N° d'ordre : 96 09 Année 1996

Thèse

Présentée devant l'Ecole Centrale de Lyon

Pour obtenir

le titre de DOCTEUR

Spécialité : Mécanique

par Vincent JARDRET

Ingénieur E.C.L.

# APPORT DES TECHNIQUES SCLEROMETRIQUES A LA CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES DES SURFACES

soutenue le lundi 29 janvier 1996 à l'E.C.L.

| | | |
|---|---|---|
| **Jury :** | B. LAMY (rapporteur) | Professeur des Universités à l'Ecole Centrale de Nantes |
| | J.L. LOUBET | Chargé de Recherche C.N.R.S à l'E.C.L. |
| | T.G. MATHIA | Directeur de la thèse - Directeur de Recherches au C.N.R.S. |
| | M. PERULLI (rapporteur) | Professeur des Universités à l'Université P. et M. Curie |
| | R. TRABELSI | Docteur - Céramiques Techniques Desmarquest |
| | H. ZAHOUANI | Maître de Conférences à l'E.C.L. (E.N.I.S.E.) |

*à Maurice, Nicole et Olivier,*

*à Antonie,*

*à mes amis.*

Pok 2 - R
Magasin

# RESUME

La compréhension des mécanismes d'abrasion et des déformations des surfaces qui en résultent représente un grand intérêt pour l'élaboration des matériaux et la conception des systèmes industriels modernes vis à vis de l'usure et de l'abrasion. Le test de rayage ou test scléromètrique, constitue un outil intéressant pour caractériser la résistance à l'abrasion des matériaux.

Un travail fondamental sur le développement d'une machine de test de rayage, nous a permis d'étudier deux types de comportements : les déformations élasto-plastiques d'une part, et les mécanismes de fracturation d'autre part.

1 - La plupart des études sur la résistance à l'abrasion se sont limitées au cas de matériaux purement plastiques, alors que de nombreuses expériences sur des métaux et des polymères ont montrées que la mécanique des contacts et le comportement en indentation étaient largement influencés par les déformations élastiques de ces matériaux.

Dans ce travail, les forces normale et tangentielle, la profondeur de pénétration de l'indenteur sous la surface initiale du matériau pendant le rayage, et le relevé topographique tridimensionnel de la surface rayée ont été mesurés. Ils nous ont permis d'estimer précisement la surface réelle de contact entre l'indenteur et le matériau, en prenant en considération à la fois les déformations élastiques et la formation des bourrelets autour du contact. Cette surface de contact permet alors de calculer la pression moyenne de contact pendant le rayage. Cette pression a été comparée à la dureté statique des matériaux ainsi qu'aux définitions classiques de dureté de rayage. Les proportions de déformation élastique et plastique pendant un test de rayage avec un indenteur Berkovich, ont été reliées au rapport entre le module d'élasticité et la dureté des matériaux massifs que nous avons testés.

Cette étude à été réalisée sur une large gamme de matériaux ductiles allant des polymères aux métaux, et montre l'importance de la prise en compte des déformations élastiques et de la formation des

T1894
ECOLE CENTRALE DE LYON
BIBLIOTHEQUE
BP 163 F - 69131 ECULLY CEDEX

bourrelets pour comprendre et caractériser précisement la résistance à l'abrasion des matériaux par un test sclérométrique.

2 - Les matériaux céramiques sont utilisés dans de nombreux systèmes mécaniques et électroniques. Mais leur utilisation est toujours limitées par leur comportement fragile. En particulier, l'endommagement en surface des composants en céramiques peut réduire considérablement leur durée de vie. La compréhension des mécanismes de déformation en surface et de la résistance à l'abrasion des matériaux en céramique est donc un élément clé dans leur utilisation et leur usinage.

Dans ce travail, l'étude des fluctuations des forces normale et tangentielle pendant un test de rayage à été menée pour décrire le comportement à l'abrasion et les mécanismes de fracturation des matériaux céramiques à base d'alumine.

La mesure des forces normale et tangentielle de rayage a été effectuée à une vitesse d'acquisition de 20 000 Hz. Des variations brutales de la force normale, correspondant à l'intervention de mécanismes de fracturation, ont été reliées au volume d'usure, estimé par une mesure topographique tridimensionelle de la surface rayée. L'énergie d'abrasion, égale à l'énergie totale de rayage divisée par le volume d'usure, à été étudiée en fonction de la profondeur de pénétration et de la vitesse de rayage.

La méthode de caractérisation développée lors de ce travail, a servi pour analyser l'influence de la ténacité sur le comportement à l'usure de deux céramiques à base d'alumine. Ces deux céramiques ont été frittées avec différents additifs, ce qui leur procurent une différence de ténacité d'environ 30 %.

L'effet physico-chimique d'un environnement liquide sur la résistance à l'abrasion d'une céramique à base d'alumine à clairement été montré, et relié aux propriétés de mouillabilité d'une grande série de fluides.

# ABSTRACT

An understanding of abrasion resistance and the associated surface deformation mechanisms is of primary importance in the materials engineering and design of many important industrial components undergoing wear and abrasion. Instrumented scratch testing has been shown to be a useful tool for characterization of the abrasion resistance of materials.

Our fundamental work on the scratch tester development found two main applications, focused on elasto-plastic deformation and fracture mechanisms during a scratch test.

1 - Although most studies on scratch resistance have been limited to the theoretical case of purely plastic materials, experiments on metals and polymers have shown that the contact mechanics and indentation behavior are strongly influenced by the elastic behavior.

In this work, the measurement of the normal and tangential scratch forces, the penetration depth relative to the initial surface and the three-dimensional topographic relief of the scratched surface are done. They have allowed us to acurately calculate the actual contact area between the indenter and the material, taking into account both elastic deformation and pile up phenomena. This contact surface was used to estimate the real mean contact pressure during scratch testing. This pressure was compared to the static hardness of the studied materials, as well as to the classical definitions of the scratch hardness. The ratio between the plastic and elastic deformation during a scratch test with a Berkovich indenter was then related to the ratio of the elastic modulus over the hardness for the tested bulk materials.

This study was performed on a wide range of ductile materials from polymers to metals and demonstrates the importance of taking both elastic and pile-up phenomena into account in order to accurately understand and characterize the scratch resistance of materials.

2 - Ceramic materials are used in a large range of mechanical and electronic devices. But these materials are still limited in their

application by their brittle behavior. In particular, surface damage of ceramic components may considerably decrease their lifetime. An understanding of abrasion resistance and the associated deformation mechanisms is then of primary importance in the use and machining of ceramic materials. In this work, the analysis of both the normal and tangential force fluctuations during a scratch test was done to describe the wear behavior and fracture processes of ceramic materials.

The measurement of both normal and tangential scratch forces was done at the acquisition rate of 20 000 Hz. The fluctuations of the normal force was related to the worn volume estimated with the help of the three-dimensional topographic relief of the scratched surface. The abrasion energy is equal to the total scratch energy over the worn volume. It was studied as a function of penetration depth and scratch speed.

The characterization method developed in this work is then used to investigate the effect of the fracture toughness on the wear behavior of two different sintered alumina. These alumina was sintered with different chemical additives which leads to a 30 % difference of their fracture toughness.

The physico-chemical action of a large serie of fluids on the abrasion energy of alumina was clearly emphasized and related to their wetting properties.

# *Remerciements*

*je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidé au cours de ma formation à l'Ecole Centrale et pendant ces deux années de thèse. En particulier j'adresse toute ma reconnaissance à*

T.G.MATHIA *pour m'avoir fait découvrir le monde de la recherche, et m'avoir fait profiter de son expérience. Pour sa confiance dans les projets que j'ai pu mener dans le domaine du sport. Et pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans des conditions matérielles confortables avec des relations industrielles passionnantes.*

*les membres du jury,*

H. ZAHOUANI, *pour son amitié constante.*

R. TRABELSI, *pour ses conseils amicaux, la confiance, le soutien et l'intérêt qu'il a bien voulu m'accorder tout au long du travail concernant les céramiques et le développement du scléromètre.*

J.L. LOUBET, *pour le regard attentif et rigoureux qu'il a porté sur mon travail, et sa collaboration enrichissante.*

B. LAMY, *pour avoir accepter de corriger ce travail, m'avoir permis de le terminer à temps pour effectuer mon service national dans de bonnes conditions juste après ma thèse.*

TREHEUX, *pour avoir bien voulu participer au jury de cette thèse, et pour l'intérêt qu'il a su porter sur mon travail de son point de vue de scientifique des matériaux.*

M. PERULLI, *pour avoir accepter de corriger ce travail, et apporter sur ce dernier un regard constructif.*

*Les membres du laboratoire de Tribologie pour leur aide technique et scientifique,*

*notamment,*

J.M. GEORGES et Ph. KAPSA Directeurs du Laboratoire de Tribologie,
*pour m'y avoir accueilli et permis de poursuivre les quelques travaux de recherche auxquels j'ai eu la chance de participer.*

J. ROUSSEAU, *pour ses conseils et sa collaboration amicale.*

R. VARGIOLU, *pour son aide de tous les jours, ses idées ingénieuses et son implication dans les projets qui ont rythmé mon séjour dans le laboratoire.*

Denis, Bruno, Sylvain, Stéphane, *Emanuel*
*qui pendant leur stage avec moi ont tous fait preuve d'un grand dynamisme, d'une curiosité et d'un intérêt qui ont rendu ce travail de thèse aussi vivant.*

Jean Bernard *tout particulièrement pour son amitié et son investissement dans les projets en cours lors de son séjour au laboratoire.*

Le personnel de SORETRIB
*pour sa coopération lors des contrats industriels que nous avons eu l'occasion de réaliser.*

*Les entreprises qui ont bien voulu voir en mon travail un intérêt pour le développement de leurs matériaux ou de leurs services, par l'intermédiaire de*
*A. DENIS de DERMSCAN,*
*J. REY et A. ZARDOUC de la Société Européenne de Propulsion*
*Mr. ROMAN de NEYRPIC,*
*A. ROUSSEL de SOMMER.*

*et*

R. BOSMANS et G. WAJS d'ESSILOR International,
*pour l'intérêt qu'il ont porté sur mon travail et pour m'avoir fait confiance dans cette recherche vers la compréhension des mécanismes de rayage des matériaux revêtus.*

Les membres de l'équipe de R. BOSMANS chez ESSILOR International,
*pour leur accueil pendant cette periode particulière qui précède la soutenance d'une thèse.*

*Enfin, j'aimerai remercier Messieurs* L. VINCENT et L. JEZEQUEL, *et rendre hommage à* Jacques BORDET, *qui m'ont fait confiance et qui m'ont encouragé tout au long de ma formation à l'Ecole Centrale.*

# Sommaire général

## Premier chapitre


**A. OBJECTIFS** ..... 6

**B. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX À L'ABRASION** ..... 7

B.1. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX DUCTILES ..... 9

*B.1.a. Description des modes de déformation des matériaux ductiles* ..... *11*

*B.1.b. Modélisations rhéologiques du comportement sclérométrique des matériaux.* ..... *12*

B.1.b.i. Notion de dureté dynamique ou dureté de rayage ..... 17

B.1.b.ii. Notion d'énergie spécifique d'abrasion ..... 19

B.2. CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX FRAGILES EN SURFACE ..... 20

*B.2.a. Analyse des phénomènes de fracturation dans le cas d'une indentation normale* ..... *21*

*B.2.b. Analyse des fractures intervenant lors d'un contact glissant* ..... *22*

B.3. ANALYSE GÉNÉRALE DES PROPRIÉTÉS DES CÉRAMIQUES A BASE D'ALUMINE ..... 23

*B.3.a. Mécanismes de déformation des céramiques* ..... *23*

*B.3.b. Description des interfaces intergranulaires* ..... *25*

*B.3.c. Caractérisation mécanique* ..... *25*

*B.3.d. Interactions physico-chimiques* ..... *26*

*B.3.e. Propriétés tribologiques* ..... *28*

*B.3.f. Comportement à l'abrasion* ..... *29*

**C. CONCLUSION** ..... 32

C.1. MATÉRIAUX AU COMPORTEMENT DUCTILE : ..... 32

C.2. MATÉRIAUX FRAGILES : CÉRAMIQUES À BASE D'ALUMINE ..... 32


## Deuxième chapitre


**A. DEVELOPPEMENT TECHNOLOGIQUE ET INSTRUMENTAL** ..... 37

A.1. DEFINITION DU CAHIER DES CHARGES ..... 37

A.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL ..... 37

A.2.a.i. Dégauchissage de la surface de l'échantillon : ..... 39

A.2.a.ii. Déplacement vertical de l'indenteur : ..... 39

A.2.a.iii. Tangentage de la surface par l'indenteur : ..... 40

A.2.a.iv. Déplacement de l'indenteur lors du rayage : ..... 41

A.2.a.v. Mesure des forces au cours du rayage : ..... 41

A.2.a.vi. Mesure de la topographie tridimensionnelle de la surface : ..... 45

A.3. SPECIFICATIONS DU SCLEROMETRE ..... 46

**B. DEVELOPPEMENT DES METHODES DE CARACTERISATION** ..... 47

B.1. MISE EN PLACE ET DEROULEMENT D'UNE ETUDE EN SCLEROMETRIE ..... 47

B.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX ELASTO-PLASTIQUES ..... 48

*B.2.a. Caractérisation de l'usure des matériaux* ..... *49*

*B.2.b. Caractérisation des déformations élasto-plastiques* ..... *51*

*B.2.c. Estimation de la surface de contact* ..... *52*

B.3. CARACTERISATION DE LA RESISTANCE A L'ABRASION D'ELASTOMERES A FORT COMPORTEMENT VISCO-ELASTIQUE ..... 53

B.4. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX FRAGILES ..... 56
B.5. MATERIAUX HETEROGENES ET COMPOSITES ..... 59

**C. CONCLUSION ..... 61**

# Troisième chapitre

**A. ANALYSE DE L'ECOULEMENT ELASTO-PLASTIQUE DES MATERIAUX DUCTILES LORS DE LA CREATION D'UNE RAYURE ..... 64**

A.1. INTRODUCTION ..... 64
A.2. EXPERIENCES ..... 65
A.3. QUANTIFICATION DES DEFORMATIONS ELASTIQUES INTERVENANT AU COURS D'UNE RAYURE ..... 68
A.4. ETUDE DU FACTEUR DE FORME $c^2$ DANS LE CAS DU RAYAGE ..... 70
A.5. ESTIMATION DE LA DURETE DE RAYAGE ..... 74
*A.5.a. Estimation de la contrainte de frottement ..... 78*
A.6. CONCLUSIONS ..... 79

**B. ÉTUDE SCLEROMETRIQUE DU COMPORTEMENT DES CERAMIQUES D'ALUMINE ..... 81**

B.1. INTRODUCTION ..... 81
B.2. EXPERIENCES SCLEROMETRIQUES ..... 83
*B.2.a. Matériaux étudiés ..... 84*
*B.2.b. Types de fluides utilisés ..... 84*
*B.2.c. Echelles de sollicitation ..... 85*
*B.2.d. Interprétation des courbes de forces ..... 88*
*B.2.e. Présentation des résultats ..... 90*
B.3. IDENTIFICATION ET CARACTERISATION DU COMPORTEMENT A L'ABRASION DES DIFFERENTES CERAMIQUES A BASE D'ALUMINE ..... 92
*B.3.a. Morphologies spécifiques des rayures ..... 92*
*B.3.b. Notion de microfracturation ..... 93*
*B.3.c. Analyse comparative des céramiques A et B ..... 96*
B.4. ÉVOLUTION ET SIGNIFICATION DES PARAMETRES ..... 98
*B.4.a. Evolution du coefficient de frottement ..... 98*
*B.4.b. Etude de la chute de force ..... 100*
*B.4.c. Analyse du taux de fracturation (nombre de fractures par unité de longueur de rayage) ..... 102*
*B.4.d. Influence de l'environnement ..... 103*
B.5. INTERPRETATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'ACTION DES FLUIDES ..... 105
B.6. CONCLUSIONS ..... 107

# INTRODUCTION

## INTRODUCTION GENERALE

La caractérisation des matériaux en surface devient une étape très importante dans l'élaboration et le contrôle des matériaux. En effet, le développement des technologies modernes sollicite de plus en plus les performances des contacts dans les systèmes mécaniques. De ce fait, les propriétés ou la durée de vie de ces contacts déterminent de plus en plus celles du système mécanique complet.

La caractérisation mécanique des matériaux en surface peut être réalisée par des techniques très diversifiées, selon l'utilisation des matériaux.

Une des techniques les plus utilisées et les plus étudiées d'un point de vue fondamental est la technique d'indentation instrumentée. Elle permet, entre autre, d'obtenir la dureté, le module d'Young et la ténacité des matériaux en surface.

Dans ce travail, nous nous intéressons plus particulièrement à la résistance à l'usure de la surface des matériaux. Cette résistance peut être caractérisée par des tests d'usure ou de frottement qui tentent de reproduire les sollicitations subies par les surfaces dans des situations réelles d'utilisation. Mais nous nous proposons ici d'utiliser une technique de rayage, pour tenter de comprendre, de codifier puis de quantifier le comportement des matériaux soumis à une sollicitation abrasive. Cette technique trouve des applications très variées car l'abrasion est l'un des modes d'endommagement mécanique les plus fréquents et les plus sévères. Elle conduit à des déformations des surfaces et à un enlèvement de matière importants qui peuvent provoquer une dégradation de leurs propriétés morphologiques, volumétriques, optiques ou mécaniques et ainsi leur faire perdre leurs fonctions principales.

Par ailleurs, les mécanismes d'usure par abrasion sont utilisés dans l'usinage des surfaces comme par exemple en rectification et en polissage où des particules dures et tranchantes sont utilisées pour enlever de la matière à la surface usinée.

En complément de la technique d'indentation qui donne accès aux propriétés rhéologiques des matériaux en surface, la technique de rayage est de plus en plus utilisée pour comprendre les origines du comportement des matériaux à l'abrasion. L'intérêt industriel pour cette technique se fait de plus

en plus pressant, tant pour contrôler la qualité des surfaces que pour élaborer de nouveaux matériaux résistants à l'usure.

Cet intérêt s'explique, d'une part, par la similitude des sollicitations appliquées en scléromètrie avec les conditions d'usure abrasive réelle que subissent les matériaux au cours de leur fabrication ou de leur utilisation, et d'autre part, par la relative simplicité de ces sollicitations sclérométriques qui sont voisines des sollicitations appliquées en indentation instrumentée.

Cependant, alors que les techniques d'indentation instrumentée sont assez bien maîtrisées d'un point de vue instrumentation et paramétrage, les techniques de rayage souffrent encore de l'absence d'un consensus autour des méthodes d'analyse et des paramètres à considérer pour caractériser le comportement des matériaux en surface.

De nombreuses études ont déja été réalisées pour identifier le comportement des matériaux à l'abrasion, mais il semble aujourd'hui qu'un examen approfondi des paramètres servant à caractériser le comportement sclérométrique des matériaux d'une part, et des méthodes utilisées pour obtenir ces paramètres d'autre part, soit indispensable pour mieux comprendre les processus d'abrasion. Un effort particulier a donc été consacré au développement d'un dispositif experimental et à la définition des paramètres spécifiques qui sont utilisés dans ce travail.

## PRESENTATION DU TRAVAIL DE THESE

La conception et la réalisation d'un nouveau dispositif sclérométrique est l'occasion de proposer un cahier des charges général sur ce type de technique, et de définir les informations qui sont indipensables à la caractérisation du comportement sclérométrique des matériaux.

Nous verrons dans la seconde partie les impératifs que nous avons fixés dans le cahier des charges de ce dispositif et les solutions technologiques qui ont été choisies.

Vu le peu d'informations concernant les caractéristiques instrumentales des techniques sclérométriques dans la littérature, la réalisation de cette machine constitue une grande partie de ce travail de thèse.

La première partie de ce rapport synthétise les principaux travaux qui ont été réalisés en scléromètrie concernant les matériaux massifs au comportement élasto-plastiques (métaux et certains polymères), et les céramiques à base d'alumine.

Bien que cette technique se développe actuellement principalement dans le but de caractériser les propriétés d'adhérence des revêtements et films minces, ainsi que le comportement microstructural des matériaux composites, ce

rapport se focalise sur l'étude des matériaux massifs pour caractériser leurs comportements élastiques, plastiques et fragiles.

Comme nous le verrons dans la première partie, de nombreux travaux ont tenté d'expliquer le comportement des matériaux à l'abrasion par leur propriétés plastiques, via la dureté statique. Aussi, peu d'entre eux s'intéressent a l'influence des propriétés et des déformations élastiques sur la résistance à l'usure abrasive des matériaux élasto-plastiques. Nous avons donc tenté dans ce travail, d'une part de caractériser les différentes déformations élastiques et plastiques au cours d'un test de rayage, et d'autre part de les relier aux propriétés rhéologiques classiques des matériaux tels que la duréte et le module d'Young.

Les procédés de finition des surfaces des céramiques à base d'alumine se révèlent souvent longs et coûteux. La réduction du temps d'usinage de ces matériaux par une meilleure compréhension des processus d'enlèvement de matière réduirait sensiblement le coût de fabrication de ces pièces.

Dans ce travail, nous nous sommes appliqués à comprendre les mécanismes de déformation de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis à une sollicitation abrasive élémentaire.

La lecture rapide des forces de rayage nous a permis d'observer l'évolution du transfert énergétique entre l'indenteur et le matériau au cours d'un processus de fracturation en surface.

L'évolution de la force normale pendant une fracturation, comparée à l'usure du matériau, a également permis d'observer l'effet de la présence de différents fluides sur la surface des céramiques concernant leur résistance à l'usure.

Cette technique nous a également permis de différencier le comportement de céramiques variées, et ainsi d'observer l'effet des ajouts de frittage sur le comportement mécanique dans des céramiques à base d'alumine.

L'étude sclérométrique des céramiques à base d'alumine est présentée dans la troisième partie de ce rapport.

# Premier chapitre

## ANALYSE DU COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX SOUMIS À UNE SOLLICITATION ABRASIVE

# Sommaire du premier chapitre

**A. OBJECTIFS** ..... **6**

**B. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX À L'ABRASION** ..... **7**

B.1. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX DUCTILES ..... 9
*B.1.a. Description des modes de déformation des matériaux ductiles* ..... *11*
*B.1.b. Modélisations rhéologiques du comportement scléromètrique des matériaux* ..... *12*
B.1.b.i. Notion de dureté dynamique ou dureté de rayage ..... 17
B.1.b.ii. Notion d'énergie spécifique d'abrasion ..... 19
B.2. CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX FRAGILES EN SURFACE ..... 20
*B.2.a. Analyse des phénomènes de fracturation dans le cas d'une indentation normale* ..... *21*
*B.2.b. Analyse des fractures intervenant lors d'un contact glissant* ..... *22*
B.3. ANALYSE GÉNÉRALE DES PROPRIÉTÉS DES CÉRAMIQUES A BASE D'ALUMINE ..... 23
*B.3.a. Mécanismes de déformation des céramiques* ..... *23*
*B.3.b. Description des interfaces intergranulaires* ..... *25*
*B.3.c. Caractérisation mécanique* ..... *25*
*B.3.d. Interactions physico-chimiques* ..... *26*
*B.3.e. Propriétés tribologiques* ..... *28*
*B.3.f. Comportement à l'abrasion* ..... *29*

**C. CONCLUSION** ..... **32**

C.1. MATÉRIAUX AU COMPORTEMENT DUCTILE : ..... 32
C.2. MATÉRIAUX FRAGILES : CÉRAMIQUES À BASE D'ALUMINE ..... 32

# A. OBJECTIFS

La réponse d'un matériau à une sollicitation abrasive peut se présenter sous différents aspects.

La matière peut se déformer élastiquement ; cette déformation n'engendre pas d'endommagement permanent à la surface du matériau, mais peut modifier considérablement les conditions de contact et ainsi les zones de déformation permanente.

Elle peut ensuite se déformer plastiquement lorsque la pression qu'elle subit devient supérieure à sa pression d'écoulement ; cette déformation est continue à l'échelle microscopique, peut engendrer une modification permanente de la morphologie de la surface et même le détachement d'un copeau de la surface, ce qui occasionne une perte de matière.

Enfin, la matière peut céder brutalement sous les charges qu'elle subit par l'initiation et la propagation de fissures dans le matériau. Ce type de déformation est souvent très rapide et discontinu. Ces trois types de déformations peuvent intervenir simultanément ou séparément dans un processus d'abrasion.

Ce chapitre a pour objectif de rappeler comment ces comportements sont étudiés lors d'un test scléromètrique. Nous introduirons en particulier la notion de dureté de rayage ou dureté dynamique pour les comportements plastiques et la notion d'énergie spécifique d'abrasion pour caractériser la résistance à l'usure des matériaux. Quelques modèles en plasticité ont également été développés dans la littérature, reprenant des théories élaborées pour l'indentation, dans le but de modéliser les écoulements plastiques de la matière devant l'indenteur.

Par ailleurs, différents modes de fracturation ont été modélisés et analysés dans le cas d'un contact soumis à un chargement normal et tangentiel à la surface du matériau. Nous verrons comment ces modèles vont nous aider à caractériser le comportement des céramiques à base d'alumine lors d'un test sclérometrique, en tenant compte des propriétés microstructurales et physico-chimiques de ces matériaux.

# B. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX À L'ABRASION

L'usure abrasive intervient lorsque qu'un matériau subit des déformations et/ou un enlèvement de matière par l'action de particules dures sur sa surface. Ces particules peuvent être les aspérités d'une surface antagoniste rugueuse, ou des particules dures emprisonnées entre deux surfaces glissant l'une contre l'autre, *(Suh (1973) [1])*. En général, la plupart des processus d'usure génèrent des conditions d'usure abrasive dès que des particules se détachent des surfaces.

La résistance à l'abrasion des matériaux peut être étudiée par différentes techniques. Les tests les plus utilisés à l'heure actuelle consistent à reproduire les conditions abrasives proches de la réalité par frottement de papiers abrasifs ou d'injection de poudre abrasive dans le contact de deux solides en mouvement relatif. Ces tests sont très utilisés dans la normalisation de la qualité des produits vis à vis de l'usure. La définition exacte de ces tests serait trop longue à décrire ici car des configurations spécifiques ont été développées pour chaque type de produit.

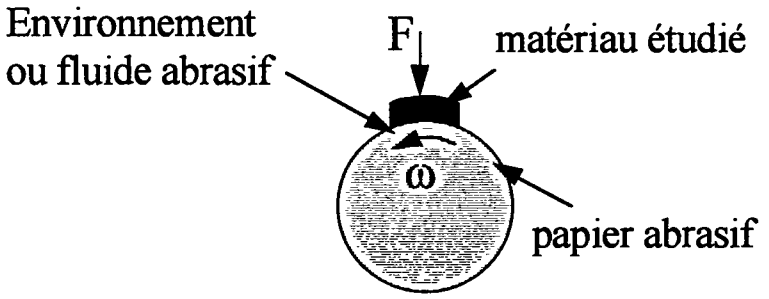



*Figure I. 1 : Schématisation des tests d'abrasion standardisés pour de nombreux produits*

En laboratoire, l'abrasion est également analysée à l'aide de tests tribologiques dans lesquels un outil de forme généralement hémisphérique frotte sur un disque en rotation (figure I.2). Ceci permet d'estimer l'importance de la trace d'usure et la valeur du coefficient de frottement. Ces techniques offrent les avantages de simuler apparemment la réalité et d'être faciles à interpréter et à utiliser pour comparer les propriétés de plusieurs matériaux. Elles permettent également d'observer le comportement du matériau au cours du temps afin d'estimer sa durée de vie. L'établissement de cartes de mécanismes d'usure, *(Akagaki et coll. (1989) [2], Lim et coll. (1992) [3 et 4])*, permet de visualiser l'évolution de ces comportements.

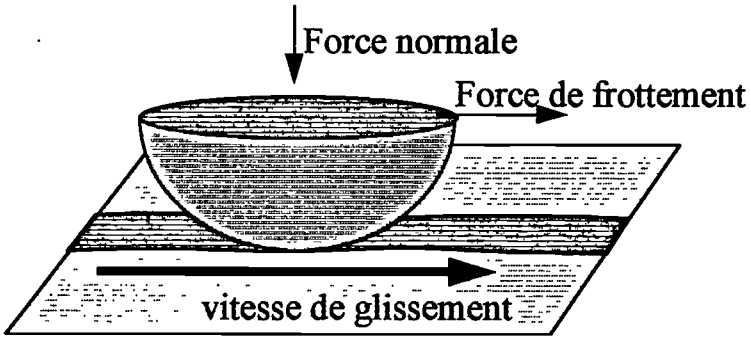



*Figure I. 2 : Illustration du principe d'un test tribologique du type bille-plan pour analyser le frottement des matériaux*

Cependant, la compréhension des phénomènes d'usure est difficile à maîtriser, et l'extrapolation des résultats d'un type de test à l'autre est hasardeuse et donne même parfois des résultats contradictoires.

En s'intéressant alors aux mécanismes élémentaires d'endommagement lors d'un contact entre deux corps en mouvement, les tribologues utilisent de plus en plus la technique scléromètrique. Les méthodes couramment utilisées en scléromètrie sont souvent calquées sur celles des tests tribologiques précédents, mais cette technique se développe progressivement pour donner des informations plus riches sur les matériaux et leur comportement à l'abrasion.

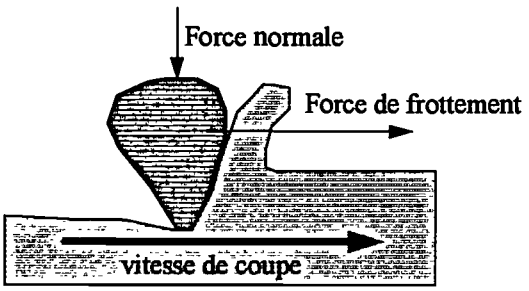



*Figure I. 3 : Illustration de la formation d'un copeau lors d'une sollicitation abrasive*

D'un point de vue général, le volume d'usure est proportionnel à la charge normale et à la distance ou la durée du frottement, et inversement proportionnel à la dureté et au module d'Young du matériau, *(Tabor et Powel 1956 [5])* . De nombreux auteurs ont tenté d'expliquer l'effet macroscopique de l'usure abrasive par l'identification et la compréhension des mécanismes d'abrasion microscopiques. Mais l'explication macroscopique du phénomène d'abrasion n'est pas encore clairement connue car de nombreux paramètres gèrent l'intervention des micromécanismes ( hétérogénéité de phase et de composition, environnement et pollution de surface...).

Les mécanismes élémentaires d'usure abrasive consistent en deux principaux modes d'enlèvement de matière *(Suh et coll. (1975) [6])* : la coupe de la surface par des particules dures ou des aspérités, et la délamination par déformation en sous couche. Dans ce dernier processus, la déformation de la surface par des particules dures initie et entraîne la propagation de fissures en

matière important. La domination d'un des deux modes dépend des propriétés rhéologiques des matériaux, *(Mathia et Lamy (1985) [7])*, ainsi que des caractéristiques géométriques et de la dureté des particules abrasives, *(Hokkirigawa et coll. (1988) [8], Zum Gahr (1982) [9])*.

En règle générale, plus le matériau est dur plus la délamination est importante. Cependant, la dureté n'est pas seule à contrôler ces phénomènes et nous étudierons plus loin les domaines de transition entre ces différents mécanismes, *(Mathia et Lamy (1985) [7])*.

Afin de structurer la présentation des différents comportements des matériaux à l'usure abrasive, nous étudierons tout d'abord le comportement des matériaux ductiles (pour la plupart, des métaux et des polymères), puis nous analyserons l'intervention des mécanismes de fracturation dans la résistance à l'usure des matériaux fragiles comme les céramiques.

## B.1. COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX DUCTILES

Des tests d'usure abrasive ont montré que la résistance à l'usure des métaux, qui est souvent exprimée par l'inverse du volume usé, augmente linéairement avec la dureté *(Krushov 1957[10])* et le module d'Young *(Spurr et Newcomb 1957 [11])*. Ces résultats ont été confirmés et précisés depuis par de nombreux auteurs *[12-17]*. Des essais de rayures avec des indenteurs sphériques ont permis d'obtenir une relation semblable entre la réponse des métaux et leur propriétés mécaniques *(Tabor et Powell 1965 [5])*. Les paramètres alors considérés par les auteurs étaient la charge normale appliquée par l'indenteur sur le matériau, et la largeur de la rayure.

*Krushov 1956 [12]* proposa une relation pour relier l'usure aux conditions expérimentales d'usure : $\frac{dVol}{dl} = \frac{F_N \tan\theta}{\pi H}$ où $\frac{dVol}{dl}$ représente l'usure par unité de longueur de rayage.

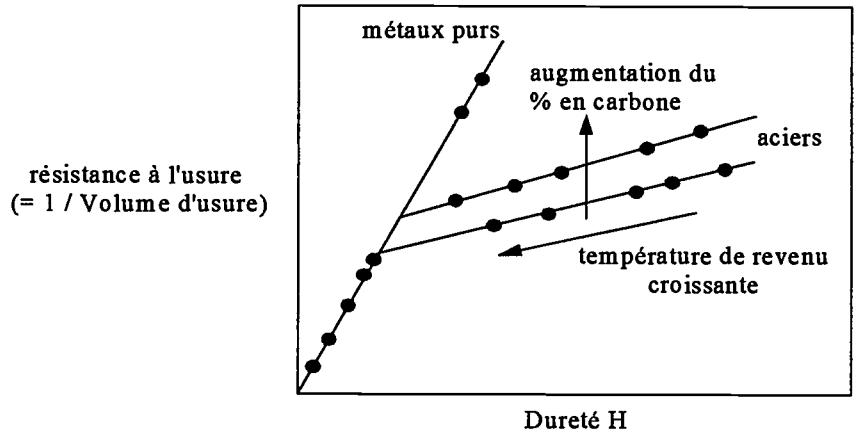



*Figure I. 4 : Représentation schématique des résultats de Krushov et coll. (1956) [12] concernant l'évolution entre la résistance à l'usure, qui est l'inverse du volume d'usure, avec la dureté des métaux.*

Cependant cette relation n'est pas toujours exactement vérifiée et *Larsen Badse (1966) [18]* l'a corrigée en introduisant notamment une relation avec la micro-dureté superficielle et la température de revenu des métaux. *Mutton et coll. (1978) [19]* trouvent d'autres relations pour des métaux dans lesquels interviennent les pourcentages de phases dures et les traitements thermiques. *Xu et coll. (1991) [20]* observent une linéarité entre la résistance à l'usure et la dureté, en fonction du pourcentage de carbone dans les aciers.

*Lancaster (1990) [21]* confirme l'augmentation de la résistance à l'usure avec la dureté, mais rappelle que des paramètres n'influençant pas forcément la dureté peuvent contrôler le comportement tribologique de tous les types de matériaux soumis à des sollicitations abrasives.

Le développement des lois d'usure s'appuie d'ailleurs sur l'écriture du coefficient d'usure K qui intervient dans la célèbre équation d'Archard écrite pour les métaux :

$$\frac{dVol}{dl} = \frac{KF_N}{H}.$$

*Lancaster (1990) [21]* insère dans cette équation le produit s.e où s correspond à la contrainte à la rupture, et e à la déformation à la rupture. Ce produit intervenant au dénominateur de cette dernière équation. Celle-ci se présente sous la forme suivante, valable pour les polymères :

$$\frac{dVol}{dl} \propto \frac{1}{H} \mu F_N \frac{1}{s.e}.$$

Une équation modèle pour l'usure abrasive est donnée par le volume d'usure, pour le mode de coupe *(Kato et coll. (1986) [22])* :

$$Vol = \alpha_c \beta_c \frac{F_N L}{H_v} \frac{1}{C}$$

où C est un facteur géométrique, $\beta c$ la fraction de points de contact lorsque le mode de coupe apparaît, et $\alpha_c$ le degré d'usure limite pour le mode de coupe.

Pour conclure sur les équations d'usure, nous pouvons constater que de nombreux modèles numériques ont été établis pour décrire la résistance à l'usure des matériaux, mais ceux-ci ne peuvent servir que de tendances pour des cas particuliers de matériaux et d'usage, et ne peuvent pas être directement appliqués à d'autres configurations géométriques.

Chacune des études qui sont présentées dans la littérature sont intéressantes, mais il serait utile pour la communauté scientifique internationale que tous les tests d'abrasion de types scléromètriques soient normalisés afin d'harmoniser les résultats sur tous les matériaux. Nous verrons dans les deuxième et troisième châpitres quelques éléments qui pourront aider à normaliser ce type de technique.

### B.1.a. Description des modes de déformation des matériaux ductiles

Afin de décrire plus précisément le comportement des matériaux soumis à une sollicitation abrasive, un certain nombre d'auteurs ont proposé des modèles pour expliquer les déformations des matériaux.

*Kato et coll. (1986) [22]* ont décrit trois modes de déformation des métaux lors du passage d'un indenteur hémisphérique.

- labourage (ploughing)
- formation de bourrelets (wedge forming ou pile-up en indentation)
- coupe (cutting)

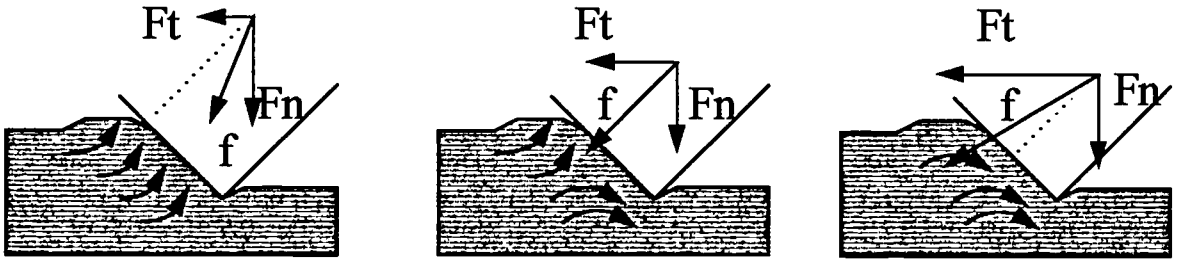



*Figure I. 5 : Morphologie de l'écoulement de la matière lors des trois modes d'abrasion (labourage, formation de bourrelets et coupe)*

L'effet de la dureté sur les transitions de ces différents modes de déformation est schématisé ci-dessous :

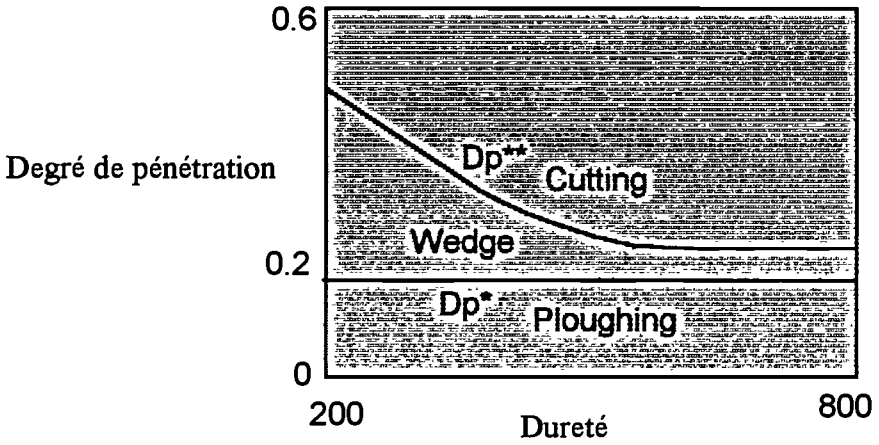



*Figure I. 6 : Carte de modes d'abrasion selon Kato* et coll. *(1986) [22], montrant l'évolution des paramètres Dp* et Dp** en fonction de la dureté.*

Dp* et Dp** sont respectivement les degrés de pénétration de transition entre le labourage et le mode de formation de bourrelets, puis entre la formation de bourrelets et le mode de coupe.

*Kato K. et coll. (1986) [22]* ont mis en évidence l'importance de l'angle d'attaque sur le mode d'abrasion et son impact sur le degré d'usure $\alpha$ défini par $\alpha = (A_T - A_B)/A_T$ (Kato 1988) (Figure I.7).

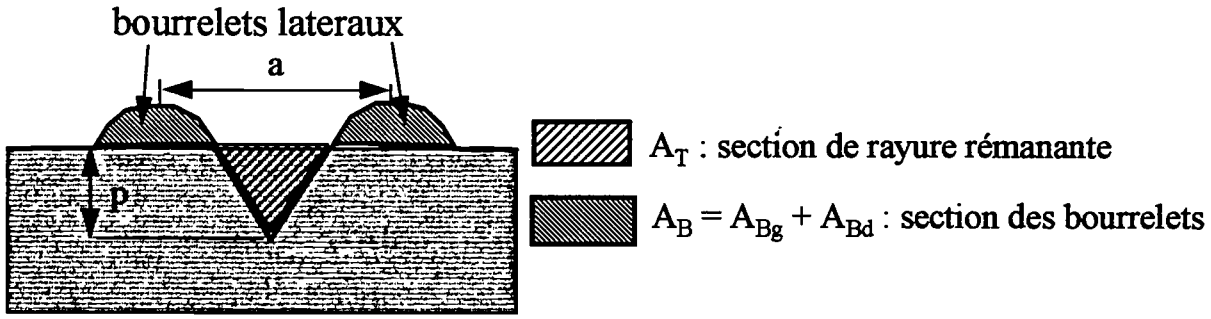



*Figure I. 7: Définition des aires caractéristiques d'une rayure dans sa section transversale.*

*Hokkirigawa et coll. (1988) [8]* définissent le degré de pénétration par Dp = h/r où h est la profondeur de pénétration et r la demi largeur du contact. θ est appelé angle d'attaque pour des indenteurs coniques ou tranchants (Vickers ou Berkovich) et correspond à l'angle de contact d'un indenteur hémisphérique au niveau de la surface. On a alors sinθ= r/R, où R est le rayon de courbure de l'indenteur (voir figure I.8). *Kato et coll. (1986) [22]* trouve une expression de Dp en considérant que la pression de contact est égale à la dureté, pour un indenteur hémisphérique de rayon de courbure R :

$$D_p = R\left(\frac{\pi H_v}{2F_N}\right)^{1/2} - \left(\frac{\pi H_v R^2}{2F_N} - 1\right)^{1/2}$$

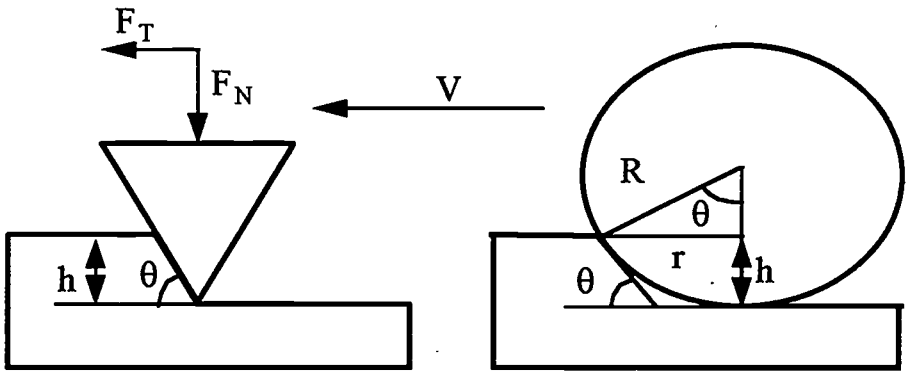



*Figure I. 8 : Définition des paramètres géométriques du contact d'une surface plane et d'un indenteur conique et hémisphérique.*

### B.1.b. Modélisations rhéologiques du comportement scléromètrique des matériaux.

Des études ont été menées pour développer des modèles qui, d'une part explicitent par des considérations rhéologiques l'origine de l'énergie dissipée pendant le rayage abrasif, et d'autre part décrivent la morphologie des écoulements de matière et des rayures.

D'un point de vue énergétique, le travail de frottement d'un contact abrasif est essentiellement dû à la déformation plastique, et l'énergie de création de surface est négligeable.

