transformation tribologique structurale
U_c :	taux d'usure du contact ($m^3.N^{-1}.m^{-1}$)
V :	volume d'usure (m^3)
V_c :	volume d'usure global du contact (μm^3)
V_d^- :	volume de matière du disque enlevée (μm^3)
V_d^+ :	volume de matière rapporté sur le disque enlevée (μm^3)
V_d :	volume d'usure du disque (μm^3)
V_p :	volume d'usure du pion (μm^3)
α_u :	coefficient énergétique d'usure ($m^3.J^{-1}$)

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I. INTRODUCTION.....	11
I.1 Bref historique.....	11
I.2 Origines du fretting.....	12
I.3 Endommagements causés en fretting.....	13
II. CARACTERISATION DU FRETTING.....	15
II.1 Configurations de contact étudiées en fretting.....	15
II.2 Conditions de glissement	15
II.3 Régimes de glissement et cartes de fretting.....	18
II.4 Conditions de sollicitation.....	19
II.4.1 Essais conduits sur une machine de fatigue modifiée.....	19
II.4.2 Essais conduits sur une machine de fretting-wear.....	20
III. ANALYSE DES DEGRADATIONS INDUITES PAR LE FRETTING.....	20
III.1 Analyse de la fissuration.....	20
III.1.1 Amorçage des fissures.....	21
III.1.2 Propagation des fissures.....	24
III.2 Analyse de l'usure.....	24
III.2.1 Analyse qualitative de l'usure.....	25
III.2.1 Approche quantitative de l'usure.....	27
III.3 Analyse du grippage.....	30
III.3.1 Définition, origines et conséquences du grippage.....	30
III.3.2 Critère de grippage et relation entre grippage et travail d'adhésion.....	32
IV. SOLUTIONS PALLIATIVES AU PHENOMENE DE FRETTING.....	34
IV.1 Critères recherchés.....	34
IV.2 Etude de cas : solutions préconisées dans l'industrie aérospatiale.....	35
IV.2.1 Revêtements d'alliage cupronickel.....	35
IV.2.2 Vernis de glissement contenant du MoS ₂	36
IV.2.3 Revêtements céramiques.....	37
IV.2.4 Revêtements composites NiP-talc.....	39
IV.2.5 Traitements de nitruration.....	39
V. SYNTHESE ET DEMARCHE DE RECHERCHE ADOPTEE.....	40
BIBLIOGRAPHIE.....	42

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

*Après une brève introduction historique, ce chapitre présente en plusieurs étapes des résultats expérimentaux et théoriques obtenus sur des machines de **fretting à débattements imposés**. L'analyse des conditions de glissement, le problème de fissuration et d'usure par formation de débris ainsi que le phénomène de grippage sont présentés. L'étude des solutions palliatives pour améliorer la tenue en fretting des matériaux est également évoquée.*

I. INTRODUCTION

I.1 Bref historique

D'après la définition donnée par la société américaine de mécanique, le fretting est un mouvement alterné de faible amplitude qui peut se produire entre deux surfaces en contact. Cette sollicitation a été étudiée pour la première fois au début du xx^{ème} siècle par Eden [Eden *et al.*, 1911] lors de la mise en évidence de la présence de débris d'oxyde de fer entre une éprouvette de fatigue en acier et un mors en acier de la machine. La cause du phénomène a été attribuée à tort, à des mécanismes de corrosion, ce qui conduira par la suite à la dénomination de « fretting corrosion ». De même, Tomlinson [Tomlinson, 1927] a observé la formation d'oxyde de fer lors de la rotation d'une sphère sur un plan tous deux en acier et l'oxydation des débris d'usure par l'environnement ambiant. Warlow-Davies envisage le premier, l'effet du fretting sur les propriétés de fatigue [Warlow-Davies, 1941]. Progressivement, les travaux de McDowell [McDowell, 1953] montreront que l'oxydation est une conséquence et non la cause du phénomène et que la formation des débris est induite par le frottement des surfaces et non l'effet de l'oxydation. Parallèlement, Cattaneo [Cattaneo, 1938], Mindlin [Mindlin, 1949] et Johnson [Johnson, 1955] décrivent les sollicitations cycliques de cisaillement imposées en surface de contact et aident à mieux comprendre les mécanismes de la propagation de fissures en glissement partiel. Enfin, le fretting accélère grandement le processus d'amorçage des fissures et l'étude de l'action conjointe du fretting et de la fatigue conduit à un facteur d'abattement de 2 à 5 sur la limite d'endurance suivant les conditions de contact [Waterhouse, 1992].

Le fretting est donc une sollicitation néfaste pour les assemblages en général et présente un problème économique évident. Eurocopter France indique que 60 % des rebuts ou réparations liés aux surfaces ont pour cause le fretting [Fouvry, 1997]. On trouve des proportions importantes dans d'autres secteurs industriels comme les travaux publics, les transports, le secteur énergétique, la construction, le biomédical. La sécurité des individus

peut dépendre du fretting : citons, les crashes de l'avion d'Amsterdam en 1991 [Fouvry, 1997] et celui de l'hélicoptère PUMA de vira Gambarogno en 1997 attribués au fretting [BEAA, 2003].

Les endommagements occasionnés par le fretting ont conduit progressivement à la mise en place de trois domaines de recherche menés respectivement par :

- La *communauté mécanicienne* se préoccupe de l'influence du fretting sur la fissuration et utilise pour cela des essais de fretting développés sur des machines de fatigue.
- Les *chercheurs en sciences des matériaux* développent de nouveaux traitements superficiels et revêtements permettant de minimiser les dégradations induites par le fretting.
- Les *tribologues* tentent de comprendre les mécanismes d'action des couches interfaciales de débris et de déterminer leur couplage avec le système étudié.

I.2 Origines du fretting

Le fretting apparaît dans tout assemblage mécanique. Deux cas sont distingués dans la littérature :

- Les *pièces assemblées soumises à un environnement vibratoire susceptible d'induire des microglissements entre les surfaces en contact*. Ces microglissements peuvent aller de quelques micromètres jusqu'à quelques centaines de micromètres. C'est le cas de toutes les liaisons quasi statiques (figure 1.1) à l'instar des assemblages par rivetage, des assemblages par boulonnage ou des assemblages emmanchés... dont les pièces en contact ne sont pas censées subir un déplacement relatif. C'est aussi le cas des mécanismes assurant une transmission de puissance tels que les systèmes d'engrenages ou les roulements à billes lorsqu'ils ne fonctionnent pas (figure 1.2).
- Les *pièces assemblées soumises directement à des contraintes variables* (figure 1.3). Dans cette situation, les microglissements résultent de la déformation des pièces. C'est le cas par exemple des câbles de pont, des câbles électriques, les câbles d'ascenseur...

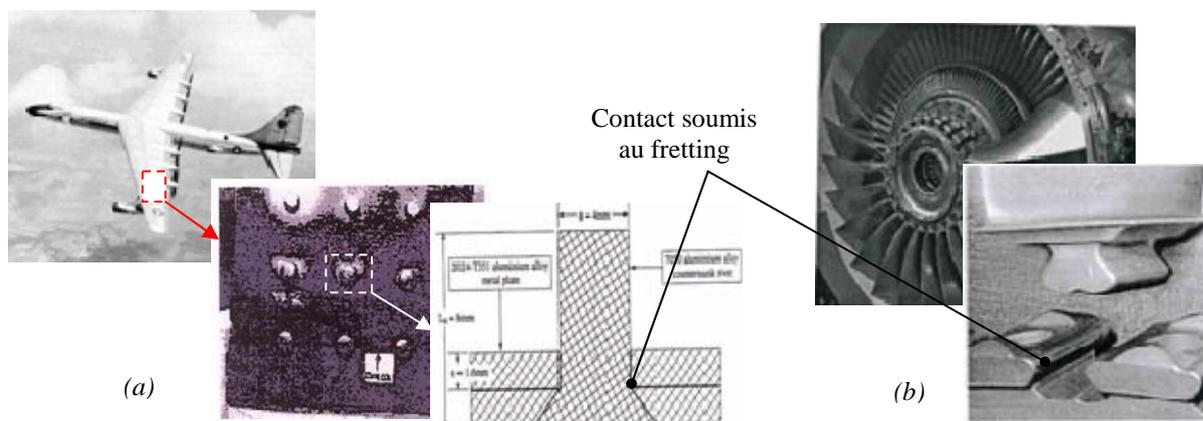


Figure 1.1: Cas de liaisons quasi statiques soumises au fretting : (a) assemblage par rivetage [Szolwinski et al., 1996] et (b) assemblage par emmanchement pour aubes de soufflante des turboréacteurs [Fridrici, 2002 ; Hager et al., 2004].

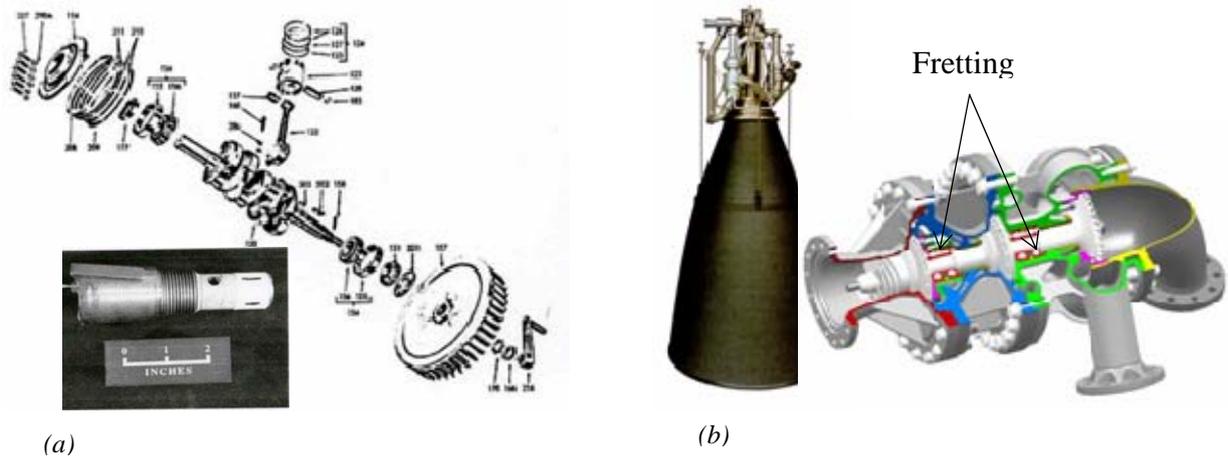


Figure 1.2 : Cas de mécanismes assurant une transmission de puissance soumis au fretting : (a) Roues dentées [Hoepfner, 2006] et (b) turbopompe hydrogène du moteur Vinci [Ganne, 2004].

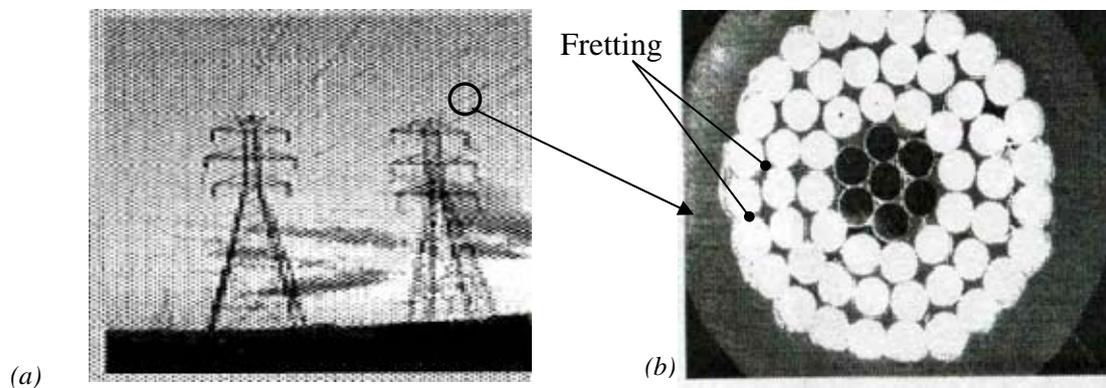


Figure 1.3: Fretting dans des contacts électriques [Lindley, 2004]. (a) câbles de ligne haute tension et (b) coupe transversale d'un câble.

I.3 Endommagements causés en fretting

La sollicitation de fretting est à l'origine de nombreuses avaries, de pertes de fonctionnalité et dans le cas extrême de ruptures catastrophiques. Elle est considérée comme une dégradation critique dans de nombreux secteurs industriels. En effet, le fretting peut conduire à trois types d'endommagement :

- Le *grippage* se traduit par le blocage du mécanisme résultant de l'adhésion des matériaux en contact ou du comblement du jeu de fonctionnement par les débris.
- La *fissuration* qui, non contrôlée, peut entraîner une rupture brutale et catastrophique du mécanisme par fatigue du contact (figure 1.4). La prise en compte de la chute de la résistance à la fatigue des matériaux due au fretting est considérée comme indispensable par les industriels en particulier dans l'aéronautique.
- L'*usure* avec formation de débris qui conduit à une perte de côte entraînant un remplacement des pièces ou un blocage des liaisons (figure 1.5).

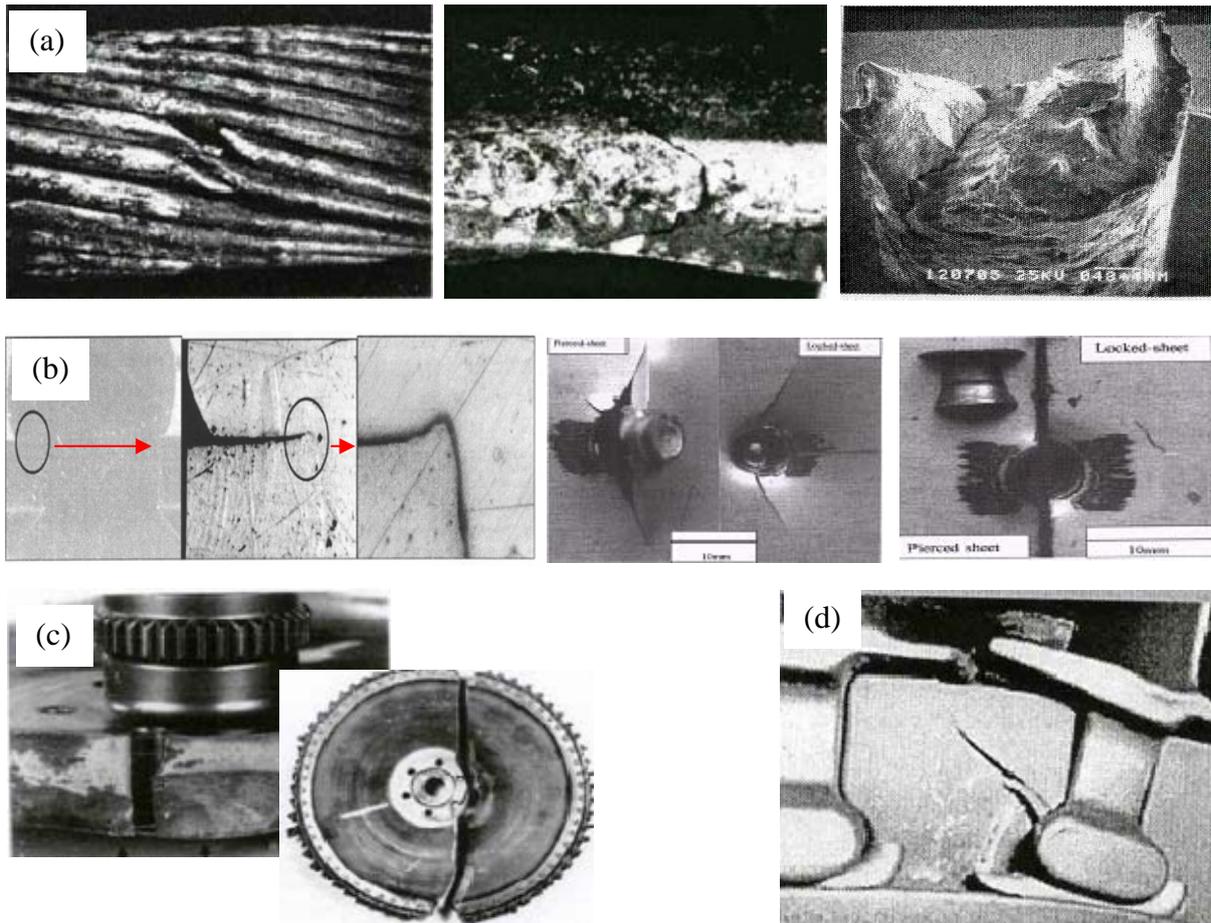


Figure 1.4: Fissuration des structures en fretting.
 (a) Fissuration de câbles électriques [Lindley, 2004] ; (b) Fissuration d'un assemblage par rivetage d'une structure d'avion [Han, 2006] ; (c) Destruction d'un système de transmission de puissance soumis au fretting [Hoepfner, 2006] (d) Destruction d'un contact aubes/disque de soufflante d'un turboréacteur soumis au fretting [Lindley, 2004]

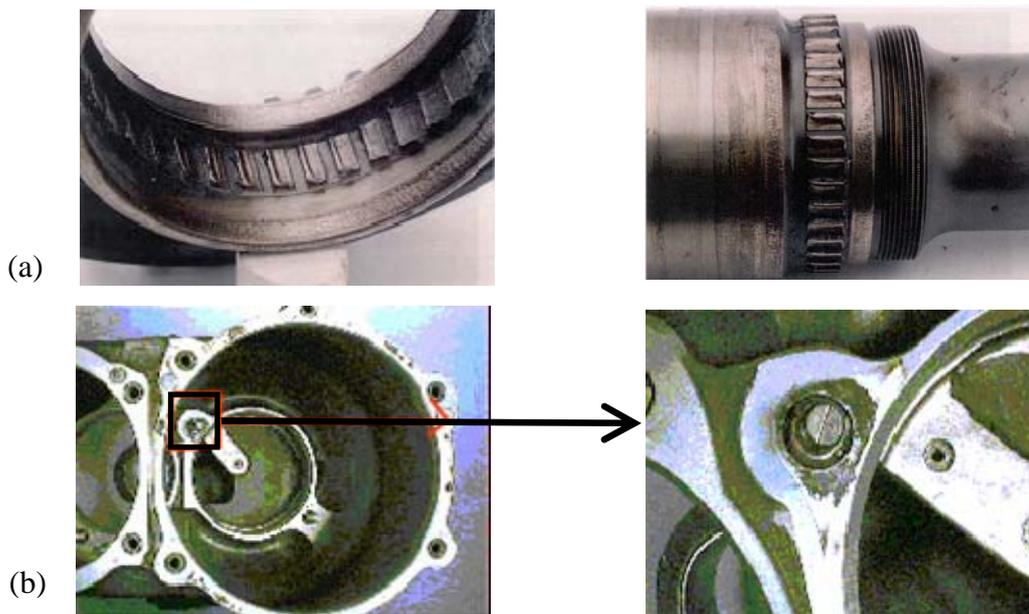


Figure 1.5 : Quelques cas d'usure en fretting de pièces assemblées : (a) Cannelures détruites et portées usées d'un arbre de rotor d'hélicoptère [BEAA, 2003] ; (b) Usure d'un boîtier de transmission de puissance d'avion [Elleuch, 2002].

II. CARACTERISATION DU FRETTEMENT

II.1 Configurations de contact étudiées en fretting

Les contacts réels entre deux corps sont généralement mal définis. Leur étude reste complexe étant donnée l'interactivité des différents paramètres agissant sur la vie d'un contact et la constante évolution du contact lors des essais. Cependant, afin de modéliser les mécanismes de dégradation en fretting, les chercheurs ont ainsi choisi des géométries simplifiées faciles à étudier : contact plan/plan, contact cylindre/plan ou contact sphère/plan.

La configuration plan/plan permet de maintenir la surface de contact constante quelle que soit l'usure des échantillons. Cependant, l'analyse mécanique montre que la distribution des pressions ainsi que la contrainte de cisaillement se caractérisent par une discontinuité en bordure de contact rendant difficile l'évaluation du chargement imposé au matériau. De plus, la mise en glissement engendre des mésalignements qui accentuent encore ces effets de bords.

Les configurations sphère/plan et cylindre/plan sont souvent préférées au contact plan / plan. Ces configurations sont décrites en chargement normal par la théorie de Hertz en appliquant les principes de l'élasticité linéaire (**annexe A**). Lorsqu'on se trouve en déformation plane pour la configuration cylindre / plan glissant, une analyse élastique permet de déterminer les contraintes dans le plan [McEwen, 1949]. Les distributions des chargements élastiques dans le plan du contact sphère/plan ont été introduites par Hamilton *et al.* [Hamilton *et al.*, 1966] et explicitées par Sackfields [Sackfield *et al.*, 1983]. L'analyse de la fissuration est plus souvent étudiée sur le contact bidimensionnel cylindre/plan car plus facile à modéliser. En revanche, elle reste difficile dans un contact sphère/plan car cette configuration implique une description tridimensionnelle bien que l'étude de l'usure utilise généralement ce genre de configuration. Des informations complètes peuvent être trouvées dans les ouvrages de Johnson [Johnson, 1985] et de Hills [Hills *et al.*, 1993].

II.2 Conditions de glissement

Considérons un contact statique sphère/plan chargé sous l'effet d'une force normale P . La taille de la zone de contact (disque de diamètre $2a$) ainsi que le champ des contraintes (pression de Hertz, contraintes superficielles, cisaillement profond...) peuvent être déterminés par la théorie de Hertz [Hertz, 1882]. L'application d'une force tangentielle Q va d'abord se traduire par un glissement annulaire en périphérie du contact [Cattaneo, 1938 ; Mindlin, 1949], alors que l'aire de contact centrale reste bloquée (figure 1.6a). L'accroissement de la force tangentielle favorise l'expansion de la zone glissante et réduit la zone collée (figure 1.6b). Lorsque la valeur de la force tangentielle atteint celle du coefficient de frottement μ , c'est-à-dire lorsque $P = \mu Q$, la zone bloquée disparaît et le glissement entre les deux surfaces conduit à un déplacement relatif entre les deux massifs (figure 1.6c).

Cattaneo [Cattaneo, 1938] et Mindlin [Mindlin, 1949] sont les premiers à interpréter le comportement non linéaire de $Q = f(\delta)$. En appliquant le formalisme de Hertz, ils donnent la description mécanique du cycle de chargement du cisaillement à l'interface respectivement pour les contacts sphère / plan et cylindre / plan. Ils mettent en avant la différence entre la notion de coefficient de frottement μ et l'évolution du rapport Q/P : tant que l'on est en glissement partiel, on ne peut associer le coefficient de frottement μ au rapport Q/P . Tanaka *et al.* [Tanaka *et al.*, 1985] reprennent cette description à partir de corrélations établies entre le rapport de force Q/P et l'amplitude de débattement δ pour un contact plan/plan (figure 1.7).

Un déplacement relatif de très faible amplitude imposé entre les surfaces, engendre une distribution des contraintes de cisaillement $q(x,y)$ par l'accommodation élastique des massifs. Tant que localement l'amplitude de celles-ci reste inférieure à la condition de glissement, tel que $q(x,y) = \mu p(x,y)$, la réponse est linéaire et le cisaillement local est proportionnel aux déformations locales (stade I). Dans le cas contraire, le contact part localement en glissement et le cisaillement associé est constant. Cependant, au fur et à mesure de l'augmentation du déplacement macroscopique δ , l'amplitude des distributions de cisaillement augmente et la proportion des domaines glissants dans le contact progresse (stade II). La réponse macroscopique $Q/P = f(\delta)$ est moins linéaire, mais représentative d'un comportement composite entre des contacts glissants et des contacts collés. En augmentant encore l'amplitude du déplacement δ , l'ensemble du contact passe en glissement. Le déplacement appliqué est associé à la condition de transition de glissement (stade III). Pour des déplacements plus importants, le rapport Q/P n'est plus dépendant de l'amplitude du débattement δ , le contact est en glissement total (stade IV) et $Q = \mu P$.

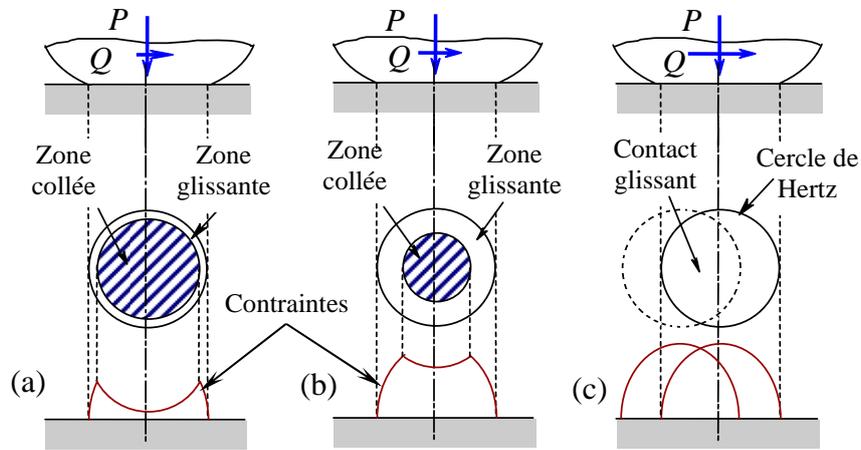


Figure 1.6 : Application d'une force tangentielle à un contact sphère – plan chargé.
 (a) $Q \ll \mu P$ (b) $Q < \mu P$ (c) $Q = \mu P$

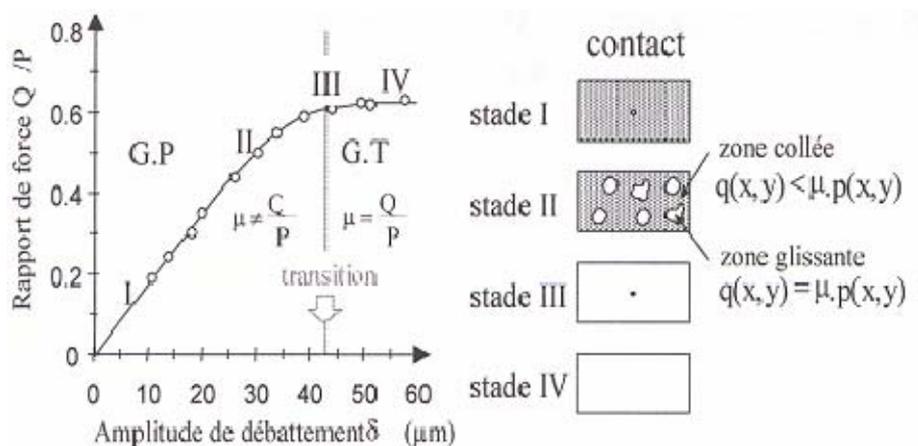


Figure 1.7: Evolution du rapport Q/P en fonction du débattement pour l'acier SUP9 [Tanaka, 1985].

Vingsbo et Soderberg [Vingsbo & Soderberg, 1988] approfondissent l'étude de Tanaka et définissent la condition limite de glissement total ce qui leur permet d'établir les premières cartes de sollicitation en fretting pour un contact sphère / plan (figure 1.8).

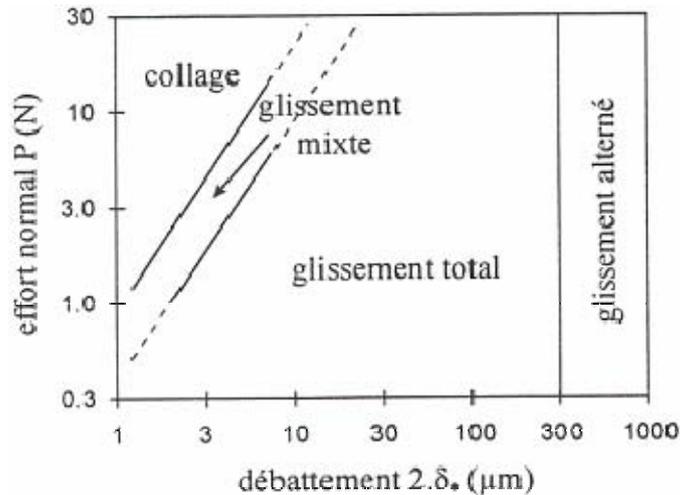


Figure 1.8 : Carte de glissement en fretting d'après Vingsbo et Soderberg [Vingsbo & Soderberg, 1988].

Ainsi, en fonction de l'effort normal appliqué au contact, du débattement relatif entre les deux surfaces, trois conditions de glissement sont rencontrées en fretting et peuvent être discriminées lors de l'observation des cycles de fretting donnant l'évolution de l'effort tangentiel Q en fonction du déplacement δ (hystérésis entre force de frottement et débattement) [Vincent, 1994] :

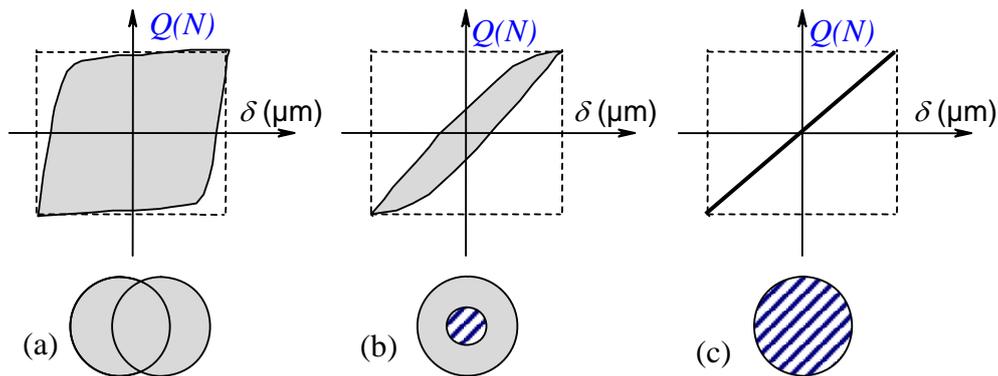


Figure 1.9: Trois types de cycle de fretting :
 (a) condition de glissement total (b) condition de glissement partiel (c) condition de collage.

- La *condition de glissement total* où le cycle est très ouvert et généralement de forme quadratique car la force tangentielle est constante pendant la période de glissement (figure 1.9a). Le rapport de l'effort tangentiel Q sur l'effort normal P permet alors de définir un coefficient de frottement. L'amplitude de glissement est supérieure à une valeur critique à partir de laquelle la trace de fretting est assimilée à une zone de glissement marquée par une zone de recouvrement. L'énergie dissipée dans le contact par le frottement est représentée par l'aire du cycle.
- La *condition de glissement partiel* où le cycle est plus fermé et de forme elliptique (figure 1.9b) se traduit dans le contact par la présence d'une zone centrale collée, entourée d'un anneau de glissement. Le rapport entre la force tangentielle maximale Q et la force normale P ne correspond plus au coefficient de frottement.
- La *condition de collage (grippage)* où le cycle est fermé (figure 1.9c). Le déplacement est alors accommodé, uniquement de façon élastique, par les couches superficielles

des matériaux et par le dispositif (rigidité du montage) : on parle alors de condition non dissipative. Le collage total génère une destruction plus ou moins importante des matériaux après ouverture du contact.

II.3 Régimes de glissement et cartes de fretting

La notion de condition de glissement a été complétée par Colombié [Colombié, 1986] qui introduit le concept de « régime ». Ce concept prend en compte l'évolution du contact en fonction du temps et met en évidence des situations où le contact bascule d'une condition de glissement vers une autre pendant l'essai. Il introduit les « bûches de fretting » pour appréhender l'évolution de la condition en fonction du temps. On définit ainsi les cycles de fretting $Q(\delta)$ en fonction du nombre de cycles suivant une échelle logarithmique. Le choix des échelles est essentiellement lié à la rapidité de l'évolution en début d'essai. Ainsi, les évolutions de la condition de glissement sont définies par trois régimes (figure 1.10) :

- Le *régime de glissement partiel (RGP)* où la condition de glissement partiel est toujours observée : les amplitudes de glissement sont faibles pour des chargements normaux importants. La dégradation observée pour ce régime est caractérisée par l'apparition des fissures [Blanchard *et al.*, 1991; Proudhon, 2005].
- Le *régime de glissement total (RGT)* où la condition de glissement total est toujours maintenue : les amplitudes de glissement sont beaucoup plus importantes pour des chargements normaux relativement faibles. La dégradation observée est de l'usure avec formation de débris (enlèvement de matière) [Blanchard *et al.*, 1991].
- Le *régime de glissement mixte (RGM)* où l'on observe durant l'essai une évolution de la condition de glissement : alternance de glissement partiel et total. L'action de ces deux régimes provoque une compétition entre fissuration et usure dans les matériaux en contact [Zhou & Vincent, 1995].

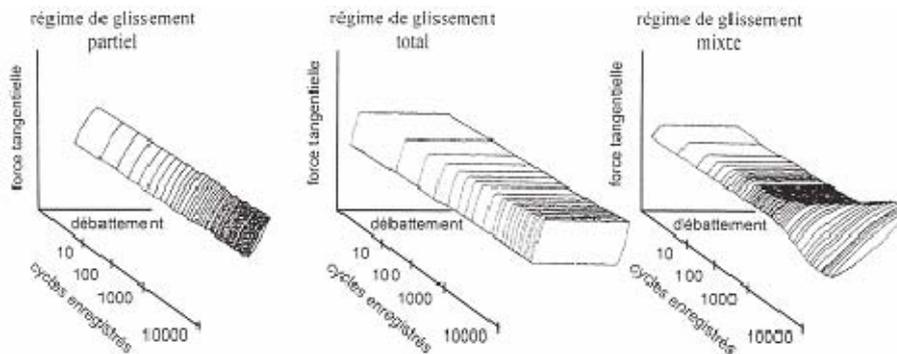


Figure 1.10 : Bûches de fretting pour les trois régimes de glissement [Colombié, 1986].

En partant du concept « carte » introduit par Vingsbo, Vincent *et al.* [Vincent *et al.*, 1992] transposent la représentation temporelle des bûches et proposent des cartes de régime de glissement. On parle alors de carte de sollicitation locale ou Running Condition Fretting Map (figure 1.11a). Cette carte permet de définir les positions des régimes de glissement dans un plan effort normal – débattement imposé. La connaissance des régimes de glissement a permis de délimiter l'étude des dégradations causées par le fretting et d'apporter éventuellement des traitements palliatifs : on parle ainsi de carte de réponse du matériau ou Material Response Fretting Map (figure 1.11b).

Les cartes de fretting sont des outils importants pour les ingénieurs car elles permettent d'avoir une vision claire et immédiate des problèmes rencontrés dans les applications industrielles [Elleuch, 2002, Shinde & Hoepfner, 2005 ; Zhou *et al.*, 2006]. En définitive, les cartes de sollicitation locale sont obtenues à partir de l'analyse des bûches de frottement alors que les cartes de réponse des matériaux sont déduites de l'expertise des traces de fretting.

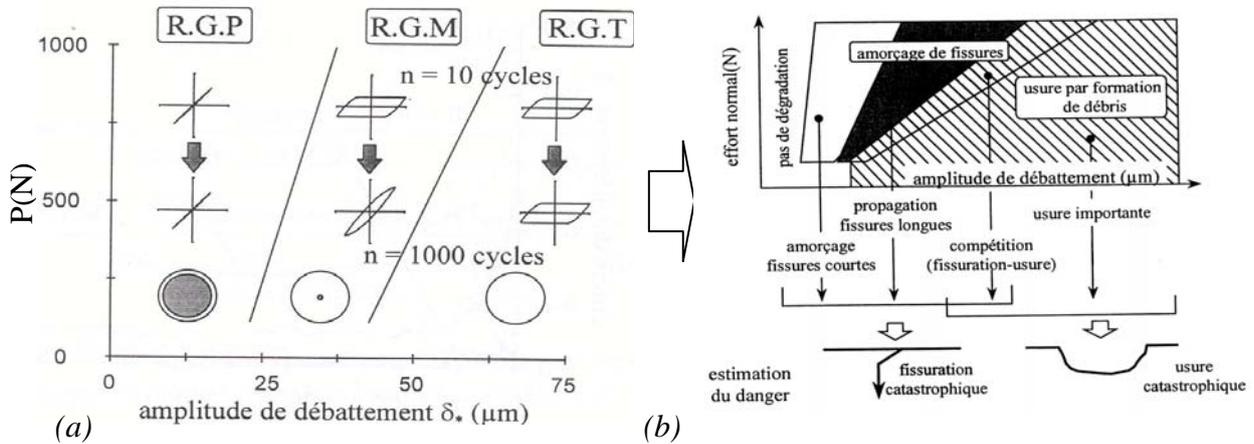


Figure 1.11 : (a) Cartes de sollicitation locale et (b) carte de réponse du matériau [Fouvry, 1997].

II.4 Conditions de sollicitation

Deux types d'essai sont recensés dans la littérature pour étudier la fissuration et l'usure causées par le fretting dans une sollicitation à efforts tangentiels imposés ou à débattements imposés.

II.4.1 Essais conduits sur une machine de fatigue modifiée

Dans cet essai connu sous le nom de fretting-fatigue, les microglissements sont générés par la déformation d'une éprouvette de fatigue soumise à des sollicitations de traction répétée (figure 1.12). Le contact est assuré sur les deux faces latérales par l'application d'une force normale. Le cycle de chargement imposé au matériau résulte donc de la superposition d'une composante de contact et d'une composante homogène imposée à l'éprouvette. La fissuration et l'usure peuvent être étudiées en fonction de la charge normale et du débattement.

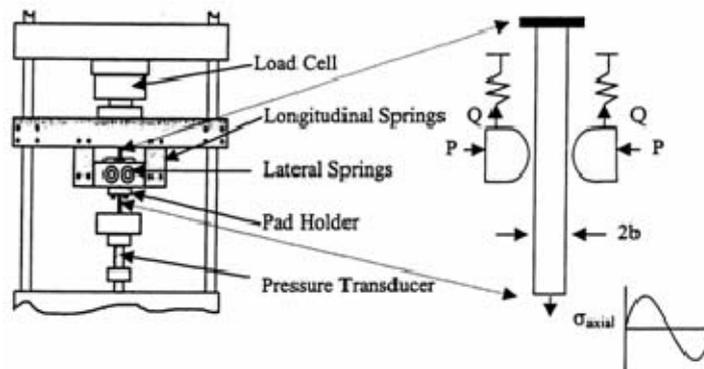


Figure 1.12 : Essais de fretting-fatigue [Lykins *et al.*, 2000].

Les fissures apparaissent toujours au niveau du contact. Ainsi, le fretting gouverne l'amorçage des fissures mais ce sont les conditions de sollicitation qui provoquent leur propagation. La susceptibilité des matériaux en fretting est alors évaluée en traçant avec précision les courbes de Wöhler [Bleuzen, 1988]. Ainsi, l'influence du fretting sur la fatigue du matériau peut être déterminée à partir des coefficients d'abattement.

Ce type de machine peut également mettre en évidence l'usure pour des conditions complexes de sollicitation [Jin & Mall, 2004 ; Lee *et al.*, 2005]. Le but est alors d'établir l'influence des contraintes extérieures sur ce type d'endommagement.

II.4.2 Essais conduits sur une machine de fretting-wear

Dans ce type d'essai, l'éprouvette n'est pas soumise à une contrainte de traction. Son déplacement relatif peut être imposé par un actionneur de type pot vibrant ou piézo-électrique ou système hydraulique... Un effort normal est appliqué sur l'une de ses faces planes dans un contact plan/plan, cylindre/plan ou sphère/plan (figure 1.13).

L'analyse de la fissuration conduit à l'étude des mécanismes d'amorçage de fissures où ce type d'essai est très adapté. Nous pouvons ainsi citer les travaux de Zhou [Zhou, 1992], de Yantio [Yantio, 2003], de Proudhon *et al.* [Proudhon *et al.*, 2005 ; Proudhon *et al.*, 2006]. Les cinétiques d'usure des matériaux sont généralement étudiées dans ce type d'essai car les paramètres pouvant influencer ce type d'endommagement peuvent être contrôlés [Berthier *et al.*, 1989] d'où le nom de fretting-wear.

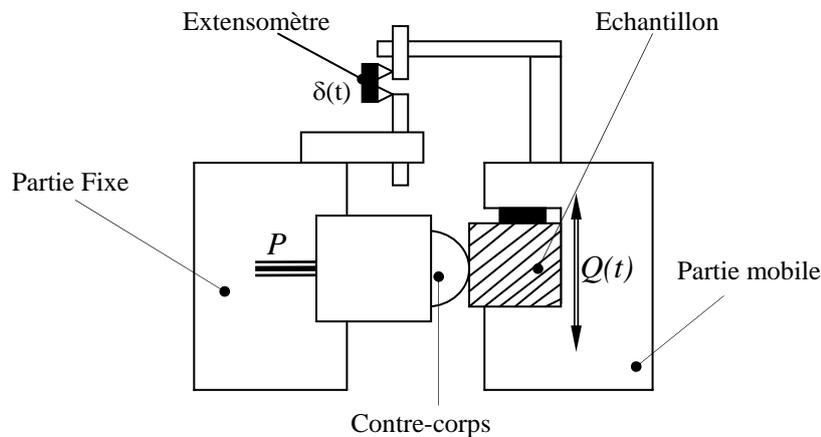


Figure 1.13 : Essai de fretting-wear [Yantio, 2003].

III. ANALYSE DES DEGRADATIONS INDUITES PAR LE FRETTING

Trois types d'endommagement peuvent être analysés en fretting : la fissuration, l'usure et le grippage.

III.1 Analyse de la fissuration

L'étude de la fissuration est conduite à la fois sur des essais de fretting-fatigue et sur des essais de fretting-wear en régime de glissement partiel. Une approche fretting-wear permet caractériser l'amorçage des fissures tandis qu'une approche fretting-fatigue permet de déterminer les lois de propagation des fissures.

III.1.1 Amorçage des fissures

L'étude de la fissuration conduite à partir d'essai de fretting-wear débouche généralement sur l'analyse quantitative de l'amorçage des fissures. Le tracé de la courbe de Wöhler est irréalizable à cause de la non rupture des échantillons pendant l'essai. Cependant, l'analyse de l'amorçage de fissure est généralement qualitative, uniquement fondée sur l'expertise du site d'amorçage et de la direction de la première propagation.

Buckley [Buckley, 1985] considère que l'amorçage des fissures se produit en bordure de contact, là où les contraintes de traction sont les plus élevées (figure 1.14a). Il se produit une déformation plastique locale. Des travaux postérieurs ont montrés des résultats similaires [Nakasawa, 1992 ; Waterhouse & Trowsdale, 1992 ; Hirakawa *et al.*, 1994 ; Li *et al.*, 2000]. Les auteurs montrent que le site d'amorçage des fissures dépend de la condition de glissement et de l'extension du domaine de glissement et dans une certaine mesure des caractéristiques du matériau. Pour des contacts ayant un domaine de glissement restreint, l'amorçage en bordure de contact est souvent unique. Le contact se rapprochant de la transition de glissement, le domaine s'étend et on observe une multifissuration sur l'ensemble du domaine de glissement (figure 1.14b).

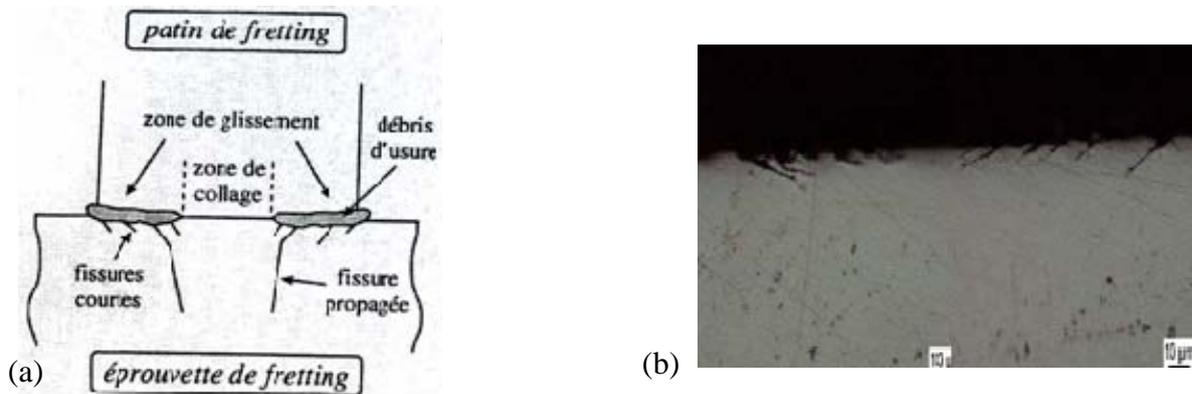


Figure 1.14: (a) Schématisation de l'endommagement par fretting fatigue d'un contact plan-plan [Nakasawa, 1992] et (b) Multifissuration en fretting-wear pour des conditions proches de la transition [Yantio, 2003].

La recherche des conditions critiques d'amorçage de fissures est fondée sur l'analyse de la carte de réponse du matériau. Différents chargements normaux sont sélectionnés, et pour chacun d'eux, l'amplitude limite de l'effort tangentiel conduisant à l'amorçage d'une fissure est encadrée par une série d'essais (figure 1.15). Les critères d'analyse sont faits par adaptation des critères multi-axiaux de fatigue à la sollicitation de fretting. Nous avons entre autres :

- Le critère de Dang Van [Dang Van, 1993] qui permet de prédire la condition d'amorçage de fissure à grands nombres de cycles (fatigue polycyclique), ainsi que la position et l'orientation de la fissure. Fouvry [Fouvry, 1997 ; Fouvry *et al.*, 2002] introduit dans cette même étude la notion de volume élémentaire caractérisant la microstructure du matériau et permettant de moyennner les contraintes dans des zones à fort gradient de contrainte. Cette idée est reprise par Proudhon [Proudhon *et al.*, 2005 ; Proudhon *et al.*, 2006] qui démontre que ce volume élémentaire, dans le cas des alliages d'aluminium, doit aussi intégrer la sévérité du gradient des contraintes.

- Le *critère de McDiarmid* [McDiarmid, 1991] qui prédit que le risque d'amorçage de fissure a lieu dans le plan critique, c'est-à-dire celui où les contraintes de cisaillement sont maximales. Le risque d'amorçage des fissures de l'alliage d'aluminium 2017A a été mis en évidence grâce à ce critère [Elleuch, 2002].
- Le *critère SWT* (Smith-Watson-Topper) [Smith *et al.*, 1970] a été développé pour des nombres de cycles compris entre $2 \cdot 10^4$ et 10^6 . Ce critère de fatigue stipule que l'amorçage des fissures se produit dans le plan qui maximise le produit de l'amplitude de déformation normale par la contrainte normale maximale au cours d'un cycle. L'analyse de différents paramètres de fretting permettant de prédire l'amorçage de fissure en fretting-fatigue a mis en évidence que le critère de SWT permet de prédire aussi précisément que possible l'amorçage de fissure en fatigue et en fretting-fatigue pour le Ti-6Al-4V et le Al2024T351 [Szolwinski *et al.*, 1998 ; Lykins *et al.*, 2000 ; Fridrici *et al.*, 2005 ; Proudhon *et al.*, 2006].

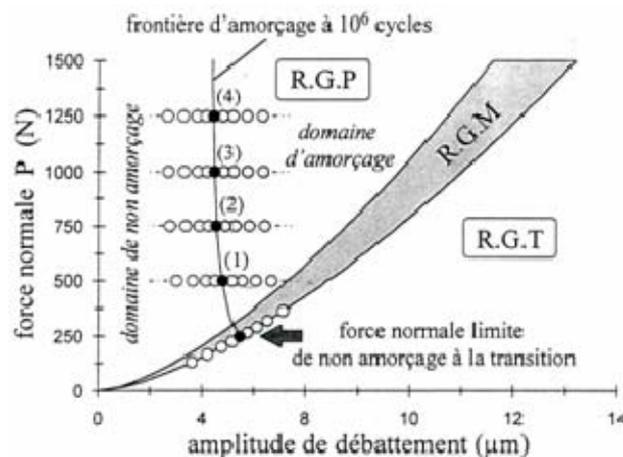


Figure 1.15 : Détermination de la frontière d'amorçage en régime de glissement partiel à 10^6 cycles d'un contact 30NiCrMo16 / 100Cr6 [Fouvry, 1997].

III.1.2 Propagation des fissures

Un endommagement par fissuration est souvent attribué au caractère cyclique de la sollicitation de fretting, c'est-à-dire au phénomène de fatigue. La tenue en fatigue d'un matériau est généralement déterminée à l'aide des courbes d'endurance pour des essais de fatigue uniaxiale. Ces courbes de Wöhler permettent de déterminer la limite d'endurance du matériau, σ_D , définie comme la contrainte de tension maximale que peut supporter le matériau sans se rompre au bout d'un grand nombre de cycle (10^7 à 10^9 cycles). Les essais de fretting-fatigue permettent ainsi de déterminer des coefficients d'abattement à partir du tracé de courbes de Wöhler (figure 1.16) [McDowell, 1953 ; Bleuzen, 1988 ; Szolwinski & Farris, 1998 ; Hoepfner *et al.*, 2003 ; Allen *et al.*, 2003 ; Ramakrishna *et al.*, 2005]. Ces coefficients d'abattement de durée de vie et de limite d'endurance permettent de quantifier l'influence du fretting sur la fatigue des matériaux.

Dans ces études, les paramètres généralement pris en compte sont la limite d'endurance σ_D , la force normale appliquée P et le débattement relatif δ au niveau du contact. La plupart des auteurs utilisent la limite d'endurance pour prédire la durée de vie [Szolwinski *et al.*, 1998 ; Lykins *et al.*, 2000]. Cette durée de vie diminue de façon monotone avec l'augmentation de la pression du contact [Endo, 1981]. Toutefois, Del Puglia [Del Puglia *et al.*, 1994] et plus récemment Ramakrishna [Ramakrishna *et al.*, 2005] ont montré que cette

durée de vie passe par un minimum pour une certaine pression de contact. Waterhouse [Waterhouse, 1981] stipule que pour des amplitudes importantes, la limite de fatigue augmente à nouveau ce qui est due à une extension importance de l'usure (glissement total). En effet, l'usure élimine progressivement les microfissures de surface avant qu'elles puissent se propager.

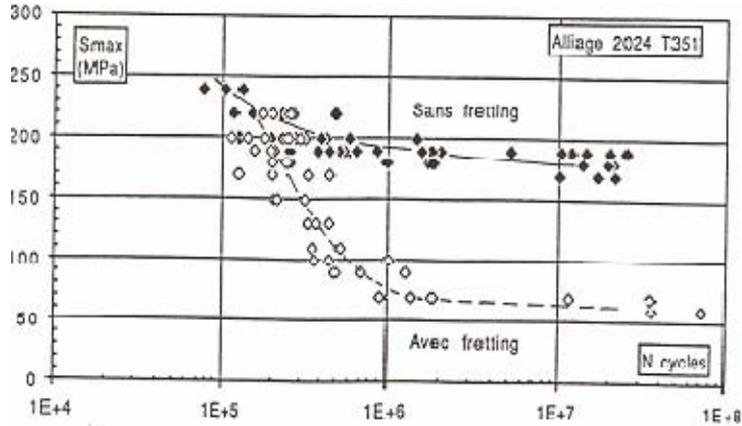


Figure 1.16 : Courbes de Wöhler avec ou sans fretting obtenue sur un alliage d'alliage d'aluminium à durcissement structural (alliage 2024) [Bleuzen, 1988].

Par ailleurs, confrontés à des problèmes de rupture de pales sur des générateurs électriques, Nix & Lindley [Nix & Lindley, 1988] expliquent qu'il est primordial de définir la condition à laquelle une fissure va se propager et indiquent que la limite d'endurance déterminée ne correspond pas à la condition d'amorçage en présence des fissures courtes observées. Hirakawa et Toyama [Hirakawa & Toyama, 1994] observent des résultats similaires pour l'étude de la fissuration induite par fretting sur les surfaces des axes où sont frettées des roues de chemin de fer (figure 1.17a). Bleuzen [Bleuzen, 1988] résume les différentes étapes de la fissuration transposées aux courbes de Wöhler en fonction des conditions de sollicitation et de la durée de l'essai (figure.1.17b).

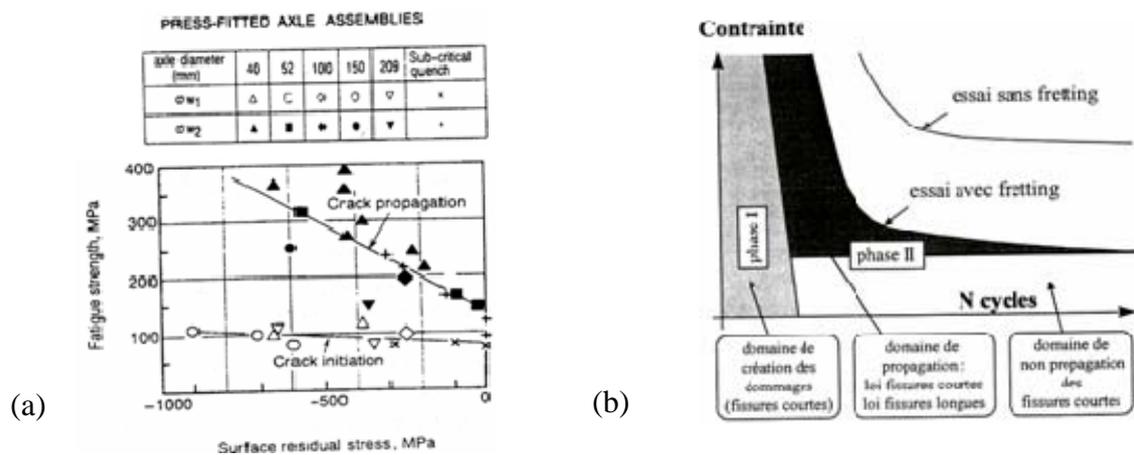


Figure 1.17 : (a) Seuils d'amorçage et de propagation en fonction des contraintes résiduelles en surface des axes (assemblages par fretting) [Hirakawa & Toyama, 1994] ;
 (b) Schématisation du processus conduisant à la rupture des éprouvettes de fretting-fatigue [Bleuzen, 1988].

Dans un article de synthèse, Waterhouse [Waterhouse, 1981] résume la fissuration en deux stades (figure 1.18) :

- *Stade I* : après amorçage, la fissure se développe sous un angle de l'ordre de 45° par rapport à la surface correspondant ainsi au plan de cisaillement maximal. La longueur de la fissure dépend des sollicitations imposées mais surtout du matériau et de sa sensibilité au cisaillement.
- *Stade II* : la propagation est dominée par la contrainte de traction en tête de fissure. La fissure, s'oriente alors de façon à présenter un facteur d'intensité de contrainte K_I maximal, soit une orientation perpendiculaire à la contrainte principale. A ce stade, la sollicitation de fatigue influence plus le comportement de la fissure que la sollicitation de contact.

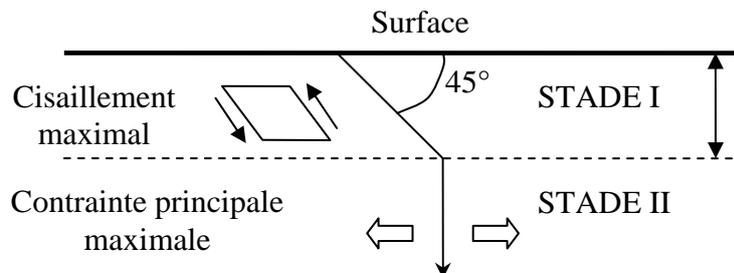


Figure 1.18: Croissance d'une fissure de fatigue d'après [Forsyth, 1961].

Les directions des contraintes principales variant dans le temps, Lamacq [Lamacq, 1997] montre que le mécanisme de fissuration de fatigue suit en fait des orientations complexes dépendant des conditions de sollicitation.

III.2 Analyse de l'usure

Sous l'effet du frottement, une surface subit des modifications et des endommagements. Cartier et Kapsa [Cartier & Kapsa, 2001b] résumant ces endommagements suivants les phénomènes mécaniques, physiques ou chimiques associés. Ils distinguent :

- des *déformations plastiques*, lorsque les contraintes générées dans le contact glissant dépassent la limite d'élasticité d'un des matériaux. Ces déformations plastiques induisent des modifications de la morphologie des surfaces frottantes.
- des *transformations physicochimiques* de surface concernant soit des transformations tribologiques superficielles (Tribologically Transformed Structures ou TTS) sans intervention de l'environnement soit des réactions (tribo) chimiques entre les corps frottants et cet environnement.
- des *phénomènes d'adhésion* entre les corps frottants, conduisant au transfert d'un des matériaux vers l'antagoniste.

Par conséquent, les paramètres à prendre en compte pour étudier l'usure sont extrêmement nombreux. La principale difficulté à surmonter dans l'analyse de l'usure réside dans la phase de hiérarchisation de ces paramètres et à la définition des facteurs prépondérants, pour la situation de frottement concernée. L'usure demeure alors difficile à modéliser compte tenu des différents aspects à prendre en compte lors du frottement, tels que :

- la modification importante de l'interface et de la géométrie du contact due à l'usure ;
- la formation d'une couche interfaciale ;
- le flux de débris ;
- le couplage des aspects mécaniques, thermodynamiques et physicochimiques.

Dans la littérature, un grand nombre de modèles décrit le comportement à l'usure des matériaux. Meng & Ludema [Meng & Ludema, 1995] dans un article de synthèse, passent en revue plus de 5466 articles parus dans la seule revue *Wear* dans lesquels plus de 300 équations différentes sont proposées. Parmi celles-ci, 182 équations concernent la quantification de l'usure dans différentes conditions. Les auteurs montrent que chaque équation établie est propre aux conditions expérimentales et généralement non transposables aux situations industrielles. Les démarches proposées dans la majorité des modèles consistent en une analyse comparative entre différents matériaux en fonction des paramètres macroscopiques du contact. L'absence d'un modèle d'usure universel a donc conduit à deux approches :

- une *approche qualitative* plus générale développée par Godet [Godet, 1984] et basée sur l'analyse des différentes étapes associées à l'évolution des couches interfaciales (troisième corps) formées dans un contact frottant : création, circulation et éjection des débris.
- une *approche quantitative* basée sur le modèle d'Archard [Archard, 1953] qui propose une analyse de la dégradation en termes de volume usé qu'il cherche à relier à la sollicitation imposée et aux caractéristiques physiques, chimiques et mécanique des matériaux pour chaque cas étudié.

III.2.1 Analyse qualitative de l'usure

Godet [Godet, 1984] stipule que l'usure est gouvernée par trois phénomènes à savoir la création, la circulation et l'élimination des particules détachées des premiers corps. Sous l'effet des sollicitations mécaniques et thermiques, les premiers corps subissent des modifications de leurs propriétés superficielles conduisant au TTS (figure 1.19) [Aubert, 1990 ; Fayeulle, 1991 ; Sauger, 1997 ; Plumet & Dubourg, 1998 ; Sauger *et al.*, 2000]. Les TTS sont des changements de phase ou de structure qui conduisent par fragmentation au détachement de particules d'une taille élémentaire comprise entre le nanomètre et quelques micromètres. Dans le cas des métaux, elles pourraient être définies à partir de l'une de leurs caractéristiques qui est la diminution de la taille des grains initiaux jusqu'à un état nanométrique. Cependant, la physique de formation des TTS doit toujours être précisée, de même que leur définition.

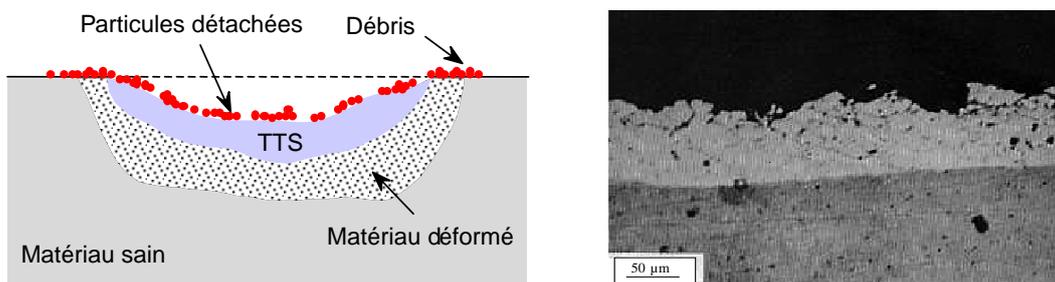


Figure 1.19 : Transformation tribologique superficielle en fretting (coupe transversale) [Fayeulle *et al.*, 1991].

Sauger *et al.* [Sauger *et al.*, 2000] expliquent que dans les alliages de titane, la couche transformée tribologiquement est la conséquence d'une accumulation de déformations plastiques durant les premiers cycles de fretting (sans usure) conduisant à un détachement de particules par « fragilisation » de la surface du matériau et une fois sa création terminée, l'usure par formation de débris apparaît (figure 1.20). Les auteurs rapportent que l'épaisseur de TTS reste constante alors que l'évolution de l'usure augmente.

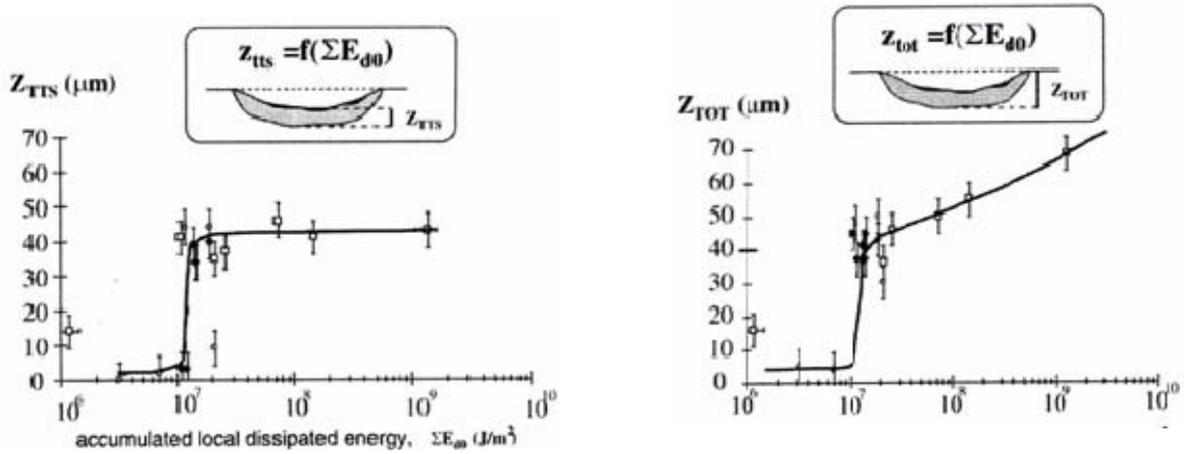


Figure 1.20 : Evolution de l'épaisseur de TTS (gauche) et de l'épaisseur totale (usure+TTS) (droite) en fonction de l'énergie totale dissipée [Sauger et al., 2000].

La TTS est une source d'alimentation du troisième corps assurant la répartition des pressions et participant à la transmission du chargement (en termes de déplacement, de vitesse et de force) entre les deux solides en contact. Le troisième corps peut être piégé dans le contact ou expulsé du contact. Descartes [Descartes, 1997] propose une description de la couche interfaciale formée par son volume, sa nature (composition chimique, morphologie) et ses débits (interne, source, écoulement, recirculation). Cette description a permis à l'auteur de mettre en évidence une corrélation entre le frottement et la rhéologie du 3^e corps et de stipuler que le frottement dépend de la nature de la couche interfaciale formée et est variable suivant l'environnement. En effet, la cohésion et la ductilité du troisième corps est plus faible en atmosphère sèche qu'en atmosphère oxydante. De plus, lors d'une étude d'un frottement roue/rail de chemin de fer, Descartes *et al.* [Descartes *et al.*, 2005] expliquent que la présence et le rôle du 3^e corps est d'accommoder les vitesses tout en réduisant l'usure du contact suivant sa rhéologie.

Afin de mieux appréhender l'influence du troisième corps sur l'usure des matériaux en fretting à débattements imposés, Descartes et Berthier [Descartes & Berthier, 2001] utilise un pion convexe et transparent, frottant sur un disque en acier revêtu par du MoS_{1.6} (figure 1.21). Les observations révèlent que le contact peut être divisé en trois zones suivant la répartition du troisième corps :

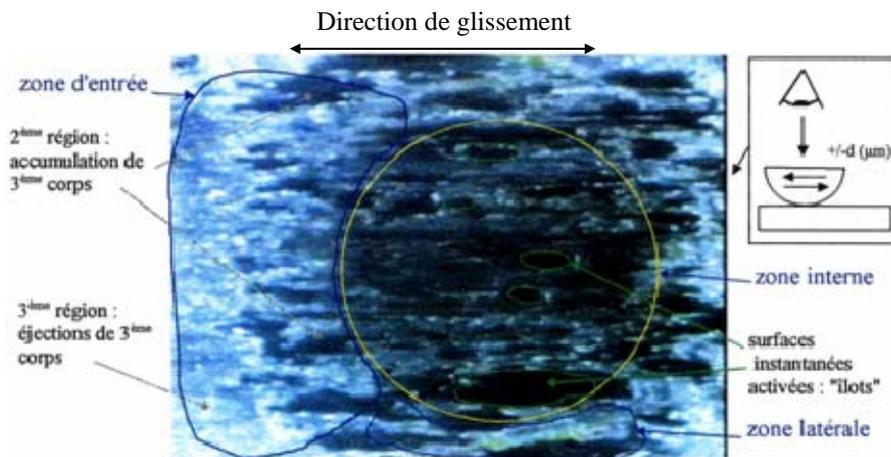


Figure 1.21 : Partition du contact lors d'un essai de visualisation –vue de dessus du contact au travers d'une éprouvette bombée transparente [Descartes, 1997].

- Une *zone d'entrée* correspondant à une zone d'accumulation du 3^e corps et servant de réservoir à celui-ci.
- Une *zone centrale* alimentée à la fois par les particules provenant des zones d'entrée ainsi que par la production de particules issues des premiers corps.
- Des *zones latérales* situées de part et d'autre de la zone centrale formant des « moustaches ».

Toutes les particules hors de ces trois zones sont définitivement perdues par le contact : elles constituent le débit d'usure. L'usure correspond ainsi au volume de débris éjecté au cours de l'essai.

III.2.1 Approche quantitative de l'usure

Les premiers modèles de quantification de l'usure ont débuté depuis les années 50. Holm [Holm, 1946] en étudiant l'usure des contacts électriques montre que le volume usé est proportionnel au rapport de la charge normale P et de la dureté H suivant la relation :

$$V = k \frac{P}{H} \quad (1.1)$$

où k est un coefficient difficile à interpréter. Archard [Archard, 1953] reprend les travaux de Holm en étudiant l'usure de matériaux mous contre un matériau dur et établit une loi d'usure en considérant comme paramètres tribologiques la charge appliquée au contact P , la pression de plastification locale du matériau P_m , et la distance de glissement L . Il montre que le volume usé V peut être donnée par la relation :

$$V = kL \frac{P}{P_m} \quad (1.2)$$

où k est un coefficient d'usure défini comme la probabilité de former une particule d'usure. Cette loi permet d'analyser l'usure de façon globale. Pour quantifier l'usure, l'évolution du volume usé V peut se représenter en fonction des différents paramètres, en particulier, l'effort normal P et la distance de glissement L comme le propose la loi d'Archard. On définit un taux d'usure où le produit PL a la dimension d'une énergie :

$$U = \frac{V}{PL} \quad (1.3)$$

Dans le cas d'une sollicitation de fretting, différents coefficients d'usure ont été proposés à partir du modèle d'Archard. Nous pouvons citer les travaux de l'équipe de Celis [Blanpain *et al.*, 1993], de Klaffke [Klaffke, 1994], de l'équipe de Farris [Korovchinsky *et al.*, 2001]. Cependant, le formalisme d'Archard n'intègre pas le coefficient de frottement ; or il est courant de constater que l'usure est d'autant plus importante que ce facteur est élevé [Cartier & Kapsa, 2001].

Mohrbacher [Mohrbacher *et al.*, 1995] quant à lui, propose de relier le volume usé non pas suivant le travail de l'effort normal mais, plus physiquement, suivant le travail de l'effort tangentiel Q (figure 1.22). Il définit un coefficient d'usure suivant la relation :

$$\alpha_u = \frac{V}{QL} \quad (1.4)$$

Il démontre que cette relation est équivalente à :

$$\alpha_u = \frac{V}{\sum E_d} \quad (1.5)$$

où $\sum E_d$ représente l'énergie totale dissipée.

Le coefficient α_u prend ainsi en compte le chargement normal, l'évolution du coefficient de frottement, l'amplitude de débattement et la durée de l'essai. L'énergie dissipée apparaît comme l'activateur principal des processus de dégradation du système tribologique. Les travaux de Prakash [Prakash *et al.*, 2002], de Fouvry [Fouvry, 2003], de Zhang [Zhang *et al.*, 2003] et plus récemment de Ramalho & Miranda [Ramalho & Miranda, 2005a] ont confirmé ce résultat.

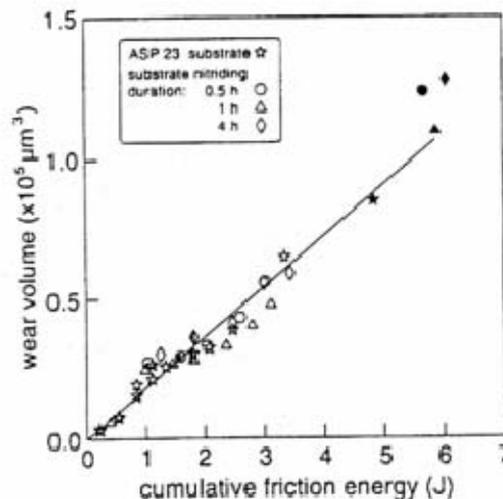


Figure 1.22 : Evolution du volume usé en fonction de l'énergie dissipée cumulée ($F = 8 \text{ Hz}$, $P = 2 \text{ N}$, $\delta = 50 \mu\text{m}$) [Mohrbacher *et al.*, 1995].

Cette formulation a permis la mise en évidence des différentes étapes du processus de dégradation (Figure 1.23) : une phase incubatrice (phase d'activation) et une phase stabilisée [Cartier & Kapsa, 2001]. La phase d'incubation génère fréquemment des transformations superficielles (TTS) sous l'effet du frottement. Sauger [Sauger, 1997 ; Sauger *et al.*, 2000] a expliqué que la transformation tribologique est associée à une certaine quantité d'énergie pouvant correspondre à l'activation de l'oxydation des surfaces. Dans le cas d'un contact acier rapide sur alumine, cette énergie peut être associée aux différents stades de la dégradation de l'acier : tout d'abord une accumulation de déformations plastiques puis la formation en surface d'une phase blanche très dure. Par la suite, l'énergie supplémentaire dissipée va permettre la création des premiers débris et activer la progression en sous couche de la structure modifiée.

Fridrici [Fridrici, 2002] montre que le formalisme développé par Mohrbacher [Mohrbacher *et al.*, 1995] ne peut être généralisé en mettant en évidence la non linéarité entre le volume usé et l'énergie totale dissipée lors d'une étude de l'usure du Ti-6Al-4V en fretting

(figure 1.24). Des études postérieures confirmeront ce résultat sur des matériaux adhérents [Fouvry, 2004 ; Paulin, 2006]. Les auteurs expliquent ce résultat en faisant l'hypothèse de la dépendance du flux des particules d'usure (formation et éjection) avec l'amplitude de débattement. Ils s'accordent à dire que l'énergie dissipée est responsable de la création du troisième corps (couche interfaciale formée) et l'amplitude de débattement conditionne son flux d'éjection à l'interface de frottement (figure 1.25).

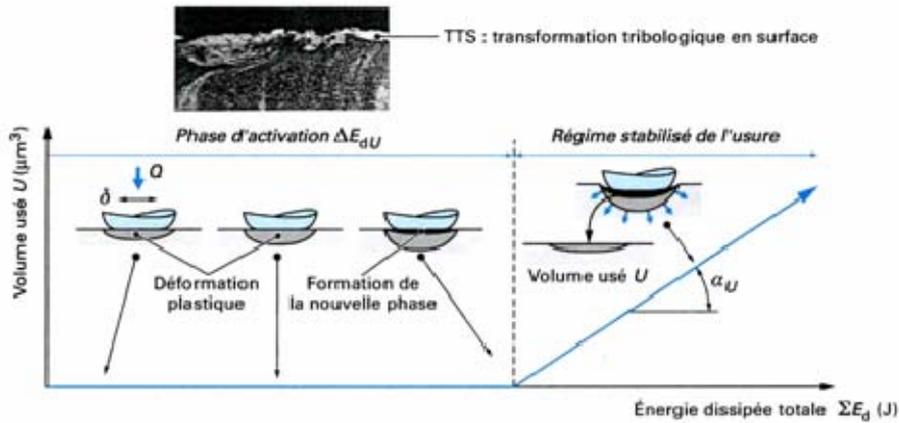


Figure 1.23 : Illustration de l'activation du processus de dégradation des matériaux [Sauger, 2000 ; Cartier & Kapsa, 2001].

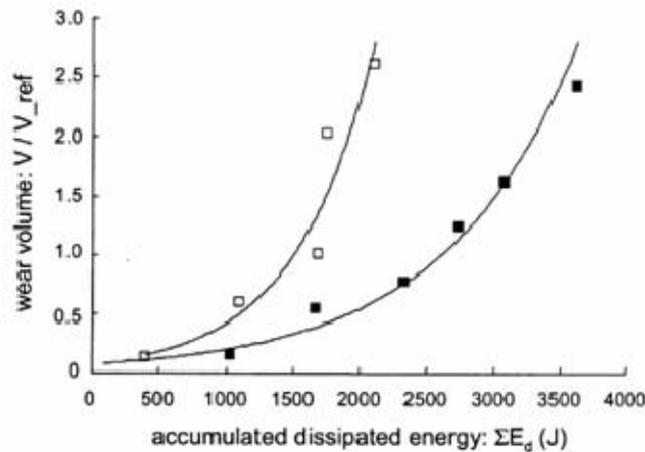


Figure 1.24 : Evolution du volume d'usure en fonction de l'énergie totale dissipée pour un contact Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V : (□ 25 000 cycles, ■ 50 000 cycles, $P = 400 \text{ N}$, $\delta = 50 - 100 \mu\text{m}$) [Fouvry, 2004].

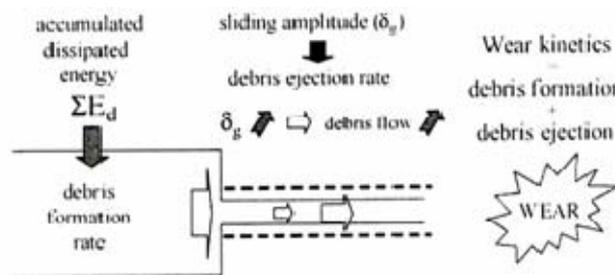


Figure 1.25 : Illustration de la cinétique d'usure à partir d'écoulement de matière d'un contact Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V [Fouvry, 2004].

Pour formaliser la cinétique d'usure pour des matériaux adhérents, les auteurs proposent de pondérer l'énergie totale dissipée par l'amplitude de glissement. Sur ce, ils introduisent un facteur d'usure (FW) défini par :

$$FW = \frac{\bar{\delta}_g}{\delta_{ref}} \sum E_d \quad (1.6)$$

Où $\sum E_d$, $\bar{\delta}_g$ et δ_{ref} représentent respectivement l'énergie totale dissipée (J), l'amplitude moyenne de glissement (μm) et l'amplitude de glissement de référence choisi pour normaliser l'influence de l'amplitude de débattement. Une relation linéaire est observée entre le volume usé et ce facteur d'usure (figure 1.26). L'usure peut être alors quantifiée par le coefficient énergétique γ_c par :

$$\gamma_c = \frac{V}{FW} \quad (1.7)$$

Où V et FW sont respectivement le volume usé (μm^3) et le facteur d'usure (J). De plus, pour généraliser l'application de ce formalisme, les auteurs montrent que ce coefficient énergétique est stable vis-à-vis de la dimension de contact, du nombre de cycle et des amplitudes variables.

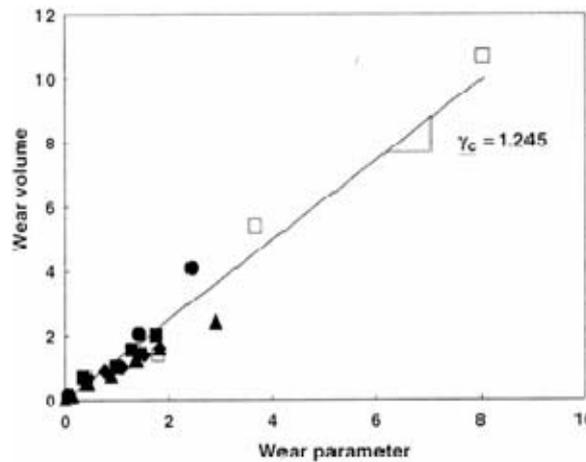


Figure 1.26 : Evolution du volume d'usure en fonction du facteur d'usure FW [Paulin et al., 2005] :
 (◆) $P = 400\text{ N}$, $\delta = \pm 75\ \mu\text{m}$, $N = 10\ 000 - 50\ 000$ cycles ; (■) $P = 200 - 1000\text{ N}$, $\delta = \pm 75\ \mu\text{m}$, $N = 25\ 000$ cycles (▲) $P = 400\text{ N}$, $\delta = \pm 13 - 150\ \mu\text{m}$, $N = 25\ 000$ cycles ; (●) $P = 400\text{ N}$, $\delta = \pm 13 - 150\ \mu\text{m}$, $N = 50\ 000$ cycles ; (□) $P = 1000\text{ N}$, $\delta = \pm 25 - 125\ \mu\text{m}$, $N = 50\ 000$ cycles.

III.3 Analyse du grippage

Le grippage est un phénomène qui conduit à une dégradation catastrophique des tribosystèmes. Les études sur le grippage concernent exclusivement des sollicitations à « grands déplacements » dans les contacts secs ou lubrifiés. On ne dénombre aucune étude du grippage en fretting dans la littérature.

III.3.1 Définition, origines et conséquences du grippage

Le grippage se définit comme un arrêt du mouvement relatif entre deux matériaux en contact soumis à des forces de frottement [Williams, 1994]. Ce phénomène a été observé pour

la première fois lors d'une étude du frottement du contact verre/verre [Hardy et Hardy, 1919]. Suivant les endommagements causés par ce phénomène, plusieurs définitions ont été proposées soit par rapport à leurs origines, soit par rapport à leurs conséquences.

Wang [Wang, 1997], dans un article de synthèse, passe en revue toutes les études faites sur le sujet dans le cas des paliers. Il précise que le grippage dépend des propriétés des matériaux, de la géométrie du contact, du lubrifiant ainsi que des conditions de sollicitation et souligne que les origines majeures sont une généralisation des interactions adhésives entre les surfaces frottantes et le blocage des surfaces frottantes par des débris. Les interactions adhésives peuvent être dues soit à l'absence ou à la rupture du film de lubrifiant dans le contact [Salomon, 1976], soit à une déformation plastique des matériaux [Markov, 1997]. Le blocage par débris peut être dû soit à une augmentation de la puissance thermique due aux frottements [Dufrane & Kannel, 1989 ; Ligier, 1995 ; Krithivasan & Khonsari, 2003], soit à l'émission des débris restés piégés dans le contact [Trent, 1988a ; Trent 1988b, Akagaki & Kato, 1992]. La conséquence engendrée est une forte élévation de la force de frottement conduisant à des endommagements plus ou moins importants des surfaces frottantes. Markov [Markov, 1997] et Hivart [Hivart et al., 1997] retrouvent ce résultat respectivement lors d'une étude des conditions de blocage des roues de train de chemin de fer au repos et lors de l'étude du comportement au grippage des revêtements manganèse-phosphore utilisés dans des paliers des moteurs automobiles (figure 1.27).

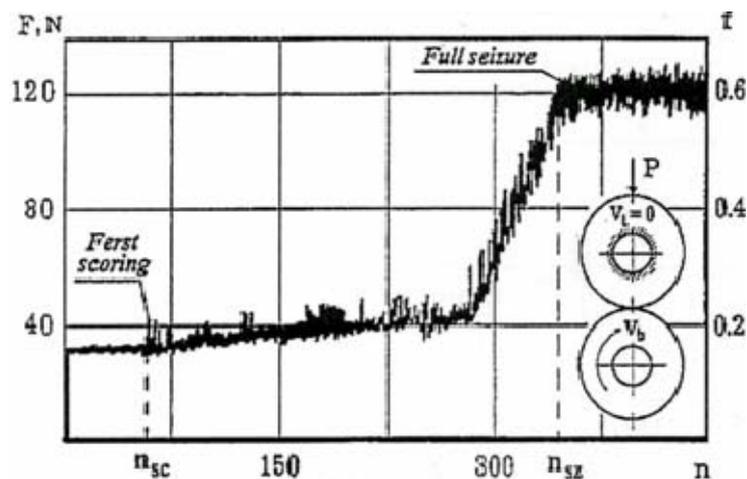


Figure 1.27 : Force de frottement en fonction du nombre de tours ($P = 200 \text{ N}$, $\omega = 60 \text{ tours/min}$, $H_t = 370 \text{ HV}$, $H_b = 300 \text{ HV}$) [Markov, 1997].

Différentes terminologies sont utilisées pour caractériser les origines du grippage : le *scuffing*, le *scoring* et le *galling* [Markov & Kelly, 2000 ; Cartier & Kapsa, 2001b].

- Le *scoring* se caractérise par une déformation plastique des surfaces en contact et par l'absence de transfert de matière d'un matériau vers l'autre. La surface est caractérisée par des sillons, des rayures, dans la direction de glissement [Flamand, 1993].
- Le *scuffing* traduit un enlèvement de matière ou un déplacement brutal de matière provoqué par la rupture des jonctions locales entre les peaux des massifs, soudées thermiquement.
- Le *galling* est généralement utilisé pour désigner une usure adhésive sévère si le contact n'est pas lubrifié [Williams, 1994].

La détérioration des surfaces peut être accompagnée par une déformation plastique plus ou moins prononcée. Les particules métalliques détachées des surfaces frottantes, principalement de la surface la plus tendre, sont de dimensions relativement importantes (quelques micromètres à quelques centaines de micromètres) ; de formes irrégulières car déchiquetées, elles sont constituées de métaux libres quelque peu écrouis et oxydés superficiellement. Des transferts d'un massif à l'autre sont fréquents [Dyson, 1975]. La différence entre ces formes de dégradation réside dans la sévérité des endommagements résultants [Markov *et al.*, 2000, Cartier & Kapsa, 2001b]. C'est ainsi qu'on parlera par exemple du *scuffing* des chemises de moteur, du *scoring* et du *galling* des engrenages et des roulements à billes...

III.3.2 Critère de grippage et relation entre grippage et travail d'adhésion

Comme pour l'usure, il n'existe pas de critère unique fiable pour le grippage [Flamand, 1993 ; Wang, 1997]. La plupart des auteurs stipulent que la déformation plastique des matériaux et la température à l'interface du contact sont les facteurs principaux qui influencent les mécanismes de grippage [Dufrane & Kannel, 1989 ; Makino & Sayles, 1997]. Pour des frottements secs, le seuil de grippage peut être déterminé à partir de modèles de déformation thermo-élastique [Dufrane & Kannel, 1989]. Cependant, les travaux récents tendent à montrer que le grippage peut être analysé en appréhendant la nature des interactions mises en jeu à partir d'une approche thermodynamique de l'adhésion [Lambert *et al.*, 2002].

Afin de valider cette théorie dans le cas d'un contact frottant, de nombreux auteurs ont porté une attention toute particulière au travail d'adhésion et aux contraintes de cisaillement. Toutefois, très peu d'auteurs ont proposés des corrélations à l'échelle macroscopique. Erhard [Erhard, 1980] et Brendlé [Brendlé *et al.*, 1996] se sont limités à des relations, entre le coefficient de frottement et le travail d'adhésion entre des matériaux polymères. Ils mettent en évidence l'évolution du coefficient de frottement avec l'énergie d'adhésion (figure 1.28).

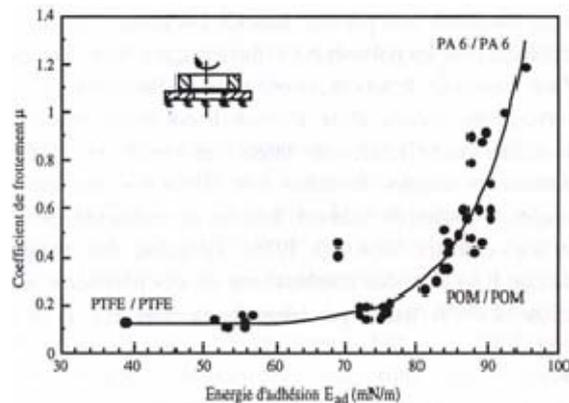


Figure 1.28 : Relation entre le coefficient de frottement μ et l'énergie d'adhésion E_{ad} pour différents contacts polymère-polymère (PTFE/PTFE, POM/POM, PA6/PA6) d'après [Erhard, 1980].

$P = 0,09 \text{ MPa}$; $v = 120 \text{ mm.s}^{-1}$; distance parcourue $L \geq 10 \text{ km}$.

En étudiant le rôle de l'adhésion dans un contact sollicité en fretting, Lambert *et al.* [Lambert *et al.*, 2002] montrent qu'il existe une relation entre la distance totale de glissement et le travail d'adhésion (figure 1.29). En effet, ils constatent que la distance totale de glissement est d'autant plus faible que le travail d'adhésion est élevé dans un milieu ambiant ou dans une eau déminéralisée. Par ailleurs, les auteurs soulignent la similitude de comportement tribologique dans ces deux milieux *a priori* très différents et stipulent que cette

similitude est probablement due à la présence d'humidité dans l'air ambiant. En revanche, ils dénotent une indépendance entre la distance de glissement et le travail d'adhésion pour le cas du kérosène (figure 1.29c). Les auteurs préconisent que le kérosène présent dans le contact forme un écran entre les matériaux, limitant ou interdisant par la même les interactions. De plus, ils expliquent que la présence de ce liquide dans le contact peut être due à sa faible tension superficielle ce qui lui permet mouiller totalement la surface des matériaux.

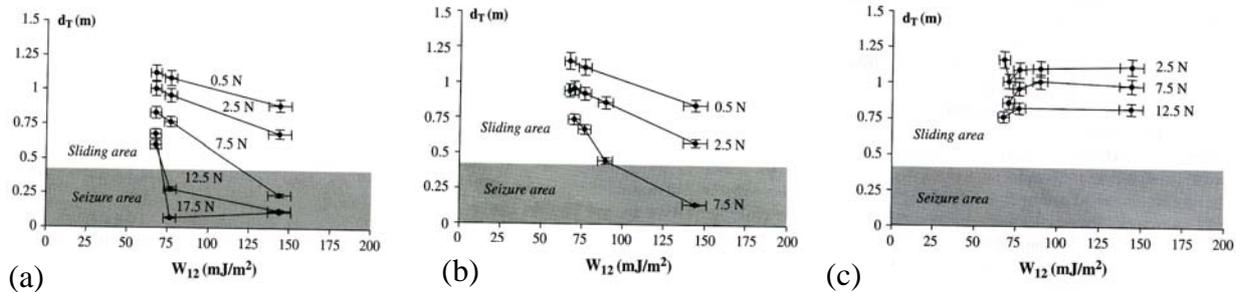


Figure 1.29 : Influence du travail d'adhésion sur la distance totale de glissement : (a) milieu ambiant, (b) eau déminéralisée et (c) kérosène [Lambert et al., 2002].

En étudiant les interactions entre une pointe en nitrure de silicium (Si_3N_4) et divers matériaux dans quatre milieux liquides (eau, éthanol, éthylène glycol et formamide), Jacquot [Jacquot et al., 2001] et Gavaille et Takadoum [Gavaille & Takadoum, 2003] ont établi une corrélation entre l'hystérésis d'adhésion mesurée par AFM (microscopie à force atomique) et la force de frottement mesurée au cours d'essais menés sur un dispositif de frottement alternatif en configuration pion/disque (figure 1.30). Les auteurs mettent ainsi en évidence l'importance de l'adhésion sur le frottement. Cependant, aucune corrélation n'est observée en présence de l'eau. Les auteurs attribuent ce désaccord à la modification du pH de l'électrolyte (eau) du fait du dégagement de NH_3 et à la modification de la composition chimique de la surface de la pointe AFM en Si_3N_4 .

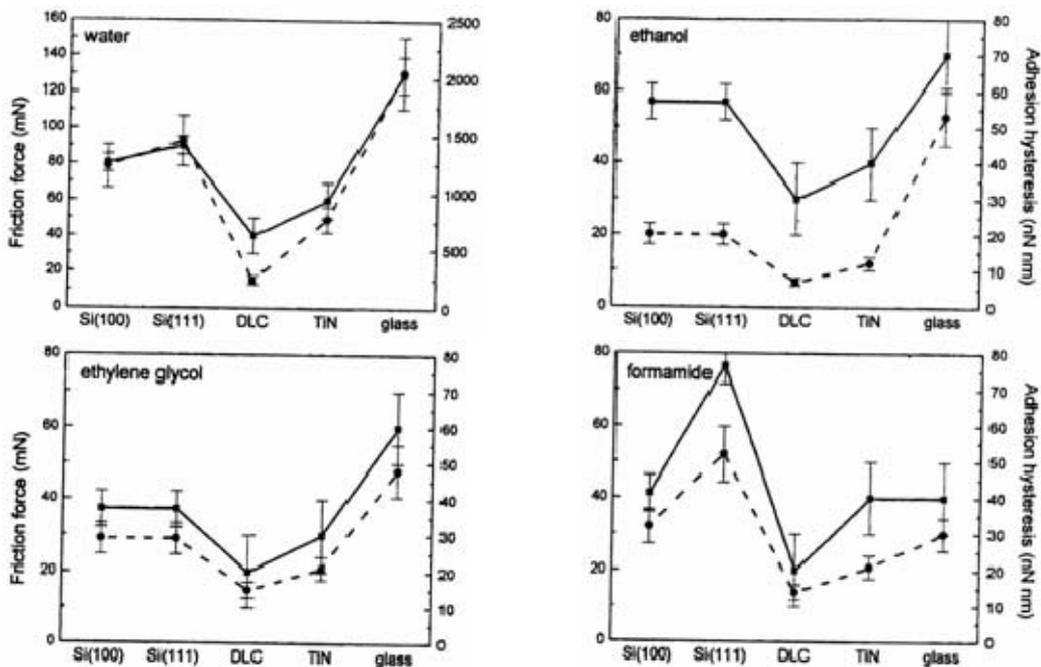


Figure 1.30 : Comparaison entre l'hystérésis d'adhésion mesurée par AFM (en nN.nm) et la force de frottement mesurée sous une charge appliquée de 200 mN [Gavaille & Takadoum, 2003] (-----)Hystérésis d'adhésion; (—) Force de frottement.

IV. SOLUTIONS PALLIATIVES AU PHENOMENE DE FRETTING

IV.1 Critères recherchés

Les solutions préconisées pour pallier aux endommagements causés par le fretting sont basées sur une approche « carte de fretting ». La prédiction des risques d'endommagement peut être établie par l'emploi de critères de fatigue multiaxiaux pour le régime de glissement partiel où la fissuration est observée et par l'utilisation de l'« approche énergie dissipée » pour le régime de glissement total où l'usure par formation de débris est observée [Fouvry, 2003]. Ainsi, les solutions pour limiter le fretting peuvent être proposées dès l'étape de la conception des systèmes mécaniques où le choix du couple de matériaux en contact et des traitements superficiels appliqués sont importants pour prévenir les endommagements. Plusieurs critères doivent être pris en compte :

- *La géométrie du contact.* La rigueur des cotations peut contribuer à la réduction des amplitudes de glissement au sein des systèmes [Guzowski, 1998]. La configuration des contacts joue un rôle non négligeable dans le maintien du lubrifiant et des débris dans le contact, abaissement de la pression du contact : la configuration cylindre/cylindre augmente la capacité du contact à éjecter les débris par rapport à la configuration sphère/plan [Waterhouse, 1992].
- *L'introduction des contraintes résiduelles de compression.* Des contraintes résiduelles de compression peuvent être introduites par des traitements mécaniques de grenailage, de sablage et de quelques traitements superficiels comme l'implantation ionique. Ces techniques permettent de diminuer le risque de propagation des microfissures préexistantes [Gordelier & Chivers, 1979 ; Chivers & Gordelier, 1984, Farrahi *et al.*, 2006]. Le grenailage de précontrainte n'a que peu d'intérêt en glissement total [Foulquier & Petiot, 1993]. Cependant, Fridrici [Fridrici, 2002] montre que les contraintes résiduelles générées par le grenailage augmentent de façon significative le seuil d'amorçage. En revanche, d'autres travaux montrent une influence négligeable [De Los Rios *et al.*, 1995 ; Kubiak *et al.*, 2005].
- *La diminution du coefficient de frottement à l'interface.* Cette mesure permet d'éviter la fissuration tout en favorisant le glissement total [Gordelier & Chivers, 1979]. La diminution du coefficient de frottement peut se faire par introduction d'un lubrifiant solide ou de vernis de glissement [Zhou & Vincent, 1999]. De plus, ces revêtements peuvent être utilisés pour réduire l'usure des pièces et les risques de grippage [Zambelli & Vincent, 1998]. Nous pouvons citer les métaux mous (Ag, Cu, Sn,...), les polymères (PTFE, PA, PE,...), les revêtements céramiques (DLC, oxydes, phosphates,...), les lubrifiants solides à structure lamellaire (graphites, bisulfure de molybdène,...) et les mélanges de lubrifiants solides constituant les vernis de glissement ou vernis anti-friction. Dans ce dernier cas, le choix de la résine permet d'associer des propriétés particulières comme l'anti-corrosion, la conduction électrique (ou au contraire l'isolation)... Dans certains cas, l'effet de certains lubrifiants comme les graisses par exemple, ne donne pas les résultats attendus et peut même se traduire par une augmentation du coefficient de frottement [Shima *et al.*, 1999].
- *L'augmentation de la dureté des surfaces.* Cette mesure permet de réduire l'usure des matériaux par l'emploi des couches dures (*Hard coatings*) pour des conditions sévères. Ceci conduit généralement à une augmentation du coefficient de frottement.

L'augmentation de la dureté peut se faire par des traitements superficiels (nitruration, carburation, chromation...). Les facteurs qui déterminent les propriétés d'une couche sont la composition du dépôt, sa microstructure, les paramètres de fabrication et les propriétés du substrat et de l'interface couche/substrat [Hollek, 1986]. Les différentes techniques de déposition de ces couches sont généralement les techniques PVD (*Physical Vapour Deposition*), CVD (*Chemical Vapour Deposition*) et IBAD (*Ion-Beam-Assisted Deposition*). Ces traitements de surface sont appropriés pour des applications en fretting-wear du fait qu'ils génèrent des contraintes résiduelles de compression en surface [Fu *et al.*, 2000]. Toutefois, ces couches ne pouvant supporter des déformations importantes, elles peuvent générer des fissures susceptibles de se propager. C'est pourquoi certaines couches dures sont associées à des revêtements mous (*Soft coating*) afin d'amortir le champ de pression et accommoder les déformations.

IV.2 Etude de cas : solutions préconisées dans l'industrie aérospatiale

Nous présentons ici les résultats publiés pour des familles de matériaux proposés dans cette étude pour pallier aux dégradations induites par le fretting de l'alliage Ti-6Al-4V. Nous distinguons : les revêtements d'alliage cupronickel, le vernis de glissement contenant du bisulfure de molybdène (MoS_2), les revêtements céramiques, les revêtements composites NiP-talc et les traitements de nitruration conduisant à la formation d'une couche de TiN.

IV.2.1 Revêtements d'alliage cupronickel

Les revêtements d'alliage cupronickel préconisés dans cette étude concernent des revêtements de CuNiSi et du CuNiIn.

a) Revêtements CuNiSi

Les revêtements CuNiSi sont généralement aptes au frottement à fortes charges et résistants à l'usure. En comparant deux alliages de cuivre sollicités dans un contact glissant, Medina *et al.* [Medina *et al.*, 2006] expliquent que le revêtement CuNiSi est sensible aux phénomènes de fatigue (fissuration) par rapport aux revêtements bronze-phosphore. Cependant peu d'informations sont disponibles dans la littérature sur le comportement de ces revêtements en fretting. Des travaux menés sur un dépôt PVD Cu-Ni (épaisseur 6 μm) dont les caractéristiques mécaniques sont proches de celles du CuNiSi que nous avons étudié, montrent que le fait de revêtir le Ti-6Al-4V d'une couche de Cu-Ni augmentent la contrainte limite en fatigue environ de 3 % dans un milieu cryogénique et par conséquent la durée de vie du Ti-6Al-4V [Caron *et al.*, 2006].

b) Revêtements CuNiIn

Les résultats concernant le comportement tribologique d'une couche de Cu-Ni-In en fretting sont peu nombreux. Des résultats en fretting-fatigue et en fretting-wear de couches minces de CuNiIn (épaisseur 5 μm) obtenues par IBED (*Ion Beam Enhanced Deposition*) sont présentés par l'équipe de He Jiaven [Fu *et al.*, 1998 ; Liu *et al.*, 1999]. Les auteurs montrent que le CuNiIn augmente la résistance à la fissuration d'au plus 10%. Par ailleurs, la réalisation d'un prétraitement de grenailage n'améliore pas cette résistance à la fatigue.

Des travaux menés sur un dépôt plasma de CuNiIn dont les propriétés de dureté et de rugosité sont proches de celles de la couche CuNiIn que nous avons étudiée, mettent en évidence un effet bénéfique sur la fissuration du Ti-6Al-4V en raison de son faible module de Young et de sa faible dureté [Fridrici, 2002 ; Fridrici *et al.*, 2003]. Les auteurs expliquent que ce revêtement repousse les régimes de glissement mixte et total vers les grands débattements ce qui a pour conséquence de décaler le seuil d'amorçage des fissures et de diminuer la longueur de fissuration sur le Ti-6Al-4V grenailé (figure 1.31).

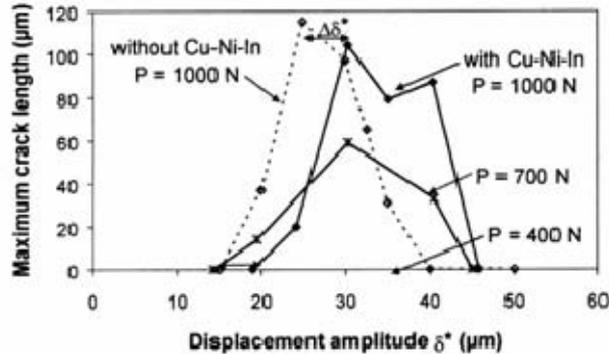


Figure 1.31 : Influence du CuNiIn sur la fissuration du Ti-6Al-4V [Fridrici, 2003].

Par ailleurs, des études réalisées tant en glissement continu [Wu *et al.*, 2000] qu'en fretting-wear [Fridrici *et al.*, 2003 ; Paulin, 2006] montrent que la présence d'une couche de CuNiIn sur le Ti-6Al-4V n'améliore pas le frottement. Wu *et al.* [Wu *et al.*, 2000] ont trouvé en glissement continu, un coefficient de frottement compris entre 0,4 et 0,5, alors qu'en fretting-wear, Fridrici [Fridrici, 2003] et Paulin [Paulin, 2006] ont trouvé respectivement un coefficient de frottement de CuNiIn sur un Ti-6Al-4V grenailé de $0,9 \pm 0,1$ et de $0,80 \pm 0,05$ avec un substrat en Ti-6Al-4V préalablement grenailé. L'écart des coefficients de frottement observés entre celui de Wu et ceux de Fridrici et Paulin peut s'expliquer par les propriétés différentes des matériaux étudiés (410 HV pour le CuNiIn de Wu contre 174 HV pour le CuNiIn de Fridrici et Paulin). La géométrie du contact, les conditions de dépôt (composition des gaz porteur et plasmagène, vitesse de spray, distance entre torche plasma et cible) et surtout les conditions différentes de chargement peuvent également expliquer cette différence.

En analysant les traces de fretting en glissement total pour une configuration plan/plan, Segall *et al.* [Segall *et al.*, 1999] concluent qu'un dépôt plasma de CuNiIn (épaisseur 130 μm) diminue fortement les dégradations induites par fretting lors du frottement du Ti-6Al-4V revêtu contre de l'acier faiblement allié. Par contre, Fridrici *et al.* [Fridrici *et al.*, 2003] met en évidence l'usure rapide du dépôt plasma de CuNiIn par rapport au Ti-6Al-4V.

IV.2.2 Vernis de glissement contenant du MoS_2

De nombreux travaux ont été réalisés ces dernières années sur le comportement en fretting du vernis de glissement contenant du bisulfure de molybdène (MoS_2). Les résultats sont résumés dans les paragraphes suivants.

Bill [Bill, 1985] montre que l'utilisation d'un vernis de glissement à base de polyimide contenant du MoS_2 dans des conditions de fretting, réduit l'usure du contre-corps en Ti-6Al-4V d'un facteur 1000 en atmosphère sèche. Par contre, en atmosphère humide, l'usure du

verniss de glissement est 10 fois plus importante. L'auteur attribue cette différence de comportement au caractère oxydable du bisulfure de molybdène.

En comparant le comportement dans le vide de deux verniss de glissement du polyimide/MoS₂ et du silicate de sodium/MoS₂, Endo *et al.* [Endo *et al.*, 1995] trouvent que le verniss polyamide/MoS₂ offre des performances à l'usure beaucoup plus élevées que celles du silicate de sodium/MoS₂. Des études similaires menées par Miyoshi [Miyoshi, 2001] avec des revêtements DLC (diamond like carbon, épaisseur 5 µm max), des couches de MoS₂ (épaisseur 1 µm) obtenus par pulvérisation cathodique et un revêtement organique (polyimide) contenant du MoS₂ (épaisseur 10 µm), montrent que le revêtement organique présente la durée de vie la plus élevée dans l'ultra-vide et dans l'azote sec, associée à un coefficient de frottement très faible ($\mu < 0,05$). En revanche, l'auteur confirme que le comportement tribologique du verniss de glissement se dégrade fortement en atmosphère humide.

Pour un contact sollicité en fretting dans une atmosphère humide contrôlée, l'équipe de Zhou [Zhu & Zhou, 2001] a proposé un mécanisme de dégradation du verniss de glissement en plusieurs étapes : formation de couches interfaciales par déformation plastique des surfaces en contact suivi de l'oxydation des particules de MoS₂, puis détachement de ces particules.

En analysant les débris d'usure du verniss de glissement, Fridrici [Fridrici, 2002] a apporté une précision sur le processus d'oxydation en décrivant les différentes étapes : d'abord rupture des liaisons Mo – Mo et/ou Mo – S, puis oxydation du Mo d'autant plus que l'apport thermique lié au frottement est conséquent. Xu *et al.* [Xu *et al.*, 2003] démontrent que l'oxydation est le processus de dégradation principal du verniss de glissement dans un environnement à haute température.

Lors de l'étude des effets des différents traitements de surface sur le comportement en fretting-fatigue du Ti-6242 à haute température, Chakravarty *et al.* [Chakravarty *et al.*, 2000] montrent que l'utilisation d'un dépôt plasma de CuNiIn et d'un verniss de glissement contenant du MoS₂ permet de doubler le nombre de cycles à la rupture de l'éprouvette par rapport au Ti-6242 et de diminuer fortement l'usure. De plus, les auteurs expliquent que ce composé intègre plusieurs avantages : le revêtement CuNiIn favorise les mécanismes de déformations en limitant l'amorçage et la propagation des fissures induites par le fretting-fatigue ; le verniss favorise également le glissement par cisaillement des couches superficielles limitant les phénomènes induits par le fretting wear. Les travaux de l'équipe de Fouvry [Fridrici, 2002; Paulin, 2006] ont permis de mettre en évidence les bonnes performances en fretting de ce revêtement multicouche à température ambiante. Ils stipulent que ces performances sont liées à la durée de vie du verniss de glissement qui peut être déterminée par une approche de Wöhler basée sur la densité de l'énergie dissipée.

IV.2.3 Revêtements céramiques

Les revêtements céramiques sont constitués des revêtements DLC, des revêtements de nitrures de silicium et des revêtements de magnétites (Fe₃O₄).

a) Revêtements DLC

Les couches de DLC (*Diamond Like Carbon*) présentant un faible coefficient de frottement et une résistance à l'usure élevée, offrent d'énormes possibilités pour les

applications industrielles comme matériaux de choix des revêtements protecteurs des pièces mécaniques fortement sollicitées [Erdemir, 2004]. Cependant, dans la littérature, les résultats concernant son comportement en fretting de ces revêtements sont peu nombreux. Les résultats sont résumés dans les paragraphes suivants.

Schouterden *et al.*, [Schouterden *et al.*, 1995] expliquent qu'en fretting, un revêtement DLC déposé par PACVD sur un substrat en acier présente un bon comportement à l'usure par rapport à un revêtement de nitrure de titane déposé par PVD. Miyoshi *et al.* [Miyoshi *et al.*, 1999] montrent qu'un dépôt DLC améliore la tenue à l'usure du contact Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V d'un facteur 7. Confrontés aux problèmes d'usure d'implants de prothèse de hanche, Huang *et al.* [Huang *et al.*, 2001] expliquent que cette belle performance dépend de l'adhérence du dépôt sur le Ti-6Al-4V et de l'humidité relative de l'environnement. Suzuki *et al.* [Suzuki *et al.*, 2003] relie le comportement tribologique de DLC à la technique de sa déposition sur le substrat. Erdemir [Erdemir, 2004] stipule quant à lui que les meilleurs comportements tribologiques ne dépendent pas seulement de la méthode d'élaboration, mais aussi de la nature du test, de la sollicitation, des contre-corps, de l'environnement et du troisième corps.

b) *Revêtements de nitrure de silicium*

Les nitrures de silicium sont choisis en tribologie à cause de leur dureté élevée et de leur bonne résistance à l'usure [Kato, 1990]. La plupart des travaux sur le comportement tribologique des nitrures de silicium en fretting concernent les matériaux massifs. Citons par exemple, les travaux de Vizintin [Vizintin *et al.*, 1997], de Kalin & Vizintin [Kalin & Vizintin, 2001], de Endo & Marui [Endo & Marui, 2004].

Sous forme de revêtements, ces matériaux forment d'excellentes barrières de diffusion à l'oxygène et à l'azote à température modérée tant qu'ils restent suffisamment ductiles [Rivière *et al.*, 2006]. Yuanru *et al.* [Yuanru *et al.*, 1991] montrent que le revêtement de nitrure de silicium Si_3N_4 (épaisseur 500 nm) obtenu par IBED (*Ion Beam Enhanced Deposition*) améliore la tenue à l'usure de l'alliage en base nickel (GH37) d'un facteur 3 dans une configuration pion/disque. Mitchell & Stott [Mitchell & Stott, 1992] concluent ces performances dépendent toutefois de leur adhérence sur le substrat et de la température du milieu. Cependant, aucune information n'est disponible sur le comportement de ces dépôts en fretting à notre connaissance.

c) *Revêtements magnétites*

Les résultats concernant le comportement tribologique des couches d'oxyde de fer III sont peu nombreux et les résultats sont résumés dans les paragraphes suivants.

En étudiant la résistance à l'usure des oxydes de fer sur un substrat en silicium en glissement alterné, Chen *et al.* [Chen *et al.*, 1988] expliquent que l'oxydation de la magnétite (Fe_3O_4) apporté par traitement thermique améliore le frottement et l'usure du substrat. Ils stipulent que cette bonne performance est sans doute due à la présence de la phase $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ après oxydation de la magnétite.

En étudiant l'effet de la couche d'oxyde de fer composé des phases Fe_3O_4 et de Fe_2O_3 sur le comportement à l'usure d'un acier en fretting, Ramesh et Gnanamoorthy [Ramesh & Gnanamoorthy, 2006] montrent que ces couches favorisent le frottement et réduit

considérablement l'usure du substrat. Cette performance est cependant limitée par l'épaisseur de ces couches d'oxydes engendrés par le temps d'oxydation.

IV.2.4 Revêtements composites NiP-talc

Depuis ces dernières années, de nombreux travaux se sont intéressés au comportement tribologique des composites lubrifiants à matrice NiP. La plupart des travaux concernent les NiP seuls [Taheri *et al.*, 2001], NiP – chargés de particules de SiC [Aslanyan *et al.*, 2006a, Aslanyan *et al.*, 2006b], NiP – chargés de particules de PTFE [Ramalho & Miranda, 2005b]. Ainsi, Husheng *et al.* [Husbeng *et al.*, 1991] expliquent qu'un revêtement NiP amorphe déposé sur un acier améliore considérablement la tenue à l'usure de ce matériau. De plus, il accroît la résistance au fretting-fatigue d'un acier faiblement ou moyennement allié. En revanche, il n'améliore pas la résistance à la fissuration pour un acier fortement allié. Par ailleurs, Aslanyan *et al.* [Aslanyan *et al.*, 2006a] montrent que le traitement thermique de la matrice NiP favorise le frottement tout en diminuant l'usure en fretting. Les auteurs attribuent cette performance à la formation des phases Ni₃P après traitement thermique.

Le comportement tribologique des composites NiP chargés de particules de talc a été étudié en frottement rotatif par Etchverry *et al.* [Etcheverry *et al.*, 2006b]. Ces auteurs montrent que le traitement thermique apporte une réduction de l'usure, dû à la formation des précipités de phosphures de nickel (Ni₃P) mais que la présence du talc n'a pas d'influence marquée.

IV.2.5 Traitements de nitruration

De nombreux travaux ont été menés ces dernières années sur le comportement en fretting des nitrures de titane. La majorité de ces travaux concernent les couches nitrurées élaborées par des méthodes classiques par Laser ou par PVD mais peu de résultats sont disponibles le comportement fretting de ces couches obtenues par implantation d'ions azote sur le Ti-6Al-4V utilisées dans notre étude.

En comparant l'influence de différents traitements de nitruration sur le comportement tribologique du Ti-6Al-4V en frottement alternatif dans une configuration pion/disque, Wilson *et al.* [Wilson *et al.*, 1999] montrent que les couches nitrurées TiN par implantation ioniques supportent des charges plus élevées que celles déposées par PVD. Cependant, leur limite en fatigue reste inférieure au dépôt PVD de TiN. Shenhar *et al.* [Shenhar *et al.*, 2000] montrent que la nitruration par implantation d'ions améliore le frottement et la tenue à l'usure en fretting du Ti-6Al-4V. Ma *et al.* [Ma *et al.*, 2004] expliquent qu'une couche TiN (épaisseur 3 µm) obtenue par PVD améliore l'usure de Ti-6Al-4V d'un facteur 6 lorsque sa dureté est 4 fois supérieure à celle du substrat. Nolan *et al.* [Nolan *et al.*, 2006] complètent ce travail en montrant qu'à des épaisseurs comparables, une couche nitrurée TiN obtenue par implantation d'ions améliore considérablement le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V par rapport à celle déposée par PVD. Ils attribuent cette différence à l'adhérence des couches et au caractère oxydable des couches déposées par PVD. Par ailleurs, Vadiraj et Kamaraj [Vadiraj et Kamaraj, 2007] expliquent qu'une couche de TiN déposée par PVD ou par implantation d'ions accroît la résistance à la fissuration du Ti-6Al-4V.

V. SYNTHESE ET DEMARCHE DE RECHERCHE ADOPTEE

Les dommages occasionnés par le fretting sont habituellement étudiés en imposant soit la force tangentielle, soit le déplacement.

- Lorsque *la force tangentielle est imposé* (figure 1.32), le contact s’adapte en donnant une réponse en termes de déplacement. Dans cette configuration, seule la fissuration est étudiée. En effet, un essai piloté en force n’est stable qu’en glissement partiel. Par contre, ce type d’essai est totalement instable en glissement total car la raideur tangentielle devient nulle dès que $Q = \mu P$.
- Lorsque *le déplacement est imposé* (figure 1.33), l’adaptation du contact donne alors une réponse en termes d’effort tangentiel. Dans cette situation, la fissuration (amorçage et propagation) et l’usure (cinétique d’usure,...) dépendent de l’amplitude de débattement et de la charge normale.

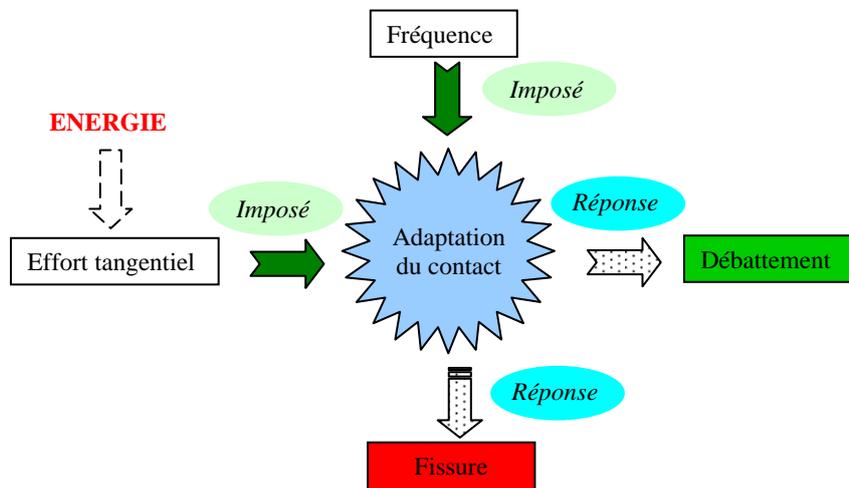


Figure 1.32 : Approche utilisée pour l’analyse des dommages en fretting par effort tangentiel imposé.

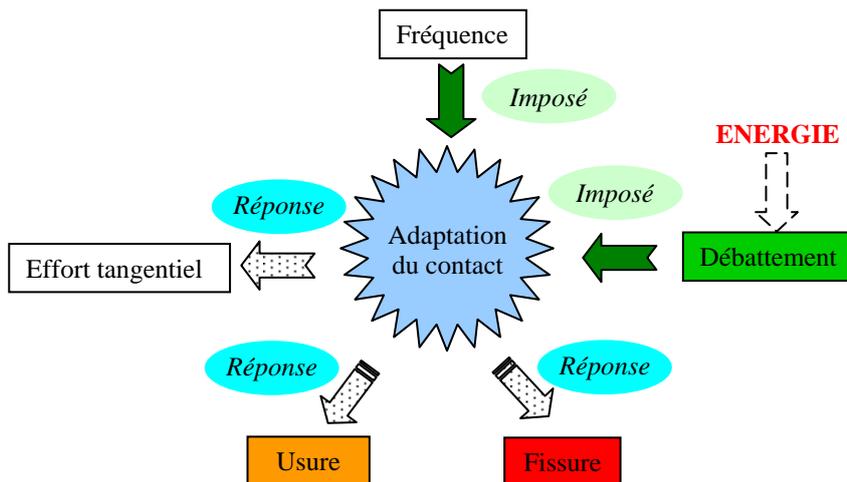


Figure 1.33 : Approche utilisée pour l’analyse des dommages en fretting par déplacement imposé.

Dans ces deux approches, l’analyse de la fissuration en régime de glissement partiel se fait par l’utilisation des critères de fatigue multi-axiaux et celle de l’usure en régime de glissement total par emploi des concepts « énergie dissipée » et « troisième corps ». Les solutions palliatives couramment utilisées sont les traitements superficiels et les revêtements.

Les traitements contribuent à la modification structurale de la surface d'un matériau en constituant des couches dures permettant de réduire l'usure des matériaux. Les revêtements (durs ou mous) permettent de réduire considérablement l'usure et la fissuration des matériaux.

L'objectif de cette thèse est de proposer une nouvelle approche pour analyser les dommages rencontrés en fretting dans laquelle le contact s'adapte en donnant simultanément une réponse en termes d'effort tangentiel et de déplacement (figure 1.34). Dans cette situation, le grippage et l'usure peuvent être étudiés mais pas la fissuration. Cette nouvelle approche permet d'appréhender les conditions industrielles complexes d'un contact soumis au fretting où les efforts et les amplitudes de débattements suivent généralement des variations non contrôlées. C'est le cas du contact aubes fans /disque des turboréacteurs.

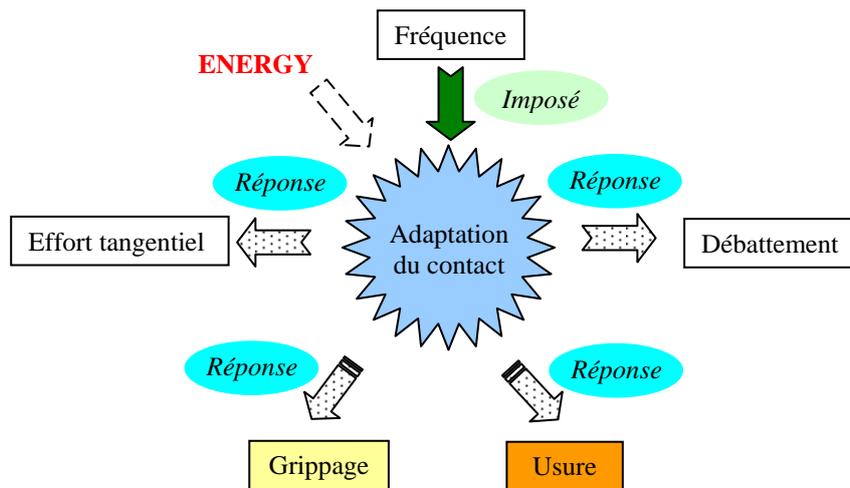


Figure 1.34 : Nouvelle approche proposée pour l'analyse des dommages en fretting.

Un dispositif expérimental a été développé afin de valider l'approche proposée. Cette machine tient compte de l'évolution libre du déplacement et nous a permis ainsi de mettre en évidence les conditions de grippage. Ce phénomène se caractérise par un arrêt total de déplacement et a pour origine une généralisation des interactions adhésives des surfaces frottantes et le piégeage des débris. L'étude de ce phénomène peut être effectuée à l'aide de la théorie thermodynamique de l'adhésion. Ainsi, des outils spécifiques vont être établis afin d'analyser le comportement tribologique des matériaux dans des conditions complexes de fonctionnement.

BIBLIOGRAPHIE

- Akagaki T., Kato K.**, Ferrographic analysis of failure process in a full scale journal bearing, *Wear*, 152 (1992), pp. 241 - 252.
- Archard J.F.**, Contact and rubbing of flat surfaces, *J. Appl. Phys.* 24 (1953), pp. 981 - 988.
- Aslanyan I.R., Bonino J.-P., Celis J.-P.**, Effect of reinforcing submicron SiC particles on the wear of electrolytic NiP coatings- part 2 : Bi-directional sliding, *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006a), pp. 581 – 589.
- Aslanyan I.R., Bonino J.-P., Celis J.-P.**, Effect of reinforcing submicron SiC particles on the wear of electrolytic NiP coatings - part 1 : Uni-directional sliding, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006b), pp. 2909-2916.
- Aubert A., Nabot J. Ph., Ernoult J. and Renaux ph.**, Preparation and properties of MoS_x films grown by D.C. magnetron sputtering, *Surface and coatings technology*, 41 (1), (1990), pp. 127 – 134.
- BEAA** (Bureau d'Enquête sur les Accidents d'Avion), *Rapport final concernant l'accident de l'hélicoptère SA 330 Puma HB – XVI*, Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication, n° 1780 (2003), 17 p.
- Berthier Y., Vincent L. and Godet M.**, Fretting fatigue and fretting wear, *Tribology International*, Vol. 22, issue 4 (1989), pp. 235 - 242.
- Bill R. C.**, Selected fretting-wear resistant coatings for Ti-6%Al-4%V alloy, *Wear* 106 (1985), pp. 283-301.
- Blanchard P., Colombié C., Pellerin V., Fayeulle S., Vincent L.**, Material effects in fretting wear : application to iron, titanium and aluminium alloys, *Mech. Trans.*, Volume 22A (1991) pp.1535 – 1544.
- Blanpain B., Celis J. P., Roos J. R., Ebberink J. & Smeets**, A comparative study of the fretting wear of hard carbon coating, *Thin solid films*, 223 (1993), pp. 65 - 71.
- Bleuzen C.**, Evaluation de la susceptibilité au fretting d'alliages aéronautiques, *Le fretting corrosion*, Senlis, (1988), pp. 39 - 57.
- Brendlé M., Lamouri S.**, Mechanisms of third body formation with polymers. Role of mechanical and adhesive interactions in the friction and transfer of polyethylene, *Tribology Series 31*, The third body concept, D. Dowson & all. (Ed.), Édition Elsevier Science B.V., (1996) pp. 103-114.
- Buckley D.**, Surface effects in adhesion, friction, wear and lubrication, *Tribology Series 05*, Elsevier, Amsterdam, (1985).
- Caron I, Gras R., Ganne T., De Monicault J.M.**, Coatings on Ti6Al4V as palliatives for fretting fatigue in cryogenic environment, *Tribology International*, 39 (2006), pp. 1045-1051.
- Cartier M., Kapsa P.**, Usure des contacts mécaniques. Manifestation de l'usure, *Techniques de l'ingénieur*, Traité de génie mécanique, BM 5067, (2001).
- Cattaneo C.**, Sul contatto di due corpi elastici : distribuzione locale degli sforzi, *Rendiconti dell'Accademia dei Lincei*, 27 (1938), pp. 343-348, 434-436 et 474 - 478.
- Chakravarty S., Dyer J.P., Conway Jr. J.C. Segall A. E., Patnaik P.C.**, Influence of surface treatments on fretting fatigue of T-6242 at elevated temperatures in fretting fatigue : current technology and practices, *ASTM STP 1367* (2000), pp. 491-505.
- Chen M.M., Lin J., Wu T.W., Castillo G.**, Wear resistance of iron oxide thin films, *Journal of Applied Physics*, 63 (1988), pp. 3275-3277.
- Chivers T.C., Gordelier S.C.**, Fretting fatigue palliatives: some comparative experiments, *Wear*, 96 (1984), pp. 153 - 175.
- Colombié C.**, *Usure induite en petits débattements*, Thèse ECL, (1986), n°86 – 11.

- Dang Van K.**, Macro-approach in high-cycle multiaxial fatigue. In *Advances in Multiaxial Fatigue*, ASTM STP 1191, (1993), pp. 120-130 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia, Pennsylvania).
- Del Puglia A., Pratesi F., Zonfrillo G.**, Experimental procedure and involved parameters in fretting fatigue test, ESIS 18, *Mechanical Engineering Publication*, (1994), pp. 219 - 238.
- De los Rios E. R., Walley A., Milan M. T. and Hammersley G.**, Fatigue crack initiation and propagation on shot-peened surfaces in A316 stainless steel, *Int. J. Fatigue*, 17 (1995), pp. 493 - 499.
- Descartes S., Desrayaud C., Niccolini E., Berthier Y.**, Presence and role of the third body in a wheel-rail contact, *Wear* 258 (2005), pp. 1081 - 1090.
- Descartes S., Berthier Y.**, Scientific achievements, industrial applications, future challenges, in : F. Franck, W.J; Bartz, A. Pauschitz (Eds.), *Proceedings of the second World Tribology Congress*, Vienna, (2001), pp. 361 – 368.
- Descartes S.**, *Lubrification solide à partir d'un revêtement de MoS_x : Conséquences de la rhéologie et des débits de troisième corps sur le frottement*, Thèse INSA-Lyon, n° 97 ISAL 0097 (1997), 279 p.
- Dufrane K. F., Kannel J. W.**, Thermally induced seizures of journal bearings, *ASME J. Tribol.*, 11 (1989), pp. 282 - 293.
- Dyson A.**, Scuffing, a review, *Tribology International*, 8 (1975), pp. 77 - 87.
- Eden E.M., Rose W.N., Cunningham F.L.**, *The endurance of metals*, Proceedings of the Institute of Mechanical Engineers 4 (1911), pp. 839 - 974.
- Endo H., Marui E.**, Studies on fretting wear (combinaison of various ceramics spheres and carbon steels plates), *Wear* 257 (2004), pp. 80-88.
- Endo T., Lijima T., Kaneko Y., Miyakawa Y., Nishimura M.**, Tribological Characteristics of bounded MoS₂ films evaluated in rolling-sliding contact in a vacuum, *Wear* 190 (1995), pp. 219-225.
- Endo K.**, *Practical observation of initiation and propagation of fretting fatigue cracks in Fretting fatigue*, Edited by Waterhouse R.B., Applied Science, London, (1981), pp. 127-141.
- Elleuch K.**, *Comportement en fretting d'alliages d'aluminium – Effet de l'anodisation*, Thèse Ecole Centrale de Lyon, N° 2002 – 06 (2002).
- Erhard G.**, *Zum Reibungs-und Verschleissverhalten von Polymerwerkstoffen*. Dissertation, Sonderdruck BASF-AG, Ludwigshafen, (1980).
- Erdemir A.**, Genesis of superlow friction and wear in diamondlike carbon films, *Tribology International* 37 (2004), pp. 1005 – 1012.
- Etcheverry B., Alexis J., Paris J.-Y., Bonino J.-P., Denape J., Petit J.A.**, Propriétés tribologiques de revêtements composites NiP/talc déposés chimiquement, JIFT, Lille, (2006), *Tribologie et couplages multiphysiques*, ed. PPUR, (à paraître)
- Farrahi G. H., Ghadbeigi H.**, An investigation into the effect of various surface treatments on fatigue life of a tool steel, *Journal of Materials processing Technology*, 174 (2006), pp. 318 - 24.
- Fayeuille S., Vannes A.B. and Vincent L.**, Tribological first-body behaviour before débris formation. In, *Wear particles : from de cradle to the grave*, *Tribology Series* 21, Dowson D. and al., ed., Elsevier, Amsterdam, (1991) 229-235.
- Flamand L.**, Fatigue des surfaces, In *Technique de l'Ingénieur*, B5055, (1993).
- Forsyth P. J. E.**, A two stage fatigue fracture mechanisms, Proceedings Cranfield symposium on fatigue, *Cracking propagation*, 1 (1961), p.76.
- Fouvry S., Duo P., Perruchaut Ph.**, A quantitative approach of Ti-6Al-4V fretting damage: friction, wear and crack nucleation, *Wear*, 257 Issues 9-10 (2004), pp. 916 – 929.
- Fouvry S., Kapsa Ph, Vincent L.**, A global methodology to quantify fretting damage, in: Y. Mutoh S.E. Kinyon, and D.W. Hoepfner, (eds), *Fretting fatigue: Advances in Basic Understanding and Applications*, STP 1425, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, (2003), pp. 17 - 32.
- Fouvry S., Elleuch K., Simeon G.**, Prediction of crack nucleation under partial slip fretting conditions., *Journal of Strain Analysis*, Vol. 37, n°6, (2002), pp. 549 - 564.

- Fouvry S.**, *Etude quantitative des dégradations en fretting*, Thèse Ecole Centrale Lyon, N° 97- 04 (1997).
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa P., Perruchaut P.**, Prediction of cracking in Ti-6Al-4V alloy under fretting - wear : use of the SWT criterion, *Wear*, 259 (2005), pp 300 - 308.
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa Ph.**, Fretting wear behavior of a Cu-Ni-In plasma coating, *Surf. Coat. Technol.*, 163-164 (2003), pp. 429-434.
- Fridrici V.**, *Fretting d'un alliage de titane revêtu et lubrifié : application au contact aube/disque*, Thèse Ecole Centrale de Lyon, N° 2002 – 22, (2002).
- Fu Y., Wei J., Batchelor A.W.**, Some considerations on the mitigation of fretting damage by the application of surface-modification technologies, *Journal of Materials Proc. Techn.*, 99 Issues 1-3 (2000), pp. 231 - 245.
- Fu Y., Loh N. L., Batchelor A. W., Liu D., Zhu X., He J., Xu K.**, Improvement in fretting wear and fatigue resistance of Ti-6Al-4V by application of several surface treatments and coatings, *Surface and Coatings Technology*, 106 (1998), pp. 193-197.
- Ganne T.**, *Fretting*, Proceeding of the Association du titane, Nantes France, 13 -14 mai (2004), pp. 123-132.
- Gavoille J., Takadoum**, Surface charges and adhesion measured by atomic force microscope influence on friction force, *Tribology International*, 36 (2003), pp. 865 - 871.
- Godet M.**, The third body approach, a mechanical view of wear, *Wear*, 100 (1984), pp. 437 – 452.
- Gordelier S. C., Chivers T. C.**, A literature review of palliatives for fretting fatigue, *Wear*, 56 (1979), pp. 177-190.
- Guzowski S.**, Effect of contact interaction in clamped joints on fretting wear development, *Tribologia*, 5 (1998), pp. 371 - 376.
- Hager C.H.Jr., Sanders J.H., Sharma S.**, Characterization of mixed and gross slip fretting wear regimes in Ti-6Al-4V interfaces at room temperature, *Wear*, 257 (2004), pp.167 – 180.
- Hamilton G.M., Goodman L.E.**, The stress field created by a circular sliding contact, *Applied Mechanical*, 33 (1966), pp. 371 - 376.
- Han L., Chrysanthou A., O'Sullivan J.M.**, Fretting behaviour of self-piercing riveted aluminium alloy joints under different interfacial conditions, *Materials and design*, 27 (2006), pp. 200 - 208.
- Hardy W.B., Hardy J.K.**, Note on static friction and on the lubrication properties of certain chemical substances, *Philos. Mag.*, S6 38 (223) (1919), pp. 32-49.
- Hirakawa K., Toyama K.**, Influence of residual stresses on the fretting crack initiation of press fitted axle assemblies, *ESIS 18*, edited by R.B. Waterhouse and T. C. Lindley, *Mechanical Engineering Publication*, London, (1994), pp. 461-473.
- Hertz H.**, Ueber die Beruehrung fester elastischer Koerper, *Journal fuer die reine und angewandte Mathematik*, 92 (1882), pp. 156-171.
- Hills D.A., Nowell D., Sackfield A.**, *Mechanics of elastic contacts*, Butterworth-Heinemann (1993).
- Hivart P. Hauw B., Bricout J. P., Oudin J.**, Seizure behaviour of manganese phosphore coatings according to process conditions, *Tribology International*, 30 (1997), pp. 561 - 570.
- Hoepfner D.W.**, Fretting fatigue case studies of engineering components, *Tribology International*, 39 (2006), pp. 1271 - 1276.
- Hoepfner D.W., Taylor A. M.H., and Chandrasekaran V.**, Fretting fatigue behaviour of titanium alloys, in: S.E. Kinyon, D.W. Hoepfner, Y. Mutho, (eds), *Fretting Fatigue: Advances in Basic Understanding and Applications*, STP 1425, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, (2003), pp. 291-306.
- Holleck H.**, Material selection for hard coating, *J. Vac. Sc. Technol.*, A46 (1986), pp. 2661 - 2669
- Holm R.**, *Electric contacts*, Almqvist & Wiksells Boktryckeri, Uppsala (1946).
- Huang L.-Y., Xu K.W., Lu, Guelorget B., Chen H.**, Nano-scratch and fretting wear study of DLC coatings for biomedical application, *Diamond and Related Materials*, 10 (2001), pp. 1448 - 1456.
- Husheng G., Haicheng G., Huijin Z.**, Sliding wear and fretting fatigue resistance of amorphous Ni-P coatings, *Wear* 142 (1991), pp. 291-301.
- Jacquot C., Gavoille J., Takadoum J.**, Etude des forces de surface par microscopie à force atomique, JIFT 2000 Besançon, *Tribologie et microsystèmes* (2001), pp. 11 - 17.

- Jin O., Mall S.**, Effect of slip on fretting behaviour: experiments and analyses, *Wear*, 256 (2004), pp. 671 - 684.
- Johnson K.L.**, *Contact mechanics*, Cambridge University Press (1985).
- Kalin M., Vizintin J.**, High temperature phase transformation under fretting conditions, *Wear* 249 (2001), pp. 172-181.
- Kato K.**, Tribology of ceramics, *Wear* 136 (1990), pp. 117-183.
- Krithivasan R. & Khonsari M.**, The thermally induced Seizure in Journal bearings during startup and transient flow disturbance, *ASME J. Tribol.*, 125 (2003).
- Klaffke D.**, Tribological behaviour of Me: CH coatings on steel against steel in the case of oscillating sliding motion at room temperature, *Diamond films and technology*, 3 (1994), pp. 149 – 165.
- Korovchinky I.G., Rajeev P.T., Farris T.N.**, Wear in partial slip contact, *J. Tribol.*, 123 (2001), pp. 848 - 856.
- Kubiak K., Fouvry S., Marechal A.M.**, A practical methodology to select fretting palliatives: application to shot peening, hard chromium and WC-Co coatings, *Wear*, 259 (2005), pp. 367 - 376.
- Lamacq V.**, *Amorçage et propagation de fissures de fatigue sous conditions de fretting : Approche théorique et expérimentale*, Thèse INSA-LYON, n°97ISAL0037, (1997).
- Lambert M., Duluc S., Paris J.-Y., Baziard Y. and Denape J.**, Work of adhesion and fretting : influence of material surface properties and medium, *WILEY Surf. Interface Anal.*, 34 (2002), pp. 790 - 793.
- Lee H., Mall S., Sanders J. H. and Sharma S.K.**, Wear analysis of Cu-Al coating on Ti-6Al-4V substrate under fretting condition, *Tribology letters*, Vol.19, N° 3 (2005) pp. 239 - 248.
- Li C. X., Sun Y., Bell T.**, Factors influencing fretting fatigue properties of plasma-nitrided low alloy steel, *Materials Sciences & Engineering*, A292 (2000), pp. 18 - 25.
- Lindley T.C.**, Component Integrity in the Presence of Fretting, *4th Symposium of Fretting Fatigue*, 26 - 28 mai (2004).
- Ligier J.- L.**, Matériaux pour paliers lisses, *Technique de l'Ingénieur* [B5330], (1995).
- Liu D., Tang B., Zhu X., Chen H., He J., celis J. P.**, Improvement of the fretting fatigue and fretting wear of Ti6Al4V by duplex surface modification, *Surface and Coatings Technology*, 116-119 (1999), pp. 234-238.
- Lykins Christopher D., Shankar Mall, Vinod Jain**, An evaluation of parameters for predicting fatigue crack initiation, *International Journal of Fatigue*, 22 (2000), pp. 703 - 716.
- Ma S., Xu K., Jie W.**, Wear behavior of surface of Ti-6Al-4V alloy modified by treating with a pulsed d.c. plasma-duplex process, *Surface and Coatings Technology*, 185 (2004), pp. 205-209.
- Makino T., Sayles R.S.**, *A simplified diagram of seizure criteria for lubricated sliding rough surfaces*, WTC London, (1997).
- Markov D., Kelly D.**, Mechanisms of adhesion-initiated catastrophic wear: pure sliding, *Wear*, 239 (2000), pp. 189 - 210.
- Markov D.**, Laboratory tests for seizure of rail and wheel steels, *Wear*, 208 (1997), pp. 91 - 104.
- McDiarmid, D.L.**, A general criterion for high-cycle multiaxial fatigue failure, *Fatigue Fract. Engng Mater. Structs.*, (1991), 14, pp. 429 - 453.
- McDowell O. J.**, *Fretting corrosion tendencies of several combinations of material*, Symposium on fretting corrosion, ASTM STP 144 (1953), p24 – 39.
- McEwen E.**, Stresses in elastic cylinders in contact along a generatrix, *Phil. Mag.*, 40 (1949), p. 454 - 459.
- Medina S., Olver A.V., Shollock B.A.**, Rolling contact damage accumulation in two contrasting copper alloys, *Wear* 260 (2006), pp. 794-802.
- Meng H. C., & Ludema K. C.**, Wear models and predictive equations: their form and content, *Wear*, 181-183, (1995), pp. 443 - 457.
- Mindlin R.D.**, Compliance of elastic bodies in contact, Trans. ASME, Series E, *Journal of Applied Mechanics*, 16 (1949), pp. 259 - 268.
- Mitchell D. R. G., Stott F. H.**, The friction and wear of thin titanium nitride and silicon nitride coatings on stainless steel at temperatures to 500°C, *Surface and Coatings Technology*, 50 (1992), pp. 151-160.

- Miyoshi K.**, Durability evaluation of selected solid lubricating films, *Wear* 251 (2001), pp. 1061-1067.
- Miyoshi K., Pohlchuck B., Street K. W., Zabinski, Sanders J.H., Voevodin A.A., Wu R.L.C.**, Sliding wear and fretting wear of diamond like carbon-based, functionally graded nanocomposite coatings, *Wear* 225-229 (1999), pp. 65-73.
- Mohrbacher H., Blanpain B, Celis J.P., Roos J.R., Stals L., Van Stappen M.**, Oxidational wear of TiN coating on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting, *Wear*,188 (1995), pp. 130 - 137.
- Nakazawa K., Sumita M., Maruyama N.**, Effect of contact pressure on fretting fatigue of high strength steel and titanium alloy in *Standardization of fretting fatigue test methods and equipment*, ASTM STP 1159 (1992) pp. 115 - 125.
- Nix K.J., Lindley T.C.**, The influence of relative slip range and contact material on the fretting properties of 3.5NiCrMoV rotor steel, *Wear*, 125 (1988), pp. 147 - 162.
- Nolan D., Huang S.W., Leskovsek, Braun S.**, Sliding wear of titanium nitride thin films deposited on Ti-6Al-4V alloy by PVD and plasma nitriding Processes, *Surface & Coatings Technology*, 200 (2006), pp. 5698 - 5705.
- Paulin C.**, *Etude de l'endommagement du contact multicouche aube/disque sous chargement de fretting : impact des sollicitations variables et de la dimension du contact*, Thèse Ecole Centrale de Lyon, (2006), 235 p.
- Paulin C., Fouvry S., Deyber S.**, Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions, *Wear* 259 (2005), pp. 292 – 299.
- Plumet S., Dubourg M. C.**, A 3D model for multilayered body loaded normally and tangentially against a rigid body. Application to specific coating, *Journal of Tribology*, 120 (4), (1998), pp. 668 – 676.
- Prakash B., Ftikos C., Celis J. P.**, Fretting wear behaviour of PVD TiB₂ coatings, *Surface and Coatings Technology*, 154 (2002) , pp. 182 - 188.
- Proudhon H., Fouvry S., Buffière J-Y.**, A fretting crack initiation prediction taking into account the surface roughness and the crack nucleation process volume, *International Journal of Fatigue*, 27 (5) (2005), pp. 569 - 579.
- Proudhon H., Fouvry S., Yantio G. R.**, Determination and prediction of the fretting crack initiation : introduction of the (P, Q, N) representation and determination of a variable process volume, *International Journal of Fatigue*, 28 (2006), pp. 707 – 713.
- Ramakrishna Naidu N.K., Ganesh Sundara Raman S.**, Effect of shot blasting on plain fatigue and fretting fatigue behaviour of Al-Mg-Si alloy AA6061, *International Journal of Fatigue*, (2005), pp. 323 - 331.
- Ramalho A., Miranda J. C.**, The relationship between wear and dissipated energy in sliding systems, *Wear*, 260 (2005), pp. 361 – 367.
- Ramalho A. Miranda J.C.**, Friction and wear of electroless NiP and NiP + PTFE coatings, *Wear* 259 (2005b), pp. 828-834.
- Ramesh R., Gnanamoorthy**, Effect of post oxidation on the fretting wear behaviour of liquid nitrided En 24 steel, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006), pp. 3926 – 3932.
- Rivière J.P., Pichon L., Drouet M., Poquillon D., Galdikas A.**, Silicon based coatings deposited by dynamic ion mixing for oxidation protection of a Ti6242 alloy, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006), pp. 5498-5504.
- Sackfields A. et Hills D.A.**, Some useful results in the tangentially loaded Hertzian contact problem, *J. Strain Anal.*, 18 (3), (1983), pp. 208 - 217.
- Salomon O.**, Failure criteria in thin film lubrication: The IRG program, *Wear*, 36 (1976), pp. 1 - 6.
- Sauger E., Fouvry S., Ponsonnet L., Kapsa Ph., Martin J.M., Vincent L.**, Tribologically transformed structure in fretting, *Wear*, 245 (2000), pp. 39 - 52.
- Sauger E;** *Contribution à l'étude de la transformation tribologique superficielle en fretting*, Thèse n°97-25, Ecole centrale de Lyon, (1997).
- Segall A. E. Conway Jr. J; C., Stiver III D. H., Moose C. A., Hershman S.**, Elevated temperature fretting evaluations using a flat-on-flat configuration, *Tribology Transactions*, 42 (1999), pp. 681-685.

- Schouterden K., Blanpain B., Celis J.P., Vingsbo**, Fretting of titanium nitride and diamond-like carbon coatings at high frequencies and low amplitude, *Wear* 181-183 (1995), pp. 86-93.
- Shenhar A., Gotman I., Radin S., Ducheyne P.**, Microstructure and fretting behaviour of hard TiN-based coatings on surgical titanium alloys, *Ceramics International* 26 (2000), pp. 709-713.
- Shima M., Suetake H., McColl I.R., Waterhouse R.B., Takeuchi M.**, On the behaviour of an oil lubricated fretting contact, *Wear*, 149 (1991), pp. 375 - 394.
- Shinde S., Hoepfner D. W.**, Quantitative analysis of fretting wear crack nucleation in 7075 – T6 aluminium alloy using fretting maps, *Wear*, (2005), pp. 271 – 276.
- Smith K.N., Watson P. and Topper T.H.**, A stress-strain function for the fatigue of metals, *J. Mater.*, 5(4) (1970), pp. 767 - 778.
- Suzuki S., Shibusaki N., Mimura K., Isshiki M., Waseda Y.**, Improvement in strength and electrical conductivity of Cu-Ni-Si alloys by aging and cold rolling, *Journal of Alloys and Compounds* 417 (2006), pp. 116-120.
- Szolwinski M.P., Farris T.N.**, Observation, analysis and prediction of fretting fatigue in 2024-T351 aluminium alloy, *Wear*, 221 (1998), pp. 24 - 36.
- Taheri R., Oguacha I.N.A., Yannacopoulos S.**, The tribological characteristics of electroless NiP coatings, *Wear* 249 (2001), pp. 389-396.
- Tanaka K., Naakai Y. and Yamashita M.**, Fatigue growth threshold of small cracks, *Int. J. Fract.*, 17, 519 (1985).
- Tomlinson G.A.**, The rusting of steel surfaces in contact, *Proceedings of the royal Society, Series A* 115 (1927), pp. 472 - 483.
- Trent E. M.**, Metal cutting and the tribology of seizure : I- seizure in metal cutting, *Wear*, 128 (1988a), pp. 29 - 45.
- Trent E. M.**, Metal cutting and the tribology of seizure : II- movement of work material over the tool in metal cutting, *Wear*, 128 (1988b), pp. 29 - 45.
- Vadiraj A., Kamaraj M.**, Effect of surface treatments on fretting fatigue damage of biomedical titanium alloys, *Tribology International*, 40 (2007), pp. 82 – 88.
- Vincent L.**, Material and fretting, ESIS 18, *Mechanical Engineering Publication*, London (1994), pp. 323 – 337.
- Vingsbo O. and Soderberg S.**, On fretting maps, *Wear*, 126 (1988), pp. 131 – 147.
- Vizintin J., Kalin M., Podgornik B., Novak S.**, Comparison of the fretting wear of 100Cr6/100Cr6, Si₃N₄/Si₃N₄ and Si₃N₄/100Cr6 contacts in lubricated and dry conditions, *Lubrication Science*, 9 (1997), pp. 391-408.
- Wang Q.**, Seizure failure of journal-bearing conformal contacts, *Wear*, 210 (1997), pp. 8 - 16.
- Warlow-Davies E.J.**, Fretting corrosion and fatigue strength: brief results of preliminary experiments, *Proc. Inst. Mech. Eng.*, (1941), pp. 32 – 38.
- Waterhouse R.B., Trowsdale**, Residual stress and surface roughness in fretting fatigue, *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 25 (1992), pp. 236 - 239.
- Waterhouse R.B.**, A historical introduction to fretting fatigue in Standardisation of fretting fatigue test methods and equipment., *ASTM STP* 1159 (1992), pp. 8 - 9.
- Waterhouse R. B.**, *Fretting fatigue*, Edited by Waterhouse, Applied Science Publishers, UK, (1981).
- Williams J.A.**, *Engineering Tribology*, Oxford University Press, Oxford, (1994), 488 p.
- Wilson A.D., Leyland A., Matthews A.**, A comparative study of the influence of plasma treatments PVD coatings and ion implantation on the tribological performance of Ti-6Al-4V, *Surface and Coatings Technology*, 114 (1999), pp.70-80.
- Wu L., Holloway B. C., Beesabathina D. P., Kalil C., Manos D. M.**, Analysis of diamond-like carbon and Ti/MoS₂ coatings on Ti-6Al-4V substrates for applicability to turbine engine applications, *Surf. Coat. Technol.*, 130 (2000), pp. 207-217.
- Xu J., Zhu M.H., Zhou Z. R., Kapsa Ph., Vincent L.**, An investigation on fretting wear life of bonded MoS₂ solid lubricant coatings in complex conditions, *Wear* 255 (2003), pp. 253-258.
- Yantio Njankeu Sabeya G.R.**, *Caractérisation du seuil de fissuration d'un alliage d'aluminium en fretting - Effet de la rugosité*, DEA Génie des Matériaux, ECL (2003), 90 p.

- Yuanru C., Shirzhuo L., Xushou Z., Hong L., Genqing Y., Boachun Q.,** Mechanical and tribological properties of silicon nitride films synthesized by ion beam enhanced deposition, *Nuclear Instruments and methods in Physics Research*, B59-60 (1991), pp. 1295-1299.
- Zambelli G., Vincent L.,** *Matériaux et Contacts: une approche tribologique*, ed. PPUR, (1998), 337 p.
- Zhou Z.R., Nakazawa K., Zhu M.H., Maruyama N., Kapsa Ph., Vincent L.,** Progress in fretting maps, *Tribology International*, 39 (2006), pp. 1068 - 1073.
- Zhou Z.R., Vincent L.,** Lubrication in fretting, *Wear*, 225-229 (1999), pp. 962 - 967.
- Zhou Z.R., Vincent L.,** Mixed fretting regime, *Wear*, 181-183 (1995), pp. 531 - 536.
- Zhou Z.R.,** *Fissuration induite en petits débattements : Application au cas d'alliages d'aluminium aéronautiques*, Thèse ECL, n° 92-50, (1992).
- Zhu M. H., Zhou Z. R.,** An investigation of molybdenum disulfide bonded solid lubricant coatings in fretting conditions, *Surface and Coatings Technology*, 141 (2001), pp. 240-245.

CHAPITRE II

MATERIAUX ETUDIES

I. INTRODUCTION.....	51
II. LE TITANE ET L'ALLIAGE Ti-6Al-4V.....	51
II.1 Le Titane.....	51
II.2 L'alliage de titane Ti-6Al-4V.....	52
II.3 Grenailage de précontrainte.....	54
III REVETEMENTS CUPRONICKELS ET VERNIS DE GLISSEMENT.....	55
III.1 Modes d'élaboration.....	56
III.2 Microstructures et propriétés.....	56
III.3 Etats de surface.....	58
IV. REVETEMENTS ET/OU TRAITEMENTS NOUVELLEMENT PRECONISES.....	58
IV.1 Revêtements céramiques.....	58
IV.1.1 Modes d'élaboration.....	59
IV.1.2 Microstructures et propriétés.....	60
IV.1.3 Etats de surface.....	62
IV.2 Revêtements composites à base de talc.....	63
IV.2.1 Modes d'élaboration.....	63
IV.2.2 Microstructures et propriétés.....	64
IV.2.3 Etats de surface.....	66
IV.3 Traitements de nitruration.....	66
IV.3.1 Modes d'élaboration.....	67
IV.3.2 Microstructures et propriétés.....	67
IV.3.3 Etats de surface.....	69
IV.4 Solutions combinées conduisant à des multicouches.....	70
IV.4.1 Modes d'élaboration.....	70
IV.4.2 Microstructures, propriétés et états de surface.....	71
V. CONCLUSION PARTIELLE	72
BIBLIOGRAPHIE.....	74

CHAPITRE II

MATERIAUX ETUDIES

Ce chapitre présente les différents matériaux utilisés dans cette étude. Après une brève introduction sur le titane, nous présentons l'alliage Ti-6Al-4V. La limitation d'utilisation du Ti-6Al-4V étant due à sa mauvaise aptitude au frottement, nous présentons ensuite les familles de traitements et revêtements actuels et nouvellement préconisés pour pallier aux dégradations induites par fretting. L'accent est mis sur leur mode d'élaboration, leur microstructure, leurs propriétés de surface ainsi que de volume.

I. INTRODUCTION

Bien que découvert en 1790 par le moine anglais Gregor, l'industrie du titane n'a réellement démarré que vers les années 1950 en raison de nombreuses difficultés de métallurgie extractive. L'essor du titane et de ses alliages dans l'industrie repose sur deux propriétés importantes recherchées : une résistance à la corrosion et des propriétés mécaniques élevées. La bonne résistance à la corrosion est due au développement d'une couche protectrice de quelques centaines de nanomètres à la surface du titane et de ses alliages. Cette couche est constituée majoritairement d'oxyde TiO_2 , mais il est reconnu qu'elle peut contenir d'autres variétés. La formation de cette couche est liée au caractère oxydable du titane (son potentiel électrochimique est de $-1,63$ V/ENH, ce qui est très proche de l'aluminium). Les alliages de titane sont des matériaux de choix dans l'aéronautique en particulier en raison de sa faible masse volumique ($4,5$ g/cm³ pour le titane et $4,4$ g/cm³ pour le Ti-6Al-4V). Toutefois, dans de nombreux cas dès que les pièces en contact sont animées d'un mouvement relatif, l'utilisation du titane et de ses alliages est limitée en raison de leur mauvais comportement en frottement.

L'objet de ce chapitre est de présenter le titane et l'alliage Ti-6Al-4V et de faire le point sur les différents traitements et revêtements actuels et à venir pour pallier aux dégradations générées par le fretting. Nous mettrons l'accent sur cinq familles de revêtements : les cupronickels, les vernis de glissement, les revêtements céramiques, les revêtements composites NiP-talc et les multicouches.

II. LE TITANE ET L'ALLIAGE Ti-6Al-4V

II.1 Le titane

Le titane pur présente en dessous de 882 °C une structure hexagonale pseudo - compacte appelée α , de paramètres de maille $a = 0,285$ nm et $c = 0,468$ nm (le rapport $c/a =$

1,633 pour la structure hexagonale compacte à 20 °C). Au-delà de 882 °C, la structure devient cubique centrée, appelée β , de paramètre cristallin $a = 0,332$ nm. Cette température de transition $\alpha \rightarrow \beta$ est dite de transus β . Pour les alliages, cette température est éminemment variable en fonction des éléments d'addition [Combres, 1999]. Les éléments d'addition stabilisent soit la phase α (éléments α -gènes), soit la phase β (éléments β -gènes).

- Parmi les *éléments α -gènes*, nous avons des éléments tels que Al, O, C, N. Leur introduction se traduit par une augmentation la température de transus β .
- Parmi les *éléments β -gènes*, il faut distinguer les éléments β isomorphes (H, Mo, V, Nb), miscibles en toutes proportions dans la phase β et les éléments β eutectoïdes (Mn, Fe, Cr, Si, Ni, Cu), qui peuvent former des précipités. Ces différents éléments diminuent la température de transus β .

Les alliages de titane peuvent ainsi être classés en trois grandes familles selon leur proportion de phase α et β retenue à la température ambiante : les alliages purement α , les alliages purement β et les alliages mixtes $\alpha+\beta$.

II.2 L'alliage de titane Ti-6Al-4V

L'alliage de Ti-6Al-4V anciennement appelé TA6V est le plus couramment utilisé, il représente à lui seul 50 % du marché. Cet alliage présente une structure mixte $\alpha+\beta$ (figure 2.1), stabilisée par l'aluminium (6%), élément α -gène et le vanadium (4%), élément β -gène. L'aluminium durcit la phase α en améliorant la résistance mécanique et la tenue au fluage, mais son pourcentage est limité à 7% pour éviter des précipitations locales de phase α_2 fragilisantes tel que le Ti_3Al [Combres, 1999 ; Lütjering & Williams, 2003]. Le vanadium améliore la ductilité mais diminue la tenue à l'oxydation. Compte tenu de ses éléments d'alliage, sa température de transus β se situe vers 1000 °C. La composition chimique des billettes en Ti-6Al-4V généralement utilisé par la société Snecma-Moteurs pour l'usinage des disques et des aubes fan des turboréacteurs aéronautiques est présentée dans le tableau 2.1.

Eléments (% massique)	Al (%)	V (%)	O (ppm)	Fe (ppm)	C (ppm)	N (ppm)	Sn (ppm)	H (ppm)
Valeurs mesurées	6,39	3,87	1811	1036	101	63	103	< 60
Eléments (% massique)	Cu (ppm)	Mn (ppm)	Mo (ppm)	Zr (ppm)	B (ppm)	Y (ppm)	Autre (ppm)	Total Autres
Valeurs mesurées	< 20	< 50	< 100	< 50	< 50	< 10	< 1000	< 2000

Tableau 2.1 : Composition chimique du Ti-6Al-4V utilisé pour les aubes de disque [Fridrici, 2002].

La microstructure du Ti-6Al-4V dépend des traitements thermiques appliqués. Pour les applications industrielles, les principaux traitements thermiques apportés sur ce matériau sont le détensionnement, le recuit, mise en solution et vieillissement [Combres & Champin, 1995 ; Lütjering & Williams, 2003].

- Le *détensionnement* a pour but de supprimer les contraintes résiduelles générées lors de leur mise en œuvre (matriçage, usinage, soudage...). On réalise généralement un cycle thermique à 540 – 650 °C durant 30 min à 4 h suivant la section.

- Le *recuit* consiste à obtenir une structure d'équilibre stable et homogène. On réalise un cycle thermique à 730 – 790 °C durant 1 à 3 h suivant la section.
- La *mise en solution* suivie d'une *trempe* à l'eau (maintien dans le domaine $\alpha+\beta$, en dessous de la température de transus β qui se situe vers 1000°C) et d'un *vieillissement* permettent d'augmenter les caractéristiques mécaniques de l'alliage Ti-6Al-4V. Dans le domaine aéronautique et spatial, suivant les caractéristiques recherchées, on réalise successivement un chauffage à 900 - 970 °C durant 30 min à 1 h, suivi d'un refroidissement très rapide réalisé par trempe à l'eau, puis un revenu à une température de 700 °C pendant 4 heures avec arrêt à l'air.

La microstructure obtenue est présentée sur la figure 2.1. Il s'agit d'une structure duplex [Combres & Champin, 1995], formée de grains de phase α , composante majoritaire (environ 60%), sous forme de nodule (diamètre de l'ordre de 20 à 30 μm) et de lamelles de phase α et β .

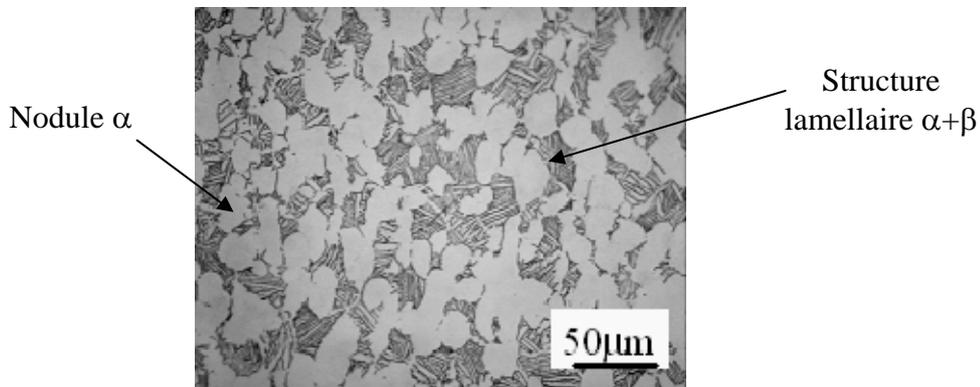


Figure 2.1 : Microstructure du Ti-6Al-4V après trempe et revenu (révélation phases effectuée à l'aide du réactif de Keller : solution aqueuse contenant 1% d'acide fluorhydrique, 1,5% d'acide chlorhydrique et 2% d'acide nitrique).

Les caractéristiques mécaniques du Ti-6Al-4V présentées dans le tableau 2.2 sont supérieures à celles du titane pur. Le module de Young E et la dureté H ont été déterminés par nanoindentation. Le coefficient de Poisson et la limite élastique sont tirés des travaux de thèse de Kristell Le Biavant sur l'amorçage de fissures de fatigue dans l'alliage Ti-6Al-4V des disques de soufflante des turboréacteurs [Le Biavant Guerrier, 2000]. Le Ti-6Al-4V utilisé dans cette étude présente en général une surface lisse polie (figure 2.2) dont les caractéristiques topographiques sont rassemblées dans le tableau 2.3.

Matériau	Module de Young E (GPa)	Dureté H (GPa)	Coefficient de Poisson ν	Limite d'élasticité σ_e (MPa)
Ti-6Al-4V	$122 \pm 0,2$	$5,4 \pm 0,3$	0,286	970

Tableau 2.2 : Caractéristiques mécaniques du Ti-6Al-4V.

La limite d'utilisation du Ti-6Al-4V est parfois due à un très mauvais comportement en frottement, voire parfois catastrophique, associé à une tendance marquée au grippage, une forte sensibilité à l'effet de rayure, à la fissuration et à l'usure. Le principal mécanisme d'usure des surfaces frottantes en contact avec du titane est l'usure adhésive.

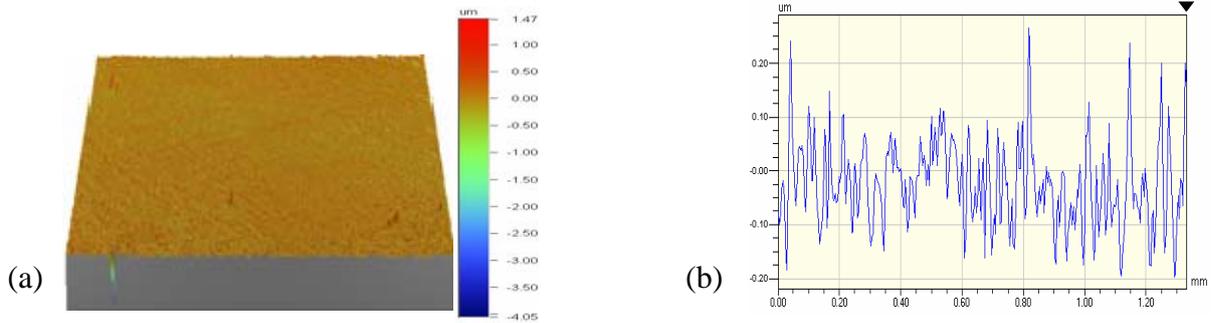


Figure 2.2 : (a) Surface du Ti-6Al-4V utilisé dans cette étude et (b) profil relevé sur la surface.

Matériau	Ra (μm)	Rt (μm)	Rq (μm)
Ti-6Al-4V	0,065	5,5	0,087

Tableau 2.3 : Caractéristiques topographiques de la surface du Ti-6Al-4V (les paramètres Ra, Rt, Rq représentent respectivement la rugosité moyenne arithmétique de surface, la rugosité maximale pic / vallée, et l'écart quadratique de rugosité (moyenne quadratique de toutes les ordonnées du profil à l'intérieur de la longueur de base).

II.3 Grenailage de précontrainte

Le grenailage de précontrainte (*shot peening*) est le plus utilisé des traitements mécaniques superficiels dans le domaine industriel, en particulier dans le domaine des pièces sollicitées en fatigue et en corrosion sous contrainte [Barralis *et al.*, 1999]. Le principe du grenailage consiste à projeter à grande vitesse de petites billes généralement sphériques, appelées grenailles, sur la pièce à traiter. Ces grenailles peuvent être en acier (BA), en verre (BV) ou bien en céramique (BC). Il s'agit de provoquer une déformation plastique à la surface de la pièce pour produire des contraintes superficielles de compression. Le résultat est fonction :

- *Diamètre des billes* : il influence la nature des endommagements en surface (microfissures) par un fort écrouissage local du matériau qui altère plus ou moins fortement sa capacité de déformation ultérieure. Il modifie sensiblement la rugosité.
- *Dureté des billes* : elle joue directement sur l'amplitude et sur la profondeur des contraintes résiduelles. La dureté doit être supérieure ou égale à celle du matériau à grenailier. Elle a aussi une influence sur le taux d'écroissage, sur le risque d'endommagement de la surface.
- *Energie cinétique de la bille* : elle est matérialisée par l'intensité Almen. Cette intensité est définie comme la valeur maximale de la flèche (en centième de millimètres) que prend une éprouvette normalisée ($76,2 \times 18,9 \text{ mm}^2$) après grenailage (figure 2.3).
- *Angle d'incidence de la bille* : il varie de 85° à 45° . L'angle idéal est proche de la normale à la surface. La chute de l'amplitude des contraintes résiduelles est très sensible autour des 45° . Cet angle influence nettement l'amplitude de la contrainte en surface et est à l'origine de défauts de types incrustations.
- *Taux de recouvrement* : ce taux est défini comme le rapport entre la surface des empreintes dues au grenailage et la surface à grenailier. Sa lecture se fait sur la surface grenillée à faible grossissement. Des taux de recouvrement supérieurs à 100 % peuvent être spécifiés (un taux de recouvrement de 125 % s'obtient en grenillant à un temps égal à 1,25 fois le temps nécessaire pour obtenir un taux de recouvrement de

100 %). Un fort taux de recouvrement entraîne un écrouissage plus profond mais un risque plus grand de voir apparaître des défauts tels bavures, replis.

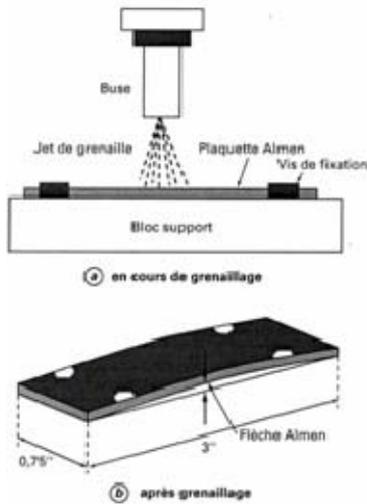


Figure 2.3 : Montage pour la détermination de l'intensité Almen [Barralis et al., 1999].

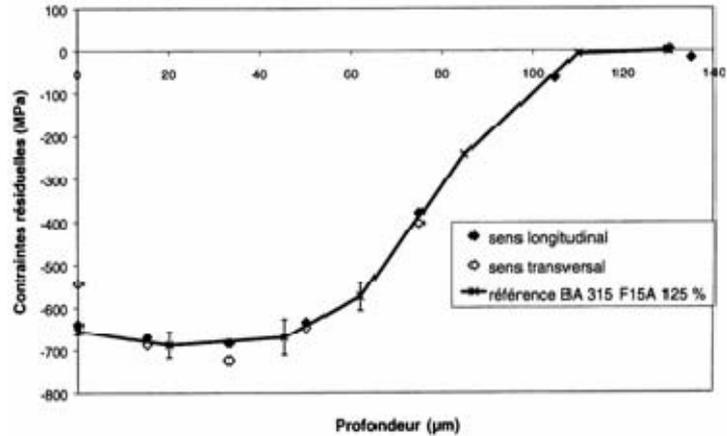


Figure 2.4 : Champ de contraintes résiduelles dans le Ti-6Al-4V après grenailage [Fridrici, 2002].

Le grenailage appliqué sur les échantillons et sur les pions dans notre étude, est identique à celui appliqué sur les pieds d'aube et les alvéoles des disques de turboréacteurs. Ce traitement mécanique est réalisé suivant la norme AFNOR NFL 06832 de type BA 315 F 15 A. Le diamètre des billes en acier est de 0,315 mm et l'intensité ALMEN est de 0,15 mm pour un taux de recouvrement de 125 %. L'action apportée par ce traitement mécanique est double : génération d'un champ de contraintes résiduelles de compression de près de 700 MPa sur une profondeur d'environ 50 µm (figure 2.4) et modification de la rugosité de surface (figure 2.5) et tableau 2.4.

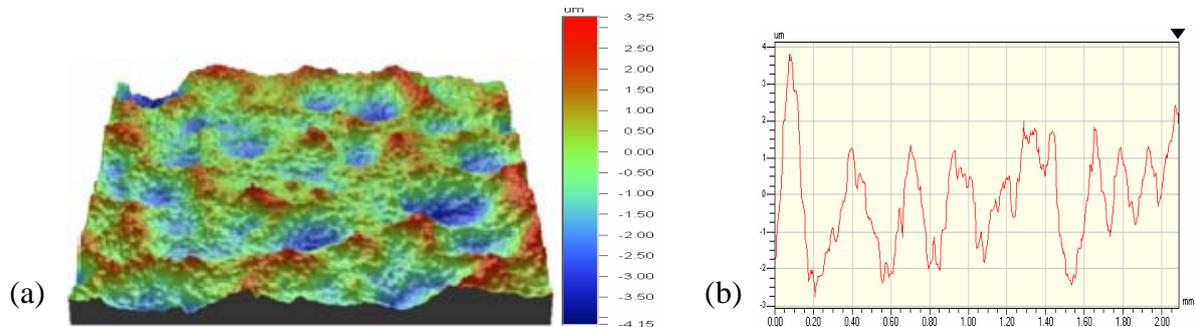


Figure 2.5 : (a) Surface du Ti-6Al-4V soumise à traitement de mécanique de grenailage et (b) profil relevé sur la surface.

Matériau	Ra (µm)	Rt (µm)	Rq (µm)
Ti-6Al-4V grenailé	1	9	1,3

Tableau 2.4 : Caractéristiques topographiques de la surface du Ti-6Al-4V grenailé.

III REVETEMENTS CUPRONICKELS ET VERNIS DE GLISSEMENT

Les revêtements d'alliage cupronickels sont des solutions anti-fretting actuellement utilisés dans l'industrie aéronautique et spatiale. Cette famille de revêtements est constituée des revêtements cuivre-nickel-silicium (CuNiSi), des revêtements cuivre-nickel-indium (CuNiIn) et des revêtements CuNiIn recouvert d'un vernis de glissement.

III.1 Modes d'élaboration

Le revêtement CuNiSi, aussi connu sous le nom de commercial *UN3S* est obtenu par pulvérisation cathodique magnétron (*magnetron sputtering*) en atmosphère neutre à partir d'une plaque composée des éléments d'alliage cuivre-nickel-silicium. Cette technique est particulièrement bien adaptée à la synthèse des dépôts d'alliages métalliques, notamment lorsqu'ils combinent des éléments de températures de fusion très différentes [Billard & Perry, 2005]. Cependant, le principe du procédé ainsi que les paramètres d'élaboration ne nous ont pas été communiqués par les industriels. Toutefois, l'**annexe B** décrit l'un des procédés qui peut être utilisé.

Les revêtements CuNiIn sont obtenus par pulvérisation sous vide ou en atmosphère neutre à partir d'une poudre composée de grains sphéroïdaux d'alliages de cuivre–nickel–indium (Metco 58 NS produite par Sulzer Metco, tableau 2.5). La température de fusion est de l'ordre de 1150 °C. Le procédé de déposition du revêtement CuNiIn sur la surface Ti-6Al-4V est basé sur le principe de fonctionnement d'une torche plasma (**annexe B**). Toutefois, les paramètres de déposition restent méconnus.

Eléments	Cu	Ni	In	Fe +impuretés
Valeur mini (%)	56,3	35,5	4,7	0
Valeur maxi (%)	59,8	37,5	5,2	1

Tableau 2.5 : Composition chimique de la poudre de CuNiIn (données Snecma Moteurs).

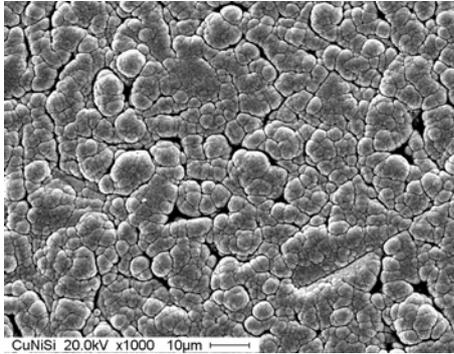
Le vernis de glissement utilisé, de nom commercial Molydag 254, est élaboré à partir d'une poudre de bisulfure de molybdène (MoS_2), d'autres lubrifiants solides divers (principalement du carbone), d'une résine thermodurcissable phénolique et d'un solvant. Très peu de renseignements sont donnés sur l'élaboration de cette poudre (les proportions de MoS_2 contenues dans la poudre par exemple). Néanmoins, on peut dire que sa structure dominante est celle d'un polymère. Pour les applications aéronautiques et spatiales, le vernis de glissement est appliqué à l'état liquide sur la surface des revêtements CuNiIn, nettoyée au préalable à l'acétone, à l'aide d'un pinceau ou d'un pistolet. Le vernis sèche à l'air sec pendant 45 à 50 minutes (élimination par évaporation du solvant MEK-toluène). La polymérisation de la résine est obtenue après cuisson à $200 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$ pendant $90 \pm 10 \text{ min}$. Le vernis est présente une couleur grise foncée après cuisson (figure 2.6d). Son épaisseur est comprise entre $15 \text{ }\mu\text{m}$ et $25 \text{ }\mu\text{m}$ (figure 2.6e). L'accrochage du vernis de glissement se fait grâce à l'état de surface rugueux du CuNiIn.

III.2 Microstructures et propriétés

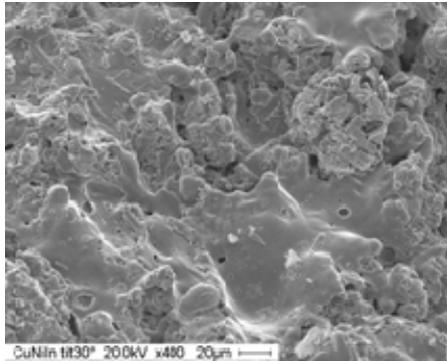
Les images MEB des couches CuNiSi mettent en évidence la présence de nodules de tailles inférieures à $1 \text{ }\mu\text{m}$ et des porosités, dans les revêtements CuNiSi utilisés dans notre étude (figure 2.6a). La structure du revêtement est généralement amorphe avec l'existence de phase Ni_2Si de structure orthorhombique [Billard & Perry, 2005].

Le revêtement CuNiIn est généralement constitué d'une matrice de cuivre, cubique à face centrée, et d'atomes de nickel en solution solide, avec également des particules d'oxyde de cuivre Cu_2O (formées par interaction de particules de poudre avec l'oxygène pendant le transfert entre la torche et le substrat) et d'une phase hexagonale métastable Ni_3In [Raz & Dirnfeld, 1990 ; Koutsomichalis & Badekas, 1995]. L'état de surface du revêtement après déposition par la torche plasma présente des nodules et des porosités (figure 2.6b). Le taux de

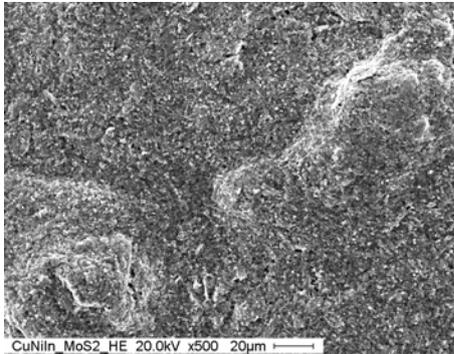
porosités observé sur l'échantillon est de l'ordre de 2 à 4 %. L'épaisseur du dépôt désirée (entre 150 et 170 μm) est réalisée en faisant 6 à 8 passes de projection (figure 2.6c). Les analyses EDX réalisées sur le vernis de glissement révèlent la présence du molybdène (Mo), du soufre (S), de l'antimoine (Sb), de l'oxygène (O), du carbone (C).