Aussi, l'énergie de déformation de matière dans le sillon peut s'écrire d'après *Moore et coll. (1976) [23]* :

$E_A = V\int_{\varepsilon(D=h)}^{\varepsilon(D=0)} \sigma d\varepsilon = V\sigma_{D=0}\left(\varepsilon_{D=0} - \varepsilon_{D=h}\right)$ pour de petites profondeurs de pénétration h,

et l'énergie de déformation de matière sous le sillon est (d'après le même auteur) :

$$E_B = 2h\tan(\theta)\int_{D=0}^{D\,\lim}\left[\int_{\varepsilon=\varepsilon_D}^{\varepsilon=\varepsilon_{D-h}} \sigma d\varepsilon\right]dD .$$

*Moore et coll. (1976) [23]* calculent ces énergies de déformation à l'aide du taux de déformation en sous couche des matériaux qu'ils estiment sur une épaisseur $D_{lim} = 10$ h et présentent ces résultats pour $\theta = \pi / 4$. Cette approche a pour objectif d'estimer l'énergie d'abrasion d'une surface soumise au frottement d'un papier abrasif. Cette technique semble intéressante mais reste d'une mise en oeuvre laborieuse pour l'étude d'un matériau. De plus, sa validité risque de dépendre sensiblement du type de matériau étudié.

Par ailleurs, les efforts exercés sur l'indenteur sont souvent estimés à partir des modèles rhéologiques de plasticité, basés sur la dureté et la contrainte de cisaillement du matériau en fonction des conditions de rayage. Ces méthodes supposent que la pression normale de contact $\sigma$ soit uniforme et que le frottement soit égal à la contrainte de cisaillement $\tau_S$ sur toute la surface de contact. On obtient ainsi $F_N = \sigma.S_N + \tau_S.S_T$ et $F_T = \sigma.S_T + \tau_S.S_N$

Pour relier le frottement interfacial à la contrainte de cisaillement du matériau $\tau_{mS}$, *Stiharu et coll. (1994) [24]* introduisent le rapport $\lambda_\tau = \tau_S / \tau_{mS}$, variant de zéro pour un contact parfaitement lubrifié à 1 pour un glissement nul.

Pour un cône d'angle au sommet $2\theta$, *Stiharu et coll. (1994) [24]* obtiennentt ainsi : $F_N = \frac{\pi p h^2 \tan\theta}{2}$ et $F_T = h^2\tan\theta\left(p + \frac{\tau_S}{\cos\theta}\right)$, mais considèrent que la matière s'écoule horizontalement autour de l'indenteur. Ceci paraît incompatible avec la présence de bourrelets autour des rayures, de plus Fn ne dépend que de $\sigma$, alors que le frottement interfacial modifie les énergies de rayage dans toutes les directions. Il faudrait donc effectuer ces calculs en considérant un écoulement oblique de la matière en frottement sur l'indenteur (voir troisième chapitre).

*Maan et coll. (1977) [25]* ont résumé les calculs des coefficients de frottement, énergie spécifique et dureté dynamique pour trois géométries d'indenteurs.

Pour une sphère de rayon R, rayant à une profondeur h petite devant R, ils obtiennent le coefficient de frottement :

$$f = \frac{\frac{8}{3\pi}\arcsin\sqrt{\frac{h}{2R}} + \mu}{1 - \mu\left(\frac{8}{3\pi}\right)\arcsin\sqrt{\frac{h}{2R}}},$$

la pression normale de rayage s'écrit alors :

$$P_N = \frac{F_N}{S_N} = \sigma\left\{1 - 0.86\mu\sqrt{\frac{h}{2R}}\right\},$$

et la pression tangentielle de rayage :

$$P_T = \frac{F_T}{S_T} = \sigma\left\{1 + 1.16\mu\sqrt{\frac{2R}{h}}\right\}$$

Des expériences ont montré que l'allure générale de ces modèles était bonne, mais la signification des paramètres présentés par les auteurs est discutable. La définition de la surface de contact et ses projections normale et tangentielle $S_N$ et $S_T$ s'appuient en effet généralement sur la profondeur estimée de pénétration de l'indenteur sous la surface initiale de l'échantillon. Cette définition est bonne pour des matériaux parfaitement plastiques, mais pour la plupart des matériaux (métaux et polymères en particulier), les déformations élastiques viennent perturber l'estimation de la surface de contact comme nous le verrons dans le troisième chapitre.

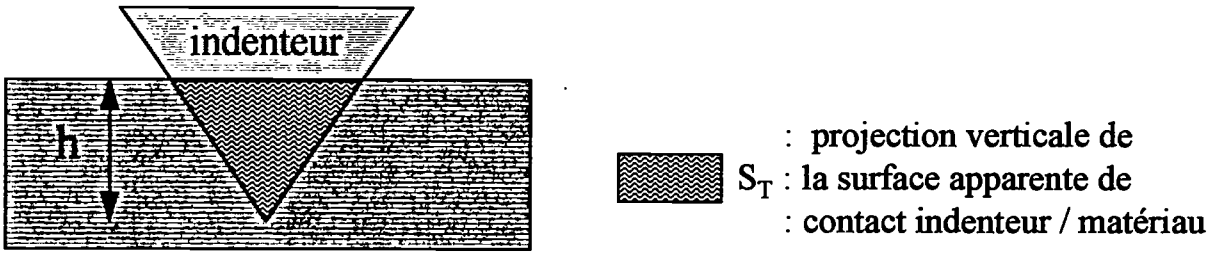



*Figure I. 9 : Définition de la surface tangentielle de contact entre l'indenteur et le matériau à partir de la profondeur de rayage : $S_T = tan65.tan60.h^2 = 3.714.h^2$ pour une face de l' indenteur Berkovich. De même, la projection horizontale de la surface de contact est $S_N = (tan65)^2.tan60.h^2 = 7.966.h^2$.*

*Kato et coll. (1986) [22]* étudient l'influence de la force de cisaillement dans l'interface du contact, en introduisant des relations entre cette force de cisaillement $\lambda$, l'angle de l'aspérité $\theta$ et le coefficient de frottement $\mu$, donnés par *Challen et coll. (1979) [26]* :

pour le mode de coupe :

$$\mu = \tan\left(\theta - \frac{\pi}{4} + \frac{1}{2}\cos^{-1}\lambda\right)$$

pour le mode de formation d'un coin frontal

$$\mu = \frac{\left(1 - 2\sin\beta + (1-\lambda^2)^{1/2}\right)\sin\theta + \lambda\cos\theta}{\left(1 - 2\sin\beta + (1-\lambda^2)^{1/2}\right)\cos\theta - \lambda\sin\theta}$$

pour le mode de labourage

$$\mu = \frac{A\sin\theta + \cos\left(\cos^{-1}\lambda - \theta\right)}{A\cos\theta + \sin\left(\cos^{-1}\lambda - \theta\right)}$$

avec $A = 1 + \frac{\pi}{2} + \cos^{-1}\lambda - 2\theta - 2\sin^{-1}\frac{\sin\theta}{(1-\lambda)^{1/2}}$

L'estimation des forces $F_N$ et $F_T$, pour différentes formes d'indenteurs, établie par *Hisakado (1970) [27]*, paraît très intéressante pour distinguer les énergies perdues par déformation plastique et par frottement à l'interface, mais considère elle aussi un écoulement horizontal et uniforme de la matière.

Or, le cisaillement n'intervient pas toujours à l'interface et n'est pas toujours uniforme (*Briscoe et coll. (1993) [28]*). De nombreuses expériences montrent en effet une importance particulière de la pointe près de laquelle la pression moyenne de contact semble être plus importante qu'ailleurs, autrement dit, un effet d'échelle, décrit également par les auteurs précédemment cités, semble intervenir lors du rayage.

*Briscoe et coll. (1993) [28]* tentent de distinguer la composante adhésive de la composante de labourage dans la force tangentielle de rayage. Ces auteurs considèrent que la composante de labourage est égale à $\frac{2F_N}{\pi}\cot\theta$ pour un cône de demi angle au sommet θ.

De plus, ayant observé un phénomène d'adhésion du matériau sur l'indenteur, ils ont estimé la force de rayage en considérant une zone de frottement interfacial contre l'indenteur et une zone de cisaillement dans le matériau.

$$F = F_P + F_A = \frac{2F_N}{\pi}\cot\theta + \frac{h_S^2}{4h^2}\tau * d^2\sin k\pi\left[1 - \cos ec\theta\left\{\frac{1-\cos k\pi}{\sin k\pi}\right\}\right]$$

Les résultats expérimentaux ne contredisant pas la modélisation, ce type d'analyse constitue une approche intéressante vis à vis de la mécanique du contact en sclérométrie, qui considère désormais une répartition non uniforme des pressions à l'interface.

La théorie basée sur des lignes de glissement a été développé pour l'indentation normale, afin de mieux modéliser l'écoulement de la matière devant le pénétrateur. Certains auteurs ont tenté de l'appliquer au rayage, mais ces lignes de glissement étant manipulées dans le plan, ces modèles ne tiennent pas compte du comportement tridimensionnel du matériau lors d'un rayage.

*Challen et coll. (1979) [26]* ont proposé un champ de lignes de glissement et un hodographe qui modélisent l'interaction d'aspérités lorsqu'une surface dure frotte contre une surface plus tendre.

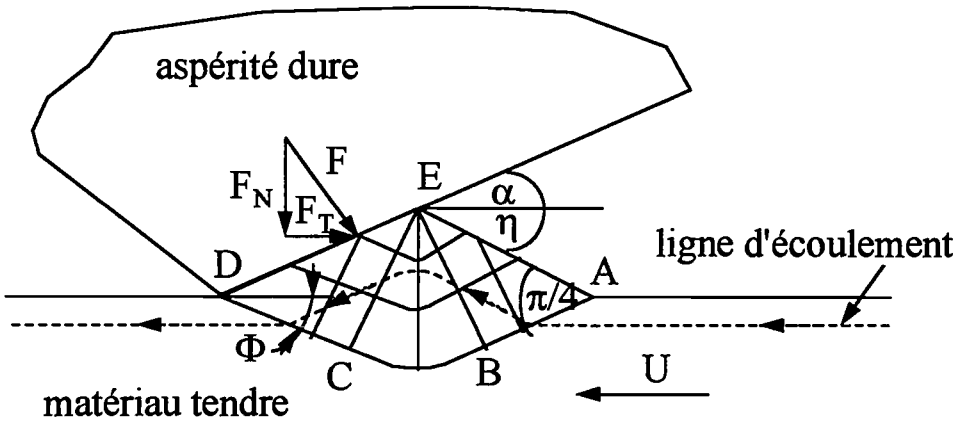



*Figure I. 10 : Lignes de glissement déssinées par Challen et coll. (1979) [21] pour l'écoulement d'un matériau parfaitement plastique devant une particule abrasive*

*Kayaba et coll. (1983)[29]* ont défini trois modèles de lignes de glissement dépendant de l'angle d'attaque de l'indenteur, et se distinguant par le caractère discontinu du champ de ligne de glissement sous la surface abrasée et dans l'aspérité abrasive.

En considérant le comportement d'un copeau devant l'indenteur, *Komvopoulos et coll. (1986) [30]* développent un modèle basé sur la théorie des lignes de glissement comprenant une zone "morte" restant collée aux abords de la pointe de l'indenteur comme l'ont observé plusieurs auteurs travaillant sur l'usinage des métaux, et rappelant le phénomène d'adhésion observé par *Briscoe (1993) [28]*.

L'intérêt de ces modèles de lignes de glissement est d'être plus proche de la réalité en ce qui concerne la déformation en masse du matériau. Cependant, les intéractions à l'interface indenteur / matière restent très difficiles à décrire. Cette interface est visiblement l'élément le plus difficile à modéliser, et chaque cas de matériau, de géométrie, de lubrification et de rugosité des surfaces devra être traité différemment. De plus ce type de modélisation s'appuie sur des considérations bidimensionnelles, et ce dernier point est sans doute la principale limitation de cette modélisation.

La modélisation des écoulements tridimensionnels n'est pas encore maîtrisée, mais le développement des codes de calculs par éléments finis permettra sans doute d'effectuer les calculs importants qu'elle semble nécessiter.

Aussi, l'expérimentation restera vraisemblablement le seul élément de validation de ces modèles et là encore tous les problèmes ne sont pas résolus.

### *B.1.b.i. Notion de dureté dynamique ou dureté de rayage*

La notion de dureté est née, grâce à Réaumur en 1822, avec la définition suivante : "la dureté d'un corps est la propriété qu'il possède d'en rayer un autre et de ne pas être rayé par lui". L'idée a été reprise par les minéralogistes et parmi eux, Mohs proposa une échelle contenant dix matériaux (par ordre croissant de dureté : 1.Talc, 2.Gypse, 3.Calcite, 4.Fluorite, 5.Apatite, 6.Feldspath, 7.Quartz, 8.Topaze, 9.Corindon, 10.Diamant). Cette échelle de dureté a été reliée à la dureté statique des matériaux par *Atkins A.G. et Tabor D. (1965) [31].*

La mesure de cette dureté par une méthode de rayage a été établie pour la première fois par Turner ou Martens *(Tabor (1956) [32])*. La première mesure de dureté de rayage relativement fiable a été proposée par Bierbaum en 1930. Le nombre de dureté est alors défini par $H = \frac{10^4}{a^2}$, a étant la largeur de la rayure réalisée avec une charge de 3 grammes pour les métaux tendres et 9 grammes pour les métaux durs.

La notion de dureté est donc relative à la force normale appliquée sur le pénétrateur, et à l'importance de la déformation rémanente du matériau. Tabor proposa alors la définition plus large $H_S = \frac{F_N}{a_2}$, afin de relier l'énergie dépensée dans le processus d'usure et de déformation à l'usure effective subie par le matériau.

Ensuite différents auteurs ont tenté de trouver des définitions équivalentes pour différentes formes d'indenteurs *(De Mello, Mathia et al. (1986) [33] et Briscoe et al. (1985) [34])*, et ainsi se rapprocher de la définition de la dureté statique mesurée en indentation définie par $H = \frac{F_{max}}{S_N}$ où $F_{max}$ est la force maximale d'indentation et $S_N$ la projection horizontale de la surface de l'empreinte laissée par l'indentation à la surface du matériau.

C'est ainsi que certains auteurs estiment la dureté de rayage par la pression normale *(Maan et coll. (1977) [25])*, à partir de la profondeur de rayage : $H_S = \frac{F_N}{S_N}$.

Les travaux de *Gilormini et coll. (1983) [35]* basés sur le modèle développé par *Challen et coll. (1979) [26]*, mènent à la définition de la dureté suivante :

$H_S{}^* = \frac{F_N}{h^2 \tan^2 \alpha \left(1 + {h_b}/{h}\right)}$ pour un cône de demi angle au sommet $\alpha$,

où $h_b$ est la hauteur des bourrelets latéraux. Une estimation de la dureté

statique à partir d'un test de rayage a été proposée en considérant la hauteur $h_{bf}$ du bourrelet frontal par *De Vathaire et coll. (1981) [36]* :

$$H_C = \frac{F_N}{h\tan^2\alpha(1+\frac{h_b}{h})(h+h_{bf})}$$ il en déduit $h_{bf} = h^2.(H_S / h_b - h)$.

Cependant cette analyse est basée sur un modèle parfaitement plastique, appliqué à des matériaux élasto-plastiques dont la composante élastique est loin d'être négligeable, notamment en comparant la forme et la taille de la rayure par rapport à la profondeur de rayage (voir chapitre III).

*De Mello, Mathia et coll. (1986) [33]* , considérant que le retour élastique de la matière était négligeable, proposent la définition suivante :

$H_S = 0.7\frac{F_N}{a^2}$ qu'ils calculent à partir de la mesure de la largeur de la rayure a. Cette définition reprend la notion de dureté de rayage introduite précédemment et est reprise également par *Tabor (1970) [37]* sous la forme générale : $H_S = C\frac{F_N}{a^2}$ où C est un facteur géométrique tel que $H_S = \frac{F_N}{S_N}$.

| | | |
|---|---|---|
| *Gilormini et coll. (1981) [35]* | $H_S^* = \frac{F_N}{h^2\tan^2\theta\left(1+h_b/h\right)}$ | pour un cône d'angle θ rayant à une profondeur h |
| *Maan (1977) et coll.[25]* | $H_S = \frac{F_N}{S_N} = \sigma\left\{1-0.86\mu\sqrt{\frac{h}{2R}}\right\}$ | n'est pas relative à la déformation réelle du matériau où σ est la pression hydrostatique d'écoulement. |
| *De Mello, Mathia et coll. (1986) [33]* | $H_S = 0.7\frac{F_N}{a^2}$ | avec un indenteur Berkovich |
| *Briscoe B. et coll. (1993) [28]* | $H_S = \frac{8F_N}{\pi a^2}$ | les rayures sont effectuées à l'aide d'un disque roulant sur sa périphérie affûtée avec un angle de 60°. |

*Tableau 1. : Différentes définitions de dureté basées sur différents paramètres des rayures : nous verrons dans le châpitre III les variations que ces définitions entraînent pour différents comportements élasto-plastiques des matériaux ductiles.*

L'équivalence entre les formules obtenues pour un indenteur conique de demi angle au sommet θ et un indenteur pyramidal à base carrée d'angle $\theta_p$ peut être obtenue grâce à *De Vathaire et coll. (1981) [36]* :

$$\theta_p = \tan^{-1}\left\{\left(\frac{\pi}{2}\right)^{1/2}\tan\theta\right\}$$

Comme nous pouvons le voir, les variations entre ces définitions sont essentiellement dues à la définition de la surface de contact, qui dépend du comportement du matériau devant l'indenteur ; formation de bourrelets qui augmente la surface de contact ou déformations élastiques qui réduisent cette surface de contact.

Etrangement, la quantification de ces déformations élastiques autour de l'indenteur n'ont pas été beaucoup étudiées, à part quelques travaux qui tracent la profondeur rémanante de la rayure en fonction de la pénétration réelle de l'indenteur sous la surface initiale de l'échantillon pendant la réalisation de cette rayure, et les travaux importants effectués en indentation instrumentée.

### *B.1.b.ii.Notion d'énergie spécifique d'abrasion*

La notion d'énergie spécifique d'abrasion a été introduite dans le but d'estimer l'énergie consommée lors du processus de rectification. Les méthodes de calcul de cette énergie en sclérométrie s'apparentent à celles utilisées pour estimer la dureté de rayage, et les problèmes de définition et de mesure sont similaires.

D'un point de vue général, en sclérométrie, l'énergie spécifique d'abrasion est définie par l'énergie dépensée pendant un processus d'abrasion rapportée à l'usure réelle que ce processus a engendré, caractérisée par son volume Vol sur une distance de rayage L soit :

$$E_S = \frac{F_T L}{Vol}$$

Certains auteurs remplacent le quotient Vol/L par la projection verticale de la surface de contact St *(Maan et coll. (1977) [25])*. Ces deux définitions sont différentes en raison du retour élastique de la matière après le passage de l'indenteur qui intervient pour la plupart des matériaux.

D'autres auteurs s'intéressent à d'autres paramètres qui se rapprochent de l'équation d'Archard pour décrire la résistance à l'usure d'un matériau. *Suh (1973) [1]* désigne le coefficient d'usure K à partir d'une analyse générale de l'usure : $K = \frac{Vol}{L}\frac{3H}{F_N}$

*Sorokin et coll. (1991) [38]* considèrent le taux d'abrasion spécifique $J_h^* = \frac{V}{L}H^{0,5}$, et observent que ce taux reste constant pour des matériaux de dureté variée et tentent de trouver une relation linéaire entre ce taux et la dureté. Que dire de cette contradiction entre leurs résultats et les lois bien établies d'usure des métaux qui lient linéairement le volume d'usure à la dureté !

## B.2. CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX FRAGILES EN SURFACE

La littérature concernant les mécanismes de fracturation est beaucoup moins riche que celle qui traite des métaux et des comportements plastiques. Cette littérature est composée de deux types d'études. La première s'intéresse à des matériaux possédant les deux comportements, plastique et fragile, comme les métaux et les polymères, et la seconde décrit exclusivement des mécanismes fragiles, en s'intéressant principalement aux matériaux céramiques.

L'intervention des mécanismes ductiles et fragiles dépend des propriétés des matériaux et des sollicitations qu'ils subissent. La dureté semble être un facteur très important, cependant c'est le rapport $\frac{H}{K_C}$, appelé index de fragilité par *Mathia et Lamy (1986) [7]*, qui est présenté comme le paramètre caratéristique de la transition entre le comportement plastique et l'apparition des mécanismes fragiles.

D'autre part, comme pour les transitions de comportement entre les modes de coupe, de labourage et de formation de bourrelets, la sévérité des contacts constitue une échelle de classement des modes d'usure. *Coulon et Lenne (1981) [39]*, en étudiant les polymères pour l'optique, et *Gilroy et Hirst (1969) [40]* pour le verre, ont proposé une résistance à la rupture pour le rayage, déterminée par la charge critique à laquelle apparaissent des écailles avec un indenteur conique. En retrouvant les mêmes résultats que *Lawn et coll. (1977 et 1979) [41 et 42]* et *Hagan (1979) [43]* pour l'indentation, *Broese Van Groenou (1977) [44]* remarquent que la charge critique de fracturation en rayage dépend de la dureté et de la ténacité du matériau. *Barquins et coll. (1973) [45]* ont trouvé également une charge critique pour la fracturation du silicium.

La charge critique de fracturation en indentation normale s'écrit ainsi :

$P_C = \lambda K_C \left|\frac{K_C}{H}\right|^3$, correspondant à une dimension de fracture minimum :

$c = \mu \left|\frac{K_C}{H}\right|^2$. Lors d'une étude sur du carbure de titane, *Powell et Tabor (1979) [46]* ont observé une influence du coefficient de frottement interfacial sur la charge critique, avec un indenteur sphérique.

*Lamy et coll. (1982) [47]* ont montré une transition ductile / fragile du comportement en fonction de la vitesse de rayage sur des polymères. *De Mello et coll. (1986) [33]* ont proposé une expression pour la dureté et la ténacité dynamique par rayage :

$H_S = 0{,}7\frac{F_N}{a^2}$ et $K_C = \sqrt{8.10^{-3} cH^2}$ en reprenant les résultats obtenus pour l'indentation par *Lawn et coll. (1979) [42]* et *Evans et coll. (1976) [48]*.

Une autre façon de décrire les transitions entre les mécanismes ductiles et fragiles est de tracer des cartes d'usure *(Wang et coll. (1989 et 1995) [49 et 50], Hsu et coll. (1989) [51 et 52])*, dont les axes représentent soit les propriétés des matériaux, soit les caractéristiques des sollicitations (vitesse de frottement, pression normale...).

*Kim et coll. (1994) [53]* proposent un nouveau paramètre pour caractériser l'usure des céramiques :

$S_{cf} = \frac{\sigma\sqrt{(1+\mu^2)c}}{K_{IC}}$, et le taux d'usure s'écrit $W_S = \alpha\left(S_{cf}\right)^{\beta}$ où σ est la pression moyenne dans le contact entre l'indenteur sphérique et le plan de la surface.

Afin de comprendre plus en détails les mécanismes fragiles lors d'un processus d'abrasion, il est très intéressant d'analyser ces mécanismes lors d'une indentation normale.

### B.2.a. Analyse des phénomènes de fracturation dans le cas d'une indentation normale

Différents types de fractures peuvent apparaître lors d'une indentation normale.

Dans le cas d'une indentation avec un poinçon plan ou sphérique, on peut observer des "fractures de Hertz" qui s'étendent suivant un cône ouvert vers le bas. L'angle de ce cône dépend des caractéristiques du matériau et de la distribution des contraintes dans le matériau. Ces fissures suivent en effet les surfaces d'isocontraintes principales $\sigma_2$ - $\sigma_3$.

Avec des indenteurs pointus, on peut également voir apparaître des fissures se propageant, à partir de la zone de contact en surface, dans un plan vertical et débouchant en surface. Ces fissures sont souvent circulaires et suivent les courbes d'isocontraintes principales $\sigma_1$. Nous reconnaissons ici l'importance des distributions de contraintes dans l'étude des manifestations fragiles des matériaux soumis à des contacts statiques ou glissants.

*Lawn et coll. (1977) [41]* ont développé un modèle décrivant l'initiation des fractures latérales dans le cas d'une indentation normale par un indenteur pointu. Une fracture médiane s'ouvre pendant le chargement, puis, lors de la décharge, la fracture médiane se referme et, par l'apparition d'une zone de traction autour de la zone déformée plastiquement, des fractures latérales horizontales s'initient et remontent, vers la fin de la décharge, pour déboucher

en surface. Ces fractures libèrent alors des écailles en surface. Alors que la fracture médiane ne se détecte que par une analyse en coupe du matériau, ces dernières fractures révèlent directement un phénomène d'usure.

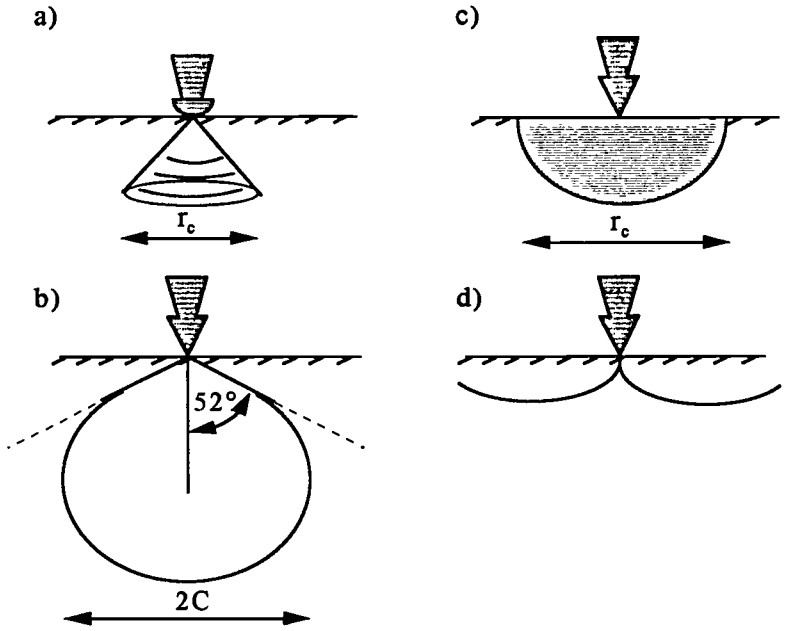



*Figure I. 11: Formes géométriques générales des fractures (a) côniques, (b) circulaires, (c) demi-circulaires, et (d) latérales, d'après Ogilvy et coll. (1977) [54].*

De nombreux auteurs ont tenté de déterminer les charges critiques d'initiation de ces fractures, puis en établir les facteurs d'intensité de contrainte, leurs vitesses de propagation, et les énergies mises en jeu lors de leur avancement. *Frank et coll. (1967) [55]* ont proposé une théorie des fractures Hertziennes basées sur l'équilibre énergétique (critère de Griffith), et les calculs de mécanique du contact initiés par Hertz et Huber.

### B.2.b. Analyse des fractures intervenant lors d'un contact glissant

Les fractures latérales, initiées dans un contact glissant, provoquent des écailles dont la largeur est d'après *Hutchings (1992) [56]* :

$$c_e = \alpha_1 \frac{\left(E/H\right)^{3/5} F_N^{\,5/8}}{K_c^{\,1/2} H^{1/8}}$$

et la profondeur

$b_e = \alpha_2 \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \left(\frac{F_N}{H}\right)^{1/2}$ où $\alpha_1$ et $\alpha_2$ sont des constantes qui dépendent de la géométrie de l'indenteur.

La taille de ces écailles permet d'estimer le volume d'usure par écaillage, et en multipliant le nombre de rayures dans un contact abrasif, il est possible d'estimer le volume d'usure par fractures latérales dans un contact constitué de N aspérités :

$$Q = \alpha_3 N \frac{\left(E/H\right) F_N^{9/8}}{K_c^{1/2} H^{5/8}},$$

Une corrélation importante a en effet été observée sur des matériaux céramiques entre le volume d'usure lors d'un usinage abrasif impliquant des phénomènes de fractures latérales, et $H^{-5/8}K_c^{-1/2}$.

## B.3. ANALYSE GÉNÉRALE DES PROPRIÉTÉS DES CÉRAMIQUES A BASE D'ALUMINE

Les alumines polycristallines sont constituées de grains $Al_2O_3$ $\alpha$ assemblés les uns aux autres lors d'un processus de frittage (compression et chauffage). Lors de ce procédé, des additifs appropriés sont mélangés avec la poudre d'alumine pour permettre de créer des liaisons intergranulaires. Le comportement des céramiques est donc une superposition du comportement cristallin des grains et du comportement de l'ensemble des grains.

Nous nous intéresserons tout d'abord à l'étude des cristaux d'alumine, d'un point de vue structural, puis mécanique, physico-chimique, et enfin tribologique. Ensuite nous tenterons de comprendre le comportement d'un ensemble de grains soumis à une sollicitation massique ou surfacique et analyser l'influence de l'environnement sur ce comportement.

En effet, il est très important de bien comprendre la différence entre un monocristal et un polycristal fritté. Un monocristal est constitué exclusivement de la matière première du matériau, en l'occurrence l'$Al_2O_3$, alors qu'un matériau fritté comme l'alumine que nous étudions est constitué de grains liés par des interfaces dont la structure et la composition dépendent des additifs qui sont introduits avec l'$Al_2O_3$ lors du frittage. C'est pourquoi ces liaisons intergranulaires sont prépondérantes dans les mécanismes de déformation des alumines polycristallines.

### B.3.a. Mécanismes de déformation des céramiques

D'un point de vue cristallographique, il est intéressant de noter les différences qui existent entre les métaux et les céramiques concernant leurs mécanismes de déformation. En effet, dans les métaux, les liaisons interatomiques sont de type métallique alors qu'elles sont de type ionique (pour 60 %) et covalent (pour 40 %) dans les céramiques à base d'alumine. Ce type de liaison est également appelé liaison iono-covalente.

Les différences de comportement entre les métaux et les céramiques, dues à la différence de nature des interactions atomiques, sont bien connues. Par exemple, les métaux se déforment plastiquement alors que les céramiques sont réputées pour être fragiles en traction, même si leur résistance est grande, et donc se fracturent rapidement sans présenter de déformation plastique.

Contrairement aux métaux, les monocristaux d'alumine $Al_2O_3$ ne possèdent que deux systèmes de glissement, ce qui est insuffisant pour qu'ils puissent s'écouler plastiquement comme les métaux. Néanmoins, d'un point de vue cristallographique, les céramiques peuvent se déformer par montée des dislocations. C'est pourquoi il est très important d'analyser les mécanismes de fracturation des céramiques et de quantifier les domaines de déformation plastique et fragile.

Cependant, ces dernières années, des expériences ont révélé des endommagements de type plastique, comme pour les métaux. Les paramètres qui normalement influencent le comportement mécanique des métaux (dislocations, lacunes et structure cristalline) semblent intervenir également pour les céramiques. Les dislocations qui normalement limitent la mobilité dans les cristaux covalents, semblent ici beaucoup plus actives lors de la déformation.

Plus précisément, des observations expérimentales ont permis de détecter certains systèmes de glissement dans la structure du saphir *(Buckley (1967) [57])*. L'alumine monocristalline se déforme tout d'abord suivant les plans cristallographiques $(12\bar{1}0)$ et (0001) respectivement dans les directions $[10\bar{1}0]$ et $[11\bar{2}0]$. *Watchman et coll. (1954 et 1959) [58 et 59]* annoncent que l'alumine peut se déformer plastiquement dans le plan (0001) suivant la direction $[11\bar{2}0]$ au-dessus d'une température de 900°C. Elle se déforme également plastiquement dans le plan prismatique $(12\bar{1}0)$ suivant la direction $[10\bar{1}0]$ à 1800-2000°C. *Buckley (1967) [57]* affirme que ces déformations peuvent intervenir à température ambiante sous certaines sollicitations, et notamment en compression (*Janhamir et coll. (1992) [60]*).

Kronberg a ainsi interprété le comportement du saphir en utilisant les mécanismes de dislocations dans les métaux hexagonaux. Steijn confirme que le saphir se déforme plastiquement à température ambiante dans les systèmes de glissement basique et prismatique, donc par montée des dislocations et glissement des plans concernés.

Il apparaît ainsi, malgré les hypothèses cristallographiques et les observations générales, que certains auteurs ont pu identifier des preuves de déformations plastiques de l'alumine $\alpha$. Cependant, il semble que cette déformation plastique n'ait pas du tout les mêmes caractéristiques morphologiques d'écoulement que la déformation plastique bien connue en métallurgie. De plus, il semble que ces mécanismes n'interviennent que très peu dans les processus d'usure des céramiques d'alumine. Cependant, la mobilité des dislocations, si elles se manifestent, peut jouer un rôle relativement important dans la vitesse et l'énergie dissipée dans la propagation des fissures lors d'une sollicitation tribologique.

### B.3.b. Description des interfaces intergranulaires

Une phase vitreuse a été identifiée dans les joints des grains de la plupart des alumines commercialisées (*Dôgan et coll. (1995) [61]*). Cette phase dépend beaucoup des adjuvants utilisés pour l'opération de frittage. Aussi de petites variations de composition peuvent affecter les modes de fracturation du matériau à température ambiante : une forte proportion de CaO favorise des fractures intergranulaires, alors que des ajouts de MgO favorisent davantage les fractures intragranulaires.

*Ajayi et Ludema (1991) [62]* ont noté que les alumines contenant une phase vitreuse dans leur joints de grains résistaient mieux à un endommagement par fatigue que celles qui n'avaient presque pas d'interface aux joints de grains. Ils attribuent cette différence à la capacité de cette phase intergranulaire à se déformer plastiquement et donc à réduire les contraintes résiduelles aux joints de grains. Cette phase vitreuse peut également se cristalliser lors du refroidissement après le frittage, ou lors d'un séjour à haute température (supérieures à 1000°C). La nature et l'étendue de cette dévitrification dépend de la composition de la phase vitreuse et de la durée et de la température de l'exposition à haute température. Cette dévitrification peut changer considérablement les propriétés mécaniques et tribologiques des céramiques, bien qu'il n'y ait pas de preuves évidentes de l'influence de cette interface sur la résistance et la ténacité de ces matériaux.

Il faut toutefois garder à l'esprit l'influence de la taille des grains sur les mécanismes de fracturation. L'effet Hall-Petch, indique que la contrainte requise pour initier une fracture est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille des grains $\sigma_A \propto d^{-1/2}$.

*Hah et coll. (1995) [63]* ont trouvé une relation de Hall-Petch modifiée pour la dureté $Hv = 1662 + 284\ d^{-1/2}$ où d est en µm et Hv est une valeur absolue de dureté Vickers. Ils ont également montré qu'un dopage à l'Oxide d'Yttrium $Y_2O_3$ ne modifiait pas la dureté de l'alumine, mais augmentait sa ténacité.

### B.3.c. Caractérisation mécanique

La dureté des matériaux durs et fragiles comme les céramiques posent quelques problèmes en ce qui concerne l'interprétation et la signification des tests d'indentation réalisés pour mesurer ces paramètres. En effet, l'intervention des mécanismes fragiles lors des essais gène la caractérisation des propriétés plastiques et élastiques.

Par ailleurs, on sait que le mécanisme de déformation des céramiques le plus courant est la fracturation, et la quantification des paramètres caractéristiques des modes de fracturation est primordiale pour analyser et quantifier les processus d'usure en surface. La caractérisation la plus classique des céramiques est la mesure de la résilience et de la ténacité.

Différentes méthodes sont utilisées, mais les résultats sont assez dispersés en raison de la difficulté de créer des sollicitations reproductibles. Les essais les plus fiables pour mesurer la ténacité semblent être obtenus par une technique basée sur l'indentation d'un barreau. Une série d'indentations crée un défaut transverse linéaire, que l'on fait croître ensuite par un chargement approprié afin d'observer l'avance du défaut et d'en déterminer ses caractéristiques cinétiques et énergétiques.

### B.3.d. Interactions physico-chimiques

De nombreux auteurs ont réalisé des expériences mettant en évidence l'influence de l'environnement sur les propriétés mécaniques des céramiques à base d'alumine.

*Hines et coll. (1977) [64]* ont étudié l'usure de l'alumine possédant différentes tailles de grains et différentes porosités, dans l'air, l'eau distillée, dans un mélange eau huile, et dans du t-amyl alcool. L'usure sous le t-amyl alcool est dix fois plus importante que dans l'eau. *Westwood et coll. (1973) [65]* ont tenté de montrer que l'on pouvait améliorer l'usinabilité et la qualité des surfaces d'alumine par une action mécano-chimique en surface. Pour ces auteurs, les effets mécano-chimiques sur des cristaux non métalliques ne sont pas dus, comme le pensait Rebinder, à une réduction de la tension superficielle par adsorption, mais à l'effet de l'adsorption sur la mobilité des dislocations proches de la surface. Certains auteurs, comme *Latanision et coll. (1977) [66]*, l'ont même surnommé l'effet Westwood.

Au stade des connaissances actuelles, en se référant à *Macmillan et coll. (1973) [67]*, on sait qu'un environnement peut être actif sur le comportement d'une surface d'alumine si :

(1) les dislocations dans $Al_2O_3$ sont suffisamment mobiles à température ambiante pour engendrer une déformation plastique sous la surface jusqu'à une profondeur de 10 µm,

(2) les dislocations libres interviennent de façon significative dans la propagation des fissures à ces températures,

(3) la mobilité des dislocations proches de la surface peut être influencée par l'adsorption d'éléments actifs sur la surface.

La littérature suggère que deux au moins de ces conditions peuvent être réunies.

Par ailleurs il existe des preuves de la faible mobilité des dislocations dans $Al_2O_3$ à température ambiante. L'énergie de fracturation mesurée entre 6 et 40 $J/m^2$ est souvent plus grande que l'énergie de surface estimée à 1 $J/m^2$ par plusieurs méthodes. Ceci suggère que les fractures ne sont pas parfaitement fragiles. La forte dépendance entre l'énergie de fracturation et la température montre l'intervention des déformations plastiques dans la croissance des

fractures. En effet, les propriétés élastiques et la tension superficielle, n'évoluent pas aussi fortement avec la température que l'énergie de fracturation. De plus, des dislocations ont été détectées en grand nombre dans les surfaces fracturées, ou près des indentations ou des rayures sur différents plans cristallins d'$Al_2O_3$.

Par ailleurs, il a été prouvé que les propriétés électriques des surfaces de saphir peuvent être modifiées par l'adsorption de composés tensioactifs. Par exemple, l'adsorption d'oxygène peut augmenter la conductivité de surface de 100 à 1000 fois, et ce jusqu'à une profondeur de 10 µm.

Il apparaît donc possible que des changements de mobilité et de concentration de charges induits par adsorption puissent modifier la mobilité des dislocations en surface et ainsi faire varier la dureté de surface. *Jorgensen et coll. (1964) [68]* a en effet observé un rapport de dureté entre un essai dans l'air humide et dans le toluène qui va de $\frac{Hv_{hum}}{Hv_{toll}} = 0.8$ pour une charge de 25 g jusqu'à $\frac{Hv_{hum}}{Hv_{toll}} = 0.95$ pour 75 g. Pour des charges supérieures à 100 g, l'influence de ces environnements devient négligeable.

Westwood a examiné ensuite la résistance au rayage pendulaire dans une solution acqueuse de NaOH et de n~alcool. Notamment il a tenté de trouver une corrélation entre le potentiel zêta et la résistance à l'abrasion de la surface de l'alumine comme ceci avait déjà été observé pour le soda lime glass et le quartz. Pour cela, *Westwood et coll. (1973) [69]* a exprimé la "dureté pendulaire" par la relation :

$$H = \frac{t}{\left[2.303\left(\log A(0) - \log A(t)\right)\right]}$$ avec t = 300 s, et A(t) l'amplitude du pendule après le temps t.

Cette dureté caractérise ainsi l'énergie dissipée dans la déformation du matériau étudié en sclérométrie pendulaire. Pour les solides durs et fragiles, l'énergie absorbée est faible, et elle est plus importante pour les matériaux ductiles. La dureté varie donc comme l'inverse de cette énergie. Westwood trace ensuite le potentiel zêta en fonction de la concentration d'une solution de NaOH et observe une évolution pour des concentrations supérieures à $10^{-4}$ mol/l. Mais l'évolution n'est pas régulière (*Modi et coll. (1957) [70]* pour NaOH et *Gortner (1940) [71]* pour les n~alcools). D'après les expériences, les maxima de dureté correspondent à un potentiel zêta nul, ce qui avait déjà été observé pour le quartz.

Les expériences ont montré d'autre part que l'alumine polycristalline se comporte à peu près comme le monocristal sous les différents environnements décrits ci-dessus.

*Gates et coll. (1989) [72]* ont observé la présence d'un film d'alumine en surface, dans lequel on peut identifier des traces de groupements (OH), et qui peut s'écouler plastiquement. Lorsque l'alumine subit une sollicitation thermique et/ou mécanique, elle peut changer de phase et par exemple former un film d'alumine delta en surface lors d'un frottement suffisamment énergétique. La formation d'un tel film est très influencé par l'environnement du système tribologique (atmosphère, lubrifiant) *Andersson et coll. (1993) [73]* et *Hah (1995) [74]*.

Il est intéressant de noter que l'eau s'adsorbe facilement à la surface de l'alumine et rentre véritablement dans la structure des couches surfaciques. Le résultat est une phase amorphe ou gélatineuse, comme il a été observé avec la boehmite que *Gates et coll. (1989) [72]* ont appelée pseudo-boehmite. Ces couches peuvent avoir un comportement très particulier ; leur structure matricielle possède notamment une faible résistance en cisaillement.

### B.3.e. Propriétés tribologiques

Dans le cas d'un contact frottant, deux types de fractures ont été principalement considérées (*Lawn et coll. (1977) [41]*). Ces fractures correspondent aux fractures latérales et aux fractures médianes beaucoup plus étudiées dans le cas d'une indentation normale. Récemment, *Bushan et coll. (1995) [74]* et *Ruff et coll. (1969) [75]* ont étudié le comportement de l'alumine polycristalline en scléométrie et ont pu déterminer des charges critiques d'écaillage.

*Buckley (1967) [57]* a étudié les céramiques de différentes natures en frottement. Il a travaillé sur des monocristaux et des polycristaux, avec des surfaces antagonistes différentes, afin d'analyser les effets de la cristallographie et de la physique des surfaces sur les caractéristiques du frottement et les mécanismes de déformation. Des expériences, réalisées avec une géométrie de type bille / plan, montrent une importante anisotropie de frottement des monocristaux. Ces mêmes essais, réalisés sous vide et à l'air, montrent une influence des couches adsorbées à la surface de ces matériaux. Le coefficient de frottement des monocristaux oscille ainsi entre deux extrema correspondant à deux directions cristallographiques particulières, et le coefficient de frottement des polycristaux se situe entre ces deux valeurs extrêmes.

*Gates et coll. (1989) [72]* ont décrit les interactions de l'alumine dans ses différentes formes cristallines, avec l'eau dans des conditions de température et de frottement. Il mentionne à ce propos qu'en 1989, les résultats concernant ces interactions et le comportement tribologique général des alumines étaient encore peu nombreux.

*Hines et coll. (1977) [64]* ont observé une réduction de l'usure d'un ordre de grandeur lorsque le frottement était lubrifié avec de l'eau, alors que

Wallbridge a trouvé une augmentation de l'usure d'un facteur dix pour des conditions d'usure douce ; pression de 5.7 Mpa et une vitesse de glissement de 0.24 m/s. Ni l'un ni l'autre ne mentionne l'effet de la lubrification sur les forces de frottement. Wallbridge ne signale que brièvement que le glissement est plus doux qu'à sec, conditions sous lesquelles des vibrations et du bruit apparaissent.

*Hines et coll. (1977) [64]* ont par ailleurs trouvé un rôle important de la porosité sur l'usure des alumines, et une faible influence de la taille des grains. Ceci pour un test d'usure Teledyne Taber Abrader modifié pour réaliser les expériences dans des environnements liquides différents (eau distillée, mélange eau huile, t-amyl alcool). Mais n'y a -t-il pas une influence de la température du contact qui intervient en plus de l'aspect physico-chimique entre les expériences à sec et lubrifiées avec de l'eau dans ce type de test ?