(a) revêtement CuNiSi

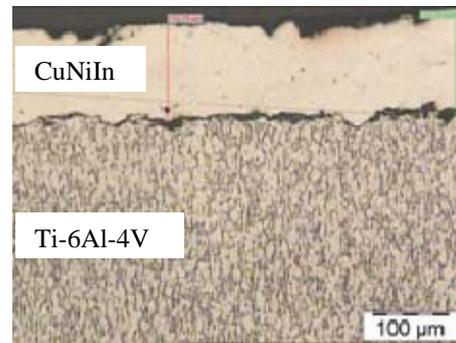


(b) revêtement CuNiIn

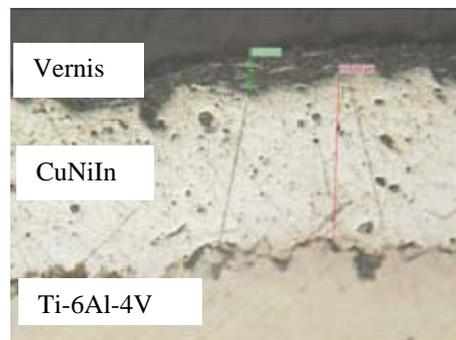


(d) vernis de glissement

- (a) revêtement CuNiSi
- (b) revêtement CuNiIn
- (c) Epaisseur du CuNiIn
- (d) vernis de glissement
- (e) Epaisseur du CuNiIn+ vernis de glissement



(c) Epaisseur du CuNiIn



(e) Epaisseur du CuNiIn+ vernis de glissement

Figure 2.6: Revêtements cupronickels et vernis de glissement utilisés dans cette étude.

Les caractéristiques mécaniques des différents revêtements CuNiSi et CuNiIn ainsi que du vernis de glissement sont présentés dans le tableau 2.6. Les valeurs du module de Young E et de la dureté H ont été obtenues par essai de nanoindentation. L'épaisseur de ce revêtement e a été déterminée par une coupe transversale. Les revêtements CuNiSi, CuNiIn ainsi que le vernis de glissement se présentent comme des matériaux «mous», moins rigides et moins durs par rapport au Ti-6Al-4V.

Matériaux	e (μm)	E (GPa)	H (GPa)
CuNiSi	10 - 12	84 ± 3	$2,9 \pm 0,1$
CuNiIn	125 - 150	75 ± 7	$2,1 \pm 0,1$
Vernis de glissement	15-20	12 ± 1	$0,42 \pm 0,01$

Tableau 2.6 : Caractéristiques mécaniques des revêtements cupronickels et du vernis de glissement.

III.3 Etats de surface

Les morphologies du CuNiSi et du CuNiIn et du vernis de glissement révèlent une surface rugueuse par rapport au Ti-6Al-4V (figure 2.7). Les paramètres de rugosité de ces matériaux sont présentés dans le tableau 2.7. Le CuNiSi présente une surface moins rugueuse par rapport au revêtement CuNiIn. Le mode d'élaboration du CuNiIn entraîne un état de surface généralement très rugueux. Cette rugosité peut servir de réservoir pour d'autres lubrifiants. La présence du vernis de glissement diminue cette rugosité.

Matériaux	Ra (µm)	Rt (µm)	Rq (µm)
CuNiSi	0,6	13	0,8
CuNiIn	14	124	18
Vernis de glissement	10	80	12

Tableau 2.7 : Caractéristiques topographiques des revêtements cupronickels et du vernis de glissement.

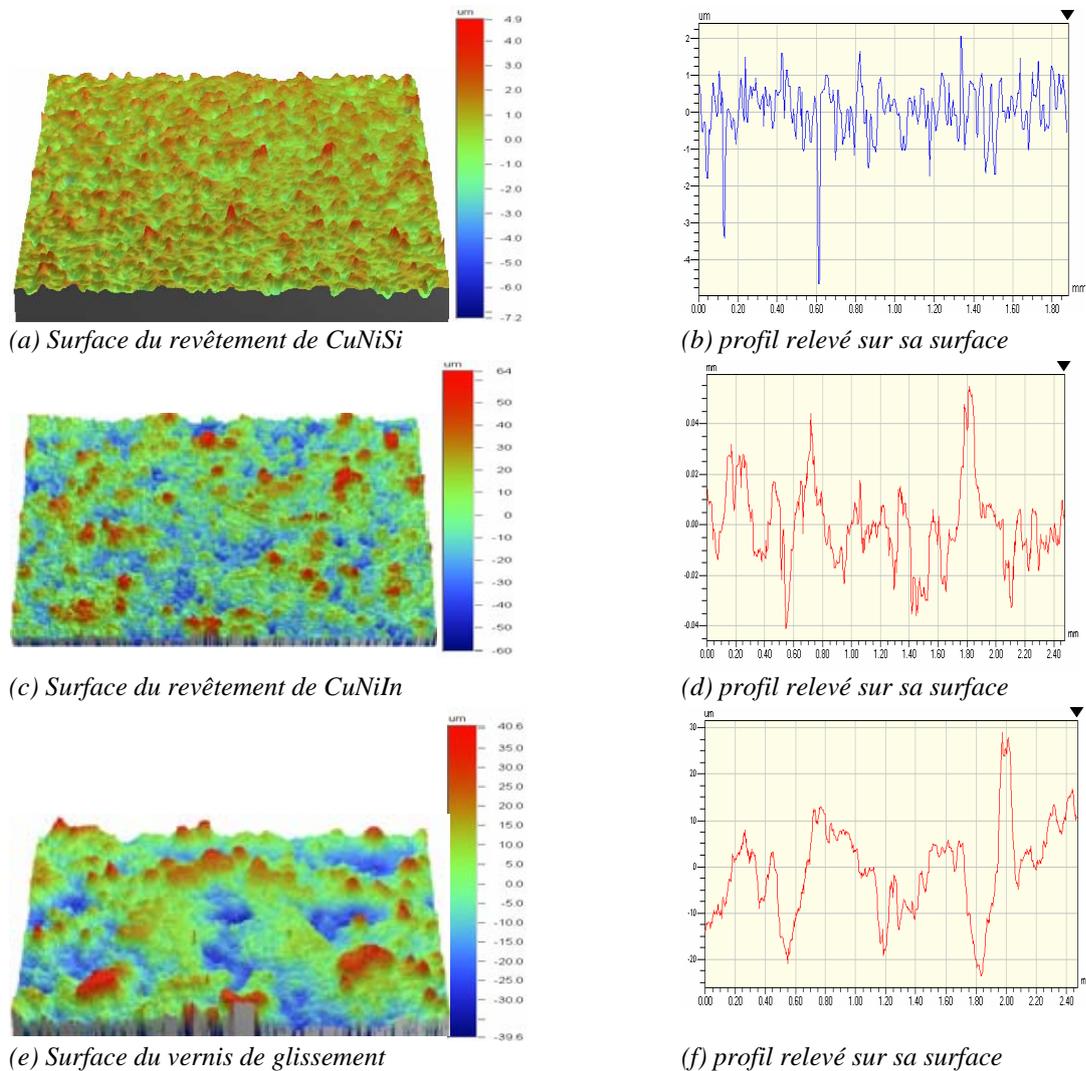


Figure 2.7 : Etats de surfaces des cupronickels et vernis de glissement (gauche) et profilés (droite).

IV. REVETEMENTS ET/OU TRAITEMENTS NOUVELLEMENT PRECONISES

IV.1 Revêtements céramiques

Les revêtements céramiques retenus sont issus de trois familles: les revêtements DLC (Diamond-Like Carbon), les nitrures de silicium et les magnétites. Les deux premiers revêtements ont été fournis et élaborés par le Laboratoire de Métallurgie Physique (LMP) de l'Université de Poitiers tandis que les magnétites ont été fournies et élaborées par le Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux de Toulouse (CIRIMAT).

IV.1.1 Modes d'élaboration

Les revêtements DLC ont été réalisés en combinant un traitement PVD (*Physical Vapor Deposition*) assisté par faisceaux d'ions suivi d'un dépôt DLC par un procédé PACVD (*Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition*). Cette double technique permet d'obtenir une bonne adhérence du revêtement sur le Ti-6Al-4V. La formation d'une zone mixée à l'interface revêtement/substrat, caractérisée par un fort gradient de composition est produite par le bombardement en cours du dépôt [Gonnord, 2000].

La technique PVD assisté par faisceaux d'ions est une technique de mélange ionique dynamique (MID) [Rivière, 2002] par pulvérisation ionique système EVASION avec assistance haute énergie développée au LMP. La technique PACVD est effectuée dans une enceinte MRC développée dans le même laboratoire en utilisant le mode « etching » pour la croissance des couches DLC (**annexe B**). Les étapes de déposition du revêtement DLC sur le Ti-6Al-4V sont les suivantes :

- Dépôt par mélange ionique d'une couche de 20 nm de carbone amorphe avec le système EVASION. La cible utilisée est constituée de graphite pur. Elle est pulvérisée grâce à un faisceaux d'ions Ar^+ (énergie : 1,2 keV, courant : 60 mA). La pression est de 10^{-2} Pa pendant cette étape. Simultanément, les échantillons sont bombardés avec un faisceau d'ions d'argon d'énergie 120 keV (densité de courant : $0,4 \text{ mA/cm}^2$). La couche obtenue est de type a-C (amorphe carbonée).
- Dépôt classique de revêtement DLC dans le système MRC par PACVD. Les paramètres de dépôt sont les suivants : pression de travail de $1,33 \cdot 10^{-1}$ Pa, débit de gaz utilisé (méthane pur CH_4) de 21 sccm (*Standard Cubic Centimeter per Minute*, c'est-à-dire cm^3/min), tension d'autopolarisation du substrat de -150 V. La puissance délivrée par le générateur est RF est de 150 W et le temps de dépôts est de 1h30 min. la vitesse de dépôt est de $0,2 \mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$. La couche obtenue est de type a-C : H (amorphe hydrocarbonée) d'une épaisseur de 280 nm. L'épaisseur totale de carbone déposée à l'issue de ces deux étapes est de l'ordre de 300 nm.

Deux types de revêtements de nitrure de silicium ont été élaborés : Si_3N_4 et Si_xN_y . Les revêtements Si_3N_4 et Si_xN_y ont été réalisés par pulvérisation ionique avec assistance ionique (système de dépôt EVASION) suivant la technique de mélange ionique dynamique (MID). Une couche préliminaire de 20 nm est déposée sur le substrat en bombardant une cible de Si_3N_4 avec des ions Ar^+ d'une énergie de 120 keV afin d'obtenir une bonne adhérence. La réalisation des deux types de nitrures de silicium proprement dite, a suivi deux procédures différentes :

- l'obtention du revêtement Si_3N_4 s'est réalisée dans un système NORDHIKO (**annexe B**) par pulvérisation d'une cible de Si_3N_4 avec assistance avec des ions N^+ de 50 eV jusqu'à obtenir une épaisseur de $0,3 \mu\text{m}$.
- l'obtention du revêtement Si_xN_y a continué dans l'enceinte EVASION sans le bombardement (sans assistance) jusqu'à un obtenir une épaisseur de $0,3 \mu\text{m}$.

Les couches de magnétite ont été réalisées par pulvérisation cathodique radiofréquence (technique PVD) à partir d'une cible Fe_3O_4 dans une enceinte Alcatel SCM400 (**annexe B**). Les dépôts sont conduits sous deux pressions d'élaboration : 0,5 Pa pendant de 2 h 38 et 2 Pa pendant 1 h 38. Ensuite, les revêtements sont éventuellement traités à une température de 400 °C pendant 2 heures. L'épaisseur de dépôt dans tous les cas est de 0,5 μm . L'intérêt de l'oxyde Fe_3O_4 réside dans sa possibilité d'interdiffuser avec le substrat titane au cours d'un traitement thermique pour former un oxyde mixte de type titanomagnétite. Cette modification chimique de l'interface couche/substrat pourrait améliorer les propriétés d'accrochage du film.

IV.1.2 Microstructures et propriétés

Le revêtement DLC recouvre uniformément la surface du Ti-6Al-4V sans écaillage (figure 2.8a). Des études observations par MET et par DRX sur des couches de DLC élaborées dans des mêmes conditions mettent en évidence la structure amorphe du dépôt de type a-C : H (figure 2.9). Par ailleurs, les tests d'adhérence réalisés par rayure mettent en évidence la bonne adhérence du revêtement DLC sur le Ti-6Al-4V.

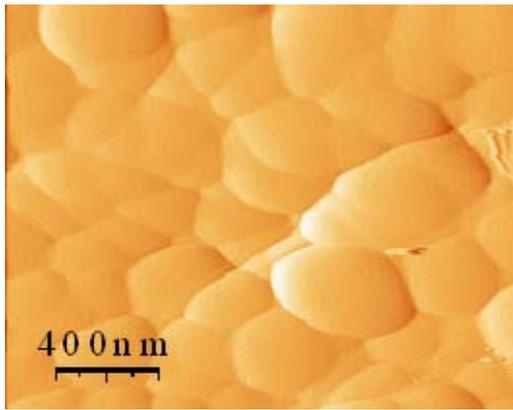
Le revêtement Si_xN_y recouvre uniformément le Ti-6Al-4V (figure 2.8c). Les analyses de composition chimique par spectrométrie de rétrodiffusion Rutherford (RBS) sur le revêtement Si_xN_y par le LMP (Laboratoire de Métallurgie Physique de Poitiers) donnent un rapport Si/N $\sim 0,78$ ce qui indique une légère sous stoechiométrie en azote. Par ailleurs, les structures de nitrures de silicium sont amorphes et ont un caractère ductile à température ambiante [Rivière *et al.*, 2006]. Les tests réalisés de rayure mettent en évidence la bonne adhérence du revêtement sur le Ti-6Al-4V.

Les différentes observations des surfaces des magnétites montrent que le traitement thermique tend à créer un faïençage (écaillage) du revêtement (2.8f). En accord avec Stenberg *et al.* [Stenberg *et al.*, 1998], une analyse radiocristallographique en incidence rasante menée par l'équipe du CIRIMAT de Toulouse met en évidence dans la couche mince de magnétite déposée sur le Ti-6Al-4V la formation de la maghémite ($\gamma\text{-Fe}_3\text{O}_4$) et de l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) (figure 2.10).

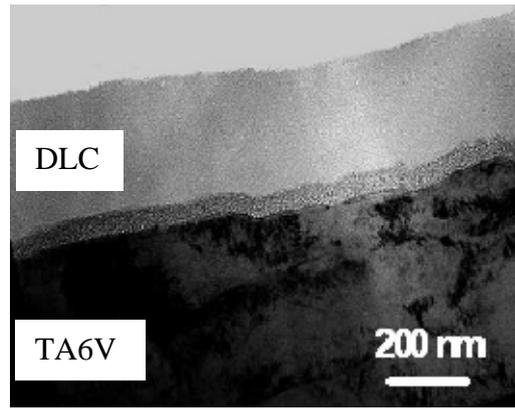
Les caractéristiques mécaniques des dépôts céramiques sont présentées dans le tableau 2.8. Le revêtement DLC et le Ti-6Al-4V ont un module de Young comparable. En revanche, le revêtement DLC présente une dureté plus élevée. Le revêtement Si_3N_4 apparaît plus rigide et plus dur que le revêtement Si_xN_y : son module de Young et sa dureté semblent plus élevés. Les conditions d'élaboration ont une grande influence sur les caractéristiques mécaniques du dépôt. En effet, la magnétite élaborée sous une condition de 2 Pa et traitée thermiquement à 400 °C présente un module de Young et une dureté élevés.

Revêtements céramiques	e (μm)	E (GPa)	H (GPa)
DLC	0,3	120 ± 6	$13,6 \pm 0,4$
Si_3N_4	0,3	168 ± 4	19 ± 3
Si_xN_y	0,3	150 ± 8	14 ± 1
Fe_3O_4 (0,5 Pa)	0,5	-	-
Fe_3O_4 (0,5 Pa – 400°C)	0,5	122 ± 23	8 ± 2
Fe_3O_4 (2 Pa – 400°C)	0,5	204 ± 46	15 ± 5

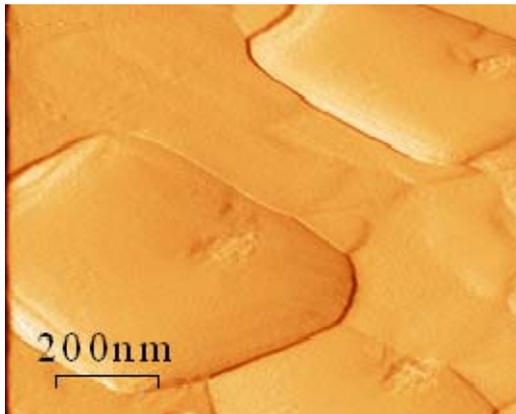
Tableau 2.8: Caractéristiques mécaniques des revêtements céramiques (les épaisseurs des couches de magnétites ont été déterminées par le CIRIMAT de Toulouse).



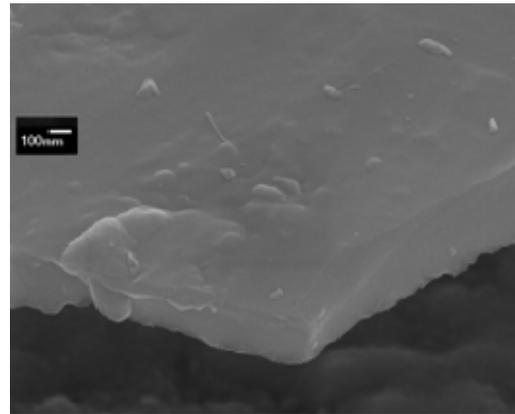
(a) Revêtement DLC (image AFM).



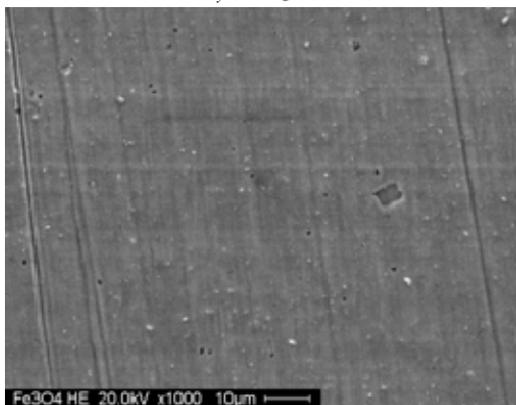
(b) Coupe transversale du revêtement DLC (Image MET).



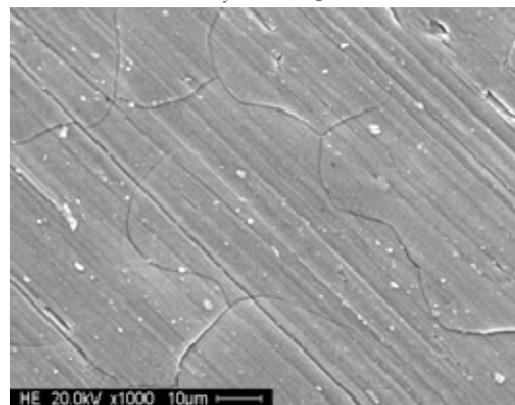
(c) Revêtement Si_xN_y (image AFM).



(d) Revêtement Si_xN_y , réalisé par le CIRIMAT (Image MET).



(e) Magnétite Fe_3O_4 élaborée à 0,5 Pa non traitée thermiquement.



(f) Magnétite Fe_3O_4 élaborée à 0,5 Pa traitée thermiquement à 400 °C.

Figure 2.8 : Etats de surface des revêtements céramiques.

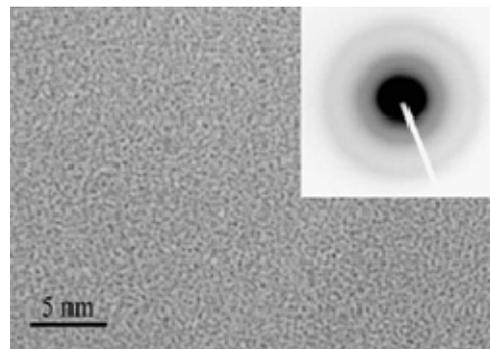


Figure 2.9 : Image haute résolution et cliché de diffraction d'une couche de DLC [Gonnord, 2000].

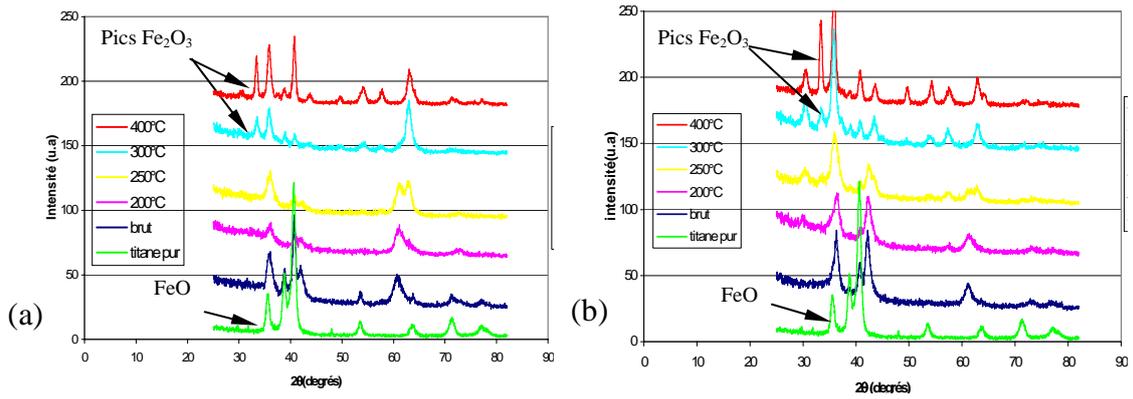


Figure 2.10: Diffractogramme X des magnétites en fonction de la température (données CIRIMAT).
(a) dépôt sous 0,5 Pa et (b) dépôt sous 2 Pa.

IV.1.3 Etats de surface

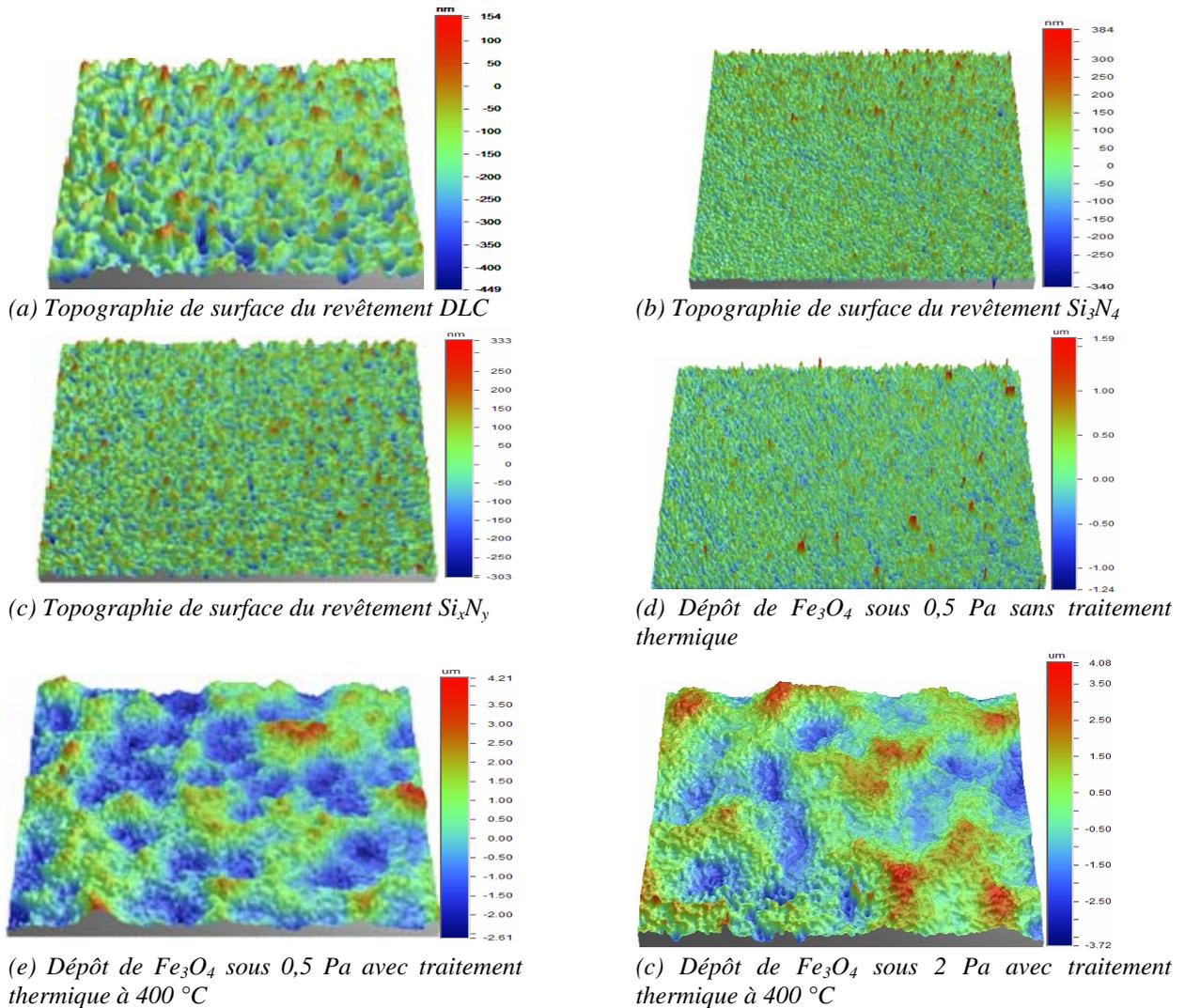


Figure 2.11: Topographies de surface des revêtements céramiques.

La figure 2.11 présente la topographie des surfaces du revêtement DLC, des nitrures de silicium et des magnétites. Les caractéristiques topographiques de ces matériaux sont présentées dans le tableau 2.9. La surface du revêtement DLC est comparable à celle du Ti-

6Al-4V. Les nitrures de silicium présentent un état de surface plus rugueux que celui du DLC. Les magnétites traitées thermiquement à 400 °C présentent logiquement une surface rugueuse car elles ont été déposées sur un substrat grenailé.

<i>Revêtements céramiques</i>	<i>Ra (μm)</i>	<i>Rt (μm)</i>	<i>Rq (μm)</i>
DLC	0,05	0,6	0,07
Si ₃ N ₄	0,5	0,7	0,07
Si _x N _y	0,6	0,7	0,07
Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa)	0,2	3	0,3
Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa – 400°C)	0,8	7	1
Fe ₃ O ₄ (2 Pa – 400°C)	0,9	8	1

Tableau 2.9 : Caractéristiques topographiques des revêtements céramiques.

IV.2 Revêtements composites à base de talc

Le revêtement NiP-talc est un composite constitué d'une matrice métallique nickel-phosphore chargée en particules de talc (silicate hydraté de magnésium Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂). Le revêtement nickel-phosphore est connu pour présenter de une bonne résistance à l'oxydation et à l'usure grâce à sa dureté élevée. Le talc présente une structure en feuillet de l'ordre de 0,9 nm d'épaisseur (figure 2.12a), qui lui confère des propriétés lubrifiantes intéressantes et surtout une bonne stabilité thermique jusqu'au 900°C lui permettant d'envisager des applications à haute température contrairement au matériau de même nature comme le PTFE, le graphite ou le MoS₂. Afin de trouver un meilleur compromis dureté (matrice NiP) / propriétés lubrifiantes (particules de talc) pour pallier les dégradations induites par fretting, quatre types de revêtements ont été proposés par le CIRIMAT de Toulouse. Il s'agit des revêtements NiP avec ou sans talc avec une matrice traitée thermiquement ou pas.

IV.2.1 Modes d'élaboration

Les composites NiP-talc sont élaborés par électrodéposition. Le processus consiste en une codéposition en phase liquide de particules micrométriques de talc dans une matrice de nickel-phosphore à une température de bain régulée à 88 °C et un pH à 5 pendant 30 minutes (figure 2.12b). L'électrolyte est un nickel-phosphore (bas phosphore 3 à 5 % en masse) avec des concentrations en talc de 40 g.l⁻¹ et de 120 g.l⁻¹.

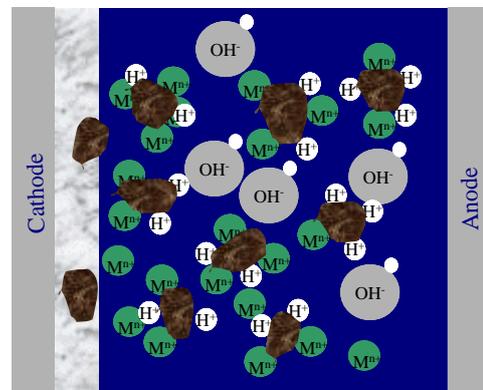
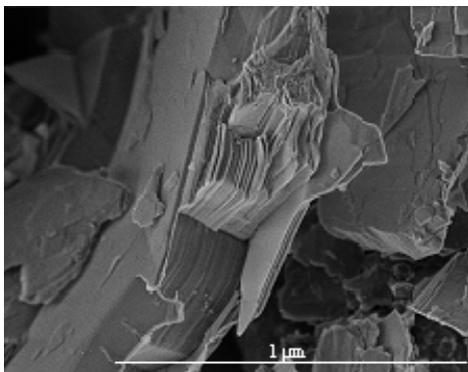


Figure 2.12: (a) Feuillet de talc (Image LUZENAC Europe SAS - ref.: 4615) et (b) Schéma de codéposition des particules de Talc (Image CIRIMAT).

Le processus se résume en quatre phases : suspension des particules dans le bain, déplacement des particules de l'anode vers la cathode, adsorption enfin incorporation des particules dans la matrice. La vitesse de dépôts est d'environ $20 \mu\text{m}\cdot\text{h}^{-1}$. Certaines matrices NiP ont été traitées thermiquement à une température de 420°C sous azote pendant 1 heure.

IV.2.2 Microstructures et propriétés

Des travaux antérieurs, menés au CIRIMAT, montrent que les dépôts NiP présentent une structure microcristalline ou amorphe pour des teneurs en phosphore comprises entre 9 % et 17 % atomiques [Vaillant, 2002]. Une étude radiocristallographique par diffraction des rayons X réalisé par Saoud [Saoud, 2003] montre que la structure du composite est amorphe en l'absence de traitement quelle que soit sa concentration en talc. Par contre, il met en évidence la formation des précipités Ni et Ni_3P dans la matrice traitée thermiquement à 420°C . Aslanyan *et al.* [Aslanyan *et al.*, 2006] expliquent que la présence des ces précipités conditionnent le comportement tribologique du composite. Les diffractogrammes réalisés mettent en évidence la solution solide nickel–phosphore (figure 2.13).

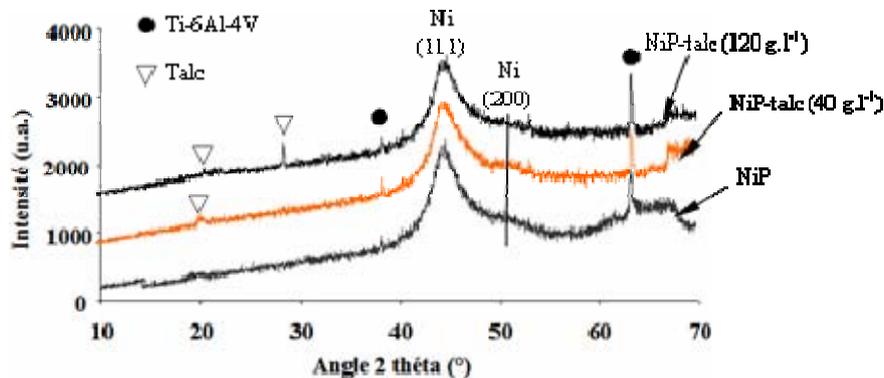
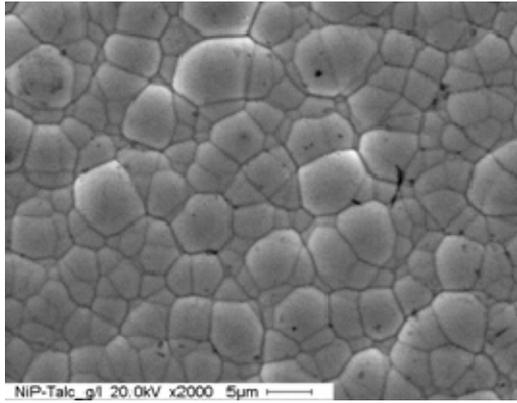


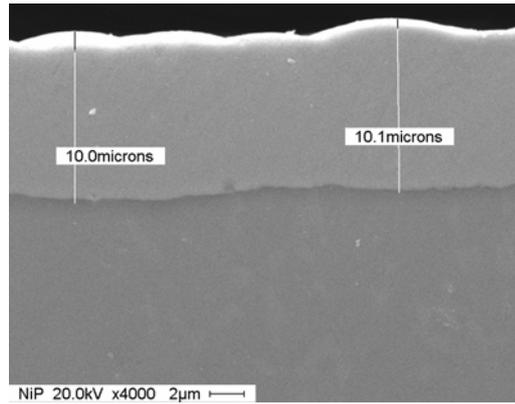
Figure 2.13 : Diffractogrammes X réalisés sur des revêtements composites NiP-talc (Image CIRIMAT).

La figure 2.14 présente les différentes morphologies des surfaces et les épaisseurs des dépôts des composites avec différentes proportions de talc. Le revêtement NiP présente une morphologie nodulaire. Le traitement thermique a tendance à augmenter la taille des nodules. La répartition du talc est homogène. L'augmentation de la concentration en talc a tendance à diminuer la croissance nodulaire de la matrice NiP et à saturer le composite.

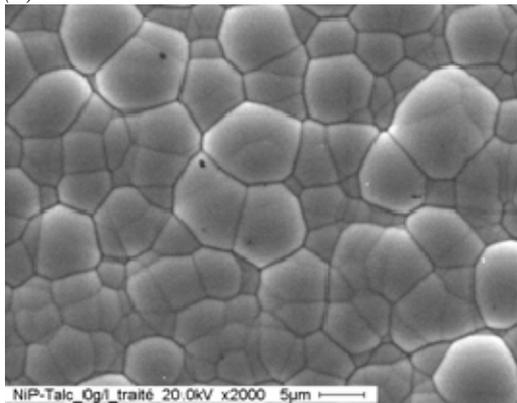
Les caractéristiques mécaniques des couches de composites à base de talc sont présentées dans le tableau 2.10. Le traitement thermique augmente la dureté de la matrice. Certains auteurs attribuent cette augmentation de dureté à la formation des précipités cristallins Ni_3P [Apachitei *et al.*, 2002 ; Etcheverry *et al.*, 2006]. Toutefois, l'augmentation de la proportion de talc a tendance à rendre le composite plus rigide. Par ailleurs, les essais de scratch-test réalisés sur les revêtements composites par le CIRIMAT ont permis de mettre en évidence la charge minimale correspondant à l'apparition des premières fissures et la charge maximale correspondant au délaminage du dépôt.



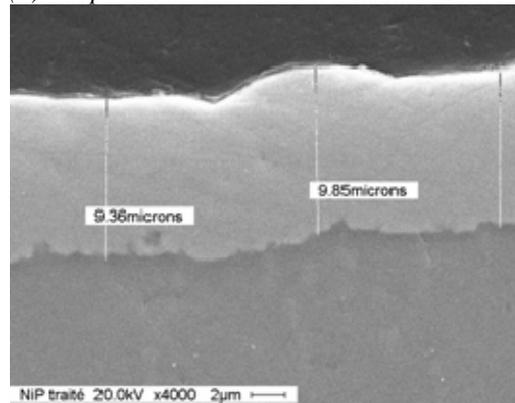
(a) revêtement NiP.



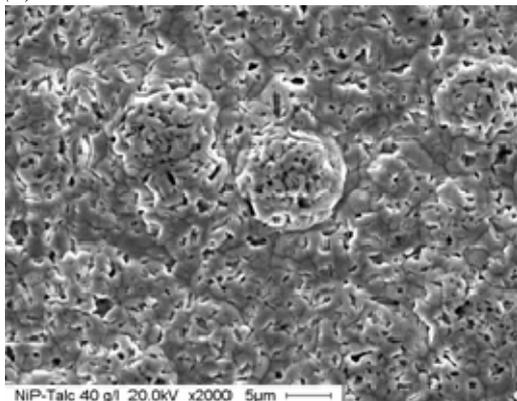
(b) Coupe transversale du revêtement NiP.



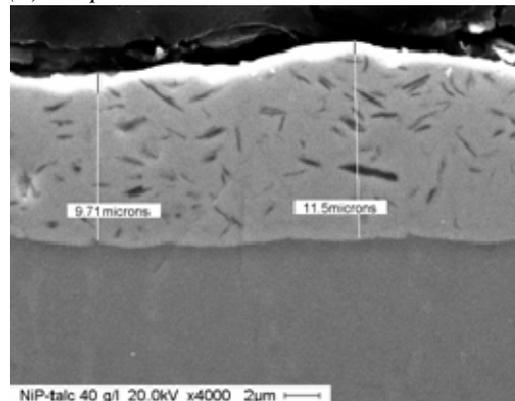
(c) revêtement NiP traité.



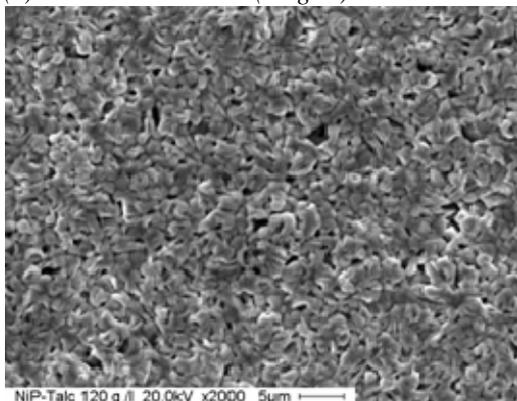
(d) Coupe transversale du revêtement NiP traité.



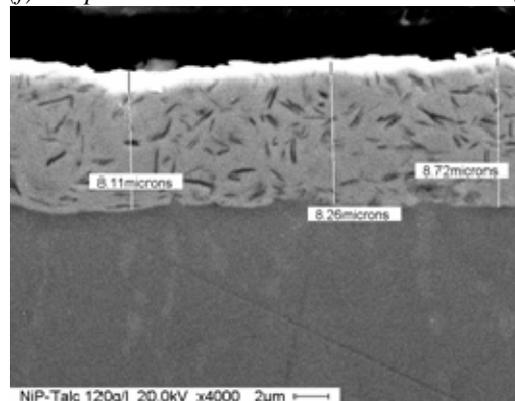
(e) revêtement NiP-talc(40 g.l⁻¹).



(f) Coupe transversale du revêtement NiP-talc (40 g.l⁻¹).



(g) revêtement NiP-talc(120 g.l⁻¹).



(h) Coupe transversale du revêtement NiP-talc (120 g.l⁻¹).

Figure 2.14 : Morphologies des revêtements NiP-talc (gauche) et coupes transversales (droite).

Revêtements	e (μm)	E (GPa)	H (GPa)	Charge minimale (N)	Charge maximale (N)
NiP	10	164 ± 2	$2,5 \pm 0,2$	10	16
NiP (traité)	10	207 ± 2	$11,6 \pm 0,1$	-	-
NiP-talc (40g /l)	10	133 ± 1	$5,7 \pm 0,2$	16	20
NiP-talc (120g /l)	10	120 ± 4	$5,7 \pm 0,3$	16	> 50

Tableau 2.16 : Caractéristiques mécaniques des revêtements NiP-talc (Les valeurs du module de Young E et de la dureté H ont été obtenues par nanoindentation et les épaisseurs des couches de composites ont été déterminées par coupe transversale).

IV.2.3 Etats de surfaces

Les revêtements NiP-talc présentent une surface rugueuse (figure 2.15, tableau 2.17). Le traitement thermique de la matrice augmente la rugosité. Toutefois, l'augmentation de la proportion de talc dans le composite a tendance à diminuer la rugosité.

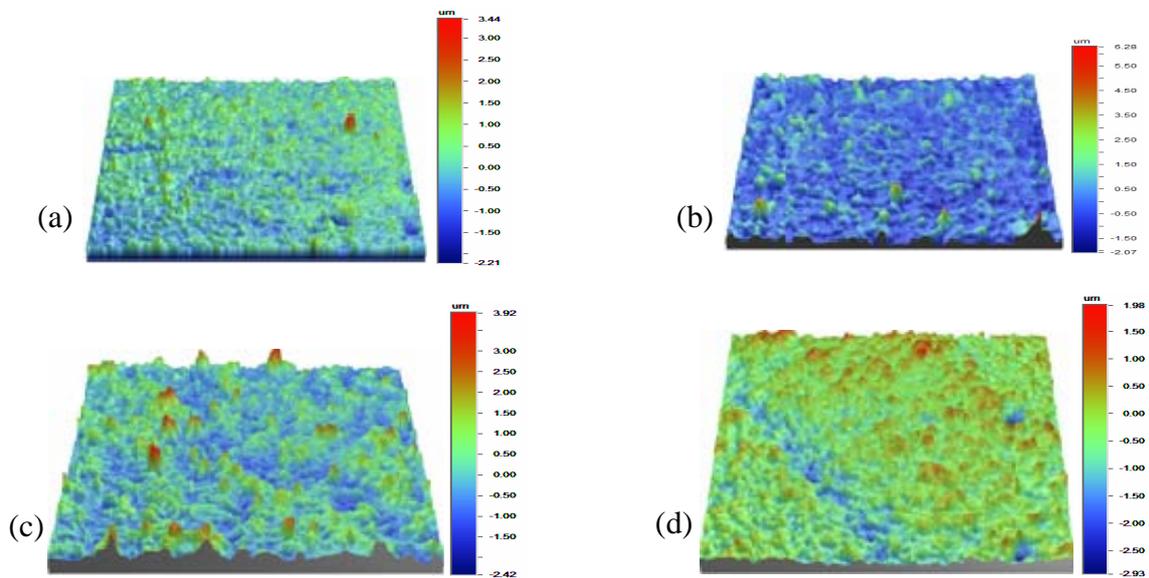


Figure 2.15: Topographies de surfaces des revêtements composites. (a) NiP, (b) NiP (traité), (c) NiP-talc (40 g.l^{-1}) et (d) NiP-talc (120 g.l^{-1})

Revêtements composites	Ra (μm)	Rt (μm)	Rq (μm)
NiP	0,3	5,7	0,4
NiP (traité)	0,6	8,3	0,4
NiP-Talc (40g /l)	0,5	6,3	0,6
NiP-Talc (120g /l)	0,4	5	0,5

Tableau 2.17: Caractéristiques topographiques des revêtements composites.

IV.3 Traitements de nitruration

La nitruration est un traitement thermo-chimique d'enrichissement en azote des zones superficielles du matériau, en conférant de meilleures propriétés mécaniques ou chimiques de surface. La diffusion de l'azote dans le titane est connue pour induire un durcissement même à faible concentration atomique. Les solutions nouvellement proposées pour pallier aux

dégradations subies en fretting par le Ti-6Al-4V, ont été largement éprouvées sur de nombreux aciers pour des outils coupants. Les échantillons nitrurés ont été élaborés par le Laboratoire de Métallurgie Physique (LMP) de l'Université de Poitiers.

IV.3.1 Mode d'élaboration

Le traitement de nitruration des surfaces du Ti-6Al-4V ont été réalisés suivant deux types d'implantation d'ions : Implantation d'Ions en Immersion Plasma (P3I) réalisée sous dans un réacteur TAPIIR (*Thermally Assisted Plasma Ion Implantation Reactor*) et Implantation Ionique au Potentiel Flottant réalisée (PF2I) dans un réacteur URANOS (Unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des surfaces, **annexe B**). Les techniques utilisées permettent de former une couche nitrurée auto-adhérente, à gradient de composition, constituée essentiellement des nitrures de titane Ti_2N et TiN . Deux conditions ont été réalisées pour chaque technique de nitruration.

Pour la nitruration par implantation d'ions en immersion plasma (P3I) :

- *Traitement P1* : le plasma est réalisé avec un mélange de gazeux constitué à 90% de N_2 et à 10% de H_2 . L'implantation a été réalisée pendant 2 heures sous une polarisation de 25 kV, une fréquence de répétition de 200 Hz, une durée des pulses de 20 μs et à une température de 350 °C. Après implantation, il y a eu un recuit de 4 heures à 333°C dans le plasma. L'épaisseur nitrurée est assez faible environ 0,1 μm .
- *Traitement P17* : par rapport au traitement P1, c'est principalement la durée qui a été augmentée jusqu'à 4 heures. La température du traitement est de 300 °C et l'épaisseur nitrurée est légèrement supérieure à celle du traitement P1 soit environ 0,2 μm .

Pour la nitruration par implantation d'ions au potentiel flottant (PF2I) :

- *Traitement P9* : le plasma est réalisé avec un mélange de gaz contenant 90 % de N_2 et 20% de H_2 . La nitruration a été réalisée pendant 6 heures à 450 °C sans une polarisation des échantillons (échantillons au potentiel flottant). L'épaisseur nitrurée est comparable à celle obtenue lors du traitement P1 (~ 0,1 μm) car la vitesse de diffusion de l'azote à cette température reste très faible.
- *Traitement F2* : par rapport au traitement P9, la durée a été portée à 12 heures et la température à 600°C. L'épaisseur nitrurée est d'environ 0,25 μm avec un profil de diffusion de l'azote s'étendant jusqu'à plus de 1 μm .

L'utilisation de l'hydrogène dans ces traitements a pour rôle de réduire la formation des oxydes. De plus, la formation des ions NH^+ est favorisée. Les analyses par spectroscopie par décharge lumineuse (SDL) présentent des profils de diffusion des différents éléments (figure 2.16). Le gradient de composition de l'azote pour la couche P17 et F2 s'étend sur une profondeur respectivement de 0,2 μm et de 0,25 μm .

IV.3.2 Microstructures et propriétés

Les études menées par le LMP mettent en évidence la formation d'une phase δ -TiN en surface et d'une phase ε - Ti_2N en sous couche pour les nitrurations P1, P9 et P17. Le traitement F2 effectué sur un substrat non grenailé conduit à la formation d'une phase ε - Ti_2N en surface et une couche de diffusion α -Ti (N) plus en profondeur (figure 2.17). Par contre, le traitement de nitruration F2 sur un substrat grenailé conduit à la présence d'une phase δ -TiN.

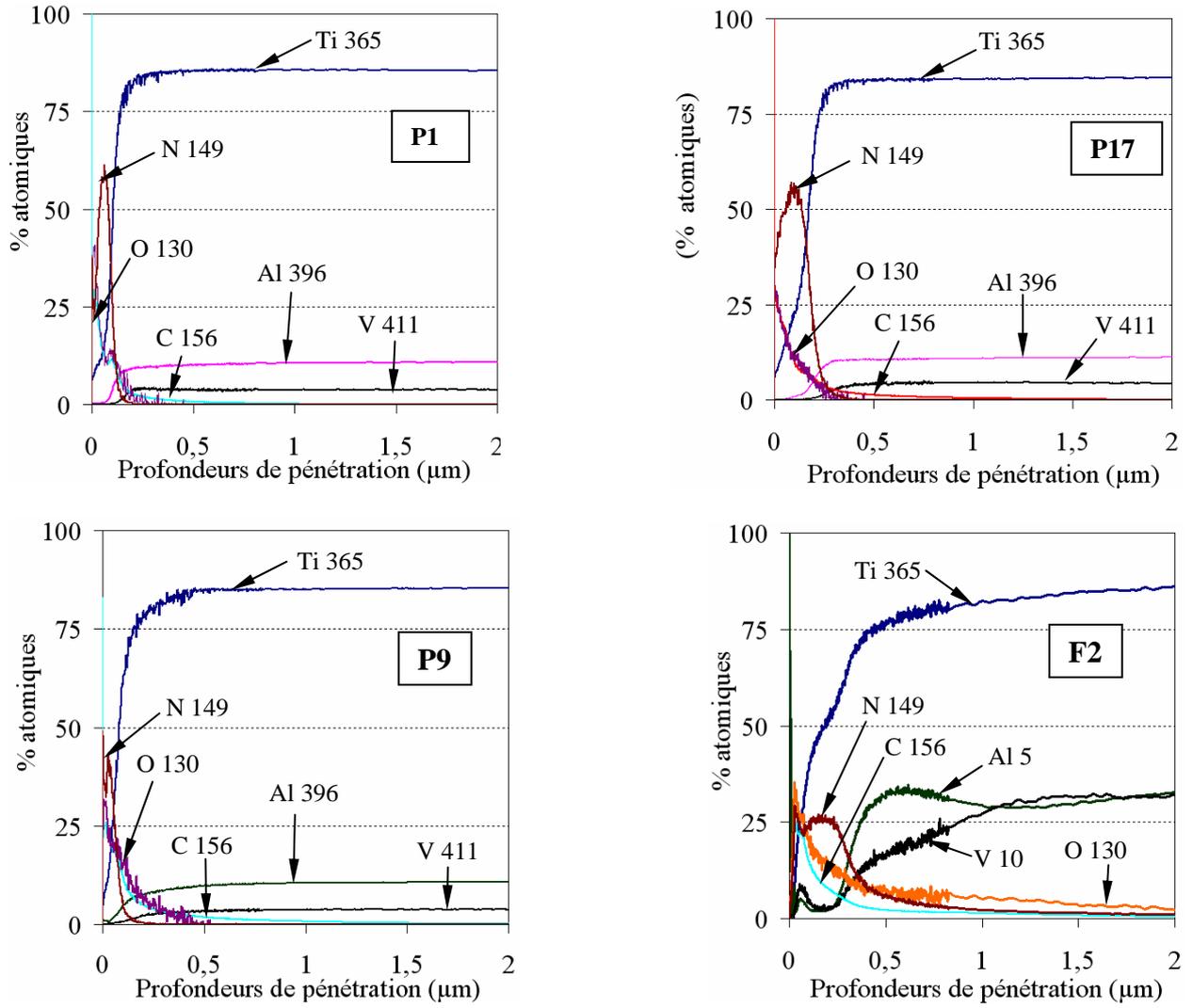


Figure 2.16 : Profils SDL des traitements de nitruration (données LMP).

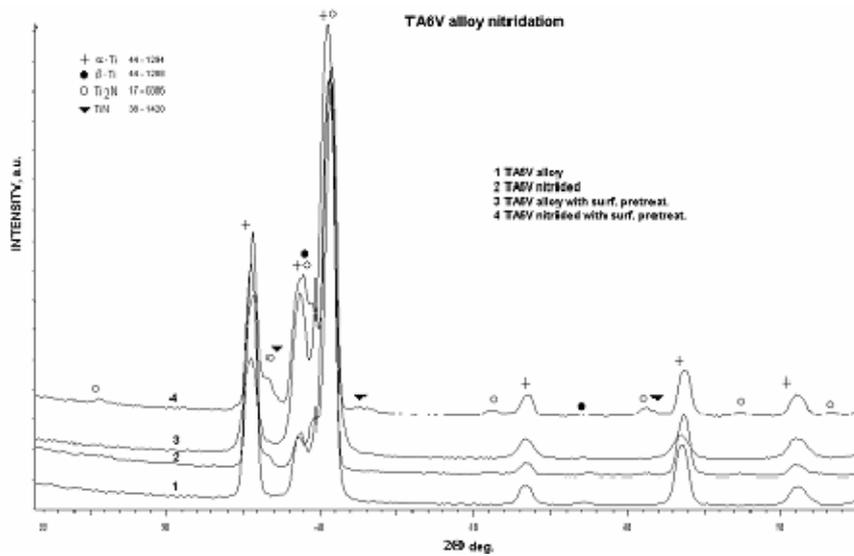


Figure 2.17: Diffractogramme X après nitruration F2 sur substrat non grenailé (2) et substrat grenailé (4) (données LMP).

La figure 2.18 présente les surfaces des couches nitrurées des traitements P1, P17, P9 et F2 obtenues : les couches ne présentent pas de fissuration et sont uniformes.

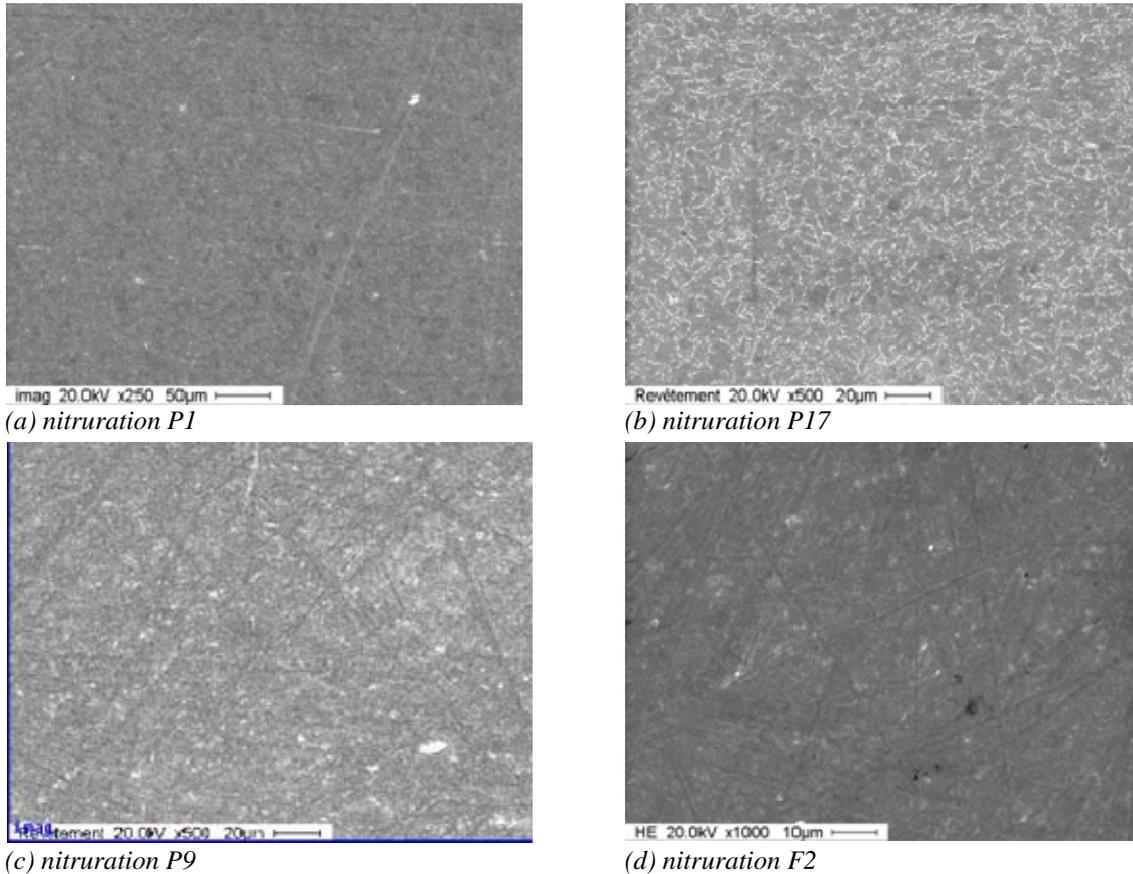


Figure 2.18 : Observation des surfaces des Ti-6Al-4V nitrurés.

Les caractéristiques mécaniques montrent des couches superficielles de dureté élevée (tableau 2.18).

Traitements	e (μm)	E (GPa)	H (GPa)
Nitruration P1	0,1	420 ± 104	27 ± 3
Nitruration P17	0,2	187 ± 25	12 ± 3
Nitruration P9	0,1	286 ± 3	15 ± 2
Nitruration F2	0,25	186 ± 23	16 ± 3
Nitruration F2 ⁽¹⁾	0,25	215 ± 48	15 ± 5

¹ : traitement effectué sur un substrat grenailé

Tableau 2.18 : Caractéristiques morphologiques des traitements étudiés (Les valeurs du module de Young E et de la dureté H ont été obtenues par nanoindentation).

IV.3.3 Etats de surface

Le traitement de nitruration ne modifie pas la topographie du substrat (figure 2.19a, tableau 2.19). La couche nitrurée F2 obtenue sur un substrat grenailé présente logiquement une surface plus rugueuse suite au grenailage du substrat (figure 2.19b).

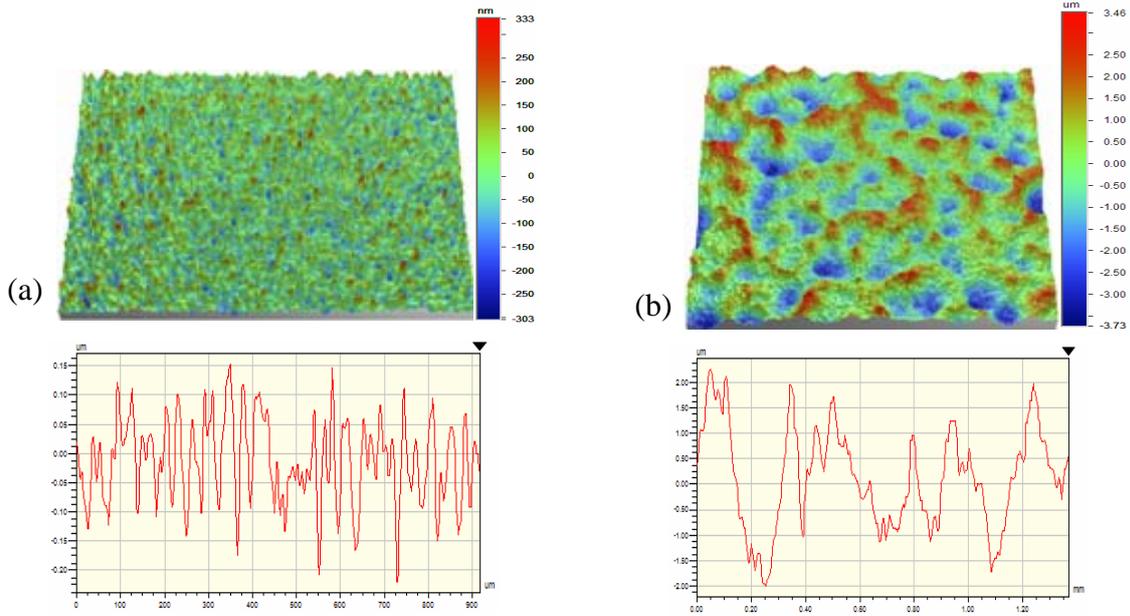


Figure 2.19: Topographies de surfaces de la nitruration F2 (haut) et profils relevés sur sa surface (bas). (a) sur substrat non grenailé et (b) sur substrat grenailé

Traitements	Ra (μm)	Rt (μm)	Rq (μm)
Nitruration P1	0,06	0,6	0,07
Nitruration P17	0,05	0,6	0,07
Nitruration P9	0,05	0,6	0,07
Nitruration F2	0,06	0,6	0,07
Nitruration F2 ⁽¹⁾	0,86	7	1

1 : traitement effectué sur un substrat grenailé

Tableau 2.19: Caractéristiques topographiques des couches nitrurées.

IV.4 Solutions combinées conduisant à des multicouches

Afin d’optimiser le comportement tribologique du Ti-6Al-4V, une solution duplex a été envisagée : Il s’agit de combiner un traitement de nitruration avec un dépôt DLC ou un dépôt de nitrure de silicium sur une surface de Ti-6Al-4V grenailé. Ces bicouches ont toutes deux été réalisées au Laboratoire de Métallurgie Physique de Poitiers (LMP).

IV.4.1 Modes d’élaboration

Le traitement de nitruration appliqué sur la surface du Ti-6Al-4V grenailé est la nitruration F2 obtenue par implantation d’ions au potentiel flottant (PF2I). Les couches de DLC ou de nitrures de silicium ($\text{Si}_x\text{N}_y+\text{Ag}$) y ont ensuite été déposées.

— Les couches de DLC ont été déposées en combinant la technique de mélange ionique dynamique (MID) et la technique PACVD. Les profils obtenus en SDL des différents éléments mettent en évidence les gradients de composition des éléments C et N qui sont observés jusqu’à une profondeur respectivement de 0,4 μm et de 1 μm (figure 2.20).

— Des couches de Si_xN_y allié d’argent ont été déposées par pulvérisation ionique avec assistance par faisceau d’ions Ar^+ de 120 keV. La cible est le $\text{Si}_3\text{N}_4+\text{Ag}$ métal (bande de 2 mm d’épaisseur). Le pourcentage atomique d’argent incorporé est d’environ 1%. L’argent est

connu pour sa faible dureté et sa faible résistance au cisaillement et ses performances tribologiques [Ayel, 1997].

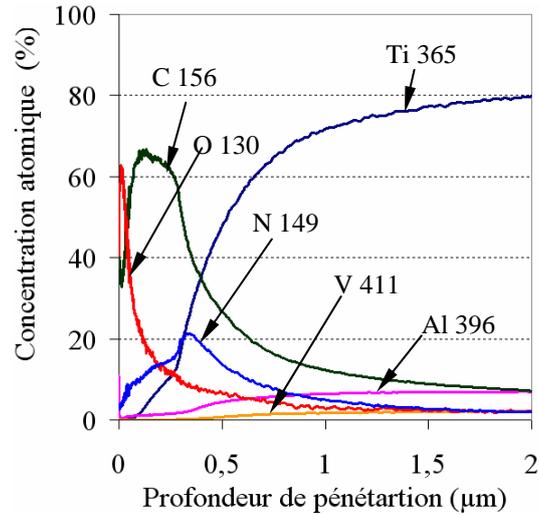


Figure 2.20 : Profils obtenus en SDL de la nitruration F2 + DLC.

IV.4.2 Microstructures, propriétés et états de surface

La microstructure des revêtements DLC est amorphe. Celle du $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ présente une matrice amorphe Si_xN_y dans laquelle sont dispersées des nanoagrégats d'argent. En effet, l'Ag étant immiscible dans le Si_xN_y , il y a précipitation des atomes d'Ag. Des expériences de diffusion centrale des RX en incidence rasante (GISAXS) ont permis de déterminer la taille, la forme et la répartition des nanoagrégats dans la couche de Si_xN_y (figure 2.21). La symétrie de révolution autour de la direction perpendiculaire au plan du détecteur montre que les agrégats sont sphériques (q_y, q_z). L'analyse conduit à un diamètre de 2,4 nm et à une séparation entre agrégats de 6,6 nm.

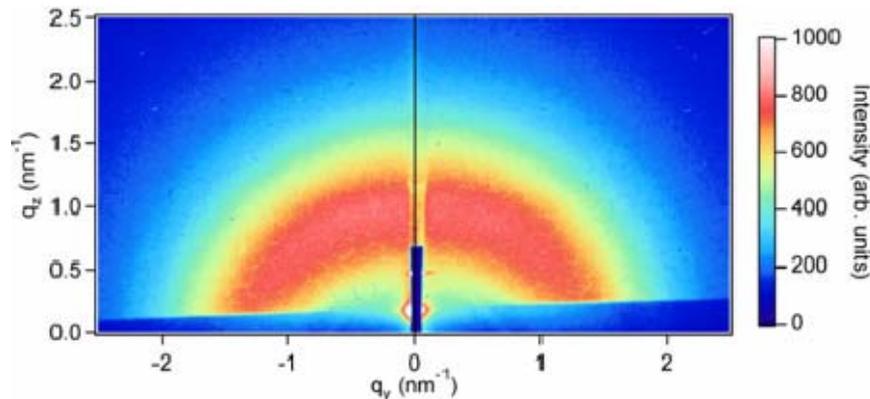


Figure 2.21 : Cliché GISAXS d'une couche de $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ (données LMP).

Les associations nitruration F2+DLC et nitruration+ $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ présentent des duretés comparables à celles de la nitruration F2 sur substrat grenailé (tableau 2.20). En revanche, les modules de Young sont inférieurs à celui de la nitruration F2. Par ailleurs, les couches nitruration F2+DLC et DLC présentent des modules de Young et des duretés comparables de même que la nitruration F2+ $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ et Si_xN_y (tableaux 2.8 et 2.20).

<i>Multicouches</i>	<i>e (μm)</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>H (GPa)</i>
Nitruration F2+DLC	0,25 + 1	164 ± 58	16 ± 7
Nitruration F2+Si _x N _y (Ag)	0,25 + 0,23	149 ± 7	12 ± 1

Tableau 2.20 : Caractéristiques mécaniques des revêtements multicouches.

Les couches DLC et les couches Si_xN_y(Ag) présentent une rugosité comparable (figure 2.22, tableau 2.20).

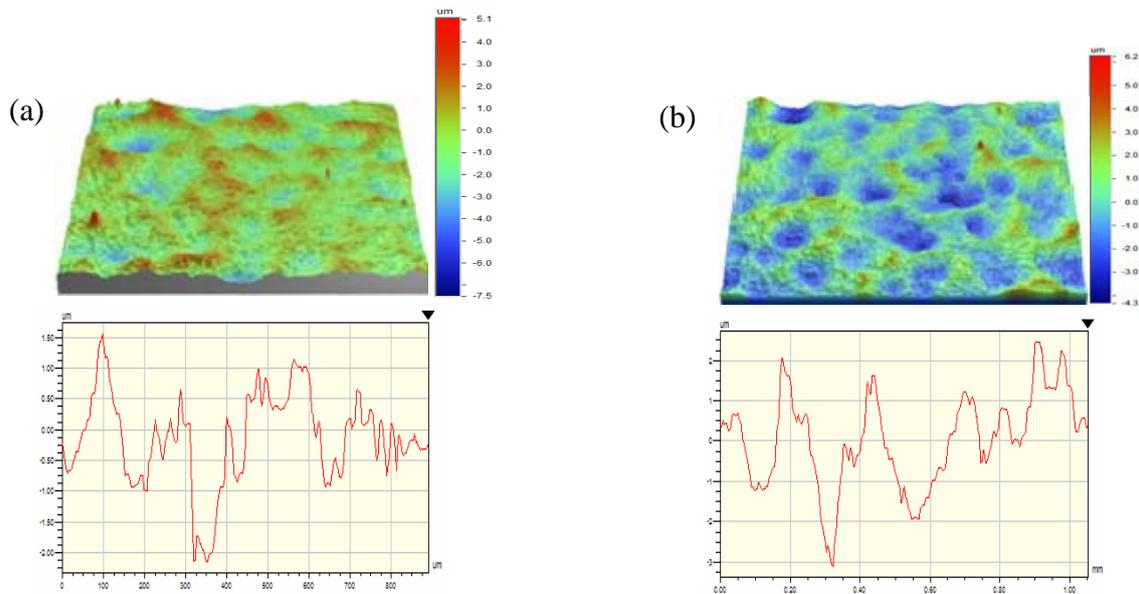


Figure 2.22: Topographies de surfaces des multicouches (haut) et profils relevés sur leur surface (bas). (a) nitruration F2+DLC et (b) nitruration F2+Si_xN_y(Ag)

<i>Multicouches</i>	<i>Ra (μm)</i>	<i>Rt (μm)</i>	<i>Rq (μm)</i>
Nitruration F2+DLC	0,9	12,6	1,1
Nitruration F2+Si _x N _y (Ag)	0,9	10,6	1,1

Tableau 2.20: Caractéristiques topographiques des couches nitrurées.

V. CONCLUSION PARTIELLE

Dans cette étude, des traitements (thermiques et mécaniques) et des revêtements ont été proposés pour solutionner les dégradations du Ti-6Al-4V induites par le fretting. Parmi les revêtements, nous distinguons les solutions industrielles qui sont en général des revêtements mous et épais et les revêtements nouvellement préconisés qui sont en général durs et minces (tableau 2.21). En ce qui concerne les traitements, le traitement actuellement utilisé est un traitement mécanique de grenailage. Un traitement de nitruration associé éventuellement à un traitement mécanique de grenailage a été préconisé. Les analyses topographiques mettent en évidence l'aspect en général plus rugueuse des surfaces des revêtements industriels par rapport aux surfaces des couches de revêtement et/ou traitements nouvellement préconisés.

MATERIAUX ETUDIÉS

Familles	Echantillons	Substrat	Procédés du dépôt	e (μm)	Ra (μm)	E (GPa)	H (GPa)
Cupronickels	CuNiSi	Non grenaillé	PVD	~ 12	0,6	84 ± 3	$2,9 \pm 0,1$
	CuNiIn		PVD	~ 150	14	75 ± 7	$2,1 \pm 0,1$
Vernis	Vernis avec MoS ₂		Pinceau - pistolet	~ 20	10	12 ± 1	$0,42 \pm 0,01$
Céramiques	DLC	Non grenaillé	PVD + PACVD	0,3	0,05	120 ± 6	$13,6 \pm 0,4$
	Si ₃ N ₄		MID	0,3	0,5	168 ± 4	19 ± 3
	Si _x N _y		MID	0,3	0,6	150 ± 8	14 ± 1
	Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa)	Grenaillé	PVD	0,5	0,2	-	-
	Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa - 400°C)		PVD	0,5	0,8	122 ± 23	8 ± 2
	Fe ₃ O ₄ (2 Pa - 400°C)		PVD	0,5	0,9	204 ± 46	15 ± 5
Composites NiP-talc	NiP	Non grenaillé	Electro- déposition	10	0,3	164 ± 2	$2,5 \pm 0,2$
	NiP (traité)			10	0,6	207 ± 2	$11,6 \pm 0,1$
	NiP-Talc (40g /l)			10	0,5	133 ± 1	$5,7 \pm 0,2$
	NiP-Talc (120g /l)			10	0,4	120 ± 4	$5,7 \pm 0,3$
Nitrurations	P1	Non grenaillé	P3I	0,1	0,06	420 ± 104	27 ± 3
	P17			0,2	0,05	187 ± 25	12 ± 3
	P9		PF2I	0,1	0,05	286 ± 3	15 ± 2
	F2	0,25		0,06	186 ± 23	16 ± 3	
			Grenaillé		0,25	0,86	215 ± 48
Multicouches	F2+DLC	Grenaillé	PF2I+PVD +PACVD	1,25	0,9	164 ± 58	16 ± 7
	F2+Si _x N _y (Ag)		PF2I+PVD	0,48	0,9	149 ± 7	12 ± 1

Tableau 2.21: Récapitulatif des caractéristiques des matériaux étudiés.

BIBLIOGRAPHIE

- Alsaran A., Altun H., Karakan M., Celik A.**, Effect of post-oxidizing on tribological and corrosion behaviour of plasma nitrided AISI 5140 steel, *Surface and Coatings Technology* 176 (2004), pp. 344-348.
- Aslanyan I.R., Bonino J.-P., Celis J.-P.**, Effect of reinforcing submicron SiC particles on the wear of electrolytic NiP coatings - part 1 : Uni-directional sliding, *Surface and Coatings Technology*, 200(2006) , pp. 2909-2916.
- Ayel J.**, Lubrifiants – Constitution, *Technique de l'Ingénieur*, Traité de Génie Mécanique, BM 5 341 (1997).
- Barralis J., Castex L., Maeder G.**, Précontraintes et traitements superficiels, *Techniques de l'Ingénieur*, Traité Matériaux Métalliques, M 1 180 (1999).
- Billard A. Perry F.**, Pulvérisation cathodique magnetron, *Technique de l'Ingénieur*, M 1 654 (2005).
- Combres Y.**, Propriétés du titane et de ses alliages, *Techniques de l'Ingénieur*, Traité des Matériaux Métalliques, M 557, vol. M2III (1999).
- Combres Y. et Champin B.**, *Traitements thermiques des alliages de titane*, Techniques de l'Ingénieur, Traité des Matériaux Métalliques, M 1 335, vol. M4 (1995).
- Etcheverry B., Le Coz F., Alexis J., Paris J.-Y., Petit J.A.**, Mechanical Properties of Electroless Co-deposited Ni-P/Talc Composite Coatings, *Proceeding of the 18th International Conference of Surface Modification Technology*, ed. By T.S. Sudarshan, M. Jeandin and J.J. Stiglich, ASM International, (2006), pp. 355-363.
- Gonnord H.**, *Caractérisations structurale, électrique et mécanique de films minces de carbone élaborés par PACVD*, Thèse de l'Université de Poitiers, (2000).
- Le Biavant Guerrier K.**, *Etude de l'amorçage des fissures de fatigue dans l'alliage Ti-6Al-4V*, Thèse Ecole Centrale de Paris, N°2000-03, (2000).
- Lütjering G., Williams J. C.**, *Titanium*, Springer -Verlag Berlin Heidelberg, ISBN3-540-42990-5, 2003, 369 p.
- Raz Y., Dirnfeld S.**, Plasma arc spraying of Ti-6Al-4V with Cu-Ni-In, *Surface Engineering* 6, (1990), pp.121-124.
- Rivière J.P., Pichon L., Drouet M., Poquillon D., Galdikas A.**, Silicon based coatings deposited by dynamic ion mixing for oxidation protection of a Ti6242 alloy, *Surface and Coatings Technology*, 200 (2006), pp. 5498-5504.
- Rivière J.-P.**, Implantation ionique et dépôts assistés par faisceaux d'ions, *Mécanique et Ingénierie des matériaux*, Vol Traitements de surface en phase vapeur, HERMES (2002).
- Saoud S.S.**, DEA de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, (2003).
- Stenberg T., Vuoristo, Keränen J., Mänttylä T., Büchler M., Virtanen S., Schmuki P., Böhni**, Characterization of r.f.-Sputtered iron oxide films for modelling passive films, *Thin Solid Films*, 312 (1998), pp. 46 – 60.
- Vaillant S.**, *Revêtement composites NiP/SiC électrodéposés*, Thèse de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, (2002), 170 p.

CHAPITRE III

METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

I. MACHINES DE FRETTEMENT EXISTANTES.....	77
II. MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF DE FRETTEMENT A DEBATTEMENTS LIBRES..	78
II.1 Partie mécanique.....	79
II.2 Géométrie des échantillons et des pions.....	81
II.3 Instrumentation.....	82
II. 4 Logiciel de commande et d'acquisition de données.....	83
II.5 Conditions d'essais.....	85
III SPECIFICITE DU DISPOSITIF DE FRETTEMENT A DEBATTEMENTS LIBRES.....	86
III.1 Relation débattement – force tangentielle.....	86
III.2 Complaisance du contact.....	88
III.3 Evaluation des énergies mises en jeu.....	90
III.3.1 Energie consigne.....	90
III.3.2 Energies transmises dans le contact et perdue par le dispositif...91	
III.3.3 Forces tangentielles au grippage.....	92
III.4 Régimes de fonctionnement du contact.....	94
III.4.1 Identification de la sollicitation du contact.....	94
III.4.2. Régime de glissement total.....	94
III.4.3 Régime de grippage.....	95
III.4.4 Régime de grippage différé.....	96
IV. OUTILS CONCEPTUELS.....	96
IV.1 La théorie thermodynamique de l'adhésion.....	96
IV.2 L'approche du troisième corps.....	99
IV.2.1 Le triplet tribologique.....	100
IV.2.2 Le circuit tribologique.....	101
V. SYNTHESE.....	101
BIBLIOGRAPHIE.....	103

CHAPITRE III

METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

Après une brève synthèse bibliographique sur les machines de fretting existantes, ce chapitre est consacré au descriptif du dispositif de fretting à débattements libres et à l'analyse de son mode de fonctionnement. Par la suite, les régimes de fonctionnement du contact soumis au fretting sont décrits. Enfin, les procédures expérimentales et les campagnes d'essais réalisées ainsi que les outils conceptuels utilisés dans cette étude sont précisées.

I. MACHINES DE FRETTING EXISTANTES

Un certain nombre de machines de fretting ont été développées à travers le monde afin de simuler les phénomènes de fretting-fatigue ou de fretting-wear, pour étudier respectivement la fissuration et l'usure. Différents types d'actionneurs sont utilisés dans ces machines pour générer les mouvements oscillatoires (figure 3.1). Nous distinguons les actionneurs hydrauliques, les pots vibrants, les actionneurs piézoélectriques et les actionneurs mécaniques commandés par des moteurs électriques. Les actionneurs hydrauliques sont adaptés à l'étude des endommagements occasionnés par le fretting à des contraintes élevées [Fouvry, 2001]. Les pots vibrants offrent une large gamme de débattements et de fréquences [Koenen, 1995 ; Miyoshi *et al.*, 2003]. Mais, les charges normales admises sont faibles. Les actionneurs piézoélectriques sont quant à eux utilisés pour générer des amplitudes de débattements faibles à des fréquences élevées [Marui *et al.*, 1998]. Quant aux actionneurs mécaniques, ils permettent l'utilisation d'une large gamme de débattements mais les fréquences restent faibles [Ramesh & Gnanamoorthy, 2006].

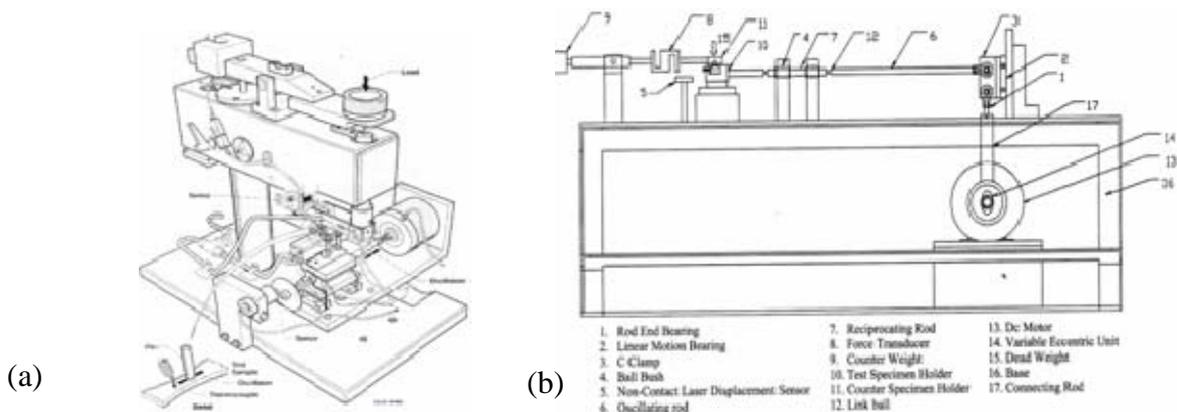


Figure 3.1 : Schéma de deux dispositifs de fretting-wear fonctionnant respectivement a) avec un pot vibrant [Miyoshi, 2003] et b) avec des actionneurs mécaniques [Ramesh & Gnanamoorthy, 2006].

Le point commun de toutes ces machines réside dans leur fonctionnement en *débattement imposé*. Ce mode de fonctionnement a pour avantage de permettre la détermination des cinétiques d'usure. Cependant, dans certaines applications industrielles, à l'instar des contacts aubes/disque de soufflante des turboréacteurs aéronautiques (figure 3.2), des études récentes [Cortez *et al.*, 1999 ; Namjoshi & Mall, 2001 ; Paulin *et al.*, 2005] montrent que les phénomènes de fretting sont générés par des microglissements à amplitudes variables : les faibles amplitudes de débattement sont représentatives des vibrations en vol et les grandes amplitudes correspondent à l'atterrissage et au décollage de l'avion. Par ailleurs, des analyses mettent en évidence la variation libre des amplitudes de débattements à l'intérieur de ces trois conditions de vol (décollage, vol stationnaire et atterrissage) [Paulin *et al.*, 2005]. L'évolution libre du débattement peut alors être traduite sur une machine fonctionnant à débattements imposés en contrôlant des périodes de cycles successifs (figure 3.3).

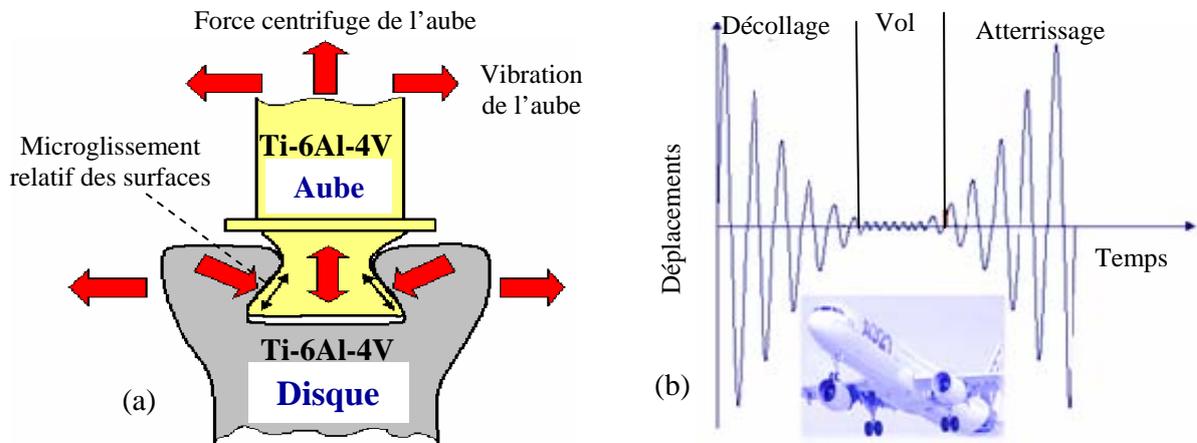


Figure 3.2 : (a) Zones sollicitées en fretting dans un contact aubes/disque de soufflante d'un turboréacteur et (b) variation de l'amplitude de débattement dans ce contact pendant le fonctionnement d'un turboréacteur.

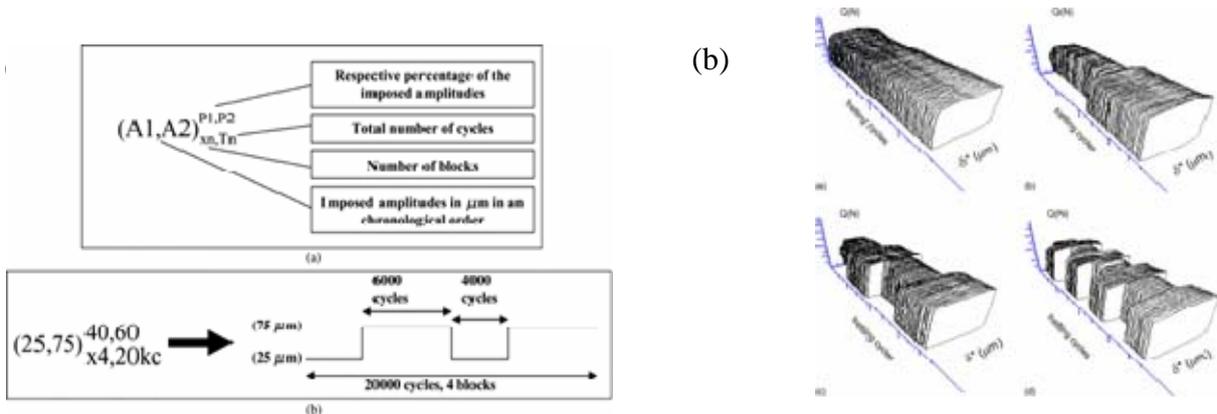


Figure 3.3 : (a) Illustration de la variation du débattement sur une machine à débattement imposé et (b) représentation des bûches de fretting résultants [Paulin *et al.*, 2005].

II. MISE AU POINT D'UN DISPOSITIF DE FRETTING A DEBATTEMENTS LIBRES

Un dispositif de fretting est proposé pour simuler au mieux les phénomènes de fretting dans les assemblages quasi statiques en tenant compte de l'évolution libre du débattement. Cette machine de fretting est initialement le fruit d'une collaboration entre le Laboratoire de

Génie de Production (LGP) de l'ENI de Tarbes et la société Turboméca [Comet & Poupon, 1998]. La commande et l'acquisition des données et le fonctionnement du dispositif ont été fortement remaniés dans le cadre de cette thèse.

Ce dispositif de fretting répond aux spécificités techniques suivantes :

- configuration du contact : type pion hémisphérique/plan ;
- capacité de charge : 2 à 30 N ;
- fréquence : comprise entre 5 et 160 Hz ;
- débattement initial : compris entre 2 et 600 μm ;
- ambiance de frottement : milieu liquide ou humide, air du laboratoire.

La figure 3.4 présente le schéma fonctionnel du dispositif.

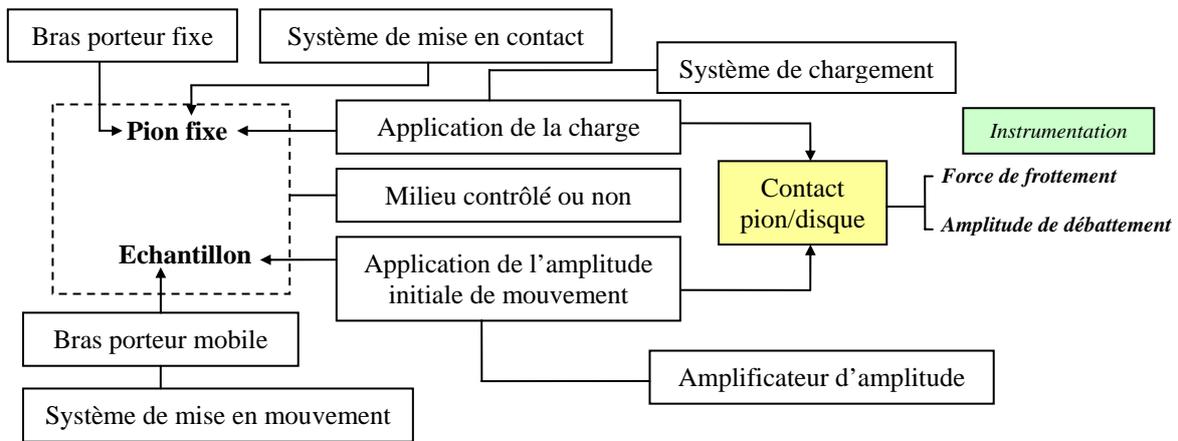


Figure 3.4 : Schéma fonctionnel du dispositif de fretting.

Cette machine est constituée de deux parties principales : une partie mécanique et une partie électrique de commande et d'acquisition des données.

II.1 Partie mécanique

La partie mécanique du dispositif est constituée d'un bâti suffisamment rigide pour limiter les vibrations parasites internes au niveau des échantillons pendant l'essai. Les dimensions de l'ensemble sont de l'ordre de 40 cm x 150 cm x 80 cm. Le bâti supporte un plateau fixe (plan de référence) où sont fixés quatre modules : le module actionneur, le module mobile, le module de positionnement et le module charge (figure 3.5).

Le *module actionneur* ① est constitué d'un générateur de vibrations appelé communément pot vibrant (figure 4.4). Cet exciteur fonctionne sur le principe d'un électro-aimant en générant des mouvements de translation alternatifs dont l'amplitude de déplacement et la fréquence peuvent être contrôlées. La force mécanique tangentielle maximale délivrée par le pot vibrant est d'environ 100 N.