Wallbridge observe également une différence notable des mécanismes de déformation de l'alumine à sec et dans l'eau. En effet la surface usée à sec présente des rayures abrasives, et des traces d'usure franches malgré un faible coefficient d'usure k=Vol/Fn.L., où L est la distance de frottement, alors que dans l'eau, ces traces ne sont pas visibles. Des interactions physico-chimiques permettant d'expliquer cet adoucissement de la morphologie et le plus grand taux d'usure dans l'eau ont été décrites par *Westood (1973) [65 et 69]*.

Dans le but de quantifier l'usure des céramiques à base d'alumine, *Kim et coll. (1994) [53]* ont développé un nouveau critère d'usure $Scf = \frac{P\sqrt{(1+\mu^2)a}}{K_{IC}}$, en considérant que le taux d'usure s'écrit $W_s = \alpha S_{cf}^{\beta}$ et ont trouvé pour les céramiques : $Ws = 4.09\ 10^{-6}\ S_{cf}^{4.48}$.

Evans et Wilshire ont suggéré que le volume d'usure s'écrive :

$V \propto P^{5/4}.H^{-1/2}.K^{-3/4}$.

Il est toutefois difficile d'extrapoler ces résultats à d'autres types de frottements et de géométries de contact, car ils engendrent des mécanismes d'usure différents.

### B.3.f. Comportement à l'abrasion

Comme nous venons de le voir, la plupart des études ont considéré le cas d'une grande surface de contact avec des pressions de contact relativement faibles engendrant un mécanisme de fatigue des matériaux.

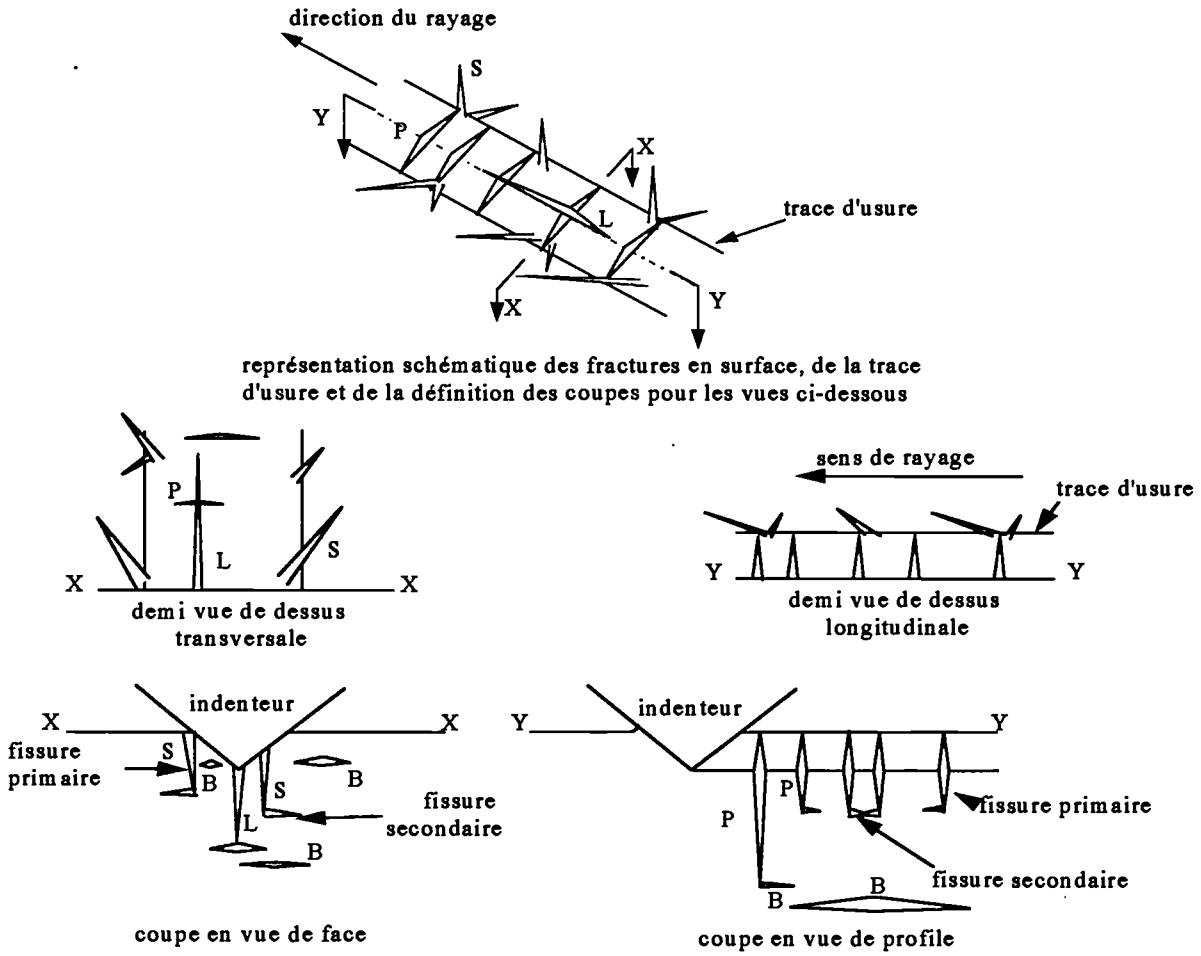



*Figure I. 12: Analyse des fractures engendrées par un contact frottant sur un matériau fragile.*

Sous ce type de sollicitation, il est possible de considérer les modes de fracturation suivants (*Miyoshi et coll. (1977) [76]*) :

- fractures verticales transversales à la direction de glissement,

- fractures obliques en bordure de la zone de contact dues à des tensions importantes,

- fractures longitudinales dans l'axe du glissement dans la trace d'usure,

- fractures initiées et se propageant sous la surface de contact,

Les fractures primaires précédentes peuvent être suivies de fractures secondaires initiées sous la surface à l'extrémité des fractures primaires. Ces fractures peuvent être reliées aux fractures observées lors d'une indentation normale au cours du chargement et du déchargement.

Ces fractures sont initiées par la présence de défauts, ou d'hétérogénéités microstructurales, et se propagent également en fonction de la structure du matériau. Des critères d'apparition de fractures ont été développés pour des monocristaux, mais il faut souligner le caractère polycristallin de l'alumine et l'intervention des mécanismes de plasticité et de micro-fracturation sur les modes de fracturation. En effet, l'initiation des fissures peut intervenir à

l'intérieur d'un grain, sur un défaut cristallin, ou à l'interface intergranulaire dont la composition et la microstructure dépendent énormément des adjuvants de frittage.

Des études prenant en compte l'effet physico-chimique de l'environnement indiquent que la propagation des fissures est contrôlée par la mobilité des dislocations. Ceci montrerait l'existence de déformations plastiques en front de fissure, et ainsi augmenterait l'énergie d'enlèvement de matière lorsque ces fractures interviennent comme mécanisme d'usure prédominant.

Par ailleurs, il reste à distinguer les fractures intergranulaires et les fractures intragranulaires. Ces deux types de fractures peuvent être distinguées en microscopie optique. En effet, les fractures intragranulaires présentent un aspect brillant, qui n'est pas visible dans le cas des fractures intergranulaires.

Dans le cadre de la rectification et du polissage des céramiques d'alumine, il faut considérer deux échelles de sollicitation : une sollicitation sévère qui engendre des fractures importantes par écaillage, et une sollicitation moins importante qui déforme la surface à une échelle plus petite que la taille des grains et qui sollicite les grains les uns après les autres.

Cette distinction est importante puisque la première permet un fort taux d'enlèvement de matière, et la deuxième permet de déformer la surface à une toute petite échelle, avec une morphologie plus douce.

Dans les matériaux céramiques, les mécanismes de fracturation peuvent être accompagnés de processus de micro-fracturation intervenant dans la zone autour du front de propagation de la fissure. Ce phénomène a été étudié aussi bien d'un point de vue expérimental que théorique par de nombreux auteurs, qui ont montré que ce processus de micro-fracturation tenait un rôle essentiel dans la dissipation d'énergie au cours de la propagation d'une fissure. Ces études reposent sur des considérations statistiques et énergétiques à partir d'expériences basées sur la mesure d'émissions acoustiques et d'autres observations (*Buresh (1978) [77]*).

# C. CONCLUSION

## C.1. MATÉRIAUX AU COMPORTEMENT DUCTILE :

Il apparaît au travers de cette synthèse bibliographique que l'estimation de la surface de contact est l'un des problèmes les plus importants pour permettre la caractérisation des comportements sclérométriques des matériaux élasto-plastiques. La multiplicité des définitions de dureté de rayage et est sans doute dû à un manque d'information sur les conditions exactes de réalisation des rayures et sur la faible connaissance des déformations élastiques intervenant au cours de la création d'une rayure.

En effet, la plupart des travaux considèrent des matériaux parfaitement plastiques ou parfaitement élastiques.

Nous tenterons donc à travers quelques expériences sur des métaux et des polymères d'analyser ces déformations élastiques ainsi que la formation des bourrelets lors d'un test de rayage. Ceci nous permettra de comparer les valeurs des différentes duretés de rayage à la pression d'écoulement des matériaux et à leur dureté statique.

Cette analyse sera rapprochée des analyses développées sur la quantification des déformations élasto-plastiques en indentation normale. En effet, des efforts importants ont été fournis dans le cas de l'indentation pour estimer la surface de contact (*J.L. Loubet (1986) [78], G.M. Pharr et W. Oliver (1992) [79], et récemment Ph. Laval (1995) [80]*), et l'estimation de cette surface de contact en rayage permettra de comprendre la relation entre la dureté statique des matériaux et la pression moyenne de contact lors du rayage de leur surface.

## C.2. MATÉRIAUX FRAGILES : CÉRAMIQUES À BASE D'ALUMINE

La littérature concernant le comportement tribologique des céramiques à base d'alumine met en évidence la fragilité de ces matériaux à grande échelle, et s'interroge sur son comportement plastique en compression et à petite échelle. L'analyse quantitative et énergétique des mécanismes de fracturation en surface pose, à l'heure actuelle, de nombreux problèmes pratiques et théoriques. L'effet de fluides dans l'environnement proche du matériau sur ses propriétés mécaniques a été mis en évidence il y a une bonne trentaine d'années, mais il semble qu'un doute subsiste, au sein même de la communauté scientifique en tribologie, sur la validité de ces expériences en sclérométrie pendulaire. En effet, des essais d'indentation ne révèlent visiblement pas de façon probante l'effet de ces fluides.

Après l'identification des mécanismes de déformation lors du rayage des céramiques à base d'alumine, l'effet de fluides spécifiques pourra être caractérisé afin de préciser quel mécanisme est influencé par l'environnement de la surface.

Les mécanismes de fracturation sont des phénomènes très brefs, et la richesse des informations dans l'espace temporel paraît déterminante pour mieux comprendre et caractériser ces phénomènes. Une acquisition des forces avec une haute fréquence d'échantillonnage fera apparaître de nouvelles informations et de nouveaux paramètres sur les mécanismes de fracturation. Il sera alors intéressant de les comparer avec les paramètres existant, permettant à posteriori d'analyser l'effet de ces mécanismes sur l'usure globale des matériaux fragiles.

---

Dans la suite de ce mémoire, le dispositif expérimental développé pendant ce travail est décrit dans sa structure, ses performances et son fonctionnement, ceci faisant l'objet du deuxième chapitre.

Les études spécifiques aux différents matériaux étudiés dans le cadre de ce travail sont présentées séparément dans le troisième chapitre.

# Deuxième chapitre

## DEVELOPPEMENT D'UNE TECHNIQUE EXPERIMENTALE EN SCLEROMETRIE

# Sommaire du deuxième chapitre

**A. DEVELOPPEMENT TECHNOLOGIQUE ET INSTRUMENTAL ..... 37**

A.1. DEFINITION DU CAHIER DES CHARGES ..... 37
A.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL ..... 37
A.2.a.i. Dégauchissage de la surface de l'échantillon : ..... 39
A.2.a.ii. Déplacement vertical de l'indenteur : ..... 39
A.2.a.iii. Tangentage de la surface par l'indenteur : ..... 40
A.2.a.iv. Déplacement de l'indenteur lors du rayage : ..... 41
A.2.a.v. Mesure des forces au cours du rayage : ..... 41
A.2.a.vi. Mesure de la topographie tridimensionnelle de la surface : ..... 45
A.3. SPECIFICATIONS DU SCLEROMETRE ..... 46

**B. DEVELOPPEMENT DES METHODES DE CARACTERISATION ..... 47**

B.1. MISE EN PLACE ET DEROULEMENT D'UNE ETUDE EN SCLEROMETRIE ..... 47
B.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX ELASTO-PLASTIQUES. ..... 48
*B.2.a. Caractérisation de l'usure des matériaux ..... 49*
*B.2.b. Caractérisation des déformations élasto-plastiques ..... 51*
*B.2.c. Estimation de la surface de contact ..... 52*
B.3. CARACTERISATION DE LA RESISTANCE A L'ABRASION D'ELASTOMERES A FORT COMPORTEMENT VISCO-ELASTIQUE ..... 53
B.4. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX FRAGILES ..... 56
B.5. MATERIAUX HETEROGENES ET COMPOSITES ..... 59

**C. CONCLUSION ..... 61**

L'objectif de ce chapitre est de définir le cahier des charges du scléromètre qui a été développé lors de ce travail. Ce chapitre précise ensuite les technologies utilisées pour la réalisation du scléromètre et décrit sa structure et son fonctionnement. Les spécifications du dispositif sont résumées dans un tableau.

Enfin, les méthodologies expérimentales nécessaires à la caractérisation de différents types de matériaux : élastomères, polymères, métaux, céramiques et composites, sont détaillées afin de montrer au lecteur comment utiliser ce type de machine pour étudier efficacement le comportement des matériaux à l'abrasion.

# A. DEVELOPPEMENT TECHNOLOGIQUE ET INSTRUMENTAL

## A.1. DEFINITION DU CAHIER DES CHARGES

La conception de ce scléromètre a été étudiée de telle sorte qu'il soit un véritable outil d'analyse du comportement dynamique de tous les types de matériaux.

En effet, le développement des nouveaux matériaux qui combinent différentes phases possédant des propriétés rhéologiques variées impose l'utilisation de techniques d'analyses capables d'étudier à la fois des propriétés élastiques, plastiques, visqueuses et fragiles, pour des matériaux homogènes, composites et revêtus.

Les principales opérations que doit effectuer le scléromètre sont résumées ci-dessous :

- Rayer des surfaces relativement planes avec une gamme de sollicitations variées en géométries, vitesses de rayage, profondeurs de pénétration et modes de rayage (pénétration imposée constante ou variable, charge imposée),

- Apporter suffisamment d'information sur les énergies et les cinématiques de rayage pour pouvoir analyser les déformations élasto-plastiques et les mécanismes de fracturation résultant du rayage. Notamment, la profondeur exacte de pénétration de l'indenteur dans le matériau devra être accessible tout au long de la rayure.

- Effectuer l'acquisition rapide des forces de rayage, notamment pour étudier les comportements fragiles.

- Permettre un développement des conditions de rayage par une technologie évolutive et des traitements des données par un logiciel convivial fonctionnant sous l'environnement Windows.

- Créer des conditions d'utilisation automatiques dans un environnement informatique courant et usuel, ce qui exige une simplicité des parties mécaniques et de leurs commandes.

## A.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

On peut distinguer trois parties distinctes dans ce dispositif. La partie informatique qui permet de commander le fonctionnement des différents instruments et définir les expériences à réaliser par l'intermédiaire d'un logiciel développé sous l'environnement TESTPOINT pour Windows de Keithley Instruments.

La partie mécanique est constituée d'un ensemble de tables de déplacement, de capteurs de forces et divers systèmes de montage et de positionnement d'échantillons et d'indenteurs. La commande de ces tables de

déplacement et l'acquisition des données sont effectuées par l'ordinateur grâce à des cartes spéciales installées à l'intérieur même de l'ordinateur.

Les solutions technologiques de la partie mécanique sont constituées de deux tables X et Y de positionnement de l'échantillon dans le plan horizontal, d'un porte-échantillon permettant d'orienter et d'incliner facilement la surface de l'échantillon, d'une table de rayage (axe C) actionnée par un moteur à courant continu destiné à entraîner l'indenteur pendant le rayage, et une table verticale (axe Z) actionnée par un moteur pas à pas, de 0.1 µm de pas, qui permet de réaliser les tangentages et la pénétration de l'indenteur sous la surface de l'échantillon.

Le positionnement précis de la surface sous l'indenteur est réalisé par deux tables de déplacement Micro-contrôle actionnées par des moteurs pas à pas de 1 et 4 µm de pas.

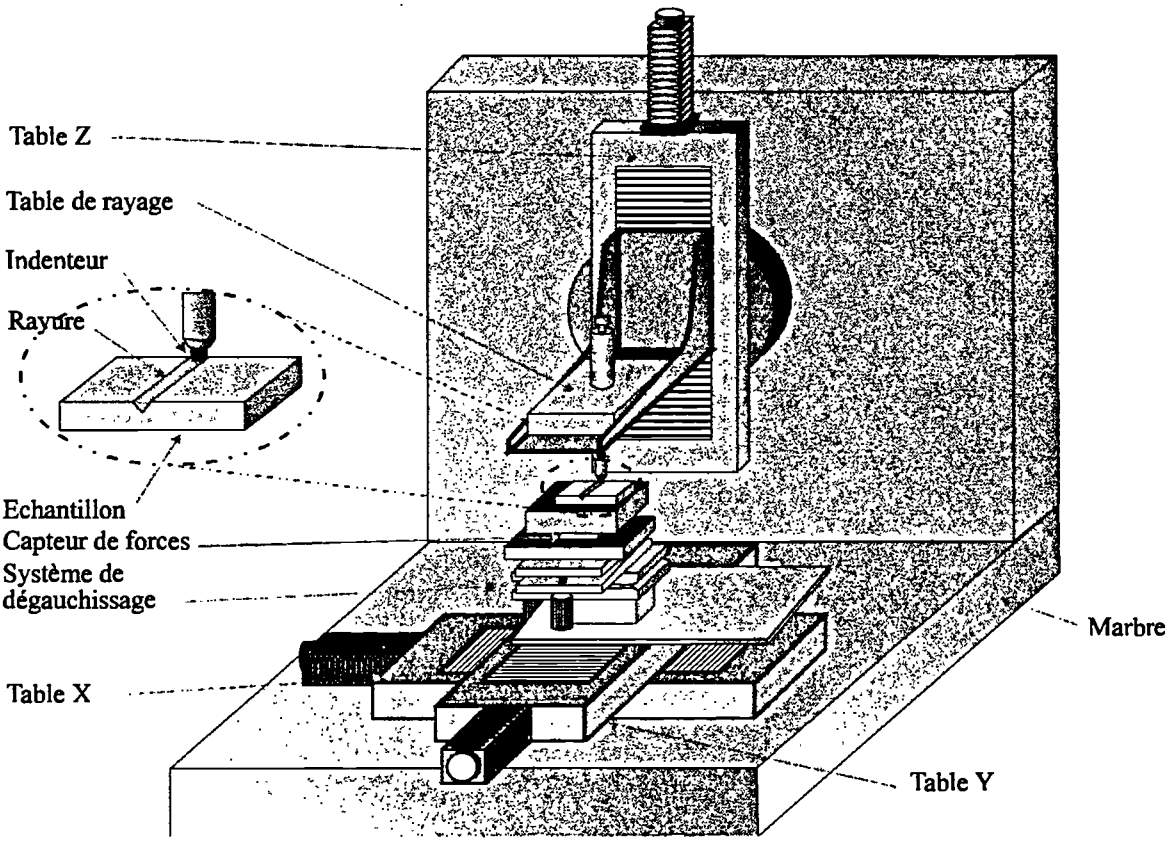



*Figure II. 1: Description générale de la partie mécanique du scléromètre.*

Les opérations effectuées lorsque l'on réalise un essai de rayage sont décrites ci-dessous.

Tout d'abord il est important que la surface de l'échantillon soit parallèle à la direction de déplacement de la table de rayage (C). Pour contrôler ce

parallélisme nous avons mis en place une procédure de dégauchissage de la surface de l'échantillon.

### *A.2.a.i. Dégauchissage de la surface de l'échantillon :*

Le dégauchissage de la surface consiste à placer le plan moyen de la surface parallèlement à la direction de déplacement de la table C qui actionne l'indenteur. Cette opération s'effectue par deux tangentages de la surface à chaque extrémité de la rayure que l'opérateur veut réaliser. Un compteur compare la différence d'altitude des deux tangentages et indique à l'opérateur comment modifier l'orientation de la surface pour qu'elle soit parallèle à l'axe C, ceci grâce à deux vis micrométriques qui inclinent le porte-échantillon suivant les deux directions X et Y.

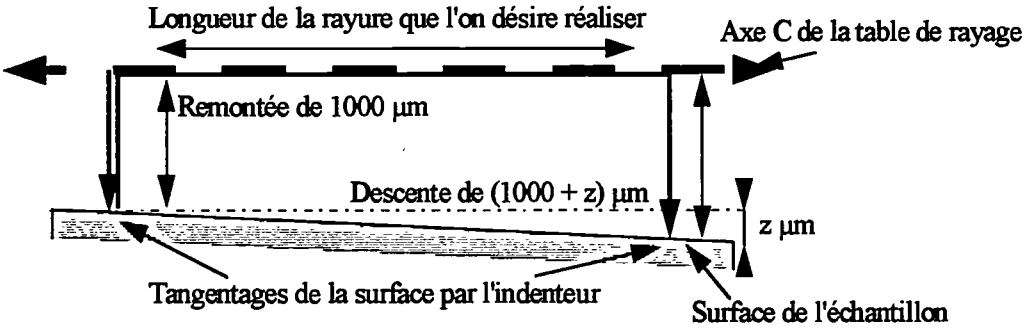



*Figure II. 2 : Description du processus de tangentage de la surface.*

Pour réaliser ces opérations, nous avons besoin d'une table de déplacement verticale.

### *A.2.a.ii.Déplacement vertical de l'indenteur :*

Le déplacement vertical de l'indenteur est réalisé à l'aide d'une table de déplacement actionnée par un moteur pas à pas de 0.1 µm. Cette table supporte une équerre sur laquelle est fixée la table de déplacement de l'indenteur pour le rayage. C'est cette table verticale qui actionne tous les déplacements verticaux de l'indenteur (tangentage, indentation, profondeur de rayage). La précision de ses déplacements et de son positionnement indique la précision des tangentages et des profondeurs de pénétration appliquées lors des indentations et des rayages.

Ensuite, la détection du contact de l'indenteur contre la surface du matériau est certainement l'opération la plus délicate et celle qui engendre le plus d'erreur dans les résultats expérimentaux. En effet la détection de ce contact initial lors de l'approche de l'indenteur au-dessus de la surface constitue la référence pour toutes les mesures de profondeur d'indentation et de rayage au cours des expériences.

### *A.2.a.iii. Tangentage de la surface par l'indenteur :*

Le tangentage sert à la fois pour le dégauchissage, le rayage et l'indentation. L'opération consiste à approcher l'indenteur de la surface et à contrôler le niveau des forces appliquées sur l'échantillon grâce au capteur de forces placé sous l'échantillon. Un test est réalisé automatiquement sur la force normale pour comparer sa valeur à une valeur critique de force que nous avons déterminée pour caractériser le premier contact. En moyenne, lors d'un tangentage, l'indenteur pénètre dans le matériau de moins d'un micromètre pour les matériaux durs, jusqu'à 2 µm pour les moins durs (de type polymère), et ce de façon assez reproductible pour chaque matériau. Ce qui est important ici, c'est de connaître et de prendre en compte cette pénétration initiale.

En effet, la reproductibilité de cette opération, et la visualisation de la courbe de force en fonction du déplacement vertical de l'indenteur nous permet de connaître la pénétration de celui-ci dans le matériau grâce à la longueur de l'augmentation de la force au moment du contact entre l'indenteur et la surface, comme l'illustre la figure ci-dessous.

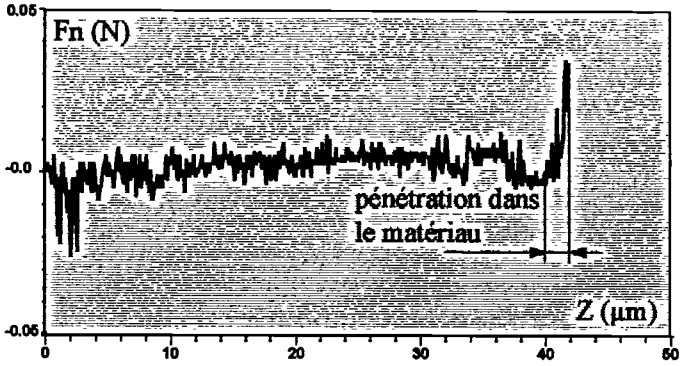



*Figure II. 3 : Evolution de la force normale au cours du tangentage : cette courbe permet de connaître la pénétration de l'indenteur dans le matériau (ici un élastomère).*

L'opérateur connait donc la pénétration exacte de l'indenteur dans le matériau avant de réaliser la rayure. Il peut alors modifier légèrement la profondeur qu'il désire commander au systeme en fonction de cette position initiale.

Lorsque la surface de l'échantillon est dégauchie, et qu'un nouveau tangentage a été réalisé sur cette surface, l'opérateur peut alors, après avoir informé l'ordinateur de tous les paramètres de la rayure qu'il veut effectuer, ordonner la réalisation de l'expérience. Cette expérience consiste en une indentation (l'indenteur pénétre dans le matériau puis remonte à la surface de celui ci). Un déplacement latéral positionne ensuite l'indenteur à côté de l'indentation, au niveau de référence du tangentage précédent. Il pénétre alors une seconde fois dans le matériau perpendiculairement à sa surface, et une

fois qu'il est arrivé à la profondeur désirée, la table (C) permet de réaliser une rayure parallèle à la surface de l'échantillon.

### *A.2.a.iv.Déplacement de l'indenteur lors du rayage :*

Le déplacement de l'indenteur lors du rayage est effectué par l'intermédiaire d'une table actionnée par un moteur à courant continu. Le choix de ce type de moteur pour le rayage se justifie par deux raisons. La vitesse est plus stable avec ce moteur qu'avec des moteurs pas à pas et ce moteur crée beaucoup moins de vibrations que les autres.

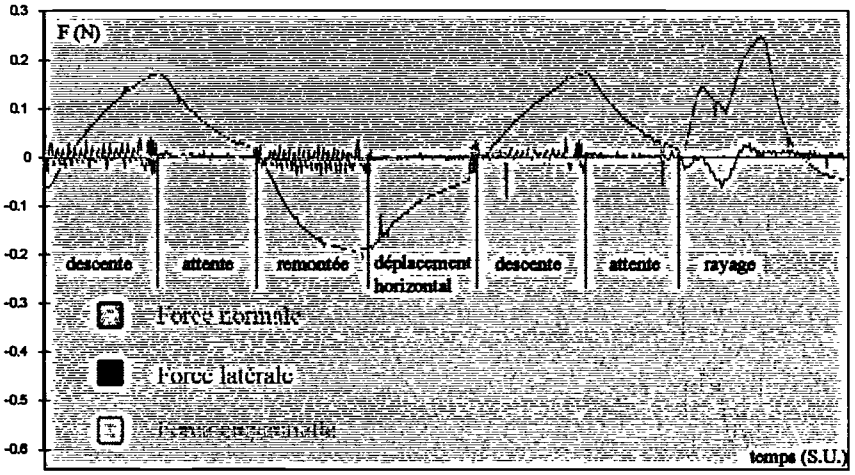



*Figure II. 4 : Visualisation des vibrations causées par les moteurs pas à pas pendant les montées et les descentes par rapport aux moteurs à courant continu pour le rayage et le déplacement horizontal.*

Une des principales améliorations qu'il est possible d'apporter sur le scléromètre serait de changer la mécanique des tables de déplacement par des systèmes commercialisés aujourd'hui et qui ont une bien meilleure qualité d'un point de vue mécanique.

Pendant tous les déplacements de l'indenteur contre la surface de l'échantillon (première indentation et rayage) l'ordinateur enregistre les forces mesurées par le capteur piezo-électrique.

### *A.2.a.v.Mesure des forces au cours du rayage :*

Les forces sont mesurées dans les trois directions X, Y et Z par un capteur de forces piézo-électrique, fixé sous le porte-échantillon. Cette position lui évite ainsi de subir les vibrations dues aux tables de déplacement (C et surtout Z) qui sont, elles, reliées à l'indenteur et sont donc assez loin du capteur.

La profondeur de pénétration de l'indenteur dans le matériau est appliquée par la table verticale (Z). Afin de connaitre la profondeur de pénétration réelle de l'indenteur dans le matériau, nous aurions pu mesurer la morphologie de la surface avant la rayure et asservir la pénétration de l'indenteur en fonction du relief de la surface. Cette approche est très satisfaisante pour l'esprit car les expériences sont réalisés avec des caracteristiques simples et constantes, par

exemple : profondeur constante. Mais, les technologies que cette démarche nécessite sont d'une part très lourdes à mettre en place, et d'autre part, la boucle entière de l'asservissement ne serait pas assez rapide pour répondre à la rugosité de la surface ou au comportement hétérogène du matériau. C'est en partie la raison pour laquelle nous avons décidé de considérer que la surface était plane, et décidé d'appliquer une pénétration constante par rapport au plan moyen de la surface (dégauchissage). A l'échelle du µm à laquelle nous travaillons, cette approximation est valable.

La rigidité de la machine prend ici une grande importance car c'est elle qui permet de contrôler la profondeur de pénétration.

La profondeur réelle de pénétration de l'indenteur dans le matériau sera donc fonction du déplacement de la table verticale Z, de la force appliquée sur le matériau et de la rigidité de l'ensemble du dispositif.

d1 : Déplacement du mobile de la table verticale
d2 : déplacement de l'indenteur
d3 : déplacement de la surface de l'échantillon
d3-d2 : pénétration réelle de l'indenteur dans l'échantillon

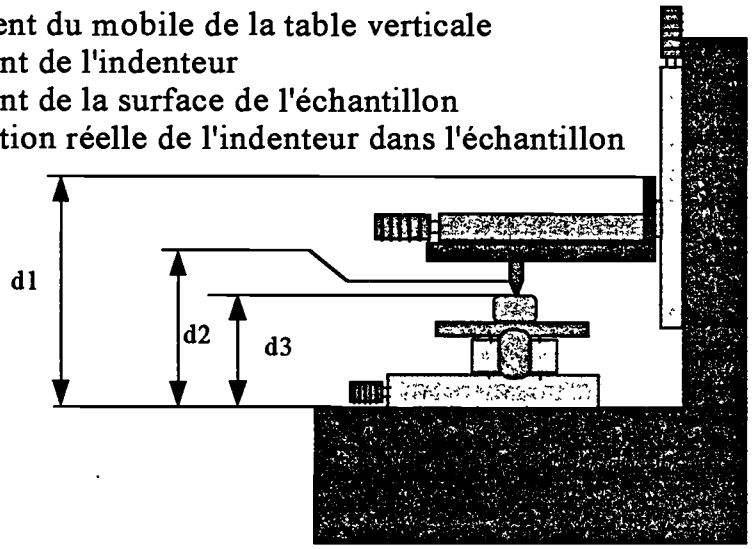



*Figure II. 5 : Mesure des déformations des éléments du scléromètre*

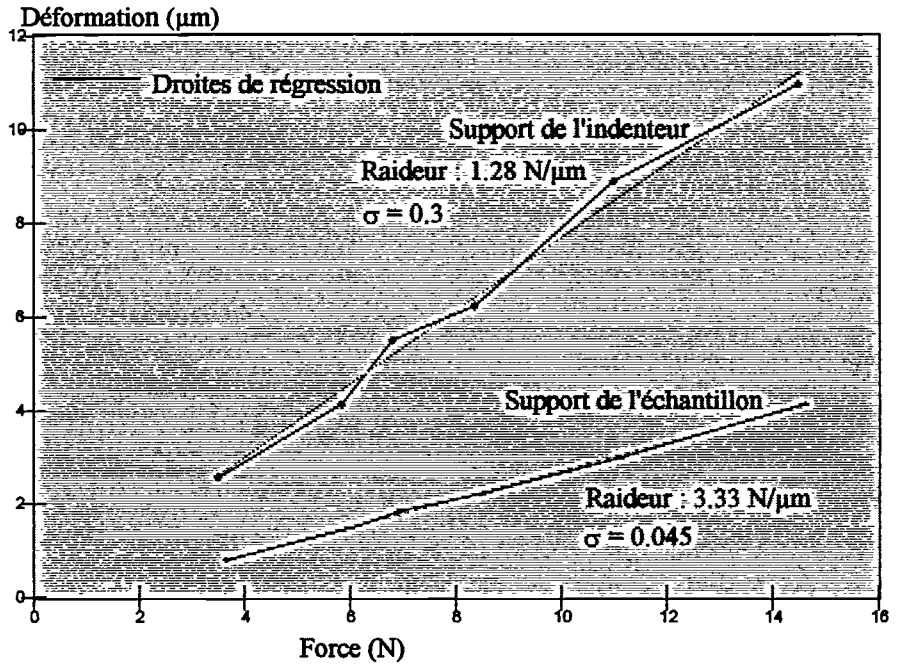



*Figure II. 6 : Evolution de la déformation normale du scléromètre en fonction de la charge normale*

Afin de mesurer la raideur normale du dispositif, nous avons réalisé des indentations normales en mesurant les déplacements simultanés de la pointe de l'indenteur et de la surface de l'échantillon. Nous avons ainsi déterminé la raideur du système porte-indenteur (entre la table de déplacement verticale et l'indenteur), et la raideur du système porte-échantillon (entre le support en marbre et la surface de l'échantillon), ce qui nous a permis d'obtenir la raideur totale de la machine. Des essais sur différents matériaux (céramiques et aciers) ont montré qu'une céramique donnait les résultats les plus reproductibles, mais que la nature du matériau n'avait pas d'influence sur la mesure de la valeur moyenne de la raideur de la machine. Cette raideur est égale à 1.08 N/µm dans une gamme de forces de 0 à 15 N. Cette raideur augmente pour des forces plus importantes.

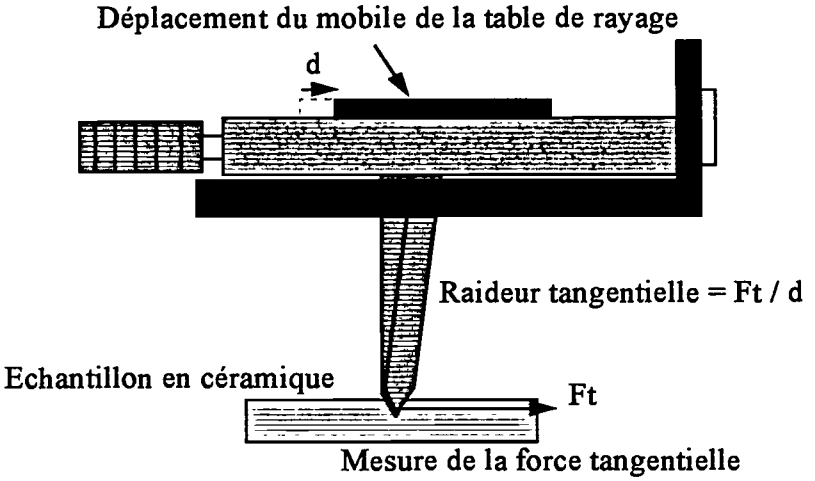



*Figure II. 7 : Description de la mesure de la raideur tangentielle du porte indenteur.*

A l'aide d'une procédure légèrement différente, nous avons également mesuré la raideur tangentielle du dispositif. Le principe de la mesure de la raideur tangentielle du porte-indenteur est assez simple. Nous avons immobilisé la pointe de l'indenteur par une indentation de 40 µm dans une céramique, et imposer un déplacement du porte-indenteur grâce à la table de rayage C. En mesurant simultanément les efforts appliqués sur la pointe et le déplacement de la table, nous avons pu estimer la raideur du porte-indenteur.

Plusieurs petits déplacements (10 µm, 20 µm, 30 µm, 40 µm et 50 µm), ont donc été imposés en notant, pour chaque déplacement, les efforts correspondants transmis au capteur piézo-électrique. L'immobilité de la pointe de l'indenteur a été contrôlée visuellement pendant les manipulations par l'intermédiaire de la caméra ainsi que par une mesure 3D de la trace d'indentation.

Ces manipulations ont été recommencées plusieurs fois afin d'assurer une bonne reproductibilité des résultats.

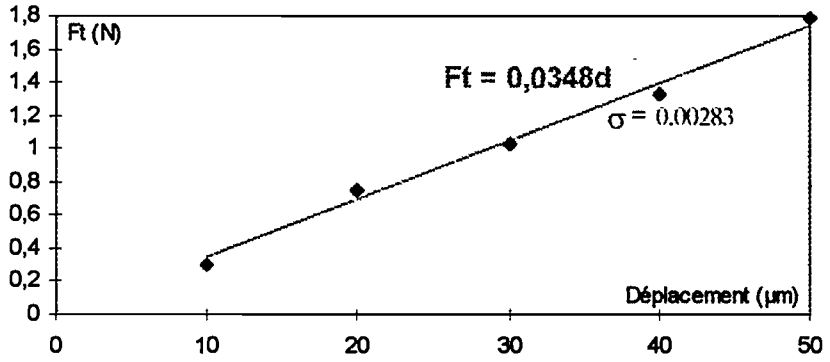



*Figure II. 8 : Courbe de la raideur tangentielle du porte indenteur*

On remarque la très bonne linéarité de la déformation du porte indenteur avec un faible écart type des valeurs.

On a ainsi pu tracer des courbes de raideur dans les deux directions. Les résultats s'avèrent de très bonne qualité puisque la linéarité du système est supérieure à 99.8 %.

Cette solution technologique d'application de la profondeur de pénétration pendant le rayage offre un avantage important par rapport à l'utilisation d'une boucle d'asservissement : la rapidité de la réponse. Cet avantage a surtout un interêt pour l'étude des matériaux au comportement hétérogène (matériaux fragiles, hétérogènes ou composites). En effet, dans ces différents cas, l'interaction entre l'indenteur et le matériau va évoluer au cours de la rayure, et cela va se traduire par des variations de forces ou de profondeur de rayage. C'est alors que le comportement de la machine prend toute son importance.

Si la machine est souple, elle va se déformer en rencontrant une phase de dureté différente, et ainsi, la profondeur va varier notablement alors que la force restera relativement constante.

Si au contraire, la machine est très rigide, c'est le matériau qui va accomoder les variations de son comportement et, alors que la pénétration sera constante, la force d'interaction entre l'indenteur et le matériau présentera des variations notables. On comprend donc que pour créer une rayure à profondeur de pénétration imposée, il faut une réponse très rapide du dispositif d'application de cette pénétration. Or les systèmes d'asservissement facilement disponibles à l'heure actuelle, et d'un coût raisonnable par rapport au prix d'un dispositif de test scléromètrique, ne sont pas capables de contrôler la pénétration face à des phénomènes de fracturation ou d'hétérogénéïté de phase ou de structure des matériaux.

Nous nous appuyons donc sur un paramètre qui paraît être très important dans l'instrumentation d'un scléromètre : le rapport entre la raideur de la machine et la raideur du contact entre l'indenteur et le matériau. C'est lui qui détermine dans quelles proportions la charge et la pénétration sont imposées lors de la réalisation de la rayure.

Dans notre cas, la machine pourra être considérée comme rigide pour des matériaux polymères et des métaux dont le module d'élasticité est inférieur à 80 Gpa. Pour des aciers plus rigides et des céramiques, elle sera considérée comme relativement souple. Pour ces derniers matériaux, une acquisition rapide des forces de rayage permettra grâce à cette rigidité relative, d'étudier leur comportement fragile en surface.

Une fois que la rayure est réalisée et que les forces sont enregistrées avec les paramètres de la rayure, il est très intéressant d'en mesurer la topographie tridimensionnelle. Un palpeur topographique fixé sur la table de déplacement (Z) permet cette mesure, gérée par un programme développé également sous TESTPOINT.

### *A.2.a.vi.Mesure de la topographie tridimensionnelle de la surface :*

La topographie des surfaces est mesurée à l'aide d'un palpeur topographique Fédéral fixé sur l'équerre à côté de la table C. Lors de la mesure, les tables X et Y se déplacent pour que le palpeur suive des profils parallèles sur toute la zone que l'on désire analyser et ce de façon classique en topographie des surfaces. Le traitement et l'exploitation des informations morphologiques sont realisés à l'aide d'un logiciel d'imagerie et de traitement de données morphologiques tridimensionnelles de surface, TOPOSURF 3D, développé par Hassan ZAHOUANI, Maître de Conférence au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes de l'Ecole Centrale de Lyon.

## A.3. SPECIFICATIONS DU SCLEROMETRE

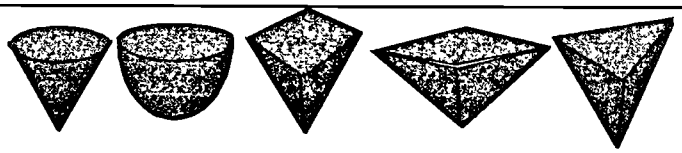
| | Gamme d'utilisation | Précision d'utilisation |
|---|---|---|
| Profondeur de pénétration | 3 µm à 2 mm | 0.1 µm |
| Mesure des forces | 20 mN à 50 N | 1/1000 de la pleine échelle |
| Vitesse de rayage | 5 µm/s à 0.2 m/s | 1/1000 de la valeur nominale |
| Fréquence d'acquisition des forces | moins de 1 Hz à 50 000 Hz | |
| Environnements : | tout fluide pas trop volatil, | |
| Géométries d'indenteur |  | |
| Orientation des indenteurs à faces | avec une précision inférieur à 5° | |
| Inclinaison des indenteurs | +ou - 30 degrés | |

*Figure II. 9: Spécifications du scléromètre pour les rayages à profondeur de pénétration imposée.*

# B. DEVELOPPEMENT DES METHODES DE CARACTERISATION

## B.1. MISE EN PLACE ET DEROULEMENT D'UNE ETUDE EN SCLEROMETRIE

Le comportement des matériaux soumis à une sollicitation scléromètrique est complexe et il est souvent très difficile de déterminer quels paramètres du rayage sont véritablement spécifiques de ce comportement. Ce dernier détermine d'autre part les techniques d'analyse adéquates pour extraire des rayures les informations recherchées.

La réponse du matériau à un type de sollicitation peut dépendre à la fois de la vitesse et de la pénétration de l'indenteur sous la surface du matériau. Afin d'étudier l'évolution du comportement en fonction de la pénétration, ou de la force normale appliquée par l'indenteur, certains auteurs étudient des rayures à charges croissantes *(Oliver et Pharr 1995, J. Von Stebut 1989)*. Ce type de rayure permet une analyse qualitative rapide de la réponse du matériau pour différentes charges. Elle permet de déterminer les charges critiques de transition de comportement ; transition ductile / fragile ou rupture d'un film mince.

Cependant, il est très difficile dans ce type d'expérience de relier avec précision les paramètres énergétiques et morphologiques des rayures pour des charges ou des pénétrations données.

C'est pourquoi nous avons choisi de réaliser des rayures à profondeur de pénétration constante. Ce choix nous permet ainsi de comparer les différentes réponses du matériau lors du rayage, qui sont les forces de rayages, la morphologie de la rayure rémanante, et l'identification et la quantification des phénomènes de fracturation pour les matériaux fragiles.

Cependant, ceci nous oblige à réaliser plusieurs expériences à des profondeurs de pénétration variées afin d'observer l'évolution du comportement en fonction de cette pénétration. Le nombre d'expériences peut ainsi croître très vite si on désire étudier une large gamme de pénétrations et de vitesses de rayage. Pour limiter le nombre d'expériences, et conserver une qualité d'information suffisante, nous avons utilisé une méthodologie de plans d'expériences. Celle-ci donne en effet, pour un nombre restreint de manipulations, une estimation de l'évolution des paramètres scléromètriques avec la pénétration et la vitesse, dans tout le domaine étudié.

Une étude scléromètrique d'un matériau peut donc prendre différentes formes suivant les informations que l'on désire en retirer.

Une analyse précise du comportement d'un matériau et de son évolution avec les paramètres de rayage (profondeur de pénétration et vitesse), sera

réalisée grâce à un plan composé de 13 expériences réparties judicieusement dans le domaine que l'on veut caratériser. Nous obtiendrons alors une surface de réponse pour chacun des paramètres scléromètriques que l'on désire analyser. Une estimation de l'erreur maximale existant entre cette surface et la mesure réelle en chaque point (définie par la pénétration et la vitesse de rayage) est donnée avec l'équation de la surface de réponse.

Une analyse comparative de plusieurs matériaux de comportements similaires pourra être effectuée à l'aide d'un minimum d'une à quatre expériences différentes par échantillon. Cette méthodologie permet ainsi de réduire le nombre d'expériences, et en même temps de visualiser l'évolution des comportements dans un domaine restreint autour des conditions scléromètriques (pénétration et vitesse) choisies pour l'étude. Cette visualisation est très importante pour déterminer si les conditions expérimentales choisies se situent dans une zone de transition de comportement pour les matériaux étudiés. La présence d'une telle transition pourrait affecter considérablement les résultats et fausser complètement les interprétations qui en découlent.

Nous avons utilisé ces deux types d'analyses lors de ce travail, ces études étant présentées dans le troisième chapitre de ce mémoire.

Nous allons désormais nous intéresser à caractériser les différents comportements que nous pouvons observer sur des matériaux aussi diverses que des métaux, des polymères, des élastomères, des céramiques ou des composites.

La suite de ce chapitre reprend et synthétise les résultats présentés dans le troisième chapitre. Elle constitue donc l'ensemble des caractéristiques scléromètriques que l'on peut obtenir à l'aide d'un test de rayage sur la plupart des matériaux industriels. Nous ne développerons pas cependant la caractérisation des revêtements ou films minces qui est pourtant actuellement l'objet d'un interêt croissant dans de nombreuses industries. Le lecteur comprendra que la caractérisation des films minces est bien plus complexe encore que celle des matériaux massifs, et la compréhension de ces derniers est primordiale pour aborder celle des revêtements.

## B.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX ELASTO-PLASTIQUES.

Les méthodes de caractérisation qui sont présentées ci-dessous sont valables pour des rayures effectuées avec un indenteur Berkovich dont l'orientation des arêtes par rapport à la direction du rayage est connue. Ainsi, les modes d'abrasion que nous pouvons observer sur la quasi totalité des matériaux sont des modes de formation de bourrelets ou de labourage (Kato 1988). L'identification du mode d'abrasion est très importante car la présence

d'un mode de coupe pourrait modifier la signification des paramètres étudiés, comme la largeur de la rayure et la hauteur des bourrelets. Ce mode peut apparaître sur certains matériaux si l'on utilise un indenteur plus aigu, comme un cône peu ouvert, ou un indenteur trigonal (coin de cube ou "cube corner" d'après la désignation anglaise).

### B.2.a. Caractérisation de l'usure des matériaux

Les matériaux ductiles présentent une morphologie de rayure douce avec un sillon central, deux bourrelets latéraux et un bourrelet frontal. Ces géométries sont plus ou moins marquées selon les conditions scléromètriques, la composition et la structure du matériau.

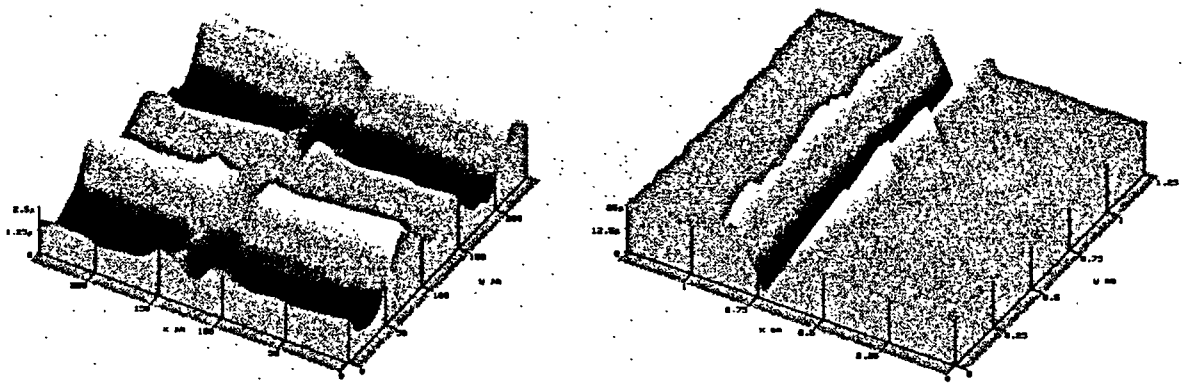
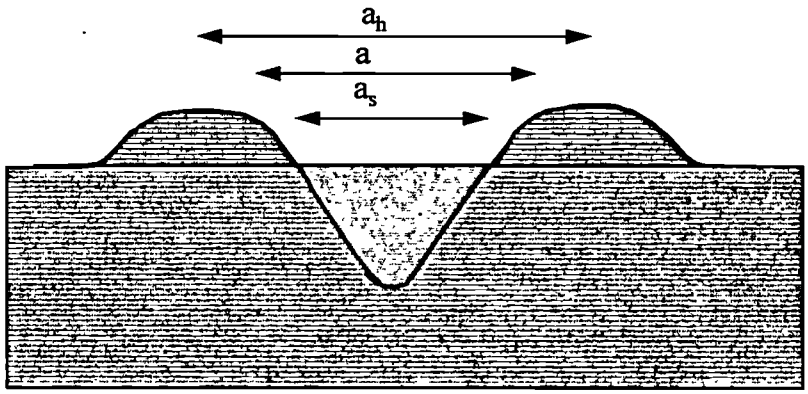


*Figure II. 10 : Topographie 3D de rayures à charge normale et à profondeur imposée sur un matériau ductile*

D'un point de vue tribologique, les paramètres spécifiques de la résistance à l'abrasion, comme l'énergie spécifique Es et la dureté dynamique Hs, permettent de quantifier l'impact énergétique de la déformation des matériaux en surface.

La forme générale d'une rayure observée par un profil transversal est représentée sur la figure suivante :




$A_B = A_{Bg} + A_{Bd}$ : section des bourrelets

$A_T$ : section de rayure rémanente

as : largeur du sillon a la hauteur de la surface initiale
a : largeur du contact indenteur/materiau
ah : largeur entre les sommets des bourrelets

*Figure II. 11 : Définition des paramètres d'usure des matériaux sur un profil transvers.*

Une simple analyse en profilométrie transverse suffit généralement pour mesurer l'usure et la déformation des matériaux ductiles en rayage. Cependant, il est préférable de contrôler la régularité de la rayure avant de poursuivre des interprétations basées sur un tel profil.

Notamment il est souvent nécessaire de prendre en considération l'importance du bourrelet frontal, qui n'est pas toujours relié à celle des bourrelets latéraux, notamment pour des orientations de l'indenteur pour lesquelles une face est dirigée vers la direction du rayage.

Plusieurs paramètres permettent de caractériser l'usure des matériaux :

le volume déformé : $Vd = A_T x L$

le volume d'usure linéïque : $Vl = (A_T - A_B)xL$

le taux d'usure : $\alpha = \dfrac{A_T - A_B}{A_T}$

Le coefficient de frottement f entre deux matériaux peut être obtenu en utilisant des géométries de contact impliquant de grandes surfaces de contact et des faibles degrés de pénétration :

$$f = \frac{Ft}{Fn},$$

Mais ce coefficient dépend beaucoup de la géométrie des corps en contact.

Ensuite il est intéressant de relier l'usure à l'énergie qui a été consommée pour la générer et que l'on peut appeler énergie spécifique d'abrasion :

$$E_S = \frac{F_T}{A_T - A_B} \text{ en J/m}^3$$

**B.2.b. Caractérisation des déformations élasto-plastiques**

Un certain nombre de paramètres donnent des informations intéressantes sur le comportement élasto- plastique des matériaux :

Sa = $\frac{p}{a}$ : caractéristique de la sévérite de l'abrasion, peut être relié au retour élastique du sillon après le passage de l'indenteur, et représentatif du rapport E/H du matériau :

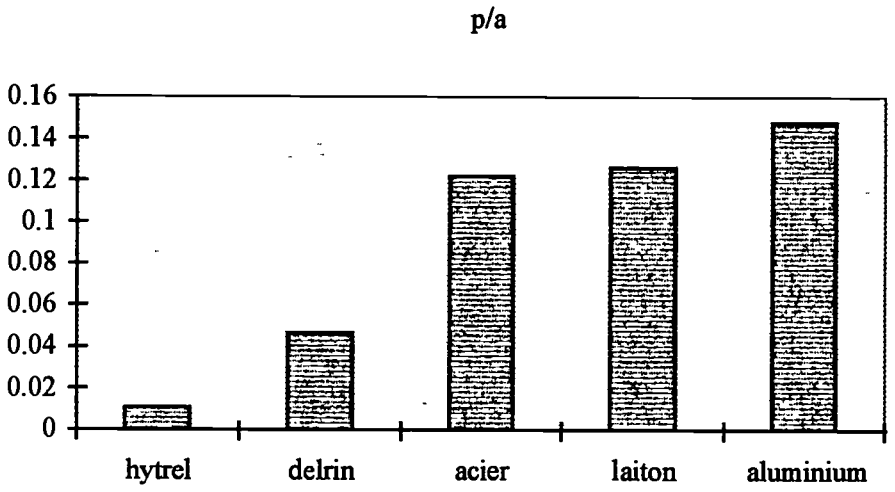



*Figure II. 12 : Evolution du rapport p/a pour différents matériaux classés dans l'ordre E/H croissant.*

La largeur de contact peut être identifiée par la texture du sillon. En effet, on peut considérer que le contact glissant entre l'indenteur et le matériau provoque un changement de texture de la surface du sillon. La largeur de la zone dont la texture est modifiée correspond donc à la largeur de la zone de contact.

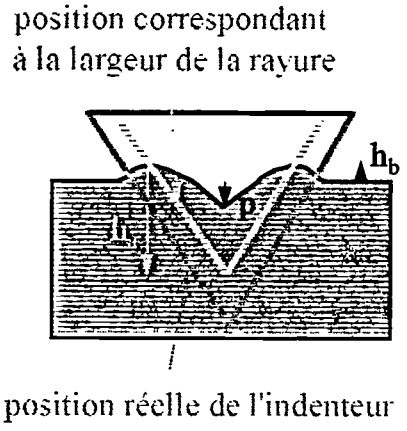



*Figure II. 13 : Définition des hauteurs caractéristiques d'un test de rayage.*

A partir de la largeur du contact et de la forme de l'indenteur, il est possible de définir :

hi = ha - hb - p : la déformation élastique à l'intérieur du contact

ho = h - (ha - hb) : la déformation élastique de la surface à l'extérieur du contact.

Ces différents types de déformations dépendent des propriétés des matériaux, en particulier du rapport E/H, comme l'illustre le graphe ci-dessous.

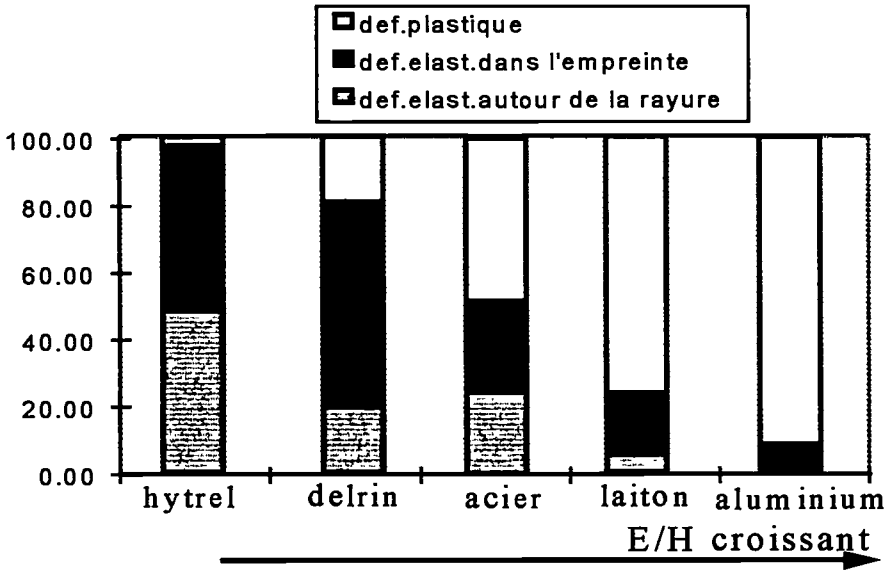



*Figure II. 14 : Evolution des déformations élasto-plastiques au cours d'une rayure en fonction du paramètre rhéologique E/H.*

### B.2.c. Estimation de la surface de contact

Une fois que la profondeur de contact plastique à été déterminée, les surfaces de contact entre l'indenteur et le matériau dans les différentes projections normales et tangentielles pour un indenteur Berkovich sont, pour une face de l'indenteur :

$S_T = 3.714\ ha^2$

$S_N = 7.966\ ha^2$

$S = 8.789*ha^2$

Ces différentes surfaces de contact nous permettent de définir différents types de dureté en rayage :

la dureté de rayage (définition la plus répandue) : $H_S = \frac{F_N}{S_N}$ en Pa

la dureté tangentielle de rayage : $H_T = \frac{F_T}{S_T}$

## B.3. CARACTERISATION DE LA RESISTANCE A L'ABRASION D'ELASTOMERES A FORT COMPORTEMENT VISCO-ELASTIQUE

Les élastomères ont un comportement très particulier du fait de leur grande élasticité et de leur relativement grande résistance à la rupture.

L'étude de ce type de matériaux en abrasion est difficile, et demande une analyse spécifique en terme de sollicitations et d'interprétation des résultats.

En effet, leur grande élasticité provoque souvent de grandes surfaces de contact, ce qui réduit considérablement les pressions de contact et entraîne souvent des phénomènes d'usure adhésive (Maugis et Barquins).

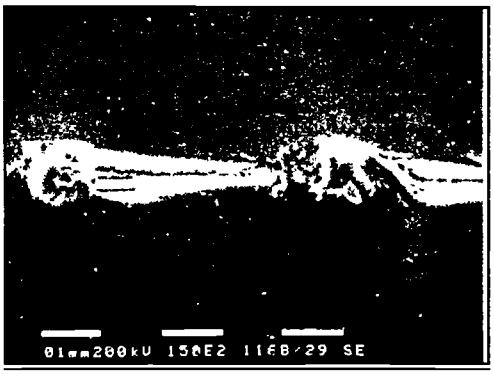
Afin de solliciter ce type de matériaux en abrasion, nous avons utilisé des indenteurs coniques en acier, de faible angle au sommet et très pointus.

Nous avons ainsi pu étudier trois types d'élastomères de compositions voisines afin d'observer comment varie leur comportement en fonction de leur porpriétés rhéologiques.

Tout d'abord, une analyse en Microscopie Electronique à Balayage a permis d'identifier les différents comportements de ces matèriaux.

Le premier de ces matériaux présente de fortes élongations caractéristiques d'un fluage important autour du passage de la pointe. Des rouleaux régulièrement espacés semblent indiquer l'intervention de ruptures de chaines, mais ces dernières ne semlent pas jouer un rôle important d'un point de vue purement énergétique lors du rayage.

En effet, les forces de rayage sont très régulières et l'interaction énergétique trouve son origine dans l'écoulement visqueux du matériau.



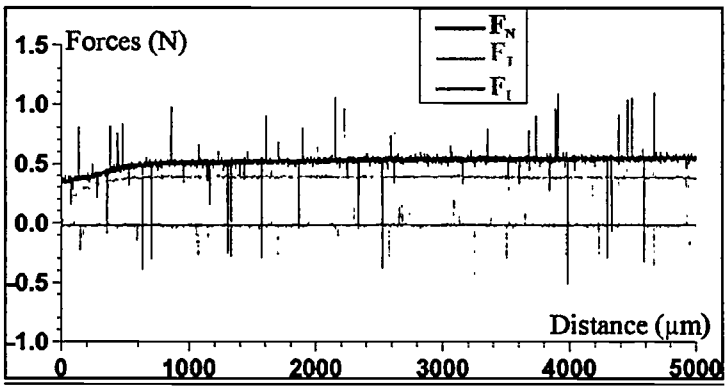




*Figure II. 15 (à gauche) : Mise en évidence du mode d'endommagement par fluage du matériau A*

*Figure II. 16 (à droite) : graphe des forces de rayage sur le matériau A*

Les deux polymères suivants B et C présentent par contre un mode d'endommagement plus fragile. En effet ces matériaux sont beaucoup plus élastiques que le précédent et ne s'endommagent que par rupture en cisaillement et en coupe générée par l'extrémite de la pointe de l'indenteur.

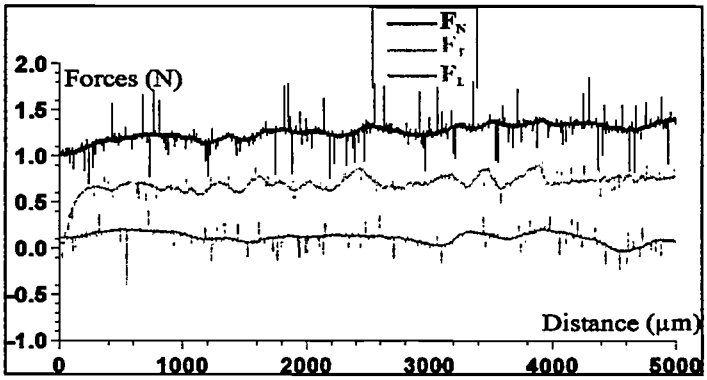



*Figure II. 17(à gauche) : Mise en évidence du mode d'endommagement par fracturation du matériau B*

Cette fois-ci, les ruptures semblent jouer un rôle notable dans le comportement global des matériaux et leur résistance à l'usure, puisque ces fracturations génèrent des variations des forces de rayage.

L'analyse de la taille des endommagements en fonction des sollicitations permet de définir une classification de ces matériaux que nous pouvons ainsi relier à leur propriétés rhéologiques.

En effet, nous avons remarqué que la largeur de la trace d'usure évoluait différemment pour les trois matériaux.

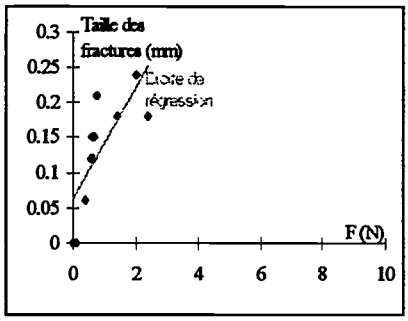



*Figure II. 18 : Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau A*

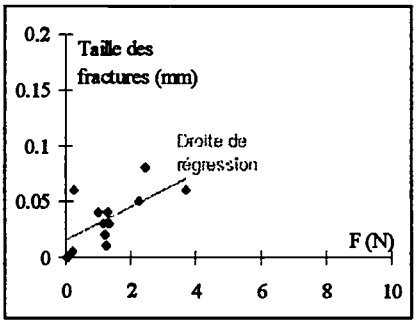



*Figure II. 19: Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau B*

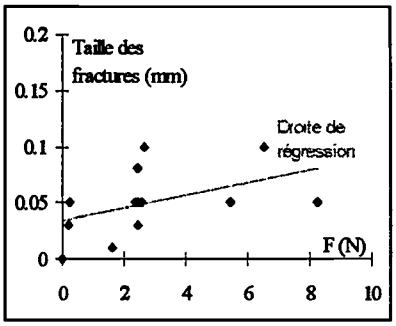



*Figure II. 20 : Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau C*

Afin de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement de ces matériaux et les paramètres qui influencent ces comportements, nous avons réalisé des essais en recouvrant la surface de l'élastomère par un lubrifiant à base d'huile. Des essais préliminaires avec un indenteur émoussé de 120 degrés d'angle au sommet montrent l'effet lubrifiant de ce liquide.

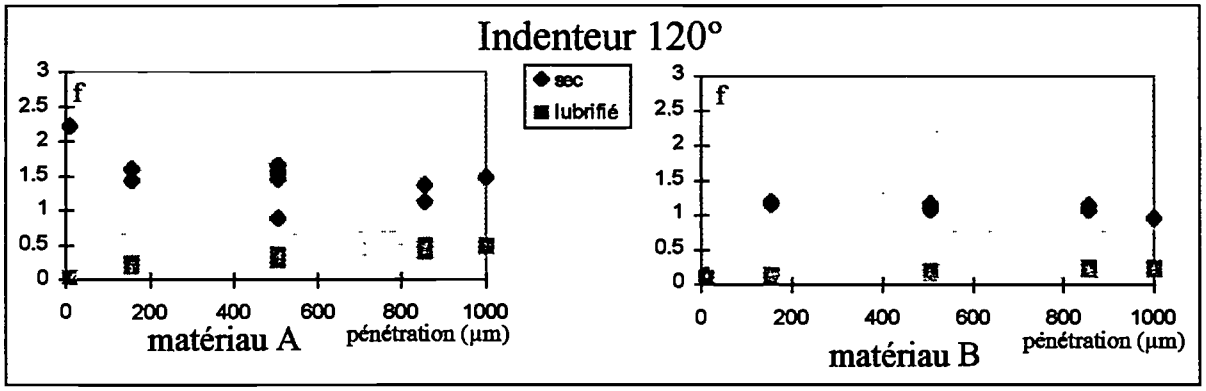



*Figure II. 21 : Tracé du coefficient de frottement en fonction de la pénétration, pour des vitesses variées pour un indenteur de 120° émoussé.*

Les essais réalisés avec un indenteur d'angle au sommet de 75 nous ont permis d'observer l'influence du coefficient de frottement sur les mécanismes d'endommagement des différents élastomères. Nous avons ainsi pu observer que la lubrification ne jouait aucun rôle sur le frottement et l'usure des élastomères B et C qui présentent des fractures autour de la pointe, alors que les phénomènes de fluage intervenant dans le matériau A se trouvent modifiés par la lubrification de surface. Ceci laisse penser que ce fluage intervient lors du frottement entre le matériau et la pointe de l'indenteur.

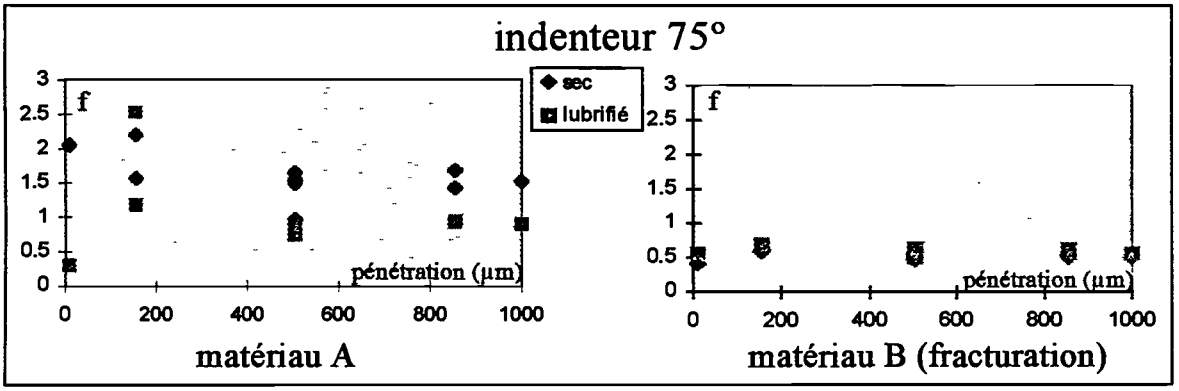



*Figure II. 22 : Tracé du coefficient de frottement en fonction de la profondeur de pénétration de rayage. (Différentes vitesses ont été utilisées, ce qui explique la dispersion des valeurs pour une même pénétration.)*

## B.4. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT DES MATERIAUX FRAGILES

La particularité des matériaux fragiles vient de l'hétérogénéïté de leur comportement sclérométrique. Pour étudier ce dernier, il faut donc tenir compte de l'évolution des réponses du matériau au cours du rayage.

Tout d'abord, pour quantifier l'usure générée par une rayure fragile, il est nécessaire de mesurer le volume d'usure sur toute la longueur de la partie centrale de la rayure, car un simple profil transvers ne suffit plus à représenter l'usure du matériau.

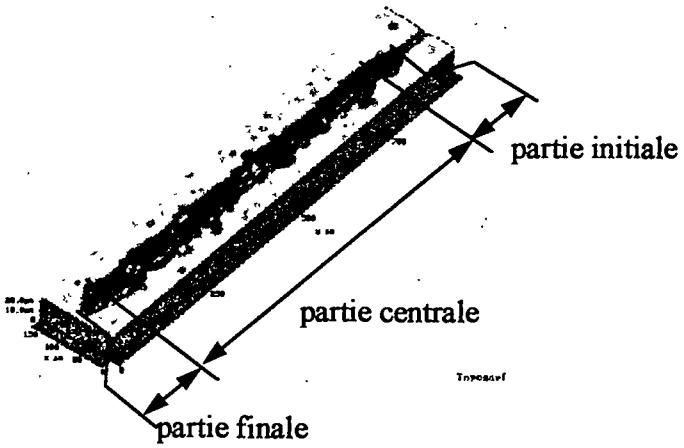



*Figure II. 23 : Définition de la zone cenrale d'une rayure fragile sur une céramique.*

Ainsi, pour obtenir les propriétés que nous avons présenté dans le paragraphe précédent, pour les matériaux ductiles, les formules suivantes doivent être utilisées :

$$Es = \frac{Ft.L}{Vol} \text{ en J/m}^3$$

$Hs = \frac{Fn.L^2}{Sr^2}$ en Pa, correspondant au quotient de la force normale sur le carré de la largeur moyenne de la rayure

$$f = \frac{Ft}{Fn}$$

$Kf = \frac{Sr}{Vol}$ en $m^{-1}$, encore appelé étalement de la rayure, car il correspond à l'ouverture des flans de la rayure, caractérisée par la largeur de la rayure divisée par sa profondeur.

Cependant, chaque matériau a ses caractéristiques intrinsèques et de nouveaux paramètres peuvent alors être définis, en s'appuyant sur la superposition des courbes de forces et la morphologie des rayures. L'étude sur

les céramiques, dans le troisième chapitre permettra de définir de nouveaux paramètres spécifiques des mécanismes de fracturation.

Pour les matériaux présentant un comportement fragile, il est souvent intéressant de quantifier les sollicitations pour lesquelles ce comportement fragile apparaît. Cette transition de comportement peut être identifiée à partir d'une observation au microscope optique ou électronique à balayage, ou par une mesure topographique tridimensionelle de la rayure. En effet, la forme de celle-ci indique très clairement l'intervention de mécanismes fragiles.

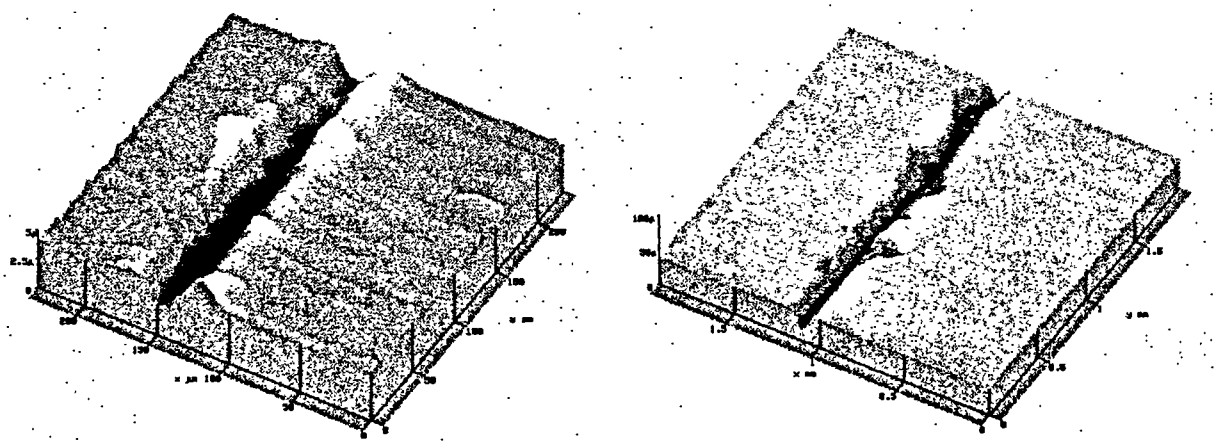


*Figure II. 24 : Illustration de la transition du comportement ductile / fragile. La figure de gauche présente une rayure à faible charge, et celle de droite une rayure à pénétration importante qui révèle un phénomène d'écaillage latéral. Ces rayures ont été réalisées sur le même matériau.*

L'analyse des forces de rayage présente également des indices de fracturation qui peuvent parfois s'avérer plus sélectifs sur le mode de déformation du matériau que la morphologie de la rayure.

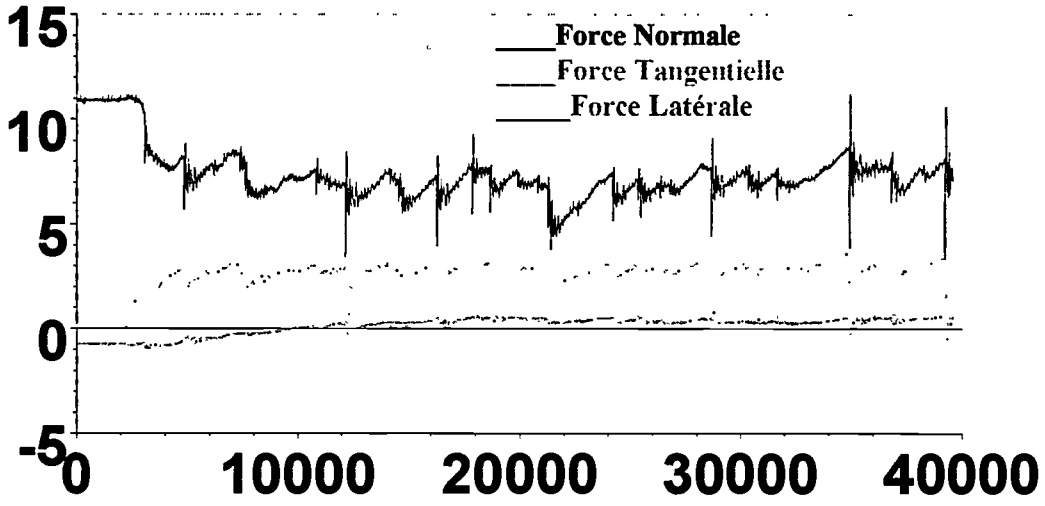



*Figure II. 25 : Forces de rayage (N) pour un matériau fragile montrant l'impact énergétique des mécanismes de fracturation, en fonction du nombre de points d'acquisition (20 000 Hz).*

La figure précédente montre l'évolution des forces de rayage. Au cours de ce rayage, des mécanismes de fracturation engendrent une série de chutes des forces. Ces dernières sont reliées à la contrainte de fracturation, à l'énergie libérée dans la fracture ainsi qu'à la taille et à la profondeur des écailles qui en résultent.

## B.5. MATERIAUX HETEROGENES ET COMPOSITES

De la même facon que pour les matériaux fragiles, la comparaison des forces et de la morphologie de la rayure permet de comprendre et de quantifier les mécanismes locaux de déformation des différents constituants des matériaux composites.

Ceci permet d'estimer le module de flexion et la contrainte à la rupture des fibres dans une matrice. Les liaisons interfaciales fibres / matrice peuvent donc également être étudiées par cette technique, puisqu'elles modifient le comportement des fibres dans la masse du matériau.

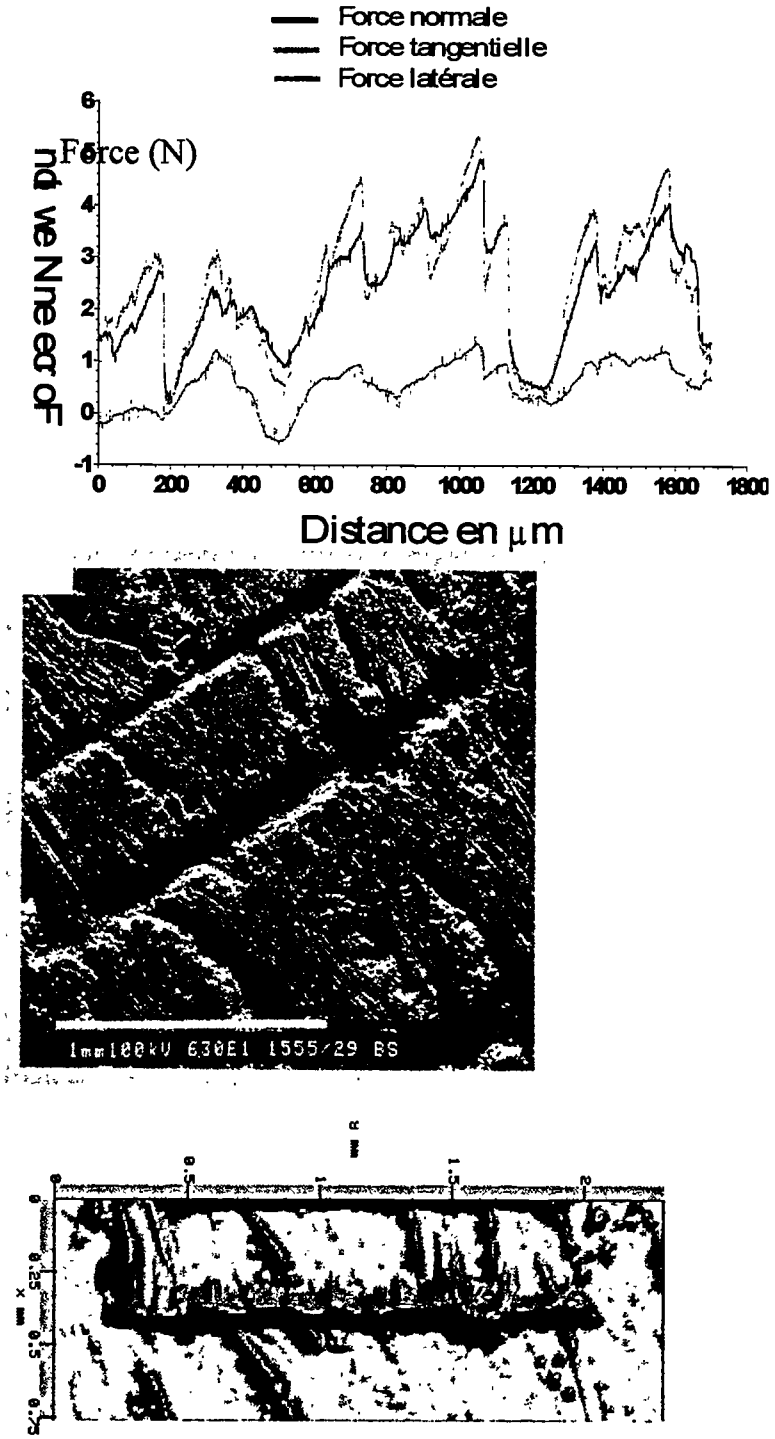



*Figure II. 26 : Corrélation entre les forces de rayage et la morphologie de la surface rayée sur un matériau composite.*

# C. CONCLUSION

Ce second chapitre présente donc la structure et le fonctionnement du dispositif de test scléromètrique qui à été développé pendant ce travail. Sa conception simple, sa structure rigide et la précision du capteur de forces permettent de réaliser des expériences reproductibles donnant une réponse fiable du comportement du matériau.

La programmation des expériences et le traitement des résultats réalisés à l'aide d'un logiciel développé sous l'environnement Windows procurent une convivialité d'utilisation à cette machine qui la rendent accessible à un grand nombre d'utilisateurs même non spécialistes de la technique scléromètrique.

La gamme des matériaux et des comportements que ce dispositif permet d'étudier est étendue grâce à la grande fréquence d'acquisition des forces qui permet d'analyser les mécanismes éphémères telles que les fracturations et les comportements complexes des matériaux composites.

Une aide sou forme de logiciel permet d'appliquer facilement une méthodologie expérimentale simple qui autorise l'utilisateur à analyser une grande gamme de profondeurs de pénétration en même temps qu'une large variété de vitesses de rayage sans effectuer un nombre considérable d'expériences.

Cependant, même s'il est relativement facile de quantifier des paramètres scléromètriques, il reste une étape délicate en tribologie qui consiste à comprendre le comportement des matériaux à travers ces paramètres.

Notamment, nous avons vu que pour analyser le comportement des matériaux ductiles, il fallait prendre en considération à la fois les déformations élastiques et la formation de bourrelets frontaux et latéraux autour de l'indenteur. La topographie tridimensionnelle de la rayure nous renseigne alors efficacement sur l'intervention de ces différents types de déformations.

Pour les matériaux fragiles, l'acquisition rapide des forces pendant le rayage procure, en plus de la mesure tridimensionnelle de la morphologie de la rayure, des informations dynamiques permettant par exemple de localiser une transition de comportement vers des mécanismes de fracturation visibles sur les forces.

Nous verrons dans le troisième chapitre comment l'évolution des forces pendant un test de rayage est reliée à l'usure de la surface, mesurée par topographie tridimensionnelle. Cette mesure topographique prenant encore beaucoup de temps, l'analyse de ces forces de rayage permet désormais une quantification rapide de la résistance à l'usure par écaillage d'un matériau fragile.

# Troisième chapitre

## APPLICATION DE LA SCLEROMETRIE A LA CARACTERISATION DE DIFFERENTS TYPES DE MATERIAUX

# Sommaire du troisième chapitre

**A. ANALYSE DE L'ECOULEMENT ELASTO-PLASTIQUE DES MATERIAUX DUCTILES LORS DE LA CREATION D'UNE RAYURE ..... 64**

A.1. INTRODUCTION ..... 64
A.2. EXPERIENCES ..... 65
A.3. QUANTIFICATION DES DEFORMATIONS ELASTIQUES INTERVENANT AU COURS D'UNE RAYURE ..... 68
A.4. ETUDE DU FACTEUR DE FORME $c^2$ DANS LE CAS DU RAYAGE ..... 70
A.5. ESTIMATION DE LA DURETE DE RAYAGE ..... 74
*A.5.a. Estimation de la contrainte de frottement ..... 78*
A.6. CONCLUSIONS ..... 79

**B. ÉTUDE SCLEROMETRIQUE DU COMPORTEMENT DES CERAMIQUES D'ALUMINE ..... 81**

B.1. INTRODUCTION ..... 81
B.2. EXPERIENCES SCLEROMETRIQUES ..... 83
*B.2.a. Matériaux étudiés ..... 84*
*B.2.b. Types de fluides utilisés ..... 84*
*B.2.c. Echelles de sollicitation ..... 85*
*B.2.d. Interprétation des courbes de forces ..... 88*
*B.2.e. Présentation des résultats ..... 90*
B.3. IDENTIFICATION ET CARACTERISATION DU COMPORTEMENT A L'ABRASION DES DIFFERENTES CERAMIQUES A BASE D'ALUMINE ..... 92
*B.3.a. Morphologies spécifiques des rayures ..... 92*
*B.3.b. Notion de microfracturation ..... 93*
*B.3.c. Analyse comparative des céramiques A et B. ..... 96*
B.4. ÉVOLUTION ET SIGNIFICATION DES PARAMETRES ..... 98
*B.4.a. Evolution du coefficient de frottement. ..... 98*
*B.4.b. Etude de la chute de force. ..... 100*
*B.4.c. Analyse du taux de fracturation (nombre de fractures par unité de longueur de rayage) ..... 102*
*B.4.d. Influence de l'environnement ..... 103*
B.5. INTERPRETATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'ACTION DES FLUIDES ..... 105
B.6. CONCLUSIONS ..... 107

# A. ANALYSE DE L'ECOULEMENT ELASTO-PLASTIQUE DES MATERIAUX DUCTILES LORS DE LA CREATION D'UNE RAYURE

## A.1. INTRODUCTION

Les comportements élastiques et plastiques sont certainement les comportements les plus étudiés et les mieux modélisés à l'heure actuelle. Cependant, l'analyse expérimentale du comportement scléromètrique des matériaux élasto-plastiques nécessite une attention toute particulière afin de prendre en considération tous les phénomènes qui interviennent lors de la création d'une rayure sur ce type de matériau. En effet, pour ces matériaux, il est important de connaître la surface de contact entre l'indenteur et le matériau pendant le rayage pour en déduire la pression moyenne et avoir une estimation de la dureté de rayage. Par ailleurs, la connaissance de cette surface de contact permet de comprendre et de quantifier les différents types de déformations (élastiques et plastiques) que subit le matériau autour de la rayure.

Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre, le rayage a beaucoup été utilisé comme modèle d'usure élémentaire des surfaces. C'est ainsi que, le comportement scléromètrique des matériaux, caractérisé par le volume d'usure ou la dureté de rayage définie à partir du rapport $Fn/a^2$, a été relié aux propriétés rhéologiques des matériaux (dureté, module d'Young, paramètre rhéologique E/H) *(Tabor (1970) [37], Larsen Badse (1966) [18], Mathia (1986) [33])*.

Peu d'auteurs se sont jusqu'ici intéressés à la caractérisation de la pression moyenne de contact entre l'indenteur et le matériau pour définir la dureté dynamique *(De Vathaire (1981) [36])* et comprendre l'écoulement du matériau autour de l'indenteur (*Challen (1979) [26]*, lignes de glissement). Nous remarquons d'ailleurs que ces auteurs s'appuyent sur les méthodes développées en indentation normale. En effet, de nombreux résultats existent pour ce test, qui génère des comportements moins complexes qu'en rayage.

Nous allons donc, en nous référant aux résultats d'indentation, identifier les comportements élasto-plastiques en rayage, pour définir une méthode de calcul de la surface de contact entre l'indenteur et la surface du matériau, et ainsi étudier l'influence des propriétés rhéologiques des matériaux, E, H et E/H, sur les déformations élasto-plastiques intervenant lors de la création d'une rayure.

## A.2. EXPERIENCES

Tout d'abord, tentons d'observer le comportement de quelques matériaux ductiles. Pour cela nous avons choisi cinq matériaux en raison de leur propriétés rhéologiques intéressantes.

| | Dureté statique daN/mm² | Module d'élasticité GPa |
|---|---|---|
| Acier (100C6) | 10.3 | 200 |
| Laiton | 1.5 | 120 |
| Aluminium (AU4G) | 0.68 | 69 |
| Delrin (polymère industriel d'acétate) | 0.21 | 2.9 |
| Hytrel (élastomère thermoplastique) | 0.5 | 0.2 |

*Figure III. 1 : Tableau résumant les propriétés rhéologiques des matériaux étudiés.*

Lors de cette étude nous avons réalisé 2 rayures de 50 µm de profondeur de pénétration commandée à la table verticale du dispositif expérimental sur chaque matériau, avec un indenteur Berkovich. L'orientation de l'indenteur a tout d'abord été fixée de telle sorte que l'arête de l'indenteur soit dans la direction du rayage. Plus loin, nous verrons qu'il est intéressant de faire varier cette orientation pour générer des morphologies d'écoulement différentes.

Compte tenu des caractéristiques du scléromètre et de la dureté des matériaux, nous avons obtenu différentes profondeurs de pénétration de l'indenteur par rapport à la surface initiale du matériau au cours du rayage.

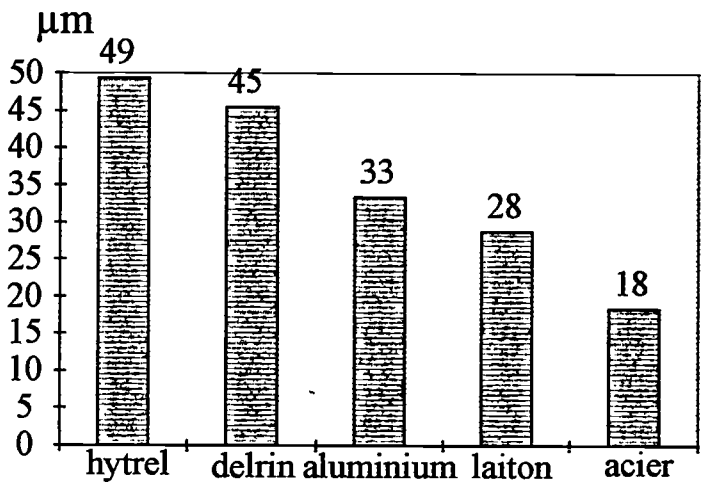



*Figure III. 2 : Evolution de la profondeur réelle de rayage en fonction du module d'Young pour une profondeur commandée à la table verticale du scléromètre de 50 µm (voir second chapitre).*

L'observation des rayures que nous venons de réaliser et la mesure topographique de leur morphologie nous permettent de mesurer leur profondeur et leur largeur rémanentes.