Le *module mobile* ② est composé d'une plate-forme (nacelle), de quatre tampons élastiques, d'une tige de relais et d'un bloc support (figure 3.6).

- La nacelle joue le rôle de porte-échantillons et supporte les échantillons à l'aide des miniclamps tout en assurant une position horizontale sensiblement constante du plan

de frottement. Soumise à des accélérations importantes, cette plate-forme a été réalisée en alliage d'aluminium anodisé. Sa forme permet d'éliminer les couples perturbateurs en alignant les forces en présence sur le plan de contact.

- Les tampons élastiques permettent d'isoler le système en absorbant les mouvements de petites amplitudes. Disposés aux quatre coins de la nacelle, ces supports élastiques assurent le mouvement alternatif uniaxial imposé par le pot vibrant en se déformant par cisaillement. De plus, la hauteur du plan de frottement h est maintenue car le déplacement δ , est toujours inférieur à la flèche maximale de cisaillement qui est de 1,5 mm (figure 3.7).

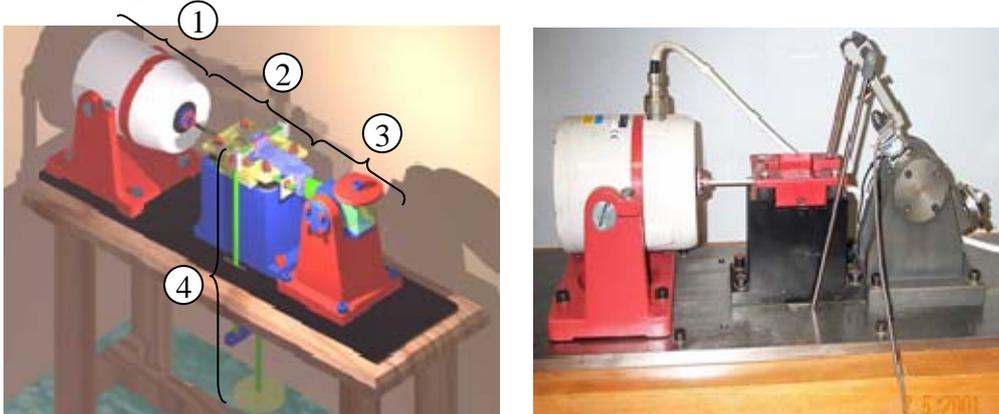


Figure 3.5: Vue générale du dispositif de fretting.

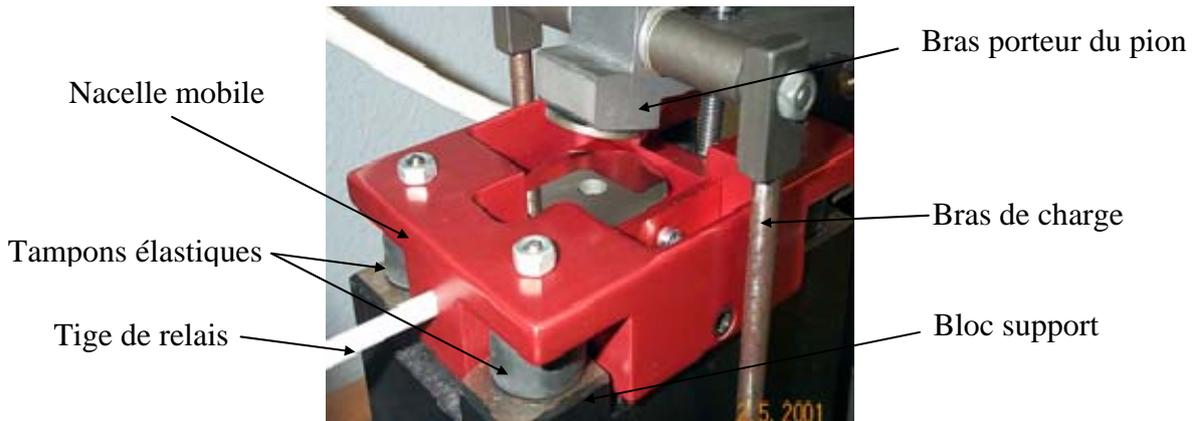


Figure 3.6: Vue du module mobile du dispositif.

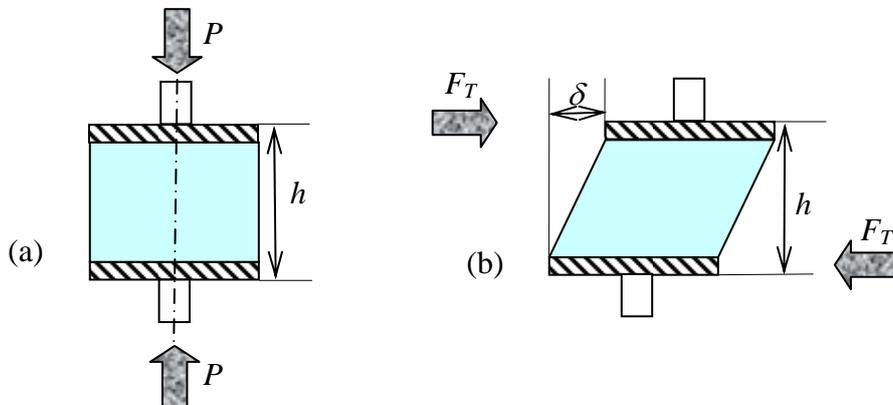


Figure 3.7: Tampon élastique : (a) Etat de compression et (b) Etat de cisaillement.

- La tige de relais joue un rôle de transmission de puissance entre le pot vibrant et la nacelle mobile. Elle permet de corriger les défauts d'alignement de la plate-forme et du pot vibrant.
- Le bloc support a pour rôle de soutenir les composants en mouvement. En fonte, il joue un rôle de butée de sécurité vis-à-vis des capteurs de force et de déplacement si un problème de surtension apparaissait en commande en entraînant une course trop importante du pot vibrant.

Le *module de positionnement* (3) permet la mise en place du pion et une manipulation aisée de l'échantillon entre deux essais. Ce module est composé d'un bras porteur du pion, de roulements et d'un contrepoids.

- Le bras porteur assure la mise en place du pion. Le positionnement du pion est assuré par un contact plan et un centrage court. Sa fixation est assurée par une vis de pression. La forme coudée du bras porteur à l'une de ses extrémités assure l'alignement du capteur de force dans le plan de frottement en supprimant ainsi les couples perturbateurs.
- Les roulements coniques utilisés permettent la rotation du bras. Ces roulements sont supportés par deux équerres et un support en acier positionne l'axe du pivot dans le plan de frottement.
- Le contrepoids sert à équilibrer le bras porte-pion de manière à maîtriser la charge appliquée.

Le *module de charge* (4) permet d'appliquer l'effort normal P à l'aide de masses marquées au droit du contact. Deux tirants verticaux (bras de charge) et symétriques traversent le bâti et se rejoignent sur une fourchette comportant le système de charge.

II.2 Géométrie des échantillons et des pions

Les échantillons utilisés sont des disques soit de 15 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur, soit de 25 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur (figure 3.8). Les échantillons sont montés sur des porte-échantillons en acier fixés par vissage sur la nacelle mobile. Le pion utilisé est de forme hémisphérique de 10 mm de rayon (figure 3.8). Le pion est fixé à l'aide d'une vis sur le bras porteur du module de positionnement.

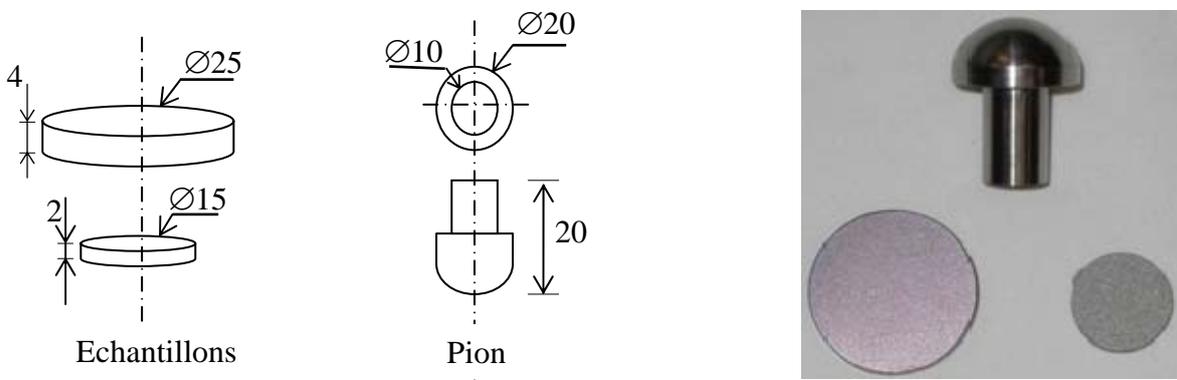


Figure 3.8: Forme des échantillons et des pions utilisés dans cette étude.

Tous les échantillons et pions à l'exception du revêtement CuNiIn recouvert d'un vernis, ont été nettoyés en suivant la procédure ci-après :

- dégraissage, à l'aide d'un détergent industriel (de nom commercial, Bioblock Scientific / Micro 90) dilué à 2% (solution aqueuse de pH = 10), dans un bac à ultrasons, pendant 10 minutes
- rinçage abondant à l'eau du robinet.
- rinçage à l'eau déminéralisée, dans le bac à ultrasons, pendant 10 minutes.
- rinçage à l'éthanol absolu, dans le bac à ultrasons, pendant 10 minutes.
- séchage dans une étuve, à 60°C, pendant 15 minutes.

Le revêtement CuNiIn recouvert d'un vernis de glissement a uniquement été nettoyé (dépoûssiéré) avec une bombe à air sec.

II.3 Instrumentation

Le dispositif de fretting comporte deux capteurs de mesure (figure 3.9) et une carte de commande et d'acquisition de données.

- Un *capteur de force* (de marque commerciale F 621 TC de TME) situé sur le bras porte-pion et dans la continuité du plan de frottement enregistre la force tangentielle Q . Sa capacité est de 100 N. Son temps de réaction permet d'avoir un signal image de l'effort jusqu'à une fréquence d'environ 180 Hz.
- Un *capteur de déplacement* (de marque commerciale TQ 401 de TME), sans contact avec la nacelle mobile, est situé sur le bras porte-pion avant le capteur force de manière à mesurer en continu le déplacement relatif entre le pion et l'échantillon avec une sensibilité de 8 mV/ μm . La déformation du capteur de force n'influe pas sur la mesure du déplacement compte tenu de la position du capteur de déplacement. Son temps de réaction permet d'avoir un signal de déplacement jusqu'aux fréquences d'environ 20 kHz.

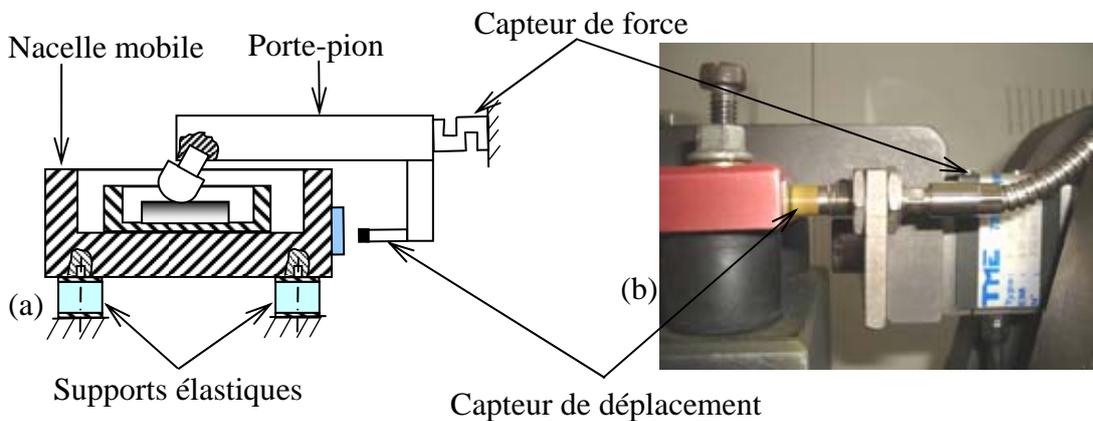


Figure 3.9 : Position des capteurs de force et de déplacement : (a) Représentation schématique et (b) vue réelle.

- Une *carte d'acquisition de données* de type PCI-20428W-1A d'Intelligent Instrumentation [Intelligent instrumentation, 1995] permet de traiter et de stocker les données en temps réel. La résolution de 12 bits du Convertisseur Analogique Numérique (CAN) permet une précision de $1/4096^{\circ}$ sur l'étendue de mesure. La fréquence à laquelle il traduit en valeur numérique un signal analogique s'élève à 100 kHz. La carte fonctionne suivant un principe asynchrone des données, c'est-à-dire que les données sont acheminées sur un seul CAN et ne sont pas traitées simultanément. Le signal utilisé pour les réponses des capteurs et pour la commande du dispositif est de type sinusoïdal.

II.4 Logiciel de commande et d'acquisition de données

La commande du dispositif de fretting est assurée par un logiciel conçu et réalisé sous Visual Designer 4.0 d'Intelligent Instrumentation [Intelligent instrumentation, 1995] dans le cadre de cette étude. La figure 3.10 présente le schéma de commande du dispositif de fretting.

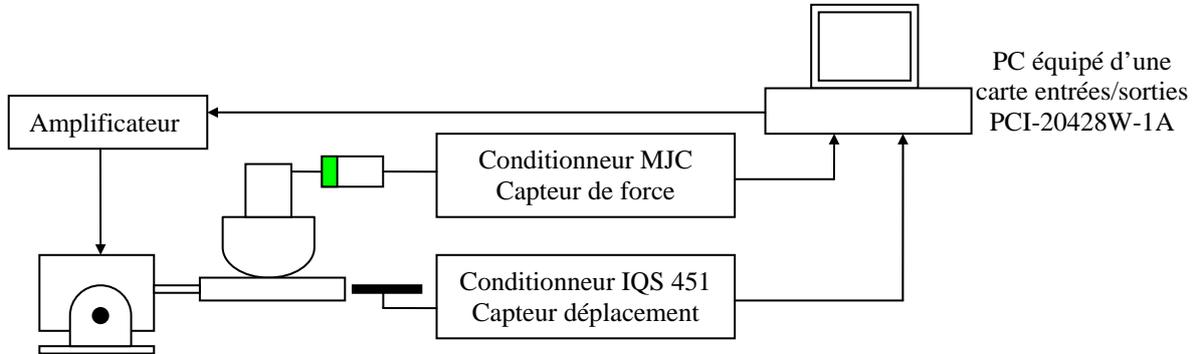


Figure 3.10: Schéma de commande du dispositif de fretting.

Cet outil de développement se présente sous forme de schémas blocs préprogrammés (de la même manière que Labview/Simulink). Ces blocs ont pour avantage de raccourcir les lignes de programme et peuvent être interconnectés pour réaliser les fonctions essentielles de la commande et l'acquisition des données (figure 3.11).

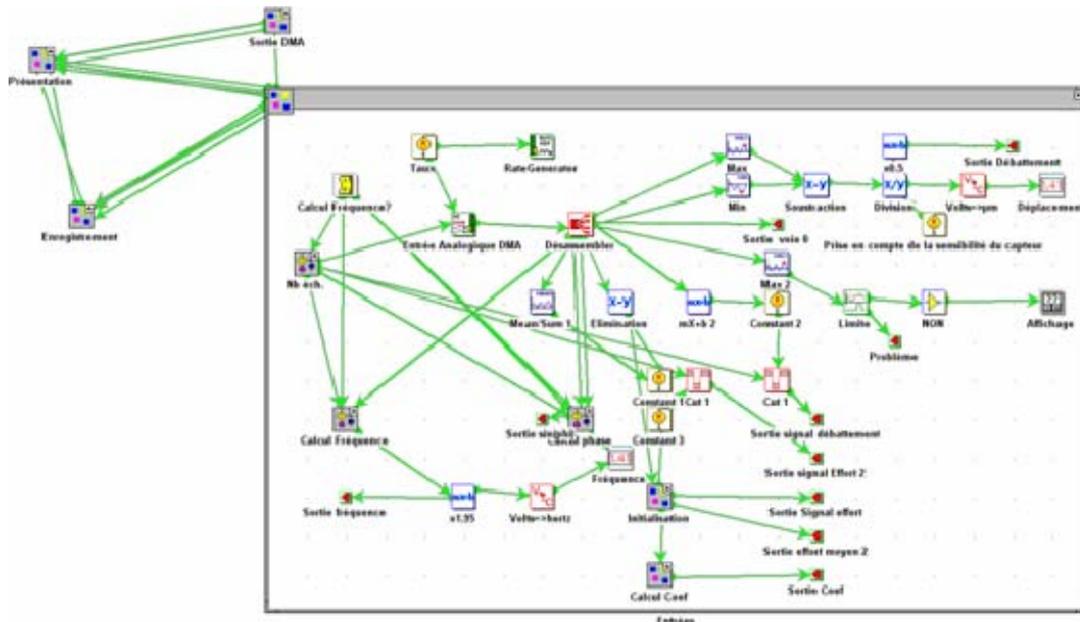


Figure 3.11: Environnement de programmation schéma bloc du logiciel de commande du dispositif.

Le logiciel développé dans cette étude assure quatre grandes fonctions essentielles : une fonction affichage, une fonction de commande du dispositif, une fonction de paramétrage du dispositif et une fonction d'enregistrement des données.

La *fonction affichage* permet le dialogue entre l'utilisateur et la machine. Cette interface graphique présente toutes les caractéristiques requises de fonctionnement de la machine, c'est-à-dire de la commande du pot vibrant, de la saisie des paramètres de fretting et de l'enregistrement des données (figure 3.12).

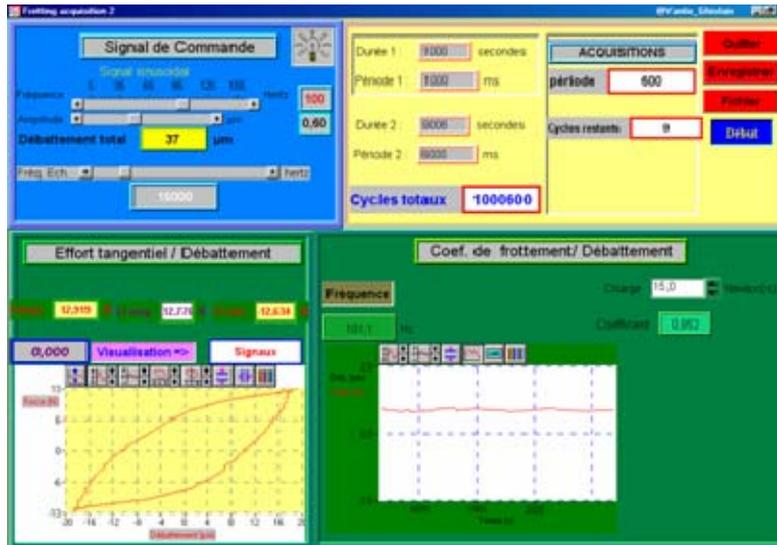


Figure 3.12 : Interface graphique du logiciel de commande du dispositif de fretting.

La fonction de commande du dispositif assure l'émission d'un signal sinusoïdal asservi en fréquence au pot vibrant. Pour une fréquence d'excitation de 100 Hz, un taux d'échantillonnage de 15 kHz permet d'avoir 150 points pour reconstituer le signal de commande suffisamment lisse (figure 3.13).

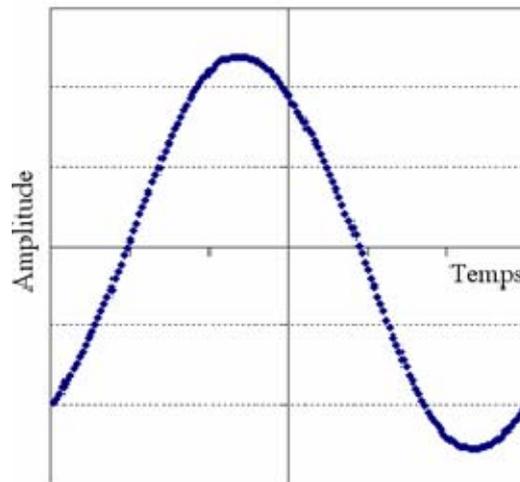


Figure 3.13 : Exemple d'un signal sinusoïdal du capteur déplacement pour une fréquence de 100 Hz.

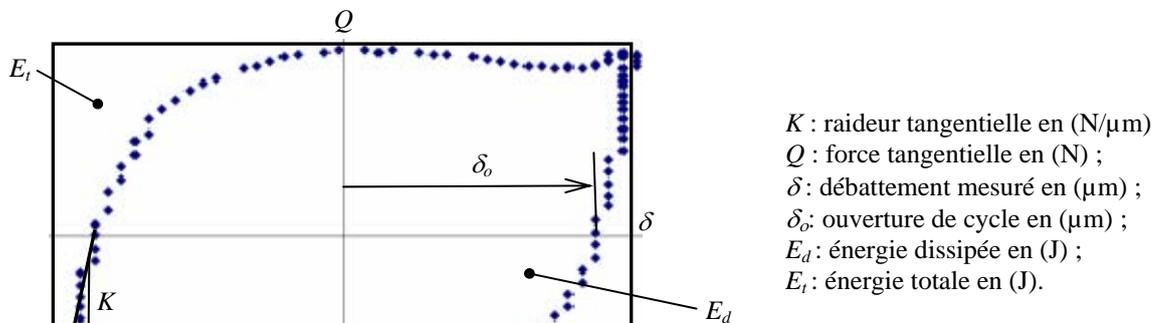
La fonction de paramétrage du dispositif permet la saisie des données (fréquence F , amplitude de débattement initial ou débattement consigne δ_c , force normale P , nombre de cycle N). Les signaux en provenance des capteurs sont numérisés dans un bloc DMA (*Direct Access Memory*). Chaque signal est ensuite converti dans l'unité de la grandeur mesurée : le signal force en newtons (N) et le signal déplacement en micromètres (μm).

La fonction enregistrement des données gère l'acquisition des grandeurs mesurées. Après la création d'un fichier de sauvegarde, l'enregistrement peut s'effectuer en plusieurs périodes. Les paramètres enregistrés en continu pendant un essai de fretting sont la force de frottement Q et l'amplitude de débattement δ .

- La *force de frottement* Q est représentative des sollicitations tangentielles imposées au niveau du contact. En glissement total, le rapport entre Q et P représente le coefficient de frottement.
- L'*amplitude de débattement* δ est mesurée mais n'est pas contrôlée pendant l'essai. Ce paramètre prend en compte à la fois la déformation du contact et le glissement réel produit dans le contact.

Les données enregistrées sont traitées par une application que nous avons développée sous Scilab. Les paramètres de sortie du dispositif peuvent être déterminés à partir d'un cycle de fretting (force de frottement en fonction de l'amplitude de débattement, figure 3.14). L'évolution des cycles au cours d'un essai renseigne sur les conditions de fonctionnement du système et les endommagements potentiels des corps en contact. Les paramètres calculés sont les suivants :

- La *raideur tangentielle du contact*, K exprimée en newtons par micromètre ($N/\mu m$), est la pente $dQ/d\delta$ au changement de sens de débattement. Cette valeur prend en compte la rigidité du montage et du contact. Il est possible de déterminer la rigidité du contact à partir de la raideur du cycle et de la connaissance du montage. L'inverse définit la complaisance.
- L'*ouverture du cycle* δ_o , exprimée en micromètres (μm), est définie comme la valeur du débattement pour un effort tangentiel nul. Cette valeur correspond au glissement réel dans le contact, indépendante de la complaisance du montage.
- L'*énergie dissipée* dans le contact, E_d exprimée en joules (J), correspond à l'aire du cycle de fretting.
- L'*énergie totale* E_t exprimée en joules (J) représente l'aire du rectangle contenant le cycle de fretting (c'est-à-dire à $4\delta Q$).



3.14 : Caractéristiques d'un cycle de fretting.

III.5 Conditions d'essais

Les essais ont été effectués à température ambiante à une fréquence constante de 100 Hz sur une période correspondant à 10^6 cycles. Les charges normales sont comprises entre 2 et 15 N correspondant à des pressions de Hertz comprises entre 254 MPa et 500 MPa (le calcul des pressions a été effectué à partir des caractéristiques élastiques du Ti-6Al-4V). Les valeurs maximales de la pression de contact sont inférieures à la pression de première plastification du Ti-6Al-4V dans tous les cas. Les débattements initiaux (débattements consignés) sont de $\pm 50 \mu m$, $\pm 75 \mu m$ et de $\pm 100 \mu m$. Les essais ont été menés avec un pion grenailé ou non sur des substrats grenailés ou non, tous deux en alliage de titane Ti-6Al-4V.

III. SPECIFICITE DU DISPOSITIF DE FRETTING A DEBATTEMENTS LIBRES

III.1 Relation débattement - force tangentielle

Le dispositif fonctionne en boucle ouverte, c'est-à-dire que le système n'est pas asservi en déplacement. Ainsi, le dispositif ne « force » pas le déplacement comme dans des machines de fretting classiques à débattements imposés. Après réglage du débattement consigne $2\delta_c$ puis mise en contact des matériaux, le débattement réel total mesuré δ_T est systématiquement inférieur à l'amplitude du débattement consigne δ_c et évolue librement au cours du temps (figure 3.15a). Une relation directe entre le débattement total δ_T et l'effort de frottement Q est observée (figure 3.16) : une augmentation de la force tangentielle engendre une diminution de l'amplitude de débattement. En conséquence, ce dispositif peut aller jusqu'au grippage [Yantio *et al.*, 2006].

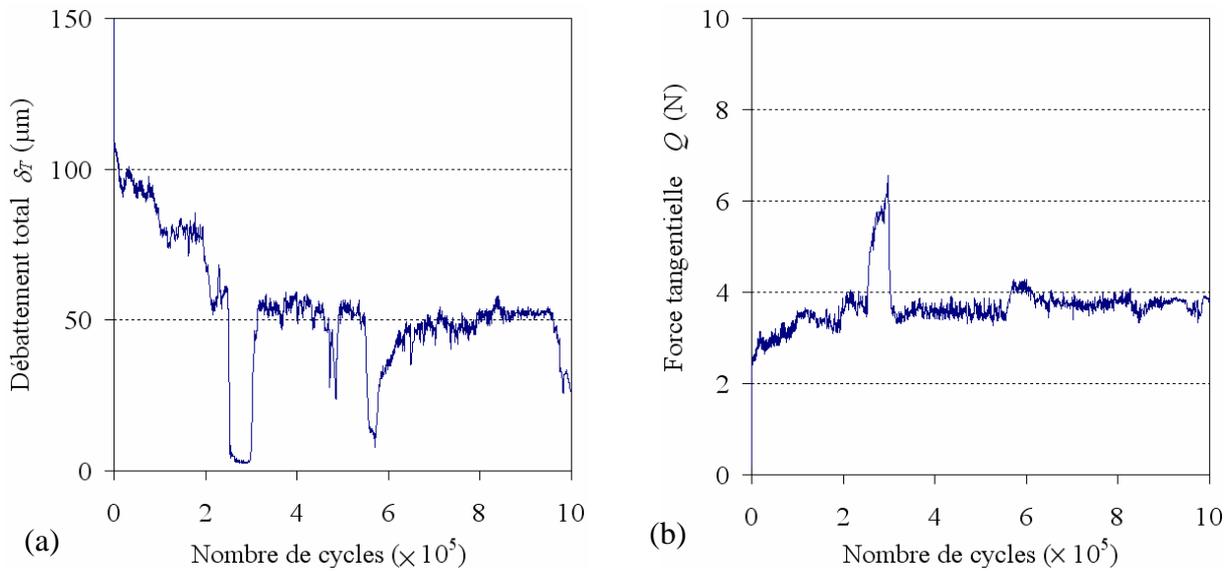


Figure 3.15: Evolution du débattement total δ_T en fonction du nombre de cycles - Cas du CuNiIn+Vernis de glissement ($\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

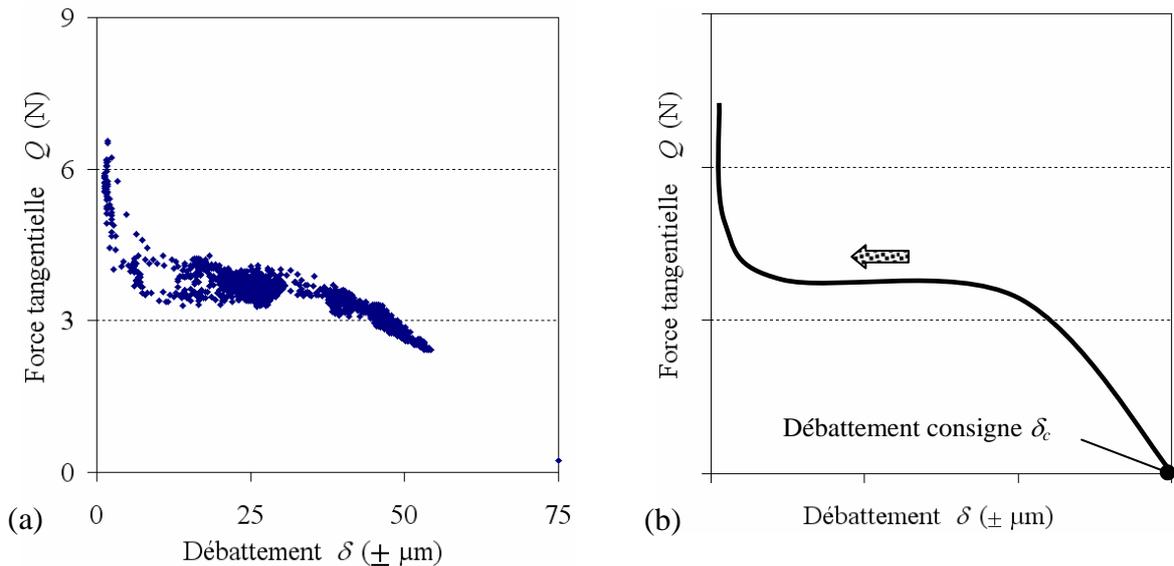
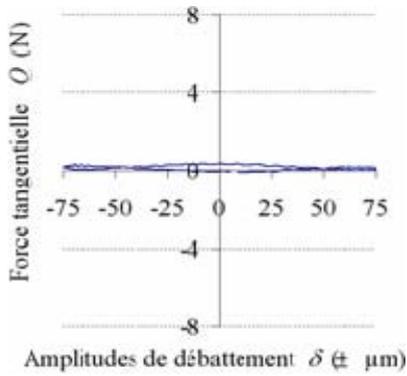
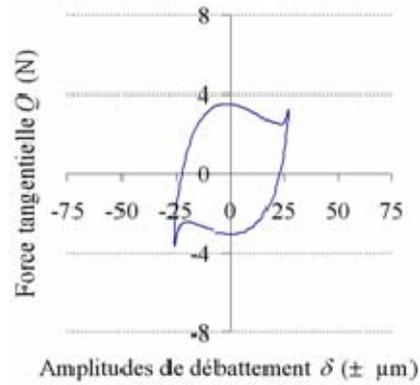


Figure 3.16 : Relation force de frottement Q et le débattement total δ_T (a) points expérimentaux et (b) courbe associée. Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+verniss ($\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

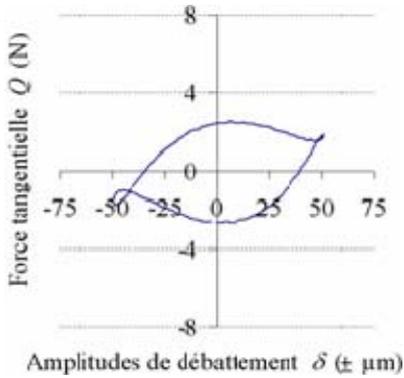
Les cycles de fretting restent symétriques pendant l'essai (figure 3.17). Cependant, en raison du fonctionnement libre du dispositif l'amplitude de débattement et la forme des cycles vont évoluer au cours du temps (figure 3.18).



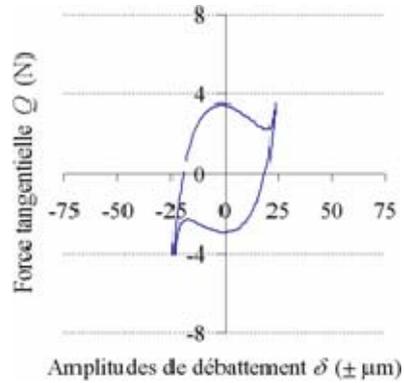
Premier cycle



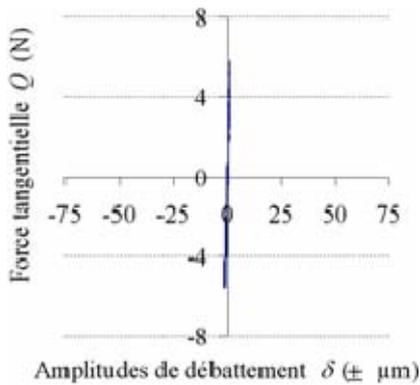
Cycle 500 000



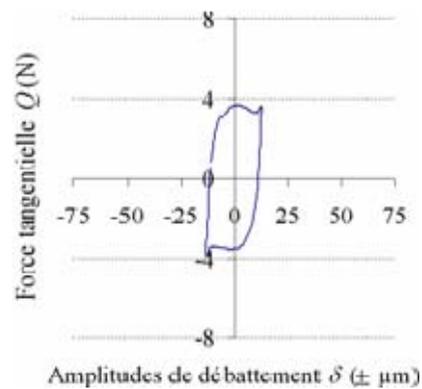
Cycle 10 000



Cycle 700 000



Cycle 280 000



Cycle 1 000 000

Figure 3.17: Evolution des cycles de fretting au cours d'essai : cas Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+verniss ($\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

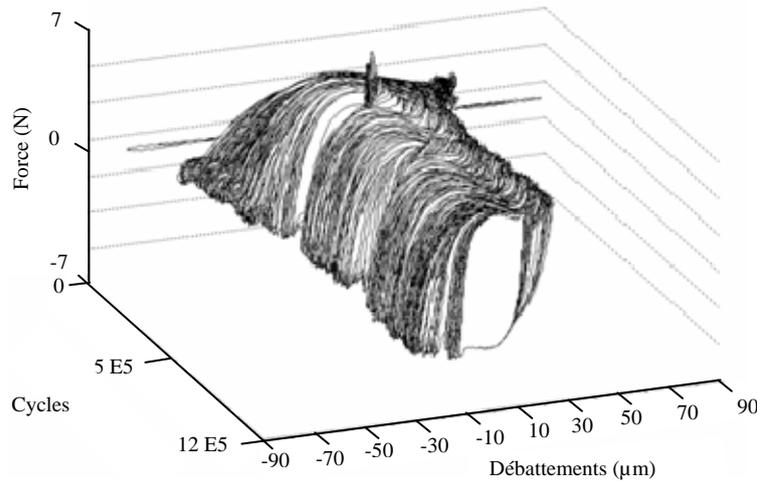


Figure 3.18: Bûche de fretting -- cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+verniss
 ($\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$, $P = 10 \text{ N}$, $F = 100 \text{ Hz}$, 10^6 cycles).

III.2 Complaisance du contact

Vingsbo [Vingsbo, 1992], Fouvry [Fouvry, 1997], Ramalho et Celis [Ramalho & Celis, 2003] et plus récemment Lee et Mall [Lee & Mall, 2006] ont étudié l'effet de la complaisance d'une machine de fretting sur les cycles de fretting. Ils ont montré qu'elle influe sur le débattement mesuré et qu'elle est fonction de la nature des matériaux en contact ainsi que du type de montage (dispositif). Ainsi, le déplacement relatif mesuré par le capteur inductif est la somme des déplacements tangentiels résultants de la déformation élastique des différents ensembles mécaniques compris dans la chaîne de mesure (échantillons et montages porte-échantillon).

La complaisance totale mesurée C_m , inverse de la raideur tangentielle K , est la somme de la complaisance de contact C_c et de la complaisance tangentielle du montage C_t . On peut écrire :

$$C_t = C_m - C_c \quad (3.1)$$

Par ailleurs, Fouvry [Fouvry, 1997] stipule que le déplacement du contact δ peut s'écrire :

$$\delta = \delta_m - C_t \cdot Q \quad (3.2)$$

Dans la chaîne de mesure, la déformation du porte-pion et du pion peuvent influencer le débattement mesuré δ_m (figure 3.9). Par ailleurs, le glissement relatif entre le porte-pion et le pion, le porte-échantillon et l'échantillon, le porte-échantillon et la nacelle mobile et enfin la nacelle mobile et les tampons élastiques sont négligeables car ces liaisons sont maintenues serrées par vissage. Le déplacement du porte-pion δ_1 suite à sa déformation peut s'écrire :

$$\delta_1 = \frac{QL}{ES} \quad (3.3)$$

Et le déplacement du pion δ_2 du à sa flexion :

$$\delta_2 = \frac{QL^3}{3EI} \text{ avec } I = \frac{\pi l^4}{4} \quad (3.4)$$

Où Q est la force tangentielle, L la longueur du porte pion, S la section, E le module de Young des matériaux, I le moment d'inertie et l le rayon de la section du pion.

Pour une force tangentielle de 15 N, le déplacement du porte-pion en acier ($E = 210$ GPa) de longueur $L = 115$ mm et de section $S = 0,522$ m² est de $\delta_l = 1,6 \cdot 10^{-2}$ μm. Le déplacement du pion en Ti-6Al-4V ($E = 116$ GPa) de longueur $L = 10$ mm et de rayon $l = 3$ mm est de $\delta_l = 5,22 \cdot 10^{-3}$ μm. Il ressort que ces déplacements sont négligeables. Nous pouvons dire que le débattement mesuré est le débattement du contact, c'est-à-dire :

$$\delta_m = \delta \quad (3.5)$$

Par conséquent, la complaisance tangentielle du montage est nulle d'après l'expression (3.2). Ainsi, la complaisance du contact C_m est la complaisance du contact. Cette complaisance évolue librement au cours temps et est fonction du débattement (figure 3.19). Ils présentent une évolution identique. Ainsi, pour des amplitudes de débattement tendant vers 0, la complaisance du contact tend vers une valeur nulle.

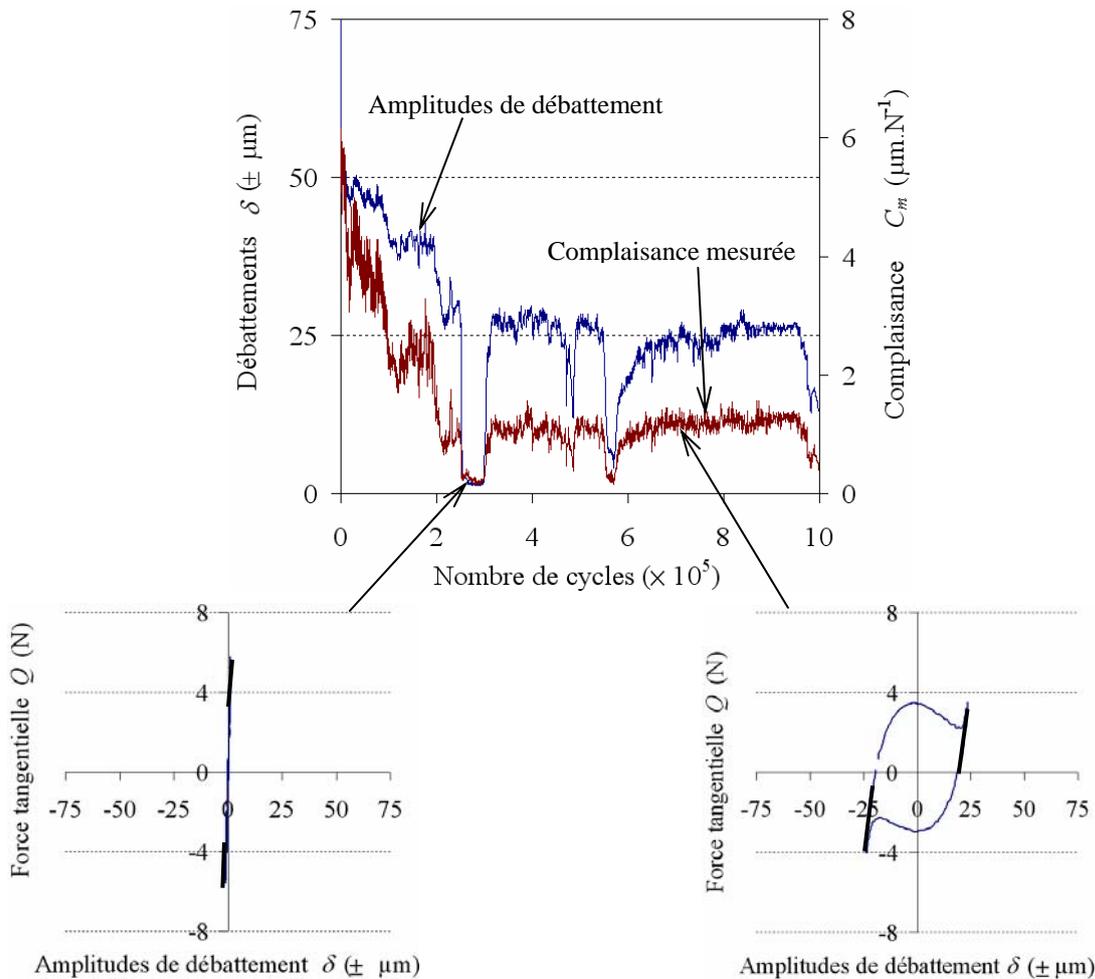


Figure 3.19 : Evolution du débattement et de la complaisance mesurée en fonction du nombre de cycle. Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+vernis ($\delta_c = \pm 75$ μm, $P = 10$ N, $F = 100$ Hz).

III.3 Evaluation des énergies mises en jeu

L'étude énergétique conduite sur cette machine de fretting s'est focalisée sur la détermination de l'énergie initialement délivrée par le pot vibrant (énergie consigne) et de l'énergie transmise réellement dans le contact et de l'énergie dissipée par l'excitateur électromagnétique (pot vibrant).

III.3.1 Energie consigne

L'énergie fournie initialement par le pot vibrant ou énergie consigne E_c , est l'énergie nécessaire à la mise en mouvement de la nacelle mobile. Le débattement consigne δ_c (débattement initial) est choisi en faisant vibrer le pot sans que l'échantillon et le frotteur soient en contact. La détermination de l'énergie correspondant à ce débattement est faite à partir de la connaissance de la force F_D nécessaire à la mise en mouvement de nacelle mobile et donc au cisaillement des tampons élastiques. Cette force F_D a été mesurée par un capteur de force ② placé entre le pot vibrant ① et la nacelle mobile ④ (figure 3.20). La mesure du débattement consigne δ_c est assurée par un capteur inductif sans contact avec la nacelle. L'énergie consigne est alors déterminée suivant l'équation ci-après :

$$E_c = 4F_D\delta_c \quad (3.6)$$

L'augmentation du débattement est effectuée grâce à l'énergie électrique transmise et régulée par un amplificateur (non représenté ici). Des essais ont été effectués pour des débattements consignes compris entre 0 et 300 μm et pour des fréquences entre 5 et 160 Hz.

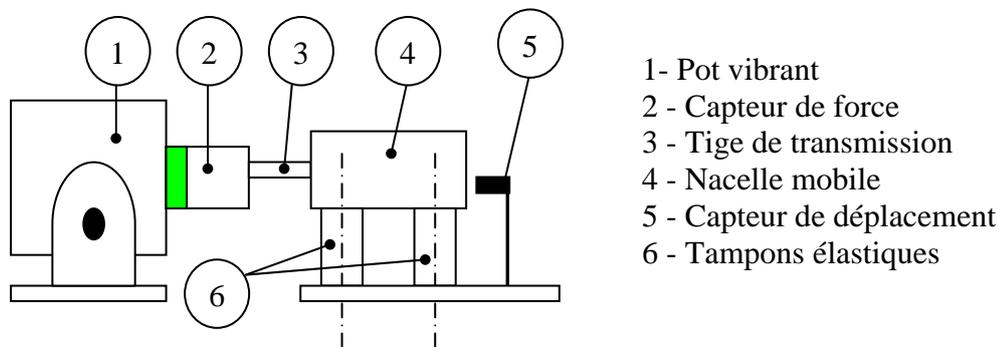


Figure 3.20 : Schéma utilisé pour la détermination de l'énergie consigne E_c .

Les pertes par frottement au niveau du pot vibrant et de la nacelle mobile sont négligeables. La force dynamique mesurée F_D croît linéairement avec l'amplitude de débattement mais décroît avec l'augmentation de la fréquence (figure 3.21). L'inertie de la nacelle n'a aucune influence sur le mouvement. Seule, la raideur du dispositif (pente de la droite) diminue avec l'augmentation de la fréquence. L'énergie résultante E_c suit une loi en puissance quelle que soit la fréquence (figure 3.22). L'expression de l'énergie consigne pour une fréquence de 100 Hz s'écrit :

$$E_c = 3 \cdot 10^{-7} \delta_c^{1,9} \quad (3.7)$$

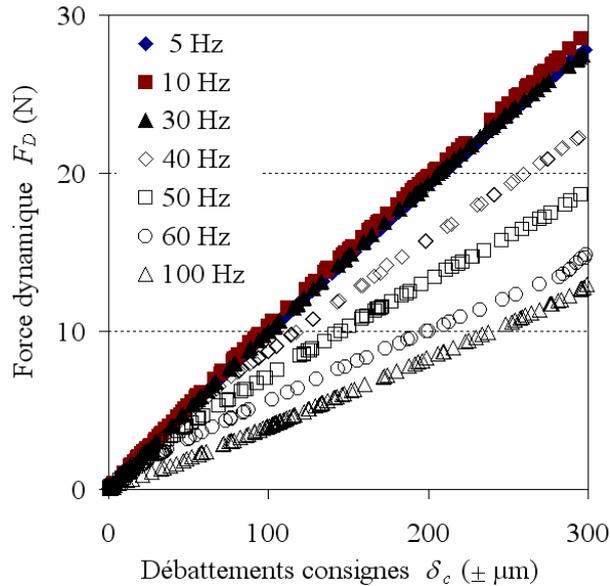


Figure 3.21 : Evolution de la force dynamique F_D en fonction du débattement consigne δ_c .

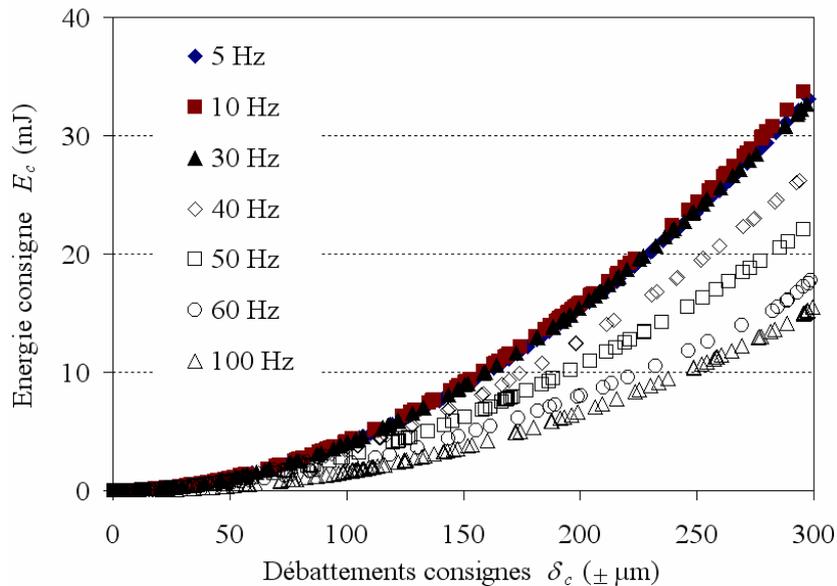


Figure 3.22 : Evolution de l'énergie consigne E_c en fonction du débattement consigne δ_c .

Cependant, deux types de comportement sont observés. Pour des fréquences comprises entre 5 et 30 Hz (basses fréquences), les valeurs de l'énergie consigne sont très proches car la puissance mécanique délivrée par le pot vibrant croît avec la fréquence dans cette plage. Au contraire, pour des fréquences supérieures à 30 Hz (hautes fréquences), l'énergie consigne décroît avec l'augmentation de la fréquence car la puissance mécanique délivrée par le pot vibrant reste constante dans la plage de fréquence étudiée.

III.3.2 Energie transmise dans le contact et perdue par le dispositif

Le dispositif étant commandé en boucle ouverte, l'énergie électrique fournie à l'excitateur électromagnétique (pot vibrant) par l'amplificateur reste constante au cours d'un essai. En revanche, la répartition de l'énergie transmise par le pot vibrant dans le contact n'est pas constante et évolue en permanence. Le but est d'identifier la répartition de l'énergie

consigne E_c après l'établissement du contact entre le pion et l'échantillon (disque). Cette étude a été menée à une fréquence constante de 100 Hz, fréquence de nos essais par la suite.

La figure 3.23 présente les différentes énergies identifiées pendant le fonctionnement du dispositif. Avant la mise en contact des matériaux, le dispositif délivre une énergie E_c . Après la mise en contact des matériaux, cette énergie se décompose en une énergie transmise dans le contact E_t et une énergie perdue dans le système ΔE (pots vibrants et plots élastiques). L'énergie transmise dans le contact et l'énergie perdue sont définies comme :

$$E_t = 4Q\delta \quad \text{et} \quad \Delta E = E_c(\delta_c, F) - E_t(\delta, Q, F) \quad (3.8)$$

Où Q , δ_c , δ et F représentent respectivement la force de frottement, le débattement consigne, le débattement mesuré et la fréquence.

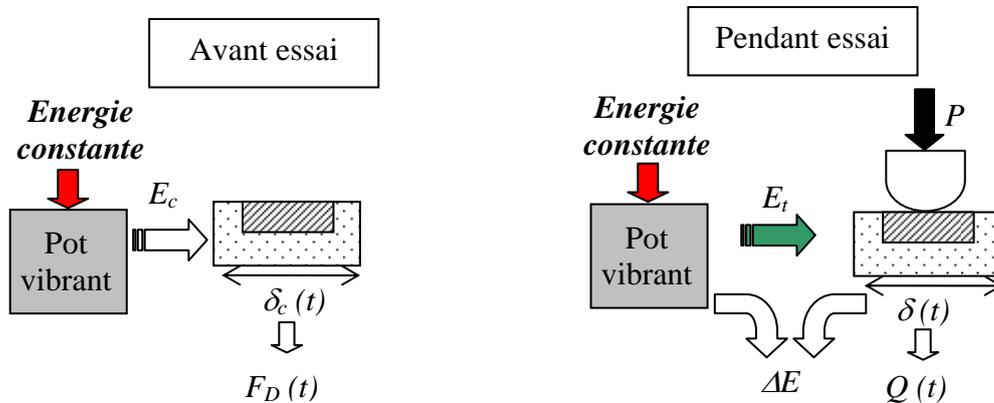


Figure 3.23 : Energies fournies par le dispositif de fretting en fonctionnement.

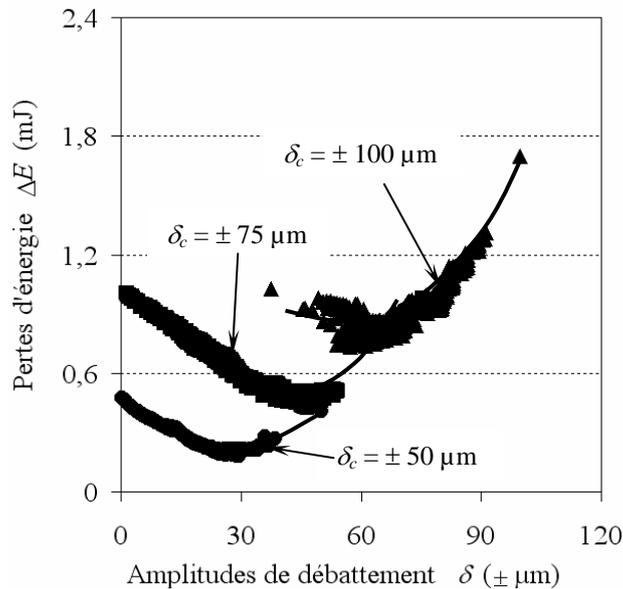


Figure 3.24 : Pertes d'énergies ΔE en fonction du débattement δ pour une charge de 10 N (Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+verniss).

La figure 3.24 présente un exemple d'évolution de la perte d'énergie ΔE pour différentes amplitudes de débattement consigne δ_c à une fréquence de 100 Hz. Une bonne partie de l'énergie initiale se dissipe dans le pot vibrant plutôt que dans le contact. Cette quantité d'énergie ΔE est d'autant plus élevée que les amplitudes de débattement sont faibles. Son maximum est généralement atteint pour une amplitude de débattement correspondant un

débattement de $\delta_s \leq \pm 1 \mu\text{m}$. Dans ce cas, l'énergie consigne est intégralement dissipée dans le pot vibrant. La figure 3.25 met en évidence l'influence de la charge normale sur la perte d'énergie ΔE pour un débattement consigne donné. La charge normale a une faible influence.

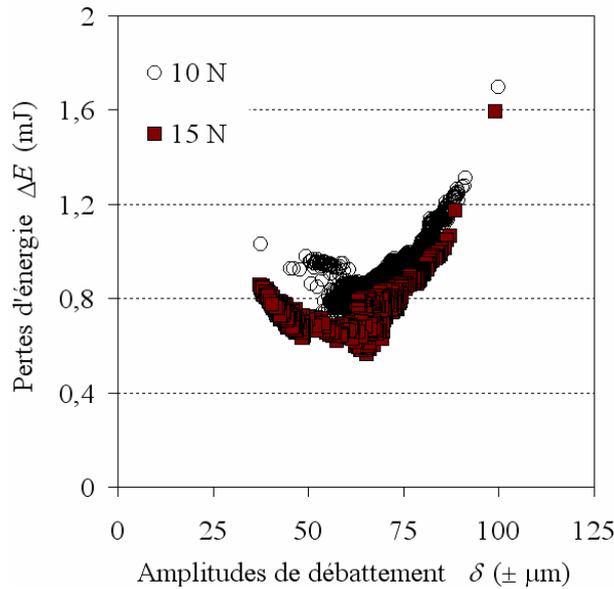


Figure 3.25: Pertes d'énergie ΔE en fonction du débattement δ pour un débattement consigne de $\delta_c = \pm 100 \mu\text{m}$ (Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V grenailé+CuNiIn+verniss).

III.3.3 Forces tangentielles au grippage

La force tangentielle F_s délivrée par le pot vibrant correspondant au grippage, a été déterminée en utilisant le schéma de la figure 3.20 mais cette fois, avec le pion et l'échantillon en contact. La force F_s est indépendante de la nature des matériaux en contact puisque c'est un paramètre de la machine. La force tangentielle F_t délivrée par le pot vibrant augmente avec la diminution du débattement (figure 3.26). Les forces tangentielles F_s correspondant au grippage et mesurées pour différents débattements consignes sont proportionnelles à ces derniers.

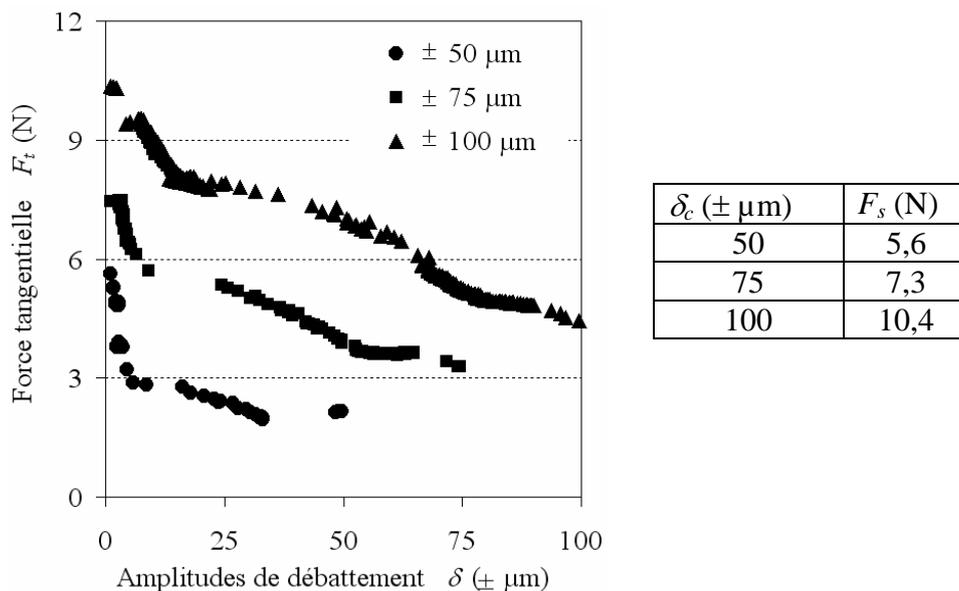


Figure 3.26 : Détermination de la force tangentielle au grippage pour différents débattements consignes δ_c (Cas d'un contact Ti-6Al-4V grenailé/Ti-6Al-4V grenailé).

III.4 Régimes de fonctionnement du contact

Les sollicitations du contact ont ensuite été analysées en termes de régimes de fretting. En raison du fonctionnement à débattements libres du dispositif, trois types de réponse du contact ont été observés suivant les conditions de sollicitation : un régime de glissement total, un régime de grippage et un régime de grippage différé [Yantio *et al.*, 2007].

II.4.1 Identification de la sollicitation du contact

Le glissement relatif de deux corps en contact peut être défini en introduisant un quotient k entre l'amplitude de débattement δ et le rayon de contact a :

$$k = \frac{\delta}{a} \quad (3.9)$$

Le fretting correspond à une valeur de $k < 1$ impliquant une zone de recouvrement au centre de la trace d'usure [Fouvry, 1997]. Dans le cas d'un contact élastique, la frontière entre le fretting et le glissement alterné classique peut être déterminée à partir de la théorie de Hertz [Hertz, 1882] (figure 3.27).

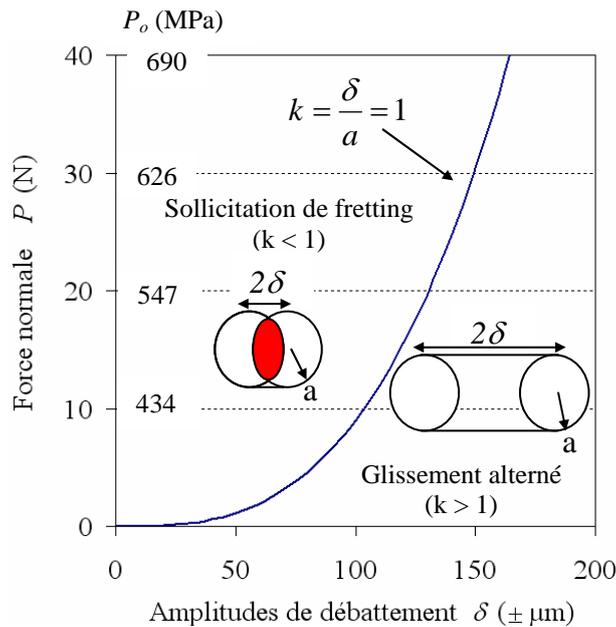


Figure 3.27 : Définition du fretting par rapport au glissement alterné - Cas du contact Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V.

III.4.2 Régime de glissement total

Le régime de glissement total (RGT) est observé pour des amplitudes de glissement mesurées importantes correspondant à des chargements normaux relativement faibles (figure 4.28a). Dans ce cas, la condition de glissement total est toujours maintenue. Les cycles de fretting sont constamment ouverts (figure 3.28b).

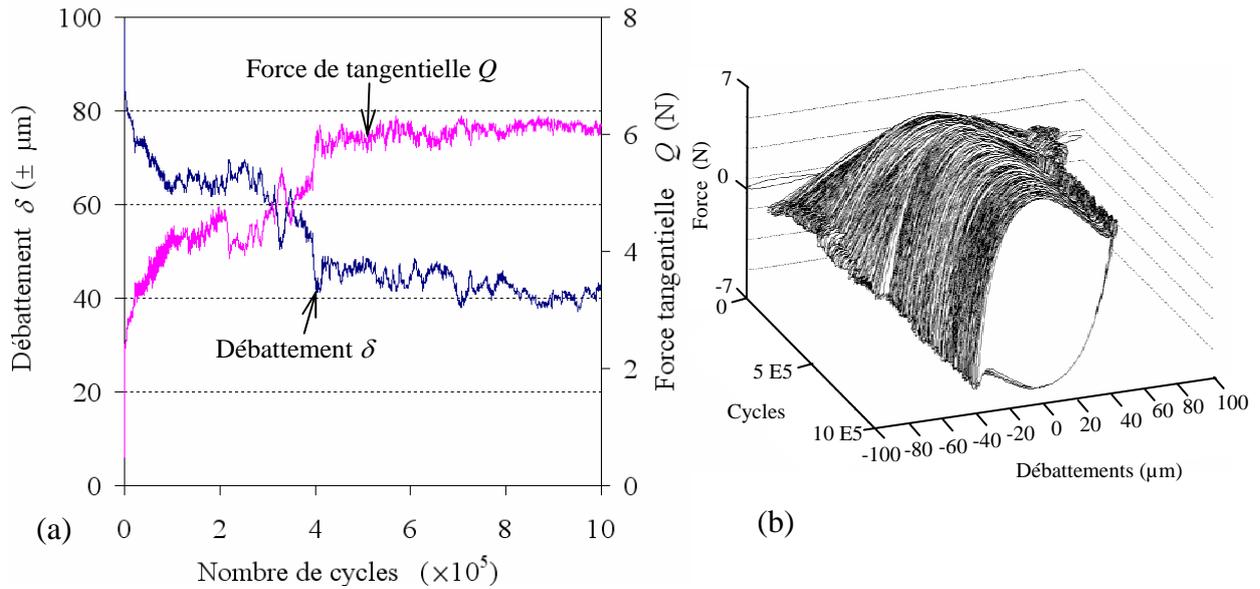


Figure 3.28 : Indentification du régime de glissement total :
 (a) Evolution du débattement en fonction du nombre de cycle et (b) bûches de frottement,
 Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V non grenailé+CuNiIn+verniss ($P = 15 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 100 \mu\text{m}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

III.4.3 Le régime de grippage

Le régime de grippage (RG) est observé pour des amplitudes de glissement faibles (généralement inférieures ou égales à $\pm 2 \mu\text{m}$) associées à des chargements relativement importants. Le grippage intervient dès la mise en contact des deux matériaux et est identifié à la fois par une forte réduction de l'amplitude de débattement (figure 4.29a) et par la fermeture du cycle (figure 4.29b). Le déplacement est alors accommodé uniquement de façon élastique (condition non dissipative) par les couches superficielles des matériaux et surtout par le dispositif (rigidité du montage).

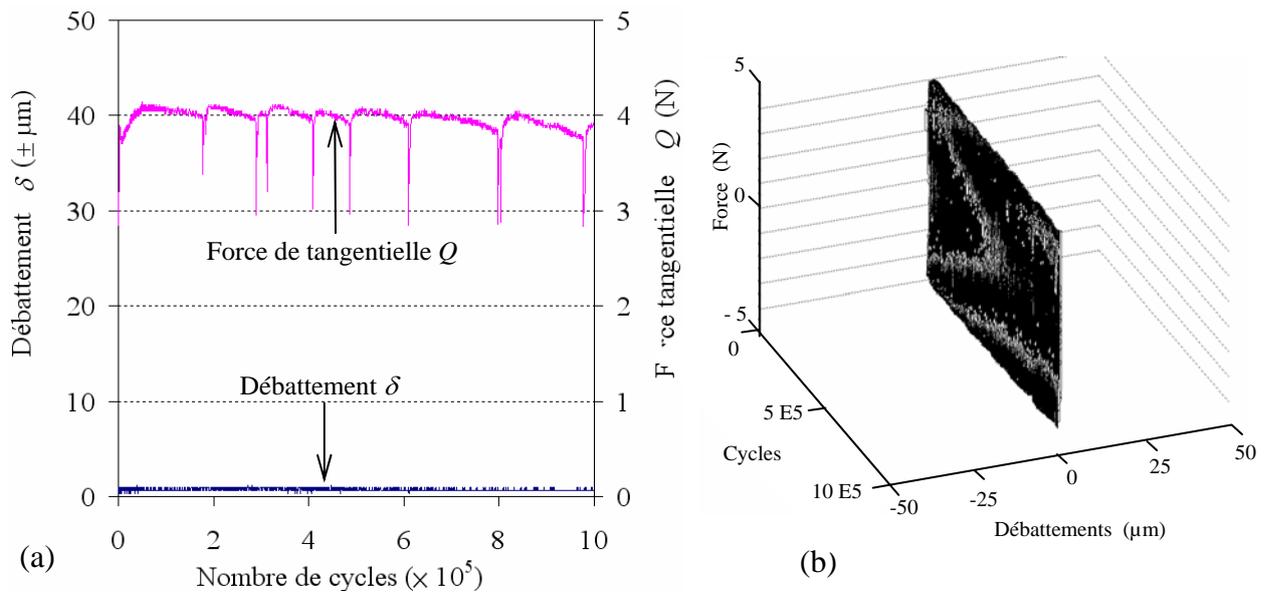


Figure 3.29 : Indentification du régime de grippage :
 (a) Evolution du débattement en fonction du nombre de cycle et (b) bûches de frottement.
 Cas du Ti-6Al-4V grenailé / Ti-6Al-4V non grenailé ($P = 10 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

III.4.4 Régime de grippage différé

Le régime de grippage différé (RGD) correspond à un comportement intermédiaire entre le régime de glissement total et le régime de grippage (figure 3.30). Ce régime est caractérisé par une phase de glissement suivi d'une phase de grippage. Le débattement est ainsi marqué par un saut plus ou moins brutal vers des faibles amplitudes suivant la croissance des forces générées dans le contact.

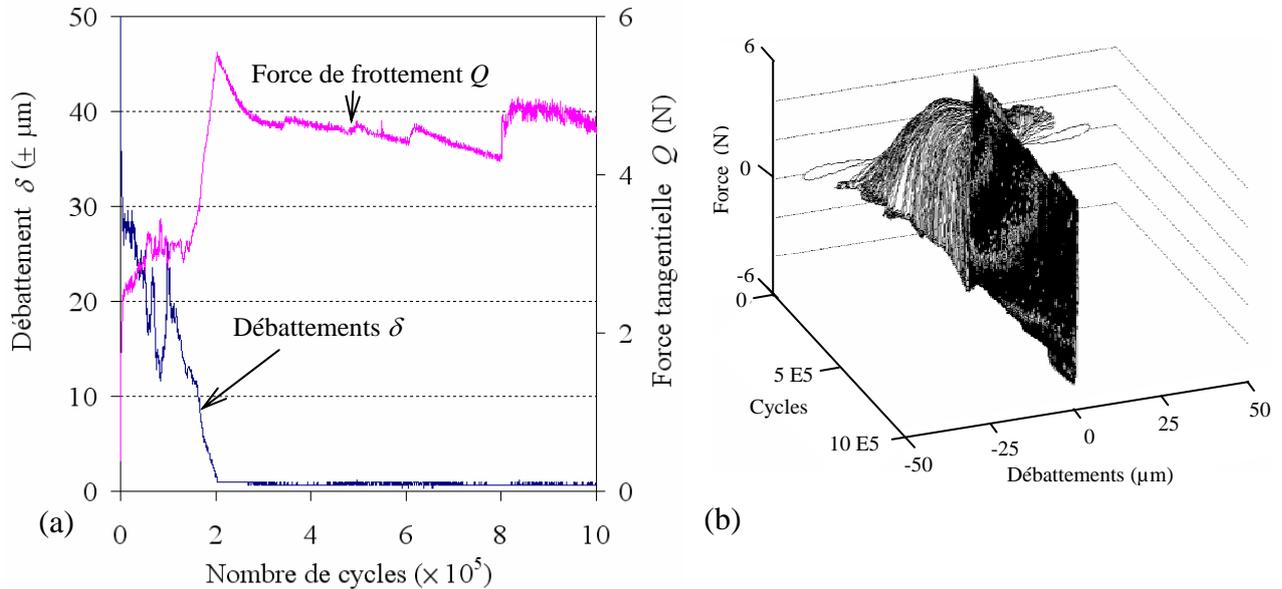


Figure 3.30 : Indentification du régime de grippage différé :

(a) Evolution du débattement en fonction du nombre de cycle et (b) bûches de frottement.

Cas du Ti-6Al-4V grenaille / Ti-6Al-4V non grenaille + CuNiIn + vernis ($P = 10 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

Les deux derniers régimes (RG et RGD) ne sont pas identifiés dans une sollicitation de fretting en déplacements imposés. En effet, en débattements imposés, les liaisons adhésives s'établissant entre les surfaces en contact sont systématiquement rompues par cisaillement pour permettre la poursuite du mouvement, alors qu'en débattements libres, les forces d'adhésion modifient directement l'amplitude du mouvement qui peut tendre vers zéro sans être forcée par le dispositif. Ainsi, la transition entre glissement total et glissement partiel en débattements imposés est comparable à la transition entre glissement total et grippage en débattements libres.

IV OUTILS CONCEPTUELS

IV.1 La théorie thermodynamique de l'adhésion

Cette théorie aborde l'adhésion du point de vue énergétique. Initié par Sharpe et Schonhorn [Sharpe & Schonhorn, 1963], cette théorie a connu plus de développements théoriques et suggère que l'adhésion pourra être obtenue grâce aux forces intermoléculaires ou interatomiques qui s'établissent entre les deux matériaux. Georges [Georges, 2000] ainsi que Sharma & Hanumantha [Sharma & Hanumantha, 2002] ont proposé d'excellentes synthèses sur le sujet.

L'énergie d'adhésion est définie comme l'énergie nécessaire pour séparer deux surfaces unitaires (1 et 2) initialement en contact. Lorsque les deux antagonistes sont

différents, cette énergie, exprimée en J.m^{-2} , est appelée « travail d'adhésion » W_{12} (figure 3.31). Lorsque les deux surfaces sont constituées du même milieu ($1 = 2$), cette énergie est appelée « énergie de cohésion » W_{11} .

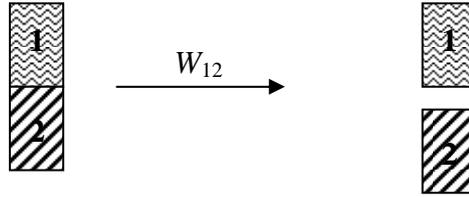


Figure 3.31 : Définition du travail d'adhésion.

L'énergie libre de surface γ d'un solide ou d'un liquide, exprimé également en J.m^{-2} , correspond au travail nécessaire à la création d'une unité d'aire nouvelle de manière réversible et isotherme. Comme la rupture d'un matériau conduit obligatoirement à deux surfaces, nous avons :

$$\gamma_1 = \frac{1}{2}W_{11} \quad (3.10)$$

L'énergie libre interfaciale γ_{12} entre deux surfaces est définie comme étant l'énergie nécessaire pour augmenter leur interface d'une unité. Une surface unité est d'abord créée à partir des deux milieux ($\frac{1}{2}W_{11} + \frac{1}{2}W_{22}$), puis les deux surfaces sont mises en contact ($-W_{12}$), nous avons alors :

$$\gamma_{12} = \frac{1}{2}W_{11} + \frac{1}{2}W_{22} - W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - W_{12} \quad (3.11)$$

Cette équation est connue sous le nom de la relation de Dupré [Dupré, 1869] :

$$W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (3.12)$$

Où W_{12} représente le travail d'adhésion et γ_1 , γ_2 et γ_{12} désignent respectivement les énergies libres de surface des corps 1 et 2, et l'énergie libre interfaciale.

Ainsi, le travail d'adhésion de Dupré peut être assimilé à une variation d'énergie libre ΔF ou plus exactement :

$$W_{12} = W_{adhésion} = -\Delta F \quad (3.13)$$

Par conséquent, à partir de cette relation, il est possible d'établir un critère d'adhésion :

- $W_{12} \geq 0$, les liaisons interfaciales entre les matériaux sont stables et il y a adhésion ;
- $W_{12} < 0$: les liaisons interfaciales entre les matériaux sont instables et il n'y a pas adhésion.

Lorsqu'il y a adhésion entre deux surfaces, celle-ci résulte de l'action de forces intermoléculaires ou interatomiques de diverses natures. On distingue les interactions de Lifschitz-Van der Waals (notées LW) composées des forces de dispersion (forces de London) et des forces de polarisation (forces de Keesom et de Debye). Selon la nature des matériaux, il est possible d'observer d'autres interactions moléculaires plus fortes, telles que les interactions acide-base (notées AB) au sens de Lewis [Lewis, 1923] ou des liaisons hydrogènes. Fowkes [Fowkes, 1987] introduit cette notion d'interaction acide-base au sens de Lewis pour interpréter la notion d'interactions polaires. Il assimile alors les interactions de Lifschitz - Van der Waals (LW) à l'ensemble des interactions dispersives (LW) et regroupe les autres sous le terme d'interactions non dispersives ou de type acide-base (AB). Le travail d'adhésion est alors dû à la contribution de deux catégories de forces intermoléculaires suivant la relation :

$$W_{12} = W_{12}^{LW} + W_{12}^{AB} \quad (3.14)$$

Où W_{12}^{LW} représente le travail d'adhésion dû aux interactions à longues distances, du type dispersif de Lifschitz - Van der Waals et W_{12}^{AB} le travail d'adhésion dû aux interactions à courtes distances, du type acide - base au sens de Lewis.

Pour un système à deux corps, Fowkes [Fowkes, 1987] propose une écriture du travail de Lifschitz - Van der Waals, défini par :

$$W_{12}^{LW} = 2\sqrt{\gamma_1^{LW}\gamma_2^{LW}} \quad (3.15)$$

Concernant la composante acide-base la plupart des auteurs utilisent la moyenne géométrique définie par Lewis [Lewis, 1923]:

$$W_{12}^{AB} = 2\sqrt{\gamma_1^{AB}\gamma_2^{AB}} \quad (3.16)$$

Où γ_1 et γ_2 représentent respectivement l'énergie libre de surface du corps (1) et du corps (2).

Le travail d'adhésion de Dupré à deux corps est alors définit par :

$$W_{12} = 2\sqrt{\gamma_1^{LW}\gamma_2^{LW}} + 2\sqrt{\gamma_1^{AB}\gamma_2^{AB}} \quad (3.17)$$

Cependant, Wu [Wu, 1982], préconise une utilisation de la moyenne harmonique pour la composante acide-base définie par :

$$W_{12}^{AB} = 4 \frac{\gamma_1^{AB}\gamma_2^{AB}}{\gamma_1^{AB} + \gamma_2^{AB}} \quad (3.18)$$

Quant à Van Oss [Van Oss *et al.*, 1988], il distingue les sites acides et basiques des deux matériaux sachant qu'une interaction A-B ne peut intervenir qu'entre un site A du corps 1 et un site B du corps 2 ou inversement qu'entre un site B du corps 1 et un site A du corps 2 :

$$W_{12}^{AB} = 2\sqrt{\gamma_1^A\gamma_2^B} + 2\sqrt{\gamma_1^B\gamma_2^A} \quad (3.19)$$

Les énergies libres peuvent être déterminées à partir de mesures de mouillabilité (méthode de la goutte sessile). Lorsqu'on dépose une goutte de liquide sur un solide, celle-ci adopte une configuration particulière reflétant les interactions se produisant entre le solide, le liquide et sa vapeur. A l'équilibre thermodynamique, cette configuration de la goutte correspond à l'énergie minimale du système.

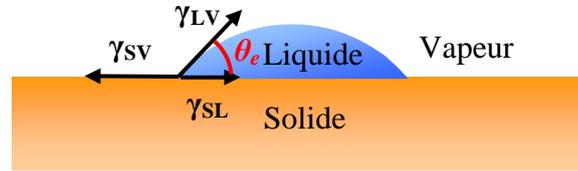


Figure 3.32 : Représentation d'une goutte à l'équilibre thermodynamique.

Dès 1805, Young [Young, 1805] propose une représentation vectorielle des forces agissantes, responsables de la forme de la goutte admise aujourd'hui (figure 3.32). Les grandeurs caractéristiques à l'équilibre thermodynamique, sont liées par l'équation de Young suivant la relation ci-après :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos(\theta_e) + \pi_e \quad (3.20)$$

Où γ_{LV} représente la tension superficielle du liquide, γ_{SV} l'énergie libre interfaciale du solide/vapeur, γ_{SL} l'énergie libre d'interfaciale solide/liquide, θ_e l'angle de contact et π_e la pression d'étalement du liquide qui représente la diminution d'énergie libre de surface consécutive à l'adsorption de la vapeur du liquide déposé.

Lorsque l'angle est élevé, le liquide a peu tendance à s'étaler et la pression d'étalement π_e est généralement négligée devant les énergies de surface : c'est le cas des solides à basse énergie en contact avec des liquides à haute énergie. En revanche, lorsqu'il est inférieur à 10° le liquide est près du mouillage total de la surface et π_e n'est plus négligeable : c'est le cas des surfaces à haute énergie lorsque le liquide est à basse énergie.

Différentes méthodes de calcul ont été proposées pour déterminer les différentes composantes d'énergies libres à partir des angles de contact. Nous pouvons citer celles de Zisman [Zisman *et al.*, 1952], d'Owens & Wendt [Owens & Wendt, 1969], de Van Oss *et al.* [Van Oss *et al.*, 1986], de Fowkes [Fowkes, 1987] ainsi que celle de Kwok & Neumann [Kwok & Neumann, 2000]. Ces méthodes nous ont permis de déterminer les différentes composantes d'énergies libres des matériaux utilisés dans le cadre de cette étude. L'**annexe C** présente un développement complet de ces méthodes de calcul.

IV.2 L'approche du troisième corps

Le concept de troisième corps [Godet, 1984] rend compte du rôle des couches interfaciales de débris dans les mécanismes de dégradation. Les débris maintenus dans le contact participent au transfert de charge, assurent la répartition des pressions et permettent souvent de réduire la dégradation des premiers corps en constituant un film interfacial. Cette approche du troisième corps se base sur la transposition des concepts de la lubrification hydrodynamique au frottement à sec. Ceci a permis à Berthier [Berthier, 1988] d'introduire un formalisme capable de décrire les mécanismes d'accommodation de vitesse ainsi que la notion de circuit tribologique permettant d'identifier les différents flux de matière dans et hors

du contact. L'expérimentation a confirmé le fondement des notions de rhéologie et d'écoulement du troisième corps dans ou hors du contact [Denape *et al.*, 2001 ; Descartes *et al.*, 2005].

L'usure est gouvernée par trois phénomènes à savoir la création, la circulation et l'élimination des particules détachées. L'approche troisième corps est structurée autour de l'analyse du triplet tribologique des premiers corps et du circuit tribologique.

IV.2.1 Le triplet tribologique

Le *triplet tribologique* (figure 3.33) est constitué du mécanisme, des premiers corps et du troisième corps. Il permet de décrire les interactions entre les différents éléments qui entourent le contact, c'est-à-dire le circuit qui représente l'équilibre des forces extérieures dans le contact.

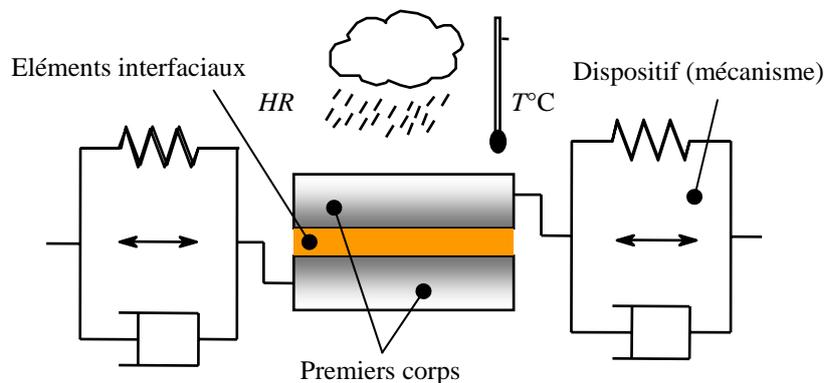


Figure 3.33 : Triplet tribologique.

- Le *mécanisme* est l'ensemble du système mécanique qui impose les conditions de fonctionnement du contact en lui transmettant les charges statiques ou dynamiques. Les variables associées au mécanisme peuvent être regroupés en deux catégories : les conditions de contact (charge normale, amplitude de déplacement, fréquence, durée et géométrie du contact) et les conditions environnementales (température, humidité et nature de l'atmosphère) [Bill, 1982].
- Les *premiers corps* sont les matériaux délimitant le contact et à travers lesquels les efforts sont transmis. Ils subissent les sollicitations du mécanisme et réagissent par des transformations volumiques ou superficielles. La résistance au déplacement est imposée par la discontinuité des vitesses relatives des corps en contact. Les premiers corps réagissent aux contraintes locales selon deux types de comportement : des transformations microstructurales et des détachements de particules.
- Le *troisième corps* peut être décrit comme étant la zone qui marque une nette discontinuité de composition très près de la surface (troisième corps au sens matériaux). Cette zone comprend des « écrans » de faible épaisseur ainsi que des particules solides circulant dans le contact pour former un film continu ou discontinu. Le troisième corps peut également être décrit comme étant l'épaisseur au travers de laquelle la différence de vitesse entre les deux premiers corps est accommodée (troisième corps au sens cinématique). Ainsi, le troisième corps assure la répartition des pressions, participe à la transmission du chargement (en termes de déplacement, de vitesse et de force) entre les deux solides en contact. Il peut être piégé dans le contact

ou expulsé du contact. Le troisième corps peut être introduit volontairement dans le contact (huile, graisse, lubrifiant solide,...) ou bien être le produit de l'usure des deux corps en contact. Son épaisseur est de quelques micromètres.

IV.2.2 Le circuit tribologique

Le *circuit tribologique* (figure 3.34) relate les différents écoulements (débits) du troisième corps dans un contact : débits sources (internes et externes), débit interne et débit externe (recirculation et usure).

- Le *débit source interne* Q_s^i correspond au détachement des particules dû à des Transformations Tribologiques Superficielles (TTS), qui conduisent à la formation d'un troisième corps naturel.
- Le *débit source externe* Q_s^e est relatif à l'introduction d'un troisième corps artificiel (lubrifiant par exemple). Dans notre étude, ce débit n'existe pas.
- Le *débit interne* Q_i est le débit de troisième corps qui est piégé dans le contact et qui circule entre les premiers corps.
- Le *débit externe* Q_e correspondant à l'éjection du troisième corps hors du contact. Ce débit est divisé en un débit de recirculation Q_r et en un débit d'usure Q_w .
- Le *débit de recirculation* Q_r résulte du recyclage des particules après passage temporaire hors du contact.
- Le *débit d'usure* Q_w est composé du troisième corps éjecté hors du contact. Dans ce cas, le troisième corps ne participe plus à l'accommodation des vitesses : ce sont les particules d'usure.

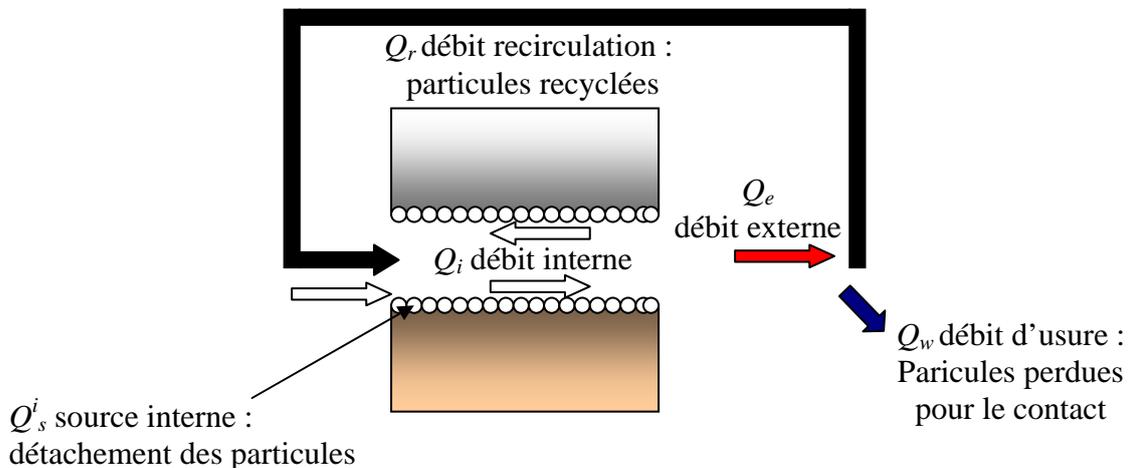


Figure 3.34 : Circuit tribologique d'un contact [Berthier, 1988].

V. SYNTHÈSE

Un dispositif tribologique entraîné par pot vibrant a été mis au point pour simuler les phénomènes de fretting. La spécificité de cette machine réside dans son fonctionnement à débattements libres. Le débattement consigne δ_c (débattement initial) est choisi en faisant vibrer le pot sans que l'échantillon et le frotteur soient en contact. Le débattement réel mesuré δ pendant l'essai sous charge est systématiquement inférieur à l'amplitude du débattement consigne δ_c , et est couplé à l'effort de frottement Q .

Ce mode de fonctionnement met en évidence les phénomènes de grippage et une cinétique particulière d'usure. En effet, en raison de son fonctionnement libre en déplacement, trois types de régime de fonctionnement ont été identifiés : le régime de glissement total; le régime de grippage et le régime de grippage différé.

Deux approches conceptuelles ont été décrites : l'approche thermodynamique de l'adhésion et l'approche 3^e corps avec les notions du triplet tribologique et de circuit tribologique. Ces outils d'analyses vont servir d'appui aux interprétations des résultats tribologiques obtenus aux chapitres suivants.

L'objectif des chapitres suivants est d'étudier le comportement tribologique des différents matériaux présentés au chapitre 2 en contact avec un alliage de titane grâce à ce dispositif de fretting. Un accent sera mis sur les conditions d'apparition du grippage et sur les mécanismes d'usure particulière et la formation du troisième corps.

BIBLIOGRAPHIE

- Berthier Y.**, *Mécanismes et tribologie*, Thèse d'état ès sciences, INSA de Lyon, n° 88ISAL0050, (1988) 156 p.
- Bill R.C.**, Review of Factors That Influence Fretting Wear, *Materials Evaluation Under Fretting Conditions*, ASTM STP 780, American Society for Testing and Materials, (1982), pp. 165-162.
- Comet T., Poupon V.**, *Conception d'un banc d'essai de fretting*, Projet de fin d'études de l'ENI de Tarbes, 1998, 33 p.
- Cortez R., Mall S., Calcaterra J.R.**, Investigation of variable amplitude loading on fretting fatigue behavior of Ti-6Al-4V, *International Journal of Fatigue*, 21 (1999), pp. 709 - 717.
- Denape J. Berthier Y., Vincent L.**, Wear particle life in a sliding contact under dry conditions: thirds body approach, B. Bhushan (ed), *Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap Between the Macro and Micro/Nanoscales*, Kluwer Academic Publishers, (2001), pp. 393-411.
- Descartes S., Desrayaud C., Niccolini E., Berthier Y.**, Presence and role of the third body in a wheel-rail contact, *Wear* 258 (2005), pp. 1081 - 1090.
- Dupré A.**, *Théorie Mécanique de la chaleur*, Gauthier Vilars, Paris, 369 (1869).
- Fouvry S.**, Shake down analysis and fretting wear response under gross slip condition, *Wear* 251, (2001), pp. 1320 - 1231.
- Fouvry S.**, *Etude quantitative des dégradations en fretting*, Thèse Ecole Centrale de Lyon, N° 97-04 (1997).
- Fowkes F. M.**, *J. adhes. Sci. Technol.*, 1 (1), 7 (1987).
- Georges J. M.**, *Frottement, usure et lubrification*, Editions Eyrolles, CNRS Editions, (2000).
- Godet M.**, The third body approach, a mechanical view of wear, *Wear*, 100 (1984), pp. 437 - 325.
- Hertz H.**, Ueber die Beruehrung fester elastischer Koerper, *Journal fuer die reine und angewandante Mathematik*, 92 (1882), pp. 156 - 171.
- Intelligent Instrumentation**, *Visual designer - Reference Manual* (version 4.0), A Burr-Brown compagny, (1995).
- Koenen A., Virmoux Ph., Gras R., Blouet J., Dewulf J.M., De Monicault J.M.**, A machine for fretting-fatigue and fretting-wear testing in cryotechnical and normal environment, *Wear* 197 (1996), pp. 192 - 196.
- Kwok D. Y., Neumann A. W.**, *Coll. Surf.*, A 161 (2000), pp. 31- 48.
- Lee Hyukjae, Mall Shankar**, Investigation into effects and interaction of various fretting fatigue variables under slip-controlled mode, *Tribology International* 39, (2006), pp. 1213 - 1219.
- Lewis G. N.**, *The Chemical Catalog Co*, New York (1923).
- Marui E., Endo H., Hasegawa N., Mizuno N.**, Prototype fretting wear testing machine and some experimental results, *Wear*, 214, (1998), pp. 221 - 229.
- Mindlin R.D.**, Compliance of elastic bodies in contact, *Trans. ASME, Series E, Journal of Applied Mechanics*, 16 (1949), pp. 259 - 268.
- Miyoshi K., Lerch B.A., Draper S.L.**, Fretting wear of Ti-48Al-2Cr-2Nb, *Tribology International*, 36 (2003), pp. 145 - 153.
- Namjoshi S.A., Mall S.**, Fretting behaviour of Ti-6Al-4V under combined high cycle and low cycle fatigue loading, *International Journal of Fatigue*, 23 (2001), pp.S455 - S461.
- Owens D.K. and Wendt R.C.**, Estimation of the surface free energy of polymers, *Journal of Applied Polymer Science*, 13 (1969), pp. 1741-1747.
- Paulin C., Fouvry S., Deyber S.**, Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions, *Wear* 259, 1-6, (2005), pp. 292 - 299.
- Ramalho A., Celis J.-P.**, Fretting laboratory tests: Analysis of mechanical response of test rigs, *Tribology Letters*, Vol. 14, N° 3, (2003), pp. 187 - 196.

- Ramesh R., Gnanamoorthy**, Development of a fretting wear test rig and preliminary studies for understanding the fretting wear properties of steels, *Materials and Design*, 27 (2006), pp. 141 - 146.
- Sharma P.K., Hanumantha Rao K.** Analysis of different approaches for evaluation of surface energy of microbial cells by contact angle goniometry, *Advances in Colloid and Interface Science*, 98 (2002) pp. 341-463.
- Sharpe L. H., Schonhorn H.**, *Chem. Eng. News*, 15, 67 (1963).
- Van Oss C. J., Good R.J. and Chaudhury M. K.**, Additive and non additive surface tension components and the interpretation of contact angles, *Langmuir*, 4 (1988) pp. 884-891.
- Van Oss C. J., Good R.J. and Chaudhury M. K.**, *J. colloid. Inter. Sci.* 111 (1986) 378.
- Vingsbo O.B.**, Fretting and Contact Fatigue Studied with the Aid of Fretting Maps, *ASTM STP 1159*, eds. by M. Attia and R.B. Waterhouse (ASTM, Philadelphia, PA 1992), pp. 49.
- Wu S.**, *Polymer Interface and Adhesion*, Marcel Dekker, New York, (1982).
- Yantio Njankeu G.R., J. -Y. Paris, J. Denape, L. Pichon, J.-P. Riviere**, Study of seizure of coated and treated titanium alloy under fretting conditions, *Tribology International*, 39 (2006), pp. 1052 - 1059.
- Yantio Njankeu G.R., J. -Y. Paris, J. Denape**, Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement, *Wear*, (2007), A paraître.
- Young T.**, *Phil. Trans. R. Soc.*, 95, 65 (1805).
- Zisman A.W., Fox H. W.**, *Journal of Colloids Science*, 7 (1952), pp. 109.

CHAPITRE IV

ETUDE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE

I. CRITERES D'ANALYSE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE.....	107
I.1 Critères de glissement.....	107
I.1.1 Distance totale parcourue.....	107
I.1.2 Coefficient de frottement.....	107
I.2 Paramètres de grippage.....	108
II. COMPORTEMENT DU Ti-6Al-4V ET DES CUPRONICKELS.....	110
II.1 Comportement du Ti-6Al-4V.....	110
II.1.1 Influence de la charge normale et du débattement consigne.....	110
II.1.2 Influence du grenailage du pion.....	112
II.2 Comportement des cupronickels.....	115
II.2.1 Influence de la charge normale et du débattement consigne.....	115
II.2.2 Influence du grenailage du pion.....	118
II.3 Cartes de sollicitation locale.....	119
III. COMPORTEMENT DE QUELQUES REVETEMENTS ET TRAITEMENTS.....	121
III.1 Revêtements céramiques.....	133
III.1.1 Les revêtements durs.....	121
III.1.2 Les magnétites.....	122
III.2 Les traitements de nitruration.....	124
III.2.1 Effet des conditions d'implantation d'ions.....	124
III.2.2 Optimisation de la nitruration.....	125
III.3 Traitements combinés.....	126
III.4 Revêtements composites NiP-talc.....	129
IV. ANALYSES DES RESULTATS.....	131
IV.1 Incertitudes de mesure.....	131
IV.1.1 Incertitude sur la distance totale de glissement.....	131
IV.1.2 Analyse de l'incertitude sur le coefficient de frottement.....	132
IV.2 Distance totale de glissement et coefficient de frottement.....	133
VI.3 Distance totale de glissement et travail d'adhésion	133
V. SYNTHÈSE.....	137
BIBLIOGRAPHIE.....	139

CHAPITRE IV

ETUDE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus en glissement et s'intéresse aux conditions du grippage au moyen des critères quantitatifs. Cette étude a conduit à l'établissement des nouvelles cartes de fretting mettant en évidence les effets de traitements mécaniques ou thermiques et des dépôts de revêtements sur les conditions de glissement et de grippage. Enfin, les analyses et les discussions sur les conditions d'apparition du grippage se sont focalisées sur une corrélation établie avec le travail d'adhésion de Dupré.

I. CRITERES D'ANALYSE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE

Dans cette première section, nous proposons de définir les critères quantitatifs qui nous serviront de base pour l'analyse du glissement et les conditions d'apparition de grippage des matériaux.

I.1 Critère de glissement

I.1.1 Distance totale parcourue

Compte tenu du fonctionnement du dispositif de fretting, l'ouverture du cycle δ_o évolue librement au cours du temps comme le débattement δ (figure 4.1). Pour un déplacement consigne δ_c donné et un nombre N de cycles identiques, la distance de glissement réelle peut s'avérer très différentes d'un couple de matériaux à un autre. La distance totale de glissement apparaît être un paramètre pertinent pour caractériser l'aptitude au glissement des couples de matériaux. Cette distance D_o est définie à partir du cumul sur N cycles des mesures des ouvertures de chaque cycle δ_{oi} :

$$D_o = 4 \sum_{i=0}^N \delta_{oi} \quad (4.1)$$

I.1.2 Coefficient de frottement

Tout comme en fretting à débattements imposés, la détermination du coefficient de frottement s'effectue en condition de glissement total. Le coefficient de frottement μ est défini par le rapport de la force tangentielle maximale Q_{\max} et de la charge normale appliquée P :

$$\mu = \frac{Q_{\max}}{P} \quad (4.2)$$

I.2 Paramètres de grippage

Au chapitre précédent, nous avons mis en évidence les phénomènes de grippage qui peuvent intervenir dès la mise en contact des matériaux ou être différés, c'est-à-dire survenir après une phase de glissement. Trois critères ont été retenus pour quantifier ce phénomène :

- *Critère en déplacement* : en tenant compte de la définition donnée par Williams [Williams, 1994], le grippage d'un couple de matériaux a lieu si l'amplitude de déplacement δ tend vers zéro, c'est-à-dire pour l'arrêt du mouvement relatif entre les deux pièces en contact.
- *Critère en nombre de cycles* : en étudiant l'influence de la charge normale sur l'amplitude de déplacement pour un déplacement consigne donné, certains essais montrent d'abord une diminution de l'amplitude de débattement suivi d'une chute marquée vers les faibles amplitudes (figure 4.1). Nous définissons alors le paramètre N_g qui correspond au nombre de cycles au saut en déplacement vers les faibles amplitudes. Ce paramètre représente le nombre de cycles avant grippage. Il décroît avec l'augmentation de la charge.

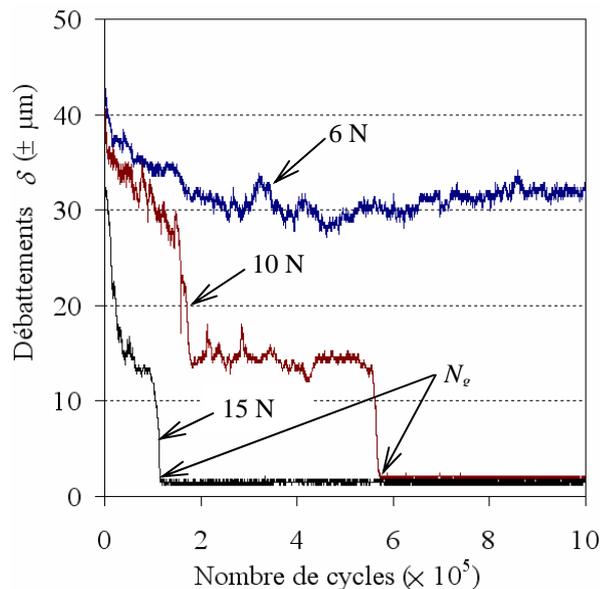


Figure 4.1 : Evolution du nombre de cycles au grippage N_g en fonction de la charge normale : cas du TA6V(NG)+CuNiIn+vernis frotté contre un pion en TA6V(NG) ($\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

- *Critère en force tangentielle* : une des conséquences du grippage est une forte élévation de l'effort tangentiel [Williams, 1994]. En raison du fonctionnement de notre dispositif, l'effort tangentiel est relié au débattement. Ainsi, une élévation de la force tangentielle engendre une chute du débattement vers les faibles amplitudes (figure 4.2). Nous pouvons ainsi représenter la force tangentielle au grippage notée Q_g correspondant à la valeur de la force tangentielle en fin de saut. Nous remarquons que Q_g est égal à la valeur de la force tangentielle seuil Q_s du dispositif et ce, quels que soient les couples de matériaux en contact (figure 4.3). Nous pouvons alors énoncer le critère suivant : pour un couple de matériau, il y aura grippage des matériaux lorsque $Q_g = Q_s$.

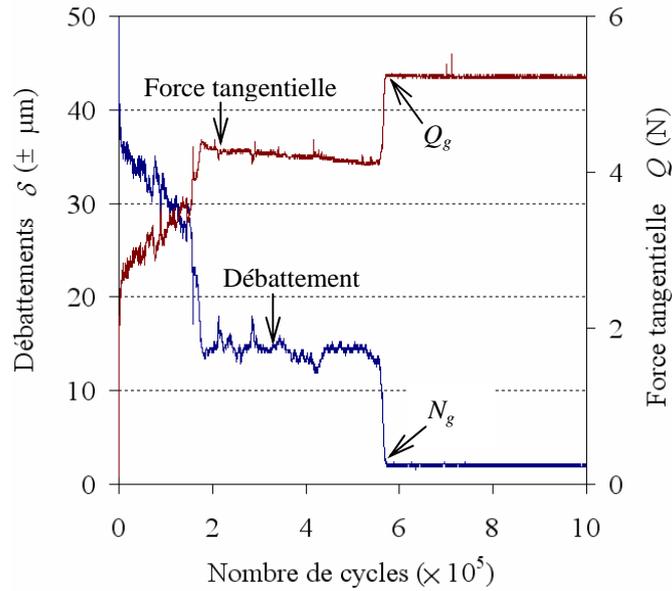


Figure 4.2 : Evolution du débattement et de la force tangentielle en fonction du nombre de cycles : cas du TA6V(NG)+CuNiIn+ vernis frotté contre un pion TA6V (NG) ($\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, 10 N, 100 Hz, 10^6 cycles).

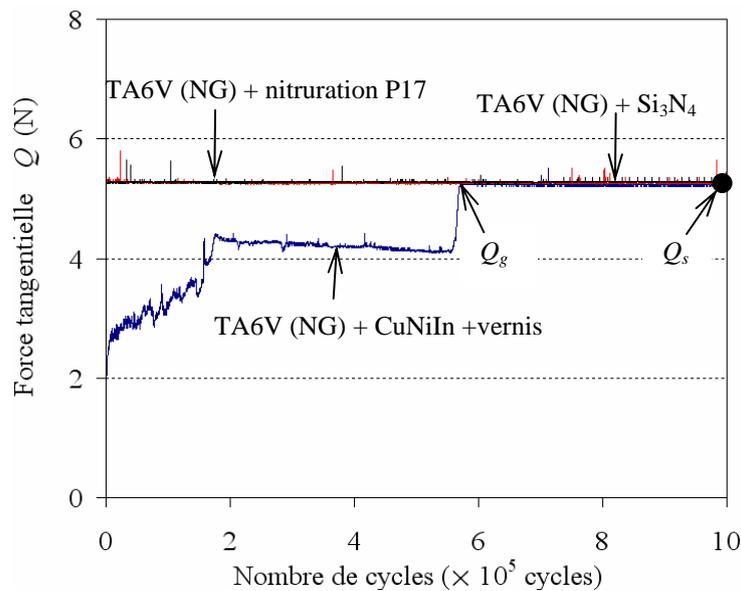


Figure 4.3 : Evolution de la force tangentielle en fonction du nombre de cycles ($P = 10 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$).

Ces trois critères sont interdépendants. En effet, le critère en nombre de cycles N_g et le critère en force tangentielle Q_g sont déterminés à partir de l'évolution du déplacement δ et sont donc liés à ce dernier. Nous proposons de trouver un critère global pour analyser les conditions de grippage. Il apparaît que la distance totale de glissement apparaît être un paramètre pertinent pour caractériser l'aptitude des matériaux à différer les phénomènes de grippage [Yantio *et al.*, 2006a ; Yantio *et al.*, 2006b]. Notons qu'il y a grippage lorsque les cycles de fretting sont maintenus fermés, c'est-à-dire lorsque $\delta_{oi} \approx 0$ pour tout cycle i soit lorsque la distance totale $D_o \approx 0$ (équation 4.1). En définitive, il advient que plus la distance totale de glissement est faible, plus les conditions d'apparition de grippage sont favorisées.

II. COMPORTEMENT DU Ti-6Al-4V ET DES REVETEMENTS CUPRONICKELS

Cette étude a été menée sur un frotteur en alliage de titane Ti-6Al-4V soit grenailé, soit non grenailé. Par la suite, par soucis de concision, l'alliage de titane Ti-6Al-4V grenailé sera noté TA6V (G) et celui non grenailé TA6V (NG).

II.1 Comportement du Ti-6Al-4V

Les conditions expérimentales étudiées sont rassemblées dans le tableau 4.1.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	2,5 – 4 – 6
	TA6V(G)	± 50	2,5 – 4 – 6 – 8 – 10
		± 75	2,5 – 4 – 6 – 8 – 10
		± 100	6 – 8 – 10

Tableau 4.1 : Conditions expérimentales étudiées du contact Ti-6Al-4V / Ti-6Al-4V (100 Hz, 10^6 cycles, air du laboratoire).

II.1.1 Influence de la charge normale et du débattement consigne

En contact contre un pion Ti-6Al-4V grenailé, la charge normale influe sur la période glissement et donc sur les conditions de grippage. On constate logiquement que la distance de glissement D_o diminue avec l'augmentation de la charge normale pour un débattement consigne donné et croît avec l'augmentation de ce débattement consigne δ_c (figure 4.4). Comme le débattement consigne est directement lié à l'énergie initialement transmise dans le contact, une augmentation de l'amplitude de débattement consigne engendre une élévation de la distance de glissement pour une condition de charge donnée.

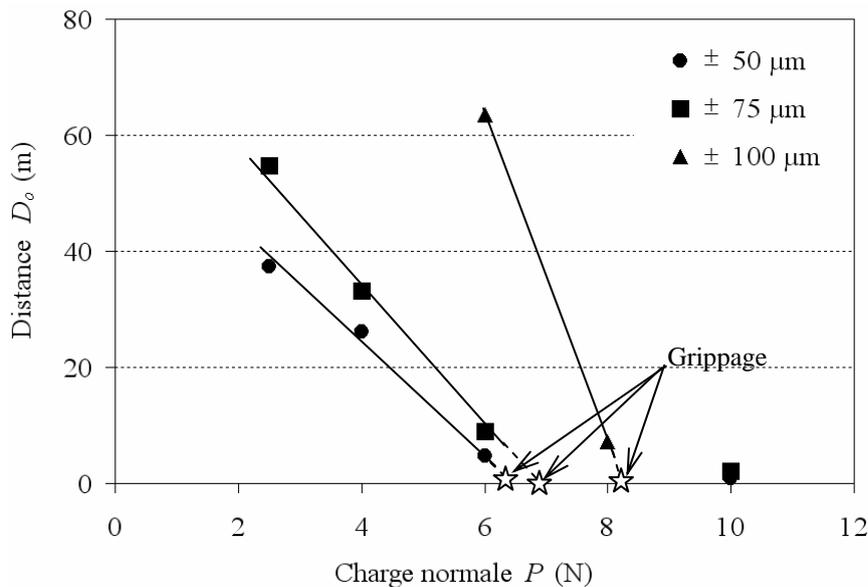


Figure 4.4 : Evolution de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P (pion grenailé, 100 Hz, 10^6 cycles).

La condition d'apparition du grippage est mise en évidence en extrapolant la charge normale critique P_c pour une distance de glissement nulle. Les charges critiques P_c (points théoriques) sont respectivement de 6,6 N, 6,9 N et 8,5 N pour des amplitudes de débattement consigne de $\pm 50 \mu\text{m}$, $\pm 75 \mu\text{m}$ et de $\pm 100 \mu\text{m}$ (tableau 4.2). Nous notons que ces charges critiques augmentent logiquement avec le débattement consigne.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Seuils de grippage P_c (N)
TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	6,4
		± 75	6,9
		± 100	8,5

Tableau 4.2 : Seuils de grippage du Ti-6Al-4V (100 Hz, 10^6 cycles).

Les charges critiques déterminées plus haut ont été vérifiées expérimentalement en effectuant trois essais supplémentaires respectivement à 6,4 N, $\pm 50 \mu\text{m}$, 7 N, $\pm 75 \mu\text{m}$ et 8,5 N, $\pm 100 \mu\text{m}$. Pour ces conditions, les bûches de fretting montrent des cycles de fretting constamment fermés caractéristiques du grippage (figure 4.5). Les ouvertures de cycle observées au tout début des essais pour des conditions 7 N à $\pm 75 \mu\text{m}$ d'une part et de 8,5 N à $\pm 100 \mu\text{m}$ d'autre part, peuvent être attribuées au frottement initial sur des écrans de contaminants avant établissant des contacts réels. A cette remarque près, nous pouvons donc dire que les seuils de grippage déterminés par extrapolation sont valides.

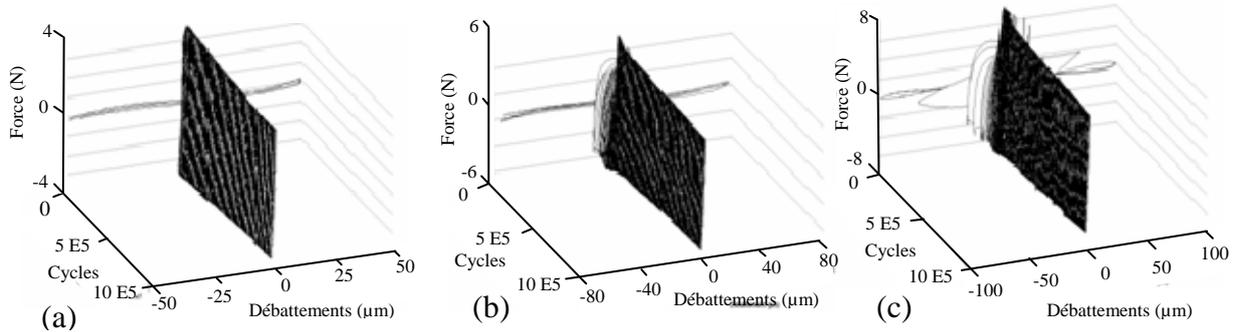


Figure 4.5 : Bûches de fretting au grippage : (a) $P = 6,4 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$; (b) $P = 7 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$ et (c) $P = 8,5 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 100 \mu\text{m}$.

L'augmentation de la charge a tendance à diminuer le rapport Q/P (figure 4.6). Lorsque $P < P_c$ (charge critique au grippage), le contact est en glissement : le rapport Q/P est assimilé au coefficient de frottement μ . Par contre, si $P > P_c$, le contact est au grippage. Dans cette condition, on remarque le rapport $Q/P < \mu$. Ceci peut s'expliquer par le fait que la force tangentielle au grippage (7,3 N) pour un débattement de $\pm 75 \mu\text{m}$ est inférieure à la charge normale appliquée (10 N).

Dans la zone de glissement, le coefficient de frottement est compris entre 0,7 et 0,9. Fridrici *et al.* [Fridrici *et al.*, 2001] dans une machine fonctionnant à débattements imposés trouvent un coefficient de frottement autour de 1. Les écarts entre nos valeurs et ceux de ces auteurs peuvent s'expliquer par le fait que la géométrie et les pressions du contact ne sont pas les mêmes.

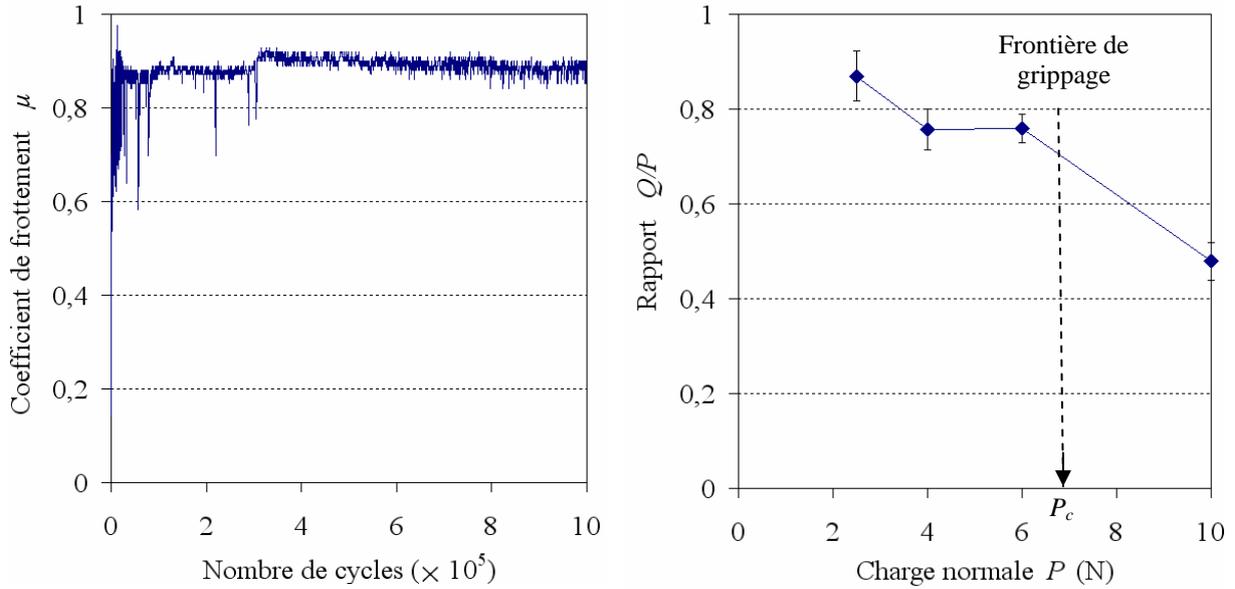


Figure 4.6 : comportement tribologique du contact TA6V(NG) contre un pion TA6V(G) :
 (a) Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ($P = 2,5 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$) et (b)
 influence du coefficient du rapport Q/P en fonction de la charge P ($\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$).

II.1.2 Influence du grenailage du pion

La figure 4.7 compare les bûches de fretting obtenues avec un pion grenailé et non grenailé pour la charge de 2,5 N. Des évolutions comparatives des cycles de fretting sont isolées à la figure 4.8. Une différence notable en glissement en termes d'ouverture de cycle est observée à partir des premiers cycles. Un frotteur non grenailé montre un glissement initial (premier cycle) plus élevé que le frotteur grenailé. Cependant, le glissement du frotteur non grenailé diminue alors que celui du frotteur grenailé augmente avec le nombre de cycles. Les amplitudes de glissement deviennent comparables à 5000 cycles. La tendance se confirme ensuite et en fin d'essai (10^6 cycles), c'est le frotteur grenailé qui montre la plus grande amplitude de glissement.

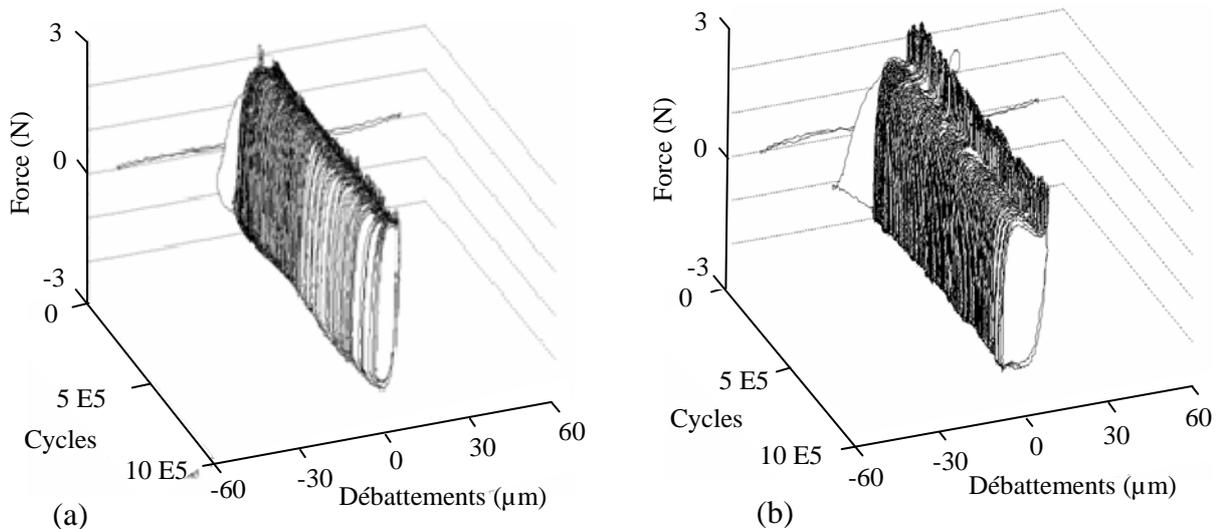


Figure 4.7: Bûches de fretting ($P = 2,5 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$) : (a) pion non grenailé et (b) pion grenailé.

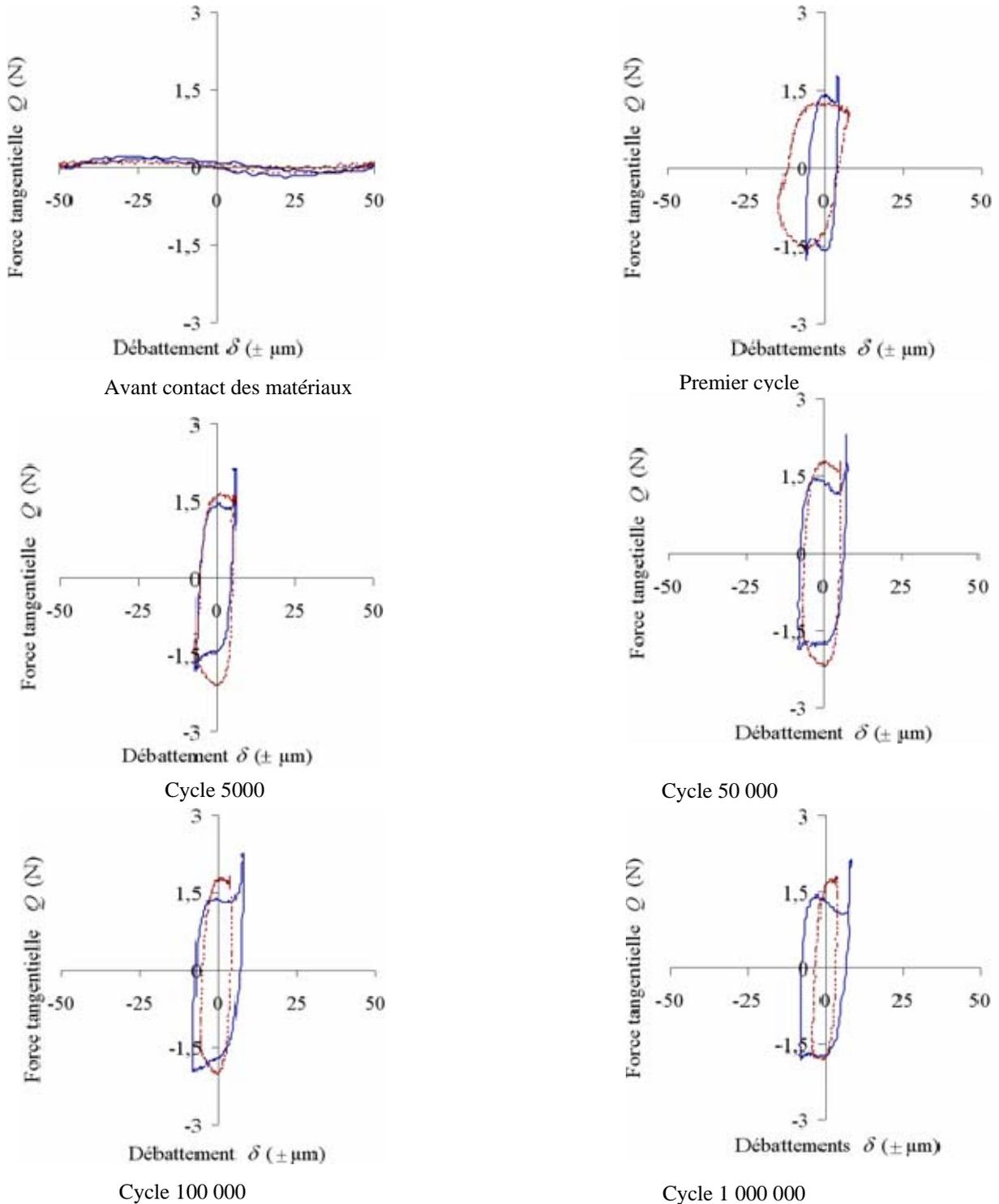


Figure 4.8 : Evolution et comparaison des cycles de fretting en cours d'essai ($P = 2,5 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$) : trait interrompu fin : pion non grenailé ; trait plein : pion grenailé.

La figure 4.9 illustre l'effet du grenailage sur les conditions glissement du Ti-6Al-4V dans la gamme de chargement étudiée. Une augmentation de la distance totale de glissement est observée pour le couple comprenant le pion grenailé. La charge critique au grippage déterminée (point extrapolé) est respectivement de 4,3 N et 6,4 N pour le frotteur non grenailé et le frotteur grenailé. Il ressort que le grenailage à un effet bénéfique sur le glissement et donc sur les conditions de grippage en décalant le seuil du grippage vers les plus hautes valeurs de charge critique dans une proportion de 50 % (tableau 4.3).

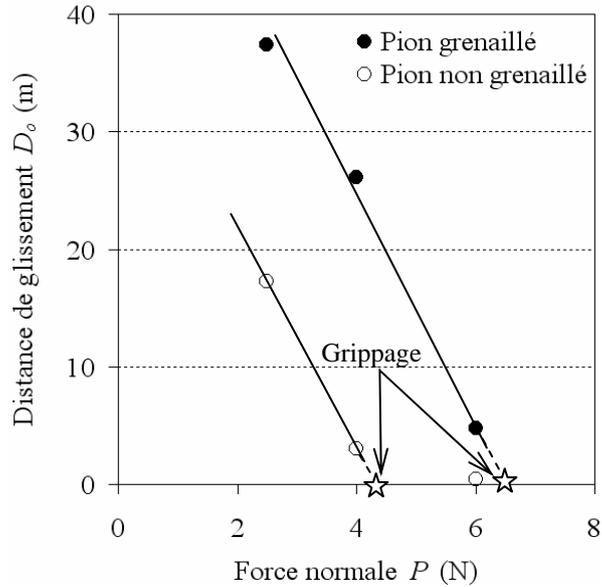


Figure 4.9 : Evolution de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P ($\delta_c = \pm 50 \mu m$, 100 Hz , 10^6 cycles).

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Seuils de grippage P_c (N)
TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	4,3
		± 50	6,4

Tableau 4.3: Influence du grenailage du frotteur sur le seuil du grippage du Ti-6Al-4V.

L'évolution du coefficient du frottement avec ou sans grenailage du pion sont comparables (figure 4.10). La rugosité générée par le grenailage est rapidement éliminée et le comportement tribologique des deux contacts est alors identique. Le coefficient de frottement moyen est de $0,75 \pm 0,03$ pour un débattement de $\pm 50 \mu m$ et une charge normale de 2,5 N. Fridrici *et al.* [Fridrici *et al.*, 2001] arrivent à la même conclusion en analysant un couple identique sur une machine à débattements imposés.

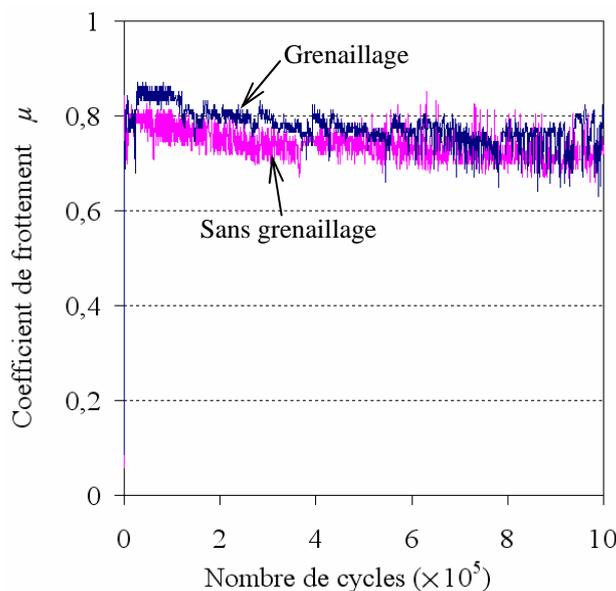


Figure 4.10 : Influence du grenailage du pion sur le coefficient de frottement ($P = 2,5 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu m$, 100 Hz , 10^6 cycles , Echantillon TA6V (NG)).

II.2 Comportement des cupronickels

Dans cette partie, le but est d'analyser l'influence du revêtement CuNiSi ainsi que du revêtement CuNiIn avec ou sans le vernis de glissement sur le glissement et les conditions d'apparition du grippage du Ti-6Al-4V. Les conditions expérimentales sont rassemblées dans le tableau 4.4.

II.2.1 Influence de la charge normale et du débattement consigne

Les bûches de fretting confirment que la capacité de glissement des cupronickels diminue avec l'augmentation de la charge normale (figure 4.11). Cependant, les premiers cycles des revêtements CuNiSi et CuNiIn présentent un faible glissement et ce, quelle que soit la charge normale appliquée. De plus, à forte charge (10 N), ces revêtements maintiennent le glissement après un certain nombre de cycles fermés (glissement différé). L'apport du vernis de glissement sur le CuNiIn améliore le glissement à 6 N mais maintient également le glissement dès les premiers cycles à 10 N.

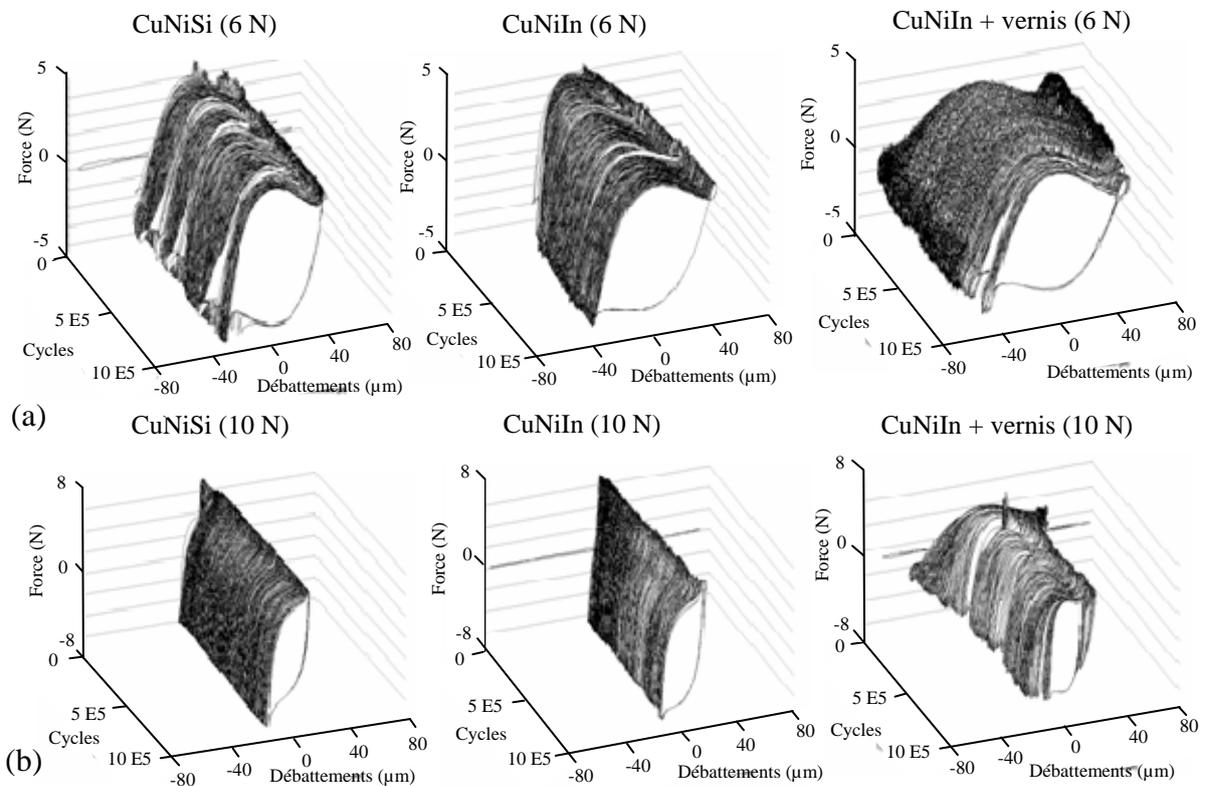


Figure 4.11: Exemples de bûches de fretting obtenus pour des cupronickels étudiés à un débattement consigne $\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$ (100 Hz, 10^6 cycles, pion Ti6Al4V grenailé) : (a) 6 N ; (b) 10 N.

La figure 4.12 rassemble les distances de glissement obtenues en fonction de la charge et du débattement consigne. A titre d'exemple, pour un débattement consigne $\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$ sous 6 N, les revêtements CuNiSi et CuNiIn (figure 4.13) présentent des distances de glissement proches respectivement 104 m et 94 m à comparer au 8 m mesurés dans les mêmes conditions sur un échantillon non revêtu (figure 4.4). Cette distance est fortement augmentée lorsque le revêtement CuNiIn est recouvert d'un vernis de glissement. A ce débattement consigne, la charge normale critique au grippage des revêtements CuNiSi, CuNiIn, et de l'association CuNiIn+verniss de glissement est respectivement de 11,8 N, 11 N, et 20,6 N (tableau 4.5). Ce seuil de grippage croît avec le débattement consigne.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
CuNiSi sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	5 – 6 – 10 – 15
	TA6V(G)	± 50	6
		± 75	6 – 10
CuNiIn sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6 – 10 – 15
	TA6V(G)	± 50	2,5 – 6
		± 75	6 – 10
CuNiIn+verniss sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6 – 10 – 15
	TA6V(G)	± 50	6 – 10
		± 75	6 – 10
		± 100	10 – 15

Tableau 4.4 : Conditions expérimentales étudiées sur des revêtements cupronickels (100 Hz, 10^6 cycles, air du laboratoire).

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Seuils de grippage P_c (N)
CuNiSi sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	9,5
		± 75	11,8
		± 100	15,8
CuNiIn sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	9
		± 75	11
		± 100	15
CuNiSi sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	12
		± 75	20,6
		± 100	102,2

Tableau 4.5 : Seuils de grippage en (N) des cupronickels (100 Hz, 10^6 cycles).

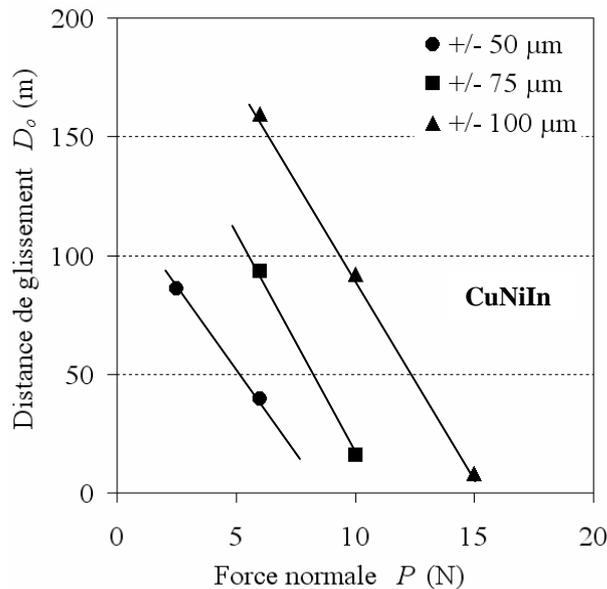


Figure 4.12 : Evolution de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P pour différents débattements consignés (100 Hz, 10^6 cycles). Cas du TA6V(NG)+CuNiIn face à un pion TA6V(G).

La figure 4.14a présente les évolutions typiques des coefficients de frottement du revêtement CuNiSi et du revêtement CuNiIn avec ou sans le vernis de glissement. Les revêtements CuNiSi et CuNiIn présentent des coefficients de frottement moyens comparables (figure 4.14b). Ce coefficient de frottement moyen se trouve fortement diminué en présence du vernis. Pour une charge normale de 6 N, le coefficient de frottement moyen des revêtements CuNiSi, CuNiIn et de l'association CuNiIn+vernis de glissement est respectivement de $0,63 \pm 0,03$, $0,65 \pm 0,03$, et $0,42 \pm 0,06$. Ces valeurs sont comparables à celles des travaux de Paulin [Paulin, 2006] qui pour un même couple de matériaux étudiés mais sur un dispositif à débattements imposés, trouve des coefficients de frottement du revêtement CuNiIn compris entre 0,7 et 0,8 et un coefficient de frottement de l'ordre de 0,4 pour l'association CuNiIn+vernis de glissement. Cependant, Fridrici *et al.* [Fridrici *et al.*, 2003] trouvent un coefficient de frottement de $0,9 \pm 0,1$ pour le revêtement CuNiIn. Les différences de géométrie et de pression du contact appliquées dans leur étude peuvent expliquer cet écart.

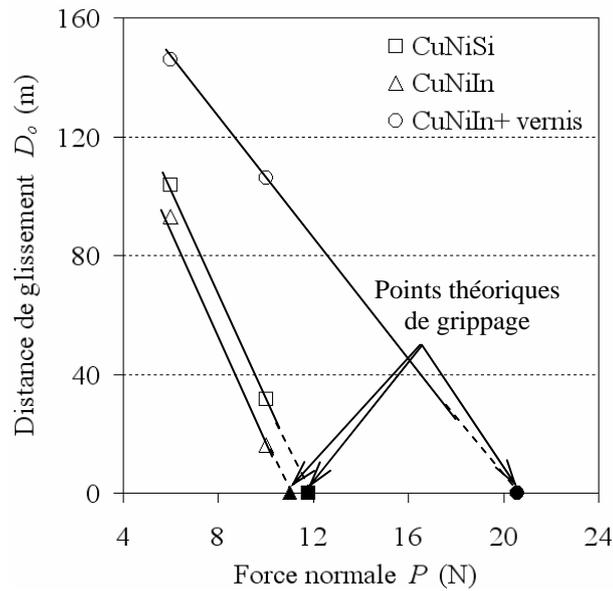


Figure 4.13: Evolution de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P pour un débattement consigne $\delta_c = \pm 75$ m.

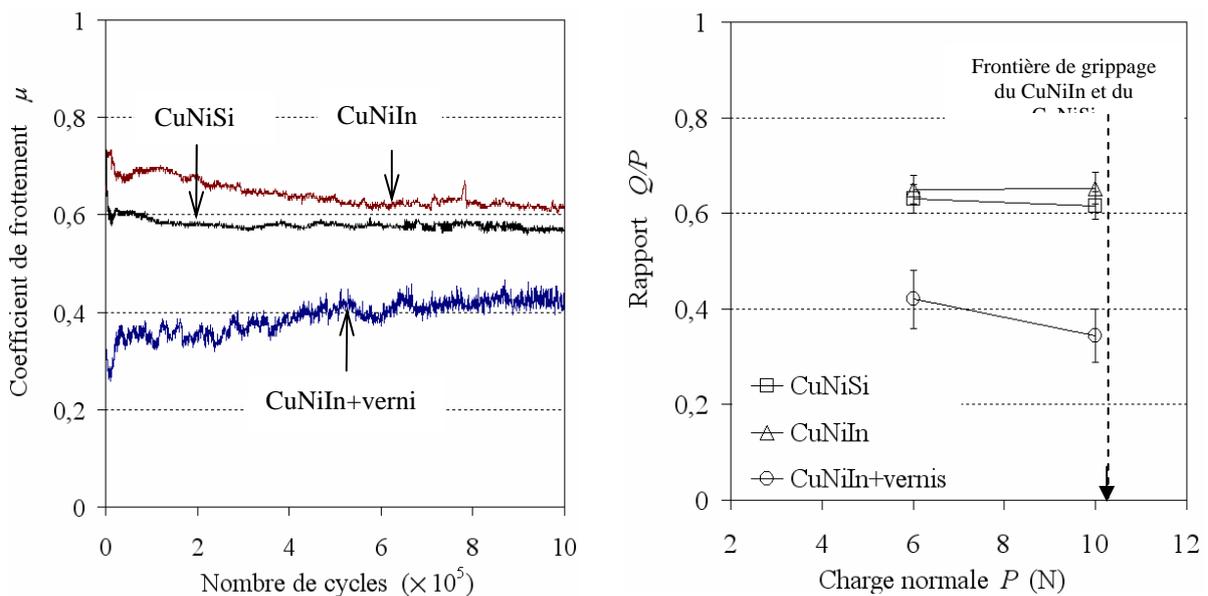


Figure 4.14 : (a) Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ($P = 6$ N, $\delta_c = \pm 50$ μm , 10^6 cycles) et (b) rapport Q/P en fonction de la charge P ($\delta_c = \pm 75$ μm , 10^6 cycles).

II.2.2 Influence du grenailage du pion

La comparaison avec les résultats précédents faite sur le CuNiSi et le CuNiIn montrent que le grenailage de l'antagoniste engendre une augmentation de la distance totale de glissement et donc une augmentation du seuil de grippage (figures 4.15a et 4.15b). Nous pouvons donc dire que le grenailage a un apport bénéfique sur les conditions de grippage du CuNiSi et du CuNiIn. Cependant, aucune influence perceptible du grenailage n'est observée sur le revêtement recouvert d'un vernis de glissement (figure 4.15c).

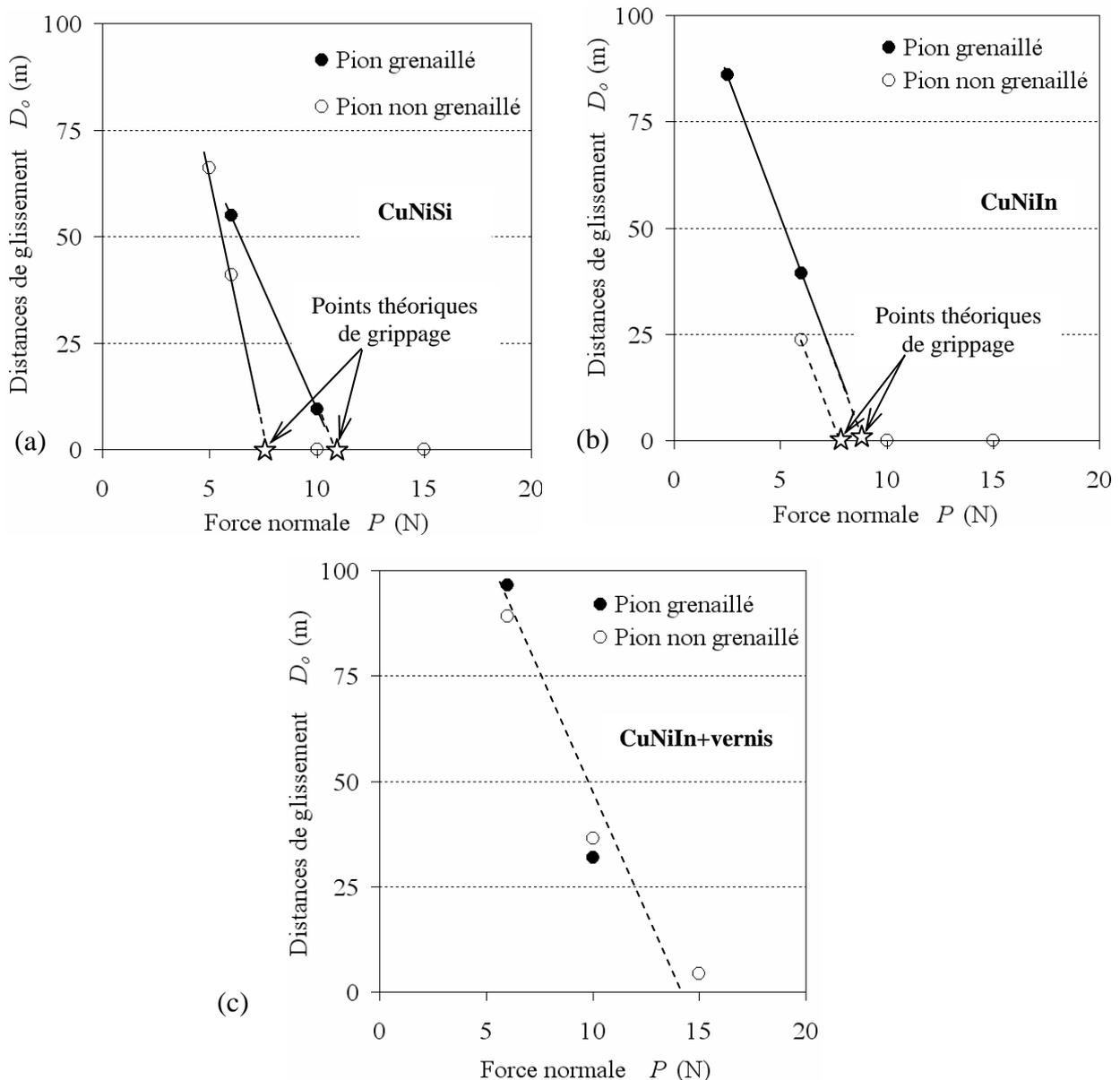


Figure 4.15 : Etude comparative de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P ($\pm 50 \mu\text{m}$, 100 Hz , 10^6 cycles). (a) cas du CuNiSi, (b) cas du CuNiIn et (c) cas du CuNiIn+vernis de glissement.

Les différentes évolutions du coefficient de frottement obtenues avec ou sans grenailage du pion sont comparables (figure 4.16). Les écarts obtenus peuvent provenir des incertitudes de mesure. Il en résulte que le grenailage du contre corps n'a que peu d'influence sur le coefficient de frottement.

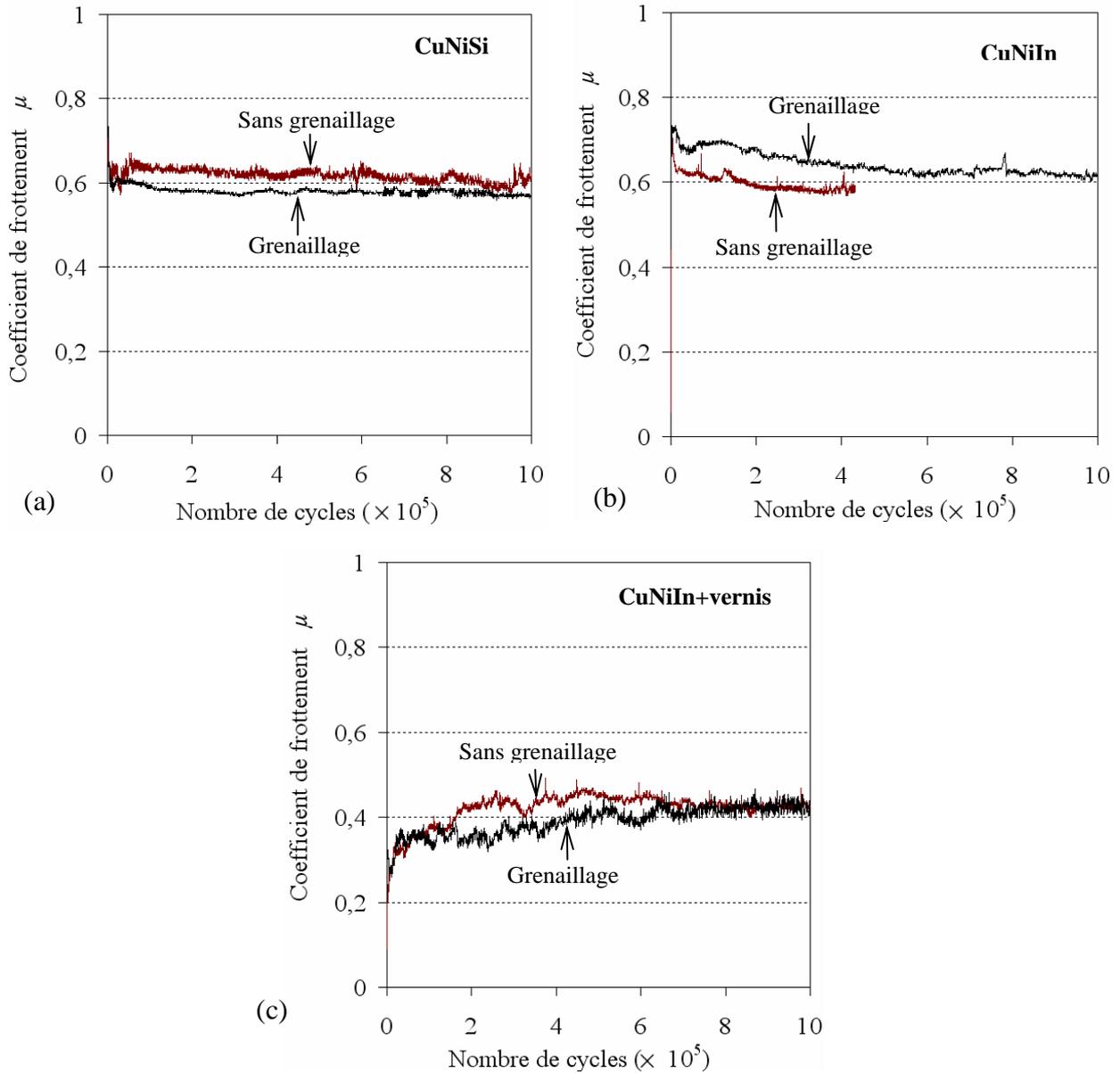


Figure 4.16 : Influence du grenailage du pion sur le coefficient de frottement : ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$)
 (a) cas du CuNiIn, (b) CuNiIn+vernis et (c) CuNiSi.

II.3 Cartes de sollicitation locale

La condition d'apparition grippage a été mise en évidence en extrapolant la charge normale critique P_c pour une distance de glissement nulle. Des cartes de fretting peuvent ainsi être réalisées en délimitant la zone du grippage et la zone de glissement à partir des points correspondants aux charges critiques pour différentes amplitudes de débattement consignés dans un diagramme charge – débattement (figure 4.17) comme le proposent certains auteurs [Vincent *et al.*, 1992 ; Zhou *et al.*, 2006]. Cette frontière est indépendante du nombre de cycles.

La frontière du grippage peut également être représentée dans un diagramme pression – énergie où l'axe de pression représente la pression initiale de contact (pression de Hertz) et l'axe des abscisses représente l'énergie au grippage pour un couple de matériaux. Les pressions de Hertz P_o correspondent aux charges normales critiques au grippage. L'énergie est définie par :

$$E_G = 4Q_g \delta_g \quad (4.4)$$

Où Q_g représente la force tangentielle au grippage en newtons et δ_g le déplacement correspondant à la déformation du contact en micromètres. Nous remarquons que les deux représentations ne modifient pas la position des frontières grippage / glissement des matériaux (figure 4.18).

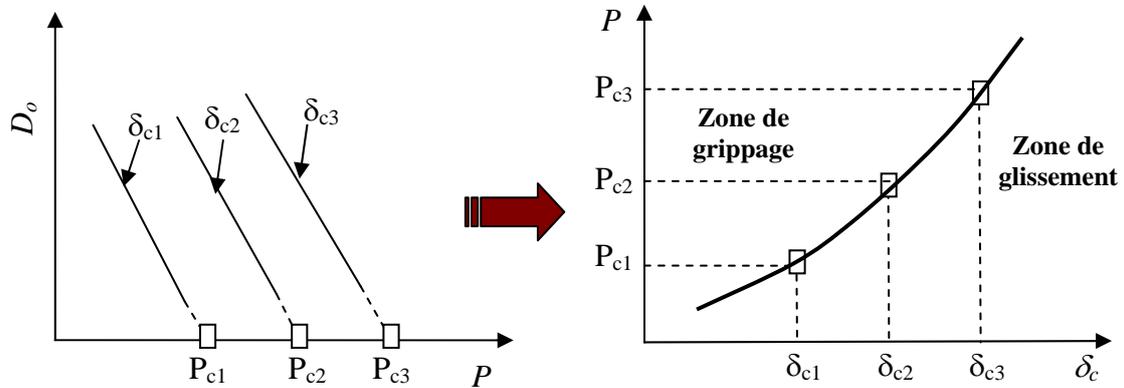


Figure 4.17 : Mise en évidence d'une carte de sollicitation locale à partir des charges normales critiques.

Une superposition des cartes de fretting du Ti-6Al-4V, du CuNiSi, du CuNiIn avec ou sans le vernis de glissement obtenues avec un pion grenailé montre que le Ti-6Al-4V, déjà connu pour sa grande sensibilité au grippage [Lütjering & Williams, 2003], présente logiquement une zone de grippage plus étendue que les autres matériaux et donc une zone de glissement petite. Cette zone de grippage est réduite par la présence des revêtements CuNiSi et CuNiIn. Ces deux revêtements présentent une frontière de grippage très proche. La présence du vernis de glissement réduit encore fortement cette zone de grippage en déplaçant la frontière grippage - glissement vers la gauche de la carte de fretting (zone de faibles débattements ou de faibles énergies) comme il a été démontré dans des travaux antérieurs [Xu *et al.*, 2003].

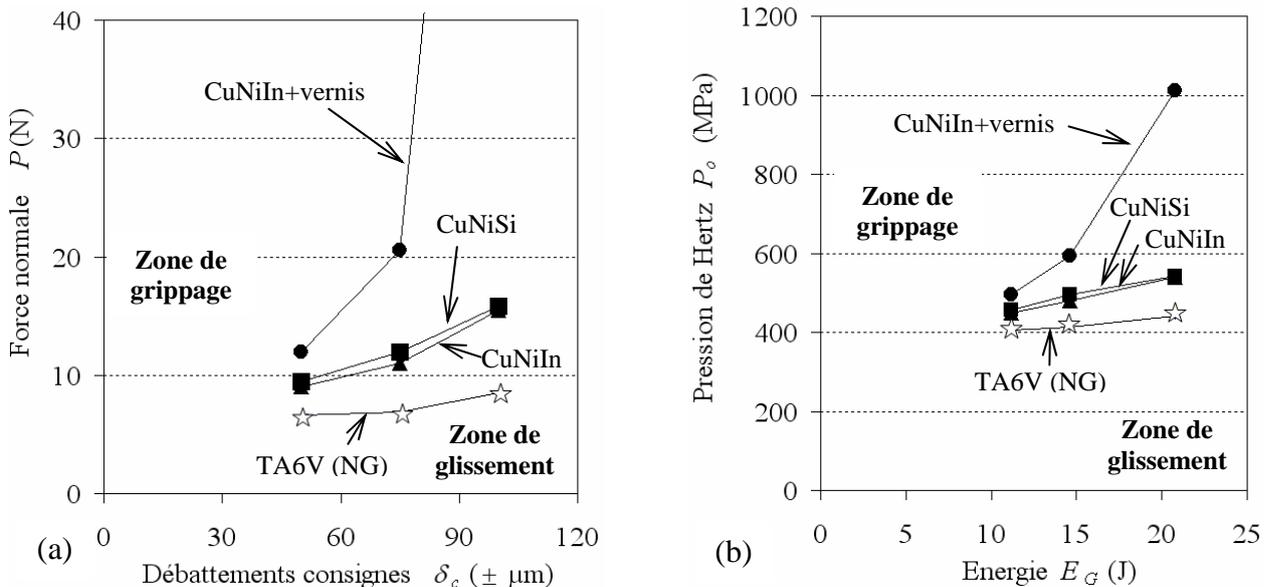


Figure 4.18 : Frontière de grippage / glissement de quelques matériaux étudiés obtenue avec un pion grenailé :
 (a) représentation dans un diagramme force – déplacement;
 (b) représentation dans un diagramme pression – énergie.

III. COMPORTEMENT DE QUELQUES REVÊTEMENTS ET TRAITEMENTS

Nous allons étudier l'apport de quelques revêtements et traitements dans les conditions de grippage du Ti-6Al-4V: revêtements céramiques (carbone amorphe, nitrures de silicium et magnétites), traitements de nitruration, et traitements combinés (nitruration+revêtements céramiques).

III.1 Revêtements céramiques

Les conditions expérimentales étudiées sont rassemblées dans le tableau 4.6.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
DLC sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6 – 10 – 15
Si_3N_4 sur substrat TA6V(NG)		± 50	6 – 10 – 15
Si_xN_y sur substrat TA6V(NG)		± 50	6 – 10 – 15
DLC sur substrat TA6V(NG)		± 50	6 – 10 – 15
Fe_3O_4 (0,5 Pa) sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	6
Fe_3O_4 (0,5 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	6
Fe_3O_4 (0,5 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(G)	TA6V(G)	± 50	6
		± 75	10
		± 100	15
Fe_3O_4 (2 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(G)	TA6V(G)	± 50	6
		± 75	10
		± 100	15

Tableau 4.6 : Conditions expérimentales étudiées sur des revêtements céramiques (100 Hz, 10^6 cycles, air du laboratoire).

III.1.1 Les revêtements durs

Les revêtements étudiés dans cette campagne sont les carbones amorphes (DLC) et les nitrures de silicium (Si_3N_4 et Si_xN_y).

A 6 N, la distance de glissement la plus élevée est obtenue avec le DLC suivi du Si_xN_y (tableau 4.7). Le nitrure de silicium Si_3N_4 présente une distance de glissement nettement plus basse que celle du Si_xN_y . A plus forte charge, les écarts se resserrent en raison de la proximité des conditions de grippage.

Des évolutions typiques du coefficient de frottement du revêtement DLC et des nitrures de silicium sont présentées dans la figure 4.19. Les nitrures de silicium présentent une évolution similaire. Pour le revêtement DLC, l'évolution du coefficient de frottement est

erratique avec des phases de croissance et de décroissance périodiques pendant toute la durée des essais. Sous 6 N, les coefficients de frottement moyens sont compris entre 0,6 et 0,8.

Echantillon (disque)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance totale de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
DLC	± 50	6	18,5	$0,65 \pm 0,04$
		10	0,07	-
		15	0,05	-
Si_3N_4	± 50	6	8	$0,72 \pm 0,02$
		10	0,01	-
		15	0,009	-
Si_xN_y	± 50	6	14	$0,69 \pm 0,01$
		10	0,014	-
		15	0,012	-

Tableau 4.7 : Distances de glissement D_o (m) en fonction de la charge normale P (N) et coefficients de frottement de quelques céramiques étudiées avec un frotteur non grenailé ($\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles).

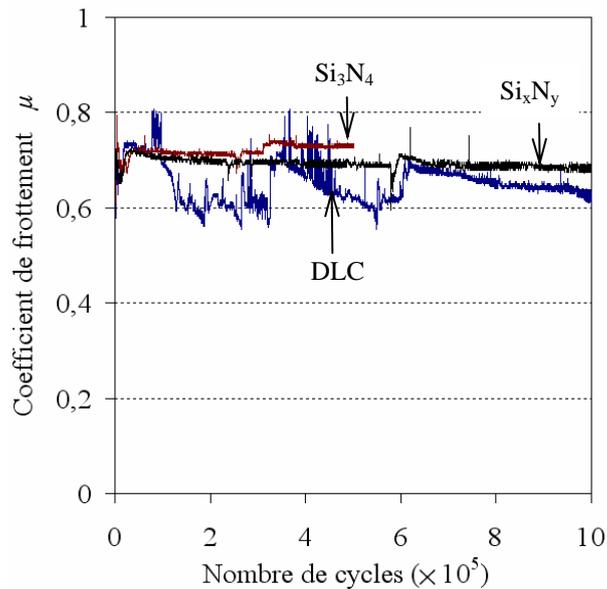


Figure 4.19 : Evolutions des coefficients de frottement des revêtements durs ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, 100 Hz).

III.1.2 Les magnétites

Les différentes magnétites présentent des premiers cycles quasi identiques (figure 4.20). Cependant, celles élaborées sous une pression de 0,5 Pa présentent par la suite des cycles constants (cycles ouverts). En revanche, les magnétites élaborées sous une pression de 2 Pa présentent des ouvertures de cycle réduites et donc des capacités de glissement moindres.

Le traitement thermique a un effet bénéfique sur les magnétites élaborées sous une pression de 0,5 Pa : leur distance de glissement est augmentée (tableau 4.8). Cette distance est encore légèrement accrue pour les magnétites déposées sur un substrat grenailé. En revanche, l'augmentation de la pression d'élaboration (de 0,5 Pa à 2 Pa) conduit à une diminution de la distance de glissement. Sous forte charge (15 N), les écarts se resserrent. En définitive, le revêtement magnétite déposé sur un substrat grenailé et élaboré sous une pression de 0,5 Pa

et traité thermiquement à 400 °C améliore le glissement et donc les conditions du grippage du Ti-6Al-4V.

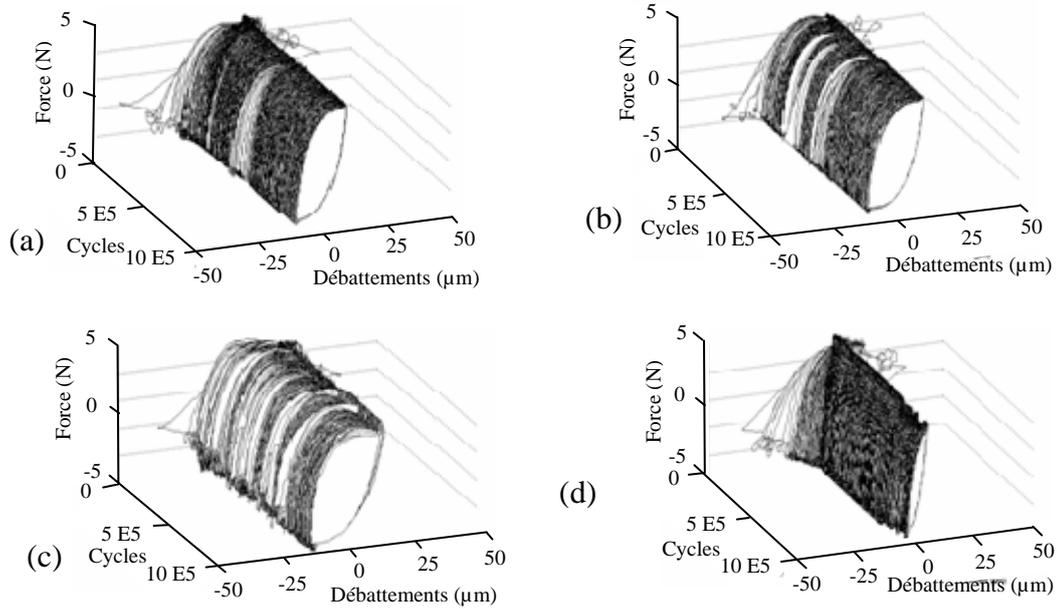


Figure 4.20 : Bûches de fretting de quelques magnétites étudiées ($P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles) :
 (a) cas du TA6V (NG)+ Fe_3O_4 (0,5 Pa); (b) cas du TA6V (NG)+ Fe_3O_4 (0,5 Pa-400°C) ;
 (c) cas du TA6V (G)+ Fe_3O_4 (0,5 Pa-400°C); (d) cas du TA6V (G)+ Fe_3O_4 (2 Pa-400°C).

Les coefficients de frottement des magnétites élaborées sous une pression de 0,5 Pa présentent une évolution comparable (figure 4.21) avec un coefficient de frottement légèrement inférieur à 0,7 sous 6 N (tableau 4.8). Le coefficient de frottement moyen de la magnétite élaborée sous une pression de 2 Pa se trouve autour d'une valeur inférieure à 0,78.

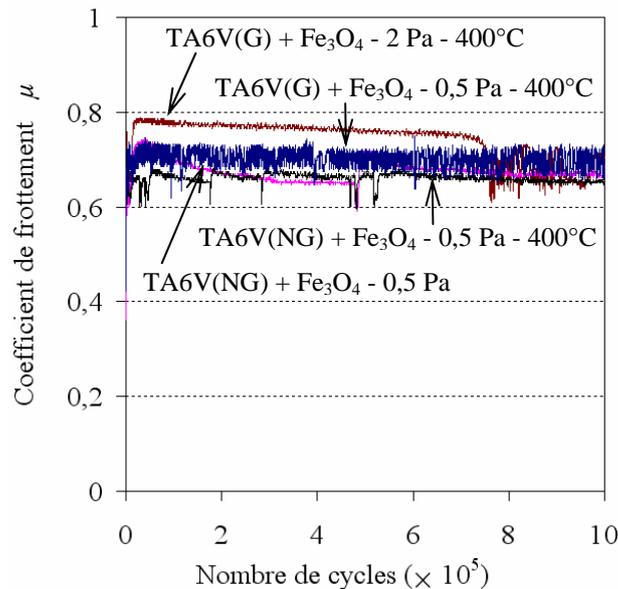


Figure 4.21 : Evolutions des coefficients de frottement des magnétites ($P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$).

Echantillon (disque)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance totale de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa) sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	25,2	$0,69 \pm 0,03$
Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	33	$0,66 \pm 0,01$
Fe ₃ O ₄ (0,5 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(G)	± 50	6	39	$0,70 \pm 0,02$
	± 75	10	14,9	$0,74 \pm 0,04$
	± 100	15	5	$0,70 \pm 0,02$
Fe ₃ O ₄ (2 Pa – 400°C) sur substrat TA6V(G)	± 50	6	7	$0,75 \pm 0,04$
	± 75	10	4,6	$0,72 \pm 0,02$
	± 100	15	5,3	$0,70 \pm 0,01$

Tableau 4.8: Distances de glissement et coefficients de frottement des magnétites étudiés ($P = 6 \text{ N}$; $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles).

III.2 Les traitements de nitruration

Les effets de la modification structurale du Ti-6Al-4V par implantation d'ions sur le comportement en glissement et les conditions de grippage ont été étudiés dans les conditions expérimentales rassemblées dans le tableau 4.9.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
Nitruration P1 sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6 – 10 – 15
Nitruration P17 sur substrat TA6V(NG)		± 50	6 – 10 – 15
Nitruration P9 sur substrat TA6V(NG)		± 50	6 – 10 – 15
Nitruration F2 sur substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6
	TA6V(G)	± 50	6
Nitruration F2 sur substrat TA6V(G)	TA6V(G)	± 50	6
		± 75	10
		± 100	15

Tableau 4.9 : Conditions expérimentales étudiées sur des traitements de nitruration (100 Hz, 10^6 cycles, air du laboratoire).

III.2.1 Effet des conditions d'implantation d'ions

Il ressort de cette campagne que les techniques de traitement utilisées influencent peu la distance totale de glissement et le coefficient de frottement (tableau 4.10). En effet, pour une épaisseur identique de la couche nitrurée, le traitement de nitruration P1, obtenue par la technique P3I présente une faible distance de glissement par rapport au traitement P9 obtenu par la technique PF2I. Cependant, l'augmentation de la durée des traitements et donc l'épaisseur de la couche nitrurée, est néfaste pour les nitrurations obtenues par la technique P3I comme le montre la réduction importante de D_o pour la nitruration P17 accompagné par une élévation du coefficient de frottement (figure 4.22).

Echantillon (disque)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance totale de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
Nitruration P1 (P3I)	± 50	6	12	$0,68 \pm 0,01$
		10	0,03	-
		15	0,006	-
Nitruration P17 (P3I)	± 50	6	3	$0,74 \pm 0,01$
		10	0,004	-
		15	0,003	-
Nitruration P9 (PF2I)	± 50	6	13	$0,68 \pm 0,01$
		10	0,08	-
		15	0,02	-

Tableau 4.10 : Distances de glissement D_o et coefficients de frottement en fonction de la charge normale P de quelques traitements nitrurations étudiés avec un pion TA6V(NG) (100 Hz, 10^6 cycles).

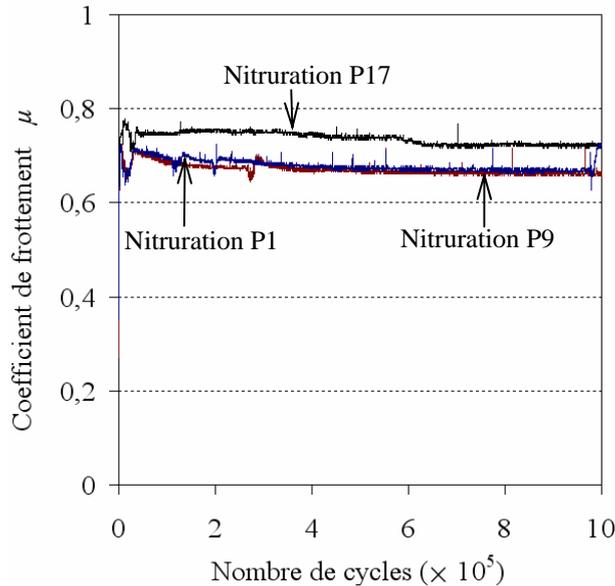


Figure 4.22: Evolutions des coefficients de frottement des nitrurations ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$).

III.2.2 Optimisation de la nitruration

L'effet du grenailage du frotteur et du substrat de l'échantillon a été conduit sur la nitruration optimisée F2. La figure 4.23 montre que l'ouverture des cycles de fretting est quasi identique pour un substrat sans ou avec grenailage.

Face à un pion grenailé, les distances de glissement pour la couche nitrurée F2 sur un substrat grenailé ou non sont très proches (respectivement de 21 m et de 18,3 m). Le grenailage apporte peu d'amélioration sur un substrat nitruré. Toutefois, la distance de glissement de cette couche nitrurée sur un substrat et un pion non grenailés est de 36 m (tableau 4.11). Les mêmes remarques sont applicables aux coefficients de frottement (figure 4.24). Il en découle que le traitement de nitruration F2 est fortement amélioré par rapport aux autres traitements de nitruration et que le grenailage n'améliore pas significativement le glissement et les conditions de grippage.

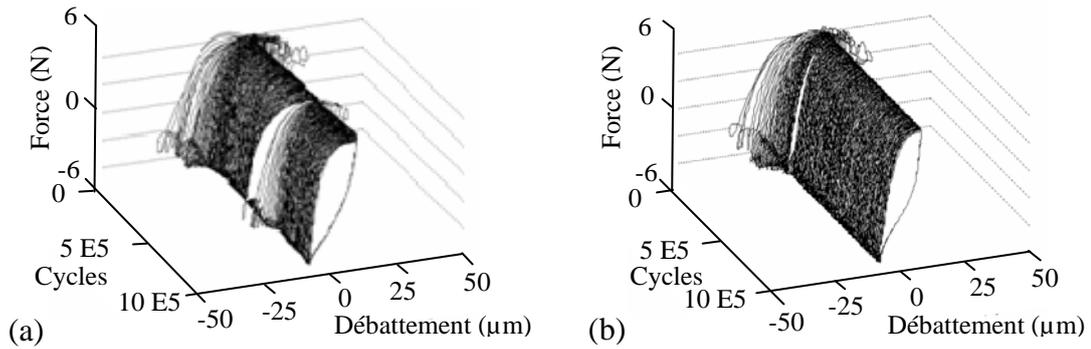


Figure 4.23 : Bûches de fretting obtenus avec un pion en TA6V(G) ($\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles) :
 (a) TA6V(NG)+nitruration F2; (b) TA6V(G)+nitruration F2.

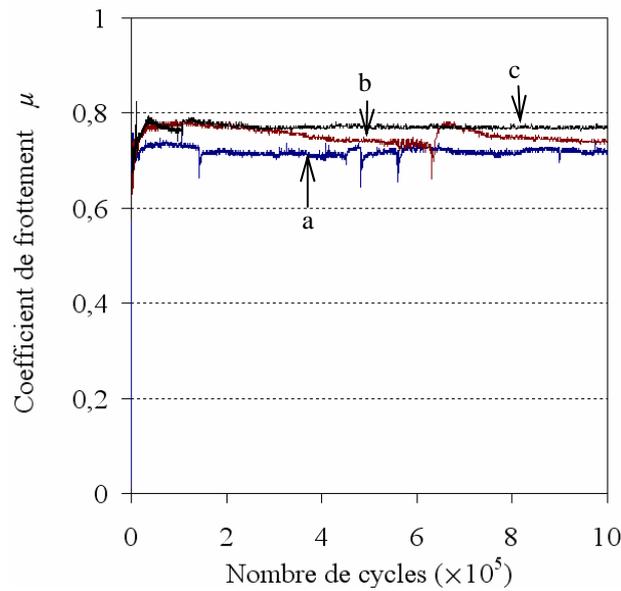


Figure 4.24 : Evolutions des coefficients de frottement de la nitruration F2 ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$) :
 (a) TA6V(NG)/TA6V(NG)+nitruration F2, (b) TA6V(G)/TA6V(NG)+nitruration F2 et (c) TA6V(G)/
 TA6V(G)+nitruration F2.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
Nitruration F2 substrat TA6V(NG)	TA6V(NG)	± 50	6	36	$0,72 \pm 0,01$
	TA6V(G)	± 50	6	18,3	$0,76 \pm 0,02$
Nitruration F2 substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	6	21	$0,77 \pm 0,01$
		± 75	10	9,3	$0,74 \pm 0,03$
		± 100	15	5,5	$0,73 \pm 0,03$

Tableau 4.11 : Distances de glissement et coefficients de frottement de la couche nitrurée F2 sur substrat et pion grenillés ou non (100 Hz, 10^6 cycles).

III.3 Traitements combinés

Les traitements combinés ont été conduits sur un Ti-6Al-4V nitruré F2 avec un revêtement $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ ou DLC. Les études ont été conduites dans les conditions rassemblées dans le tableau 4.12.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
Nitruration F2+Si _x N _y (Ag) sur substrat TA6V(G)	TA6V(G)	± 50	6
		± 75	10
		± 100	15
Nitruration F2+DLC sur substrat TA6V(G)	TA6V(G)	± 50	6 – 10
		± 75	6 – 10 – 15
		± 100	10 – 15

Tableau 4.12 : Conditions expérimentales étudiées sur des traitements combinés (100 Hz, 10⁶ cycles, air du laboratoire).

A faible charge (6 N), l'association nitruration F2 et revêtement DLC présente des cycles plus ouverts par rapport à la nitruration F2 recouvert d'une couche de nitrure de silicium chargée des nanoagrégats d'argent Si_xN_y(Ag) (figure 4.25). A partir d'une charge de 10 N, une réduction drastique de l'ouverture de cycle est observée pour la nitruration F2 recouvert du revêtement Si_xN_y(Ag). Cette réduction conduit ainsi à un grippage différé de cet échantillon. En revanche, le grippage observé sur la nitruration F2 recouvert d'une couche de DLC se produit beaucoup plus tard.

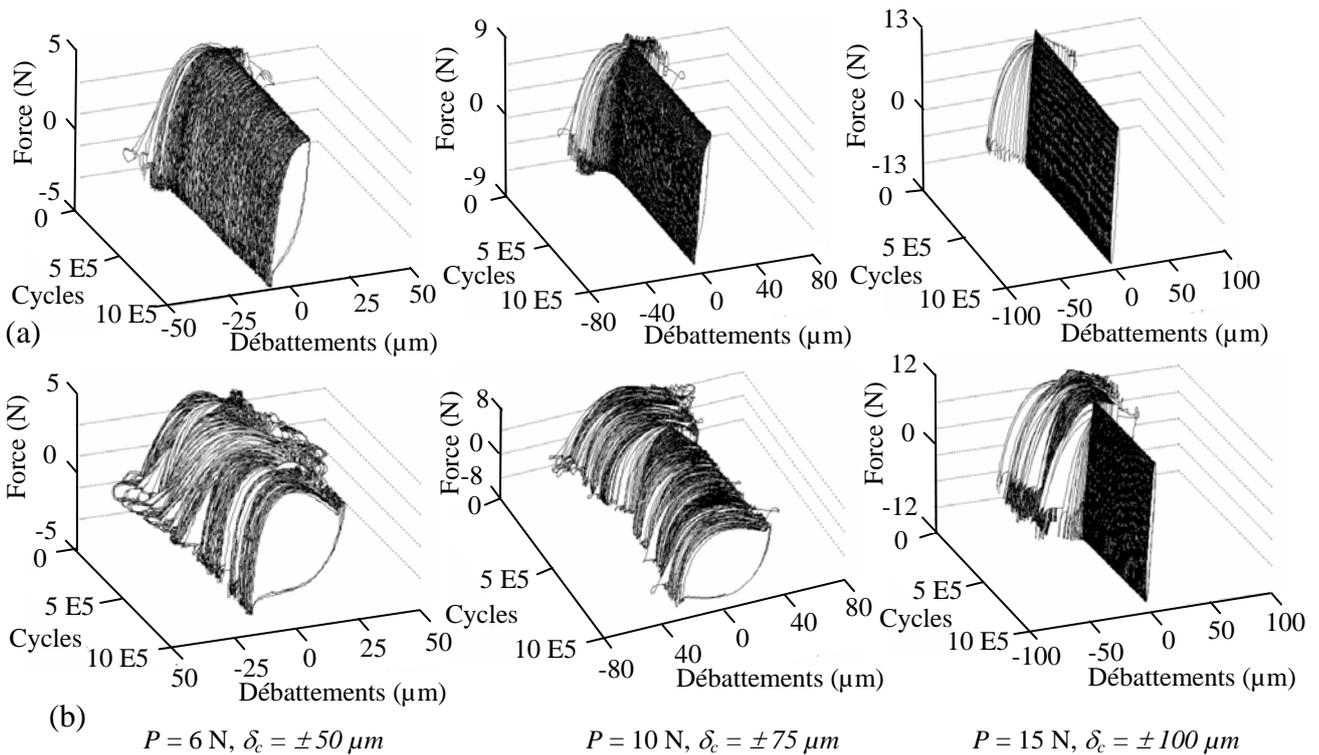


Figure 4.25 : Bûches de fretting : (a) cas du TA6V(G)+nitruration F2+Si_xN_y(Ag) et (b) cas du TA6V(G)+nitruration F2+DLC.

Les profils du coefficient de frottement de l'association nitruration F2 +Si_xN_y(Ag) et nitruration F2+DLC sont très différents (figure 4.26). Pour l'association nitruration+Si_xN_y(Ag), le coefficient de frottement croît d'une valeur initiale de 0,5 pour se stabiliser à une valeur autour de 0,73. Par contre, pour l'association nitruration+DLC le coefficient de frottement évolue de manière erratique sur des périodes plus ou moins longues et se stabilise autour de 0,6 en fin d'essai. Le coefficient de frottement moyen de l'association

nituration+Si_xN_y(Ag) et de l'association nituration+DLC se trouve respectivement autour d'une valeur de 0,72 et de 0,52 (tableau 4.13).