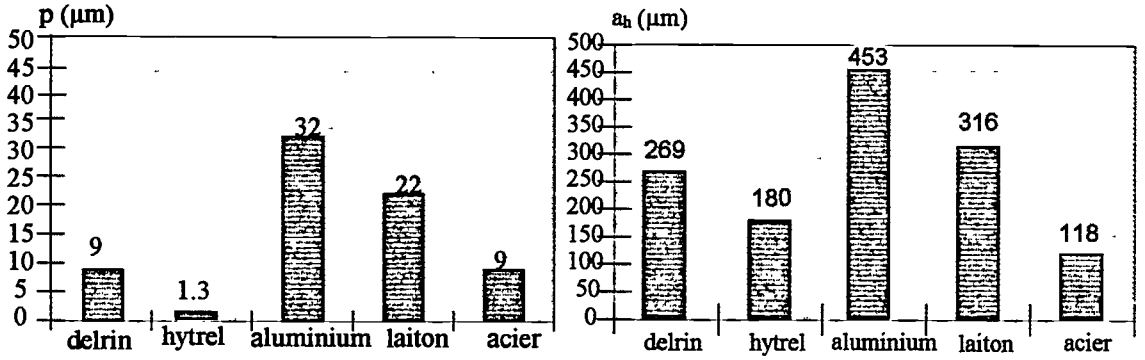



*Figure III. 3 : Evolution de la profondeur rémanante p et de la largeur a des rayures pour 50 µm de profondeur commandée.*

Nous voyons sur cette dernière figure que la dureté n'est plus significative de l'évolution de ces paramètres, paramètres qui caracterisent pourtant le comportenment plastique des matériaux. Les polymères et les métaux se distinguent par leur comportement et nous allons tenter de comprendre l'origine de ces derniers, en particulier en introduisant les propriétés élastiques de ces matériaux.

Un facteur rhéologique important a été introduit en indentation pour caractériser le comportement élasto-plastique des matériaux. Ce facteur est le rapport $\frac{E}{H}$, récemment complété par un coefficient caractéristique de la forme de l'indenteur utilisé, et qui devient $X = \frac{E \cot\theta}{\sigma_o}$ où θ est l'angle entre les faces de l'indenteur et le plan de la surface initiale du matériau, et $\sigma_o$ est la pression d'écoulement du matériau *(Ph. Laval (1995) [80])*.

Nous trouvons donc ici une analogie intéressante entre les résultats de rayage et d'indentation :

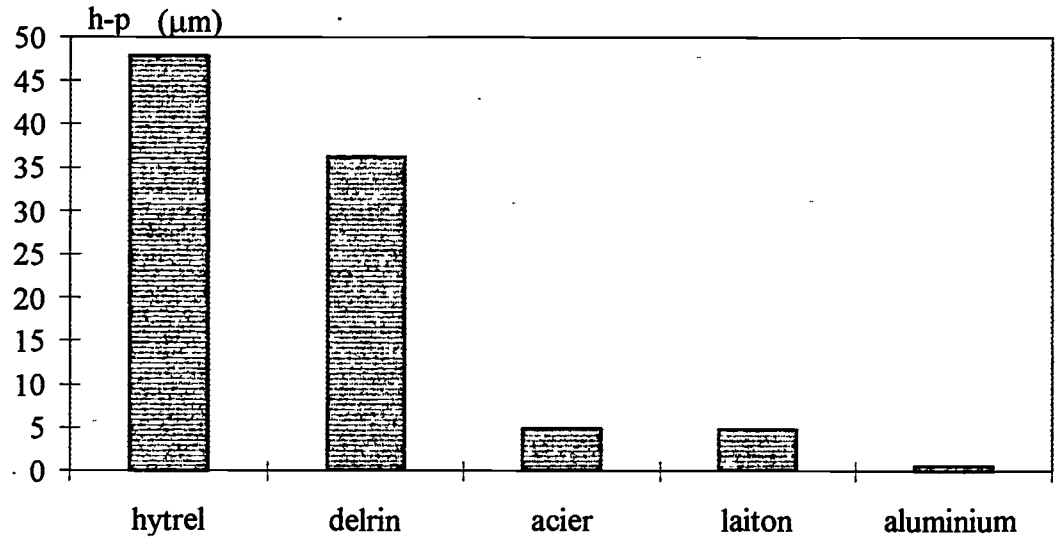



*Figure III. 4 : Evolution de h-p pour des rayures de 50 µm de profondeur commandée, les matériaux étant classés dans l'ordre E/H croissant.*

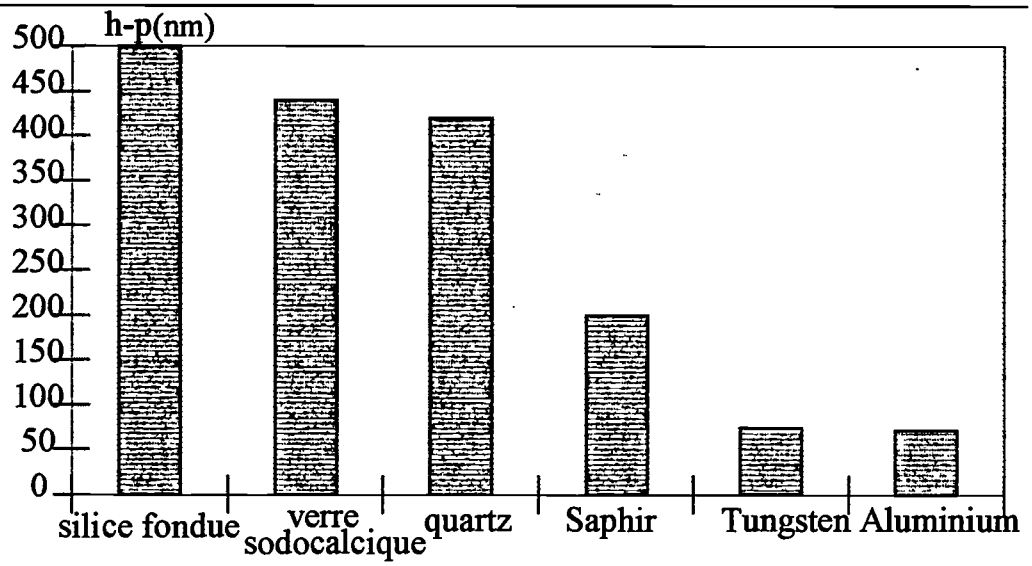



*Figure III. 5 : Evolution de h-p pour des indentations de 120 mN (W. Oliver et G. M. Pharr (1992) [79]) , les matériaux étant classés dans l'ordre E/H croissant.*

Ces deux graphes nous montrent en effet une analogie remarquable entre le comportement en indentation normale et en rayage en fonction du paramètre rhéologique E/H.

Par ailleurs, le profil transvers d'une rayure nous montre la présence de bourrelets latéraux de chaque coté de la rayure. L'importance de ce bourrelet varie également avec les propriétés rhéologiques du matériau.

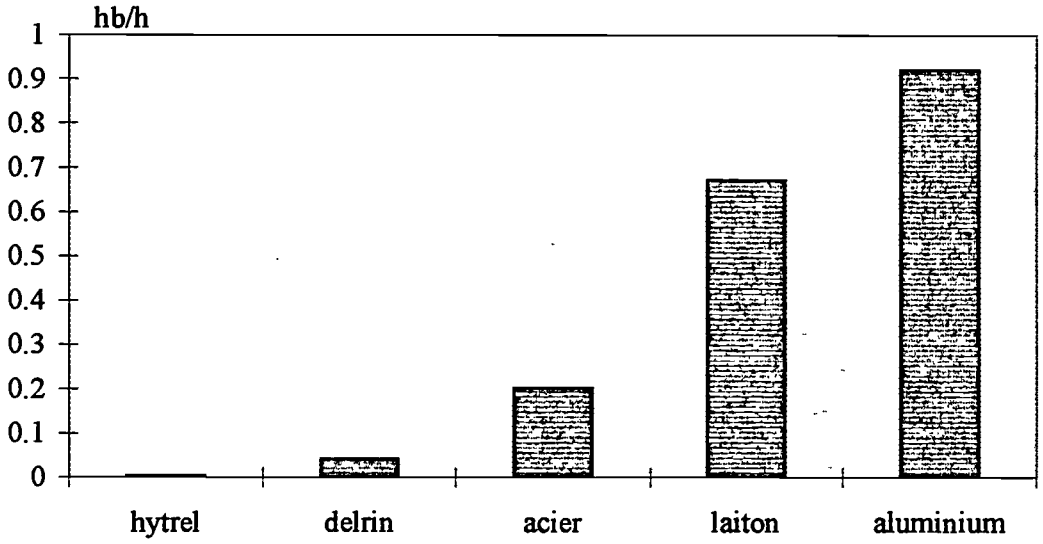



*Figure III. 6 : Evolution de la hauteur relative des bourrelets par rapport à la profondeur réelle de rayage en fonction du paramètre rhéologique X.*

## A.3. QUANTIFICATION DES DEFORMATIONS ELASTIQUES INTERVENANT AU COURS D'UNE RAYURE

L'observation au microscope optique ou électronique des rayures nous permet de reconnaître une zone bien définie sur la plupart des matériaux, dans laquelle la texture de la surface a changée.

Ce changement de texture provient du frottement entre l'indenteur et la surface du matériau. La largeur de cette zone située dans le sillon de la rayure définit alors la largeur de contact entre l'indenteur et le matériau. L'erreur que l'on commet ici est très faible pour des indenteurs assez ouverts comme l'indenteur Berkovich, et est due au retour élastique de la matière qui peut ne pas être vertical.

Cette largeur de contact nous permet de définir une profondeur de contact plastique de l'indenteur dans le matériau en superposant la géométrie de l'indenteur à celle de la rayure rémanante, comme le montre la figure suivante.

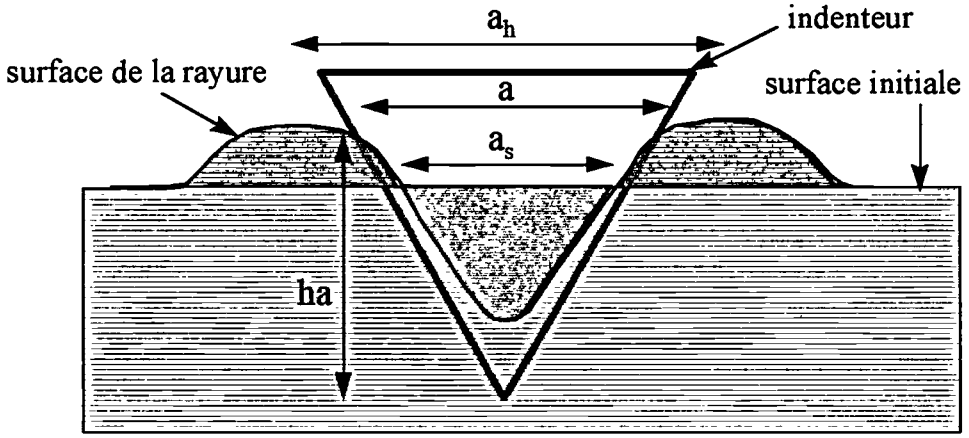



*Figure III. 7 : Définition de la profondeur de contact plastique en rayage : ha*

La différence entre la pénétration plastique ha et la profondeur rémanante p de la rayure caractérise le retour élastique du matériau à l'interieur du sillon de la rayure : hi = ha - p - hb.

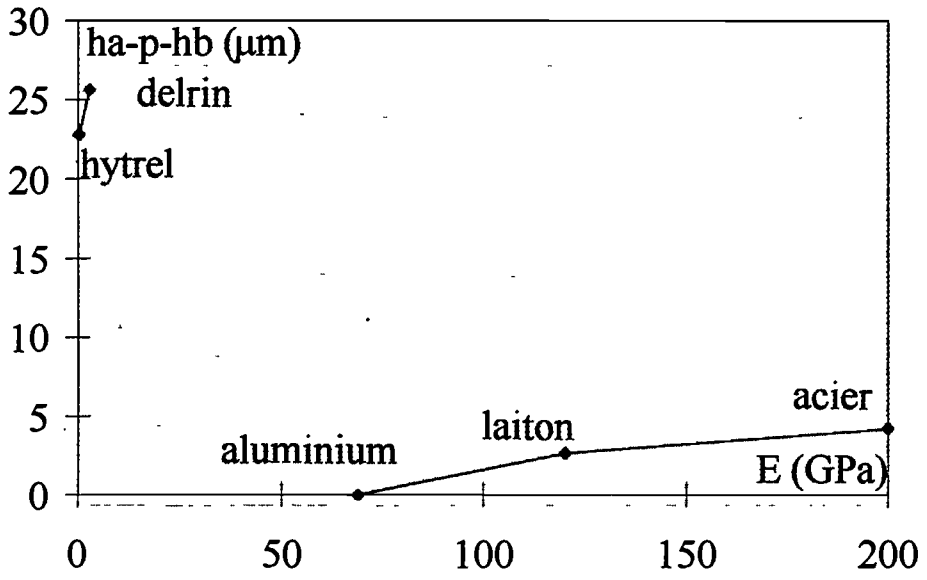



*Figure III. 8 : Evolution des déformations élastiques à l'intérieur de la zone de contact en fonction du module d'Young des matériaux.*

La comparaison entre la profondeur ha et la profondeur réelle de pénétration de l'indenteur sous la surface initiale du matériau h définit la déformation élastique de la surface autour de la rayure par le paramètre ho = h - ha + hb *(J.L. Loubet (1986) [78])*.

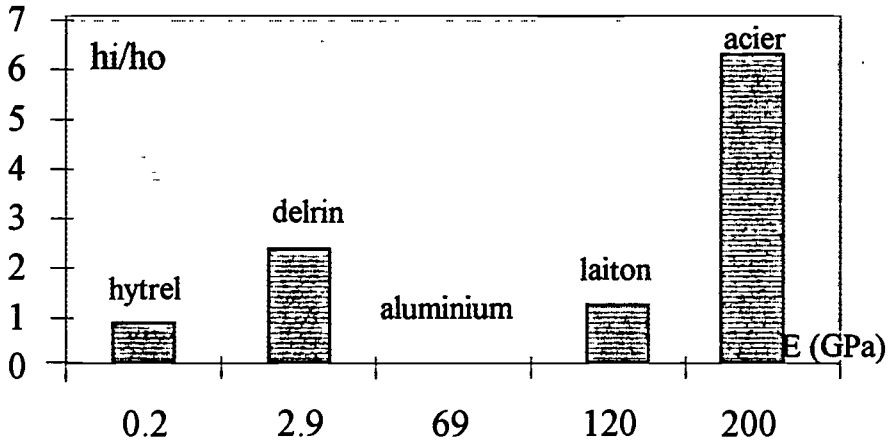



*Figure III. 9 : Evolution du rapport entre les déformations élastiques à l'intérieur et à l'extérieur du contact au cours d'un ravage.*

Ce graphe nous montre que plus le matériau est rigide, plus la déformation à l'intérieur du contact devient importante vis à vis de la déformation globale de la surface autour de la rayure.

Cette distinction entre les deux types de déformations élastiques est importante pour le calcul de la surface de contact, car le premier hi ne modifie pas la surface de contact alors que le second ho la modifie considérablement.

La seule connaissance de la profondeur de rayage et de la rayure rémanante ne ne suffit donc pas pour estimer la surface réelle de contact.

Les différentes déformations intervenant lors d'une rayure sont présentées pour les matériaux que nous avons testés dans le graphe ci-dessous.

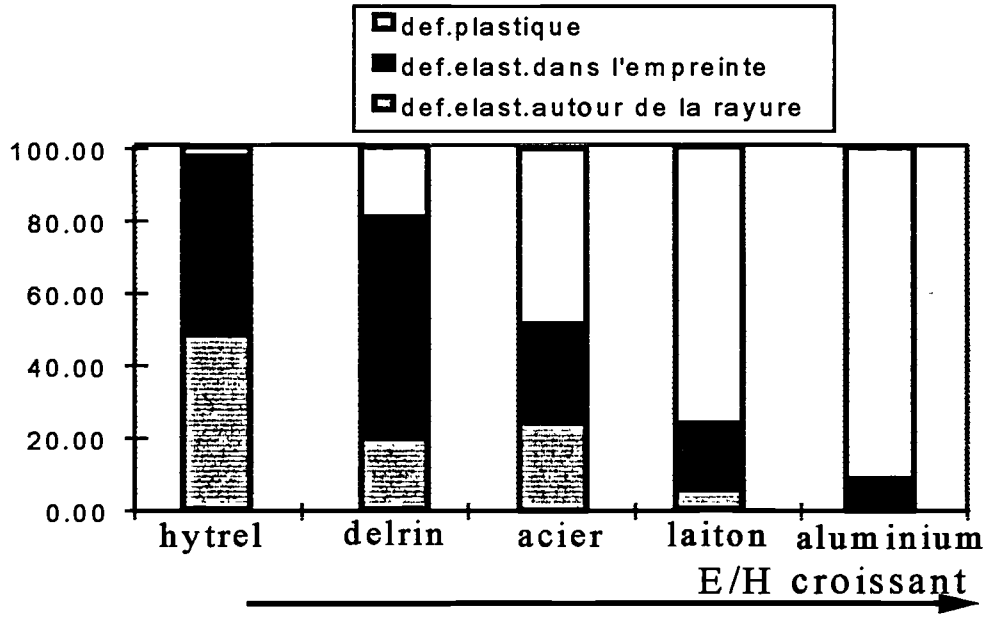



*Figure III. 10 : Evolution des différentes déformations élasto-plastiques au cours d'une rayure en fonction du paramètre rhéologique E/H.*

## A.4. ETUDE DU FACTEUR DE FORME $c^2$ DANS LE CAS DU RAYAGE

Afin d'estimer la profondeur de contact plastique au cours d'une indentation, il est pratique d'utiliser le paramètre $c^2$. Ce dernier représente le rapport entre la profondeur plastique et la profondeur totale de l'indentation et est défini par $c^2 = \frac{a\cot\theta}{2h}$.

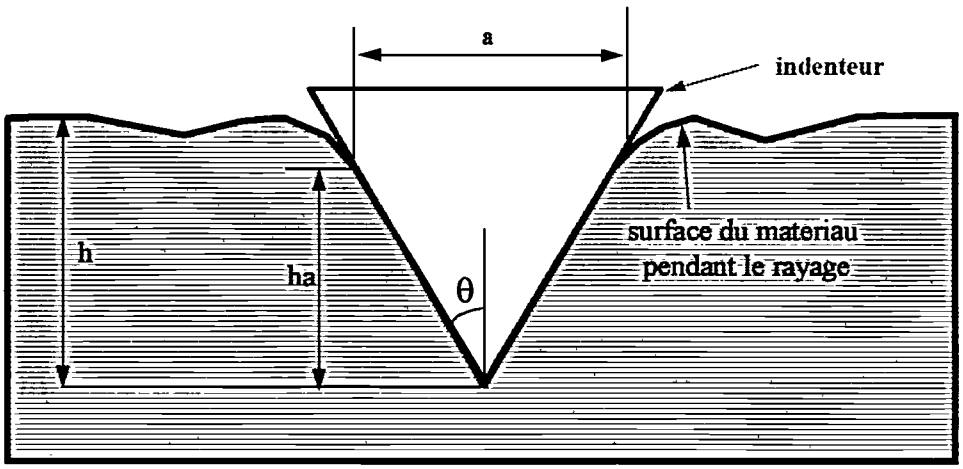



*Figure III. 11 : Schématisation de la déformation de la surface au cours d'une rayure, définition et comparaison de la profondeur de rayage et de la profondeur de contact plastique.*

Très récemment, *Ph. LAVAL (1995) [80]* a déterminé ce facteur en fonction du paramètre rhéologique X des matériaux sous la forme :

$$c^2 = 0.51921 + 0.32598 \log X .$$

*Loubet et al. (1986) [78]* estiment le facteur de forme par $c^2 = \frac{p+hb}{p}$,

et *Ritter J.E. et coll. (1992) [83,84]* utilisent la définition $c^2 = \frac{a_h}{a_s}$. D'après *Frohlich F. et coll. (1977) [85]*, ce facteur serait une caractéristique du matériau.

L'étude de ces paramètres, pour le rayage, montre que ces derniers évoluent effectivement avec les propriétés des matériaux, mais les relations établies pour l'indentation ne sont pas toujours vérifiées pour le rayage.

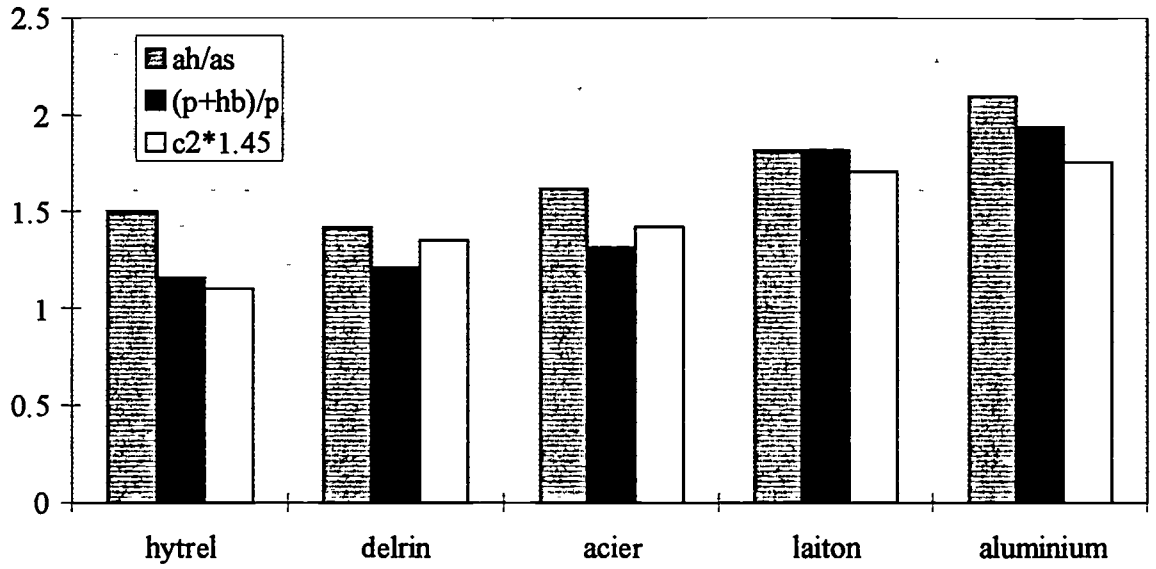



*Figure III. 12 : Evolution des différentes définitions du facteur de forme $c^2$ en fonction du paramètre rhéologique X.*

Nous pouvons voir ici que le facteur de forme défini à partir du paramètre X n'est pas tout à fait égal aux deux autres définitions et un facteur a dû être introduit. Mais l'évolution de ces trois paramètres est sensiblement identique en fonction des propriétés rhéologiques des matériaux.

Le facteur multiplicatif de $c^2$ peut être représentatif de l'importance plus grande des bourrelets autour d'une rayure par rapport aux bourrelets formés autour d'une simple indentation.

Le graphe suivant nous montre en effet que le facteur de forme $c^2$ sous-estime la surface de contact lorsque les bourrelets sont importants par rapport aux dimensions de la rayure, c'est à dire que $c^2$ est supérieur à 1, alors qu'il la surestime lorsque ce dernier est inférieur à 1.

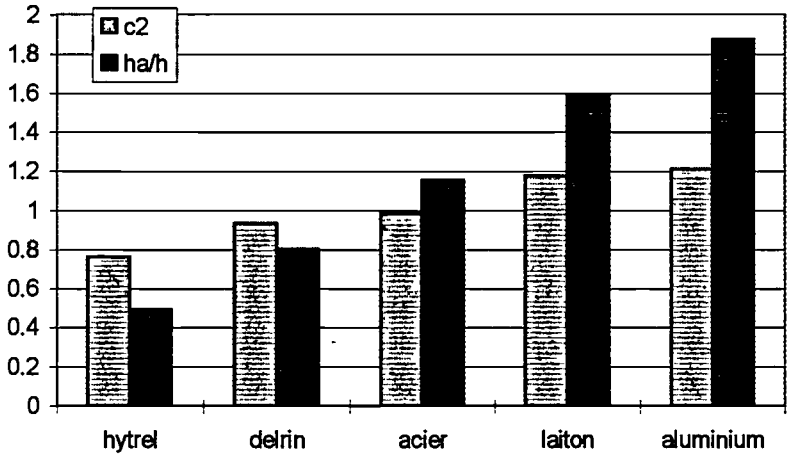



*Figure III. 13 : Comparaison de $c^2$ obtenu par la formule de Ph. Laval avec les valeurs expérimentales de ha/h en rayage.*

Cependant, comme le montre la figure III.8, ces paramètres ne correspondent pas tout à fait, et la relation suivante peut être établie entre eux :

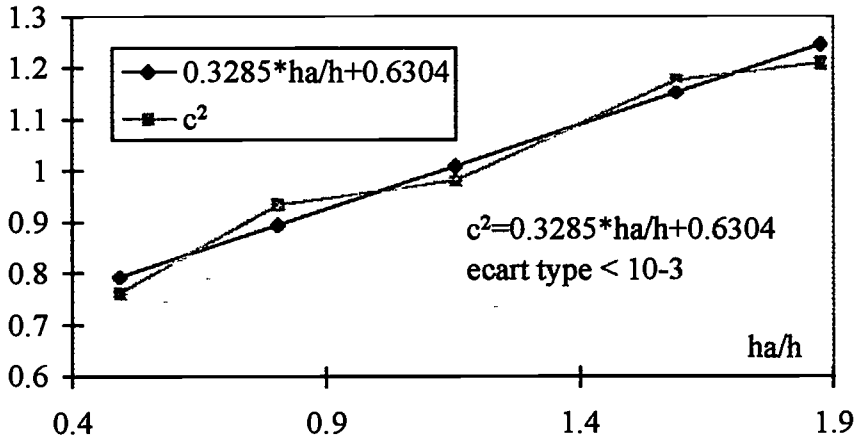



*Figure III. 14 : Relation entre $c^2$ et le rapport ha/h au cours d'un rayage, pour différents matériaux ductiles*

Nous pouvons observer que, pour des matériaux très différents comme des polymères et des métaux, la relation

$c^2 = 0.3285\frac{h_a}{h} + 0.6304$ suit d'assez près la valeur obtenue par la relation $c^2 = 0.51921 + 0.32598 \log X$ d'après *Ph. LAVAL (1995) [80].*

On obtient ainsi la relation suivante : $\frac{h_a}{h} = 0.41498 \log\frac{E}{H} - 0.14224$

## A.5. ESTIMATION DE LA DURETE DE RAYAGE

L'objectif principal de la quantification des déformations élastiques et plastiques pendant un processus de rayage est l'estimation de la pression moyenne du contact entre l'indenteur et le matériau.

En effet, la détermination de la profondeur de contact plastique et de la géometrie des bourrelets permet de calculer la surface réelle de contact pendant le rayage.

$S = \frac{\tan 65 \tan 60}{\cos 65} h_a^2 = 8.789.h_a^2$ est l'aire pour une face correspondant à la hauteur ha au-dessus de la pointe d'un indenteur Berkovich.

La présence du bourrelêt frontal nous amène à considérer une surface supplémentaire de contact provoquée par ce même bourrelet :

$$\Delta S = \frac{1}{2}\left[\left(h_{b_f} - \frac{h_{b_m}}{2}\right)\sqrt{3\tan^2 65\left(2h_a + h_{b_m}\right)^2 + h_{b_m}{}^2} + 2h_{b_m}\sqrt{3}\tan 65 h_a\right]$$

où $h_{bf}$ est la hauteur maximale du bourrelet frontal et $h_{bm}$ est la moyenne des deux bourrelets latéraux. Cette formule est établie à partir de la forme générale d'un bourrelet frontal, correspondant à un triangle sur la face frontale de l'indenteur au dessus du niveau des bourrelêts latéraux $h_{bm}$.

Cette surface de contact prend donc en compte à la fois la présence de bourrelêts et l'effet de la déformation élastique autour de la rayure sur la surface de contact.

Une fois que la surface de contact est définie, nous pouvons étudier précisémment comment le transfert d'énergie s'effectue entre l'indenteur et le matériau, car les forces de rayage sont appliquées sur cette surface de contact.

Il est facile de concevoir que la surface de l'indenteur va subir une pression normale, due à la résistance à la déformation du matériau, et un frottement, dû au déplacement relatif de l'indenteur vis à vis du matériau.

Par analogie avec l'indentation normale, cette pression normale sera assimilée à la dureté de rayage. Le frottement du matériau contre les faces de l'indenteur peut être défini par sa valeur et sa direction.

On peut alors intégrer ces contraintes, que l'on supposera uniformes, sur les faces de l'indenteur qui sont en contact avec le matériau. On obtient une relation entre les forces de rayage, la morphologie de la rayure et les contraintes définies ci-dessus, représentant la dureté de rayage du matériau et le frottement interfacial indenteur/matériau.

Ces relations sont assez compliquées et dépendent de l'orientation de l'indenteur par rapport à la direction de rayage ainsi que du nombre de faces

qui contribuent effectivement au rayage. Pour cette raison, les calculs sont présentés en annexe.

Les formules décrites en annexe permettent d'estimer la pression hydrostatique $\sigma$ et la contrainte de cisaillement $\tau$ qui existe à l'interface entre un indenteur Berkovich et un matériau à partir des résultats expérimentaux d'un test de rayage.

Pour un angle $\Psi > 30°$, les valeurs de $\sigma$ et de $\tau$ ainsi que l'orientation du frottement sont uniques, alors que pour $\Psi < 30°$ les valeurs de $\sigma$ et de $\tau$ dépendent de l'angle d'écoulement $\delta$ de la matière contre l'indenteur par rapport à l'horizontale.

Lorsque $\Psi < 30°$, il est donc nécessaire de tracer les pressions de contact $\sigma$ et $\tau$ en fonction de $\delta$.

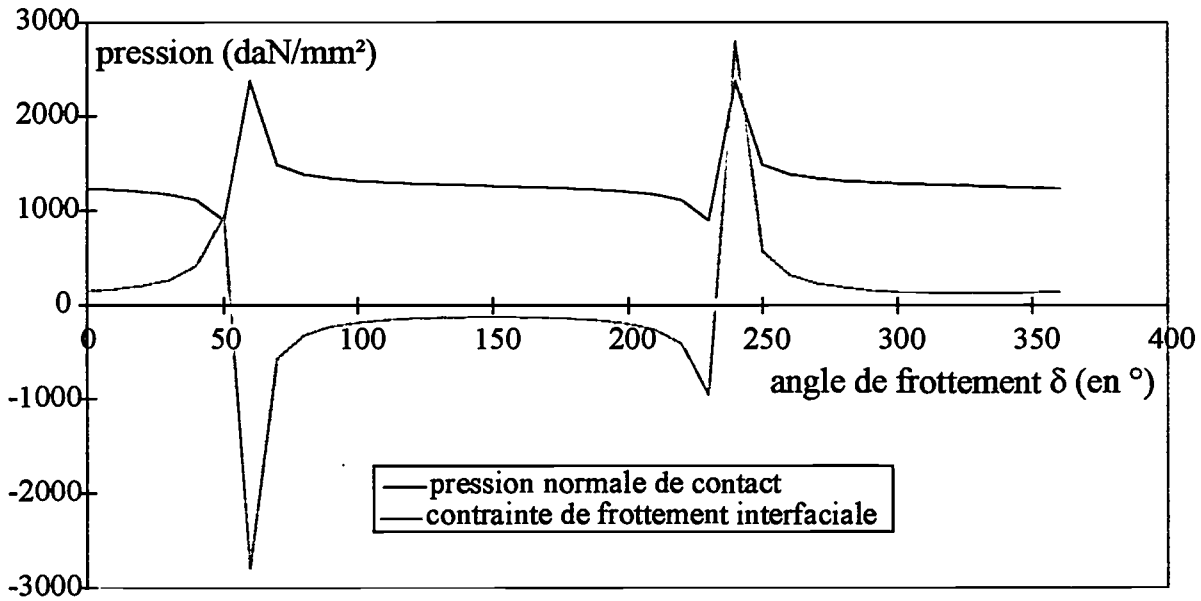



*Figure III. 15 : Évolution de la pression d'écoulement $\sigma$ et de la contrainte de cisaillement $\tau$ en fonction de $\delta$ pour une rayure à 50 µm de pénétration, 600 µm/s de vitesse, sur de l'acier, à $\Psi = 0$ (une arête dans le sens du rayage).*

Ce graphe montre que pour certaines valeurs de $\delta$ les pressions sont négatives, ce qui n'est pas physiquement acceptable. Nous pouvons donc en déduire que l'écoulement de la matière contre les faces de l'indenteur s'effectue avec un angle compris entre -110° et 50° par rapport à l'horizontale. La référence pour cet angle est définie sur la figure suivante :

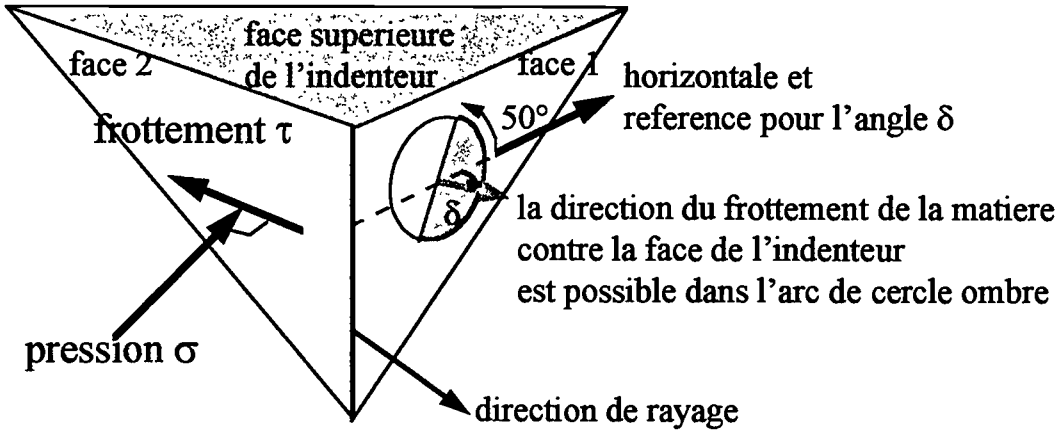



*Figure III. 16 : Illustration des directions possibles d'écoulement de la matière contre une face de l'indenteur Berkovich. L'arc de cercle ombré,dessiné dans la face 1 délimite l'orientation de l'écoulement sur cette face par rapport à la référence dirigée horizontalement vers l'arrière droite de la face 1.*

Le graphe précédent montre donc dans quel domaine le frottement est possible. Le calcul de la pression dans ce domaine donne une pression moyenne de contact proche de la dureté statique H du matériau.

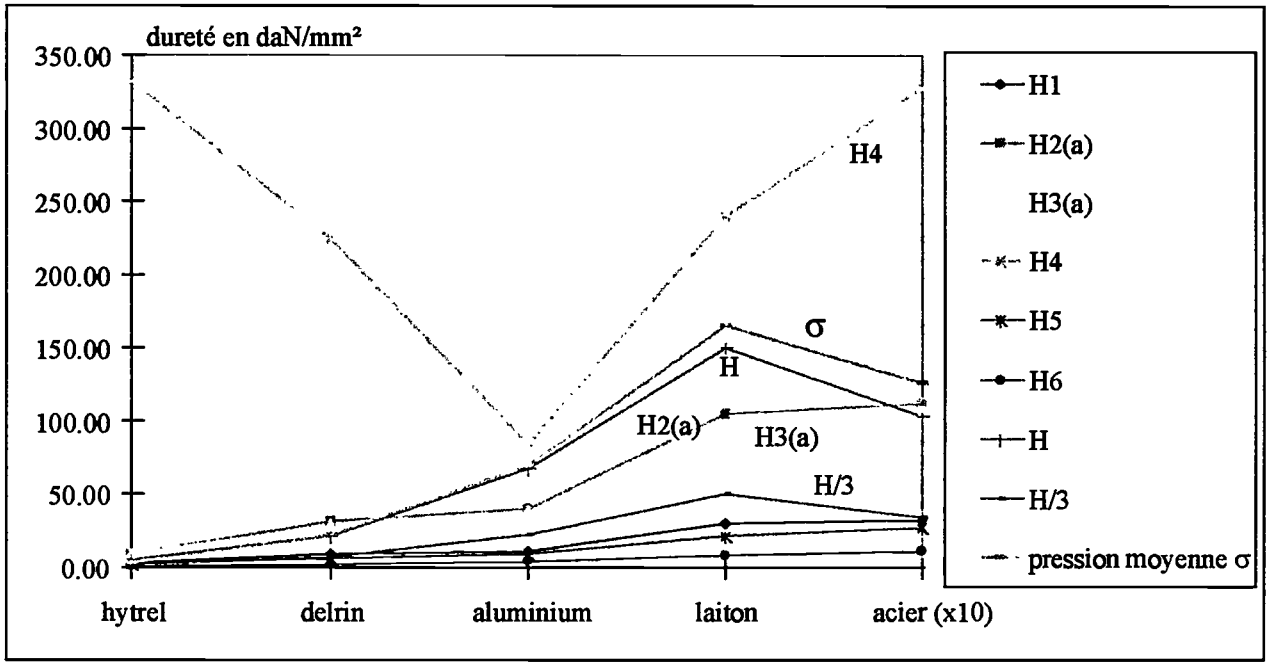



*Figure III. 17 : Comparaison de différentes définitions de la dureté de rayage par rapport à la dureté statique H et de la pression calculée à partir du modèle développé dans ce travail.*

Ce graphique indique que la valeur de la pression estimée à partir du modèle que nous avons développé est l'estimation la plus proche de la valeur de la dureté statique.

$H1 = \frac{F_N}{a^2}$ , (correspond à la définition historique de la dureté de rayage)

$H2 = \frac{F_N}{S_N}$, (équivaut à la pression moyenne de contact dans la direction verticale)

$H3 = \frac{\sqrt{F_N^2 + F_T^2}}{S}$, (correspond à la pression hydrostatique moyenne)

$H_4 = \frac{F_N}{a(p + hb)}$, équivaut à H1, en tenant compte des bourrelets

$H_5 = \sqrt{\frac{F_N^2}{S_N^2} + \frac{F_T^2}{S_T^2}}$, autre calcul de la pression hydrostatique moyenne

et $H_6 = \frac{\sqrt{F_N^2 + F_T^2}}{a^2}$, autre calcul de H1 en considérant l'ensemble des forces.

Les duretés H1 et H6 sont très proches de la valeur de $\frac{H}{3}$ pour les cinq matériaux que nous avons testés. Ces duretés étant les plus simples à calculer, elles constituent certainement une très bonne et facile estimation de la dureté des matériaux par rayage, elles sont d'ailleurs les premières définitions historiques de la dureté de rayage, mais elles dépendent de la forme de l'indenteur.

Les duretés H2 et H3 estiment assez bien la valeur de la dureté statique en prenant en compte la géométrie de l'indenteur. Cependant, les écarts sont encore assez importants et l'écoulement de la matière autour de l'indenteur modifie certainement la valeur de ces duretés.

Les différents modes de calcul des duretés H2 et H3, à partir de la largeur de la rayure d'une part, et de la profondeur de pénétration sous la surface initiale du matériau en considérant la hauteur des bourrelets d'autre part, montrent les différences de comportement dans les matériaux.

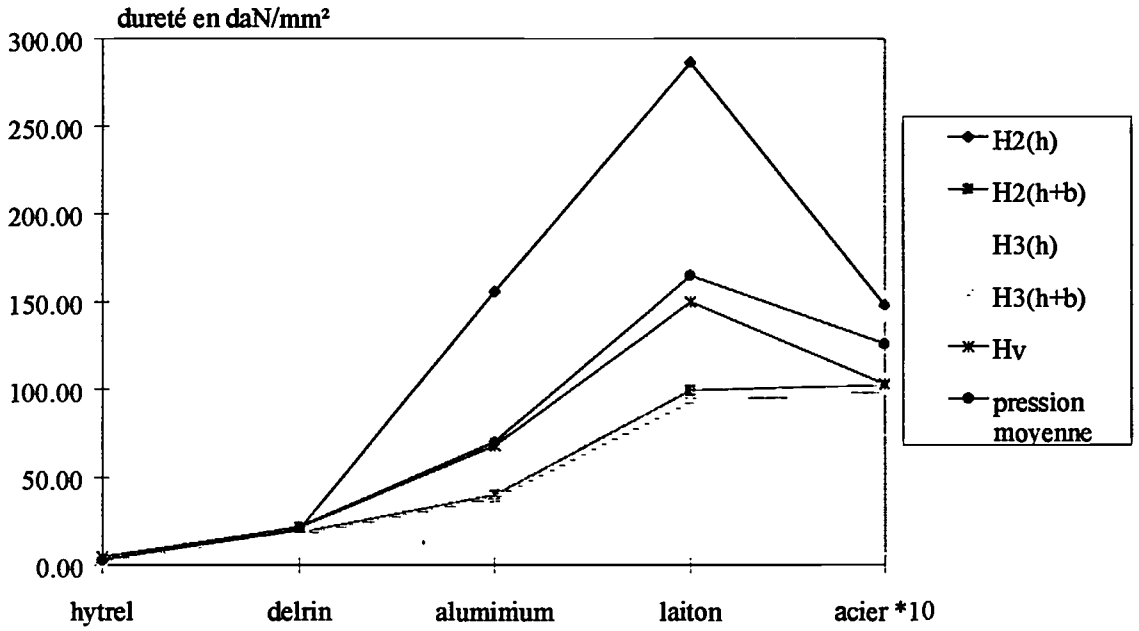



*Figure III. 18 : Illustration de l'influence du mode de calcul des duretés H2 et H3*

Le graphe précédent montre que la prise en compte des bourrelets dans le calcul des surfaces de contact est importante, et qu'une grande partie de la surface de contact engendrée par les bourrelets agit avec une contrainte proche de la dureté du matériau. Cet effet n'est visible que pour les métaux car pour les polymères, les bourrelets sont très petits.

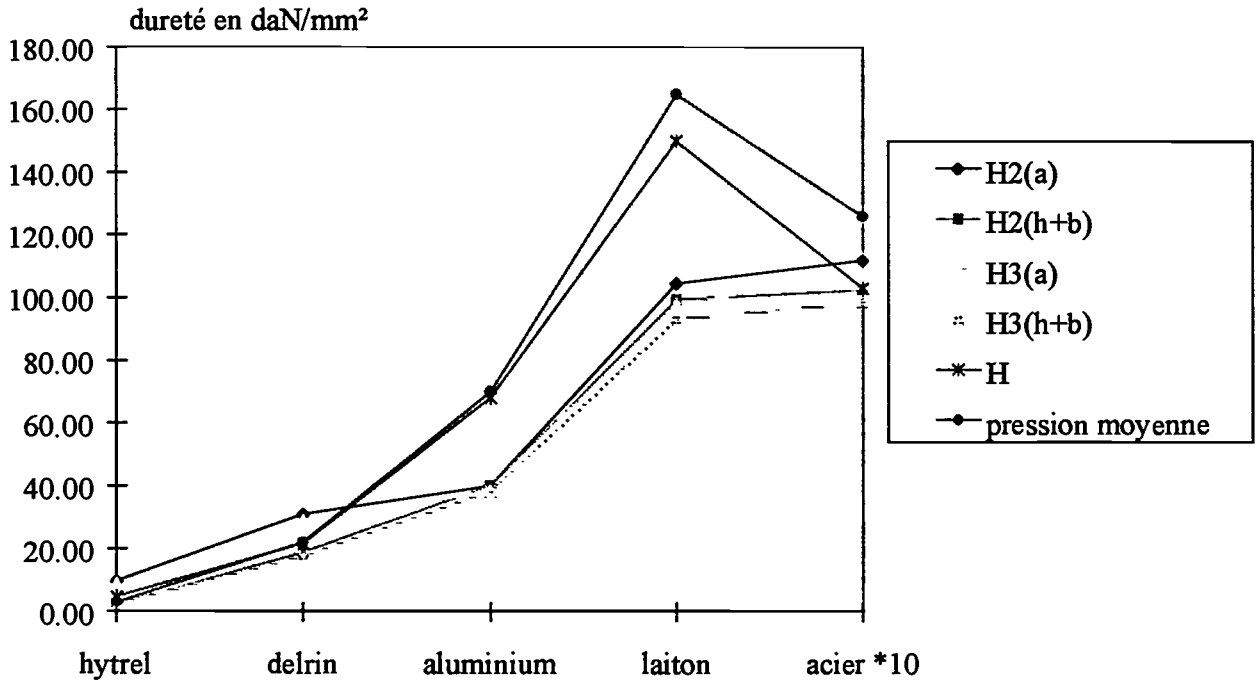



*Figure III. 19 : Estimation des surfaces de contact à partir de la profondeur de pénétration et de la largeur de la rayure : Impact sur le calcul des duretés H2 et H3.*

Ce graphe indique que pour les métaux, l'estimation de la surface de contact à partir de la profondeur de rayage, en considérant la hauteur des bourrelets, correspond à celle calculée à partir de la largeur de la rayure. Par contre, pour les polymères, une nette différence sépare ces deux définitions.

Deux raisons peuvent expliquer cette différence :

- la largeur de la rayure ne correspond pas à la largeur du contact,

- la surface des polymères se déforme élastiquement de façon significative autour de la rayure pendant le passage de l'indenteur, ceci ayant pour effet de réduire la profondeur réelle de pénétration de l'indenteur dans le matériau.

La deuxième explication paraît la plus réaliste, et montre encore une fois que l'interprétation d'un test de rayage nécessite une vision globale des phénomènes et des moyens d'analyse variés.

### A.5.a. Estimation de la contrainte de frottement

Le modèle développé dans ce travail permet également d'obtenir la contrainte de frottement moyenne contre les faces de l'indenteur.

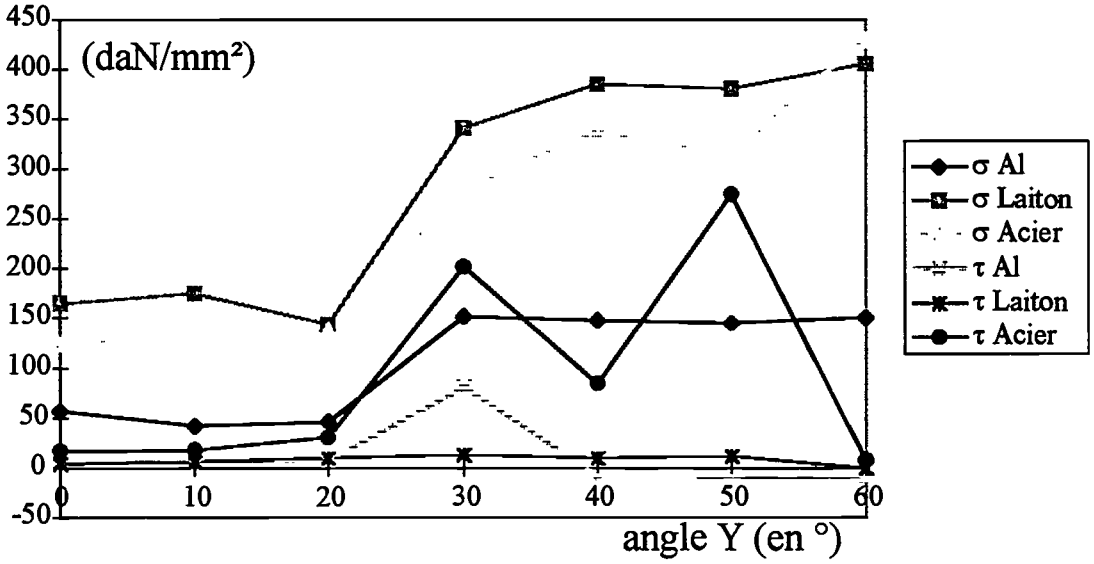



*Figure III. 20 : Pression normale et contrainte de frottement pour les trois métaux testés en fonction de l'orientation de l'indenteur.*

L'estimation de la contrainte de frottement exprime le cisaillement intervenant à l'interface de manière générale, mais il est peu probable qu'il soit réellement relatif au coefficient de frottement caractéristique du couple de matériaux antagonistes. En effet, les caractéristiques de l'écoulement contre les faces de l'indenteur ne sont sans doute pas uniformes, ni en contraintes, ni en directions. Cependant, ce calcul permet de fixer une vision globale des mécanismes de déformation de la matière en surface lors d'un test de rayage.

Ces expériences ont en définitive montré que l'écoulement peut être dirigé vers le haut ou vers le bas. Il apparaît également que la morphologie générale et les mécanismes de déformation diffèrent en fonction de l'orientation de l'indenteur, et donc que la validité des modèles existant varie de la même façon.

La validation du modèle développé ici, bien que probante, n'est pas suffisante, surtout vis à vis de la contrainte de frottement. Il faudrait notamment prendre davantage en considération l'asymétrie des bourrelets, et multiplier les expériences avec des matériaux différents et très bien caractérisés d'un point de vue rhéologique. Ceci permettrait alors d'identifier l'origine des mécanismes de déformation.

## A.6. CONCLUSIONS

Une analyse précise des déformations intervenant au cours d'une rayure, a pu mettre en évidence deux types de déformations élastiques :

- la première intervient à l'intérieur du contact, et se révèle par la forme du sillon rémanent qui diffère de la forme de l'indenteur.

- la seconde intervient à l'extérieur du contact et engendre un écart entre la hauteur réelle de contact et la profondeur de rayage par rapport à la surface

initiale du matériau. Elle peut être estimée à partir de la largeur de la rayure et de la profondeur de rayage, en connaissant la forme de l'indenteur.

Ces différentes déformations ont pu être reliées aux propriétés mécaniques des matériaux, en particulier pour des polymères et des métaux. En effet, le rapport entre la hauteur de contact et la profondeur de rayage dépend du paramètre rhéologique des matériaux $X = \frac{E \cot\theta}{\sigma_o}$, pour des rayages réalisés avec un indenteur Berkovich.

A partir de la géométrie de l'indenteur, on a pu établir un calcul de la pression normale de contact et de la contrainte de frottement moyennes qui s'exercent contre les faces de l'indenteur au cours du rayage. La pression normale ainsi estimée s'avère proche de la dureté statique des matériaux que nous avons testés.

Enfin, certaines caractéristiques du comportement d'un matériau en rayage présentent d'intéressantes analogies avec celles du comportement engendré par un test d'indentation.

# B. ÉTUDE SCLEROMETRIQUE DU COMPORTEMENT DES CERAMIQUES D'ALUMINE

## B.1. INTRODUCTION

L'utilisation des matériaux céramiques est variée - automobile, robinetterie, milieux corrosifs, traitements et revêtements de surfaces - mais sa grande limitation reste le coût de fabrication élevé des pièces en céramique à cause de la difficulté de leur usinage. Leur dureté engendre une usure importante des outils (meules diamants, disques de polissage) et un temps d'usinage important pour obtenir les qualités de surface exigées par les systèmes mécaniques modernes.

Par ailleurs, la grande fragilité des céramiques limite leur fiabilité dans les systèmes mécaniques pour lesquels la métallurgie de l'acier reste donc largement dominante. Il est de ce fait important de comprendre les origines de cette fragilité car la compréhension des mécanismes de déformation et d'enlèvement de matière des céramiques à différentes échelles s'avère être un élément décisif pour le développement de ces matériaux.

A une échelle macroscopique (quelques micromètres, supérieure à la taille des grains des polycristaux), on cherche à optimiser l'efficacité de l'usinage en terme de vitesse d'enlèvement de matière. Et, à une échelle microscopique, voire sub-micronique ou très inférieure à la taille des grains, on cherche à comprendre les mécanismes de finition des surfaces pour obtenir des qualités morphologiques spécifiques à un coût minimum.

Nous nous intéresserons dans une première partie aux mécanismes d'enlèvement important de matière de type fragile par écaillage. Le but d'une telle action est de fragiliser la surface par une action mécano-chimique tout en contrôlant l'épaisseur de la zone fragilisée.

En modélisant les mécanismes de rectification et de polissage, la technique de rayage élémentaire nous permet d'analyser la fragilisation de la zone sollicitée par le simple passage d'un indenteur pointu. Nous avons effectué des rayages avec notre dispositif de test dans une gamme étendue de vitesses et de pénétrations afin de bénéficier d'une vision globale des phénomènes. Les

expérimentations étant commandées par ordinateur, il a été possible d'acquérir et d'enregistrer les forces normales, tangentielles et latérales avec une fréquence d'échantillonnage jusqu'à 20 000 Hz. Ceci nous a permis de détecter les irrégularités des signaux de forces correspondant au comportement hétérogène des céramiques.

Le but de ces expériences est, dans un premier temps, d'observer les transitions de comportement des matériaux sous des sollicitations variées en terme de vitesse de rayage et de taux de déformation.

Ensuite il a été possible d'étudier la forme des irrégularités dans la réponse des matériaux. En effet, des écailles se forment lorsque les sollicitations sont suffisamment sévères. La caractérisation simultanée de leur morphologie et des irrégularités des forces de rayage qu'elles engendrent permet de corréler les impacts énergétiques et morphologiques des mécanismes fragiles des céramiques.

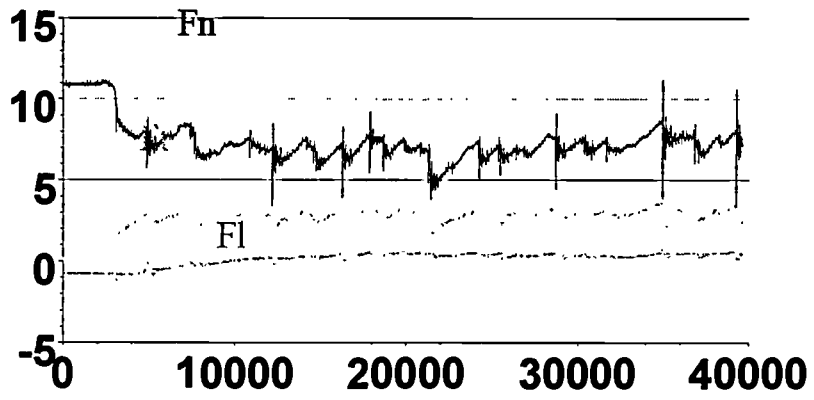



*Figure III. 21 : Courbes des forces de rayage caractéristiques du comportement fragile des céramiques à base d'alumine.*

Le deuxième objectif de cette étude, qui est très important dans le développement des processus de finition des surfaces de ces matériaux, est l'action des fluides d'usinage qui pourrait améliorer ou accélérer l'obtention de la qualité des surfaces.

Les résultats des essais effectués à différentes échelles permettront de visualiser les évolutions des efforts et des différents paramètres sclérométriques en fonction des sollicitations et des mécanismes mis en jeu dans la déformation des matériaux. L'application d'une méthodologie expérimentale adaptée à la sclérométrie facilite cette étude.

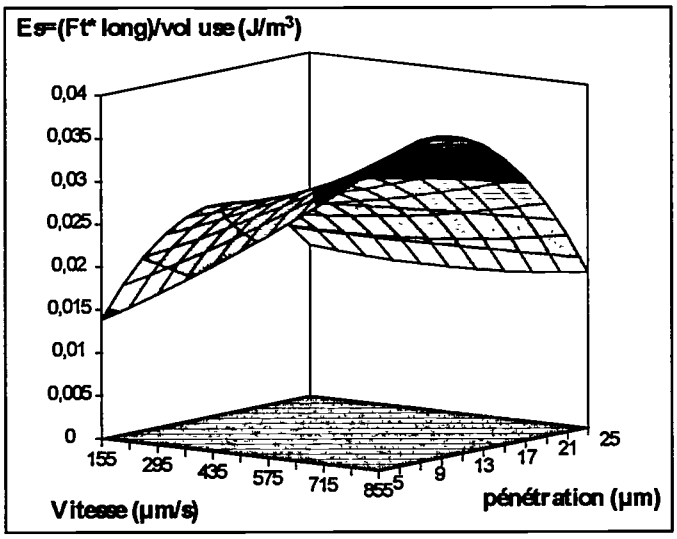



*Figure III. 22 : Modélisation expérimentale de l'énergie spécifique d'abrasion pour l'alumine A à sec en fonction de la vitesse et de la profondeur de pénétration de rayage.*

L'étude sclérométrique est menée dans le but, d'une part de caractériser le comportement à sec et dans différents fluides de la surface de l'alumine A (voir page suivante pour la présentation des matériaux étudiés lors de travail), et d'autre part d'identifier les mécanismes de déformation et le comportement de deux céramiques à base d'alumine différentes A et B.

L'évolution et l'interprétation des paramètres sclérométriques nous permettront ainsi de mieux comprendre les mécanismes intervenant dans les processus de rectification et de polissage, et l'action des fluides sur ces processus.

## B.2. EXPERIENCES SCLEROMETRIQUES

Le but de ces expériences est tout d'abord d'identifier les mécanismes de déformation des matériaux sous une sollicitation abrasive en fonction des conditions tribologiques. Ensuite nous avons étudié l'effet de certains fluides sur le comportement à l'abrasion de la céramique A.

La première analyse consiste en une description du comportement du matériau en fonction des conditions de sollicitation, c'est-à-dire la vitesse et la profondeur commandée de rayage.

Pour cela nous avons utilisé la méthodologie des plans d'expériences afin de calculer les surfaces de réponse des paramètres sclérométriques.

Pour la seconde partie, nous avons immergé les matériaux dans des fluides pour nous intéresser aux modifications de comportement des céramiques en

fonction de leur environnement. Pour cette partie, nous nous sommes basés sur la compréhension du comportement des matériaux apportée par la première analyse, afin de caractériser le plus efficacement possible l'effet des fluides sur le comportement des céramiques.

Nous tenterons de corréler ces résultats aux propriétés chimiques et physiques des fluides après avoir étudié leur mouillabilité sur les céramiques.

### B.2.a. Matériaux étudiés

L'étude a été basée sur la céramique A, à base d'alumine à 94 % avec des adjuvants de frittage contenant entre autre de la silice $SiO_2$ et de l'Oxyde de Magnésium MgO.

Une série d'essais a permis de comparer cette dernière à la céramique B constituée d'alumine à 96%, avec de l'oxyde de manganèse $Mn_3O_4$, de l'oxyde de titane $TiO_2$ et de l'oxyde de cobalt CoO. Cette dernière céramique possède une ténacité 30% supérieure à la céramique A.

### B.2.b. Types de fluides utilisés

Au début de l'étude, l'analyse de trois fluides, le Cérifluid, la Résine GT, et l'EP 20, nous a permis d'observer l'influence de la concentration en résine GT sur l'énergie spécifique d'abrasion de la céramique A noyée dans ce liquide. Les deux autres fluides ne donnaient pas de résultats probants.

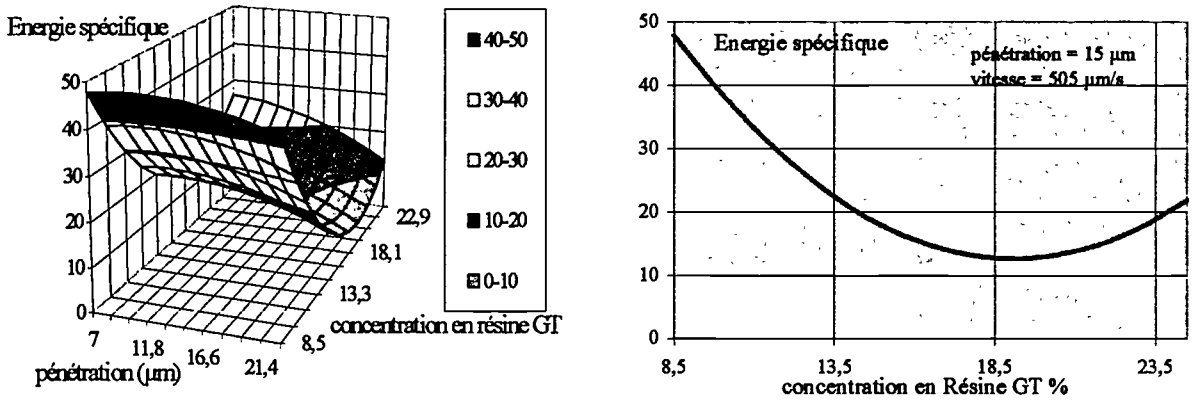



*Figure III. 23: Surface de réponse de l'énergie spécifique d'abrasion Es en $10^9$ J/m³, pour des rayures réalisées sur A dans la résine GT en fonction de la pénétration et de la concentration du fluide.*

Cette information ne nous permettant pas de comprendre l'action de l'environnement sur le comportement des céramiques à l'abrasion, nous avons

choisi un certain nombre de fluides, et observé leur action sur les paramètres sclérométriques dans les différents environnements.

Les manipulations en milieu liquide ont toutes été réalisées en évitant toute pollution des fluides les uns avec les autres. Nous avons donc pris les précautions nécessaires, en essuyant l'indenteur après chaque rayure pour ôter les dépôts de céramique sur la pointe, et en lavant, rinçant et séchant toutes les pièces mécaniques à proximité des matériaux, à chaque changement de fluide.

### B.2.c. Echelles de sollicitation

L'indenteur que nous avons utilisé est de forme pyramidale à base triangulaire, indenteur Berkovich. Ce type d'indenteur nous permet d'appliquer une sollicitation abrasive sur la surface de l'alumine avec une géométrie homothétiquement constante, quelque soit la profondeur de pénétration, tout en faisant varier le rapport Pénétration/Taille des grains.

En effet, les schémas suivant montrent comment grâce à la géométrie de cet indenteur nous pouvons étudier des mécanismes de déformation à différentes échelles par rapport aux dimensions caractéristiques du matériau.

A très petite échelle, la pointe de l'indenteur vient créer un sillon d'environ un dixième de la taille des grains. La rayure sollicite le matériau à l'intérieur de chaque grain. Ces expériences mesurent donc une réponse du solide résultant de la contribution interne des grains, ainsi que de l'interface intergranulaire lorsque la pointe passe sur un joint de grain. Cette échelle correspond à celle des mécanismes d'action de chaque grain d'abrasif lors du polissage/rodage.

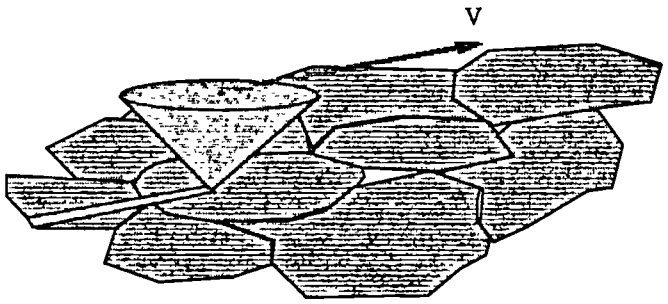



*Figure III. 24 : Mécanisme d'abrasion à très petite échelle*

Cependant, les grains de diamant utilisés pour le polissage ont un diamètre de 3 à 6 µm. On pourrait penser que l'action des grains abrasifs se situe à l'échelle de quelques µm. Mais, en comparant les morphologies de rayures

que nous avons réalisées aux échelles supérieures, que nous décrivons juste après, et la surface polie des céramiques, nous pensons que l'action d'un grain abrasif se situe à une échelle plus petite.

A une échelle un peu plus grande, que l'on pourrait qualifier d'intermédiaire, les particules abrasives sollicitent les grains entiers et commencent donc à créer des déformations intergranulaires qui se caractérisent par une décohésion des grains les uns par rapport aux autres.

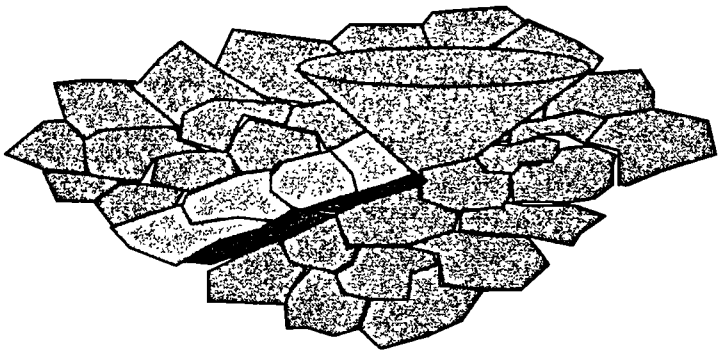


*Figure III. 25 : Mécanisme d'abrasion par décohésion des grains*

Un aspect macroscopiquement lissé du sillon de la rainure, laissant apparaître quelques fissures et la forme de quelques grains, montre que les grains se sont déplacés les uns par rapport aux autres. Sous l'action des faces de l'indenteur, les grains superficiels se sont orientés pour que leur face supérieure, polie, forme avec leur voisins une surface lisse (voir figure III.55).

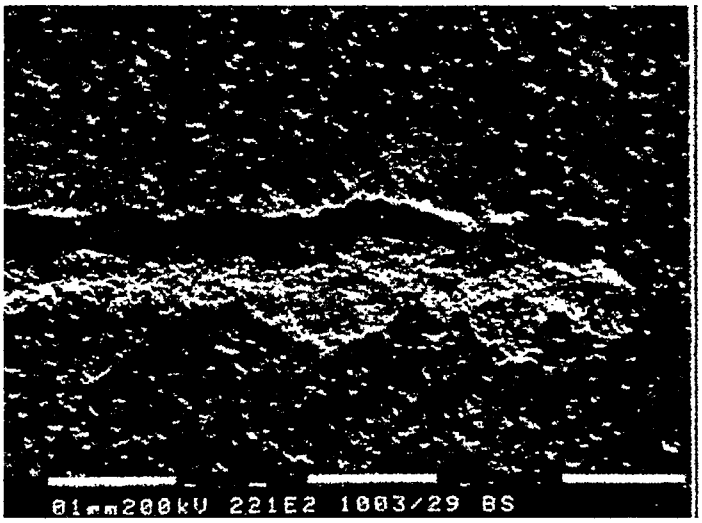



*Figure III. 26 : Observation au M.E.B. d'un mécanisme d'écaillage résultant d'une action abrasive à grande échelle.*

A une plus grande échelle encore, supérieure de cinq fois à la taille des grains, on observe la formation et l'éjection d'écailles caractérisées par l'émission d'un craquement lors de la rayure et d'une morphologie irrégulière

du bord du sillon. Le faciès de celui-ci est alors fracturé et on peut nettement distinguer les différents grains à l'intérieur de la rayure avec un Microscope Électronique à Balayage (M.E.B.).

L'identification exacte des mécanismes de déformation des céramiques n'est pas toujours facile à effectuer. En effet, différents modes de déformation interviennent sans présenter une morphologie de rayure particulière. L'analyse bibliographique indique que la déformation peut être due à la plasticité, à la décohésion des grains voisins de l'indenteur, à la micro-fracturation inter et intra-granulaire et à l'initiation de fractures latérales plus importantes en dessous et à côté de l'indenteur.

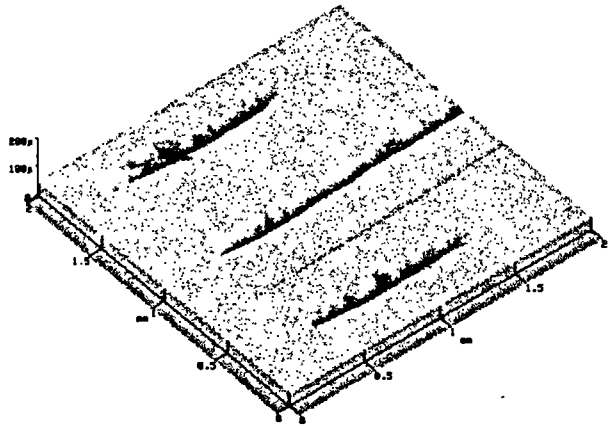


*Figure III. 27 : Topographie tridimensionnelle de rayures à différentes échelles présentant des morphologies spécifiques, fracturées et douces.*

Notamment, pour les rayures les moins profondes, aucune marque de fracture n'apparaît en surface et la morphologie des rayures est douce et régulière. Cependant, une seconde rayure transversale révèle un état de la matière fragilisé autour de la rayure sur une certaine profondeur, alors qu'un nettoyage dans l'acétone aux ultrasons ne modifie pas la morphologie de ces mêmes rayures.

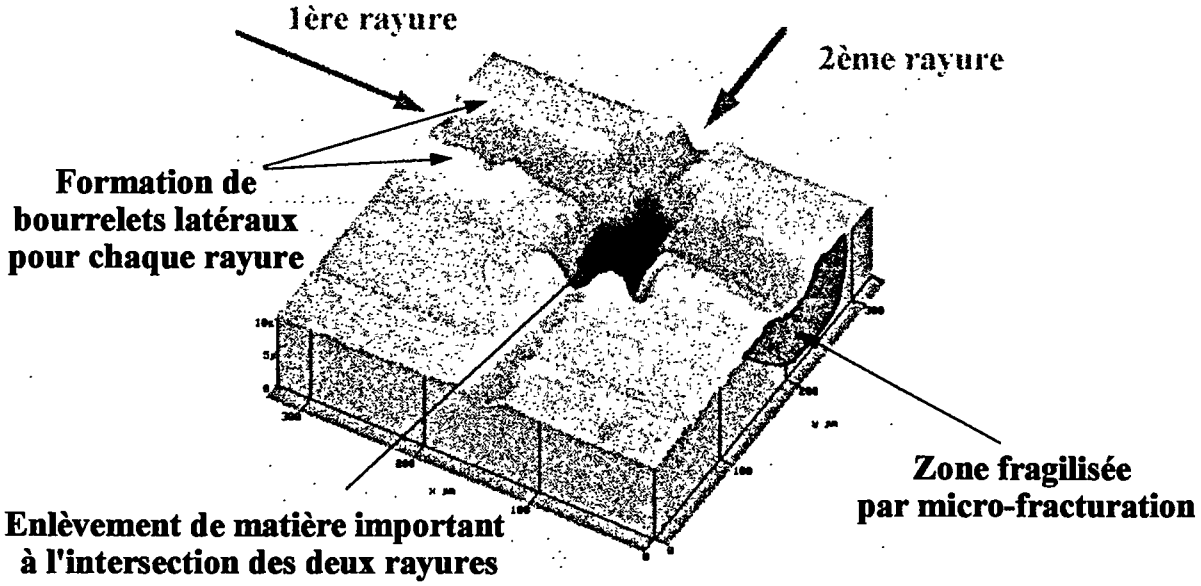
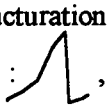



*Figure III. 28 : Illustration de la fragilisation en sous couche de la céramique lors d'un rayage visiblement non fragile.*

### B.2.d. Interprétation des courbes de forces

Les mécanismes d'écaillage par fracturation lors du rayage des céramiques engendrent des motifs en dent de scie :  , sur les courbes de forces, qui s'accentuent au fur et à mesure que la profondeur de pénétration, et par conséquent le mécanisme d'écaillage, augmentent.

Nous voyons donc que les variations des différentes forces ne caractérisent pas les mêmes phénomènes.

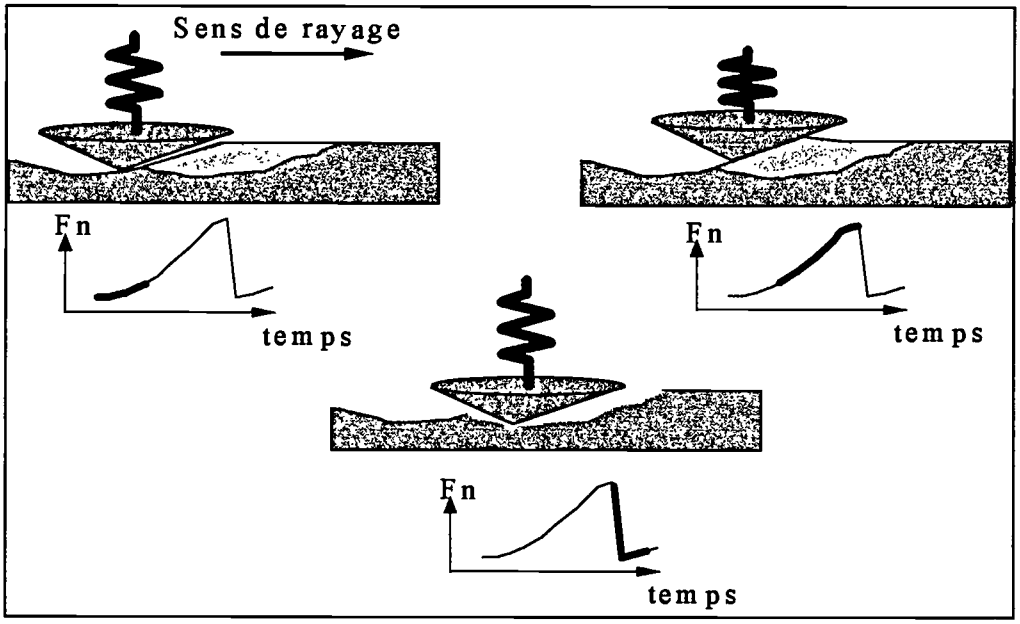



*Figure III. 29 : Schématisation de l'interpétation de l'évolution de la force normale au cours d'un processus d'écaillage.*

Ainsi, à cause de l'élasticité verticale de la machine, la force normale est proportionnelle au niveau de pénétration de l'indenteur sous la surface de l'échantillon (voir chapitre II.). La hauteur des pics des motifs de la force normale est donc reliée à la position verticale de l'indenteur au moment de la création d'une écaille. L'amplitude des chutes de la force normale correspond alors à la profondeur de la fracturation qui est à l'origine de l'écaille, comme on peut le voir sur le schéma ci-dessus.

Les pics des motifs de la force tangentielle sont beaucoup plus réguliers que ceux de la force normale. La hauteur de ces pics est reliée à la résistance mécanique à la rupture de la céramique sous une sollicitation de traction. Il apparaît donc que même si la profondeur de la rayure varie, ainsi que la forme et la taille des écailles, la force nécessaire pour créer une écaille reste constante pour une même rayure. La hauteur de ces pics peut donc caractériser une propriété intrinsèque du matériau, sous réserve de bien prendre en compte les conditions de rayage.

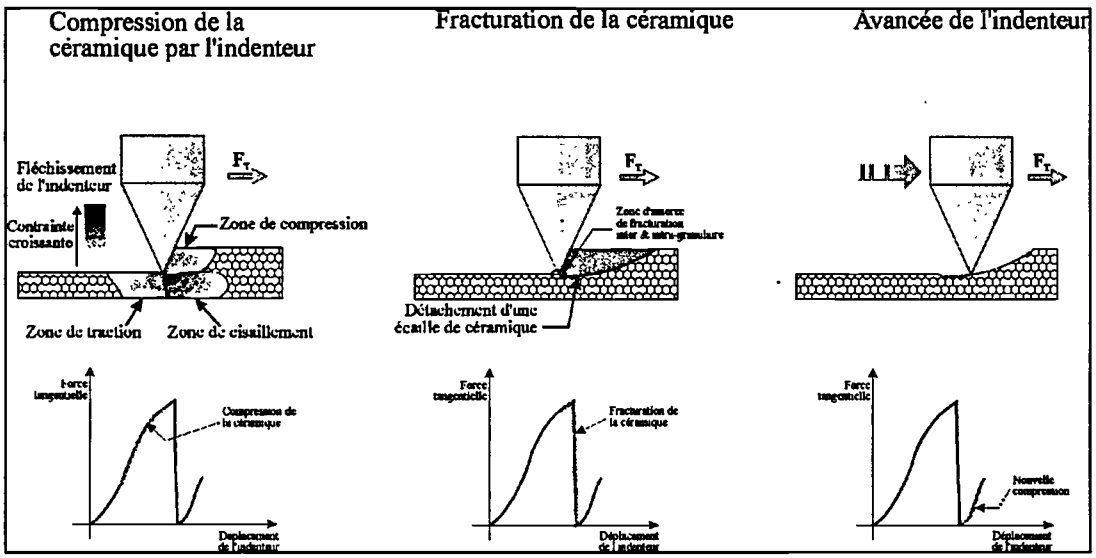



*Figure III. 30 : Evolution de la force tangentielle lors de l'initiation d'une fracture sous la pression de l'indenteur.*

La distance entre chaque motif d'évolution des forces peut correspondre à la distance entre deux écailles consécutives, et donc être reliée au nombre d'écailles par unité de longueur.

On peut remarquer également que la force latérale, qui varie lors du départ d'une écaille, indique par son signe le côté ou se trouve cette écaille.

La connaissance simultanée des trois forces permet donc d'identifier des paramètres tels que la taille, l'orientation et l'énergie nécessaire pour former une écaille quelque soit la géométrie de l'indenteur.

### B.2.e. Présentation des résultats

Les résultats des expériences sclérométriques se présentent de plusieurs façons, et différentes étapes de traitement des informations peuvent être distinguées.

Les informations directement exploitables sont les valeurs des forces de rayage dans les trois directions et les volumes, surfaces, longueurs et profondeurs des rayures. A partir de ces données, il est possible de calculer un certain nombre de paramètres spécifiques comme l'énergie spécifique d'abrasion, le taux d'enlèvement de matière et l'étalement des rayures.

Notamment, sur les fichiers de force, les paramètres relevés pour chaque rayure sont :

- Longueur de la rayure,
- Moyenne de $F_N$, $F_T$, $F_L$,
- Nombre de chutes de force brutales sur un rayage (fractures franches),
- Chute de force moyenne pour l'ensemble des fractures d'un rayage ($\Delta f$),
- Distance séparant deux fractures consécutives (d) (ou chutes de forces).

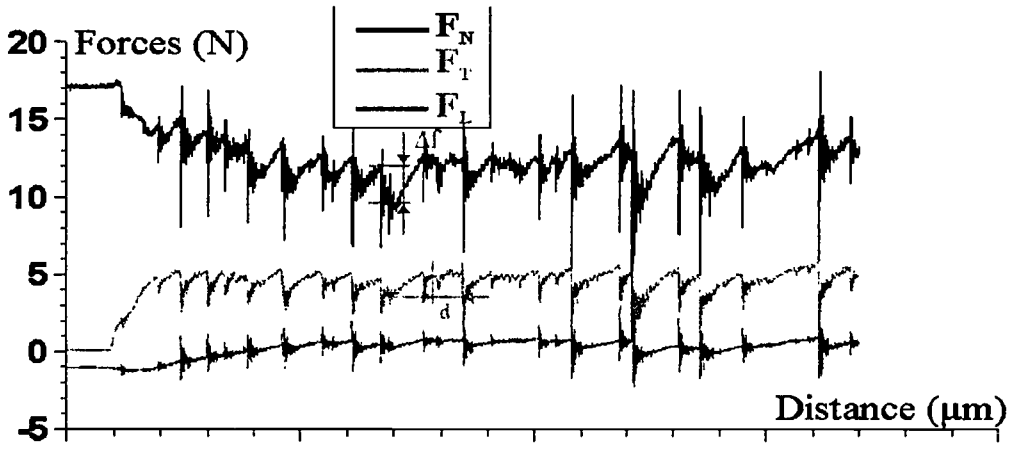



*Figure III. 31: Représentation des paramètres relevés sur les forces de rayage*

De plus, à l'aide du logiciel d'imagerie *TopoSurf 3D*, nous avons pu quantifier la morphologie de chaque rayure. En effet, toutes les rayures ont été caractérisées morphologiquement par topographie tactile, ce qui nous a permis d'obtenir :

- l'image tridimensionnelle de la rayure,

- l'enveloppe surfacique du contour de la rayure,
- le volume en creux de la rayure.

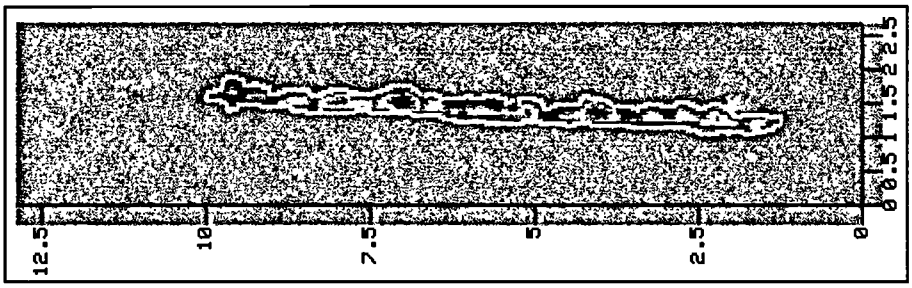



*Figure III. 32 : Délimitation de l'enveloppe de la rayure pour le calcul de la surface endommagée ainsi que du volume en creux*

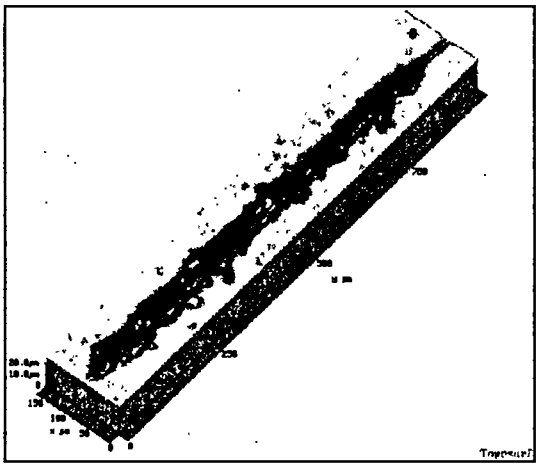


*Figure III. 33 : Image tridimensionnelle obtenue par topographie tactile d'une rayure réalisée sur une céramique.*

Le volume et la surface de la rayure nous ont permis d'extraire de nouveaux paramètres très utiles pour caractériser l'endommagement des céramiques, car l'irrégularité des rayures rendait impossible l'utilisation des méthodes classiques d'estimation du volume d'usure, basées sur des profils transversaux et sur le calcul de l'aire du sillon central de la rayure.

Tous ces paramètres sont obtenus pour un certain nombre de conditions de rayage. L'utilisation d'une méthodologie de plans d'expériences a permis de réduire le nombre d'expériences. Ainsi, à partir de 13 expériences pour deux facteurs variables (23 pour trois facteurs variables), il a été possible de tracer les surfaces de réponse des matériaux pour chaque point du domaine d'étude. Les résultats sont donc représentés à l'aide de cette modélisation expérimentale. Différentes surfaces peuvent être tracées, en fonction de la vitesse et de la pénétration d'une part, et en fonction de la pénétration et de la concentration des fluides d'autre part.

Cette représentation en surface de réponse est intéressante pour visualiser le comportement global du matériau en fonction de deux paramètres. Mais pour avoir une information quantitative précise, il est parfois utile de présenter des graphes bi-dimensionnels. En exemple, on peut citer l'illustration de l'influence de la concentration en Résine GT sur l'énergie spécifique d'abrasion de la céramique A :

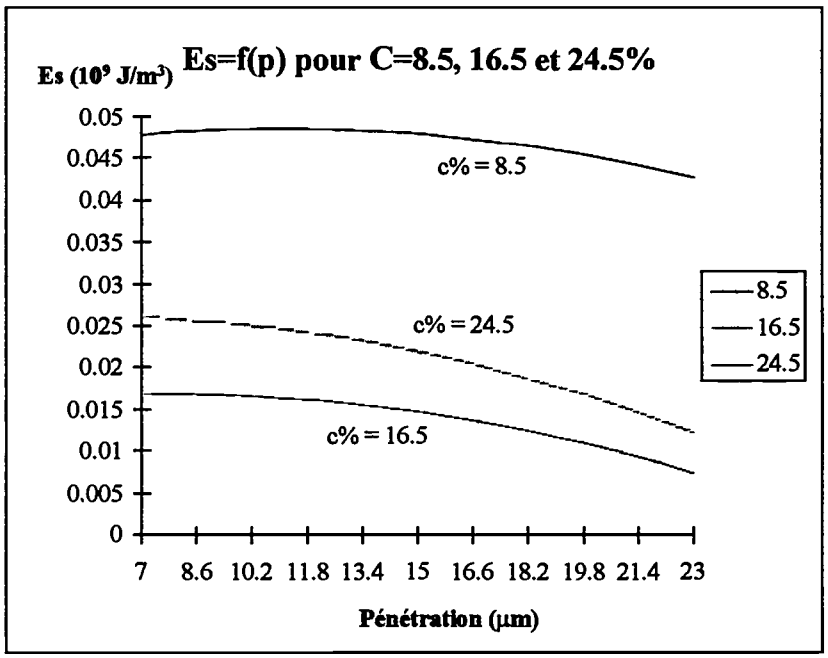



*Figure III. 34 : Energie spécifique d'abrasion Es en $10^9$ J/m³, pour trois concentrations en fonction de la pénétration en µm, pour A.*

## B.3. IDENTIFICATION ET CARACTERISATION DU COMPORTEMENT A L'ABRASION DES DIFFERENTES CERAMIQUES A BASE D'ALUMINE

### B.3.a. Morphologies spécifiques des rayures

Deux types de morphologies ont été observées pour les rayures sur la céramique A. Pour de faibles profondeurs de pénétration, les rayures semblent régulières avec un sillon à l'aspect lissé.

*Figure III. 35 : Rayure réalisée à sec sur la céramique A, avec une profondeur commandée de 5 µm.*

Cependant, l'existence du phénomène de micro-fracturation, identifié grâce au cratère à l'intersection de deux rayures figure III-6, et l'absence de preuve de la déformation plastique en traction à température ambiante des alumines nous imposent une certaine prudence sur l'interprétation de ces observations.

Pour les profondeurs de pénétration plus importantes, des fractures forment des écailles. Les modèles classiques d'abrasion nous indiquent que nous observons ici une transition classiquement appelée transition ductile / fragile entre ces deux types de comportement du matériau.

Les écailles sont dues à des fissures latérales et frontales qui se propagent d'abord parallèlement à la surface puis qui remontent pour former l'écaille (voir chapitre I.). Pour ces rayures, l'usure et la déformation sont principalement dues à ces écailles et donc aux mécanismes de fracturation brutale. Ceci est très important pour la signification des paramètres scléromètriques, même si des mécanismes de micro-fracturation interviennent en même temps.

### B.3.b. Notion de microfracturation

Le comportement des céramiques à base d'alumine est complexe dû à son caractère fragile, hétérogène et granulaire. Notamment, il a été décrit pour ce type de matériau un phénomène de micro-fracturation. Il se caractérise par l'initiation et la propagation de petites fissures (à priori) intergranulaires, dans une zone sollicitée devant le front des fissures, et qui permet au matériau d'accommoder la déformation même avant que la fracture principale

n'intervienne *(Buresh (1978) [78])*. Ce mécanisme permet de diminuer légèrement les contraintes en front de fissure et de ralentir de ce fait la propagation de la fracture principale.

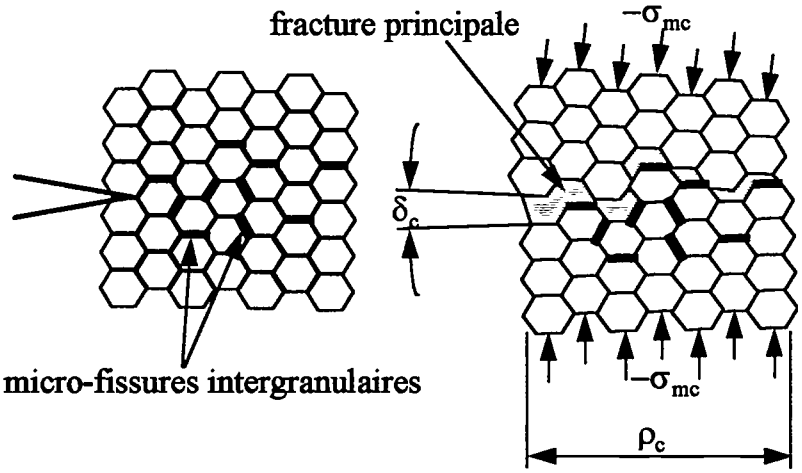



*Figure III. 36 : Mécanisme de microfracturation en front de fissure (d'après Buresh (1978) [78]).*

Ce phénomène a été observé sur les céramiques lorsque l'on réalise deux rayures croisées sur une première rayure (figure III-48). L'intersection présente un cratère nettement plus profond que les rayures et laisse penser qu'un mécanisme de micro-fracturation intervient dans la zone sollicitée autour de l'indenteur lors du rayage. Ce mécanisme n'intervient visiblement que dans une zone moyennement étendue sous le passage de l'indenteur.