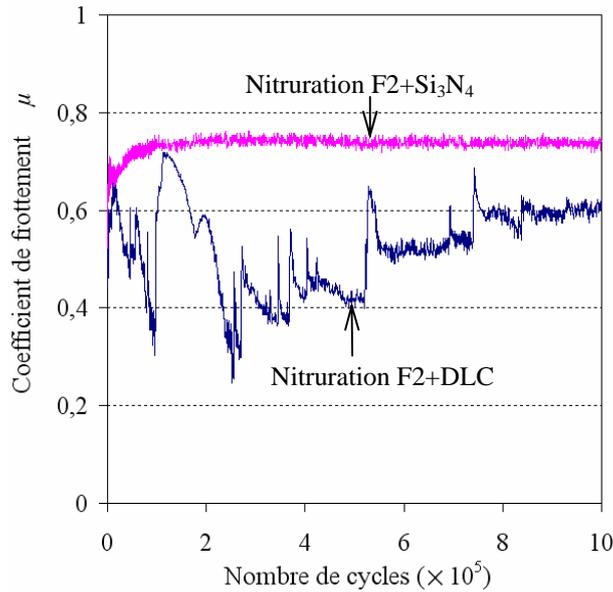


Figure 4.26 : Evolutions des coefficients de frottement des traitements combinés ($P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$).

L'apport d'une couche de DLC sur la nituration présente également un effet bénéfique sur les conditions de grippage par rapport à la couche de Si_xN_y(Ag). En effet, la distance de glissement de l'association nituration F2+DLC est plus grande par rapport à celle de la nituration F2 + Si_xN_y(Ag) dans la gamme de chargement étudié (tableau 4.13).

Echantillon (disque)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
Nituration F2 + Si _x N _y (Ag) sur substrat TA6V(G)	± 50	6	25,4	$0,73 \pm 0,02$
	± 75	10	13,3	$0,72 \pm 0,01$
	± 100	15	7	$0,71 \pm 0,01$
Nituration F2 + DLC sur substrat TA6V(G)	± 50	6	73	$0,52 \pm 0,09$
		10	1,7	$0,52 \pm 0,08$
	± 75	6	141,5	$0,51 \pm 0,17$
		10	94,4	$0,57 \pm 0,03$
		15	2,4	$0,54 \pm 0,03$
	± 100	10	120,4	$0,57 \pm 0,04$
15		54,4	$0,54 \pm 0,04$	

Tableau 4.13: Distances de glissement et coefficients de frottement des traitements combinés (100 Hz, 10^6 cycles, pion en TA6V(G)).

Comme précédemment, les distances de glissement évoluent avec les conditions de sollicitation : pour un débattement consigne donné, la distance de glissement diminue avec l'augmentation de la charge normale. Toutefois, cette distance croît avec l'augmentation du débattement consigne (figure 4.27).

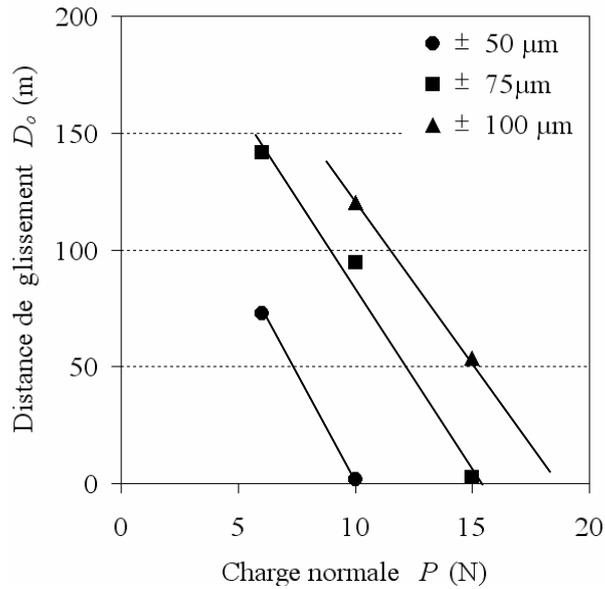


Figure 4.27 : Evolution de la distance de glissement D_o en fonction de la charge normale P : Cas du TA6V (G) / TA6V(G) + nitruration F2+DLC.

Les charges critiques au grippage de la nitruration F2+DLC sont respectivement de 10 N, 15,4 N et 18,9 N pour des débattements consignés respectifs de $\pm 50 \mu\text{m}$, $\pm 75 \mu\text{m}$, $\pm 100 \mu\text{m}$. La carte de fretting associée peut être superposée à la carte du Ti-6Al-4V afin de connaître l'effet du traitement combiné sur les conditions de grippage du Ti-6Al-4V (figure 4.28). Nous constatons que l'association nitruration F2 + DLC décale la frontière de glissement vers la droite et repousse ainsi les conditions de grippage de ce matériau.

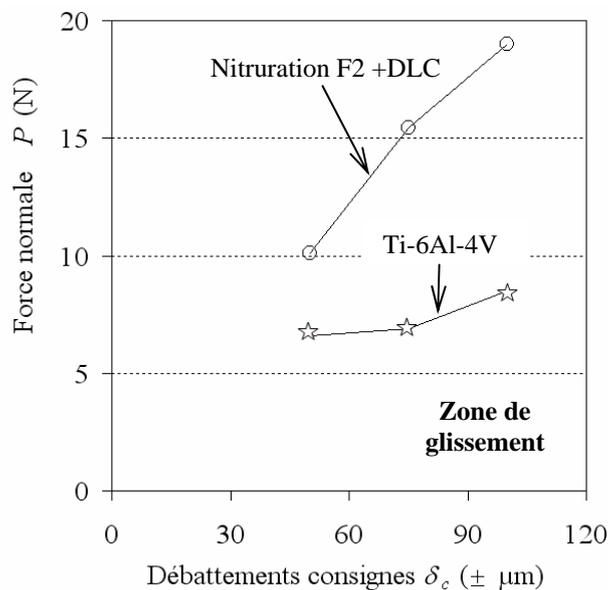


Figure 4.28: Frontière de grippage / glissement de la nitruration F2+DLC et du Ti-6Al-4V.

III.4 Revêtements composites NiP-talc

Les conditions expérimentales étudiées sur les revêtements composites NiP-talc sont présentées dans le tableau 4.14.

Echantillon (disque)	Pion (frotteur)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)
NiP sur substrat TA6V(NG)	TA6V(G)	± 50	6
NiP (traité) sur substrat TA6V(NG)		± 50	6
NiP-talc (40 g/l) sur substrat TA6V(NG)		± 50	6
NiP-talc (120 g/l) sur substrat TA6V(NG)		± 50	6

Tableau 4.14 : Conditions expérimentales étudiées sur les revêtements composites NiP-talc (100 Hz, 10^6 cycles, air du laboratoire).

Les revêtements NiP présentent des ouvertures de cycles de fretting comparables (figure 4.29). Cependant, l'augmentation de la concentration en talc dans la matrice NiP tend à réduire l'ouverture de cycle. Le traitement thermique de la matrice NiP conduit à une augmentation de la distance de glissement (tableau 4.15). En revanche, l'augmentation de la teneur en talc dans la matrice tend à diminuer cette distance.

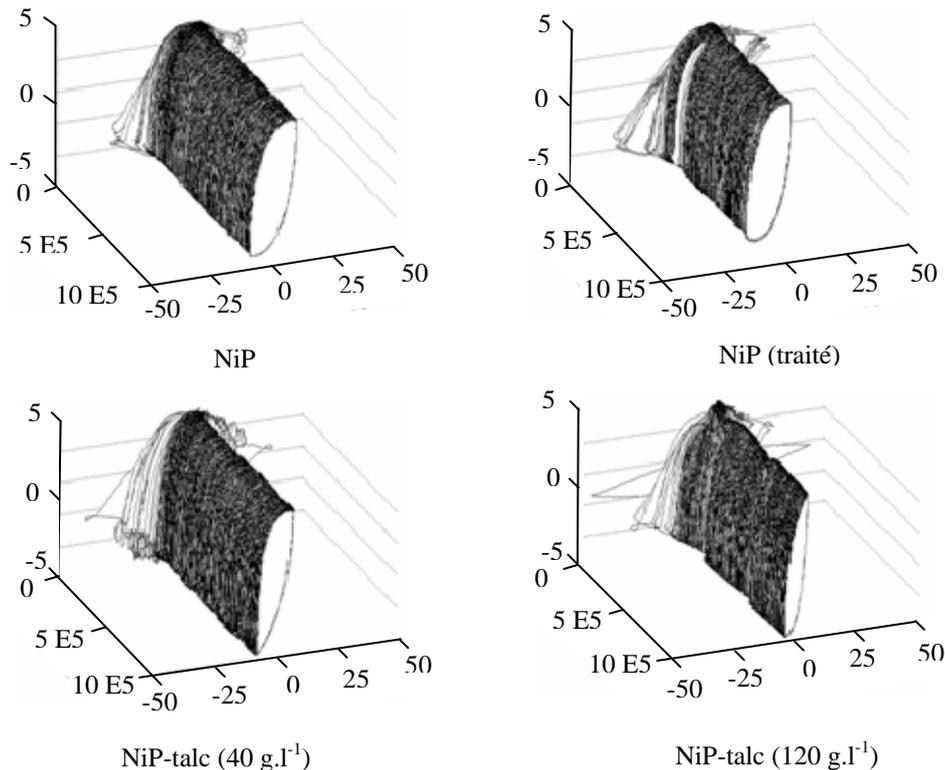


Figure 4.29 : Bûches de fretting des revêtements composites (6 N, $\pm 50 \mu\text{m}$, 100 Hz, 10^6 cycles).

Les coefficients de frottement des revêtements composites présentent des profils comparables (figure 4.30) avec un coefficient de frottement inférieur à 0,75 sous 6 N (tableau 4.15). Pour un revêtement NiP seul traité ou non, le coefficient moyen se trouve autour d'une valeur de 0,7. Aslanyan *et al.* [Aslanyan *et al.*, 2006] retrouve un résultat similaire dans une machine de fretting à débattement imposé.

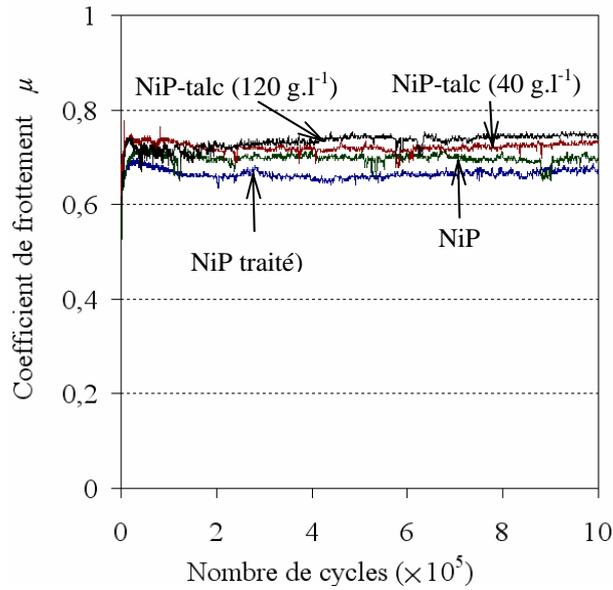


Figure 4.30 : Evolutions des coefficients de frottement des revêtements composites NiP-talc ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \text{ }\mu\text{m}$, $F = 100 \text{ Hz}$).

Echantillon (disque)	Débattement consigne δ_c (μm)	Charge normale P (N)	Distance totale de glissement D_o (m)	Coefficient de frottement μ
NiP sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	24,6	$0,70 \pm 0,02$
NiP (traité) sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	29,5	$0,67 \pm 0,01$
NiP-talc (40 g/l) sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	21,2	$0,72 \pm 0,01$
NiP-talc (120 g/l) sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	11,89	$0,73 \pm 0,02$

Tableau 4.15: Distances de glissement et coefficients de frottement des revêtements composites NiP-talc (100 Hz, 10^6 cycles, pion en TA6V(G)).

IV. ANALYSE DES RESULTATS

IV.1 Incertitudes de mesure

Nous distinguons deux types d'incertitude : celle liée à la stabilité de nos mesures et celle liée à la reproductibilité de nos essais. Quelques essais supplémentaires ont été répétés deux fois sur les nitrures de silicium (Si_3N_4 et Si_xN_y) sur substrat non grenailé contre des pions Ti-6Al-4V non grenailés avec un débattement consigne de $\pm 50 \text{ }\mu\text{m}$ sous 6 N afin d'évaluer cette reproductibilité.

IV.1.1 Incertitude sur la distance totale de glissement

L'incertitude absolue liée à l'ouverture de cycle est de $\Delta\delta_0 = 0,05 \text{ }\mu\text{m}$. Il ressort que l'incertitude absolue liée à la mesure de la distance totale D_o de glissement sur N cycles (avant grippage) est de :

$$\Delta D_o = 4 \cdot N \cdot \Delta\delta_0 \quad (4.4)$$

L'incertitude absolue maximale est de $\Delta D_o = 0,2$ m pour 10^6 cycles. L'incertitude relative associée à un essai est définie par :

$$\frac{\Delta D_o}{D_o} = \frac{4 \cdot N \cdot \Delta \delta_o}{D_o} \quad (4.5)$$

Par ailleurs, la valeur moyenne et l'incertitude de la distance totale de glissement sur deux essais effectués dans les mêmes conditions et ayant conduits à deux valeurs de la distance de glissement D_{o1} et D_{o2} est :

$$D_o = \frac{D_{o2} + D_{o1}}{2} \quad \text{et} \quad \Delta D_o = \frac{D_{o2} - D_{o1}}{2} \quad (4.6)$$

L'incertitude relative due à la reproductibilité des essais est donc :

$$\left(\frac{\Delta D_o}{D_o} \right)_{\text{Re productibilité}} = \left| \frac{D_{o2} - D_{o1}}{D_{o2} + D_{o1}} \right| \quad (4.7)$$

Pour une mesure donnée, la distance totale de glissement des nitrures de silicium ont une précision inférieure ou égale à 3 % (tableau 4.16). Les essais de reproductibilité nous donnent une précision de l'ordre de 13 %. Nous pouvons admettre que les valeurs des distances totales des matériaux utilisés dans cette étude ont une précision comprise entre 10 % et 15 %.

Echantillons	Essais	D_o (m)	$\frac{\Delta D_o}{D_o}$ (mesure)	$\frac{\Delta D_o}{D_{omoyen}}$ (%) (reproductibilité)
TA6V(NG)+Si ₃ N ₄	1	8	3 %	13 %
	2	10,4	2 %	
TA6V(NG)+Si _x N _y	1	14	1,4 %	12,5 %
	2	18	1 %	

Tableau 4.16: Essais de reproductibilité sur la distance de glissement des nitrures de silicium ($P = 6$ N, $\delta_c = \pm 50$ μ m, $N = 10^6$ cycles).

IV.1.2 Incertitude sur le coefficient de frottement

L'incertitude sur la mesure du coefficient de frottement lors d'un essai a été assimilée à la valeur de l'écart type. Cette valeur donne une bonne représentation de la stabilité du coefficient de frottement pendant l'essai.

L'incertitude relative due à la reproductibilité des essais est donnée par :

$$\frac{\Delta \mu}{\mu} = \frac{\mu_1 - \mu_2}{\mu_1 + \mu_2} \quad (4.9)$$

Lors d'un essai, la stabilité du coefficient de frottement des nitrures de silicium peut varier de manière importante pour des conditions expérimentales identiques parfois de 2 à 13

% (tableau 4.17). Cependant, les essais de reproductibilité donnent généralement une bonne précision de l'ordre de 2 %.

IV.2 Distance totale de glissement et coefficient de frottement

La distance totale de glissement est fortement liée au coefficient de frottement du matériau (figure 4.31). Les matériaux qui présentent un coefficient de frottement faible ont une bonne aptitude au glissement tandis que ceux qui présentent un coefficient de frottement plus élevé ont une mauvaise aptitude au glissement.

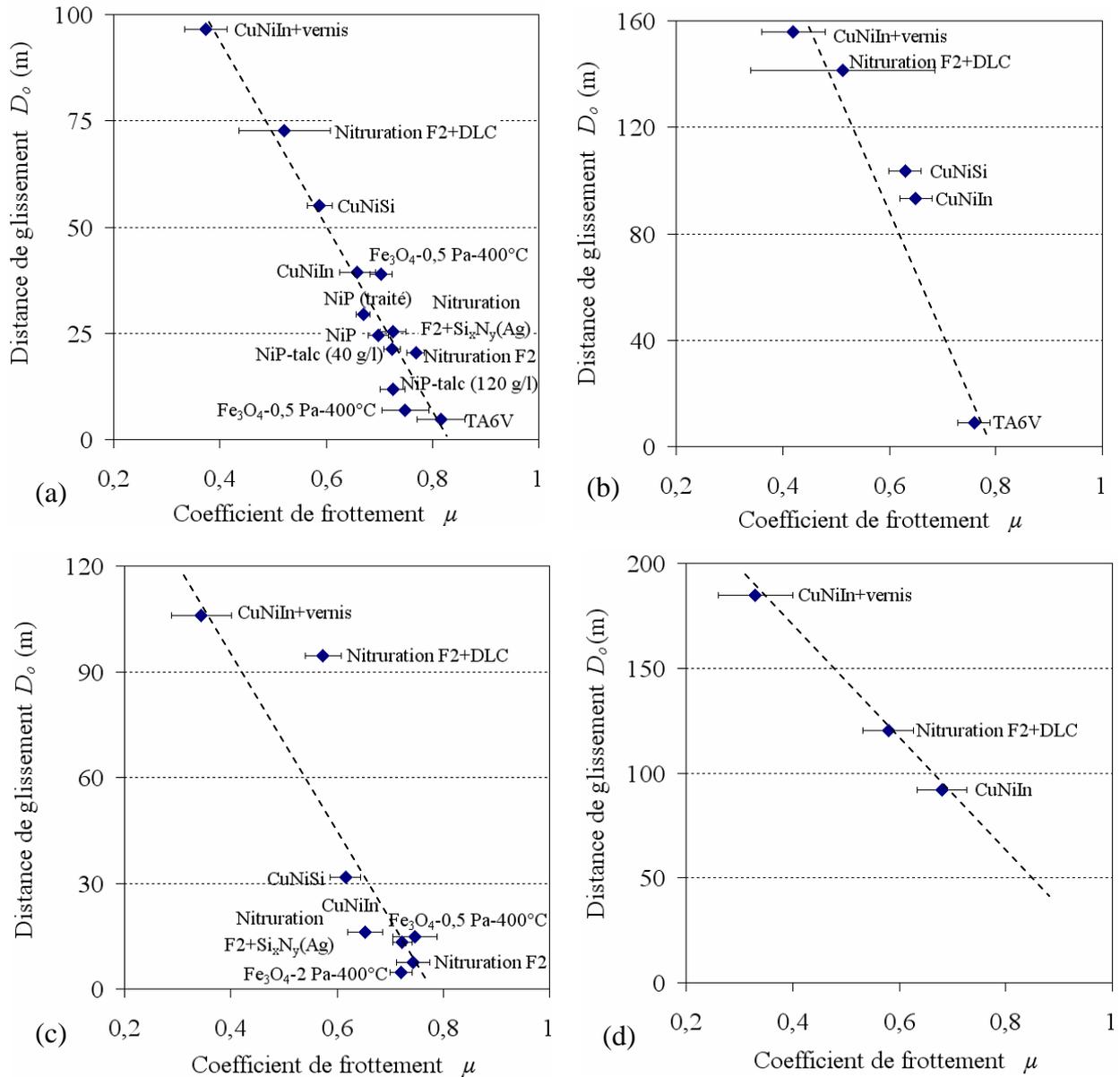


Figure 4.31: Relation distance totale de glissement et coefficient de frottement avec un pion grenailé : (a) $P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$, (b) $P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$, (c) $P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$, (d) $P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 100\ \mu\text{m}$.

IV.3 Distance de glissement et travail d'adhésion

La nature de la surface des matériaux joue un rôle significatif sur les conditions de grippage. En effet, lorsque le glissement des premiers cycles (figure 4.32) est fortement réduit

dès la mise en contact des matériaux, la distance totale de glissement paraît *a priori* faible (tableau 4.18).

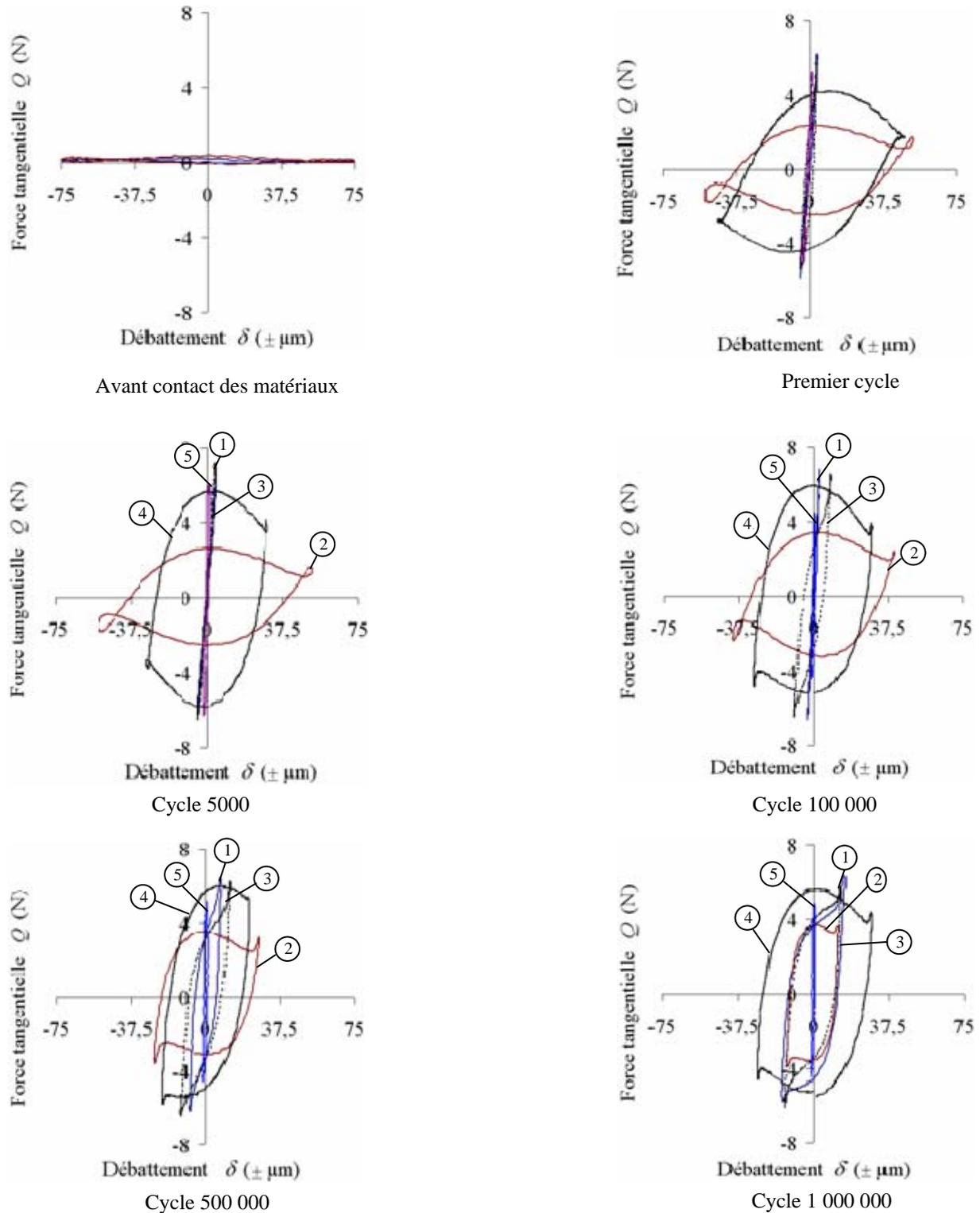


Figure 4.32: Evolution des cycles de fretting de quelques matériaux étudiés obtenus sur un pion grenailé ($P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$) : 1 : CuNiIn ; 2 : CuNiIn+verniss de glissement ; 3 : CuNiSi ; 4 : Nitruration+DLC ; 5 : TA6V(NG).

De même, suivant les conditions de sollicitation, les phénomènes de grippage peuvent apparaître dès la mise en contact des matériaux ou de façon différée. Dans ces deux cas, le grippage intervient lorsque les liaisons adhésives ne permettront plus le glissement (figure

4.33). Ce phénomène peut être mis en relation avec l'approche thermodynamique de l'adhésion et plus particulièrement le travail d'adhésion [Lambert *et al.*, 2002].

Echantillons	Essais	μ	$\frac{\Delta\mu}{\mu}$ (mesure)	$\frac{\Delta\mu}{\mu}$ (reproductibilité)
TA6V(NG)+Si ₃ N ₄	1	0,72	3 %	2 %
	2	0,75	11 %	
TA6V(NG)+Si _x N _y	1	0,69	1,4 %	1 %
	2	0,7	13 %	

Tableau 4.17: Essais de reproductibilité sur le coefficient de frottement des nitrures de silicium. ($P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles)

	CuNiIn ①	CuNiIn+vernis ②	CuNiSi ③	Nitruration F2+DLC ④	Ti-6Al-4V ⑤
$\delta_{o\text{initiale}}$ (μm)	4,6	26,4	10,5	33,9	0
D_o (m)	16,0	106,1	31,6	94,4	0

Tableau 4.18: Ouverture des premiers cycles et distances totales de glissement correspondantes. ($P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$)

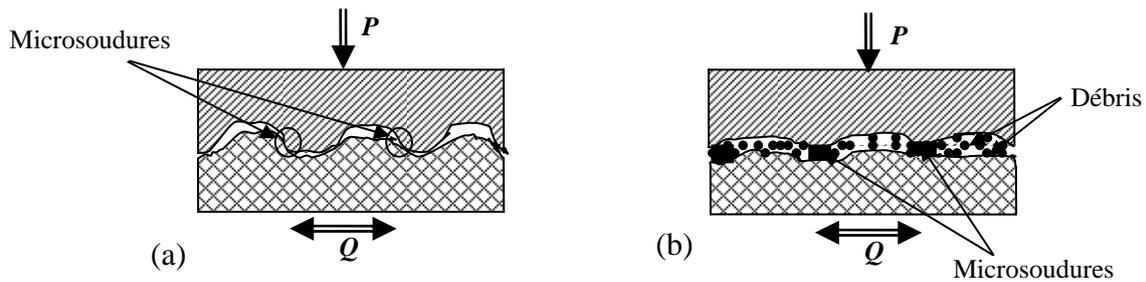


Figure 4.33: Illustrations des mécanismes du grippage : (a) : grippage immédiat et (b) grippage différé.

Le travail d'adhésion de Dupré a été calculé à partir des tensions de surface γ^LW (composante dispersive) et γ^{AB} (composante acide-base) des matériaux en utilisant l'expression (3.19) du chapitre 3. Les énergies libres de surface ont été déterminées par la technique de mouillabilité à partir des liquides sondes connus (tableau 4.19). Le principe de la méthode, les liquides sondes utilisés, les mesures d'angle de contact ainsi que les calculs des tensions de surfaces sont décrits en **annexe C**. Face à un pion Ti-6Al-4V, le travail d'adhésion le plus faible est obtenu avec le CuNiIn+vernis alors que les nitrurations P1 et P17 présentent un travail d'adhésion élevé comparable au Ti-6Al-4V.

La figure 4.34 présente une relation entre la distance de distance D_o et le travail d'adhésion W_{12} . Nous remarquons que la distance de glissement décroît avec l'augmentation du travail d'adhésion. Autrement dit, la distance de glissement augmente lorsque le travail d'adhésion W_{12} diminue, c'est-à-dire lorsque les interactions adhésives diminuent. Ainsi, un couple de matériaux sera apte *a priori* à différer les phénomènes de grippage s'il présente une énergie d'adhésion faible. Par exemple, le Ti-6Al-4V connu pour sa grande sensibilité au grippage présente un travail d'adhésion élevé et par conséquent, une distance de glissement beaucoup plus faible. Par contre, l'association CuNiIn+vernis présente un travail d'adhésion beaucoup plus faible et donc une distance de glissement beaucoup plus grande. Par conséquent, cette bicouche aura tendance à réduire les phénomènes adhésifs face à un frotteur en Ti-6Al-4V.

ETUDE DU GLISSEMENT ET DU GRIPPAGE

Echantillons	γ^{LW} (mJ/m ²)	γ^{AB} (mJ/m ²)	γ_s (mJ/m ²)	W_{12} (mJ/m ²)
Ti-6Al-4V	36,4 ± 0,7	12,8 ± 0,4	49,2 ± 2,5	98,4 ± 3
CuNiSi	42,7 ± 0,9	1,7 ± 0,1	44,4 ± 2,2	88,18 ± 2
CuNiIn	42,8 ± 0,9	1,0 ± 0,1	43,8 ± 2,2	86,10 ± 1
CuNiIn+vernis	35,7 ± 0,7	0,2 ± 0,01	35,9 ± 1,8	75,3 ± 1
Si ₃ N ₄	37,9 ± 0,8	6,4 ± 0,2	43,5 ± 2,2	92,39 ± 4
Si _x N _y	39,6 ± 0,8	5,2 ± 0,2	44,9 ± 2,2	92,25 ± 4
DLC	40,6 ± 0,8	3,2 ± 0,1	43,8 ± 2,2	89,69 ± 3
Nitruration P1	45,2 ± 0,9	6,7 ± 0,2	51,9 ± 2,6	99,65 ± 4
Nitruration P9	39,3 ± 0,8	2,1 ± 0,1	41,4 ± 2,1	86,01 ± 2
Nitruration P17	44,2 ± 0,9	8,4 ± 0,3	52,6 ± 2,6	100,96 ± 5

Tableau 4.19 : Energies de surface γ_s (composante dispersive γ^{LW} et acide-base γ^{AB}) et travail d'adhésion W_{12} contre un alliage de titane Ti-6Al-4V, des matériaux étudiés.

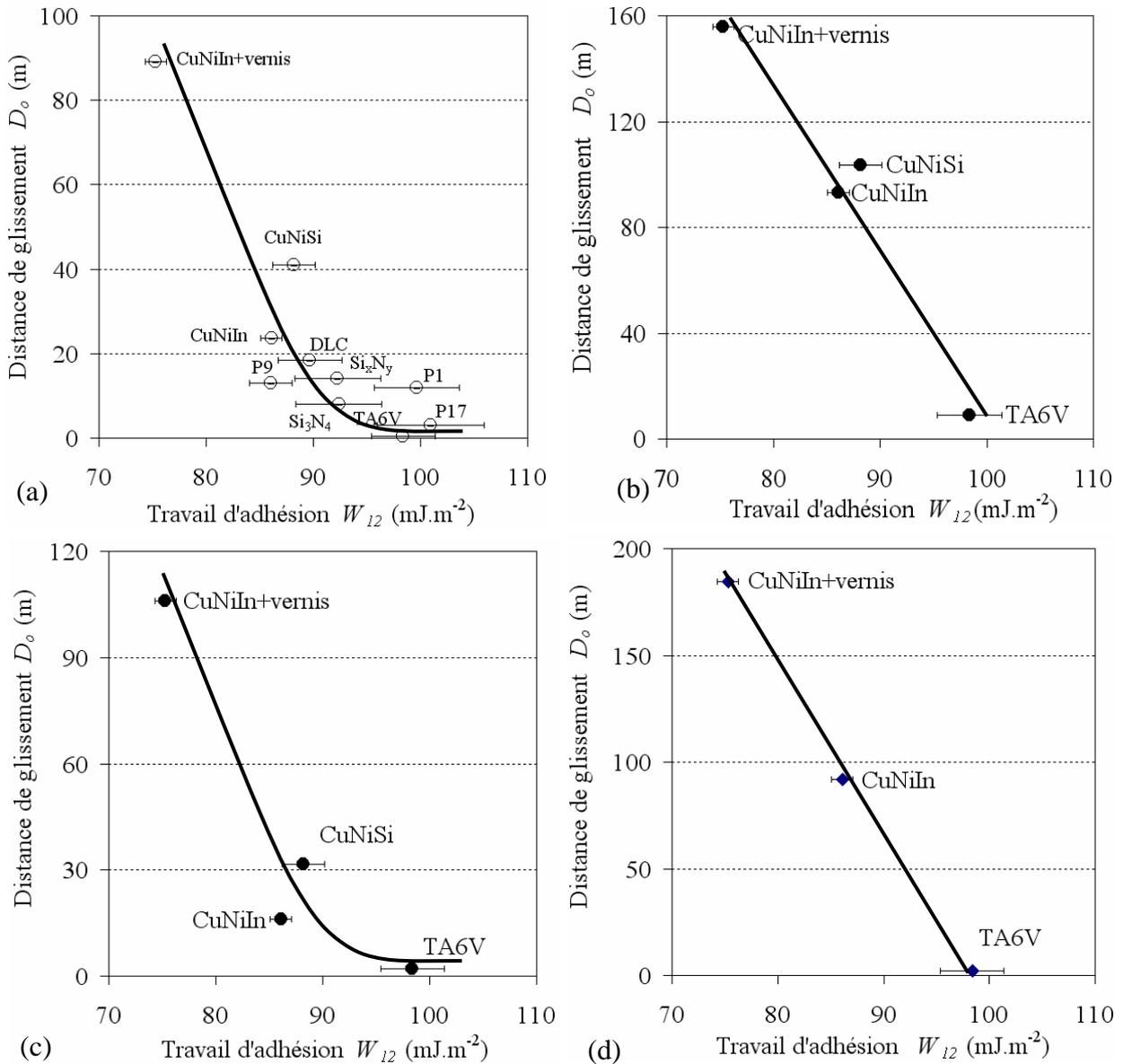


Figure 4.34: Relation distance de glissement et travail d'adhésion : (a) $P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$, pion en TA6V(NG) ; (b) $P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$; (c) $P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 75\ \mu\text{m}$; (d) $P = 10\text{ N}$, $\delta_c = \pm 100\ \mu\text{m}$.

V. SYNTHÈSE

Au travers de cette étude, nous avons pu analyser les conditions de glissement et de grippage à partir d'un critère global basé sur la distance totale de glissement. Ce critère, nous a permis de mettre en évidence les influences apportées par des modifications structurales de surface (grenaillage, nitruration) et des revêtements (cupronickels, céramiques) en déterminant les seuils de grippage en termes de charges normales critiques.

Il apparaît ainsi que le grenaillage repousse les conditions de grippage du couple Ti-6Al-4V/ Ti-6Al-4V tandis que l'apport d'un traitement de nitruration dépend de la technique de traitement utilisée et de l'épaisseur de la couche nitrurée. Cependant, l'association d'un grenaillage et d'une nitruration n'améliore guère les conditions de glissement et de grippage. Par ailleurs, les revêtements étudiés (cupronickels, céramiques, NiP-talc) ont un apport bénéfique sur les conditions de glissement du Ti-6Al-4V. Cependant, les conditions de grippage des revêtements céramiques (DLC, nitrures de silicium et magnétites) et des revêtements composites NiP-talc n'ont pas pu être identifiées à cause du nombre limité des échantillons.

La détermination des seuils de grippage a conduit à la réalisation de nouvelles cartes de sollicitations locales dans un diagramme force – débattement en délimitant la frontière entre le grippage et le glissement. Les cartes de fretting ont été superposées afin de mieux appréhender les effets apportés par les traitements et/ou les revêtements sur les conditions de grippage du Ti-6Al-4V (figure 4.35). Le Ti-6Al-4V connu pour sa grande sensibilité au grippage, présente logiquement une zone de grippage plus étendue que les autres matériaux et donc une zone de glissement petite. Des revêtements cupronickels tels que le CuNiIn et le CuNiSi ont des effets bénéfiques en réduisant la zone de grippage du Ti-6Al-4V. Cependant, le traitement combinés nitruration et DLC se présente également comme apte à différer les phénomènes de grippage comme les cupronickels. Toutefois, l'association CuNiIn et vernis de glissement reste la meilleure solution pour différer les conditions de grippage.

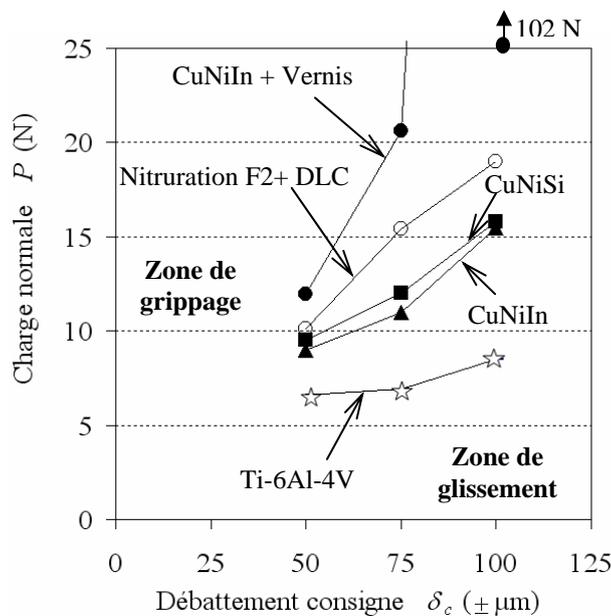


Figure 4.35: Frontière de grippage / glissement de quelques revêtements étudiés avec un frotteur grenaillé.

Les cupronickels ont présenté un coefficient de frottement compris entre 0,6 et 0,7. La présence du vernis de glissement diminue ce coefficient de frottement jusqu'à environ 0,4.

Les revêtements céramiques, les traitements de nitruration et les revêtements composites NiP-talc ont tous présentés des coefficients de frottement compris entre 0,6 et 0,8. Le traitement combiné nitruration et DLC diminue ce coefficient de frottement à 0,6. Par ailleurs, le traitement mécanique de grenailage ainsi que le talc dans le composite NiP n'a aucune influence sur le coefficient de frottement.

L'analyse des conditions de grippage par l'approche thermodynamique de l'adhésion a mis en évidence une forte corrélation entre la distance totale de glissement et le travail d'adhésion. Il ressort de cette étude que la distance de glissement augmente lorsque le travail d'adhésion W_{12} diminue, c'est-à-dire lorsque les interactions adhésives diminuent. Ainsi, un couple de matériaux sera apte *a priori* à différer les phénomènes de grippage s'il présente une énergie d'adhésion faible. Ainsi, le Ti-6Al-4V a présenté un travail d'adhésion élevé et une distance de glissement faible. En revanche, l'association CuNiIn+vernis a présenté un travail d'adhésion beaucoup plus faible et donc une distance de glissement beaucoup plus grande.

BIBLIOGRAPHIE

- Aslanyan I.R., Bonino J.-P., Celis J.-P.**, Effect of reinforcing submicron SiC particles on the wear of electrolytic NiP coatings- part 2 : Bi-directional sliding, *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006), pp. 581 – 589.
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa Ph.**, Fretting wear behaviour of a Cu-Ni-In plasma coating, *Surface and Coatings Technology* 163 – 164 (2003), pp. 642 – 434.
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa Ph.**, Effect of shot peening on the fretting wear of Ti-6Al-4V, *Wear* 250 (2001), pp. 642 – 649.
- Lambert M., Duluc S., Paris J.-Y., Baziard Y. and Denape J.**, Work of adhesion and fretting : influence of material surface properties and medium, *WILEY Surf. Interface Anal.*, 34 (2002), pp. 790-793.
- Lütjering G., Williams J. C.**, *Titanium*, Springer - Verlag Berlin Heidelberg, ISBN 3-540-42990-5, 2003, 369 p.
- Paulin**, *Etude de l'endommagement du contact multicouche aube/disque sous chargement de fretting: impact des sollicitations variables et de la dimension du contact*, Thèse ECL, (2006), 235 p.
- Vincent L., Berthier Y., Godet M.**, Testing methods in fretting fatigue: a critical appraisal, In Helmi M. & Waterhouse R.B., *Standardization of fretting fatigue test methods and equipment*, ASTM STP 1159 (1992), pp. 33-48 (American Society for Testing and Materials, Philadelphia).
- Williams J.A.**, *Engineering Tribology*, Oxford University Press, Oxford, (1994), 488 p.
- Xu J., Zhu M.H., Zhou Z. R., Kapsa Ph., Vincent L.**, An investigation on fretting wear life of bonded MoS₂ solid lubricant coatings in complex conditions, *Wear* 255 (2003), pp. 253-258.
- Yantio Njankeu G.R., Paris J.-Y., Denape J., Pichon L., Riviere J.-P.**, Analyse des performances tribologiques de revêtements sollicités en condition de fretting sur un dispositif commandé en boucle ouverte, *La tribologie dans les transports*, ed. Presses Polytechniques Universitaires Romandes, (2006a), pp. 85-94, ISBN 2-88074-671-X.
- Yantio Njankeu G.R., Paris J.-Y., Denape J., Pichon L., Riviere J.-P.**, Study of seizure of coated and treated titanium alloy under fretting conditions, *Tribology International*, 39 (2006b), pp. 1052 - 1059.
- Zhou Z.R., Nakazawa K., Zhu M.H., Maruyama N., Kapsa Ph., Vincent L.**, Progress in fretting maps, *Tribology International* 39 (2006), pp. 1068 – 1073.

CHAPITRE V

ETUDE DE L'USURE

I - STRATEGIE DEVELOPPEE POUR L'ANALYSE DE L'USURE EN FRETTING.....	143
I.1 Quantification de l'usure.....	143
I.2 Approche par un taux d'usure.....	145
I.3 Introduction d'un coefficient énergétique d'usure.....	147
I.3 Incertitudes sur le coefficient énergétique d'usure.....	148
II - COMPORTEMENT A L'USURE DES MATERIAUX ETUDIES.....	149
II.1 Comportement des cupronickels.....	149
II.2 Comportement des revêtements céramiques.....	152
II.2.1 Les revêtements durs.....	152
II.2.2 Les revêtements magnétites.....	153
II.3 Comportement des substrats nitrurés.....	155
II.4 Comportement des traitements combinés.....	157
II.5 Comportement des revêtements composites NiP à dispersoïdes de talc... 158	
II.6 Relation usure et travail d'adhésion.....	159
II.7 Synthèse partielle.....	160
III - ANALYSE DES ENDOMMAGEMENTS DES SURFACES.....	161
III.1 Description générale des traces de fretting.....	161
III.1.1 Morphologie du troisième corps.....	161
III.1.2 Epaisseur du troisième corps.....	163
III.1.3 Composition chimique du troisième corps.....	164
III.2 Troisièmes corps avec Ti-6Al-4V et cupronickels.....	164
III.2.1 Comportement du 3 ^e corps du Ti-6Al-4V en contact homogène 164	
III.2.2 Analyse du 3 ^e corps formés avec les cupronickels.....	166
III.3 Troisièmes corps formés avec des revêtements céramiques.....	167
III.4 Troisièmes corps formés avec les substrats nitrurés et les traitements combinés.....	169
III.4.1 Analyse des troisièmes corps formés sur les substrats nitrurés. 169	
III.4.2 Analyse des troisièmes corps formés avec les traitements combinés.....	170
III.5 Troisièmes corps formés par des revêtements composites NiP-talc.....	172
III.6 Relation comportement à l'usure et propriétés du 3 ^e corps.....	172
IV - CONCLUSION PARTIELLE.....	173
BIBLIOGRAPHIE.....	175

CHAPITRE V

ETUDE DE L'USURE

Le but de ce chapitre est d'étudier les endommagements produits par une sollicitation de fretting à débattements libres. Dans ces conditions, les volumes d'usure des matériaux ne peuvent pas être directement comparés entre eux car la distance de glissement n'est pas constante. Un coefficient énergétique d'usure prenant en compte le volume d'usure du couple frottant, la distance totale de glissement et l'énergie totale dissipée dans le contact a été établi pour caractériser les performances tribologiques des matériaux étudiés. Les différentes morphologies du troisième corps observé dans le contact ont été analysées en termes de cohésion, de ductilité et d'adhérence et reliées à leur comportement tribologique.

I – STRATEGIE DEVELOPPEE POUR L'ANALYSE DE L'USURE EN FRETTING

I.1 Quantification de l'usure

Les dégradations des surfaces frottantes sont essentiellement produites en régime de glissement total ou pendant la phase de glissement en régime de grippage différé (figure 5.1). Les dégradations généralement observées résultent de déplacement de matière avec formation des débris à l'intérieur de la trace d'usure puis éjection à l'extérieur du contact. L'analyse quantitative de la dégradation des échantillons a été effectuée par profilométrie optique [Wyko NT 1100, 1993] dont le principe de fonctionnement est présenté en **annexe D**.

Les relevés effectués sur les disques montrent deux types de topographie : une topographie caractérisée uniquement par un enlèvement de matière noté V_d^- (figure 5.2a et 5.2c) et une topographie caractérisée à la fois par un enlèvement de matière noté V_d^- et par un apport de matière noté V_d^+ (figure 5.2b et 5.2d). Les volumes V_d^- et V_d^+ sont comptés positivement. Ces différentes topographies traduisent l'existence de mécanismes différents en différents lieux de la trace de fretting. Les débris définitivement éjectés du contact ne sont pas pris en compte. Ainsi, les volumes d'usure des disques (échantillons) V_d sont définis comme :

$$V_d = V_d^- - V_d^+ \quad (5.1)$$

Les pions usés présentent un méplat (figure 5.3). Les frotteurs étant hémisphériques, la mesure du rayon r de la trace renseigne sur la profondeur d'usure. Le rayon r étant petit devant le rayon du pion R , les volumes d'usure des pions V_p sont donnés par ($r \ll R$) :

$$V_p = \frac{\pi r^4}{4R} \quad (5.2)$$

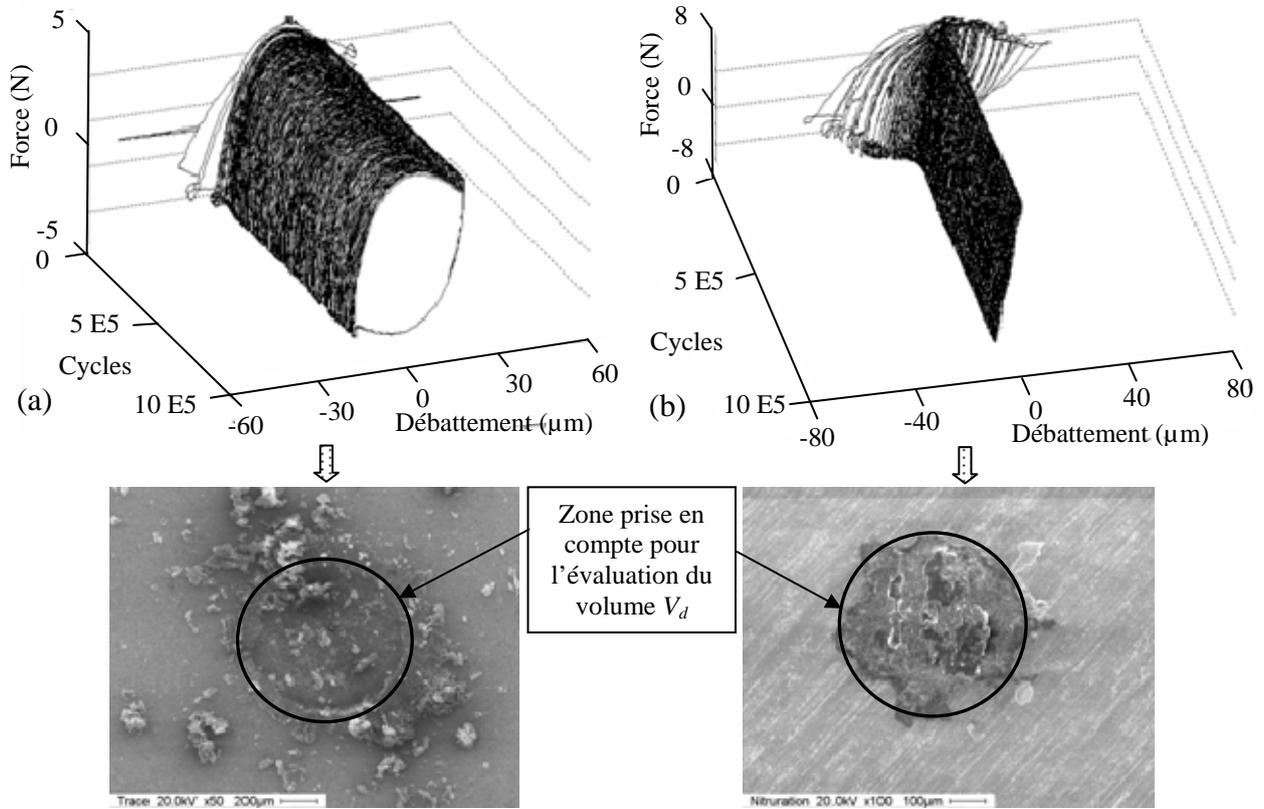


Figure 5.1 : (a) Condition de glissement total pour le contact TA6V (G) / TA6V (NG) + CuNiSi ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles). et (b) Condition de grippage différencié pour le contact TA6V (G) / TA6V (G) + nituration F2 ($P = 10 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 75 \mu\text{m}$, $N = 10^6$ cycles).

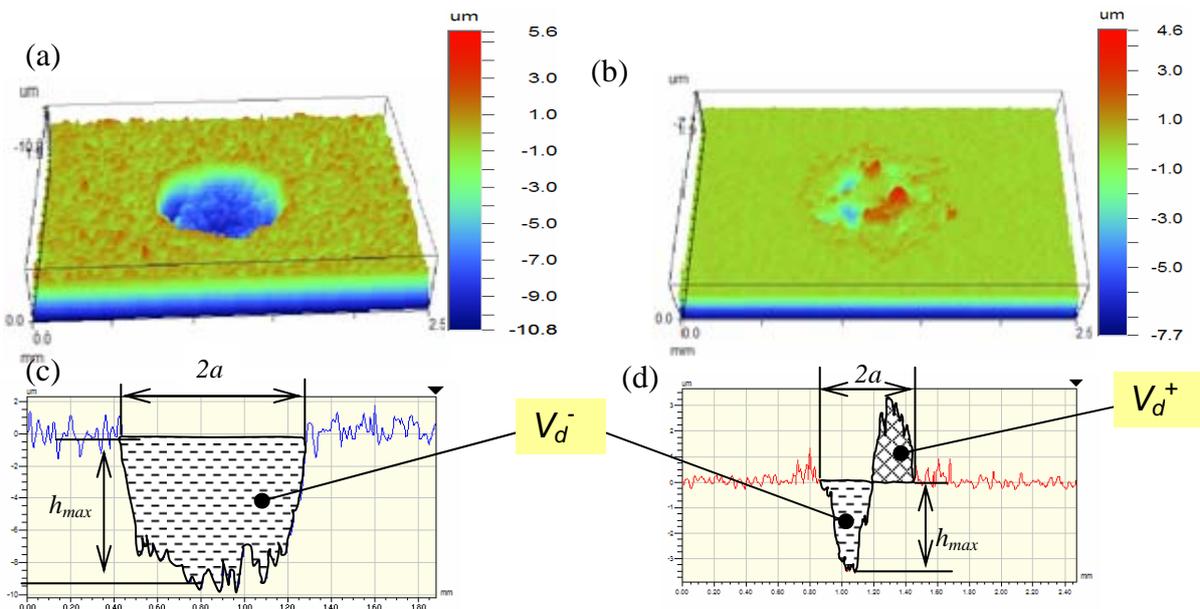


Figure 5.2 : Topographies de la surface des échantillons (disques) : (a) topographie 3D du disque ; (b) topographie 3D du disque avec transfert de matière ; (c) profilométrie 2D extraite de la topographie et (d) profilométrie 2D extraite de la topographie avec transfert de matière.

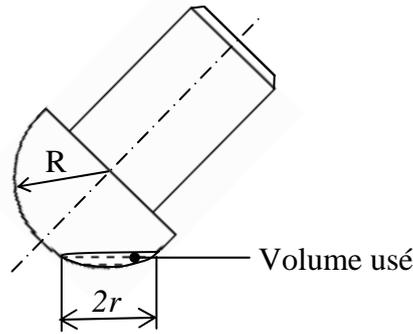


Figure 5.3 : Exemple de la trace de fretting sur le frotteur.

Pour respecter l'approche troisième corps, l'analyse de l'usure a été reliée à la quantité de débris éjectés hors du contact plutôt qu'au type de dégradation. Ainsi, le volume d'usure du contact V_c est donné alors par la relation :

$$V_c = V_d + V_p \quad (5.3)$$

Cette formulation permet également de qualifier le contact dans son ensemble, aussi bien en termes de dégradation de l'échantillon qu'en termes d'agressivité vis-à-vis du frotteur.

I.2 Approche par un taux d'usure

Pour exposer la méthodologie de l'évaluation de l'usure de nos couples de matériaux, nous allons prendre l'exemple du contact Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V étudié dans les conditions expérimentales du chapitre précédent (tableau 4.1).

Tout comme Archard [Archard, 1953], nous remarquons que le volume d'usure croît linéairement avec la distance de glissement pour une charge normale donnée (figure 5.4). Ce résultat suggère que les mécanismes de dégradation sont sensiblement identiques quelles que soient les conditions d'essais.

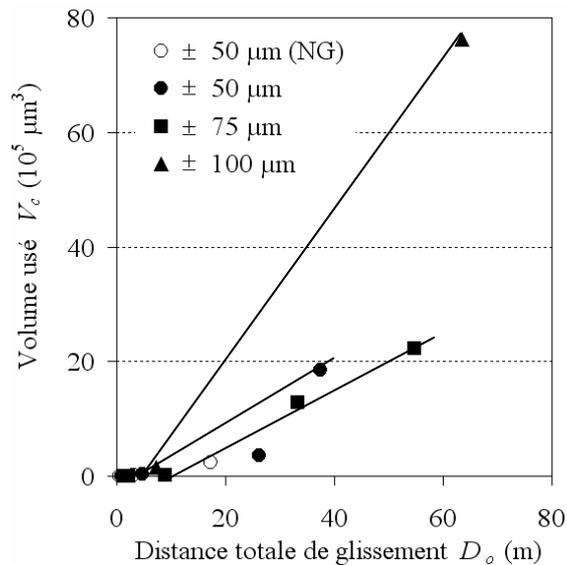


Figure 5.4: Evolution du volume d'usure global en fonction de la distance de glissement (symboles pleins : essais avec pion grenailé ; symboles évidés : essais avec pion non grenailés ; 100 Hz, 10^6 cycles).

Le volume d'usure du contact par unité de longueur de glissement V_c/D_o pour un débattement consigne donné décroît avec l'augmentation de la charge normale P (figure 5.5) et peut s'annuler pour une charge normale seuil à partir duquel l'usure ne se produit plus.

Cette distance de glissement seuil avant usure peut provenir du frottement des contaminants ou de la formation de TTS. Par ailleurs, pour une charge normale donnée, le volume d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o croît avec le débattement consigne δ_c . En définitive, l'étude du volume d'usure du contact par unité de glissement, V_c/D_o en fonction de la charge normale P , montre que cette quantité dépend non seulement de la charge normale P mais aussi du débattement initial δ_c .

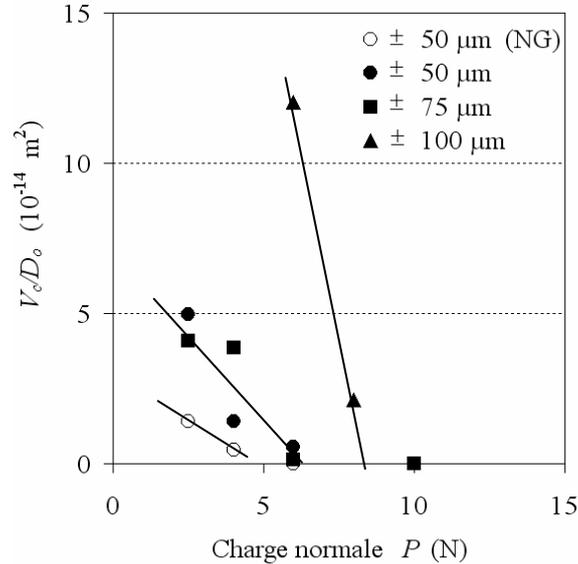


Figure 5.5 : Evolution du ratio V_c/D_o en fonction de la charge normale P (symboles pleins : essais avec pion grenailé ; symboles évidés : essais avec pion non grenailé ; 100 Hz, 10^6 cycles).

Ainsi, l'expression classique d'un taux d'usure, définie comme :

$$U_c = \frac{V_c}{PD_o} \quad (5.4)$$

dépend encore du débattement consigne δ_c , autrement dit de l'énergie initialement introduite dans le contact (figure 5.6). Il apparaît donc nécessaire d'introduire un critère plus stable et plus général pouvant quantifier le comportement à l'usure des matériaux en tenant compte de tous les paramètres du tribosystème y compris le débattement consigne.

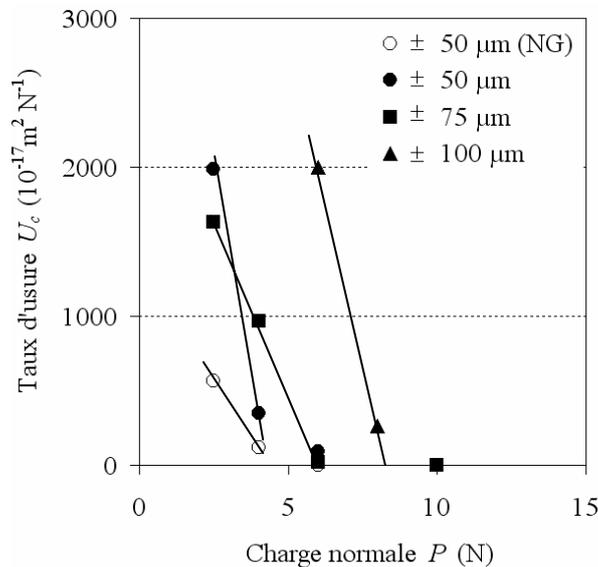


Figure 5.6 : Evolution du taux U_c en fonction de la charge normale P (100 Hz, 10^6 cycles).

I.3 Introduction d'un coefficient énergétique d'usure

L'énergie dissipée dans le contact est représentée par le produit de l'effort tangentiel et du déplacement mesuré. Pour un cycle de fretting, cette énergie dissipée est représentée par l'aire du cycle. L'énergie totale dissipée à l'interface des matériaux est alors définie comme la somme des aires de cycle de fretting E_{dt} avant grippage :

$$E_{dt} = \sum_{i=0}^{Grippage} E_{di} \quad (5.5)$$

En reportant le volume d'usure par unité de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} dans le contact au cours de l'essai, toutes les valeurs sont réunies sur une courbe unique (figure 5.7) indépendante de la charge normale et du débattement.

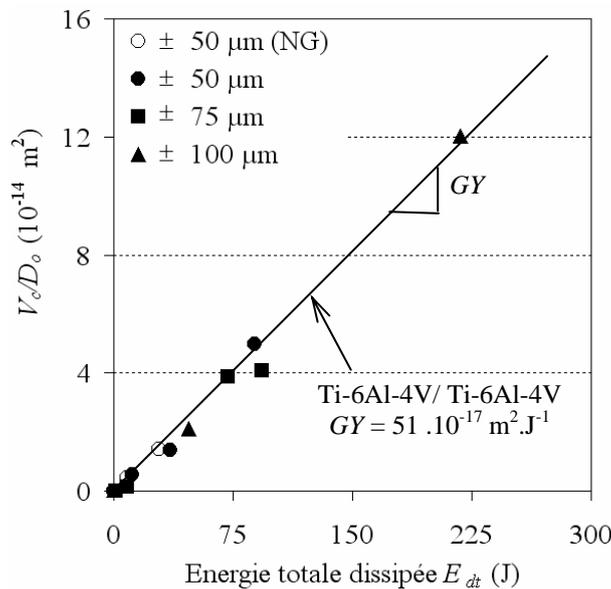


Figure 5.7 : Evolution du ratio V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} pour le contact en Ti-6Al-4V.

Nous pouvons alors introduire un coefficient énergétique d'usure noté GY comme la pente de cette courbe maîtresse :

$$GY = \frac{V_c}{D_o \cdot E_{dt}} \quad (5.6)$$

Alors qu'un taux d'usure s'exprime en $\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ (c'est-à-dire en Pa^{-1} , soit l'inverse de la dimension d'une contrainte), ce coefficient énergétique d'usure s'exprime en $\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{J}^{-1}$ ou $\text{m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$ (soit l'inverse de la dimension d'une énergie de surface). Il prend en compte non seulement l'usure du contact mais également l'ensemble des paramètres tribologiques du contact.

L'apparition d'un terme surfacique, et non volumique, dans la dimension de ce coefficient énergétique d'usure suggère que la quantité de surface créée est un paramètre plus pertinent que le volume de matière enlevée. En effet, un volume d'usure donné peut produire des débris de différentes tailles caractérisés par une surface créée différente (figure 5.8).

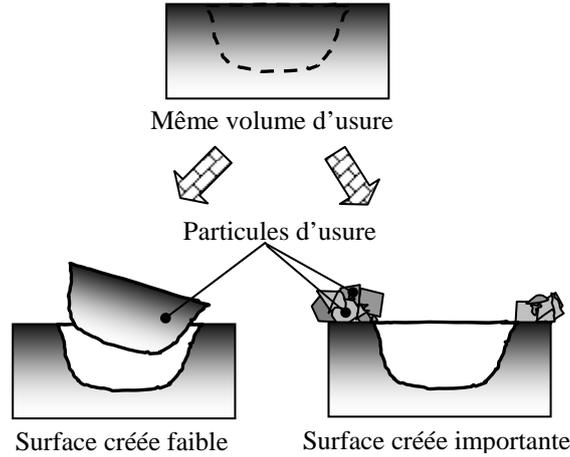


Figure 5.8 : Illustration de l'usure d'un matériau.

Cette formulation est proche de celle obtenue en fretting à débattements imposés avec un Ti-6Al-4V en tenant compte non pas de la distance totale de glissement, mais de la moyenne de l'ouverture du cycle [Fouvry *et al.*, 2004 ; Paulin *et al.*, 2005]. Les auteurs suggèrent que l'énergie dissipée est responsable de la création et de la formation des débris dans le contact et l'amplitude de glissement est responsable de leur évacuation. Le coefficient énergétique d'usure proposé ici globalise cette approche puisqu'il s'applique aussi bien en débattements libres qu'en débattements imposés. Il est également physiquement plus cohérent dans la mesure où une grandeur extensive comme une longueur (ouverture du cycle) doit être préférentiellement sommée plutôt que moyennée comme dans le cas d'une grandeur intensive. Le comportement à l'usure d'un couple de matériaux en fretting à débattements libres peut être ainsi caractérisé uniquement par son coefficient énergétique d'usure GY [Yantio *et al.*, 2007a].

Le coefficient énergétique d'usure du contact Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V avec ou sans grenailage du pion est quasi identique et est de $GY = 51 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$. Il ressort que le grenailage du pion n'a aucune influence sur le comportement à l'usure du couple de matériaux en Ti-6Al-4V. Un résultat similaire est retrouvé [Fridrici *et al.*, 2001] dans le cas d'une sollicitation de fretting en débattements imposés où les auteurs utilisent un coefficient énergétique d'usure établie par Mohrbacher [Mohrbacher *et al.*, 1995] reliant le volume d'usure du contact à l'énergie totale dissipée. Ils stipulent que les aspérités induites par le grenailage sont usées par le frottement en glissement total. Le comportement tribologique du couple de matériaux devient alors identique avec ou sans grenailage.

I.4 Incertitudes sur le coefficient énergétique d'usure

L'incertitude relative du coefficient énergétique d'usure GY s'écrit :

$$GY = \frac{V_c}{E_{dt} D_o} \quad \text{soit} \quad \frac{\Delta GY}{GY} = \frac{\Delta V_c}{V_c} + \frac{\Delta E_{dt}}{E_{dt}} + \frac{\Delta D_o}{D_o} \quad (5.7)$$

Par ailleurs, l'incertitude relative sur le volume d'usure s'écrit :

$$V_c = V_d + V_p \quad \text{soit} \quad \frac{\Delta V_c}{V_c} = \frac{\Delta V_d}{V_d} + \frac{\Delta V_p}{V_p} \quad \text{avec} \quad V_p = \frac{\pi r^4}{4R} \quad (5.8)$$

C'est-à-dire :

$$\frac{\Delta V_c}{V_c} = \frac{\Delta V_d}{V_d} + \frac{4 \cdot \Delta r}{r} + \frac{\Delta R}{R} \quad (5.9)$$

- L'incertitude relative liée au volume d'usure du disque est de l'ordre de 1 % (donnée du constructeur du profilomètre interférométrique).
- L'incertitude relative sur la mesure de la trace d'usure du pion vaut 1,5 %.
- L'incertitude relative sur le rayon du pion est de l'ordre de 1 % (tolérance d'usinage).

Ainsi, l'incertitude relative sur le volume d'usure du pion est de 7 %. Il advient que l'incertitude sur le volume d'usure du contact est de 8 %.

L'incertitude relative sur l'énergie totale dissipée E_{dt} est donnée par :

$$\frac{\Delta E_{dt}}{E_{dt}} = \frac{4 \cdot Q_T \Delta \delta_o + D_o \Delta Q}{E_{dt}} \text{ avec } E_{dt} \approx 4 \cdot \sum_i^{\text{grippage}} Q_i \cdot \delta_{oi} \quad (5.10)$$

Où $Q_T = \sum_i Q_i$, $\Delta \delta_o$ et ΔQ sont respectivement l'incertitude absolue sur l'ouverture de cycle et de l'incertitude absolue sur la force tangentielle ($\Delta Q = 0,01$ N). L'incertitude relative maximale sur l'énergie dissipée est de 3 %.

L'incertitude relative sur la distance totale de glissement est définie par l'équation 4.5. Elle est de l'ordre de 3 %. En définitive, l'incertitude relative sur le coefficient énergétique d'usure est de l'ordre de 14 %. Cette erreur relative élevée est en grande partie due à l'erreur commise sur l'évaluation du volume d'usure en particulier du pion. Le coefficient énergétique d'usure du Ti-6Al-4V est de : $GY = (51 \pm 7) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$.

II – COMPORTEMENT A L'USURE DES MATERIAUX ETUDIES

II.1 Comportement des cupronickels

L'évolution des volumes usés V_c en fonction de la distance parcourue D_o ainsi que des volumes d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de la charge normale P est rassemblé dans la figure 5.9. L'évolution des volumes d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} est donnée dans la figure 5.10.

Les coefficients énergétiques d'usure des revêtements CuNiSi, CuNiIn et de l'association CuNiIn+verniss face à un pion grenailé sont respectivement de $(47 \pm 6) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$, $(67 \pm 9) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$ et $(8 \pm 1) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$. Le revêtement CuNiIn présente un coefficient énergétique d'usure plus élevé que celui du CuNiSi. L'apport du verniss de glissement contenant diminue fortement ce coefficient énergétique à $(8 \pm 1) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$.

En étudiant le revêtement CuNiIn élaboré dans les mêmes conditions en fretting à débattements imposés, Fridrici *et al.* [Fridrici *et al.*, 2003] expliquent que ce revêtement s'use plus rapidement en fretting par rapport au Ti-6Al-4V. Le résultat est en accord avec l'emploi de notre critère : le coefficient énergétique d'usure du CuNiIn $((67 \pm 9) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1})$ est supérieur au coefficient énergétique du Ti-6Al-4V $((51 \pm 7) \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1})$. Par ailleurs, les résultats apportés par le coefficient énergétique d'usure GY du CuNiIn+verniss confirment ses performances à limiter l'usure des matériaux [Xu *et al.*, 2003].

ETUDE DE L'USURE

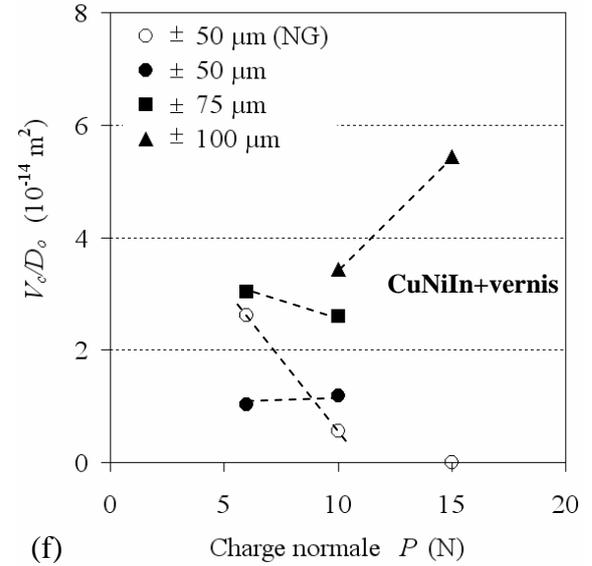
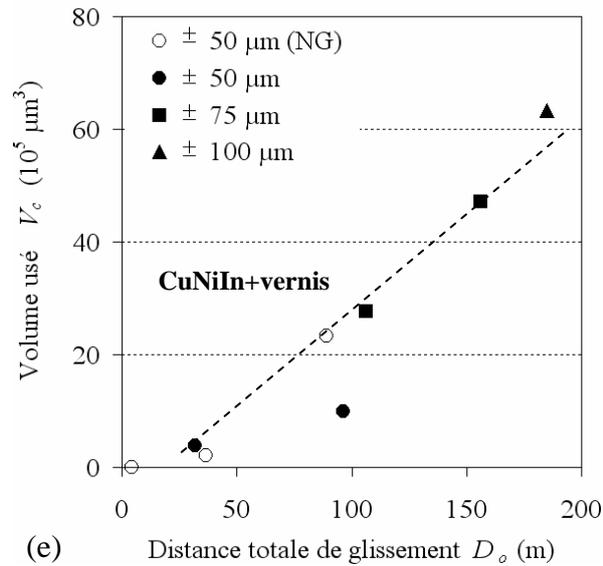
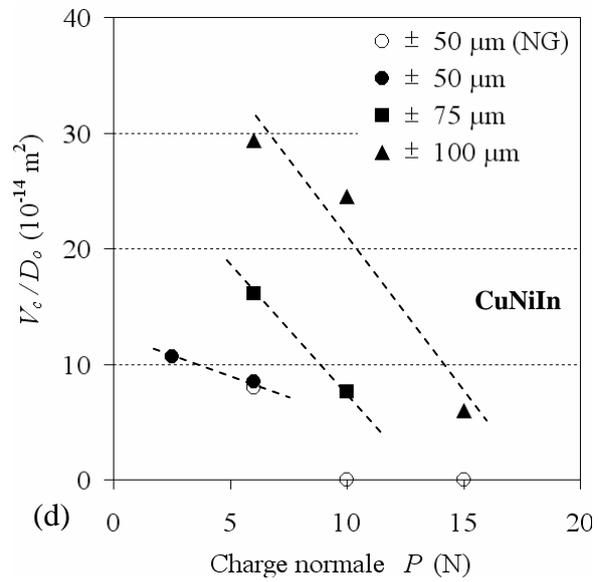
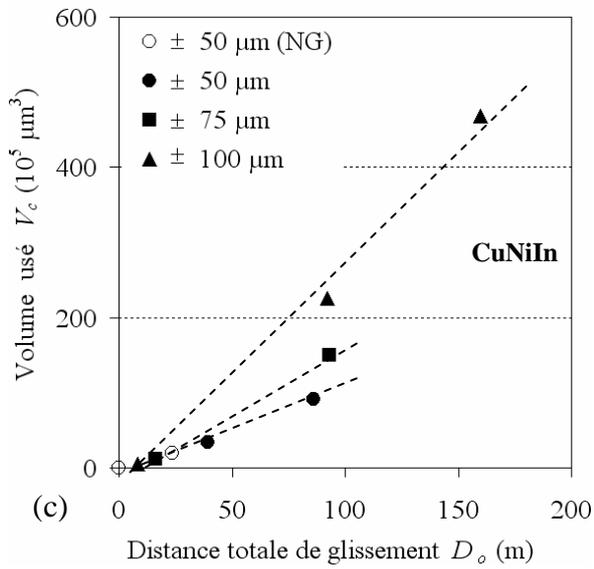
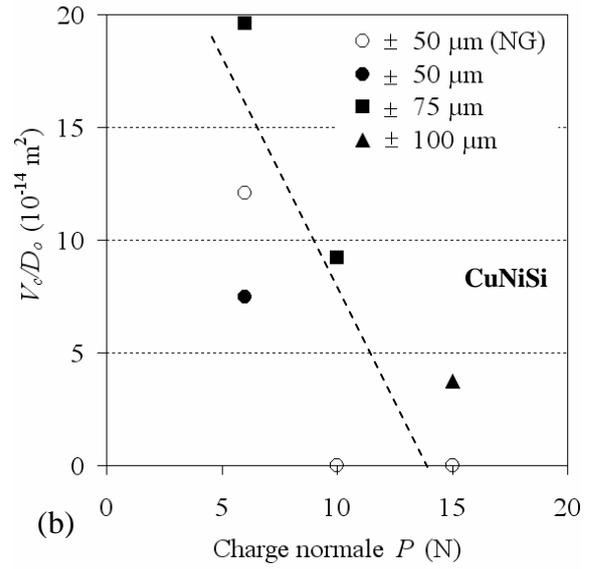
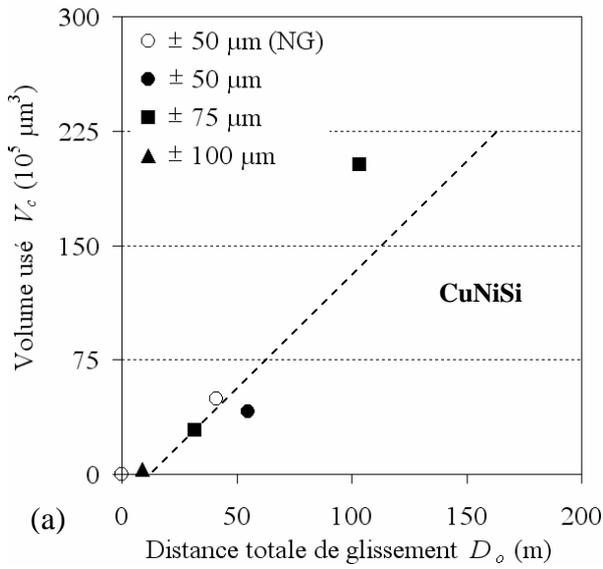


Figure 5.9 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o (gauche) et du volume par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de la charge normale P (droite) (symboles pleins : essais avec pion grenailé ; symboles évidés : essais avec pion non grenailé ; 100 Hz, 10^6 cycles) (a et b) TA6V(NG)+CuNiSi ; (c et d) TA6V(NG)+CuNiIn ; (e et f) TA6V(NG)+CuNiIn+vernis.

Le grenailage du pion a une influence sur les résultats avec les revêtements CuNiIn et CuNiSi (figures 5.10a et b, tableau 5.1). Il semble réduire l'usure du contact en présence de ces revêtements. Cependant, aucune différence de comportement à l'usure n'est observée pour le cas du CuNiIn+vernis (figure 5.10c).

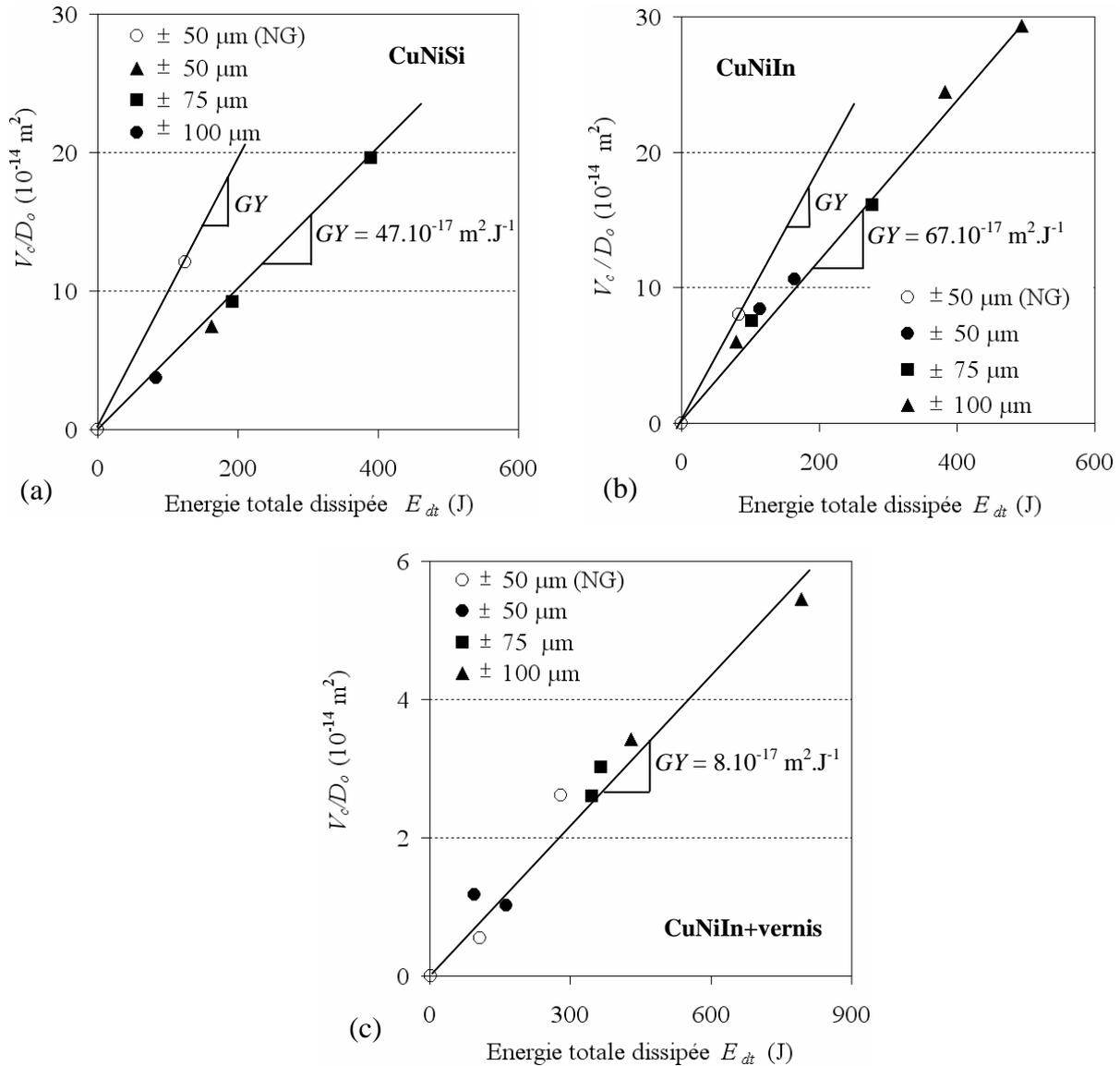


Figure 5.10 : Ratio V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} : (a) TA6V(NG)+ CuNiSi ; (b) TA6V(NG)+ CuNiIn et (c) TA6V(NG)+ CuNiIn (points évidés : avec pion non grenailé ; points pleins : avec pion grenailé).

Echantillons (disques)	Pions (frotteurs)	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
TA6V (NG)	TA6V (G)	51 ± 7
	TA6V (NG)	52 ± 7
CuNiSi sur substrat TA6V (NG)	TA6V (G)	47 ± 6
	TA6V (NG)	96 ± 5
CuNiIn sur substrat TA6V (NG)	TA6V (G)	67 ± 9
	TA6V (NG)	83 ± 13
CuNiIn+vernis sur substrat TA6V (NG)	TA6V (G)	8 ± 1
	TA6V (NG)	7 ± 1

Tableau 5.1 : Coefficients énergétiques d'usure des cupronickels et du Ti-6Al-4V.

II.2 Comportement des revêtements céramiques

II.2.1 Les revêtements durs

Ces revêtements influencent le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V (figures 5.11 et 5.12). Leurs coefficients énergétiques d'usure sont inférieurs à celui du Ti-6Al-4V. Cependant, le revêtement DLC présente un coefficient énergétique légèrement plus élevé par rapport aux nitrures de silicium Si_3N_4 et Si_xN_y (tableau 5.2). Par ailleurs, les proportions stœchiométriques du Si et de N dans le Si_xN_y ($x/y \sim 0,78$) ne semblent pas influencer le coefficient énergétique d'usure des nitrures de silicium.

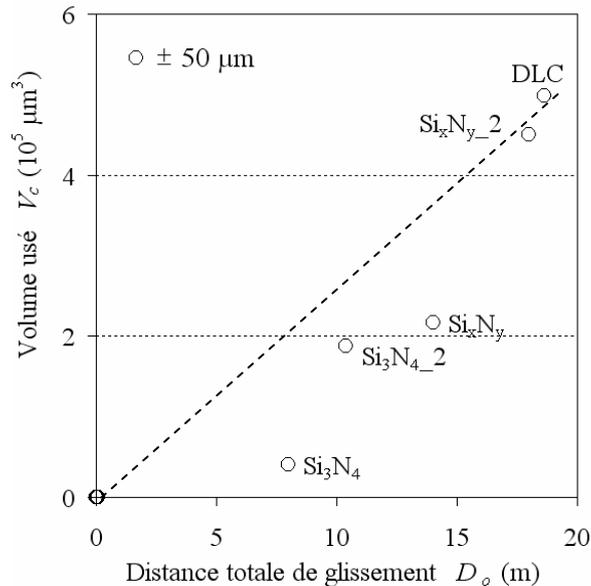


Figure 5.11 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o des revêtements étudiés ($\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$, 100 Hz, 10^6 cycles, pion TA6V(G)).

Des essais de reproductivité ont été menés sur les deux nitrures de silicium (deux essais identiques à 6 N et $\pm 50 \mu\text{m}$). La précision sur chaque valeur du coefficient énergétique d'usure reste de l'ordre de 10 à 14 %. La reproductivité de ce coefficient d'usure est de l'ordre de 12 %.

Echantillons (disques)	Pions (frotteurs)	Coefficients énergétiques $\text{GY} \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
DLC sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	44 ± 5
Si_3N_4 sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	33 ± 4 42 ± 5
Si_xN_y sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	32 ± 4 40 ± 5

Tableau 5.2 : Coefficients énergétiques d'usure des revêtements « durs ».