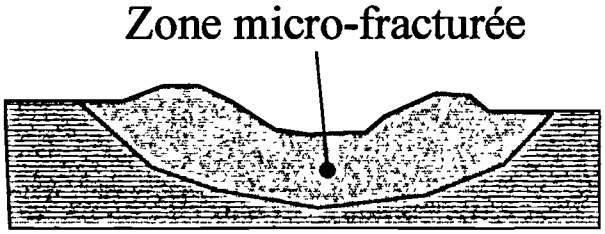



*Figure III. 37 : Schématisation de la zone micro-fracturée sous la rayure vue en coupe transversale.*

Ce mécanisme intervient par une multitude de petites fractures intergranulaires. Le matériau devient un agglomérat de grains liés assez faiblement entre eux et ceci a pour conséquence de diminuer la cohésion du massif granulaire. L'impact morphologique ressemble à celui engendré par des déformations plastiques, et il convient d'interpréter la morphologie des rayures peu profondes avec prudence.

*Figure III. 38 : Observation d'une rayure à faible profondeur, montrant un aspect lissé. La décohésion des grains sous le passage de l'indenteur est envisagée comme mécanisme de déformation.*

A faible profondeur, ce mécanisme se caractérise par un aspect lissé du sillon. Cet aspect provient des grains polis en surface qui s'orientent sous le passage de l'indenteur. Un agrandissement de cette zone montre des petites fissures ou cavités allongées révélatrices de la faible cohésion de la matière et de l'action de la surface de l'indenteur sur la céramique fragilisée.

En augmentant la profondeur de pénétration, on voit disparaître cet aspect lissé au profit d'un aspect fracturé.

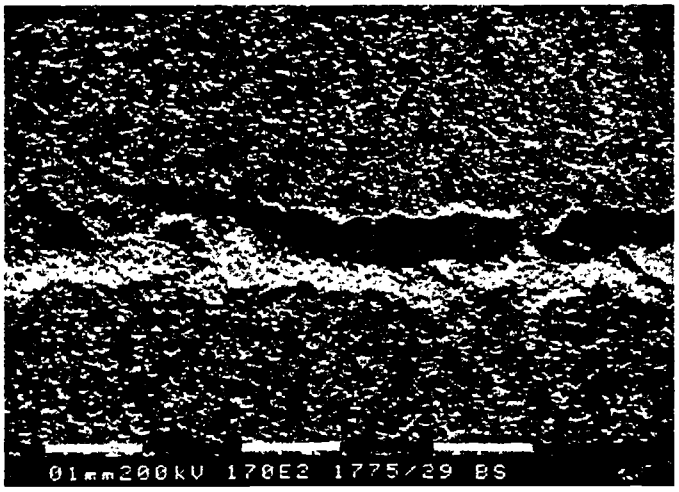



*Figure III. 39 : Texture partiellement fracturée d'une rayure à forte profondeur de pénétration.*

Ceci montre que le sillon lissé repose sur un matériau fragilisé qui se détacherait sous une sollicitation légèrement plus sévère ou une seconde analogue à la première.

Un autre mécanisme intervient dans cette gamme de profondeur de pénétration illustré par le détachement d'écailles à l'extérieur du sillon lissé.

Ceci nous conduit à penser que la matière proche de l'indenteur forme une interface particulière entre l'indenteur et le massif, qui lui, lorsqu'il est sollicité plus sévèrement, se fracture brutalement sur les côtés. Il forme ainsi une écaille, tout en laissant dans le sillon une quantité de matière qui a été directement écrasée par l'indenteur et "collée" au massif sous-jacent.

En effet, une certaine cohésion lie cette matière déformée à la base du sillon qui apparaît fracturé, puisqu'un nettoyage pendant 10 minutes aux ultrasons dans un bain d'acétone et un frottement énergique avec un chiffon ne la détachent pas.

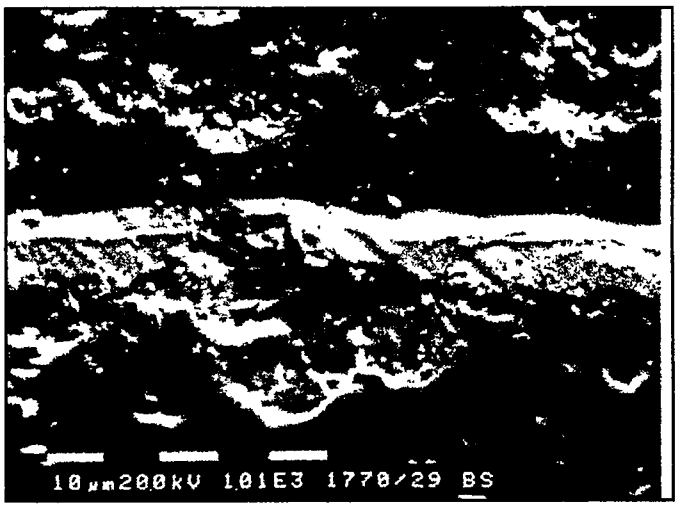



*Figure III. 40 : Ecaillage à l'extérieur du sillon déformé et collé contre la surface par l'indenteur.*

### B.3.c. Analyse comparative des céramiques A et B.

Les observations au MEB montrent que la céramique B se fragilise moins que l'autre, car la proportion du sillon qui n'est pas fracturé en écailles est plus grande pour les mêmes conditions de rayage. En outre, l'énergie spécifique d'abrasion est plus importante pour la B comme le montre le graphe ci-dessous.

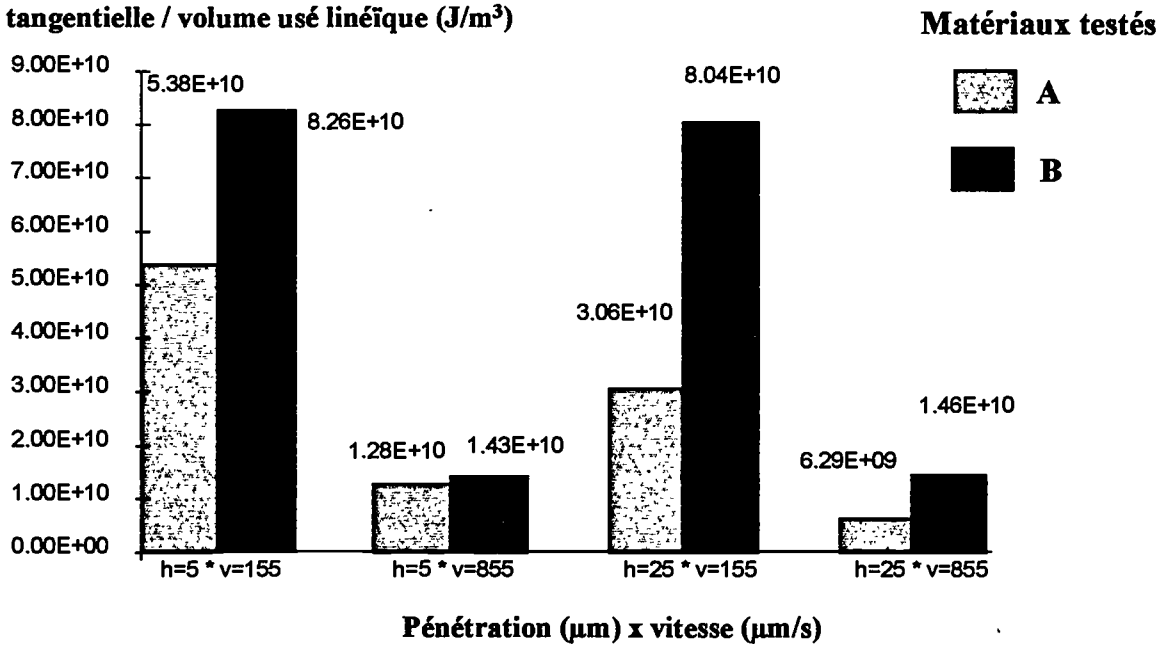



*Figure III. 41 : Energie spécifique d'abrasion (J/m³) pour quatre types de rayures réalisées sur les deux matériaux dans l'eau.*

L'énergie spécifique d'abrasion peut ici être reliée à l'intervention de mécanismes plastiques de déformation autour des fracturations. Une faible énergie signifie ainsi que le comportement est fragile, comme dans le cas de la céramique A.

L'étalement de la rayure est également un critère de fragilité du comportement du matériau, mais il ne tient pas compte des énergies mises en jeu dans la déformation. Sa faible valeur pour la céramique B laisse penser que la déformation s'effectue surtout en surface. Le graphe suivant confirme que la B est moins fragile que l'autre.

Par ailleurs, il reste à distinguer les fractures intergranulaires et les fractures intragranulaires. Ces deux types de fractures peuvent être distinguées en microscopie optique. En effet, les fractures intragranulaires présentent un aspect brillant non visible dans le cas des fractures intergranulaires. Les observations effectuées sur les trois céramiques montrent que les trois matériaux présentent des fractures intragranulaires, mais il est difficile de classer leur nombre d'un matériau à l'autre.

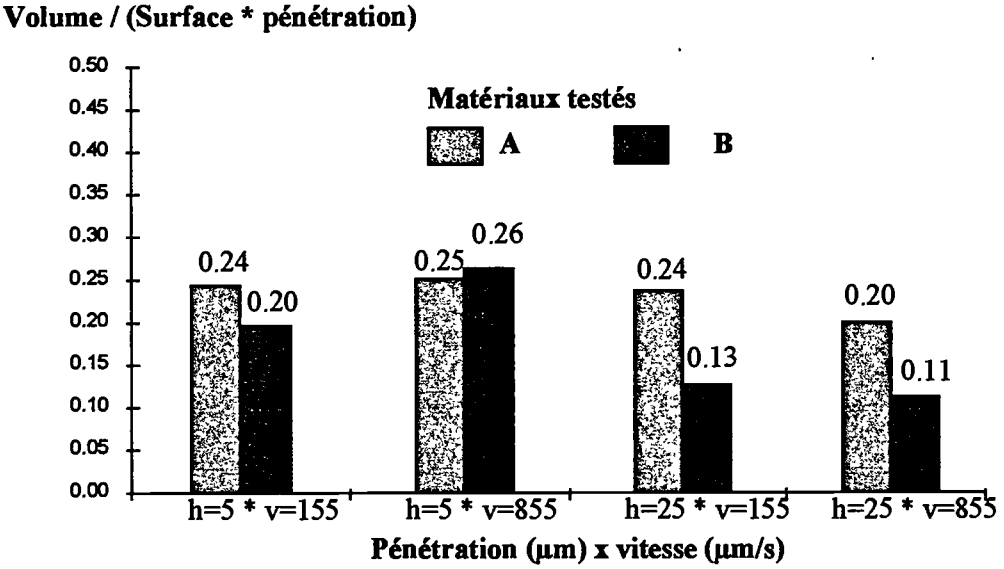



*Figure III. 42 : Etalement de la rayure (sans unité), pour des rayures réalisées sur les deux matériaux, dans l'eau.*

## B.4. ÉVOLUTION ET SIGNIFICATION DES PARAMETRES

### B.4.a. Evolution du coefficient de frottement.

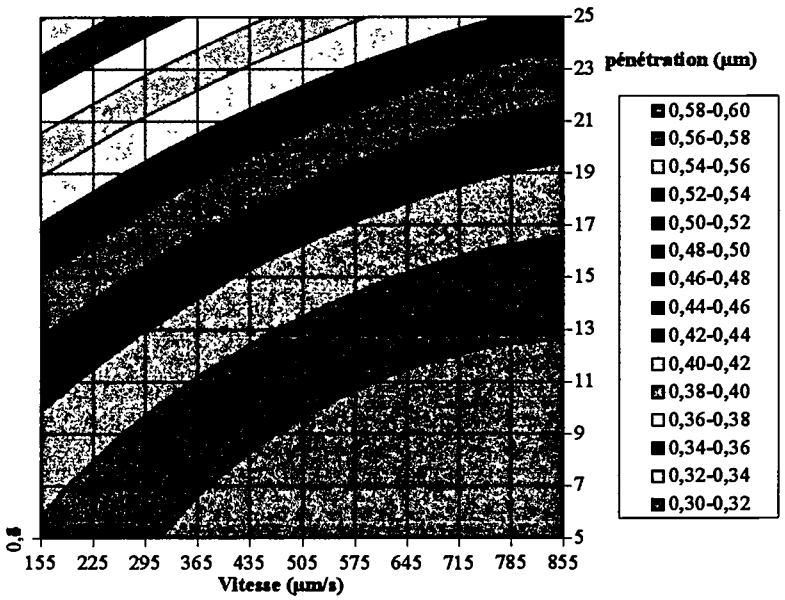



*Figure III. 43 : Coefficient de frottement sur la A à sec en fonction de la vitesse et de la profondeur de rayage.*

Le coefficient de frottement calculé comme le rapport entre la force tangentielle et la force normale ne caractérise pas, comme il est classiquement admis, le frottement interfacial entre l'indenteur et la céramique. Il faut pour le comprendre, analyser l'origine de son calcul et l'interpréter comme le rapport entre l'effort normal qu'il faut exercer pour s'enfoncer dans le matériau, et l'effort tangentiel nécessaire pour rompre la couche de matière

qui empêche l'indenteur d'avancer. L'effort normal caractérise donc le comportement en compression du matériau en sous couche, notion proche de la dureté, alors que la force tangentielle caractérise la résistance en traction de la surface du solide, se rapprochant de la notion de ténacité. Le coefficient de frottement en sclérométrie exprime par conséquent le rapport entre ces deux propriétés importantes des matériaux fragiles.

Les figures III.64 et III.65 montrent que pour un comportement à sec de la céramique A, ce paramètre augmente légèrement avec la vitesse, et diminue sensiblement avec la profondeur de rayage.

De façon générale, nous observons que le coefficient de frottement diminue en présence des liquides. En s'intéressant aux différentes forces nous remarquons que cette variation est due à l'augmentation de la force normale, alors que la force tangentielle reste constante. Cette observation est valable pour les 3 premiers fluides étudiés, pour l'eau en revanche, le coefficient de frottement reste comparable à celui mesuré à sec.

Les courbes du coefficient de frottement en milieu liquide sont représentées ci-dessous, et sont tirées des expérimentations avec l'EP20. Le coefficient f est exprimé en fonction des couples vitesse-pénétration et pénétration-concentration.

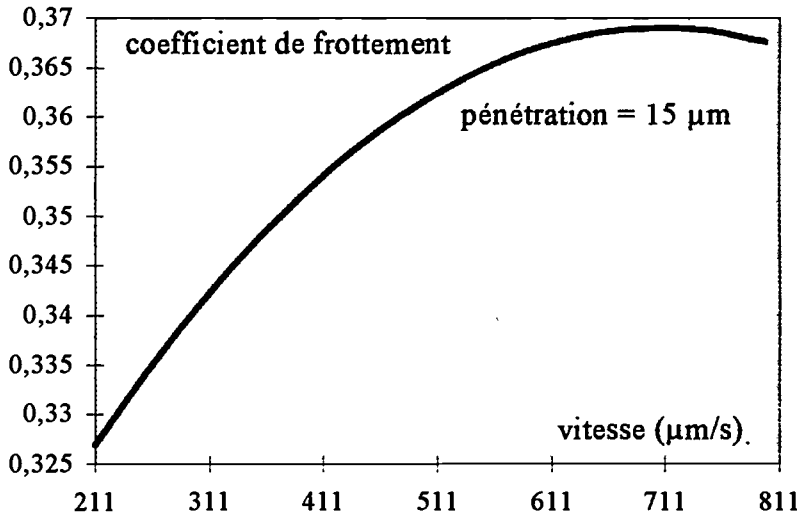



*Figure III. 44 : Coefficient de frottement en fonction de la vitesse, céramique A avec EP20 à 9,5 %.*

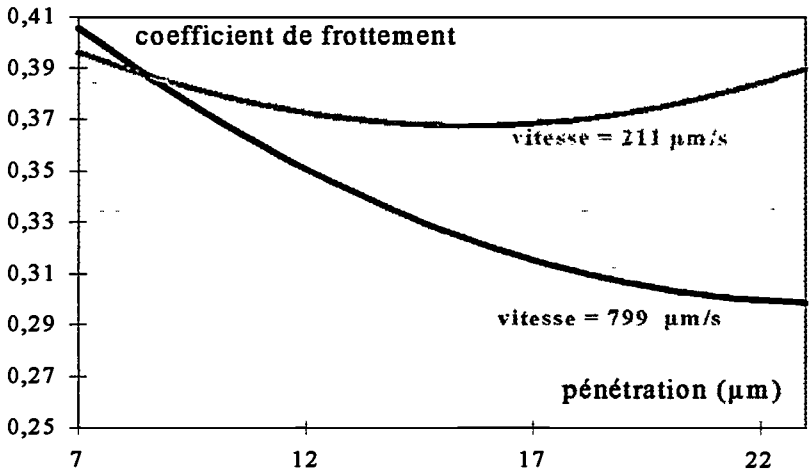



*Figure III. 45 : Coefficient de frottement en fonction de la pénétration pour deux vitesses, céramique A dans l'EP20 à 9,5 %.*

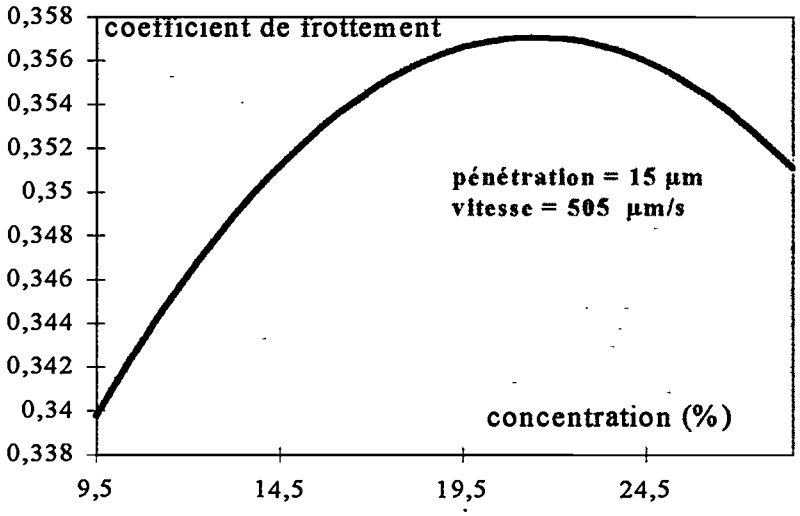



*Figure III. 46 : Coefficient de frottement en fonction de la concentration en EP20, pour A.*

Ce dernier graphe montre l'influence de la concentration en éléments actifs sur les propriétés mécaniques de cette céramique.

### B.4.b. Etude de la chute de force.

Comme nous l'avons évoqué précédemment, et compte tenu du comportement du scléromètre lors des rayages, il paraît intéressant de relier l'évolution de la force normale à la profondeur de la rayure, et donc à celle des écailles. De même, les chutes de la force tangentielle correspondent à la longueur des écailles dans la direction du rayage.

En considérant les chutes de la force tangentielle, les résultats des rayures à sec et dans l'eau diffèrent sensiblement. La surface de réponse des rayures à sec est toujours en-dessous de celle des rayures dans l'eau, comme le montrent les courbes des figures III-67 à III-69.

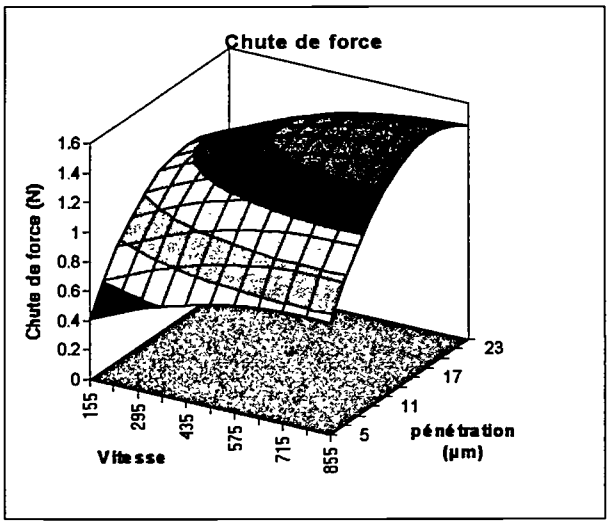



*Figure III. 47 : Chute de force Δf pour A à sec.*

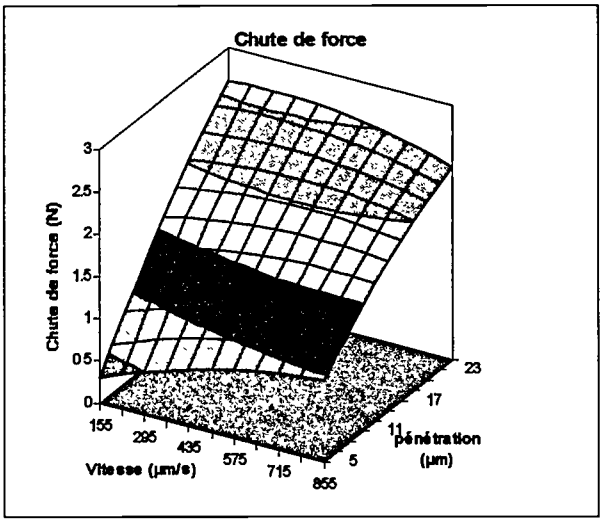



*Figure III. 48 : Chute de force Δf pour A dans l'eau.*

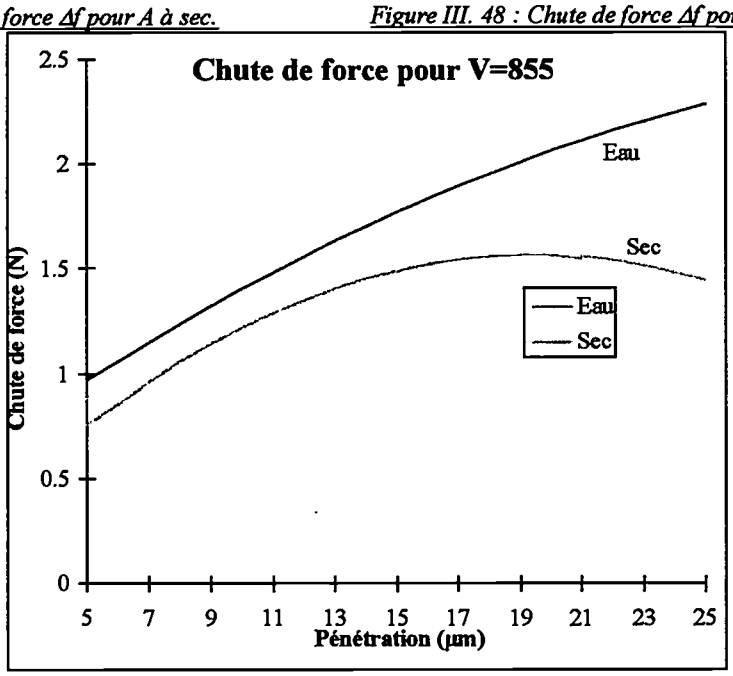



*Figure III. 49 : Comparaison de la chute de force Δf pour A avec une vitesse de 855 µm/s*

Suite à ces observations, on est en mesure de penser que l'eau engendre des fractures plus importantes lors du rayage. Ce résultat peut être confirmé par les courbes ci-dessous représentant le volume d'usure :

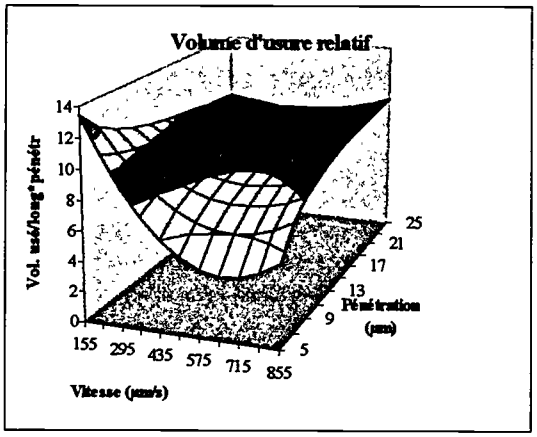



*Figure III. 50 : Volume usé relatif pour A à sec*

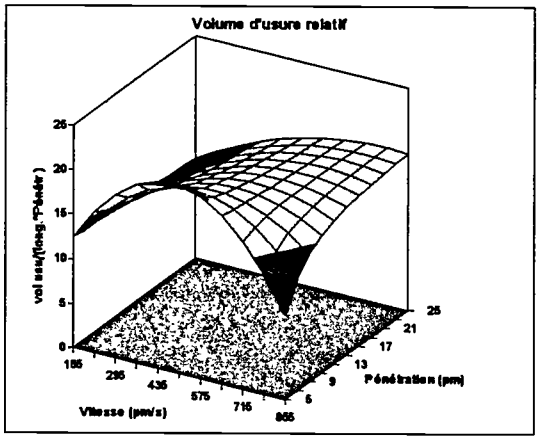



*Figure III. 51 : Volume usé relatif pour A dans l'eau.*

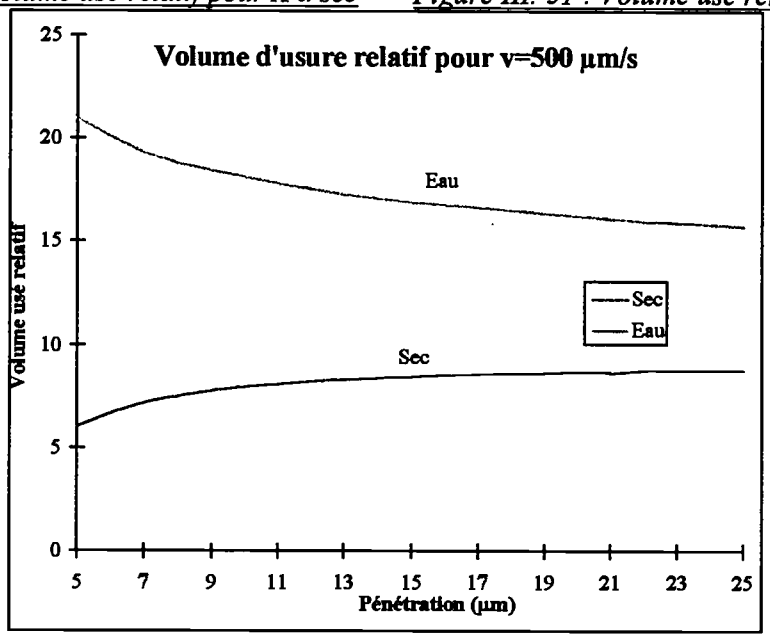



*Figure III. 52 : Comparaison du volume usé relatif (Volume usé / pénétration commmandée) pour A avec une vitesse de 500 µm/s*

Ce volume d'usure est en effet globalement plus important dans l'eau qu'à sec pour une pénétration importante. La corrélation entre les chutes de la force normale et la taille des écailles peut donc servir de support pour des interprétations futures.

### B.4.c. Analyse du taux de fracturation (nombre de fractures par unité de longueur de rayage)

En règle générale, le nombre de fractures diminue lorsque la vitesse augmente. Cependant, plus la profondeur de rayage est grande, moins cette diminution est sensible.

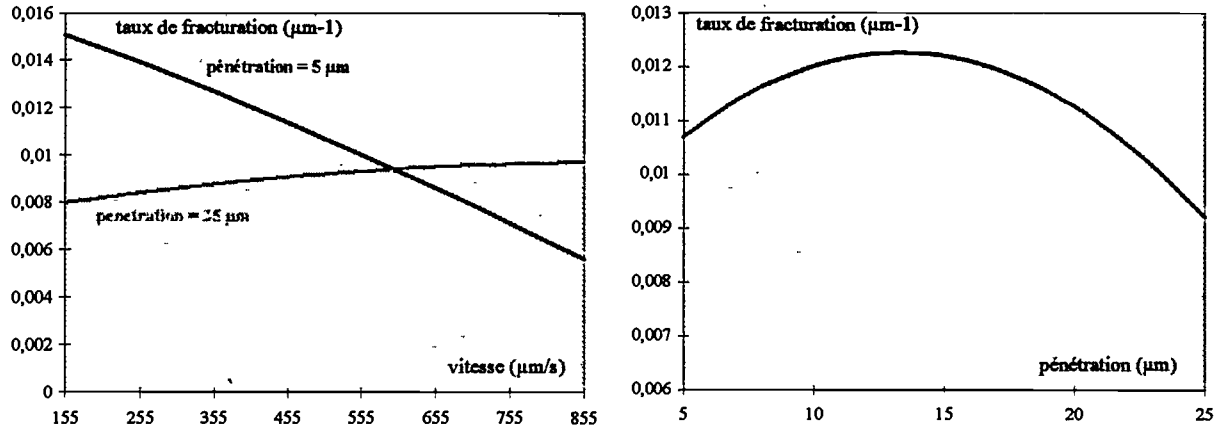



*Figure III. 53 : Evolution du nombre de fractures par unité de longueur lors du rayage à sec (céramique A).*

### B.4.d. Influence de l'environnement

Les surfaces de réponses du comportement des céramiques dans les trois fluides que nous venons de présenter nous ont permis de caractériser l'évolution de ces comportements en fonction des conditions de rayage.

La présence d'un fluide peut, d'après ces résultats, modifier les propriétés tribologiques des céramiques. Afin d'étudier plus en détails l'origine de l'action d'un fluide, nous avons testé un certain nombre de produits possédant des caractéristiques réactionnelles intéressantes. Pour cela, nous avons décidé d'effectuer systématiquement deux rayures à 5 et à 25 µm de profondeur commandée, à une vitesse de 505 µm/s avec les différents fluides choisis.

Le nombre de fluides que nous avons retenu ne nous permet pas d'effectuer davantage d'expériences pour chaque environnement, mais ces deux rayures donnent une bonne approximation de la dispersion des résultats, suffisante pour établir leur fiabilité.

Nous avons observé des variations dans le comportement des céramiques sous les différents environnements. Les résultats sont présentés ci-dessous :

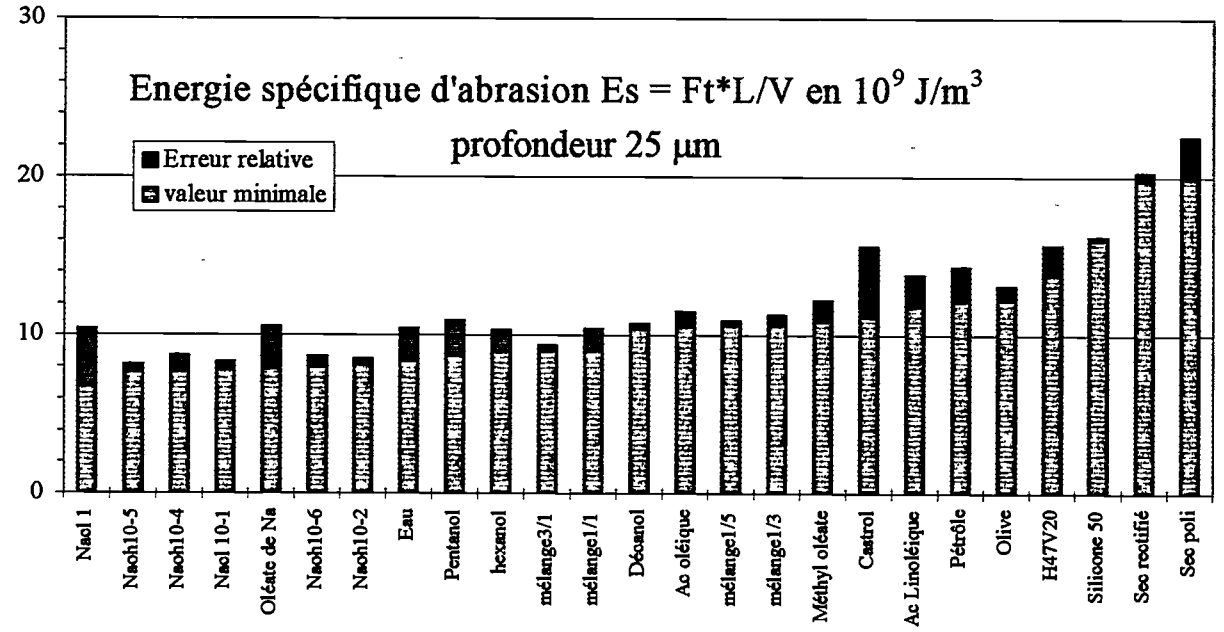



*Figure III. 54 : Evolution de l'énergie spécifique d'abrasion pour les différents fluides pour les rayures de 25 µm de profondeur commandée (céramique A).*

Il est extrêmement important de remarquer qu'en général l'évolution de l'énergie spécifique d'abrasion, en fonction des fluides, est sensiblement la même quelle que soit la profondeur de rayage, même si à 5 µm de pénétration, cette évolution est moins franche.

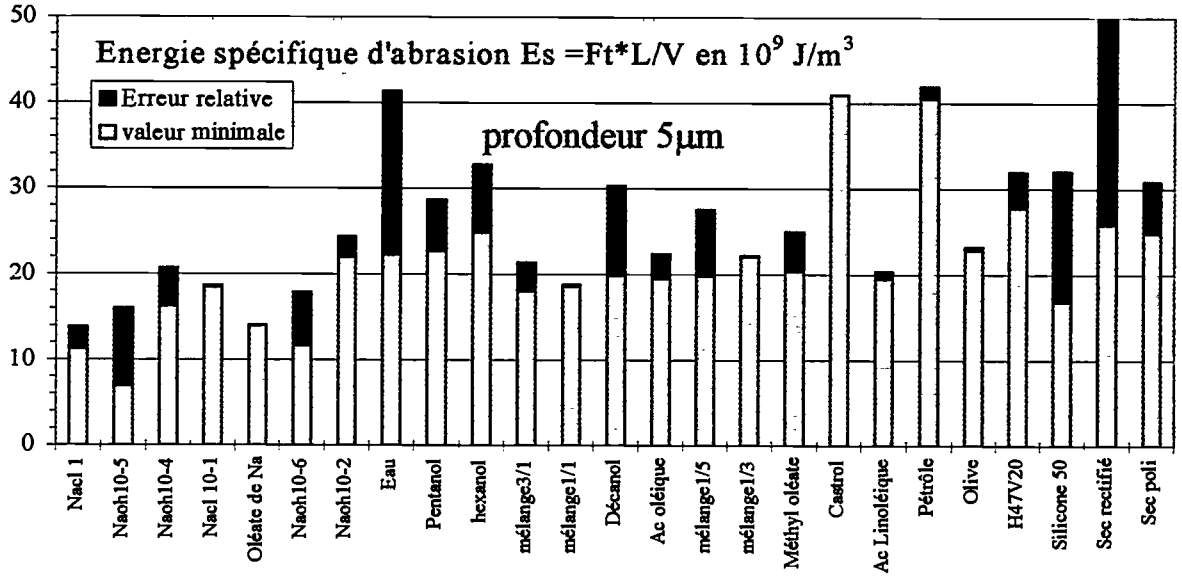



*Figure III. 55 :Evolution de l'énergie spécifique d'abrasion pour les rayures à 5 µm de profondeur pour les différents fluides (céramique A).*

L'interprétation physique de l'action des fluides, sachant que les mécanismes de déformation intervenant dans le rayage évoluent avec la profondeur, est :

- micro-fracturation et plasticité en dessous de 5 µm,
- fracturation et écaillage au-dessus de 20 µm,

Ceci nous conduit à formuler des hypothèses sur la mobilité des dislocations ou sur les mécanismes de fracturation et de création de surfaces.

Nous avons alors recherché une corrélation entre les propriétés physiques et chimiques de ces fluides avec les variations de comportement des céramiques.

## B.5. INTERPRETATION PHYSICO-CHIMIQUE DE L'ACTION DES FLUIDES

La constitution cristallographique des solides iono-covalents entraîne une sensibilité toute particulière aux propriétés électriques de l'espace. Nous nous sommes donc intéressés à la caractérisation de l'action de la polarité des fluides sur les propriétés mécaniques des céramiques.

Des expériences similaires ont déjà été réalisées par *Westwood (1973) [69]*, mais ces expériences ne sont pas encore très bien comprises par la communauté scientifique.

Ce mémoire ne prétend pas apporter une explication complète de la modification des propriétés mécaniques des solides en surface par l'environnement (effet dit Rebinder et/ou Westwood), mais montre qu'un test scléromètrique, qui sollicite un mécanisme de fracturation superficiel, met en évidence ce phénomène.

Les résultats présentés sur la figure III-74 montrent une nette corrélation entre l'énergie spécifique d'abrasion de la céramique et la mouillabilité des fluides.

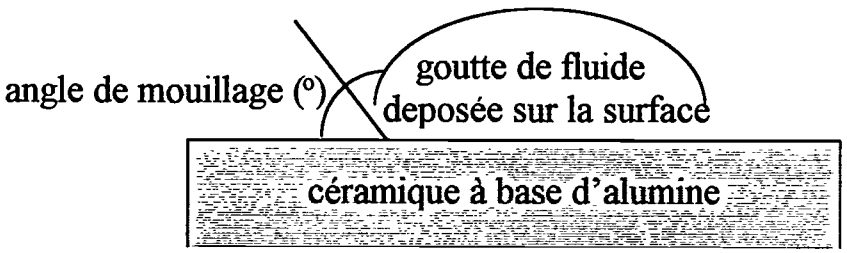



*Figure III. 56 : Définition et schématisation d'un test de mouillage. L'angle entre le bord de la goutte et la surface de l'échantillon définit la mouillabilité du fluide sur le matériau.*

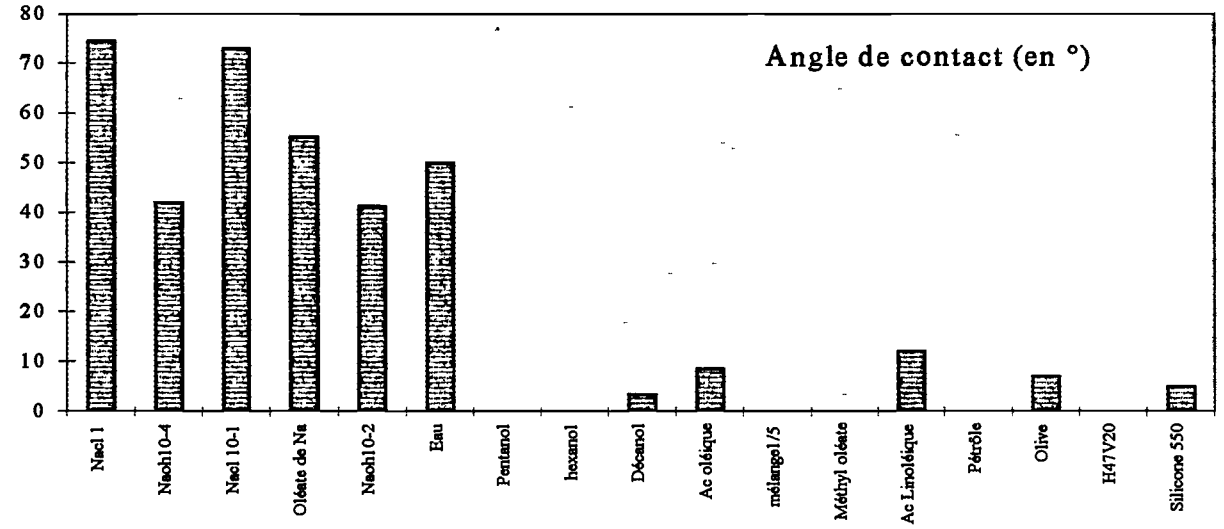



*Figure III. 57 : Evolution de l'angle de contact des fluides, ceux-ci étant classés par ordre croissant d'énergie spécifique d'abrasion (voir figure III-74).*

Ces résultats mettent également en évidence l'action du sodium sur les propriétés tribologiques et mouillantes des céramiques d'alumines. Les fluides contenant du sodium présentent des angles de contact importants, et des énergies spécifiques d'abrasion faibles.

Ceci nous laisse penser qu'une optimisation de ces fluides est possible grâce aux techniques utilisées durant l'étude. Cette optimisation nécessite de relier les propriétés sclérométriques et l'efficacité des processus d'usinage, notamment ceux opérant en présence de fluides.

## B.6. CONCLUSIONS

Ce travail nous permet de faire ressortir les interêts de l'utilisation de la technique scléromètrique développée au Laboratoire de tribologie pour analyser et comprendre le comportement des matériaux fragiles soumis à l'abrasion.

En effet, l'étude des forces permet une analyse dynamique des processus de fracturation de matériaux céramiques soumis à une sollicitation abrasive.

Une différence de 30% de ténacité entre deux céramiques de compositions voisines semble modifier de façon notable le comportement scléromètrique de ces matériaux.

L'ensemble des paramètres analysés (forces, topographie tridimensionnelle, observation aux microscopes optiques et électroniques) sont indispensables pour comprendre et identifier le comportement fragile des matériaux céramiques en rayage.

L'action de fluides à la surface de céramiques à base d'alumine a été mis en évidence. Elle semble être liée aux propriétés de mouillabilité ou de polarité de ces fluides avec les céramiques.

Différents mécanismes ont pu être identifiés dans le comportement en rayage des céramiques à base d'alumine, allant de la plasticité et micro-fracturation à petite échelle (rayure de profondeur inférieure à 5 μm), à la fracturation brutale à grande échelle (rayures de 25 μm de profondeur et plus)

# CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Nous avons vu dans le premier chapitre qu'une meilleure compréhension du comportement sclérométrique des matériaux était tributaire d'une bonne estimation de la surface de contact, pour les matériaux ductiles, et d'une analyse en temps réelle des mécanismes de fracturation pour les matériaux fragiles.

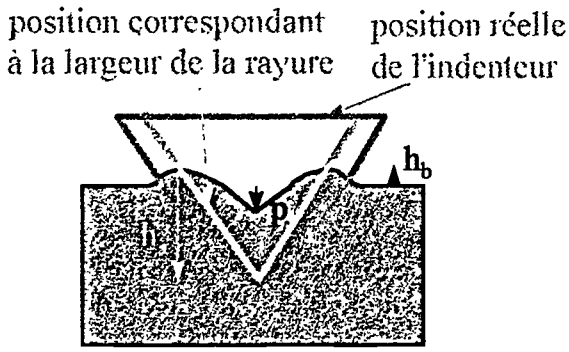
Le premier objectif de ce travail de thèse a donc été de concevoir et de mettre en œuvre une machine de test sclérométrique qui soit capable de réaliser des rayures de façon fiable et reproductible, en donnant accès à la profondeur de pénétration réelle de l'indenteur sous la surface initiale de l'échantillon et en mesurant les forces de rayage avec une fréquence d'acquisition élevée.

La raideur des différentes parties mécaniques de ce dispositif a donc été caractérisée afin de bien connaître le comportement de la machine pendant un test de rayage. De ce fait, la profondeur de pénétration de l'indenteur sous la surface de l'échantillon est déterminée avec exactitude.

Ce dispositif est commandé à partir d'un ordinateur, à l'aide d'un logiciel spécifique, développé sous l'environnement Windows, ce qui rend les expériences faciles à réaliser et conviviales.

Les moyens informatiques modernes permettent alors l'acquisition des forces de rayage jusqu'à une fréquence de 20 000 Hz.

De plus, un palpeur topographique peut être monté sur le dispositif pour effectuer un relevé tridimensionnel de la morphologie des rayures. Cette mesure est nécessaire, notamment pour estimer la surfacce de contact entre l'indenteur et la surface de l'échantillon. Celle-ci est estimée à partir de la largeur de la rayure, la hauteur des bourrelets et la forme de l'indenteur. De même, les déformations élastiques et plastiques sont déterminées à partir de ces paramètres, accompagnés de la profondeur de la rayure rémanante et de la profondeur de pénétration de l'indenteur sous la surface de l'échantillon.