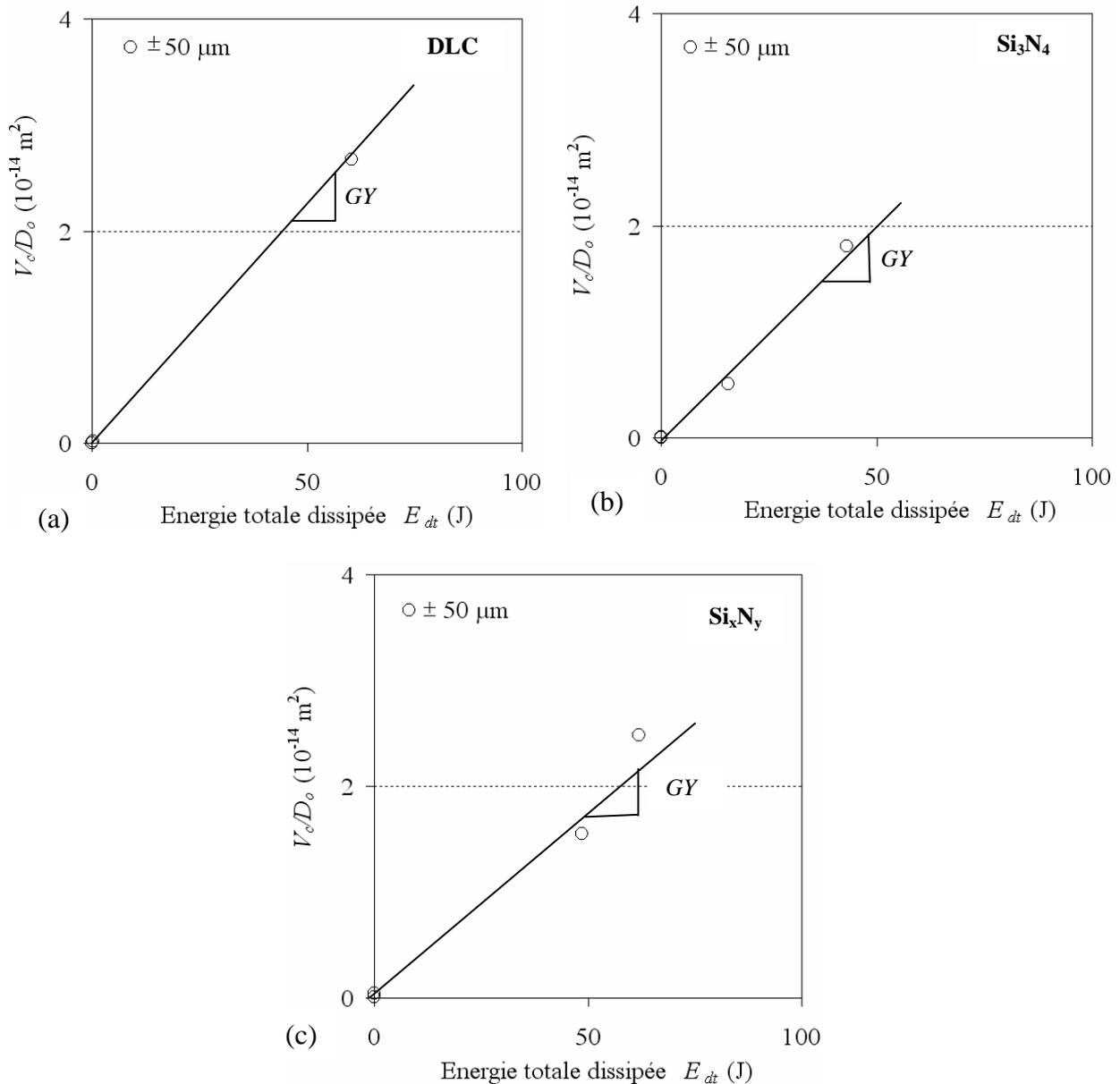
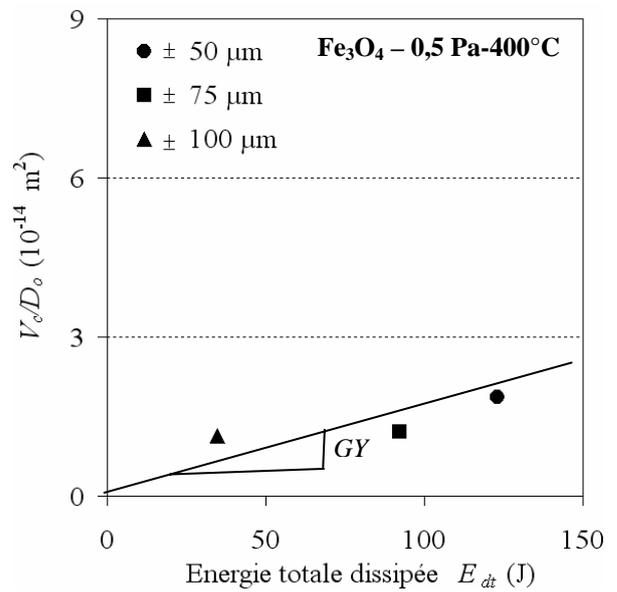
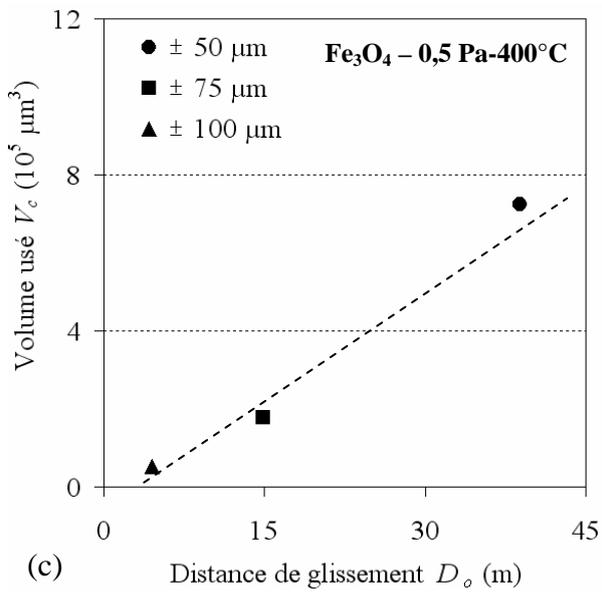
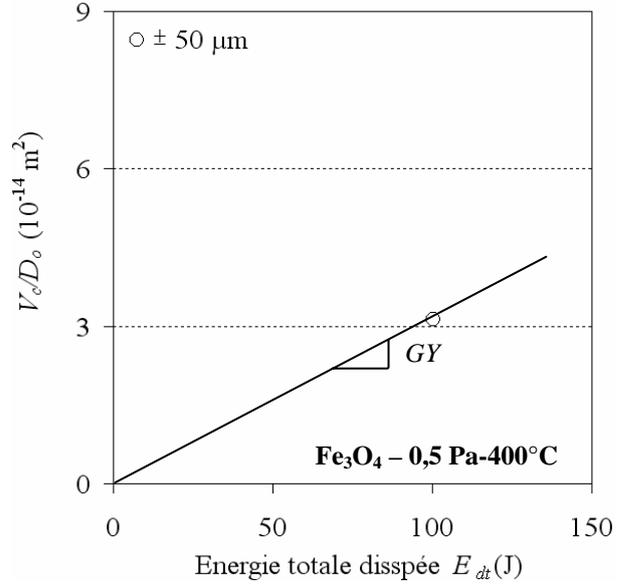
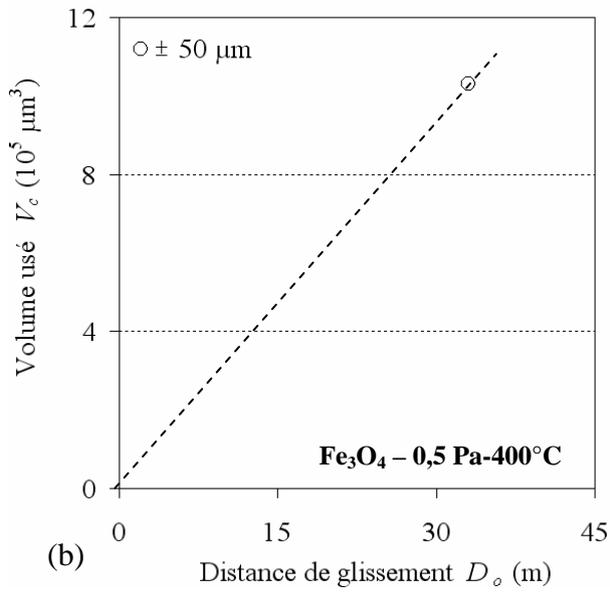
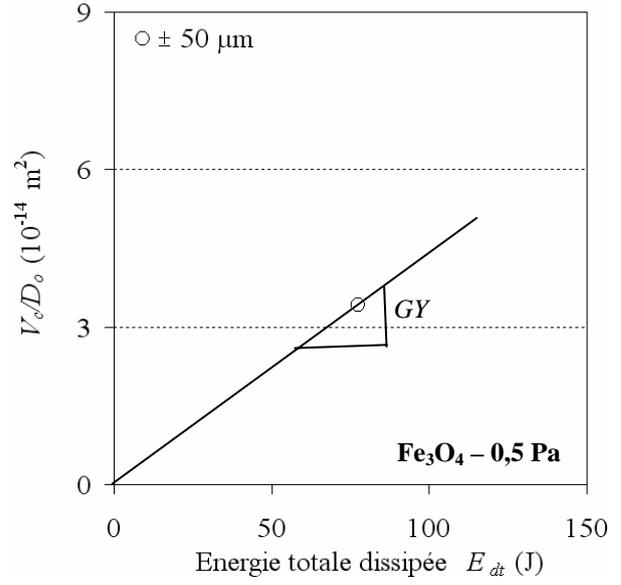
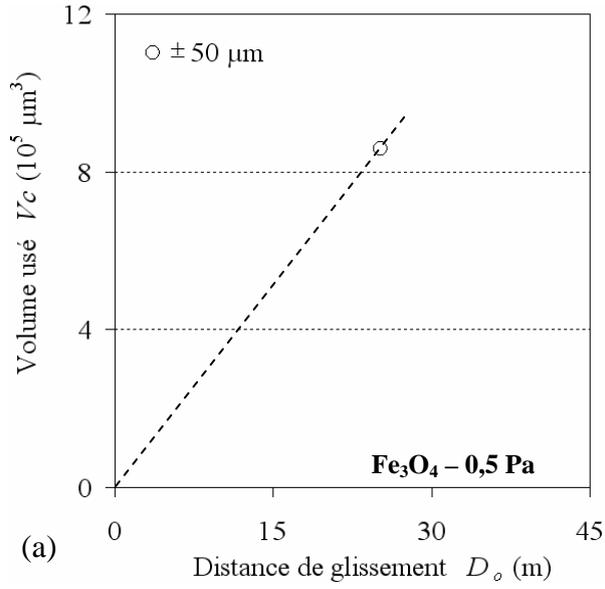


Figure 5.12 : Evolutions du volume usé par unité de longueur de glissement V_c/D_0 en fonction de l'énergie dissipée E_{dt} des revêtements étudiés : (a) contact TA6V(NG)+DLC, (b) TA6V(NG)+Si₃N₄ et (c) TA6V(NG)+Si_xN_y.

II.2.2 Les revêtements magnétiques

Le traitement thermique améliore le comportement à l'usure des magnétites (figure 5.13a et 5.13b). Le coefficient énergétique d'usure de celle élaborée sous une pression de 0,5 Pa et traité à 400°C est inférieur à celui de la magnétite non traitée et élaborée dans les mêmes conditions de pression (tableau 5.3). Ce coefficient d'usure est fortement réduit en présence du grenailage du substrat. Par ailleurs, les conditions d'élaboration influent sur le comportement à l'usure de ce revêtement (figures 5.13c et 5.13d). En effet, la magnétite élaborée sous une pression de 0,5 Pa présente un bon comportement à l'usure par rapport à celle élaborée sous une pression de 2 Pa en réduisant le coefficient énergétique de cette dernière d'un facteur d'environ 7 et améliore ainsi le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V.

ETUDE DE L'USURE



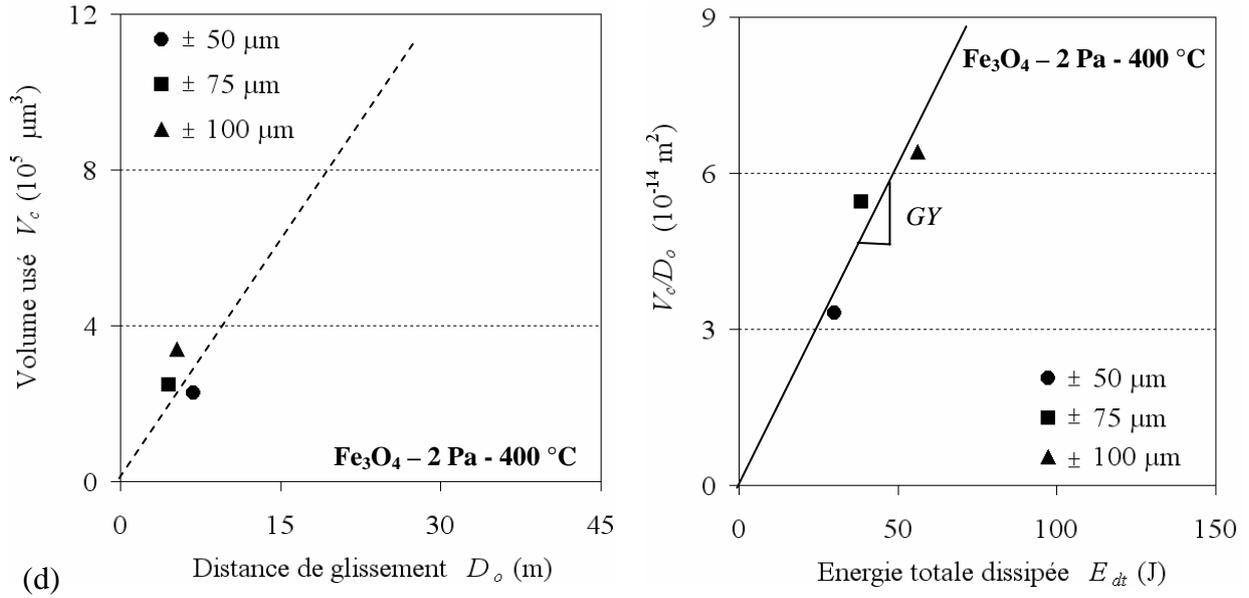


Figure 5.13 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o (gauche) ainsi que des évolutions du volume d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} (J) (droite) (Symboles pleins : substrat grenailé ; Symboles évidés : substrat non grenailé).

Echantillons (disques)	Pions (frotteurs)	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
Fe_3O_4 -0,5 Pa sur substrat TA6V (NG)	TA6V (G)	44 ± 4
Fe_3O_4 -0,5 Pa-400°C sur substrat TA6V (NG)	TA6V (G)	31 ± 4
Fe_3O_4 -0,5 Pa-400°C sur substrat TA6V (G)	TA6V (G)	20 ± 3
Fe_3O_4 -2 Pa-400°C sur substrat TA6V (G)	TA6V (G)	122 ± 16

Tableau 5.3 : Coefficients énergétiques d'usure des revêtements magnétites.

II.3 Comportement des substrats nitrurés

Le comportement à l'usure des substrats nitrurés dépend à la fois de leur épaisseur et de leur condition d'élaboration (figures 5.14 et 5.15). A faible épaisseur (0,1 μm), les couches nitrurées P1 (technique P3I) et P9 (technique PF2I) présentent des coefficients énergétiques comparables (tableau 5.4). Par contre, pour des épaisseurs élevées (> 0,2 μm), la nitruration (P17) présente un coefficient énergétique d'usure élevée par rapport à la couche nitrurée F2.

Le grenailage a une influence négligeable sur le comportement à l'usure de la nitruration F2 (figures 5.14b et 5.15d). En effet, sur un substrat non grenailé, le grenailage seul du pion engendre un coefficient énergétique d'usure de la nitruration F2 comparable à celui obtenu avec un pion non grenailé (tableau 5.4). De même, le grenailage du substrat n'apporte guère d'amélioration sur le coefficient énergétique d'usure face à un pion grenailé.

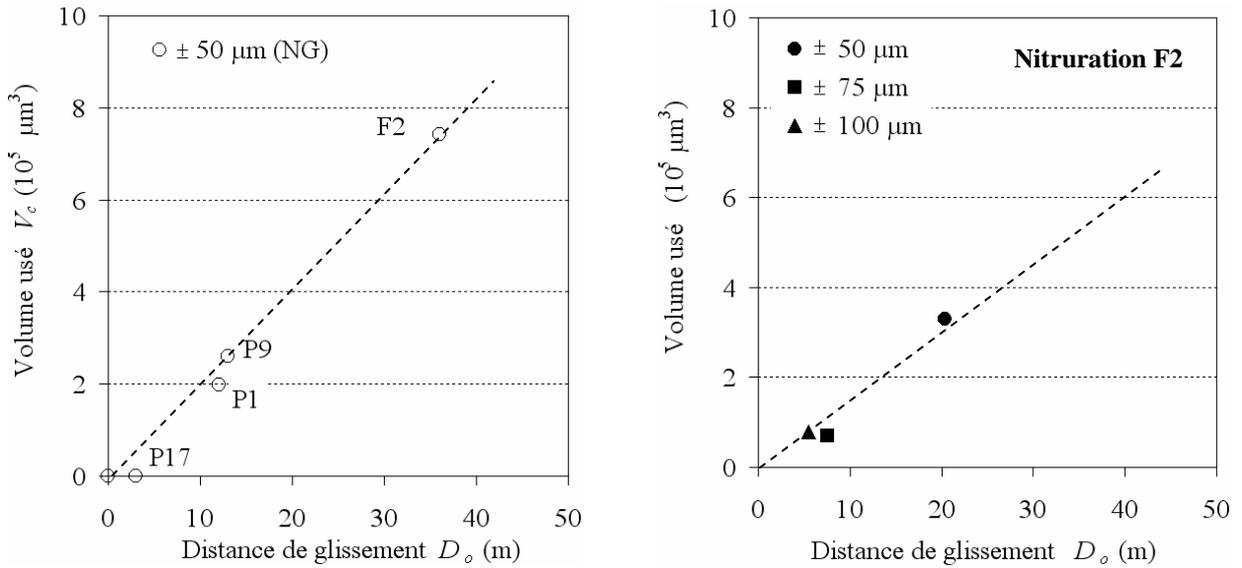


Figure 5.14 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o des couches nitrurées.

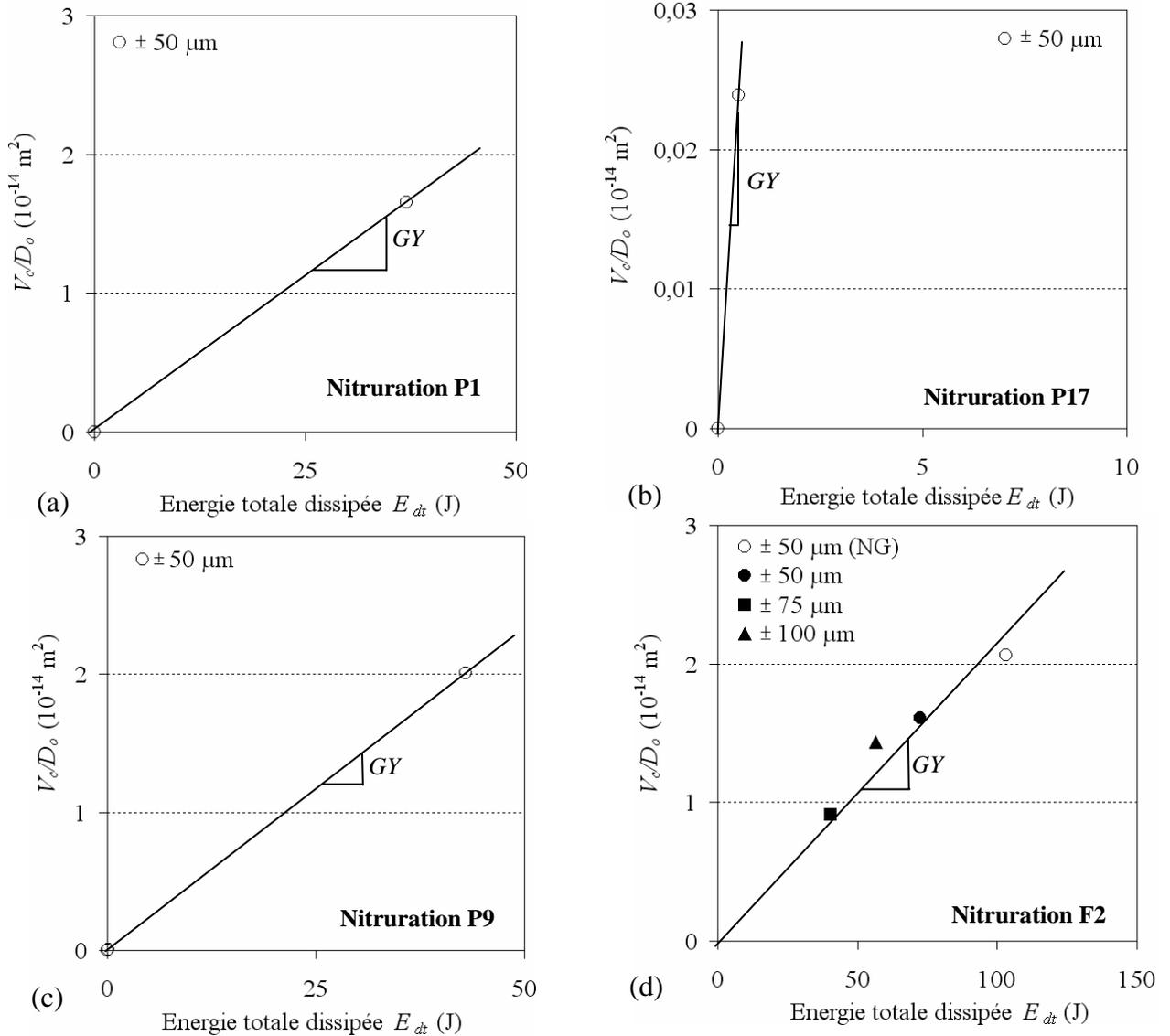


Figure 5.15 : Evolutions du volume usé par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie dissipée E_{dt} des substrats nitrurés étudiés (symboles pleins : essai avec pion grenailé ; symbole évidé : essai avec pion non grenailé ; 100 Hz, 10^6 cycles) : (a) nitruration P1, (b) nitruration P17, (c) nitruration P9 et (d) nitruration F2.

Echantillons (disques)	Pions (frotteurs)	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
Nitruration P1 sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	45 ± 6
Nitruration P17 sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	48 ± 6
Nitruration P9 sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	47 ± 5
Nitruration F2 sur substrat TA6V (NG)	TA6V (NG)	20 ± 3
Nitruration F2 sur substrat TA6V (G)	TA6V (G)	25 ± 3
Nitruration F2 sur substrat TA6V (G)	TA6V (G)	22 ± 3

Tableau 5.4 : Coefficients énergétiques d'usure des substrats nitrurés.

II.4 Comportement des traitements combinés

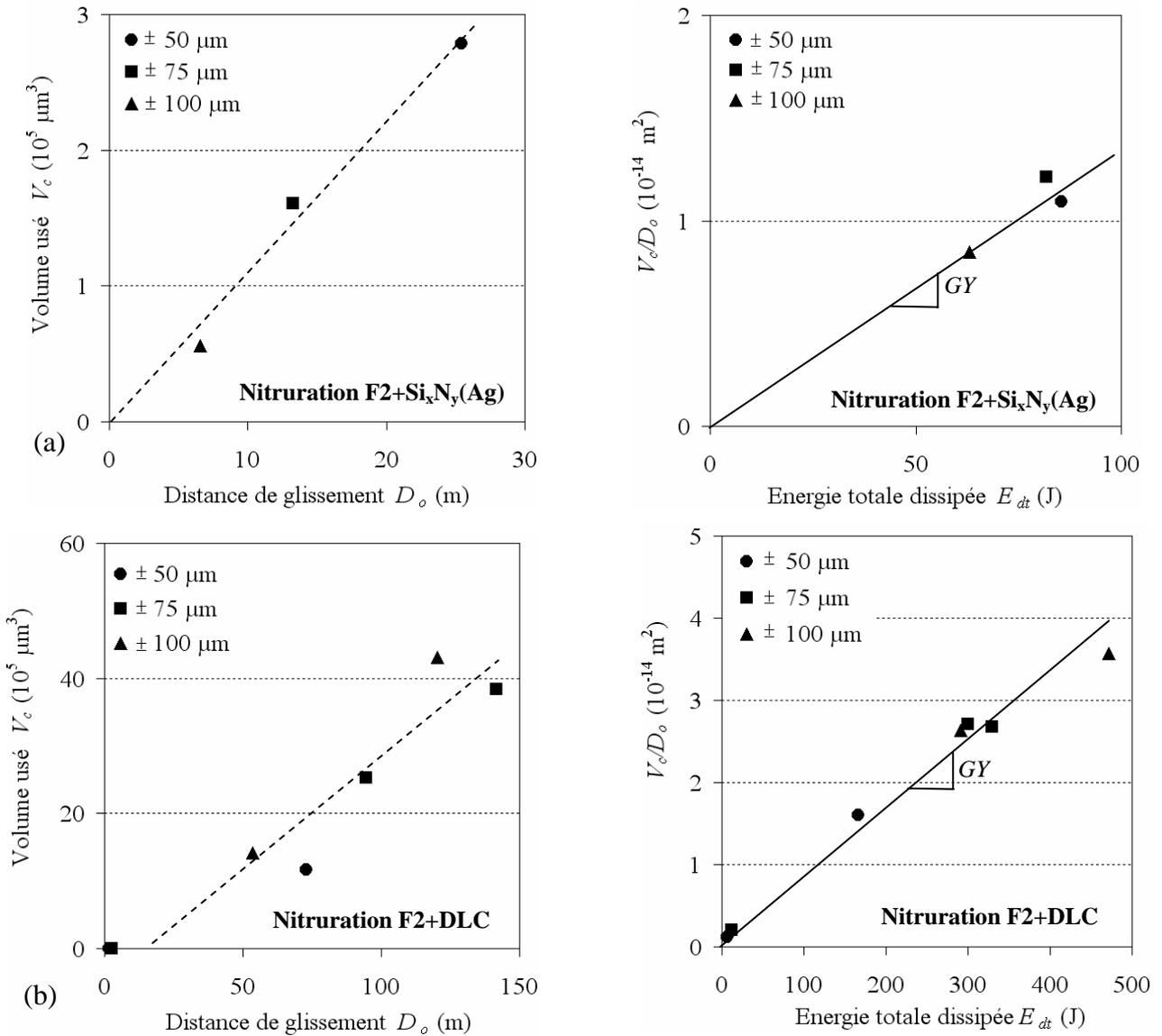


Figure 5.16 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o (gauche) ainsi que des évolutions du volume d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} (J) (droite) : (a) nitruration F2+Si_xN_y(Ag), et (b) TA6V(G)+nitruration F2+DLC.

L'apport du revêtement DLC et du revêtement $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ sur la nitruration F2 est bénéfique sur le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V (figure 5.16). Le coefficient énergétique d'usure de la nitruration F2 est réduit d'un facteur d'environ 2 (tableau 5.5). Cependant, l'association nitruration F2+DLC présente un faible coefficient énergétique d'usure par rapport à celui de l'association F2+ $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$. En définitive, l'association nitruration F2+DLC sur un substrat grenailé frotté avec un pion grenailé présente un meilleur comportement à l'usure du Ti-6Al-4V.

Echantillons (disques)	Pions (frotteurs)	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
Nitruration F2+ $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ sur substrat TA6V(G)	TA6V (G)	14 ± 1
Nitruration F2+ DLC sur substrat TA6V(G)	TA6V (G)	11 ± 1

Tableau 5.5 : Coefficients énergétiques d'usure des traitements duplex.

II.5 Comportement des revêtements composites NiP à dispersoïdes de talc

Le traitement thermique et le talc joue un rôle non négligeable dans le comportement à l'usure du revêtement composite (figure 5.17). Le traitement thermique améliore le comportement à l'usure du revêtement NiP (tableau 5.6). En effet, son coefficient énergétique d'usure est faible par rapport au revêtement NiP non traité. Ceci peut s'expliquer d'après Aslanyan *et al.* [Aslanyan *et al.*, 2006] et Etcheverry *et al.* [Etcheverry *et al.*, 2006a ; Etcheverry *et al.*, 2006b] à la présence des précipités très dures de Ni_3P . Par ailleurs, l'apport des particules de talc d'une teneur de 40 g.l^{-1} sur une matrice NiP non traitée réduit le coefficient énergétique d'usure d'un facteur 2. Cette réduction est accrue lorsque la teneur en talc est triplée (120 g.l^{-1}) dans le composite. Cette belle performance à l'usure du composite peut être attribuée au talc qui présente des propriétés lubrifiantes très intéressantes.

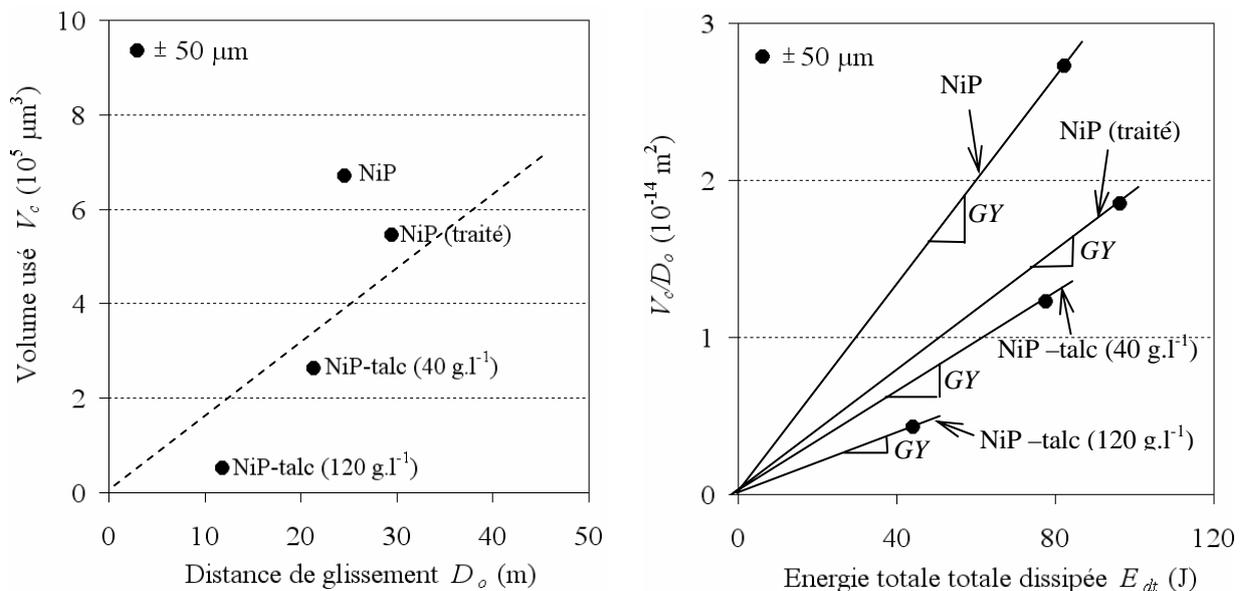


Figure 5.17 : Evolutions du volume usé V_c en fonction de la distance de glissement D_o (gauche) ainsi que des évolutions du volume d'usure par unité de longueur de glissement V_c/D_o en fonction de l'énergie totale dissipée E_{dt} (J) (droite).

Pions	Echantillons	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
TA6V (G)	TA6V(NG)+NiP	33 ± 4
	TA6V(NG)+NiP (traité)	19 ± 2
	TA6V(NG)+NiP-talc (40 g.l^{-1})	15 ± 2
	TA6V(NG)+NiP-talc (120 g.l^{-1})	10 ± 1

Tableau 5.6 : Coefficients énergétiques d'usure des composites NiP à dispersoïdes de talc.

II.6 Relation usure et travail d'adhésion

Nous avons montré que l'usure pouvait se caractériser par un enlèvement de matière ou par un transfert de matière. Ces mécanismes traduisent ainsi l'existence des phénomènes d'adhésion dans le contact. L'énergie permettant de créer des surfaces peut être rattachée au travail d'adhésion W_{12} . Par ailleurs, le comportement à l'usure des matériaux a été défini par leur capacité à créer des surfaces nouvelles à travers un coefficient énergétique d'usure GY .

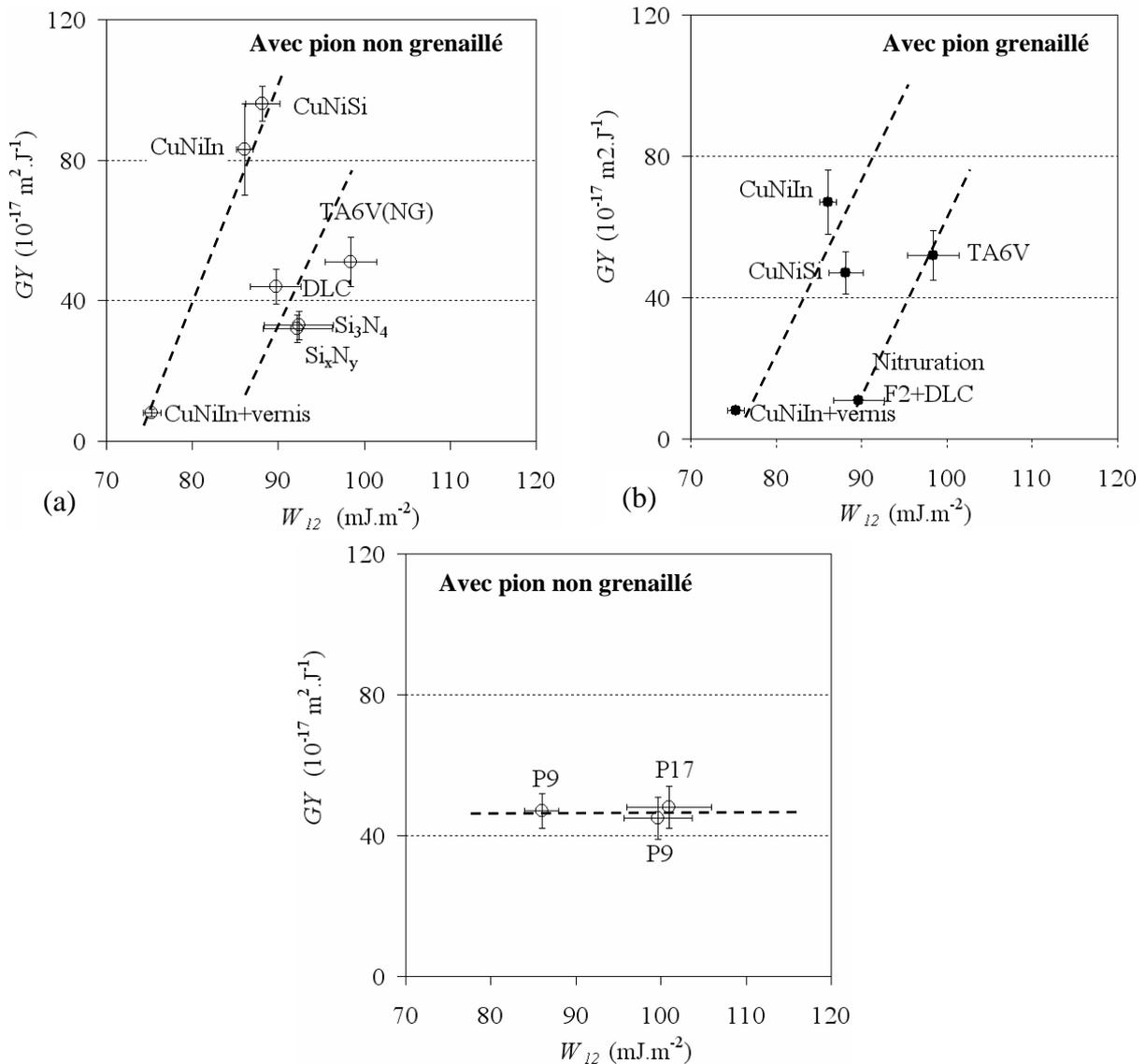


Figure 5.18 : Relation usure et adhésion des matériaux pour un contact avec le Ti-6Al-4V non grenailé. (a) cas des cupronickels et des céramiques et (b) cas des nitrurations

Une relation entre le coefficient énergétique d'usure GY et le travail d'adhésion W_{12} dans le cas d'un frotteur grenailé ou non montre que l'influence des phénomènes adhésifs sur l'usure des matériaux dépend de la famille (nature) des couples en contact figure 5.18. En effet, pour la famille des cupronickels, le coefficient énergétique tend à augmenter avec le travail d'adhésion (figure 5.18a). Il tend également à augmenter mais moins rapidement dans le cas des revêtements céramiques. Par contre, le travail d'adhésion n'a que peu d'effet sur le coefficient énergétique d'usure des substrats nitrurés (figure 5.18b). En définitive, l'augmentation des interactions adhésives accélèrent le processus d'usure des cupronickels. En revanche, ce processus est retardé dans le cas des céramiques. Par ailleurs, les interactions adhésives n'ont aucune influence sur l'usure des substrats nitrurés. Il apparaît que les mécanismes de création, de formation et d'éjection des débris gouvernent le comportement à l'usure des matériaux.

II.7 Synthèse partielle

L'analyse de l'usure des matériaux a conduit à l'établissement d'un coefficient énergétique prenant en compte le volume d'usure du contact, la distance de glissement et l'énergie totale dissipée dans le contact. Les résultats sont résumés dans les paragraphes suivants :

- Les revêtements CuNiIn et CuNiSi n'améliorent pas le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V face à un pion grenailé ou non. Leur coefficient énergétique est soit élevé, soit comparable à celui du Ti-6Al-4V. Toutefois, l'association CuNiIn+verniss améliore le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V d'un facteur d'environ 6.
- Les revêtements céramiques influencent en général le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V sauf pour la magnétite élaborée sous une pression de 2 Pa et traitée thermiquement à 400 °C. Le DLC présente un coefficient énergétique d'usure comparable à celui du Ti-6Al-4V. Ce coefficient énergétique d'usure est réduit en présence des nitrures de silicium dont les proportions stœchiométriques du Si et de N n'ont aucune influence sur le comportement à l'usure de ces matériaux. Par ailleurs, le traitement thermique, le grenailage du substrat et les conditions d'élaboration influent le comportement à l'usure des magnétites. Cependant, parmi les couples étudiés, seul le revêtement magnétite élaboré sous une pression de 0,5 Pa et traité thermiquement à 400 °C face à un frotteur en Ti-6Al-4V grenailé présente le meilleur comportement à l'usure car ce couple de matériau présente un coefficient énergétique faible.
- Le comportement à l'usure des substrats nitrurés dépend à la fois de leur épaisseur et de leur condition d'élaboration. Les nitrurations P1, P9 et P17 présentent des coefficients énergétiques comparables à celui de Ti-6Al-4V. Ce coefficient est réduit de moitié en présence de la nitruration F2. Le grenailage a une influence négligeable sur le comportement à l'usure de cette couche nitrurée. Cependant, l'apport des revêtements céramiques ($Si_xN_y(Ag)$, DLC) sur la nitruration F2 améliore considérablement ce comportement à l'usure. Toutefois, un meilleur comportement est obtenu avec l'association nitruration F2+DLC.
- Les revêtements composites sont bénéfiques sur le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V. L'apport du traitement thermique et de la présence du talc réduisent le coefficient énergétique d'usure de ce matériau. Ce coefficient énergétique est fortement réduit lorsque la teneur en talc dans le composite est triplée.

III – ANALYSE DES ENDOMMAGEMENTS DES SURFACES

III.1 Description générale des traces de fretting

Des observations au MEB, couplées à des analyses EDX ont été conduites aussi bien à la surface des matériaux que sur des coupes transverses des traces. Tout comme dans une sollicitation à débattements imposés, les observations mettent en évidence la présence systématique d'un film de transfert constitué de débris amalgamés fortement cisailés. Ces particules sont soit maintenues dans le contact, jouant ainsi le rôle d'accommodation de vitesse, soit éjectées du contact hors de la trace où ils ne participent plus à la vie du contact. La rhéologie de ce troisième corps a été caractérisée *post-mortem* par sa morphologie, son épaisseur et sa composition chimique.

III.1.1 Morphologie du troisième corps

Le troisième corps a été caractérisé selon trois critères qualitatifs : sa cohésion, sa ductilité et son adhérence aux premiers corps [Descartes & Berthier, 2002 ; Yantio *et al.*, 2007b].

- La *cohésion* d'un troisième corps est définie comme son aptitude à constituer un film homogène et continu dans le contact. Un troisième corps fortement cohésif est constitué de zones de portance étendues avec des débris fortement compactés (figure 5.19a). En revanche, un troisième corps faiblement cohésif (figure 5.19b) est constitué de nombreux débris pulvérulents.

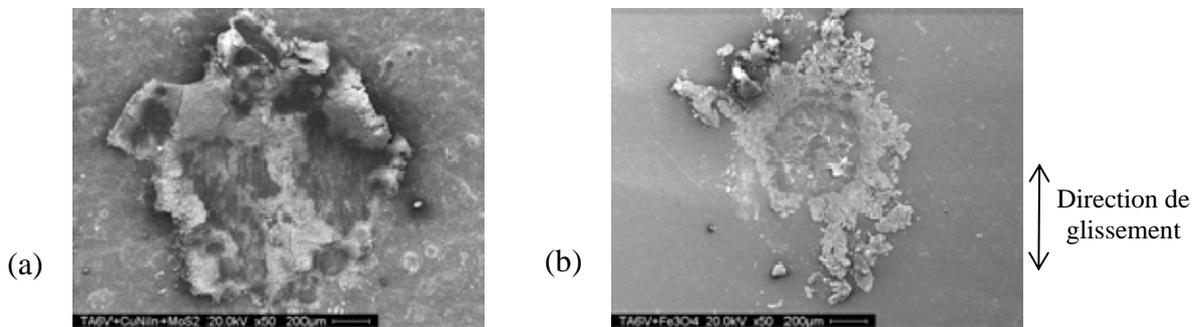


Figure 5.19 : Définition de la cohésion du troisième corps : (a) fortement cohésif (b) faiblement cohésif.

Les particules constituant un film cohésif de transfert sont progressivement évacuées vers le bord de la trace durant le frottement. Une fois hors du contact, ces amas de particules se craquellent par relaxation des contraintes en formant ainsi des particules d'usure de tailles différentes (figure 5.20). Les particules élémentaires ont une taille comprise entre 0,1 μm et 0,3 μm . Les amas de particules ont des tailles pouvant atteindre 15 μm .

- La *ductilité* d'un troisième corps est définie comme son aptitude à accommoder les contraintes de cisaillement et d'écrasement en se déformant. Un troisième corps suffisamment ductile présente une grande capacité à s'étaler contrairement à un troisième corps faiblement ductile qui se fissure (figure 5.21).
- L'*adhérence* d'un troisième corps est définie comme son aptitude à rester solidaire du substrat. Un troisième corps fortement adhérent reste fermement accroché au substrat contrairement à un troisième corps faiblement adhérent qui se décolle du substrat

(figure 5.22). Le décollement et le fractionnement de ce film de transfert interviennent souvent à l'ouverture du contact, lors du retrait du frotteur (solllicitation de traction succédant à la solllicitation tribologique de cisaillement et d'écrasement). Cette fissuration n'affecte pas le substrat.

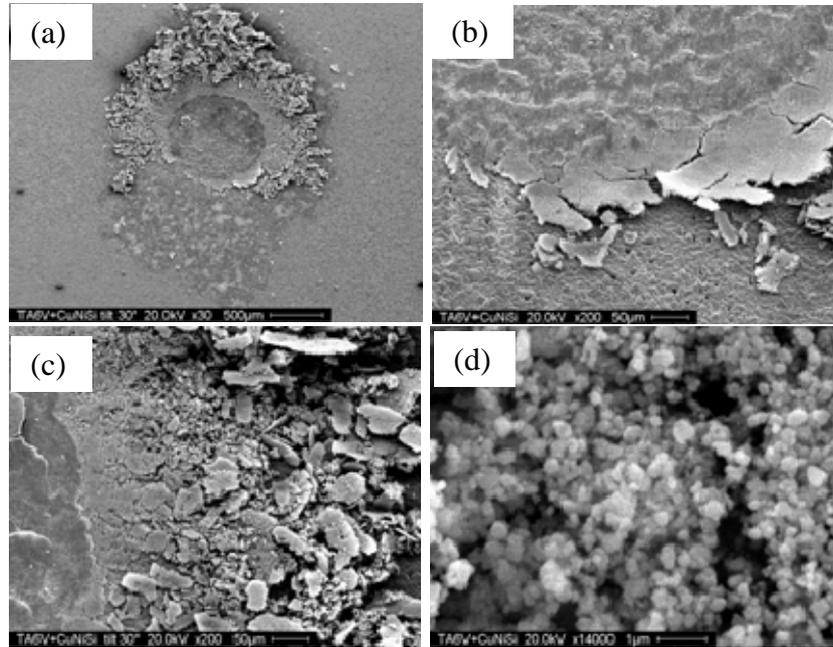


Figure 5.20 : Formation des débris d'usure pour le cas du CuNiSi face à un pion grenailé ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$). (a) trace de fretting, (b) évacuation de la couche de débris amalgamé hors du contact, (c) plaques de débris fragmentées et (d) débris fins.

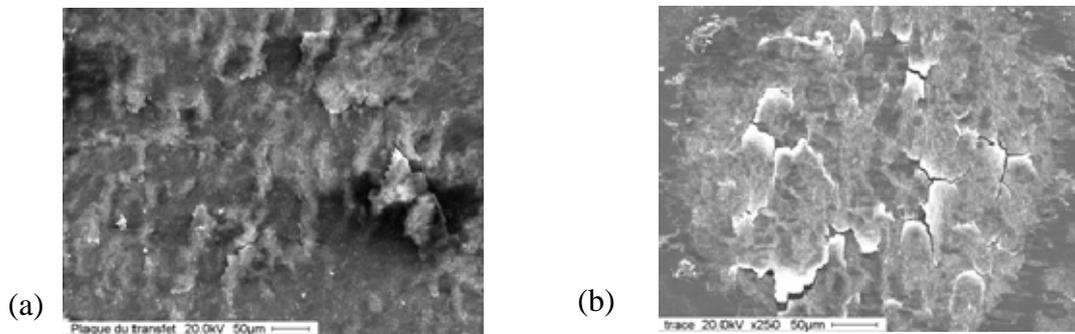


Figure 5.21 : Définition de la ductilité du troisième corps : (a) fortement ductile et (b) faiblement ductile.

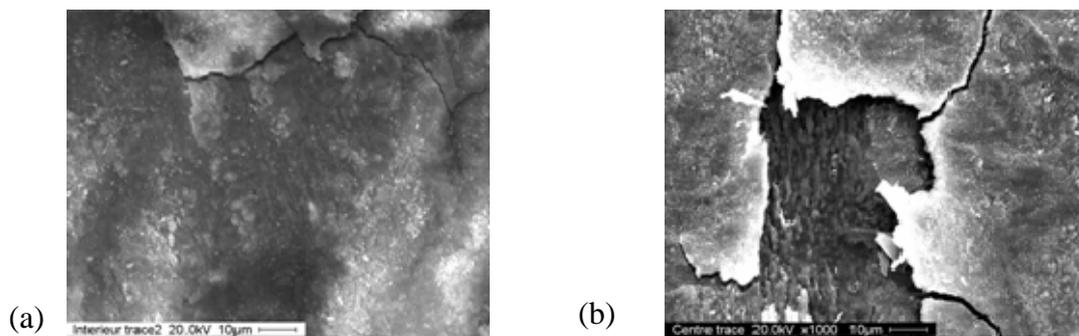


Figure 5.22 : Définition de l'adhérence du troisième corps : (a) fortement adhérent et (b) faiblement adhérent.

Les différentes morphologies du troisième corps ont été représentées dans un diagramme force – débattement (P, δ). Dans ce diagramme, les zones fortement cohésives (C), ductiles (D) et adhérents (A) sont situées dans le domaine des fortes charges et faibles débattements consignés (proches du domaine de grippage) alors que les zones faiblement C, D et A correspondent plutôt au domaine des faibles charges et des grands débattements consignés. Des frontières entre zones fortement et faiblement cohésives, ductiles ou adhérentes peuvent ainsi être tracées en prenant appui sur les observations des traces de fretting de chaque essai. Par ailleurs, les points délimitant la frontière du grippage et du glissement ont été déterminés par la charge normale critique au grippage P_c (paragraphe II.3 - chapitre 4).

III.1.2 Epaisseur du troisième corps

L'épaisseur du troisième corps sur les échantillons a été déterminée par le procédé suivant : 1/ coupe transversale des échantillons suivant la direction du glissement, 2/ enrobage à froid, 3/ polissage jusqu'à l'état « miroir » de la surface, 4/ dépôt d'un film métallisant de palladium (Pd) d'une épaisseur d'environ 20 nm pour des observations au MEB (microscope électronique à balayage).

Des différences d'épaisseur de ce film de transfert au centre et en bordure du contact est observée (figure 5.23). Ainsi, un troisième corps plutôt mince et adhérent est observé au centre du contact et assez épais mais moins adhérent en bordure du contact où il constitue des bourrelets qui empêchent la propagation éventuelle de fissures en bordure de contact. Cette morphologie est également à rapprocher du profil des contraintes normales dans le cas d'un poinçon rigide plan où de fortes surcontraintes sont générées au bord du contact [Johnson, 1985].

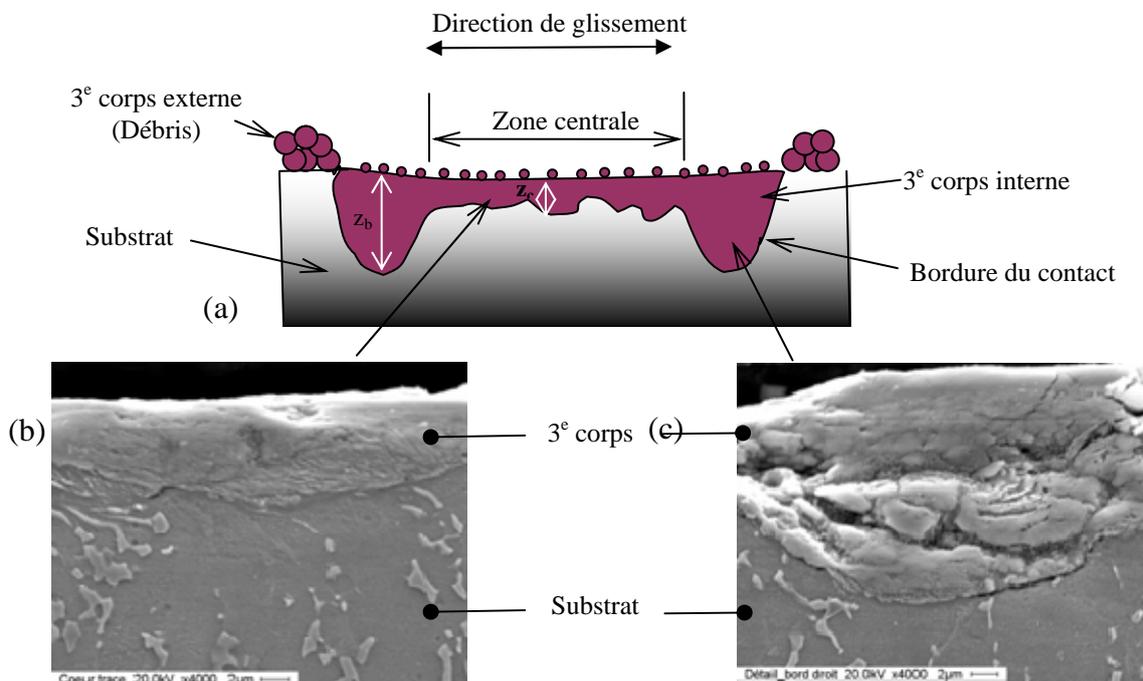


Figure 5.23 : Epaisseur du troisième corps mesuré sur l'échantillon – cas de TA6V(NG)+DLC face à un pion non grenailé ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$) : (a) coupe transversale d'une trace de fretting ; (b) couche de troisième corps au centre de la trace et (c) couche de troisième corps en bordure du contact.

Cependant, il nous a été impossible de déterminer l'épaisseur du troisième corps sur le pion vu sa forme hémisphérique et les outils à notre disposition. Si ce troisième corps existe, il est d'épaisseur beaucoup plus faible que sur les échantillons.

III.1.3 Composition chimique du troisième corps

Les spectres obtenus par mesures EDX systématiquement effectués en coupes transversales montrent que la composition chimique du troisième corps détecté sur les échantillons (film de transfert) est généralement constituée des éléments du revêtement ou du traitement et des éléments du substrat et du pion. Ils se présentent sous forme oxydée ou non (figures 5.24 et 5.25). La détection de l'élément palladium (Pd) provient de la métallisation de l'échantillon.

L'analyse de débris d'usure éjectés montre que leur composition chimique est constituée majoritairement des éléments du revêtement et des éléments du frotteur en Ti-6Al-4V et parfois des éléments du substrat lorsque la couche de revêtement ou de traitement a été entièrement consommée.

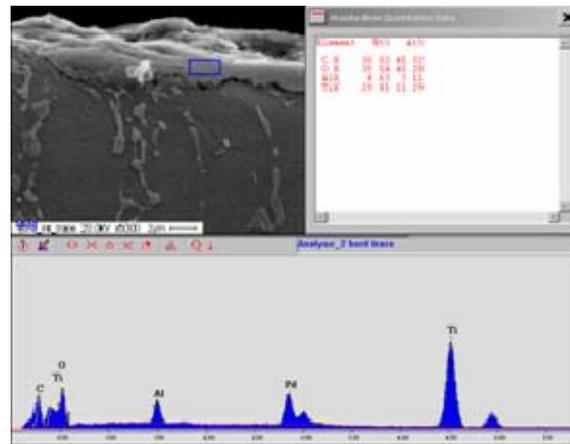


Figure 5.24 : Exemple d'analyse par EDX du troisième corps – cas du TA6V(G)+DLC face à un pion non grenaillé ($P = 6\text{ N}$, $\delta_c = \pm 50\ \mu\text{m}$).

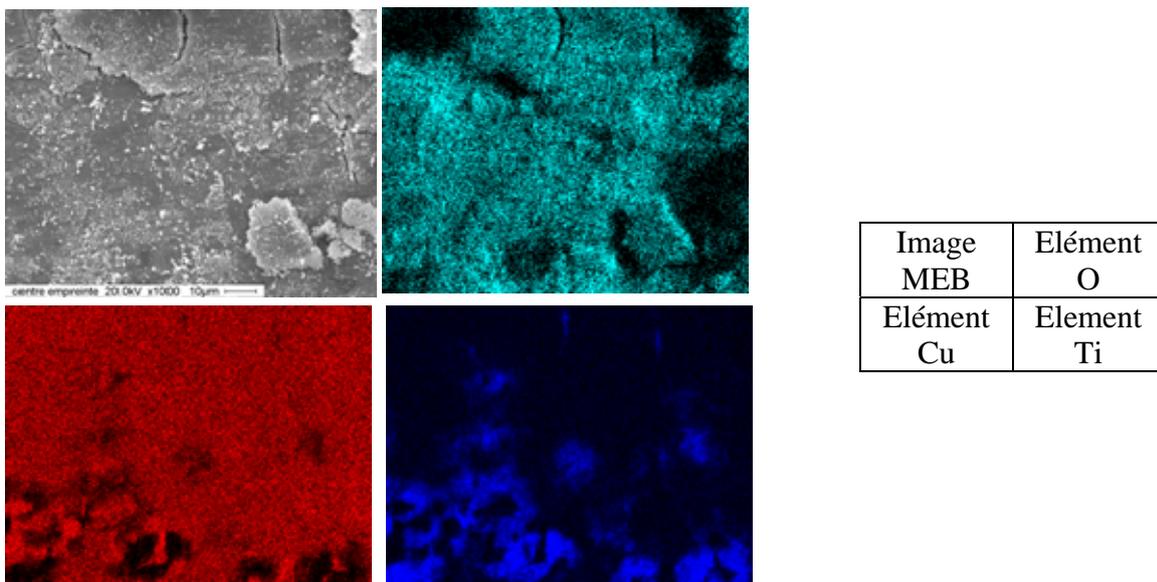


Figure 5.25 : Exemple d'une cartographie X – cas TA6V(G)+CuNiSi frottant contre un pion en TA6V(G).

III.2 Troisièmes corps avec Ti-6Al-4V et cupronickels

III.2.1 Comportement du 3^e corps du Ti-6Al-4V en contact homogène

Le troisième corps obtenu dans un contact Ti-6Al-4V grenailé/Ti-6Al-4V non grenailé est faiblement cohésif, faiblement ductile et faiblement adhérent (figure 5.26). Les différentes frontières de transition sont très proches.

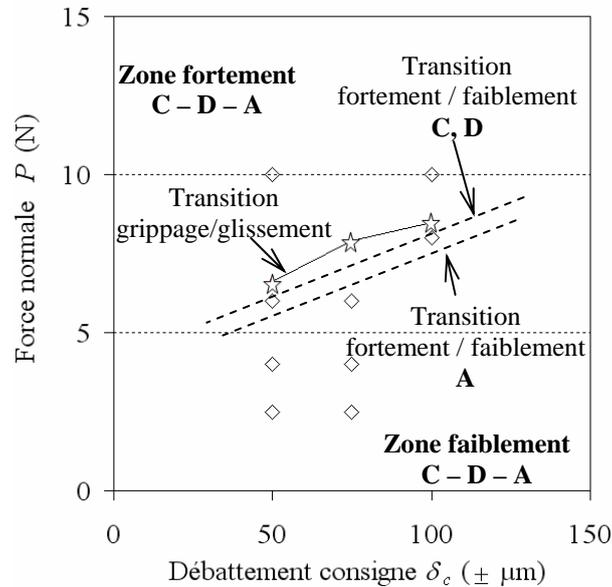


Figure 5.26 : Diagrammes de cohésion (C), ductilité (D) et d'adhérence (A) du troisième corps - cas du TA6V (NG) face à un pion en TA6V(G).

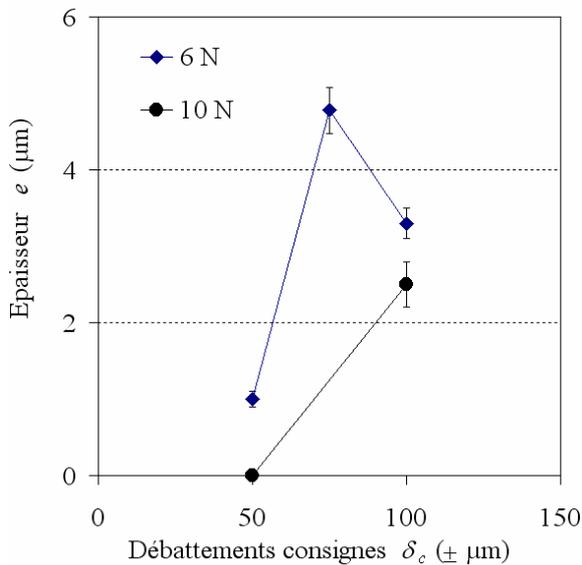


Figure 5.27 : Evolution de l'épaisseur du troisième corps en fonction du débattement consigne pour le contact TA6V(NG) frottant contre un pion en TA6V(G).

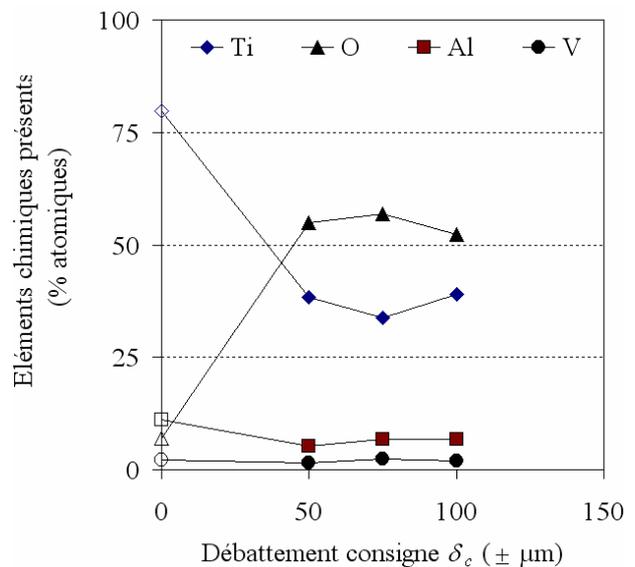


Figure 5.28 : Eléments chimiques du troisième corps obtenu avec le TA6V(G) pour le contact TA6V(NG) frottant contre un pion en TA6V(G) (points évidés : état de référence ; points pleins : après essai)

L'épaisseur des troisièmes corps varie entre 1 et 5 μm . Cette épaisseur croît avec l'augmentation de l'amplitude de débattement pour une charge normale donnée (figure 5.27). Par contre, elle diminue avec l'augmentation de la charge normale et donc de la pression du

contact. Les analyses EDX montrent que le troisième corps est constitué des éléments chimiques de l'alliage de titane Ti-6Al-4V mais fortement oxydé avec un rapport Ti/O proche de 0,6 (figure 5.28). L'augmentation du taux d'oxygène après frottement dans le contact peut provenir probablement de la vapeur d'eau de l'air (essais effectués dans l'atmosphère du laboratoire avec un taux d'humidité relative compris entre 60 % et 90 %).

III.2.2 Analyse du 3^e corps formés avec les cupronickels

Le revêtement CuNiIn présente un troisième corps interne plus cohésif comparativement à celui obtenu avec le revêtement CuNiSi dans la gamme de chargement étudiée (figure 5.29).

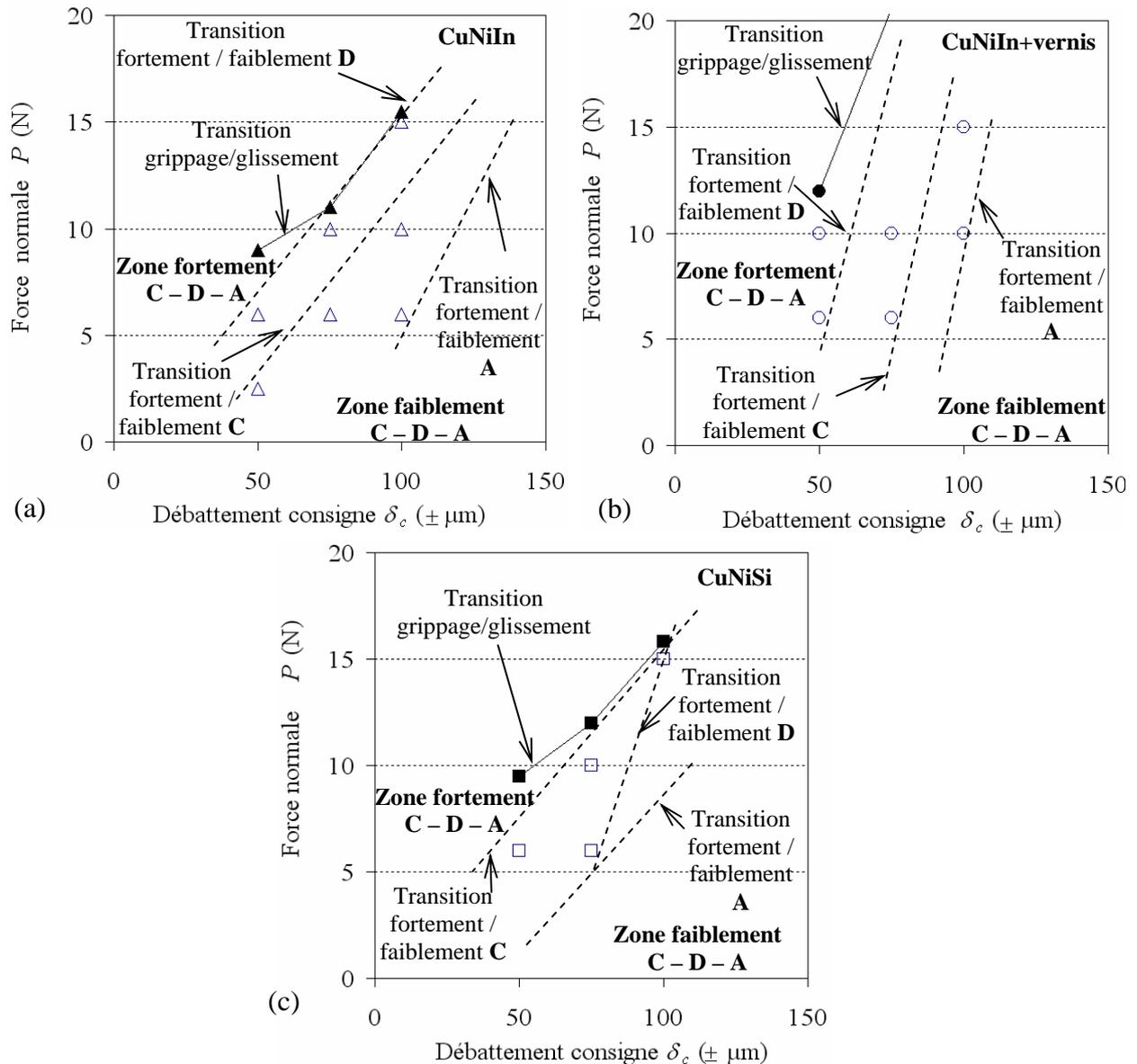


Figure 5.29 : Diagrammes de cohésion (C), ductilité (D) et d'adhérence (A) des troisièmes corps formés avec les cupronickels : (a) TA6V(NG)+CuNiIn, (b) TA6V(NG)+CuNiIn+verniss, et (c) TA6V(NG)+CuNiSi frottant contre un pion en TA6V(G).

La présence du vernis de glissement maintient la cohésion de ce troisième corps par rapport au CuNiSi. En revanche, le revêtement CuNiSi génère un troisième corps plus ductile comparativement à celui obtenu avec le revêtement CuNiIn. Toutefois, la combinaison

CuNiIn+vernis de glissement améliore la ductilité de ce troisième corps. Par ailleurs, le troisième corps obtenu avec le revêtement CuNiIn est plus adhérent que celui obtenu avec le revêtement CuNiSi. La présence du vernis de glissement favorise également l'adhérence du troisième corps formé.

L'épaisseur du troisième corps formé sur le CuNiSi reste faible, de l'ordre de grandeur du micromètre alors que sur le CuNiIn, cette épaisseur atteint environ 4 à 5 μm et a tendance à diminuer avec la charge appliquée (figure 5.30). Le troisième corps formé sur le CuNiIn+vernis, qui présente par ailleurs un troisième corps très cohésif, montre des épaisseurs importantes dépassant 8 μm pour de grands débattements et de fortes charges. Ainsi, plus le troisième corps est cohésif, plus son épaisseur est grande.

Les troisièmes corps sont uniquement constitués des éléments du revêtement et du frotteur en titane car les revêtements n'ont pas été entièrement consommés en raison de leur grande épaisseur. Par ailleurs, les films de transfert issus des revêtements CuNiSi et CuNiIn ont été généralement oxydés lors du fretting (figure 5.31) alors qu'en présence du vernis de glissement, le troisième corps garde une teneur élevée en oxygène comme avant essai. On remarque également qu'une augmentation de la teneur en titane engendre une diminution de la teneur en cuivre : dans ce cas, le troisième corps est constitué majoritairement du titane provenant du pion. Par ailleurs, quand la teneur en titane augmente, la teneur en oxygène augmente également. Il est ainsi probable que c'est l'oxydation du titane qui est la plus favorisée par rapport aux autres éléments de la couche de transfert.

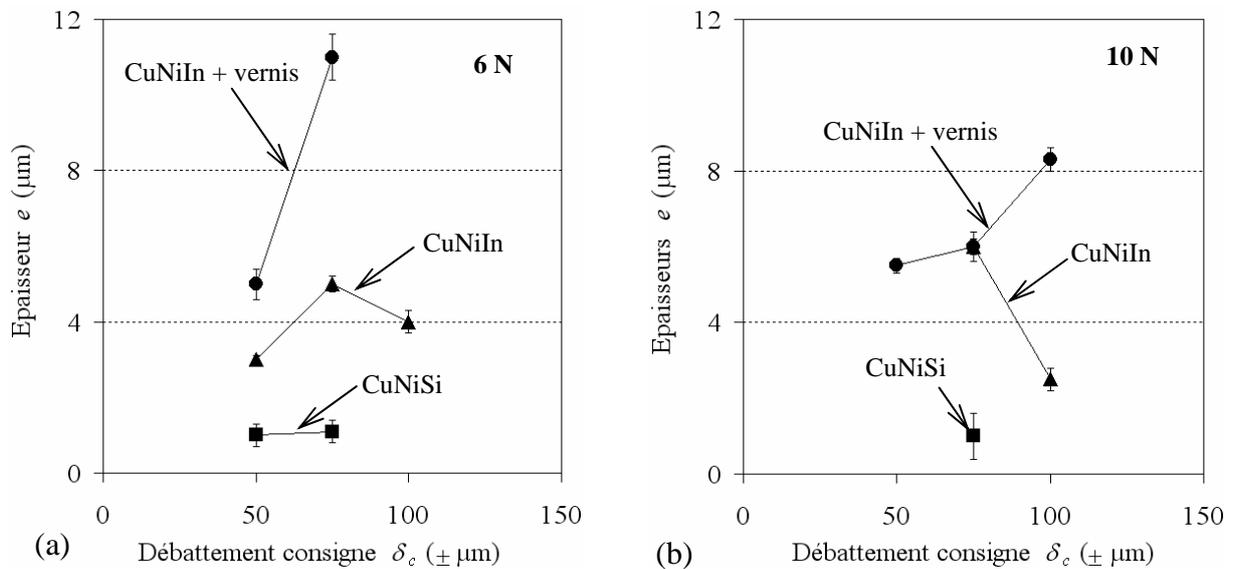


Figure 5.30 : Evolution des différentes épaisseurs du troisième corps en fonction du débattement consigne : (a) $P = 6\text{ N}$ (b) $P = 10\text{ N}$.

III.3 Troisièmes corps formés avec les revêtements céramiques

Le troisième corps formé sur le DLC est suffisamment cohésif et adhérent, mais présente une faible ductilité alors que les revêtements de nitrure de silicium conduisent à des troisièmes corps faiblement cohésifs, faiblement ductiles et faiblement adhérents (tableau 5.7). Par conséquent, l'épaisseur du troisième corps formé avec le DLC est supérieure à celle des nitrures de silicium qui présente une épaisseur faible de l'ordre du micromètre.

A faible charge (6 N), seule la magnétite élaborée sous une pression de 0,5 Pa présente un troisième corps à la fois cohésif, ductile et adhérent. Cependant, à fortes charges (10 N et 15 N), ce revêtement conduit à des troisièmes corps suffisamment cohésifs, mais d'une ductilité et d'une adhérence faible. Par ailleurs, celle élaborée à une pression de 2 Pa maintient un troisième corps faiblement cohésif, faiblement ductile et faiblement adhérent pour toutes les charges étudiées. Par conséquent, la magnétite élaborée sous une pression de 0,5 Pa favorise un troisième corps épais par rapport à celle élaborée sous une pression de 2 Pa (tableau 5.7).

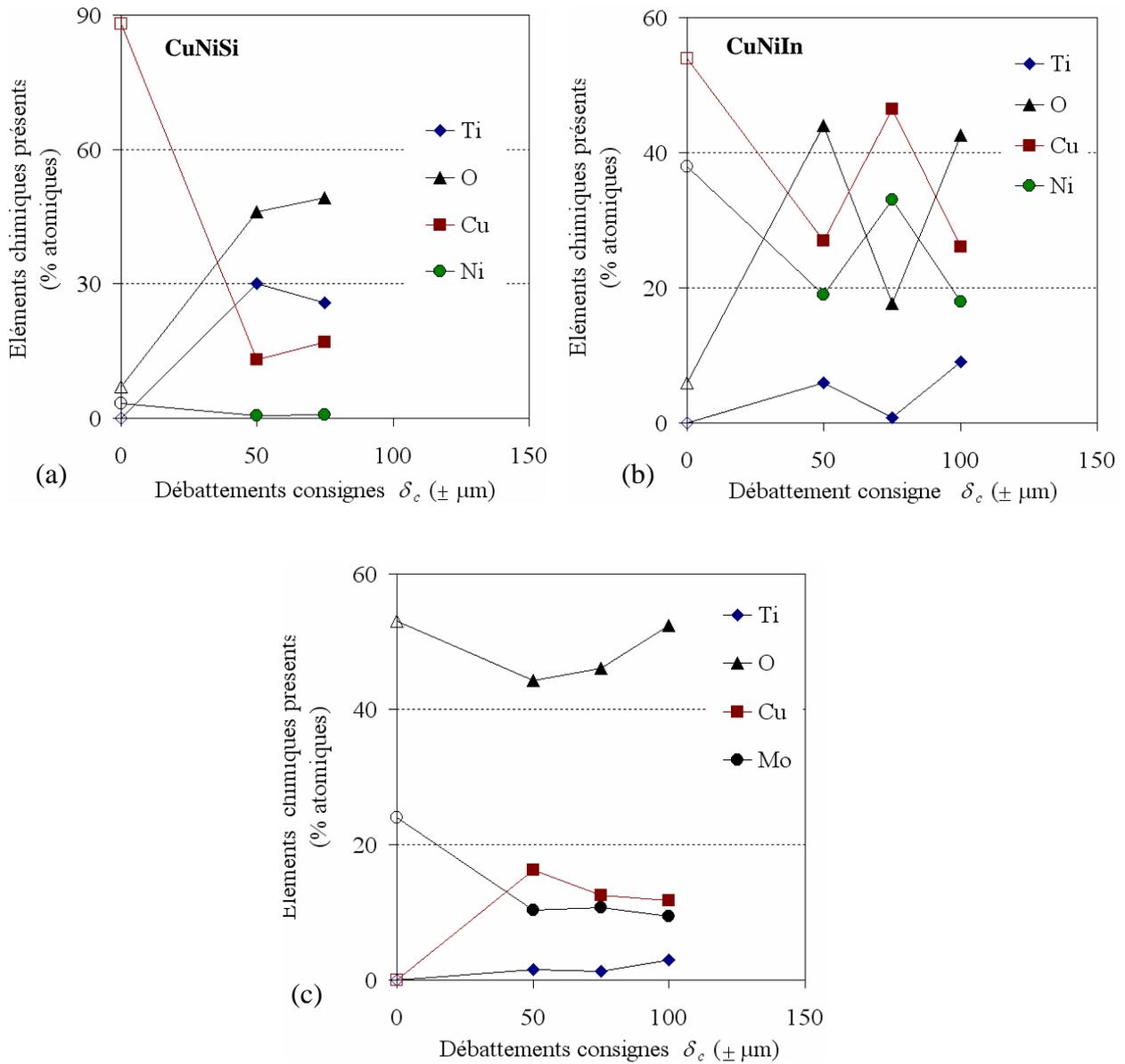


Figure 5.31 : Eléments chimiques des troisièmes corps obtenus avec les cupronickels sur pions grenillés : (a) TA6V(NG)+CuNiIn, (b) TA6V(NG)+CuNiIn+verniss et (c) TA6V(NG)+CuNiSi frottant contre un pion en TA6V(G) (points évidés : état de référence ; Points pleins : après essai).

Echantillons (disques)	δ_c (μm)	P (N)	Cohésion	Ductilité	Adhérence	e (μm)
DLC	± 50	6	Forte	Faible	Forte	$2 \pm 0,5$
Si_3N_4	± 50	6	Faible	Faible	Faible	$1 \pm 0,2$
Si_xN_y	± 50	6	Faible	Faible	Faible	$1 \pm 0,3$
Fe_3O_4 (0,5 Pa – 400 °C)	± 50	6	Forte	Forte	Forte	$2 \pm 0,1$
	± 75	10	Forte	Faible	Faible	$2,5 \pm 0,4$
	± 100	15	Forte	Faible	Faible	$2 \pm 0,5$
Fe_3O_4 (2 Pa – 400 °C)	± 50	6	Faible	Faible	Faible	$1 \pm 0,1$
	± 75	10	Faible	Faible	Faible	$1 \pm 0,1$
	± 100	15	Faible	Faible	Faible	$1 \pm 0,1$

Tableau 5.7 : Morphologies et épaisseurs des troisièmes corps formés avec les revêtements céramiques.

Ces troisièmes corps sont constitués des éléments du revêtement, des éléments du substrat et du pion en titane car tous les revêtements ont été consommés. Ces films de transfert sont fortement oxydés après frottement (tableau 5.8).

Echantillons	Etats	Ti (%)	O (%)	Si (%)	N (%)	C (%)	Fe (%)
DLC	Référence	22	3	-	-	72	-
	Après essai	28	52	-	-	14	-
Si_3N_4	Référence	43	11	20	19	-	-
	Après essai	30	52	1	13	-	-
Si_xN_y	Référence	53	9	21	8	-	-
	Après essai	42	50	1	0	-	-
Fe_3O_4 (0,5 Pa – 400 °C)	Référence	18	69	-	-	-	11
	Après essai	37	56	-	-	-	2
Fe_3O_4 (2 Pa – 400 °C)	Référence	17	69	-	-	-	12
	Après essai	30	62	-	-	-	1

Tableau 5.8 : Eléments chimiques (% atomiques) des troisièmes corps formés ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$).

III.4 Troisièmes corps formés avec les substrats nitrurés et les traitements combinés

III.4.1 Analyse des troisièmes corps formés sur les substrats nitrurés

Les nitrurations conduisent à des troisièmes corps faiblement cohésifs et de faibles épaisseurs et ce, quelles que soient les techniques de traitement utilisées (tableau 5.9). Mais, ces films de transfert restent suffisamment ductiles et suffisamment adhérents. Cependant, le troisième corps suffisamment ductile en présence du grenailage, mais l'adhérence reste faible. Le grenailage du substrat maintient cette ductilité du troisième corps et rend celui-ci suffisamment adhérent. Toutefois, le grenailage maintient une épaisseur faible pour un troisième corps faiblement cohésif.

Echantillons (disques)	δ_c (μm)	P (N)	Cohésion	Ductilité	Adhérence	e (μm)
Nitruration P1	± 50	6	Faible	Faible	Forte	$1,5 \pm 0,2$
Nitruration P17	± 50	6	Faible	Faible	Forte	$1 \pm 0,1$
Nitruration P9	± 50	6	Faible	Faible	Forte	$1 \pm 0,1$
Nitruration F2 sur substrat TA6V(NG)	± 50	6	Faible	Forte	Faible	$1 \pm 0,2$
Nitruration F2 sur substrat TA6V(G)	± 50	6	Faible	Forte	Forte	$1 \pm 0,1$
	± 75	10	Faible	Forte	Forte	$0,8 \pm 0,06$
	± 100	15	Faible	Forte	Forte	$0,7 \pm 0,07$

Tableau 5.9 : Morphologies et épaisseurs des troisièmes corps formés avec les substrats nitrurés.

Les analyses EDX montrent que les troisièmes corps sont constitués uniquement des éléments du titane du substrat et du pion : l'azote issu de l'implantation ionique n'est plus détecté car toutes les couches nitrurées ont été complètement consommées (tableau 5.10). De plus, les films de transfert formés sont fortement oxydés avec un rapport Ti/O de l'ordre de 0,6.

Echantillons	Etats	Ti (%)	O (%)	N (%)
Nitruration P1	Référence	68	1	21
	Après essai	32	62	0
Nitruration P17	Référence	70	1	17
	Après essai	35	59	0
Nitruration P9	Référence	82	1	2
	Après essai	40	55	0
Nitruration F2 sur substrat (NG)	Référence	65	1	25
	Après essai	32	62	0
Nitruration F2 sur substrat (G)	Référence	61	6	26
	Après essai	37	56	0

Tableau 5.10 : Eléments chimiques (% atomiques) des troisièmes corps formés ($P = 6 \text{ N}$, $\delta_c = \pm 50 \mu\text{m}$).

III.4.2 Analyse des troisièmes corps formés avec les traitements combinés

L'association nitruration F2+DLC sur substrat grenailé conduit à des troisièmes corps assez cohésifs (figure 5.32). Par contre, l'association nitruration F2+Si_xN_y(Ag) conduit à des troisièmes corps faiblement cohésifs (tableau 5.11). Toutefois, ces films de transfert sont relativement ductiles et adhérents. De même, la nitruration F2+DLC favorise la constitution d'un troisième corps suffisamment épais compris entre 5 et 6 μm alors que l'association nitruration F2+Si_xN_y(Ag) conduit à des couches de troisième corps d'épaisseurs comprises entre 1 et 2 μm (figure 5.33). Toutefois, l'épaisseur de ces troisièmes corps diminue avec l'augmentation de la charge normale. La différence d'épaisseur observée entre ces deux matériaux peut s'expliquer par la cohésion de ces troisièmes corps. En effet, on observe de nouveau que plus le troisième corps est cohésif, plus son épaisseur est grande.

Les analyses EDX mettent en évidence après essai une teneur en azote constante de la couche de transfert mais aussi une forte diminution du silicium et du titane avec une forte

élévation de la teneur en oxygène pour l'association nitruration F2+Si_xN_y(Ag) (figure 5.34). Pour l'association nitruration F2+DLC, l'azote n'est pas détecté. Le carbone issu du DLC décroît avec la teneur en titane. L'élévation de la teneur en oxygène provient probablement du frottement et traduit l'oxydation de la couche de transfert formée.

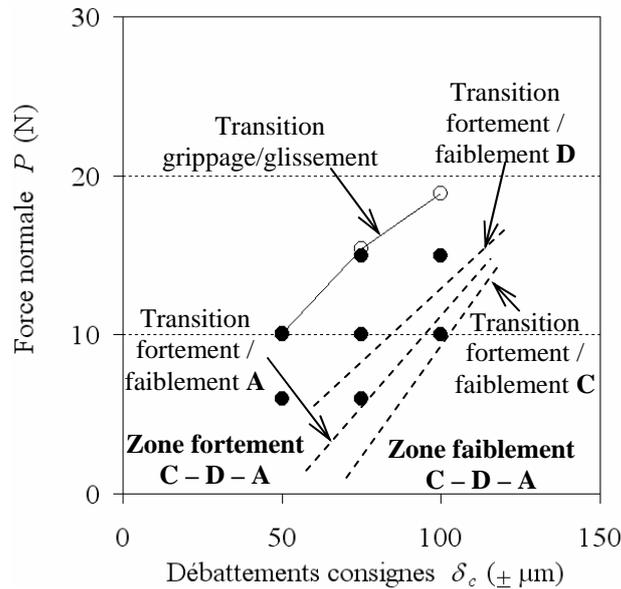


Figure 5.32 : Diagrammes de cohésion (C), ductilité (D) et d'adhérence (A) des troisièmes corps formés avec la TA6V(G)+nitruration F2+DLC frotté contre un pion TA6V(G).

Les analyses EDX mettent en évidence après essai une teneur en azote constante de la couche de transfert mais aussi une forte diminution du silicium et du titane avec une forte élévation de la teneur en oxygène pour l'association nitruration F2+Si_xN_y(Ag) (figure 5.34). Pour l'association nitruration F2+DLC, l'azote n'est pas détecté. Le carbone issu du DLC décroît avec la teneur en titane. L'élévation de la teneur en oxygène provient probablement du frottement et traduit l'oxydation de la couche de transfert formée.

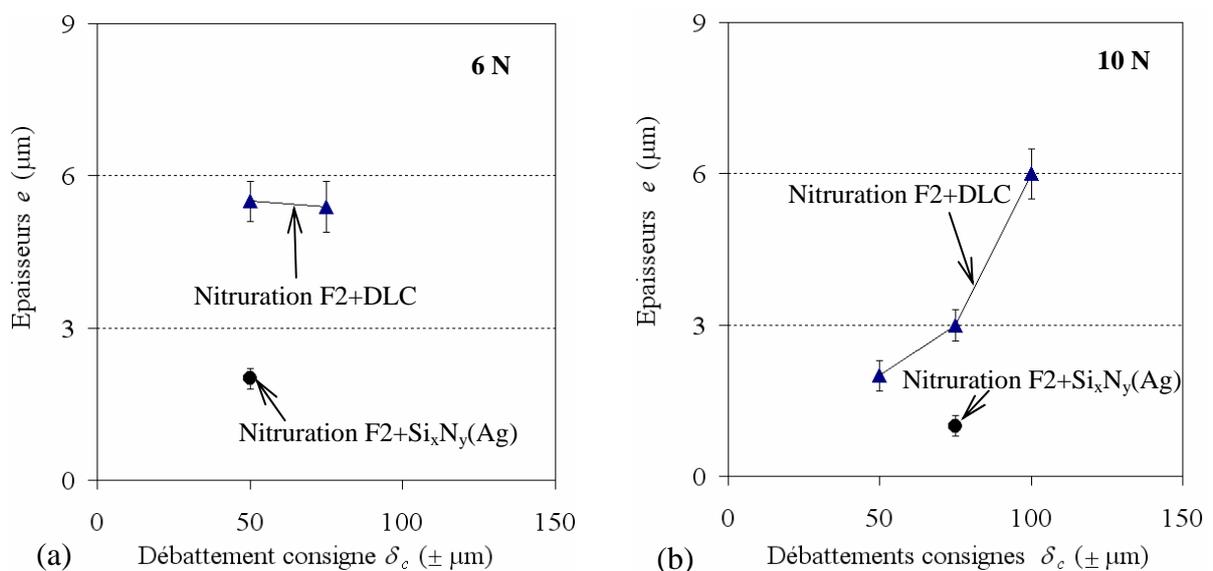
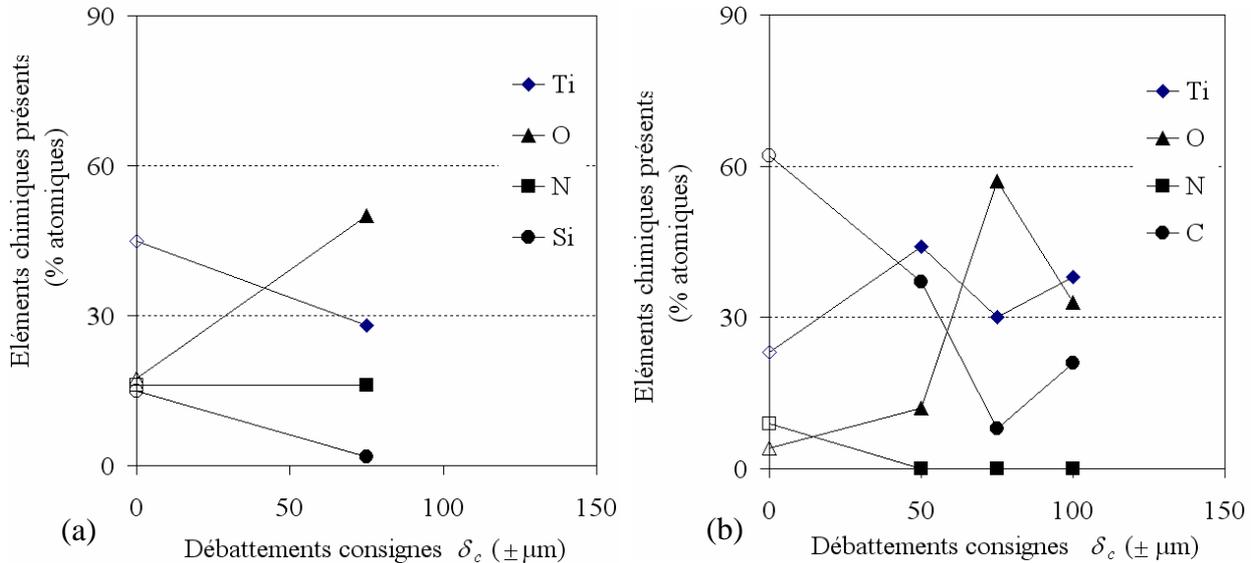


Figure 5.33 : Epaisseurs des troisièmes corps formés : (a) 6 N et (b) 10 N.

Echantillon	δ_c (μm)	P (N)	Cohésion	Ductilité	Adhérence	e (μm)
Nituration F2+Si _x N _y (Ag)	± 50	6	Faible	Forte	Forte	$2 \pm 0,2$
	± 75	10	Faible	Forte	Forte	$1 \pm 0,2$
	± 100	15	Faible	Forte	Forte	$2 \pm 0,2$

Tableau 5.11 : Morphologies et épaisseurs des troisièmes corps formés avec la nituration F2+Si_xN_y(Ag) frotté contre un pion en TA6V(NG).



Figures 5.34 : Eléments chimiques (% atomiques) des troisièmes corps formés : (a) TA6V(G)+ nituration F2+Si_xN_y et (b) TA6(G)+nituration F2+DLC.

III.5 Troisièmes corps formés avec les revêtements composites NiP-talc

Les revêtements NiP (traités ou non) conduisent à des troisièmes corps cohésifs et adhérents, mais de faible ductilité (tableau 5.12). La présence du talc maintient la forte cohésion du troisième corps, mais n'améliore pas sa ductilité pour une teneur en talc de 40 g.l⁻¹. Cependant, une teneur en talc de 120 g.l⁻¹ conduit à un troisième corps suffisamment cohésif, suffisamment ductile et suffisamment adhérent.

Les épaisseurs des films de transfert formés sont comparables (de l'ordre de 2 μm) pour les revêtements NiP traités ou non (tableau 5.12). Une constitution plus épaisse de ces troisièmes corps (de l'ordre de 4 μm) est favorisée en présence du talc dans le composite.

Les analyses EDX montrent que le troisième corps est constitué uniquement des éléments du revêtement et du frotteur en titane accompagné d'une forte élévation du taux d'oxygène (oxydation des films de transfert formés, tableau 5.13).

Echantillons	δ_c (μm)	P (N)	Cohésion	Ductilité	Adhérence	e (μm)
NiP	± 50	6	Forte	Faible	Forte	$2 \pm 0,2$
NiP (traité)	± 50	6	Forte	Faible	Forte	$2 \pm 0,1$
NiP-talc (40 g.l ⁻¹)	± 50	6	Forte	Faible	Forte	$4 \pm 0,3$
NiP-talc (120 g.l ⁻¹)	± 50	6	Forte	Forte	Forte	$4 \pm 0,4$

Tableau 5.12 : Morphologies et épaisseurs des troisièmes corps formés avec les revêtements composites.

Echantillons	Etats	Ti (%)	O (%)	Ni (%)	P (%)	Si (%)	Mg (%)
NiP	Référence	0	5	86	10	-	-
	Après essai	4	65	27	4	-	-
NiP (traité)	Référence	0	4	86	10	-	-
	Après essai	3	54	39	4	-	-
NiP-talc (40 g.l ⁻¹)	Référence	0	9	78	8	2	3
	Après essai	1	54	39	5	1	1
NiP-talc(120 g.l ⁻¹)	Référence	0	12	70	10	3	5
	Après essai	7	45	41	5	1	1

Tableau 5.13 : Eléments chimiques (% atomiques) des troisièmes corps formés.

III.6 Relation comportement à l'usure et propriétés du 3^e corps

Les troisièmes corps obtenus sur les échantillons de Ti-6Al-4V sont généralement oxydés et faiblement cohésifs, faiblement ductiles et faiblement adhérents. Ils sont associés à un coefficient énergétique d'usure élevé ($GY = 51 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$) traduisant ainsi un mauvais comportement à l'usure du Ti-6Al-4V. Le revêtement CuNiSi conduisant également à des troisièmes corps faiblement cohésifs, mais relativement plus ductiles et adhérents peut expliquer la très légère diminution du coefficient énergétique d'usure ($GY = 47 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$) par rapport à celui du Ti-6Al-4V.

Les troisièmes corps observés sur les revêtements CuNiIn avec ou sans le vernis de glissement s'avèrent suffisamment épais et cohésifs, ductiles et adhérents par rapport au Ti-6Al-4V. Cependant, le mauvais comportement du revêtement CuNiIn ($GY = 67 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$) peut être attribué à l'oxydation de la couche de transfert. En revanche, le très bon comportement de l'association CuNiIn+verniss ($GY = 8 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$) peut être attribué à la présence du molybdène, du soufre facilitant la malléabilité des couches du troisièmes corps.

Les revêtements céramiques (DLC, nitrures de silicium et magnétites) ont favorisés des couches de transfert faiblement ductiles et adhérents. Ils sont associés à des coefficients énergétiques d'usure supérieurs à $35 \cdot 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$. La diminution de ce coefficient énergétique d'usure en présence de la magnétite élaborée sous une pression de 0,5 Pa peut être expliquée par la forte cohésion de sa couche de transfert.

Les troisièmes corps observés sur des substrats nitrurés P1, P9 et P17 sont minces et faiblement cohésifs, ductiles mais suffisamment adhérents. Ils présentent des coefficients énergétiques d'usure élevés et comparables à celui du Ti-6Al-4V. Cependant, la nitruration F2 conduisant à des couches de transfert suffisamment ductiles et adhérentes mais moins cohésives peuvent expliquer la diminution de ce coefficient énergétique.

L'apport du revêtement $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ sur la nitruration F2 maintient la ductilité et l'adhérence des troisièmes corps, mais ceux-ci restent faiblement cohésifs. Il est associé à un coefficient énergétique d'usure plus faible par rapport à la nitruration F2. La présence des éléments de silicium et de l'azote dans la couche de transfert formé avec la nitruration F2+ $\text{Si}_x\text{N}_y(\text{Ag})$ peuvent expliquer cette différence. L'apport du DLC sur la nitruration F2 conduisant à des troisièmes corps suffisamment cohésifs, ductiles et adhérents peut expliquer la forte diminution du coefficient énergétique d'usure.

Le revêtement NiP conduit à des troisièmes corps cohésifs et adhérents, mais moins ductiles. Ils sont associés à des coefficients énergétiques d'usure faibles par rapport au Ti-6Al-4V. Le revêtement NiP-talc (40 g.l⁻¹) conduisant également à des troisièmes corps suffisamment cohésifs et adhérents, mais moins ductiles est associé à un coefficient énergétique d'usure également faible. Cependant, une augmentation de la teneur en talc (120 g.l⁻¹) rend ce troisième corps suffisamment cohésif, ductile et adhérent pour un coefficient énergétique d'usure comparable à celui du CuNiIn+verniss.

IV – CONCLUSION PARTIELLE

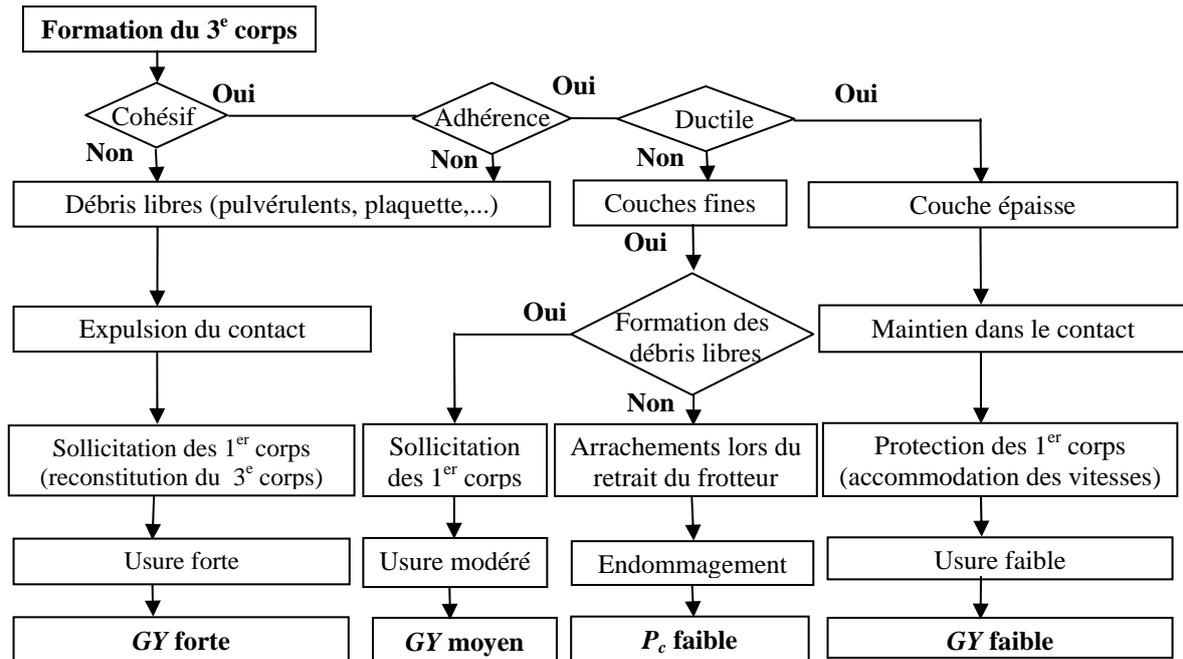
Dans ce chapitre, nous avons quantifié et qualifié les endommagements observés dans une sollicitation de fretting à débattements libres. La comparaison des performances tribologiques des différents matériaux a nécessité l'introduction d'un coefficient énergétique d'usure permettant d'unifier tous les résultats indépendamment de l'effort normal, de la distance de glissement et du débattement initial (consigne). Ce critère d'usure a permis de distinguer les meilleurs comportements à l'usure des matériaux étudiés par rapport aux Ti-6Al-4V (tableau 5.14). Il ressort que l'apport d'un traitement de nitruration + DLC améliore le comportement à l'usure du Ti-6Al-4V. Ce comportement est accru en présence du composite NiP-talc à 120 g.l⁻¹ et de l'association CuNiIn+verniss qui présentent tous deux des coefficients énergétiques comparables.

En accord avec le modèle de la dynamique des interfaces, les observations et les analyses des troisièmes corps systématiquement présents dans le contact montrent que ceux-ci jouent un rôle central sur les performances tribologiques. Ces troisièmes corps ont été caractérisés par leur cohésion, leur ductilité et leur adhérence. Le comportement du troisième corps formé peut être résumé dans la figure 5.35. Les analyses ont montré qu'un troisième corps fortement cohésif constituait un film de transfert suffisamment épais pouvant jouer un rôle de portance et d'accommodation de vitesse. En reliant le coefficient énergétique d'usure aux propriétés du troisième corps, il apparaît qu'un bon troisième corps doit être suffisamment cohésif, ductile et adhérent afin de conduire à une usure maîtrisée des premiers corps.

Familles	Matériaux	Coefficients énergétiques $GY \times 10^{-17} \text{ m}^2 \cdot \text{J}^{-1}$
Alliage de titane $\alpha+\beta$	Ti-6Al-4V	51 ± 7
Nitrurations	Nitruration F2	22 ± 3
Magnétites	$\text{Fe}_3\text{O}_4 - 0,5 \text{ Pa} - 400 \text{ }^\circ\text{C}$	20 ± 3
Traitements combinés	Nitruration F2+DLC	11 ± 1
Composites NiP-talc	NiP-talc (120 g.l ⁻¹)	10 ± 1
Cupronickels	CuNiIn+verniss	8 ± 1

Tableau 5.14 : Coefficients énergétiques d'usure des matériaux présentant le meilleur comportement à l'usure par famille par rapport au Ti-6Al-4V.

ETUDE DE L'USURE



- Ti-6Al-4V
- Nitrurations P1, P9, P17
- DLC, Si₃N₄, Si_xN_y

- NiP (traité)

- Ti-6Al-4V

- Nitruration F2+DLC
- NiP-talc (120 g.l⁻¹)
- CuNiIn+vernis

BIBLIOGRAPHIE

- Archard J.F.**, Contact and rubbing of flat surfaces, *J. Appl. Phys.* 24 (1953), pp. 981 - 988.
- Aslanyan I.R., Bonino J.-P., Celis J.-P.**, Effect of reinforcing submicron SiC particles on the wear of electrolytic NiP coatings- part 2 : Bi-directional sliding, *Surface and Coatings Technology*, 201 (2006), pp. 581 – 589.
- Descartes S., Berthier Y.**, Rheology and flows of solid third bodies: background an application to an MoS_{1.6} coating, *Wear*, 252 (2002), pp. 546 – 556.
- Etcheverry B., Alexis J., Paris J.-Y., Bonino J.-P., Denape J., Petit J.A.**, Propriétés tribologiques de revêtements composites NiP/talc déposés chimiquement, *Tribologie et couplages multiphysiques*, Journées Francophones de Tribologie (JFT), Lille, 22-24 mai 2006b, ed. Presses Polytechniques Universitaires Romandes, à Paraître.
- Etcheverry B., Le Coz F., Alexis J., Paris J.-Y., Petit J.A.**, Mechanical Properties of Electroless Co-deposited Ni-P/Talc Composite Coatings, *Proceeding of the 18th International Conference of Surface Modification Technology*, ed. By T.S. Sudarshan, M. Jeandin and J.J. Stiglich, ASM International, (2006a), pp. 355-363.
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa Ph.**, Fretting wear behavior of a Cu-Ni-In plasma coating, *Surf. Coat. Technol.*, 163-164 (2003), pp. 429-434.
- Fridrici V., Fouvry S., Kapsa Ph.**, Effect of shot peening on the fretting wear of Ti-6Al-4V, *Wear*, 250 (2001), pp. 642 – 649.
- Fouvry S., Duó P., Perruchaut Ph.**, A quantitative approach of Ti-6Al-4V fretting damage: friction, wear and crack nucleation, *Wear*, 257 Issues 9-10 (2004), pp. 916 – 929.
- Johnson K.L.**, *Contact mechanics*, Cambridge University Press (1985).
- Paulin C., Fouvry S., Deyber S.**, Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting slinding conditions, *Wear* 259 (2005) pp. 292 – 299.
- Wyko NT1100**, *Wyko Surface Profilers Technical reference Manual*, Veeco Instruments Inc., (1993) 50 p.
- Xu J., Zhu M.H., Zhou Z. R., Kapsa P., Vincent L.**, An investigation on fretting wear life of bonded MoS₂ solid lubricant coatings in complex conditions, *Wear* 255 (2003), pp. 253 - 258.
- Yantio Njankeu Sabeya G.R., Paris J.-Y., Denape J.**, Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement, *Wear*, (2007a), article in press.
- Yantio Njankeu Sabeya G.R., Paris J.-Y., Denape J., Pichon L., Rivière J. -P.**, Fretting wear du Ti-6Al-4V traité et/ou revêtu en débattements non imposés : rôle du troisième corps, *Tribologie et couplages multiphysiques*, Presses Polytechniques Universitaires Romandes, (2007b), à paraître.

CONCLUSION

Le comportement tribologique des revêtements protecteurs proposés pour pallier à l'usure de l'alliage de titane Ti-6Al-4V a été étudié en fretting en s'appuyant sur une nouvelle approche où les conditions de contact s'adaptent en donnant simultanément une réponse en termes d'effort tangentiel et de déplacement. Cette approche a permis d'appréhender des conditions industrielles complexes telles le cas du contact aubes fan /disque de turboréacteurs où le contact s'adapte en induisant des variations non contrôlées des amplitudes de débattement.

Cette étude a d'abord consisté à mettre au point un simulateur des phénomènes de fretting à débattements libres. Le fonctionnement du dispositif a permis d'analyser l'usure et de mettre en évidence les conditions de grippage. Le débattement consigne (débattement initial) est choisi en faisant vibrer le pot à vide. Le débattement réel mesuré sous charge est systématiquement inférieur à l'amplitude du débattement consigne, et est couplé à l'effort de frottement. Des analyses spécifiques ont montré que le dispositif étant commandé en boucle ouverte, l'énergie électrique fournie à l'excitateur électromagnétique (pot vibrant) reste constante au cours d'un essai. En revanche, la répartition de l'énergie transmise par le pot vibrant dans le contact n'est pas constante ainsi que la complaisance du contact et évoluent librement en fonction des conditions de contact. Les régimes de fonctionnement relatifs aux réponses du contact ont été identifiés par la visualisation des bûches de frottement : régime de grippage pour de faibles amplitudes de débattement, régime de glissement total pour de grandes amplitudes de débattement et régime de grippage différé correspondant à un comportement intermédiaire entre régime de grippage et régime de glissement total.

L'étude a ensuite concerné l'aptitude au glissement et les conditions d'apparition du grippage des matériaux préconisés dans ce travail à partir d'un critère basé sur la distance totale de glissement. Ainsi, la distance de glissement diminue avec l'augmentation de la charge normale et augmente avec le débattement consigne. Les conditions d'apparition de grippage ont pu être mises en évidence en extrapolant les charges normales critiques pour des distances de glissement nulles. L'expérimentation a confirmé la validité de ces charges critiques au grippage. Des nouvelles cartes de fretting ont été réalisées en délimitant la zone du grippage et la zone de glissement à partir des points correspondants aux charges critiques pour différentes amplitudes de débattement consigne dans des cartes charge-débattement et dans un diagramme pression – énergie. L'influence des revêtements et des modifications structurales par nitruration et/ou grenailage sur la surface du Ti-6Al-4V a été appréhendée au moyen de ces cartes. Il est ressorti que le Ti-6Al-4V, déjà connu pour sa grande sensibilité au grippage, présente logiquement une zone de grippage plus étendue que les autres matériaux. Cette zone de grippage est réduite par la présence des revêtements de la famille des cupronickels (CuNiSi et CuNiIn) et le traitement combiné nitruration + dépôt DLC. L'association CuNiIn+verniss réduit encore fortement cette zone de grippage. En revanche, les revêtements céramiques (DLC, nitrures de silicium, magnétites) et les nitrurations n'ont que peu amélioré les conditions de grippage. Un autre résultat essentiel est la bonne corrélation entre distance totale de glissement et travail d'adhésion de Dupré : les conditions de grippage

CONCLUSION

sont favorisées pour des travaux d'adhésion élevées. Ainsi, l'association CuNiIn+vernis a présenté de faibles travaux d'adhésion pour des distances de glissement élevées.

L'étude a enfin consisté à étudier l'usure des matériaux proposés. Les volumes d'usure des matériaux ne peuvent pas être comparés entre eux car les matériaux n'ont pas parcouru les mêmes distances de glissement (conséquence intrinsèque du dispositif expérimental à débattement non imposé). Une approche par un taux d'usure a également montré que celui-ci dépendait encore du débattement consigne autrement dit de l'énergie initialement introduite dans le contact. Nous avons alors proposé l'introduction d'un coefficient énergétique d'usure. Ce critère plus stable et plus général a permis de comparer tous les matériaux pour des conditions de fretting différentes. Ainsi, les composites NiP-talc (120 g.l⁻¹) et les associations CuNiIn+vernis et nitruration F2+DLC ont présentés une usure modérée en réduisant le coefficient énergétique d'usure du Ti-6Al-4V d'un facteur d'environ 5. Par la suite, les discussions sur les performances à l'usure des matériaux se sont portées sur l'étude de la couche interfaciale de débris compactés jouant le rôle de troisième corps. Cette couche est constituée des éléments du revêtement, du substrat et du frotteur et donc est de composition différente des premiers corps qui lui ont donné naissance. Ce troisième corps a été caractérisé par sa cohésion (aptitude à se maintenir dans le contact), sa ductilité (aptitude à s'étaler dans le contact) et son adhérence (aptitude à rester solidaire du substrat). Il en découle qu'un couple de matériaux présentant un faible coefficient énergétique d'usure engendre un troisième corps suffisamment cohésif, ductile et adhérent qui conduit à une usure modérée des premiers corps. Le revêtement industriel CuNiIn+vernis et les solutions nouvelles (nitruration+DLC et composite NiP-talc (120 g.l⁻¹)) se conforment bien à cette interprétation.

Ce travail ouvre de nombreuses perspectives. La première serait de valider les meilleures solutions proposées (nitruration+DLC et composite NiP-talc (120 g.l⁻¹)) sur une plus large gamme de conditions de sollicitation (environnements, fréquence, nombre de cycles, géométrie du contact...etc.) afin de produire les cartes de sollicitation et de réponse des matériaux plus précises. Un autre challenge serait de caractériser la rhéologie du troisième corps solide (morphologie, volume, cohésion, débits, ductilités, physicochimie..) en particulier en effectuant des essais interrompus. Ensuite, un modèle d'endommagement combinant compatibilité thermodynamique d'adhésion et troisième corps devrait être proposé. Enfin, il serait très intéressant de comparer des essais effectués en boucle ouverte (destinés à favoriser le grippage) avec des essais effectués sur ces mêmes matériaux mais sollicités en débattements imposés.

ANNEXES

ANNEXE A : CALCUL ANALYTIQUE DES SOLLICITATIONS ELASTIQUES :	
CONTACT SPHERE/PLAN.....	181
A1. Chargement normal.....	181
A2 Chargement tangentiel.....	183
ANNEXE B : DISPOSITIFS D'ELABORATION DES MATERIAUX ETUDIES.....	185
B1. Dispositifs industriellement utilisés.....	185
B1.1 Pulvérisation magnétron.....	185
B1.2 Torche plasma.....	186
B2. Dispositifs nouvellement préconisés.....	186
B2.1 Système de dépôt PVD EVASION.....	186
B2.2 Enceinte pour le DLC par PACVD.....	187
B2.3 Pulvérisation cathodique radiofréquence.....	188
B2.4 Réacteurs plasma.....	189
B2.4.1 Réacteur URANOS.....	189
B2.4.2 Réacteur TAPPIIR.....	190
ANNEXE C : MESURE D'ANGLE DE CONTACT ET CALCULS DES ENERGIES DE	
SURFACE DES MATERIAUX.....	193
C1. Mesure des angles de contact.....	193
C2. Energies superficielles de surfaces et travail d'adhésion.....	194
C3. Méthodes de calcul de l'énergie de surface.....	195
C3.1 Méthode de Zisman.....	195
C3.2 Méthode d'Owens & Wendt.....	196
C3.3 Méthode de Fowkes.....	197
C3.4 Méthode de Good Van Oss.....	198
ANNEXE D : MICROSCOPE INTERFERENTIEL.....	199
BIBLIOGRAPHIE.....	200

ANNEXE A

CALCUL ANALYTIQUE DES SOLLICITATIONS ELASTIQUES : CONTACT SPHERE/PLAN (THEORIES DE HERTZ ET MINDLIN)

Sous certaines hypothèses rappelées ci-dessous, la théorie de Hertz [Hertz, 1882] fournit la taille du contact et la distribution de pression en surface pour un contact originellement en chargement normal. Son extension à un contact frottant à partir d'une loi de frottement de Coulomb locale donne accès à la distribution de cisaillement en surface. Pour les très faibles déplacements relatifs où le glissement n'est pas macroscopique (cas du fretting), la réponse non linéaire du contact a été interprétée pour la première fois par Cattaneo [Cattaneo, 1938] et Mindlin [Mindlin, 1949]. Ils donnent une expression du cisaillement à l'interface et formalisent la taille de zone collée par rapport à la zone de glissement à l'interface et formalisent la taille de la zone collée par rapport à la zone de glissement. Dans ce qui suit, la description analytique des contraintes surfaciques et du cycle de fretting sont explicitées dans la configuration sphère/plan.

A1. CHARGEMENT NORMAL

Un calcul analytique des sollicitations de fretting pour un contact sphère/plan ou cylindre / plan est réalisable moyennant quelques hypothèses :

- ✓ les surfaces en contact sont continues et non conformes ;
- ✓ les matériaux sont sollicités élastiquement ;
- ✓ les matériaux sont homogènes et isotropes ;
- ✓ les solides sont considérés comme semi-infinis (la taille du contact reste très faible par rapport au rayon de la sphère et par rapport aux dimensions du plan) ;
- ✓ la rugosité est négligeable par rapport à la profondeur de pénétration et la taille du contact.

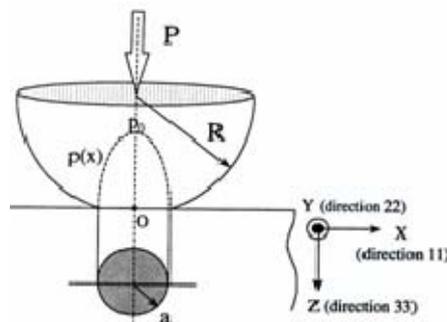


Figure A1 : Contact sphère/plan hertzien en indentation normale.

Pour une sphère de rayon R , de module de Young E_1 et de coefficient de Poisson ν_1 en contact contre un plan de Young E_2 et de coefficient de poisson ν_2 sous charge une charge normal P , on définit module équivalent E^* :

$$E^* = \left[\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right]^{-1} \quad (\text{A1})$$

— Le rayon de contact a (figure A1) est donnée par la relation :

$$a = \left(\frac{3PR}{4E^*} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{A2})$$

— La pression de Hertz est calculée à partir de la distribution de pression $p(r)$ donnée par l'expression :

$$p(r) = p_o \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{\frac{1}{2}} \text{ avec } p_o = \frac{3P}{2\pi a^2} \text{ soit } p_o = \left(\frac{6PE^{*2}}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{A3})$$

Echantillons	P (N)	P_o (MPa)	a (μm)	δ_{ind} (μm)
TA6V	2,5	274	66	0,44
	4	320	77	0,59
	6	366	89	0,78
	7	386	93	0,87
	8,5	411	99	0,98
	10	434	105	1,1
Cupronickels	2,5	202	77	0,59
	6	270	103	1,06
	10	321	122	1,49
	15	367	140	1,95
Revêtements céramiques	6	366	89	0,78
	10	434	105	1,1
	15	497	120	1,44
Nitruration	6	366	89	0,78
	10	434	105	1,1
	15	497	120	1,44
Revêtements composites	6	366	89	0,78
	10	434	105	1,1
	15	497	120	1,44
Traitements combinés	6	366	89	0,78
	10	434	105	1,1
	15	497	120	1,44

Tableau A1 : Conditions d'essais réalisés.

— L'enfoncement est donné par la relation :

$$\delta_{ind} = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9P^2}{16RE^{*2}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{A4})$$

Le tableau A1 présente les différentes pressions de Hertz utilisées dans cette étude sur un frotteur en Ti-6Al-4V.

A2. CHARGEMENT TANGENTIEL

Si une force tangentielle Q est simultanément appliquée, une contrainte de cisaillement parallèle à la surface et à la force tangentielle est générée à la surface. On suppose que la distribution de pression est inchangée par rapport au contact en chargement normal [Johnson, 1985]. Dans le cas sphère/plan, en supposant qu'aucun glissement ne se produit à la surface, la distribution de cisaillement s'écrit :

$$q(r) = \frac{Q}{2\pi a \left(\sqrt{a^2 - r^2} \right)} \quad (\text{A.5})$$

Cette distribution présente une singularité en bordure de contact ($r = a$). De plus, l'application de la loi de Coulomb limite la contrainte de cisaillement $q(r)$ au produit du coefficient de frottement μ par la contrainte de compression $p(r)$:

$$p(r) = \mu p(r) \quad (\text{A.6})$$

Il existe donc toujours un glissement relatif entre les deux corps en contact dans un anneau où la contrainte de cisaillement dépasse le seuil de Coulomb en l'absence de glissement (figure A2). Le rayon c de la zone centrale collée où ne se produit aucun glissement relatif est donné par :

$$c = a \left(1 - \frac{Q}{\mu P} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (\text{A7})$$

La distribution de cisaillement dans l'anneau de glissement s'articule autour d'un front de glissement caractérisé par sa distance c' au centre de contact tels que $q(r) = \mu p(r)$ pour $c' = r = a$. Ce front de glissement oscille entre c et a le long du cycle (figure A4). La distribution de cisaillement pour $r = c'$ dans les différentes phases est obtenue par un principe de superposition de différents champs hertiens. Lorsque Q se rapproche de $Q_t = \mu P$, c tend vers 0 alors. $Q = Q_t = \mu P$ devient la condition de transition par laquelle le glissement se généralise à toute la surface de contact. Pour $Q = Q_t$ la portion du cycle en glissement total correspond à une distribution de cisaillement $q(r) = \mu p(r)$ sur toute la surface de contact (figure A3).

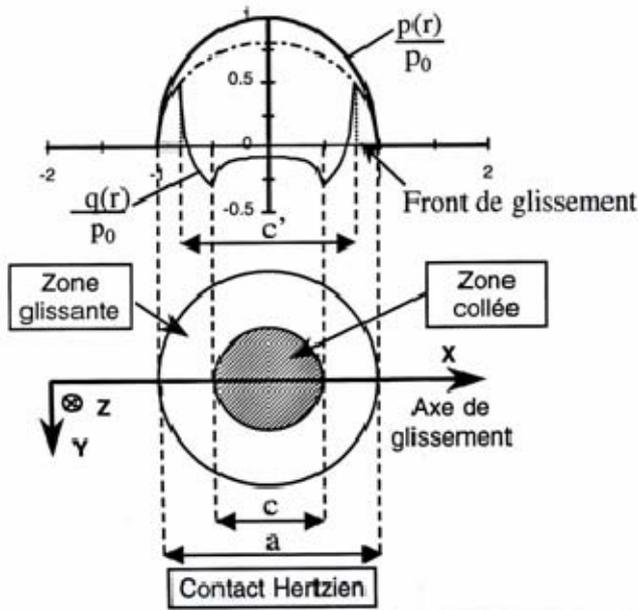


Figure A2 : Distribution de cisaillement en phase de glissement partiel

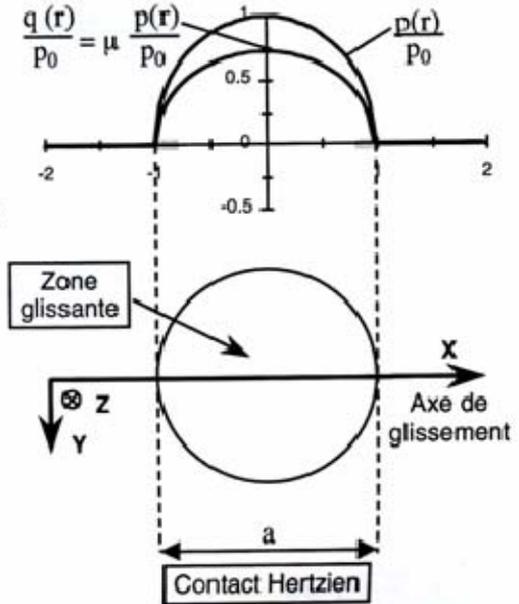


Figure A3 : Distribution de cisaillement en phase de glissement total (Loi de frottement de Coulomb)

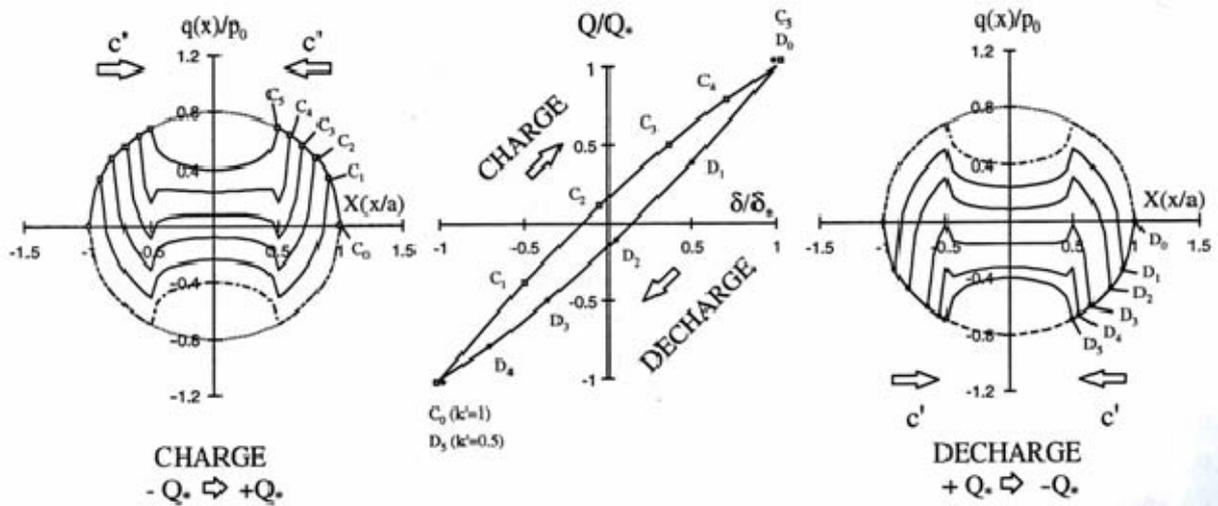


Figure A4 : Oscillation du front de glissement entre le domaine collé et l'aire de contact de Hertz le long d'un cycle de fretting.

ANNEXE B

B1. DISPOSITIFS INDUSTRIELLEMENT UTILISES

Parmi les techniques utilisées pour l'élaboration des revêtements industriels (CuNiSi ou CuNiIn), nous distinguons le système magnétron et la torche plasma.

B1.1 Pulvérisation magnétron

La pulvérisation cathodique magnétron a été utilisée pour l'élaboration du revêtement CuNiSi [Billard & Perry, 2005]. Le matériau à déposer (cible CuNiSi) est introduit dans l'enceinte sous forme de plaque de quelques millimètres d'épaisseur et de dimension sensiblement égale à celle de la pièce à recouvrir. Cette cible est équipée d'un dispositif magnétron constitué de deux aimants concentriques de polarités inverses (figure B1). Un potentiel négatif de l'ordre de 1 à 3 kV est appliqué à la cible en présence d'une atmosphère raréfiée d'argon à une pression d'environ 1 à 10 Pa selon la taille du réacteur. Le plasma généré dans l'entrefer des aimants, conduit à augmenter considérablement le courant de décharge et, par la suite, la vitesse de dépôt dans une gamme de $10 \mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$. Les ions argon (Ar^+), chargés positivement, sont accélérés vers la cible avec suffisamment d'énergie pour créer l'éjection physique des atomes ou molécules de la cible. Les particules éjectées viennent recouvrir par condensation les substrats situés sur l'anode.

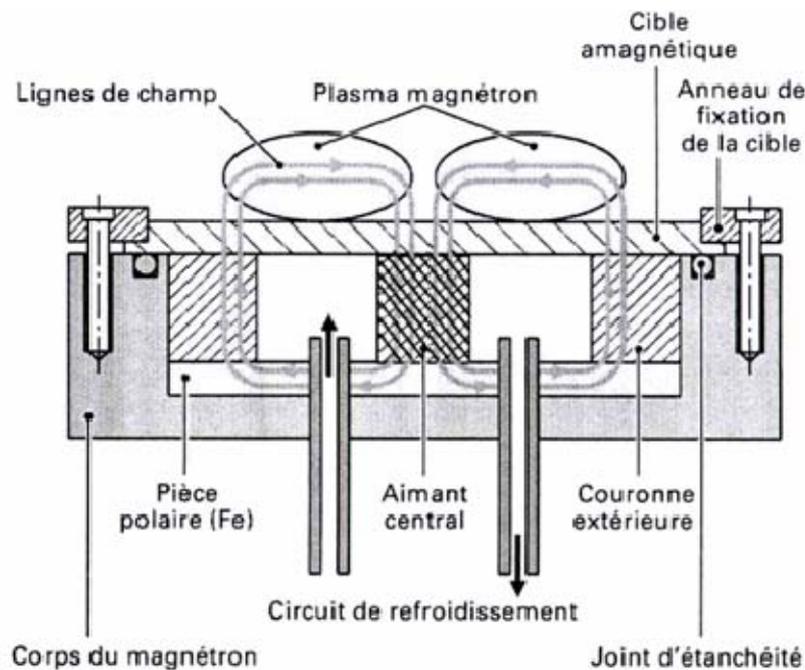


Figure B1 : Schéma de principe du dispositif magnétron [Billard & Perry, 2005].

B1.2 Torche plasma

Les revêtements cuivre-nickel-indium (CuNiIn) sont obtenus par pulvérisation sous vide ou en atmosphère neutre à partir d'une poudre composée de grains sphéroïdaux d'alliages de cuivre-nickel-indium. La poudre utilisée en aéronautique (Metco 58 NS produite par Sulzer Metco) a une « classe » de 45 à 90 μm (au maximum, 5% en masse de la poudre passe au travers d'un tamis de maille 45 μm et 1 % en masse reste sur un tamis de maille 90 μm). La température de fusion est de l'ordre de 1150 °C. Le principe de fonctionnement d'une torche plasma [Proner, 1999] consiste à ioniser un gaz plasmagène par une différence de potentiel entre une anode et une cathode (figure B2). Le flux gazeux porté à une température comprise entre 15 000 et 20 000 °C est étranglé dans une tuyère et s'échappe de la buse à vitesse élevée, en formant une flamme plasma. La poudre utilisée est injectée dans ce plasma à haute énergie puis, véhiculée par un gaz porteur (argon). Les particules sont fondues et projetées sur le substrat. La projection se fait à l'air libre (plasma atmosphérique). La puissance de l'arc (produit de la différence de tension entre anode et cathode, environ 70 V et de l'intensité d'arc d'environ 350 A) est de l'ordre de 25 kW. L'épaisseur du dépôt désirée (entre 150 et 170 μm) est réalisée en faisant 6 à 8 passes de projection.

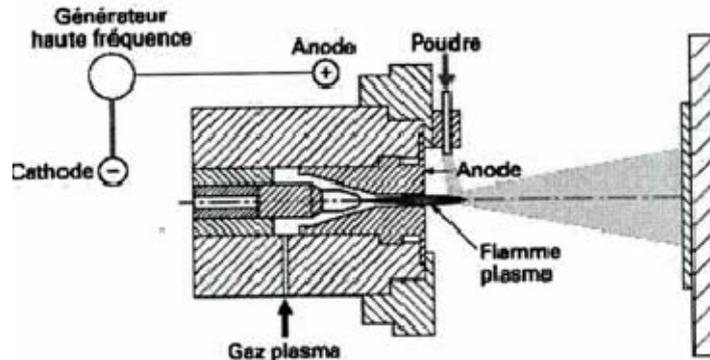


Figure B2 : Principe de fonctionnement d'une torche à plasma [Proner, 1999].

B2. DISPOSITIFS NOUVELLEMENT PRECONISES

Quatre type de systèmes ont permis d'élaborer les nouveaux matériaux préconisés. Nous distinguons le système de dépôt PVD EVASION, l'enceinte pour le DLC par PACVD, le système de pulvérisation cathodique radiofréquence et les réacteurs plasma.

B2.1 Système de dépôt PVD EVASION

Ce système permet d'élaborer des couches de DLC ou des couches de nitrures de silicium par la technique de Mélange Ionique Dynamique (MID). C'est une technique qui permet d'élaborer des revêtements métalliques ou céramiques denses et adhérents jusqu'à environ 1 μm d'épaisseur [Rivière, 2002]. Elle combine une technique PVD par pulvérisation ionique d'une cible avec un bombardement simultané avec des ions Ar^+ d'énergie élevée de l'ordre de 120 keV et conjugue donc les avantages de l'implantation et des techniques PVD. Le bombardement pendant le dépôt joue un rôle fondamental sur les propriétés du matériau revêtu en modifiant la microstructure du substrat dans la zone implantée dans le début du traitement et en formant une zone mixée à l'interface revêtement/substrat caractérisée par un fort gradient de composition (qui permet d'adapter les propriétés et d'augmenter considérablement l'adhérence).

Cette technique se réalise dans un système de dépôt par pulvérisation ionique EVASION avec assistance haute énergie développée au LMP (figure B3). Le principe consiste à utiliser une source Kaufman pour pulvériser une cible constituée de graphite pur ou de nitrure de silicium, à l'aide d'ions argons Ar^+ d'énergie élevée (1,2 keV, 60 mA, $1 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$). Afin d'améliorer l'adhérence des dépôts, une assistance est effectuée en bombardant avec des ions Ar^+ d'énergie élevée (120 keV) les films en cours de croissance. La vitesse de croissance est comprise entre 0,01 nm/s et 0,05 nm/s. La pression initiale et la pression de travail sont respectivement de $1,33\cdot 10^{-3}$ Pa et de $1,33\cdot 10^{-1}$ Pa. Les effets du bombardement consistent à supprimer les espaces libres, les porosités, les contraintes internes dans le film afin d'améliorer la densification du revêtement. Le porte-échantillon est refroidi par eau de manière à rester à une température voisine de la température ambiante. Cependant, il est possible de réaliser des dépôts en température (jusqu'à 600 °C) grâce à un four.

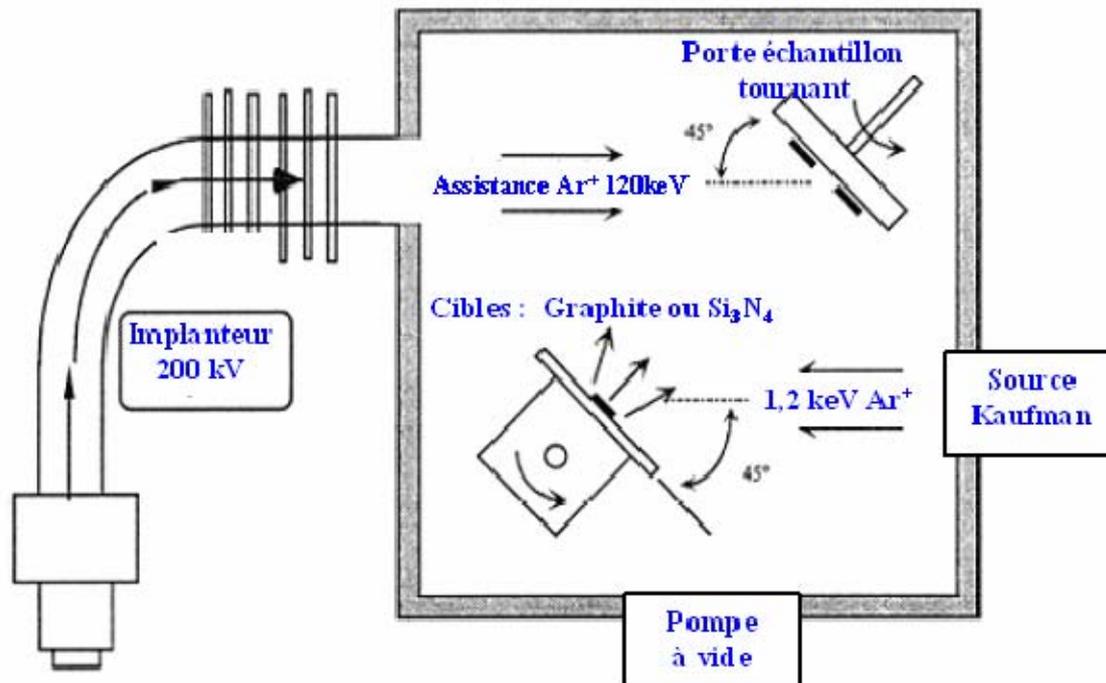


Figure B3: Système de dépôt EVASION avec assistance d'énergie pour mélange ionique dynamique [Rivière, 2002].

B2.2 Enceinte pour le DLC par PACVD

La technique PACVD (*Plasma Assisted Chemical Vapor Deposition*) réalisée dans une enceinte MRC développée par le même laboratoire (LMP) a permis la croissance des couches de DLC. Un plasma est créé par application d'une tension radiofréquence entre deux électrodes dont la distance peut varier entre 2,5 cm et 10 cm environ. L'électrode inférieure est constituée d'une plaque en acier servant de porte-échantillon. L'électrode supérieure est en fait constituée de quatre électrodes montées à 90° sur un tambour, ce qui permet d'utiliser au choix trois cibles différentes ainsi qu'une électrode en acier par rotation du tambour. La chambre de dépôt est munie d'un sas qui permet d'atteindre une pression inférieure à $5\cdot 10^{-4}$ Pa quelques minutes seulement après l'introduction des échantillons. Dans le mode « etching », l'électrode en acier est mise en regard du porte-échantillon et reliée à la masse. La puissance radiofréquence (RF) est transmise entre les deux électrodes par l'intermédiaire du seul porte-échantillon qui supporte toute la polarisation (figure B4). Le méthane pur est utilisé

généraliser le plasma. La tension de polarisation est comprise entre -25 V et -500 V et les espèces carbonées chargées présentes dans le plasma (CH_3^+ par exemple) sont accélérées sur les échantillons et s'y déposent en permettant la croissance d'une couche carbonée. La vitesse de dépôt est de $0,2\ \mu\text{m/h}$.

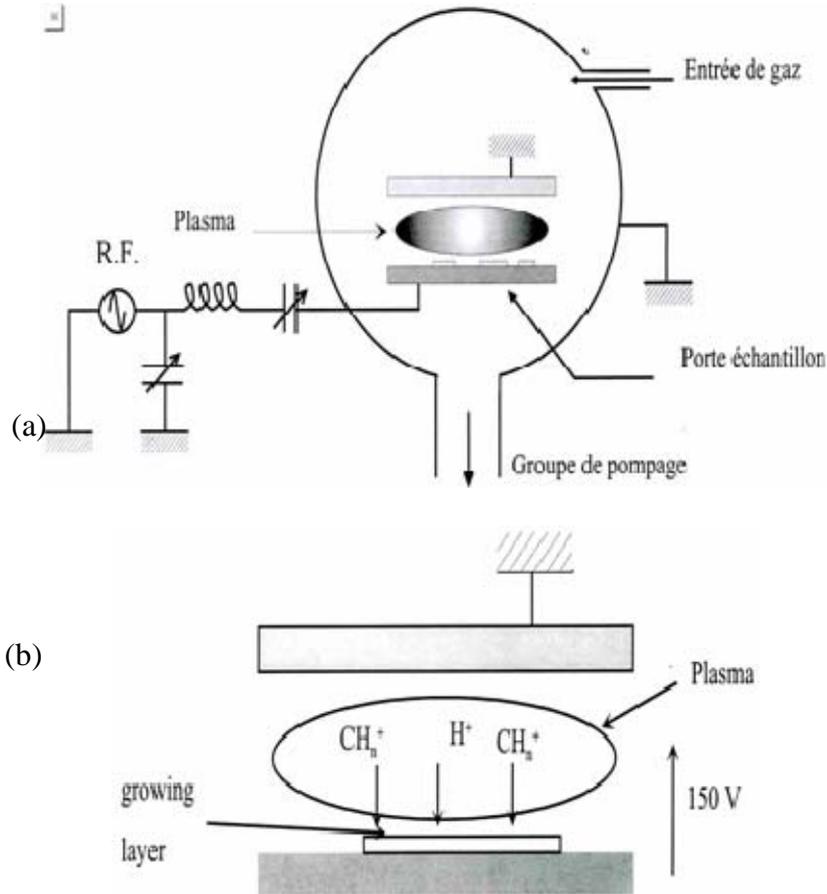


Figure B4 : (a) Système de dépôt MRC et (b) principe de formation de la couche DLC à partir du plasma méthane (Droite) [Gonnord et al., 1999 ; Gonnord, 2000].

B2.3 Pulvérisation cathodique radiofréquence

Ce système a permis l'élaboration par pulvérisation cathodique radiofréquence des oxydes de fer III, (Fe_3O_4 , magnétite) (figure B5). Le matériau à pulvériser (cible en Fe_3O_4) joue le rôle de cathode. Le gaz de décharge est l'argon. Ce gaz est ionisé par une source radiofréquence pour constituer le plasma. La cible subit le bombardement des ions positifs Ar^+ extraits du plasma. Une partie d'entre eux est réfléchié mais la plupart transfèrent leur énergie au matériau à pulvériser. Outre l'émission d'électrons secondaires qui entretiennent la décharge en ionisant les molécules de gaz rencontrées sur leur parcours, ces ions provoquent l'éjection d'atomes qui vont traverser le plasma avant de se condenser sur un substrat pour former une couche mince.

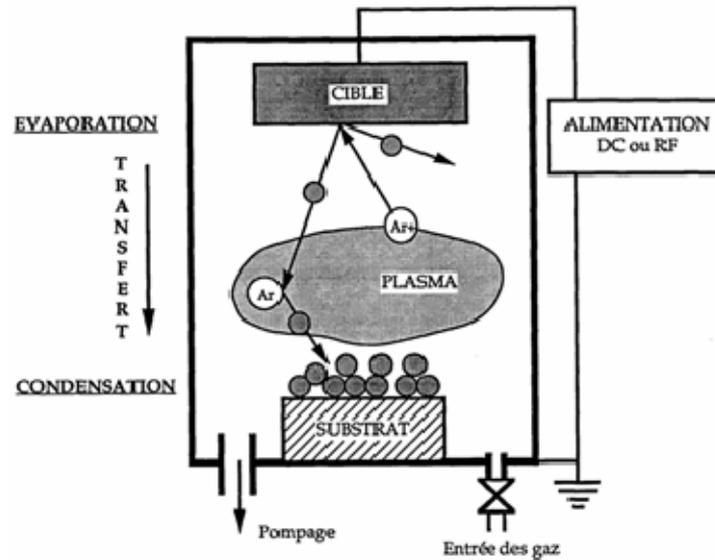


Figure B5: Schéma de pulvérisation cathodique radiofréquence utilisé pour les dépôts magnétites.

B2.4 Réacteurs plasma

Deux types de réacteurs plasma ont été utilisés pour la réalisation de la nitruration du Ti-6Al-4V : URANOS (Unité de Réaction Assistée par plasma pour la Nitruration et l'Oxydation des Surfaces) pour les traitements d'Implantation d'Ions au potentiel flottant (PF2I), et TAPIIR (Thermally Assisted Plasma Ion Implantation Reactor) pour effectuer des traitements d'Implantation d'Ions en Immersion Plasma (P3I). Ces procédés présentent l'avantage de permettre le traitement de pièces métalliques de formes complexes et d'envisager leur application à l'échelle industrielle [Rivière, 2002].

B2.4.1 Réacteur URANOS

Ce système permet de former une couche de conversion par un traitement plasma au potentiel flottant à une température suffisante pour favoriser la diffusion de l'azote [Perriere *et al.*, 1986 ; Fouquet *et al.*, 2004]. Le réacteur URANOS est constitué d'un tube de quartz (longueur 2 m ; diamètre 25 cm) maintenu sous vide secondaire par un système de pompage turbomoléculaire et entouré d'un four trois zones régulant les températures de traitement jusqu'à 1000 °C (figure B6). Les traitements se font sous une atmosphère gazeuse dont la composition est contrôlée par des débitmètres massiques (N₂, O₂, H₂, Ar, CH₄...). Les pressions de travail sont régulées par une vanne-tiroir et peuvent aller de 0,1 Pa à 0,5 Pa. Un plasma est généré par excitation électromagnétique radiofréquence (13,56 Hz) du gaz via une électrode cylindrique de type Surfatron, placée autour du tube en quartz. Les échantillons sont introduits au sein du plasma via une nacelle en quartz (isolée de la masse), elle-même placée sur un système en cantilever qui autorise le déplacement sous vide de la zone chaude à la zone froide (hors four) du tube. L'excitation radiofréquence (RF) du gaz a pour effet de libérer des électrons qui vont ensuite exciter les molécules de gaz et générer des ions et des radicaux. Le plasma reste cependant faiblement ionisé (10¹⁰ ions/cm³). L'enceinte étant isolante, les parois se chargent négativement du fait de la plus grande mobilité des électrons : une gaine ionique de quelques millimètres se crée et le plasma se porte à un potentiel légèrement positif de quelques volts, appelé potentiel plasma. L'échantillon isolé au sein du plasma est aussi soumis aux flux d'électrons présents dans le plasma, se charge négativement, et se porte ainsi à un potentiel négatif par rapport au potentiel plasma de l'ordre de -15 V, appelé potentiel flottant.

Aux températures initialement considérées comme tolérables pour le matériau, la technique ne permet pas de nitrurer sur plusieurs micromètres de profondeur.

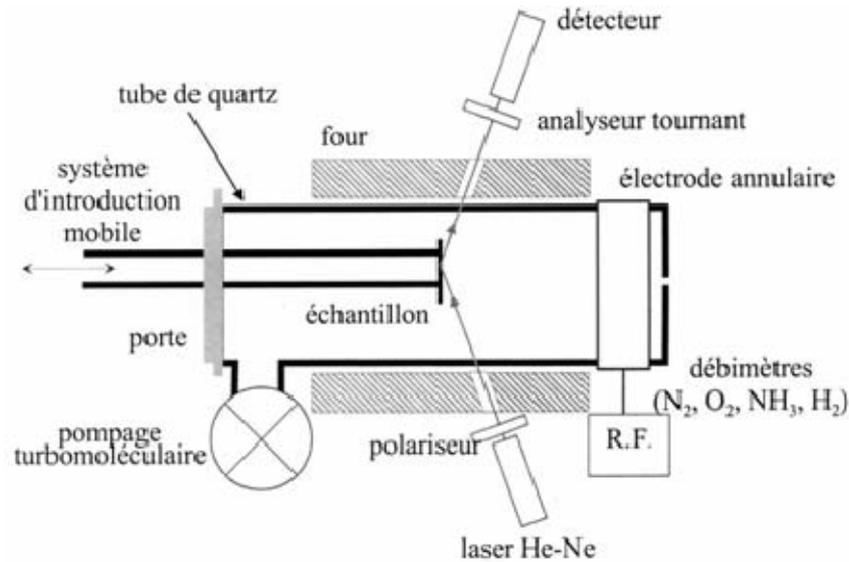


Figure B6 : Schéma d'un réacteur URANOS pour traitement de nitruration en température au potentiel flottant [Fouquet et al., 2004].

B2.4.2 Réacteur TAPPIIR

Ce système sert à implanter des ions (N^+ et N^{2+}) à partir d'un plasma basse pression (≤ 10 Pa) dans le lequel est immergé l'échantillon Ti-6Al-4V à traiter. Le réacteur TAPIIR (*Thermally Assisted Plasma Ion Implantation Reactor*) récemment développé au LMP est basé sur la structure du réacteur URANOS en termes de vide, plasma et température [Marot, 2001]. La seule différence réside dans le porte-échantillon. Au lieu d'être laissé à la masse, l'échantillon est porté à une haute tension négative (quelques dizaines de kilovolts) par l'intermédiaire d'une traversée qui le relie à un générateur haute tension (figure B7). Porté à un fort potentiel négatif, l'échantillon va alors accélérer les ions du plasma à travers la gaine qui l'entoure. Comme l'échantillon est au « milieu » du plasma, il est implanté sur toute sa surface, normalement à celle-ci, en suivant les lignes de champ. Pour ne pas « éteindre » le plasma en le vidant de tous ses ions et électrons, il est nécessaire de pulser la haute tension : elle n'est ainsi appliquée que quelques microsecondes (jusqu'à 50 μ s), avec des fréquences de répétition pouvant atteindre 1000 Hz. La spécificité du système P3I est son système de régulation thermique (entre 300 et 1000 °C) indépendant de la décharge qui permet de contrôler la diffusion des espèces implantées dans une large variété de matériaux et donc les paramètres d'implantation (haute tension, durée du pulse, fréquence de répétition) [Marot *et al.*, 2002]. Cette technique est très attractive d'un point de vue industriel car elle permet de traiter des pièces de formes complexes à moindre coût.

ANNEXE B

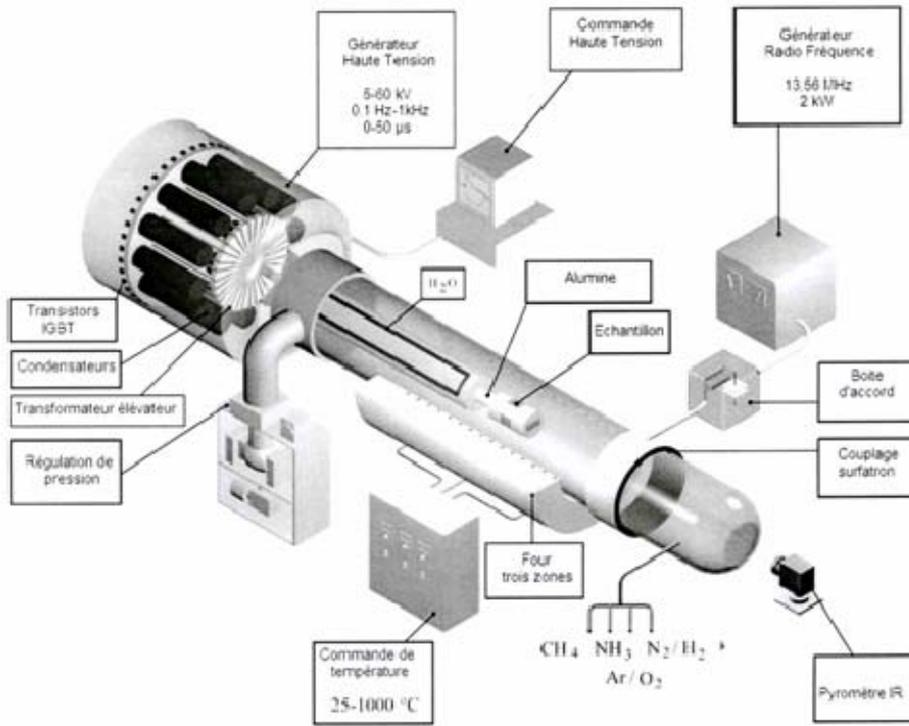


Figure B7: Schéma d'un réacteur TAPIIR par implantation d'ions en immersion plasma [Marot, 2001].

ANNEXE C

MESURE D'ANGLE DE CONTACT ET CALCULS DES ENERGIES DE SURFACE DES MATERIAUX

C1. MESURE DES ANGLES DE CONTACT

La caractérisation surfacique des matériaux a été réalisée par la technique de la mouillabilité. Cette méthode consiste à déposer, sur la surface à tester, différents liquides sondes connus, et à mesurer alors l'angle établi par la goutte, à l'équilibre thermodynamique. La mesure de cet angle et la connaissance de la tension superficielle du liquide déposé permet, par les différentes méthodes de calcul, de remonter aux termes dispersifs (LW) et acide-base (AB) de la surface. Il est nécessaire de déposer plusieurs liquides sondes : certains non ou très peu polaires (alpha-bromonaphtalène, diiodométhane et dioxane) afin de déterminer le terme dispersif de la surface du solide, et d'autres possédant un terme polaire non négligeable (eau bidistillée, formamide, éthylène glycol) afin de remonter au terme acide-base (polaire).

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un goniomètre Digidrop de GBX Instruments (figure C1). Cet appareil est constitué d'un banc de mesure couplé à un logiciel d'acquisition et de traitement d'images qui permet une analyse de la goutte déposée et dont on voit le profil à l'écran par l'intermédiaire d'une caméra. Un porte-seringue fixe permet le réglage fin du volume de la goutte par l'intermédiaire d'une vis micrométrique, ce qui contribue à la répétabilité des mesures. Un dictionnaire informatique nous permet de stocker les données concernant chacun des liquides (composante dispersive et acide-base) pour différentes méthodes de calcul (Zisman, Fowkes, Owen & Wendt,...), ce qui permet au logiciel de calculer rapidement, une fois les mesures faites, les différents termes énergétiques du solide par la méthode demandée.

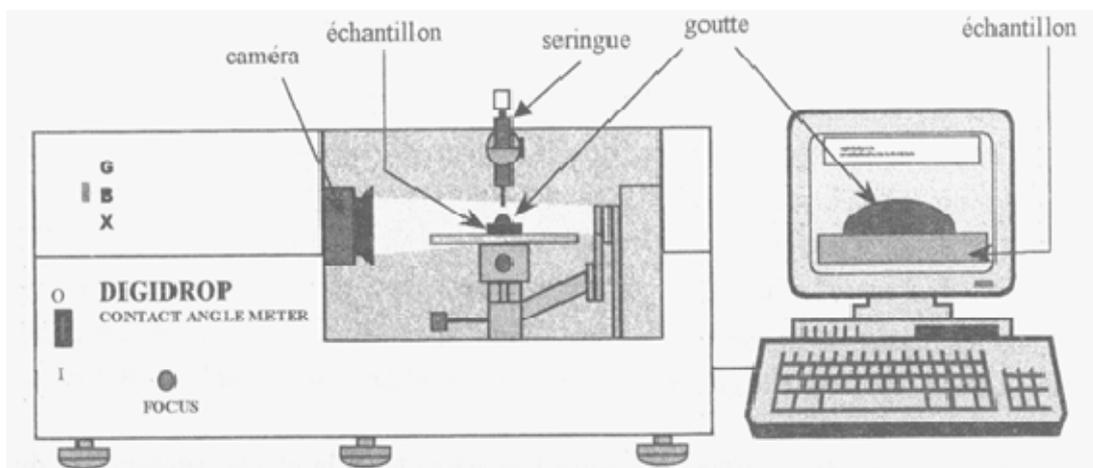


Figure C1 : Dispositif expérimental DIGIDROP de mesure d'angle de contact [Helt, 1998].

Chacun des liquides a sa propre seringue de 1 ml en verre avec un embout en PTFE de 0,7 mm de diamètre dont l'extrémité est coupée à 90°. La vis micrométrique nous permet de contrôler le volume de la goutte déposée (il est voisin de 5 µl). Les liquides utilisés ainsi que leurs tensions superficielles sont répertoriés dans le tableau C1.

Nom du liquide	γ^{LW}	γ^{AB}	γ^+	γ^-	γ_L	Type
Eau	21,8	51	25,5	25,5	72,8	Acide-base (AB)
Formamide	39,5	19	2,28	39,6	58,2	Acide-base (AB)
Ethylène-glycol	29,3	19	1,92	47	48,3	Acide-base (AB)
Dioxane	32,75	0	0	0	32,75	Dispersif (LW)
α -Bromonaphtalène	40,6	0	0	0	40,6	Dispersif (LW)
Diiodométhane	50,8	0	0	0	50,8	Dispersif (LW)

Tableau C1: Composantes et tensions superficielles des liquides utilisés pour les mesures d'angle de contact ($mJ.m^{-2}$).

Nous avons réalisé en moyenne 26 mesures par liquide. Les angles de contact mesurés sur quelques matériaux étudiés sont regroupés dans les tableaux C2 et C3.

	TA6V(NG)	CuNiIn+vernis	CuNiIn	CuNiSi
Eau	60,7 ± 2,7	111,8 ± 6,4	100,5 ± 5,9	86,2 ± 4,4
Formamide	51,1 ± 2,9	82,1 ± 1,7	61,4 ± 8,6	54,1 ± 3,2
Ethylène-glycol	49,4 ± 2,3	69,8 ± 1,8	43,3 ± 3,8	44,5 ± 2,4
Dioxane	10,8 ± 0,7	-	-	-
α -Bromonaphtalène	33,3 ± 2,5	25,6 ± 3,1	13,2 ± 1,1	17,3 ± 2,8
Diiodométhane	44,1 ± 2,2	53,8 ± 2,2	33,1 ± 2,5	32,7 ± 2,9

Tableau C2 : Angles de contact (°) mesurés par mouillabilité pour les cupronickels et le TA6V.

	DLC	Si _x N _y	Si ₃ N ₄	Nitru. P1	Nitru. P17	Nitru. P9
Eau	75,8 ± 1,3	65,8 ± 3,2	62,8 ± 2,3	53,1 ± 1,6	52,8 ± 6,2	68,7 ± 1,8
Formamide	46,5 ± 1,6	39,7 ± 1,2	41,7 ± 2,2	28,7 ± 1,7	18,4 ± 2,3	55,2 ± 2,4
Ethylène-glycol	44,7 ± 1,5	40,4 ± 2,1	36,7 ± 1,9	20,4 ± 2,5	19,8 ± 4,8	48,2 ± 1,6
Dioxane	9,2 ± 0,6	12,6 ± 1,8	13,6 ± 2,3	-	-	10,8 ± 1,1
α -Bromonaphtalène	20,1 ± 0,8	31,1 ± 1,6	32,2 ± 1,1	10,5 ± 0,9	8,5 ± 0,8	26,6 ± 0,9
Diiodométhane	41,5 ± 0,9	38,8 ± 0,6	44,2 ± 2,4	25,3 ± 1,6	31,8 ± 2,4	42,1 ± 1,4

Tableau C3: Angles de contact (°) mesurés par mouillabilité pour les céramiques et les nitrures de silicium sur substrats non grenailés.

C2. ENERGIES SUPERFICIELLES ET TRAVAIL D'ADHESION

En utilisant les angles de contact mesurés par mouillabilité, les tensions superficielles des matériaux étudiés ont été déterminées par la méthode d'Owens et Wendt [Owens & Wendt, 1969]. Les résultats obtenus ont été comparés avec les autres méthodes (Zisman, Fowkes, Good Van Oss...). Les écarts obtenus sur la composante dispersive (LW) des matériaux entre la méthode d'Owens et Wendt et celles de Zisman, de Fowkes et Good Van OSS sont compris entre 1 et 2 %. Pour la composante acide-base (AB), les écarts entre la méthode d'Owens et Wendt et celle de Good Van Oss sont de l'ordre de 3 %. Le tableau C4 présente les composantes dispersives γ^{LW} , les composantes de type acide-base γ^{AB} , et les énergies de surface γ_s de quelques revêtements et traitements étudiés ainsi que le travail d'adhésion des matériaux face à un pion en Ti-6Al-4V en utilisant la méthode de Lewis (expression 3.19).

Familles	Echantillons	$\gamma^{LW} (mJ/m^2)$	$\gamma^{AB} (mJ/m^2)$	$\gamma_S (mJ/m^2)$	$W_{I2} (mJ/m^2)$
Alliage de titane	Ti-6Al-4V	$36,4 \pm 0,7$	$12,8 \pm 0,4$	$49,2 \pm 2,5$	$98,4 \pm 3$
Cupronickels	CuNiSi	$42,7 \pm 0,9$	$1,7 \pm 0,1$	$44,4 \pm 2,2$	$88,18 \pm 2$
	CuNiIn	$42,8 \pm 0,9$	$1,0 \pm 0,1$	$43,8 \pm 2,2$	$86,10 \pm 1$
	CuNiIn+vernis	$35,7 \pm 0,7$	$0,2 \pm 0,01$	$35,9 \pm 1,8$	$75,3 \pm 1$
Céramiques	Si ₃ N ₄	$37,9 \pm 0,8$	$6,4 \pm 0,2$	$43,5 \pm 2,2$	$92,39 \pm 4$
	Si _x N _y	$39,6 \pm 0,8$	$5,2 \pm 0,2$	$44,9 \pm 2,2$	$92,25 \pm 4$
	DLC	$40,6 \pm 0,8$	$3,2 \pm 0,1$	$43,8 \pm 2,2$	$89,69 \pm 3$
Nitruration	Nitruration P1	$45,2 \pm 0,9$	$6,7 \pm 0,2$	$51,9 \pm 2,6$	$99,65 \pm 4$
	Nitruration P9	$39,3 \pm 0,8$	$2,1 \pm 0,1$	$41,4 \pm 2,1$	$86,01 \pm 2$
	Nitruration P17	$44,2 \pm 0,9$	$8,4 \pm 0,3$	$52,6 \pm 2,6$	$100,96 \pm 5$

Tableau C4: Energies de surface en et travaux d'adhésion de quelques matériaux étudiés.

C3. METHODES DE CALCUL DE L'ENERGIE DE SURFACE

Pour déterminer l'énergie libre de surface d'un solide nous disposons de plusieurs méthodes. Ces méthodes doivent être vues comme différents modèles qu'il faut utiliser de façon complémentaire. Nous chercherons pour exploiter les résultats, à obtenir une cohérence entre eux. En effet, chaque méthode possède des critères d'application différents. Sharma *et al.* proposent une analyse comparative critique des différentes approches [Sharma *et al.*, 2002]. Ils montrent leurs atouts et leurs limites et proposent de nouvelles voies avec des régressions polynomiales à la place des régressions linéaires classiques, ainsi que des systèmes d'équations surdéterminés résolus par régression des moindres carrés.

C3.1 Méthode de Zisman

Dans la méthode de Zisman [Zisman, 1952], nous traçons la fonction $\cos(\theta_e) = f(\gamma)$ en n'utilisant que des liquides sondes dispersifs dont les tensions superficielles γ_i sont connues pour des solides à haute énergie, sinon les points relatifs aux liquides polaires s'éloignent de la droite. En extrapolant la droite obtenue, nous pouvons déterminer la tension superficielle critique de la surface $\gamma_c = \gamma_s^{LW}$ (figure C2).

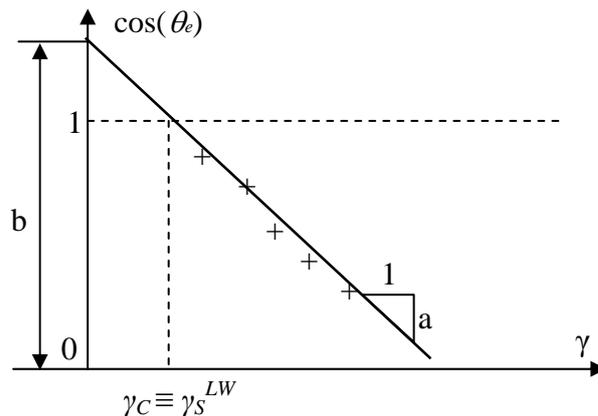


Figure C2: Illustration de la détermination de la tension superficielle critique par la méthode de Zisman.

Il est alors possible de déterminer γ_c pour $\theta_e \rightarrow 0$ par la formule suivante :

$$\gamma_c = \gamma_s^{LW} = \frac{1-b}{a} \quad (C.1)$$

Où γ_s^{LW} est la composante dispersive de la surface du matériau analysé.

Pour $\gamma_L > \gamma_c$, $\theta_e \neq 0$ et $\gamma_L \leq \gamma_c$, $\theta_e = 0$.

L'inconvénient de cette méthode est qu'elle dépend du liquide déposé.

C3.2 Méthode d'Owens & Wendt

Cette méthode a pour avantage d'utiliser les liquides polaires (acide-base). Owens & Wendt [Owens & Wendt, 1969] considèrent l'équation suivante :

$$\gamma_L(1 + \cos \theta) = 2\sqrt{\gamma_s^{LW} \gamma_L^{LW}} + 2\sqrt{\gamma_s^{AB} \gamma_L^{AB}} \quad (C.2)$$

Où γ_i^{LW} et γ_i^{AB} sont les composantes dispersives (LW) et acide-base (AB) des tensions superficielles des matériaux ou liquides ; i = matériau (S) ou liquide (L). L'expression (C.2) donne :

$$\left(\frac{\gamma_L(1 + \cos \theta)}{2\sqrt{\gamma_L^{LW}}} \right) = \sqrt{\gamma_s^{AB}} \left(\sqrt{\frac{\gamma_L^{AB}}{\gamma_L^{LW}}} \right) + \left(\sqrt{\gamma_s^{LW}} \right) \quad (C.3)$$

Nous pouvons alors tracer la fonction $\frac{\gamma_L(1 + \cos(\theta_e))}{2\sqrt{\gamma_L^{LW}}} = f\left(\sqrt{\frac{\gamma_L^{AB}}{\gamma_L^{LW}}}\right)$ en utilisant tous

les liquides disponibles (polaire ou non polaire). La régression linéaire nous donne les coefficients a et b permettant de déterminer les composantes acido-basique γ_s^{AB} et les composantes dispersives γ_s^{LW} des tensions superficielles des matériaux par (figure C3):

$$\gamma_s^{LW} = b^2 \text{ et } \gamma_s^{AB} = a^2 \quad (C.4)$$

Remarque : l'eau n'est pas utilisée car elle fausse la linéarisation comme le commentent Sharma *et al.* [Sharma *et al.*, 2002].

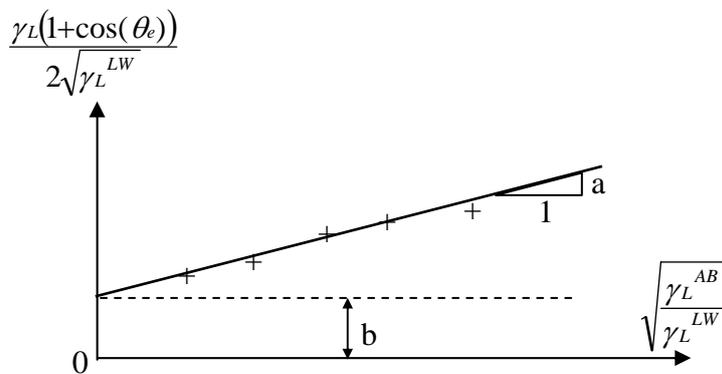


Figure C3: Illustration de la détermination des composantes dispersives et acide-base des tensions superficielles par la méthode d'Owens & Wendt.

C3.3 Méthode de Fowkes

Fowkes [Fowkes, 1986] pose l'équation suivante :

$$W_{SL} = W_{SL}^{LW} + W_{SL}^{AB} \quad (C.5)$$

Où W_{SL} est l'énergie d'adhésion surface/liquide et W_{SL}^{LW} et W_{SL}^{AB} ses composantes dispersives et acide-base. A l'équilibre thermodynamique, l'équation de Young peut s'écrire :

$$W_{SL} = \gamma_L(1 + \cos(\theta)) + \pi_e \quad (C.6)$$

Où π_e , la pression d'étalement due à l'adsorption de la vapeur du liquide déposé. Des expressions (1.5) et (1.6), nous pouvons en déduire :

$$\cos(\theta) = 2 \frac{\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}}}{\gamma_L} + \frac{W_{SL}^{AB}}{\gamma_L} - \pi_e - 1 \quad (C.7)$$

La pression d'étalement peut être considérée comme négligeable pour des angles $\theta > 10^\circ$. L'expression (C.7) peut alors s'écrire :

$$\cos(\theta) = 2 \frac{\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}}}{\gamma_L} + \frac{W_{SL}^{AB}}{\gamma_L} - 1 \quad (C.8)$$

De cette expression, deux cas peuvent se présenter :

- Le matériau favorise les interactions de type acide-base, l'expression (C.8) est conservée, c'est-à-dire :

$$\cos(\theta)_a = 2 \frac{\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}}}{\gamma_L} + \frac{W_{SL}^{AB}}{\gamma_L} - 1 \quad (C.9)$$

- Le matériau est entièrement dispersif, l'expression (C.8) devient :

$$\cos(\theta)_b = 2 \frac{\sqrt{\gamma_S^{LW} \gamma_L^{LW}}}{\gamma_L} - 1 \quad (C.10)$$

En définitive, cette méthode permet surtout de déterminer la composante dispersive de l'énergie de surface à partir du tracé de la fonction $\cos(\theta_e) = f\left(\frac{\sqrt{\gamma_L^{LW}}}{\gamma_L}\right)$. Nous réalisons une régression linéaire en forçant la droite à passer par le point (0,-1), ce qui revient à imposer $b = -1$, nous obtenons ainsi la pente a de la courbe qui permet de calculer la composante dispersive γ_S^{LW} par la relation la relation suivante :

$$\gamma_S^{LW} = \frac{a^2}{4} \quad (C.11)$$

L'écart entre chaque point représentant un liquide polaire permet d'évaluer W_{SL}^{AB} par les expressions (C.9) et (C.10) par :

$$\frac{W_{SL}^{AB}}{\gamma_L} = \cos(\theta)_a - \cos(\theta)_b \quad (C.12)$$

Mais comme nous l'avons évoqué plus haut, il n'est pas possible de remonter au γ_S^{AB} qui sera différent selon le liquide polaire choisi.

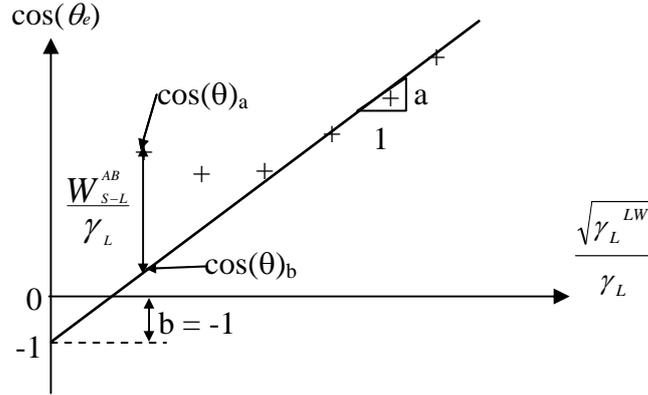


Figure C4: Illustration de la détermination des composantes dispersives et acide-base des tensions superficielles par la méthode de Fowke.

C3.4 Méthode de Good Van Oss

Dans la méthode de Good – Van Oss [Van Oss *et al.*, 1986], nous sélectionnons trois liquides : un dispersif et deux polaires. Le liquide dispersif permet de déterminer la composante dispersive de l'énergie de surface du solide grâce à l'équation suivante :

$$\gamma_S^{LW} = \frac{\gamma_L^2 (1 + \cos(\theta_e))^2}{4\gamma_L^{LW}} \quad (C.13)$$

où l'indice L désigne le liquide dispersif et l'indice S le solide. Ensuite, connaissant γ_S^{LW} les liquides polaires permettent d'établir le système suivant :

$$\begin{cases} \gamma_{L1} (1 + \cos(\theta_{e1})) - 2\sqrt{\gamma_S^{LW} \cdot \gamma_{L1}^{LW}} = 2.A.\sqrt{\gamma_{L1}^-} + 2.B.\sqrt{\gamma_{L1}^+} \\ \gamma_{L2} (1 + \cos(\theta_{e2})) - 2\sqrt{\gamma_S^{LW} \cdot \gamma_{L2}^{LW}} = 2.A.\sqrt{\gamma_{L2}^-} + 2.B.\sqrt{\gamma_{L2}^+} \end{cases} \quad (C.14)$$

Avec les indices L1 et L2 pour les liquides polaires 1 et 2 et l'indice S pour le solide. Les inconnues sont $A = \sqrt{\gamma_S^-}$ et $B = \sqrt{\gamma_S^+}$. Nous obtenons alors après résolution :

$$\gamma_S^- = B^2 \text{ et } \gamma_S^+ = A^2 \quad (C.15)$$

Remarque : lorsque nous obtenons des valeurs de A et/ou de B négatives, il n'est pas possible d'exploiter cette méthode, la seule solution est de changer de triplet de liquides. Mais si aucun triplet ne donne de valeurs positives, il n'est pas possible d'utiliser cette méthode.

ANNEXE D

MICROSCOPE INTERFERENTIEL

Le microscope interférentiel permet de mesurer des surfaces de quelques dizaines de micromètres carrés à plusieurs millimètres carrés [Wyko NT1100, 1993]. Le principe de la mesure de la topographie (relief) est basé sur un faisceau de lumière blanche qui est envoyé sur la surface à analyser via des objectifs, de type Mirau, dont la fonction est de séparer la lumière (figure D1). Ce phénomène génère alors des images en franges d'interférence.

Pour mesurer l'amplitude du relief, les objectifs interférométriques du microscope sont solidaires d'un translateur piézo-électrique dont le déplacement est contrôlé par un microcalculateur. Les franges d'interférence se déplacent avec le mouvement du translateur et elles sont enregistrées pour chacune des positions verticales de l'objectif par des détecteurs matriciels : à chacune de ces positions, il correspond des images (x,y) en franges d'interférence. Un algorithme adapté basé sur la Transformée de Fourier Rapide (FFT) traduit ces images en variations de relief : les informations topographiques de champ observé sont ainsi obtenues.

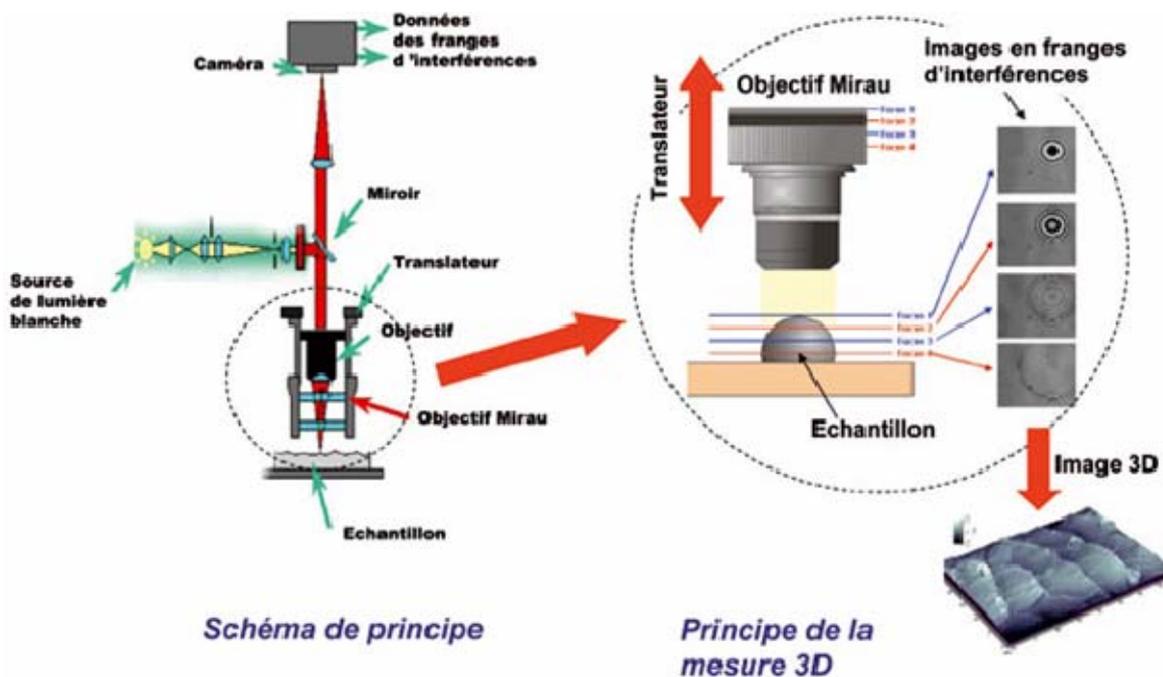


Figure D1 : Principe du profilomètre interférométrique [Wyko NT1100, 1993].

BIBLIOGRAPHIE

- Billard A. Perry F.**, Pulvérisation cathodique magnétron, *Techniques de l'Ingénieur*, M 1 654 (2005).
- Cattaneo C.**, Sul contatto di due corpi elastici : distribuzione locale degli sforzi, *Rendiconti dell'Accademia dei Lincei* 27 (1938), pp. 343-348, 434-436 et 474-478.
- Fouquet V., Pichon L., Drouet M., Straboni A.**, Plasma assisted nitridation of Ti-6Al-4V, *Applied Surface Science*, 221 (2004), pp. 248-258.
- Fowkes F. M.**, *J. adhes. Sci. Technol.*, 1 (1), 7 (1987).
- Gonnord H.**, *Caractérisations structurale, électrique et mécanique de films minces de carbone élaborés par PACVD*, Thèse de l'Université de Poitiers, (2000).
- Gonnord H., Jaouen M., Delafond J., Girardeau T.**, Wear improvements of stainless steel and tungsten carbide substrates covered by thin carbon films combining ion beam assisted deposition and plasma enhanced chemical vapor deposition from pure CH₄ deposition methods, *Wear* 231 (1999), pp. 38-46.
- Helt S.**, Traitement de surface et propriétés acido-basiques d'un carbure de silicium fritté – application au collage structural du SiC, Thèse INP de Toulouse, n° 1410, (1998), 166 p.
- Hertz H.**, Ueber die Beruehrung fester elastischer Koerper, *Journal fur die reine und angewandte Mathematik* 92 (1882), pp.156 -171.
- Johnson K.L.**, *Contact mechanics*, Cambridge University Press (1985).
- Marot L., M. Drouet, Straboni A., Berneau F.**, High temperature plasma based ionic implantation of titanium alloys and silicon, *Surface and Coatings Technology* 156 (2002), pp.155-158.
- Marot L.**, *Développement d'un nouveau système d'implantation ionique en immersion Plasma et analyse des processus de nitruration de matériaux métalliques et semiconducteurs*, Thèse Université de Poitiers (2001).
- Mindlin R.D.**, Compliance of elastic bodies in contact, *Trans. ASME, Series E, Journal of Applied Mechanics* 16 (1949).
- Owens D.K. and Wendt R.C.**, Estimation of the surface free energy of polymers, *Journal of Applied Polymer Science*, 13 (1969), pp. 1741-1747.
- Perrière J., Siejka J., Remili N., Laurent A., Straboni A., Vuillermoz B.**, *J. Appl. Phys.*, 59 (1986), pp. 2752.
- Proner A.**, Revêtements par projection thermique, *Techniques de l'Ingénieur*, Traité des Matériaux Métalliques, M 1 645, (1999).
- Rivière J.-P.**, Implantation ionique et dépôts assistés par faisceaux d'ions, *Mécanique et Ingénierie des matériaux, Vol Traitements de surface en phase vapeur*, HERMES (2002).
- Sharma P.K., Hanumantha Rao K.** Analysis of different approaches for evaluation of surface energy of microbial cells by contact angle goniometry, *Advances in Colloid and Interface Science*, 98 (2002) pp. 341-463.
- Van Oss C. J., Good R.J. and Chaudhury M. K.**, *J. colloid. Inter. Sci.*, 111 (1986), pp. 378.
- Wyko NT1100**, *Wyko Surface Profilers Technical reference Manual*, Veeco Instruments Inc., (1993), 50 p.
- Zisman A.W., Fox H. W.**, *Journal of Colloids Science*, 7 (1952), pp. 109.

COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE D'UN ALLIAGE DE TITANE TRAITÉ ET/OU REVÊTU EN FRETTEMENT A DÉBATTEMENT LIBRE

Résumé :

De nombreux assemblages quasi statiques utilisés en aéronautique sont soumis à des sollicitations vibratoires provoquant des microglissements à l'origine d'endommagements importants. Dans ce manuscrit, une nouvelle méthodologie d'analyse des phénomènes de fretting a été développée pour appréhender des conditions industrielles complexes tels que les assemblages aubes fan / disque de turboréacteurs où le contact s'adapte en induisant des variations non contrôlées des amplitudes de débattement. Cette approche a été validée sur une machine de fretting fonctionnant à débattements libres. Le mode de fonctionnement de cette machine est dédié à l'étude de l'usure et permet de mettre directement en évidence des conditions de grippage au moyen d'un critère quantitatif. Une description et une analyse énergétique de ce dispositif a été développée.

L'étude a conduit à l'établissement des nouvelles cartes de fretting mettant en évidence les effets de différents traitements et revêtements destinés à accroître la résistance d'un alliage de titane en conditions de grippage. Les analyses et les discussions des causes du grippage se sont focalisées sur une corrélation établie avec le travail d'adhésion de Dupré.

L'analyse de l'usure des matériaux a été effectuée à partir de l'établissement d'un nouveau coefficient énergétique d'usure prenant en compte le volume d'usure du contact, la distance de glissement et l'énergie totale dissipée dans le contact. Enfin, le comportement tribologique des matériaux a été relié aux différentes morphologies du troisième corps, systématiquement présent dans le contact, et décrit en termes de cohésion, de ductilité et d'adhérence.

Mots clés : Alliage de titane, fretting, débattement libre, traitement, revêtement, grippage, travail d'adhésion, Coefficient de frottement, distance de glissement, usure, coefficient énergétique d'usure, troisième corps, cohésion, ductilité, adhérence.

TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR OF A COATED AND TREATED TITANIUM ALLOY UNDER FREE DISPLACEMENTS FRETTEMENT CONDITION

Abstract:

Many quasi static mechanical assemblies used in aeronautics are subjected to vibratory stresses causing microsliding at the origin of significant damages. In this study, a new methodology of analysis of fretting conditions was developed to apprehend complex industrial conditions such as blade and disk contact in turbine engines where the contact adapts by inducing uncontrolled variations of the displacement amplitudes. This approach was validated on a fretting device working under free displacement. This machine is used to study wear and enables conditions of seizure to be highlighted from a quantitative criterion. A description and an energy analysis of this fretting device were developed.

The study led to the establishment of the new fretting maps highlighting the effects of various treatments and coatings intended to increase the resistance of an titanium alloy in conditions of seizure. The analyses and discussions of the seizure causes focused on a correlation established with the Dupré's work of adhesion.

The wear analysis of materials was carried out from the establishment of a new energetic coefficient of wear by considering wear volume of the contact, the total sliding distance and the total dissipated energy in the contact. Lastly, the tribological behaviour of the studied materials was linked to various morphologies of the third body systematically present in the contact and described in terms of cohesion, ductility and adherence.

Keywords : Titanium alloy, fretting, free displacement conditions, treatment, coatings, seizure, work of adhesion, coefficient of friction, sliding distance, wear, energetic coefficient of wear, third body, cohesion, ductility, adherence.