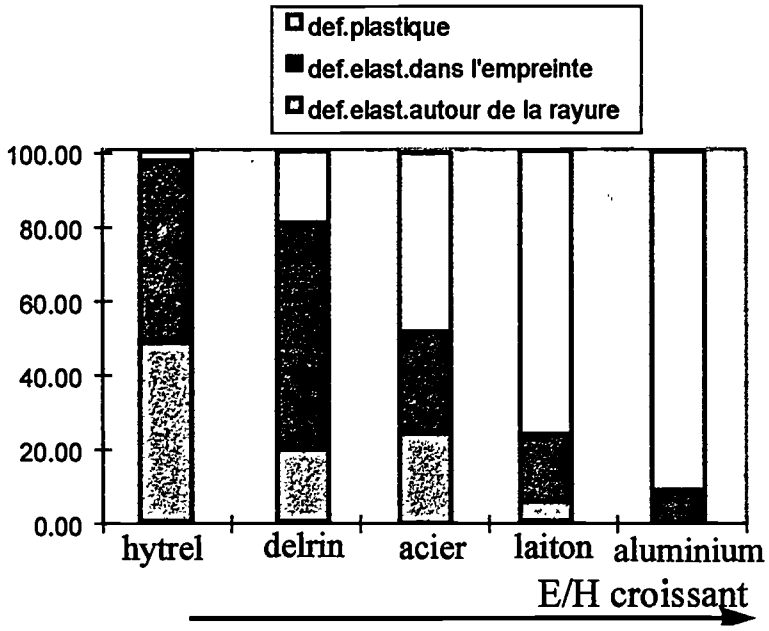



ha-hb-p = retour élastique dans l'empreinte

h-(ha-hb) = déformation élastique autour de l'indenteur

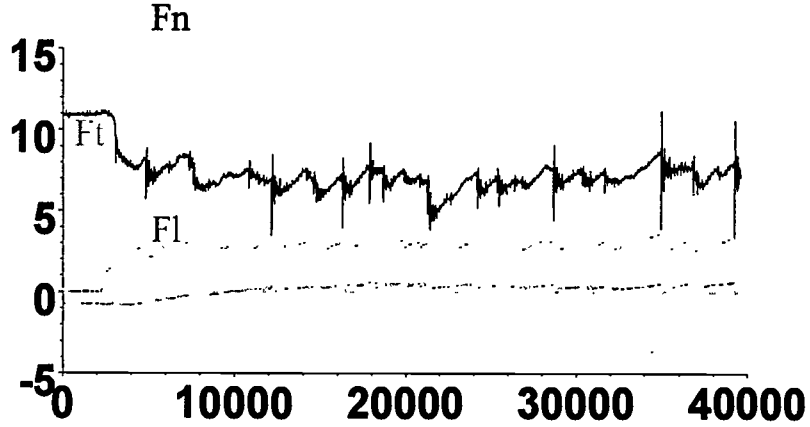
Cette surface de contact ainsi que les forces de rayage dans les trois directions permettent d'estimer la pression de contact au travers d'un modèle considérant une pression normale $\sigma$ et un frottement $\tau$ exercés par la surface du matériau sur les faces de l'indenteur. Celui-ci est développé en annexe.

Cette pression normale de contact s'est avérée proche de la dureté statique des matériaux utilisés lors de cette étude, qui sont deux polymères et trois métaux. Ces matériaux présentent des propriétés rhéologiques très différentes qui ont permis d'étudier l'évolution des comportements sclérométriques en fonction du module d'Young E, de la dureté H et du rapport E/H de ces matériaux. Les résultats montrent que l'importance des déformations élastiques et plastiques évoluent avec le raport E/H. La similitude de ces résultats avec différents résultats obtenus en indentation normale est ici remarquable.



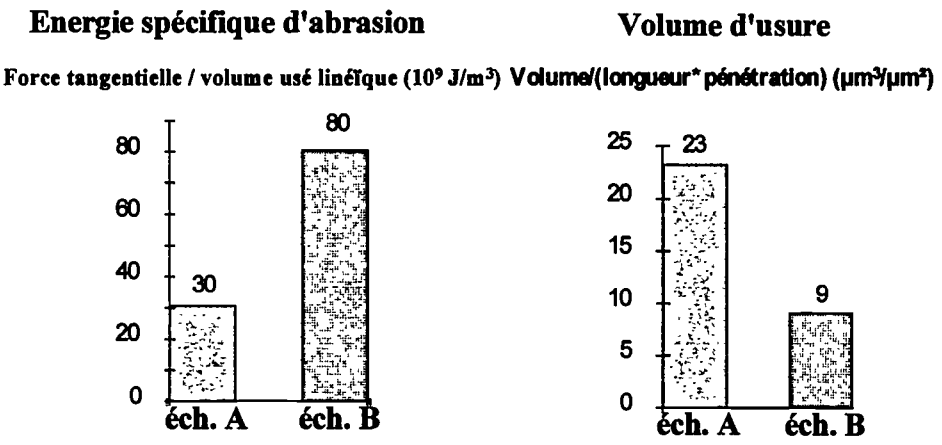
L'étude sclérométrique des matériaux fragiles a été basée sur une céramique à base d'alumine.

Différents mécanismes de déformation ont été identifiés à différentes profondeurs de pénétration. Pour des rayures inférieures à 10 µm, l'indenteur semble provoquer une micro-fracturation de la zone sous-jacente au contact, accompagnée par l'initiation de fractures latérales non débouchantes. Pour des sollicitations plus sévères, ces fractures latérales laissent partir des écailles. Ce phénomène engendre à la fois une morphologie de rayure irrégulière et un motif de force significatif de cette fracture brutale.




Les caractéristiques des chutes de forces engendrées par cet écaillage ont été reliées au volume d'usure dans la rayure. Cette relation montre la possibilité d'estimer rapidement l'usure engendrée par écaillage sans avoir à mesurer la morphologie de la rayure, ce qui est souvent assez long.

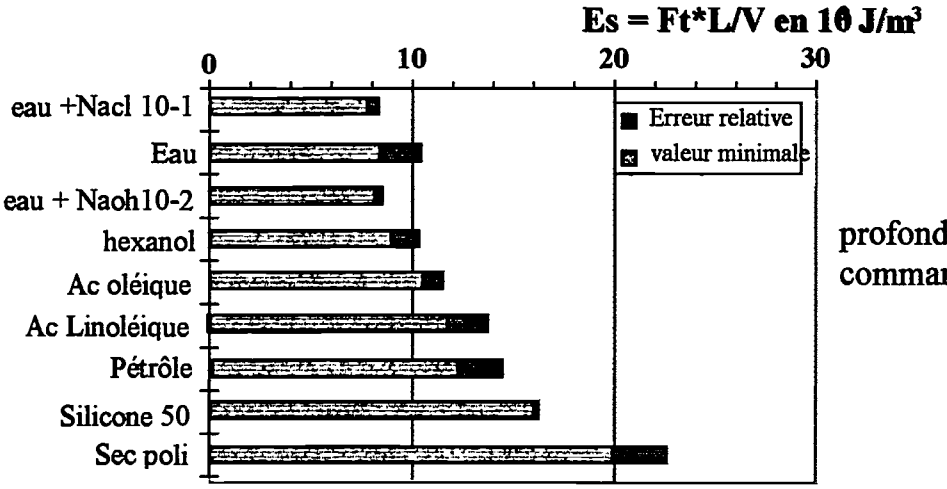
L'analyse des forces de rayage et de la morphologie de la rayure donne une quantification précise de la résistance à l'usure des céramiques à base d'alumine. Cette précision nous a permis, d'une part d'observer l'effet de la ténacité et des ajouts de frittage sur le comportement de ces céramiques,




pénétration 25 µm, vitesse 155 µm/s

et d'autre part, de visualiser l'effet de la présence de fluides sur la surface de ces matériaux en ce qui concerne leur énergie spécifique d'abrasion Es.

Cet effet évolue sensiblement avec les propriétés de mouillabilité des fluides sur les céramiques.




profondeur de rayage commandée 25µm

ces fluides sont classés par ordre décroissant d'angle de mouillage

# Nomenclature

| Nom du paramètre | désignation | définition | référence | Page |
|---|---|---|---|---|
| a | largeur de la rayure | | | |
| $A_b$ | section des bourrelets latéraux | | | |
| $\alpha$ | degré d'usure | (At-Ab)/At | Kato 1988 | 13 |
| $\alpha_c$ | degré d'usure limite pour le mode de coupe | | Kato 1986 | 12 |
| $a_s$ | largeur du sillon à la hauteur de la surface initiale | | | 55 |
| At | section de la rayure rémanante | | | |
| $b_e$ | profondeur des écailles | | Hutchings 1992 | 24 |
| $\beta_c$ | fraction de point de contact pour le mode de coupe | | Kato 1986 | 12 |
| C | facteur géométrique | | Kato 1986 | 12 |
| c | dimension de la fracture minimum | | Barquins 1973 et Powell 1979 | 22 |
| $c^2$ | coefficient de pénétration | acotθ/2h | Ph. Laval 1995 | 79 |
| $c_e$ | largeur des écailles | | Hutchings 1992 | 24 |
| d | distance entre chaque chute de force ou entre chaque fracture | | | 118 |
| $\delta$ | angle entre la direction moyenne du frottement interfacial et l'horizontale (dans la face de l'indenteur considérée) | | | 84 |
| $\delta f$ | chutes de la force normale lors d'une rayure engendrant des fracturations par écaillage | | | 117 |
| $\Delta S$ | surface de contact correspondant au bourrelet frontal | | | 82 |
| $D_{lim}$ | épaisseur de la zone déformée pendant la rayure | | Moore 1976 | 14 |
| Dp | degré de pénétration | h/r | Kato 1986 | 13 |
| Dp* | degré de pénétration max pour le mode de formation de bourrelets | | Kato 1986 | 13 |
| Dp** | degré de pénétration limite pour le mode de coupe | | Kato 1986 | 13 |
| E | module d'Young des matériaux | | | |
| e | déformation à la rupture | | Lancaster 1990 | 11 |
| Ea | Energie de déformation de la matière dans le sillon | | Moore 1976 | 14 |
| Eb | Energie de déformation de la matière sous le sillon | | Moore 1976 | 14 |
| Es | énergie spécifique d'abrasion | Ft*L/vol | Mathia 1985 | |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| f | coefficient de frottement | Ft/Fn | | |
| Fl | force latérale | | | |
| Fn | force normale | | | |
| Ft | force tangentielle | | | |
| H | dureté des matériaux | | | |
| $H/K_c$ | index de fragilité des matériaux | | Mathia 1986 | 22 |
| H1 a H6 | différentes définitions de dureté de rayage | | | 85 |
| ha | profondeur de contact plastique | | | chapitre 3 |
| hb | hauteur des bourrelets latéraux | | | |
| hbf | hauteur du bourrelet frontal | | | 20 et chapitre 3 |
| ho | déformation élastique de la surface à l'extérieur du contact | h-ha+hb | | 77 |
| Hs | dureté dynamique ou de rayage | Fn/a2 | Tabor 1965 | 19 |
| $J_h^*$ | taux d'abrasion spécifique | | Sorokin 1991 | 22 |
| K | coefficient d'usure dans l'équation d'Archard | | suh 1973 | 11 |
| Kc | facteur d'intensité de contrainte | | | 22 |
| Kf | étalement de la rayure | Sr/Vol | | 61 |
| L | longueur des rayures | | | |
| $\lambda$ | force de cisaillement à l'interface du contact | | Challen | 16 |
| $\lambda_\tau$ | rapport entre la contrainte de frottement à l'interface et la contrainte de cisaillement du matériau | tau s/tau ms | Stiharu 1994 | 15 |
| $\mu$ | coefficient de frottement à l'interface indenteur / matériau | | Challen | 16 |
| p | profondeur rémanante de la rayure | | | |
| Pc | charge critique de fracturation | | Barquins 1973 et Powell et Tabor 1979 | 22 |
| Q | volume d'usure par fractures latérales | | Hutchings 1992 | 25 |
| s | contrainte à la rupture | | Lancaster 1990 | 11 |
| Sa | critère de sévérite d'abrasion | p/a | | 55 |
| $\sigma$ | pression normale de contact sur les faces de l'indenteur | | | 15 et chapitre 3 |
| $\sigma 1$, $\sigma 2$, $\sigma 3$ | contraintes principales | | | 23 |
| Sn | projection horizontale de la surface de contact | | | 15 |
| St | projection verticale, perpendiculaire à la direction du rayage, de la surface de contact | | | 15 |
| $\tau_a$ | coefficient d'abrasion | | | 57 |
| $\tau_{ms}$ | contrainte de cisaillement du matériau | | Stiharu 1994 | 15 |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| $\tau_s$ | contrainte de frottement sur les faces de l'indenteur | | | 15 et chapitre 3 |
| $\theta$ | angle d'attaque de l'indenteur, et pour un indenteur sphérique | $\sin(\theta)=R/r$ | | |
| V | vitesse de rayage | | | 10 |
| Vd | volume déformé, volume du sillon | | | 55 |
| Vl | volume d'usure linéïque | | | 55 |
| Vol | volume de la rayure | | | |
| Ws | taux d'usure | | Kim 1994 | 23 |
| X | facteur rhéologique | $E\cot\theta/\sigma o$ | Ph. Laval 1995 | 80 |

# Table des Illustrations

## PREMIER CHAPITRE :

*Figure I. 1 : Schématisation des tests d'abrasion standardisés pour de nombreux produits* 7
*Figure I. 2 : Illustration du principe d'un test tribologique du type bille-plan pour analyser le frottement des matériaux* 8
*Figure I. 3 : Illustration de la formation d'un copeau lors d'une sollicitation abrasive* 8
*Figure I. 4 : Représentation schématique des résultats de Krushov et coll. (1956) [12] concernant l'évolution entre la résistance à l'usure, qui est l'inverse du volume d'usure, avec la dureté des métaux.* 9
*Figure I. 5 : Morphologie de l'écoulement de la matière lors des trois modes d'abrasion (labourage, formation de bourrelets et coupe)* 11
*Figure I. 6 : Carte de modes d'abrasion selon Kato* et coll. *(1986) [22], montrant l'évolution des paramètres Dp* et Dp** en fonction de la dureté.* 11
*Figure I. 7: Définition des aires caractéristiques d'une rayure dans sa section transversale.* 12
*Figure I. 8 : Définition des paramètres géométriques du contact d'une surface plane et d'un indenteur conique et hémisphérique.* 12
*Figure I. 9 : Définition de la surface tangentielle de contact entre l'indenteur et le matériau à partir de la profondeur de rayage : $S_T = tan65.tan60.h^2=3.714.h^2$ pour une face de l' indenteur Berkovich. De même, la projection horizontale de la surface de contact est $S_N=(tan65)^2.tan60.h^2=7.966.h^2$.* 14
*Figure I. 10 : Lignes de glissement déssinées par Challen et coll. (1979) [21] pour l'écoulement d'un matériau parfaitement plastique devant une particule abrasive* 16
*Figure I. 11: Formes géométriques générales des fractures (a) côniques, (b) circulaires, (c) demi-circulaires, et (d) latérales, d'après Ogilvy et coll. (1977) [54].* 22
*Figure I. 12 : Analyse des fractures engendrées par un contact frottant sur un matériau fragile.* 30

## DEUXIEME CHAPITRE :

*Figure II. 1: Description générale de la partie mécanique du scléromètre.* 38
*Figure II. 2 : Description du processus de tangentage de la surface.* 39
*Figure II. 3 : Evolution de la force normale au cours du tangentage : cette courbe permet de connaître la pénétration de l'indenteur dans le matériau (ici un élastomère).* 40
*Figure II. 4 : Visualisation des vibrations causées par les moteurs pas à pas pendant les montées et les descentes par rapport aux moteurs à courant continu pour le rayage et le déplacement horizontal.* 41
*Figure II. 5 : Mesure des déformations des éléments du scléromètre* 42
*Figure II. 6 : Evolution de la déformation normale du scléromètre en fonction de la charge normale* 43
*Figure II. 7 : Description de la mesure de la raideur tangentielle du porte indenteur.* 43
*Figure II. 8 : Courbe de la raideur tangentielle du porte indenteur* 44
*Figure II. 9: Spécifications du scléromètre pour les rayages à profondeur de pénétration imposée.* 46
*Figure II. 10 : Topographie 3D de rayures à charge normale et à profondeur imposée sur un matériau ductile* 49
*Figure II. 11 : Définition des paramètres d'usure des matériaux sur un profil transvers.* 50
*Figure II. 12 : Evolution du rapport p/a pour différents matériaux classés dans l'ordre E/H croissant.* 51
*Figure II. 13 : Définition des hauteurs caractéristiques d'un test de rayage.* 51

*Figure II. 14 : Evolution des déformations élasto-plastiques au cours d'une rayure en fonction du paramètre rhéologique E/H.* 52
*Figure II. 15 (à gauche) : Mise en évidence du mode d'endommagement par fluage du matériau A* 53
*Figure II. 16 (à droite) : graphe des forces de rayage sur le matériau A* 53
*Figure II. 17(à gauche) : Mise en évidence du mode d'endommagement par fracturation du matériau B* 54
*Figure II. 18 : Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau A* 54
*Figure II. 19: Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau B* 54
*Figure II. 20 : Evolution de la taille des fractures avec la force normale: sur le matériau C* 54
*Figure II. 21 : Tracé du coefficient de frottement en fonction de la pénétration, pour des vitesses variées pour un indenteur de 120° émoussé.* 55
*Figure II. 22 : Tracé du coefficient de frottement en fonction de la profondeur de pénétration de rayage. (Différentes vitesses ont été utilisées, ce qui explique la dispersion des valeurs pour une même pénétration.)* 55
*Figure II. 23 : Définition de la zone cenrale d'une rayure fragile sur une céramique.* 56
*Figure II. 24 : Illustration de la transition du comportement ductile / fragile. La figure de gauche présente une rayure à faible charge, et celle de droite une rayure à pénétration importante qui révèle un phénomène d'écaillage latéral. Ces rayures ont été réalisées sur le même matériau.* 57
*Figure II. 25 : Forces de rayage (N) pour un matériau fragile montrant l'impact énergétique des mécanismes de fracturation, en fonction du nombre de points d'acquisition (20 000 Hz).* 58
*Figure II. 26 : Corrélation entre les forces de rayage et la morphologie de la surface rayée sur un matériau composite.* 60

# TROISIEME CHAPITRE :

## PARTIE A :

*Figure III. 1 : Tableau résumant les propriétés rhéologiques des matériaux étudiés.* 65
*Figure III. 2 : Evolution de la profondeur réelle de rayage en fonction du module d'Young pour une profondeur commandée à la table verticale du scléromètre de 50 µm (voir second chapitre).* 65
*Figure III. 3 : Evolution de la profondeur rémanante p et de la largeur a des rayures pour 50 µm de profondeur commandée.* 66
*Figure III. 4 : Evolution de h-p pour des rayures de 50 µm de profondeur commandée, les matériaux étant classés dans l'ordre E/H croissant.* 67
*Figure III. 5 : Evolution de h-p pour des indentations de 120 mN (W. Oliver et G. M. Pharr (1992) [79]), les matériaux étant classés dans l'ordre E/H croissant.* 67
*Figure III. 6 : Evolution de la hauteur relative des bourrelets par rapport à la profondeur réelle de rayage en fonction du paramètre rhéologique X.* 68
*Figure III. 7 : Définition de la profondeur de contact plastique en rayage : ha* 68
*Figure III. 8 : Evolution des déformations élastiques à l'intérieur de la zone de contact en fonction du module d'Young des matériaux.* 69
*Figure III. 9 : Evolution du rapport entre les déformations élastiques à l'intérieur et à l'extérieur du contact au cours d'un rayage.* 69
*Figure III. 10 : Evolution des différentes déformations élasto-plastiques au cours d'une rayure en fonction du paramètre rhéologique E/H.* 70
*Figure III. 11 : Schématisation de la déformation de la surface au cours d'une rayure, définition et comparaison de la profondeur de rayage et de la profondeur de contact plastique.* 71
*Figure III. 12 : Evolution des différentes définitions du facteur de forme $c^2$ en fonction du paramètre rhéologique X.* 72

*Figure III. 13 : Comparaison de $c^2$ obtenu par la formule de Ph. Laval avec les valeurs expérimentales de ha/h en rayage.* 72
*Figure III. 14 : Relation entre $c^2$ et le rapport ha/h au cours d'un rayage, pour différents matériaux ductiles* 73
*Figure III. 15 : Évolution de la pression d'écoulement $\sigma$ et de la contrainte de cisaillement $\tau$ en fonction de $\delta$ pour une rayure à 50 µm de pénétration, 600 µm/s de vitesse, sur de l'acier, à $\Psi = 0$ (une arête dans le sens du rayage).* 75
*Figure III. 16 : Illustration des directions possibles d'écoulement de la matière contre une face de l'indenteur Berkovich. L'arc de cercle ombré,dessiné dans la face I délimite l'orientation de l'écoulement sur cette face par rapport à la référence dirigée horizontalement vers l'arrière droite de la face I.* 76
*Figure III. 17 : Comparaison de différentes définitions de la dureté de rayage par rapport à la dureté statique H et de la pression calculée à partir du modèle développé dans ce travail.* 76
*Figure III. 18 : Illustration de l'influence du mode de calcul des duretés H2 et H3* 77
*Figure III. 19 : Estimation des surfaces de contact à partir de la profondeur de pénétration et de la largeur de la rayure : Impact sur le calcul des duretés H2 et H3.* 78
*Figure III. 20 : Pression normale et contrainte de frottement pour les trois métaux testés en fonction de l'orientation de l'indenteur.* 79

# PARTIE B :

*Figure III. 21 : Courbes des forces de rayage caractéristiques du comportement fragile des céramiques à base d'alumine.* 82
*Figure III. 22 : Modélisation expérimentale de l'énergie spécifique d'abrasion pour l'alumine A à sec en fonction de la vitesse et de la profondeur de pénétration de rayage.* 86
*Figure III. 23: Surface de réponse de l'énergie spécifique d'abrasion Es en $10^9$ J/m$^3$ , pour des rayures réalisées sur A dans la résine GT en fonction de la pénétration et de la concentration du fluide.* 84
*Figure III. 24 : Mécanisme d'abrasion à très petite échelle* 85
*Figure III. 25 : Mécanisme d'abrasion par décohésion des grains* 86
*Figure III. 26 : Observation au M.E.B. d'un mécanisme d'écaillage résultant d'une action abrasive à grande échelle.* 86
*Figure III. 27 : Topographie tridimensionnelle de rayures à différentes échelles présentant des morphologies spécifiques, fracturées et douces.* 87
*Figure III. 28 : Illustration de la fragilisation en sous couche de la céramique lors d'un rayage visiblement non fragile.* 88
*Figure III. 29 : Schématisation de l'interpétation de l'évolution de la force normale au cours d'un processus d'écaillage.* 88
*Figure III. 30 : Evolution de la force tangentielle lors de l'initiation d'une fracture sous la pression de l'indenteur.* 89
*Figure III. 31: Représentation des paramètres relevés sur les forces de rayage* 90
*Figure III. 32 : Délimitation de l'enveloppe de la rayure pour le calcul de la surface endommagée ainsi que du volume en creux* 91
*Figure III. 33 : Image tridimensionnelle obtenue par topographie tactile d'une rayure réalisée sur une céramique.* 91
*Figure III. 34 : Energie spécifique d'abrasion Es en $10^9$ J/m$^3$, pour trois concentrations en fonction de la pénétration en µm, pour A.* 92
*Figure III. 35 : Rayure réalisée à sec sur la céramique A, avec une profondeur commandée de 5 µm.* 93
*Figure III. 36 : Mécanisme de microfracturation en front de fissure (d'après Buresh (1978) [78]).* 94
*Figure III. 37 : Schématisation de la zone micro-fracturée sous la rayure vue en coupe transversale.* 94

*Figure III. 38 : Observation d'une rayure à faible profondeur, montrant un aspect lissé. La décohésion des grains sous le passage de l'indenteur est envisagée comme mécanisme de déformation.* 95
*Figure III. 39 : Texture partiellement fracturée d'une rayure à forte profondeur de pénétration.* 95
*Figure III. 40 : Ecaillage à l'extérieur du sillon déformé et collé contre la surface par l'indenteur.* 96
*Figure III. 41 : Energie spécifique d'abrasion ($J/m^3$) pour quatre types de rayures réalisées sur les deux matériaux dans l'eau.* 97
*Figure III. 42 : Etalement de la rayure (sans unité), pour des rayures réalisées sur les deux matériaux, dans l'eau.* 98
*Figure III. 43 : Coefficient de frottement sur la A à sec en fonction de la vitesse et de la profondeur de rayage.* 98
*Figure III. 44 : Coefficient de frottement en fonction de la vitesse, céramique A avec EP20 à 9,5 %.* 99
*Figure III. 45 : Coefficient de frottement en fonction de la pénétration pour deux vitesses, céramique A dans l'EP20 à 9,5 %.* 100
*Figure III. 46 : Coefficient de frottement en fonction de la concentration en EP20, pour A.* 100
*Figure III. 47 : Chute de force $\Delta f$ pour A à sec.* 101
*Figure III. 48 : Chute de force $\Delta f$ pour A dans l'eau.* 101
*Figure III. 49 : Comparaison de la chute de force $\Delta f$ pour A avec une vitesse de 855 µm/s* 101
*Figure III. 50 : Volume usé relatif pour A à sec* 102
*Figure III. 51 : Volume usé relatif pour A dans l'eau.* 102
*Figure III. 52 : Comparaison du volume usé relatif (Volume usé / pénétration commmandée) pour A avec une vitesse de 500 µm/s* 102
*Figure III. 53 : Evolution du nombre de fractures par unité de longueur lors du rayage à sec (céramique A).* 103
*Figure III. 54 : Evolution de l'énergie spécifique d'abrasion pour les différents fluides pour les rayures de 25 µm de profondeur commandée (céramique A).* 104
*Figure III. 55 :Evolution de l'énergie spécifique d'abrasion pour les rayures à 5 µm de profondeur pour les différents fluides (céramique A).* 104
*Figure III. 56 : Définition et schématisation d'un test de mouillage. L'angle entre le bord de la goutte et la surface de l'échantillon définit la mouillabilité du fluide sur le matériau.* 105
*Figure III. 57 : Evolution de l'angle de contact des fluides, ceux-ci étant classés par ordre croissant d'énergie spécifique d'abrasion (voir figure III-74).* 106

1 Suh N.P. page(s): 7 sujet: délamination 1973
Wear vol 25 p 111-124
The delamination theory of wear

2 Akagaki T. Kato K. page(s): 7 sujet: cartes d'usure 1989
Wear vol 129 p 303-317
Wear mode diagram in lubricated sliding friction of carbon steel

3 Lim S.C., Ashby M.F. page(s): 7 sujet: cartes d'usure 1992
Japanese Journal of Tribology, vol 37, N° 10, p 1207-1213
Wear-mechanism maps (part 1) : Empirical approaches

4 Lim S.C., Ashby M.F. page(s): 7 sujet: cartes d'usure 1992
Japanese Journal of Tribology, vol 37, N° 10, p 1207-1213
Wear-mechanism maps (part 2) : Theoretical considerations

5 Tabor D. et Powell page(s): 8 sujet: durete des metaux 1965

6 Suh N.P., Sridharan P. page(s): 8 sujet: modes d'abrasion 1975
Wear, vol 34, p 291-299
Relationship between the coefficient of friction and the wear rate of metals

7 Mathia T., Lamy B. page(s): 9,22 sujet: modes d'abrasion 1986
Wear, vol 108, p 385-399
Sclerometric characterization of nearly brittle materials

8 Hokkirigawa K. Kato K. page(s): 9,12 sujet: modes d'abrasion 1988
Tribology International vol 21 N°1 p 51-57
An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear

9 Zum Gahr K.H. page(s): 9 sujet: modes d'abrasion 1982
Wear, vol 74, p 353- 373
Formation of wear debris by the abrasion of ductile metals

1 Khrushov M.M. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1957
Proc. Conf. on lubrication and wear, Inst. Mech. Eng., London, p 655-659
Resistance of metals to wear by abrasion as related to hardness

1 Spurr R.T., Newcombe T.P. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1957
Proc. Conf. on Lubrication and wear, Inst. Mech. Eng., London, p269-275
The friction and wear of various materials sliding against unlubricated surfaces of different types and degrees of roughness

1 Khrushov M.M., Babichev M.A. page(s): 9,10 sujet: abrasion et dureté 1956
Frict. Wear Mach. (USSR), vol 11, p 5-18
Investigation on the wear of metals and alloys during friction against an abrasive surface

1 Prasad N., Kulkarni S.D. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1980
wear, vol 63, p 329-338
Relation between microstructure and abrasive wear of plain carbon steels

1 Oberle T.L. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1951
J. Met., vol 3, p 438-439
Properties influencing the wear of metals

1 Khrushov M.M., Babichev M.A. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1962
Frict. Wear Mach. (USSR), vol 17, p 1-8

**Correspondence between the relative abrasive wear resistance of metals, alloys and some minerals, and their moduli of elasticity**

1 Khrushov M.M., Babichev M.A. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1962
Frict. Wear Mach. (USSR), vol 17, p 9-18
abrasive wear resistance and the modulus of elasticity of heat treated steels

1 Smart R.F., Moore J.C. page(s): 9 sujet: abrasion et dureté 1979
Wear, vol 56, p 55-67
Materials selection for wear resistance

1 Larsen Badse J. page(s): 10 sujet: dureté superficielle 1966
Trans. of the Metallurgical Soc.of AIME, vol 236, p 1461-1466
The abrasion resistance of some hardened and tempered carbon steels

1 Mutton P.J., Watson J.D. page(s): 10 sujet: métaux hétérogènes 1978
Wear, vol 48, p 385-398
Some effects of microstructure on the abrasion resistance of metals

2 Xu L., Kennon N.F. page(s): 10 sujet: abrasion et dureté 1991
Wear, vol 148, p 101-112
A study of the abrasive wear of carbon steels

2 Lancaster J.K page(s): 10 sujet: usure abrasive 1990
Wear vol 141 p 159-183
Material-specific wear mechanims : relevance to wear modelling

2 Kato K., Hokkirigawa K., Kayaba T., Endo Y. page(s): 10,11,12,14 sujet: lois d'usure abrasive 1986
Trans. of the ASME, vol 108, p 346351
Three dimensional shape effect on abrasive wear

2 Moore M.A., Douthwaite R.M. page(s): 13 sujet: énergie de déformation 1976
Metallurgical Transactions A, vol 7A, p 1833-1839
Plastic deformation below worn surfaces

2 Stiharu I., Demian T., Bhat R.B. page(s): 13 sujet: modèles rhéologiques 1994
Wear, vol 172, p 1-10
Mixed lubrication model for microbearings containing microasperities of defined geometry

2 Maan N., Broese Van Grenou A., page(s): 13,19,20,21 sujet: dureté de rayage 1977
Wear, vol 42, p 365-390
Low speed scratch experiments on steels

2 Challen J.M., Oxley P.L.B. page(s): 14,17,19 sujet: dureté de rayage 1979
Wear, vol 53, p 229-243

2 Hisakado T. page(s): 15 sujet: modèles rhéologiques 1970
Bull. JSME, vol 13 (55), p 129-139
On the mechanism of contact between solid surfaces

2 Briscoe B.J. Stuart B.H. Sebastian S. page(s): 15,16,18 sujet: dureté de rayage 1993
Wear vol 162-164 p 407-417
The failure of poly(ether ether ketone) in high speed contacts

2 Kayaba T., Kato K., Hokkirigawa K. page(s): 16 sujet: lignes de glissement 1983
Wear, vol 87, (1983), p 151-161
Theoretical analysis of the plastic yielding of a hard asperity sliding on a soft flat surface

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| 3 | Komvopoulos K., Saka N., Suh N.P.<br>Journal of tribology, vol 108, p 301-313<br>Plowing friction in dry and lubricated metal sliding | page(s): | 16 | sujet: formation d'un copeau | 1986 |
| 3 | Atkins A.G., Tabor D.<br>J. Mech. Phys. Solids, vol 13, p 149-164<br>Plastic indentation in metals with cones | page(s): | 17 | sujet: durete, metaux,cone | 1965 |
| 3 | Tabor D. | page(s): | 17 | sujet: durete, metaux,cone | 1956 |
| 3 | De Mello J.D., Durand-Charre M., Mathia T.<br>Wear, vol 111, p 203-215<br>A sclerometric study of unidirectionnally solidified Cr-Mo white cast irons | page(s): | 17,20,22 | sujet: dureté de rayage | 1986 |
| 3 | Briscoe B.J. Stolarski T.A.<br>Wear vol 104 p 121-137<br>The wear of polymers during cobined linear motion and load axis spin | page(s): | 17 | sujet: | 1985 |
| 3 | Gilormini P., Felder E.<br>Wear, vol 88, p 195-206<br>Theoretical and experimental study of the ploughing of a rigid-plastic semi-infinite body by a rigid pyramid indenter | page(s): | 17 | sujet: dureté de rayage | 1983 |
| 3 | De Vathaire M., Delamare F., Felder E.<br>Wear, vol 66, p 55-64<br>An upper bound model of ploughing by a pyramidal indenter | page(s): | 18 | sujet: dureté de rayage | 1981 |
| 3 | Tabor D.<br>Rev. Phys. Technol., vol. 1, p 145-179<br>The hardness of solids | page(s): | 18 | sujet: dureté | 1970 |
| 3 | Sorokin G.M. Grigoryev S.P. Saphonov B.P.<br>Tribology international vol 24 N° 1<br>Wear by abrasives : methodology and results of investigations | page(s): | 19 | sujet: taux d'abrasion | 1991 |
| 3 | Coulon M., Lenne W.<br>Polym. test., vol 2, p 199-210<br>Scratch ressitance of optical polymers | page(s): | 20 | sujet: rupture des polymères | 1981 |
| 4 | Gilroy D.R., Hirst W.<br>Brit. Journal of applied physics, ser. 2, vol 2, p 1784-1787<br>Brittle fracture of glass under normal and sliding loads | page(s): | 20 | sujet: rupture du verre | 1969 |
| 4 | Lawn B., Evans A.G.<br>Journal of material science, vol. 12, p 2195-2199<br>A model for crack nucleation in elastic plastic indentation field | page(s): | 20,21,30 | sujet: fractures d'indentation | 1977 |
| 4 | Lawn B.R., Marshal D.B.<br>J. amer.cer. soc., vol 62 (7-8), p 347-350<br>Hardness, toughness and brittleness : an indentation analysis | page(s): | 20,23 | sujet: fractures d'indentation | 1979 |
| 4 | Hagan J.T.<br>Journal of materials science 14 p 2975-2980<br>Micromechanics of crack nucleation during indentations | page(s): | 20 | sujet: fractures d'indentation | 1979 |
| 4 | Broese Van Grenou A.<br>Wear, vol 44, p 203-211 | page(s): | 20 | sujet: fractures d'indentation | 1977 |

The high speed size effect in grinding : the role of heat generation

4 Barquins M., Maugis D., Courtel R. page(s): 20 sujet: fracture du silicium
C. R. hebd. Seances Acad. Sci. Ser. A, vol 176, p 491-494
Etude de la fracture du silicium par frottement

4 Powell B.D., Tabor D. page(s): 20 sujet: fracture, charge critique 1979
J. phys. D,vol 3, p 783-788
The fracture of titanium carbide under static and sliding contact

4 Lamy B. Berlie J. page(s): 20 sujet: rayures fragiles 1984
Journal of materials science letters 3 p 1069-1070
Brittleness analysis of ceramic and polymeric materials by means of scratching experiments

4 Evans A.G., Wilshaw T.R. page(s): 21 sujet: rayage : dureté, ténacité 1976
Acta. mettall. vol. 24, p 939

4 Wang Y.S., Hsu S.M. page(s): 21 sujet: usure ductile/fragile 1989
Journ. of the Soc. of Tribologists and Lubrication Engineers, vol 47, 1, p 63-69
Ceramics wear maps : Alumina

5 Wang Y.S., He C., Hockey B.J., Hsu S.M. page(s): 21 sujet: usure ductile/fragile 1995
Wear, vol 181-183, p 156-164
Wear transitions in monolithic alumina and zirconia-alumina composites

5 Hsu S.M., Wang Y.S., Munro R.G. page(s): 21 sujet: usure ductile/fragile 1989
Wear, vol 134, p 1-11
Quantitative wear maps as a visualization of wear mechanism transitions in ceramic materials

5 Hsu S.M., Lim D.S., Wang Y.S., Munro R.G. page(s): 21 sujet: usure ductile/fragile 1989
Journ. of the Soc. of Tribologists and Lubrication Engineers, vol 47, 1, p 49-54
Ceramics wear maps : Concept and method development

5 Kim S.S., Kim S.W., Hsu S.M. page(s): 13,21,29 sujet: usure des céramiques 1994
Wear, vol 179, p 69-73
A new parameter for assesment of ceramic wear

5 Ogilvy I.M., Perrot C.M., Suiter J.W. page(s): 22 sujet: fractures d'indentation
Wear, vol. 43, p 239-252
On the indentation fracture of cemented carbide : Part I - Survey of operative fracture modes

5 Franck F.C. Lawn B.R. page(s): 22 sujet: fracture de Hertz 1967
Proc. R. Soc. London vol 299 p 291-306
On the theory of Hertzian fracture

5 Hutchings I.M. page(s): 22 sujet: usure abrasive 1992
Metallurgy and Materials Science Series, Edwards Arnold ed.
Tribology : Friction and wear of engineering materials

5 Buckley D. page(s): 24,28 sujet: plasticité des céramiques 1967
ASLE Transactions, vol 10, p 134-145
Friction characteristics in vacuum of single and polycrystalline aluminium oxide in contact with themselves and with various metals

5 Watchman J.B.Jr., Maxwell L.H. page(s): 24 sujet: plasticité des céramiques 1954
American Ceramic Society Journal, vol 37, p 291-299
Plastic deformation of ceramic-oxide single crystals

5 Watchman J.B.Jr., Maxwell L.H. page(s): 24 sujet: plasticité des céramiques 1959
American Ceramic Society Journal, vol 42, p 432-433
Strength of synthetic single chrystal sapphire and ruby as a function of temperature and orientation

6 Janhamir S., Dong X. page(s): 24 sujet: plasticité des céramiques 1992
Journal of tribology, vol 114, p 403-411
Mechanism of mild to severe wear transition in alpha-alumina

6 Dôgan C.P., Hawk J.A. page(s): 25 sujet: phase des joints de grains 1995
Wear, vol 181-183, p 129-137
Effect of grain boundary glass composition and devitrfication on the abrasive wear of Al2O3

6 Ajayi O.O., Ludema K.C. page(s): 25 sujet: phase des joints de grains 1991
Wear, vol , p 307-318

6 Hah S.R., Fisher T.E., Gruffel P., Carry C. page(s): 25,28 sujet: rôle des grains d'alumine 1995
Wear, vol 181-183, p 165-177
Effect of grain boundary dopants and mean grain size on tribomechanical behavior of highly purified alpha-alumina in the mild wear regime

6 Hines J.E., Bradt R.C., Biggers J.V. page(s): 26,29 sujet: usure de l'alumine 1977
Wear of materials-1977, Amer. Soc of Mech. Eng., New York, p 462-467
Grain size and porosity effects on the abrasive wear of alumina

6 Westwood A.R.C., Macmillan N.H. page(s): 26,29 sujet: action mécano-chimique 1973
Science of hardness testing, p 377-417
Environment-Sensitive Hardness of Nonmetals

6 Latanision R.M., Fourie J.F. page(s): 26 sujet: action mécano-chimique 1977
Nato advance study institutes series : Applied science, vol 17
Surface effects in crystal plasticity

6 Macmillan N.H., Huntington R.D., Westwood A.R.C. page(s): 26 sujet: action mécano-chimique 1973
Phil.Mag., vol 28 N°4 p. 923
Relationship between khi-potential and dislocation mobility

6 Jorgensen P.J., Westbrook J.H. page(s): 27 sujet: action mécano-chimique 1964
J. Amer. Ceram. Soc., vol 47, p 332

6 Westwood A.R.C., Macmillan N.H., Kalyoncu R.S. page(s): 27,29 sujet: physico-chimie 1973
Journ. Amer.Cer.Soc., vol 56, N°5, 258-262
Environment-sentitive hardness and machinability of Al2O3

7 Modi H.J., Fuerstenau D.W. page(s): 27 sujet: action mécano-chimique 1957
J. Phys. Chem., vol 61[1], p 640-643
Streaming-potential studies on corundum in aqueous solutions of inorganic electrolytes

7 Gortner R.A. page(s): 27 sujet: action mécano-chimique 1940
Trans. Faraday Soc., vol 36 [1], p 63-68
Electrokinetics : XXIII

7 Gates R.S., Hsu S.M., Klaus E.E. page(s): 28,31 sujet: tribochimie 1989
Tribology Transactions, vol 32, 3, p 357-363
Tribomechanical mechanism of alumina with water

7 Andersson P., Blomberg A. page(s): 28 sujet: tribochimie 1993
Wear, vol 170, p 191-198

Alumina in unlubricated sliding point, line and plane contacts

7 Bhushan B., Gupta B.K., Azarian M.H. page(s): 28 sujet: fracture : charge critique 1995
Wear, vol 181-183, p 743-458
Nanoindentation, microscratch, friction and wear studies of coatings for contact recording applications

7 Ruff A.W., Shin H., Evans C.J. page(s): 28 sujet: fracture : charge critique 1995
Wear, vol 181-183, p 551-562
Damage processes in ceramics resulting from diamond tool indentation and scratching in various environments

7 Miyoshi K., Buckley D.H. page(s): 30 sujet: fracture par frottement 1977
Tribology of ceramics : Fundamentals, of the Soc. of Tribologists and Lubrication Engineers, vol
Friction, deformation and fracture of single-crystal silicon carbide

7 Buresh F.E. page(s): 31 sujet: microfracturation 1978
Fracture mechanics of ceramics, vol 4, p 835-847
A structure sensitive KIC-value and its dependance on grain size distribution, density and microcrack interaction

7 Loubet J.L. page(s): 32 sujet: indentation 1986
These d'etat n d'ordre 8649
Courbes d'indentation et effet d'echelle. Quelques cas experimentaux

7 Oliver W., Pharr G.M. page(s): 32 sujet: indentation 1992
J. Mat. Res., vol 7, No 6, June 1992, p 1564-1582
An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments

8 Laval Ph. page(s): 32, 73 sujet: indentation 1995
These No d'ordre 95
Etude theorique et experimentale de l'indentation des materiaux elasto-plastiques homogenes et revetus : Application a la rheologie et a l'adherence des films minces

8 Von Stebut J., Rezakhanlou R., Anoun K., Michel H. page(s): 47 sujet: rayage a charge croissant 1989
Thin Solid Films, 181, p 555-564
Major damage mechanics during scratchand wear testing of hard coatings on hard substrates

8 Tsui T.Y., Pharr G.M., Oliver W. page(s): 47 sujet: rayage a charge croissant 1995
Mat. Res. Symp. proc., vol 383, p 447-452
Nanoindentation and nanoscratching of hard carbon coatings for magnetics disks

8 Ritter J.E., Sioui D.R., Lardner T.J. page(s): 71 sujet: hauteur de contact 1992
Polymer Eng. Sci., vol 32, No 18, p 1366-1371
Indentation behavior of polymer coatings on glass

8 Ritter J.E., Gu W. page(s): 71 sujet: hauteur de contact 1992
Polym. Eng. Sci., vol 32, No 18 p1372-1378
Effectiveness of polymer coatings on reducing indentation damage in glass

8 Frolich F., Grau P., Grellmann W. page(s): 71 sujet: hauteur de contact 1977
Phys. Stat. Sol. (a) vol 42, p 79-89
Performance and analysis of reording microhardness tests

# ANNEXE

## MODELE RHEOLOGIQUE

## D'ECOULEMENT ELASTO-PLASTIQUE TRIDIMENSIONNEL

## CARACTERISTIQUES DE L'INDENTEUR BERKOVICH

En considérant une pénétration h de l'indenteur sous la surface du matériau, nous avons estimé les aires de contact sur les faces.

$$S = \frac{\tan 65 \tan 60}{\cos 65} h^2 = 8.789.h^2$$

La présence du bourrelet frontal nous amène à estimer la surface supplémentaire de contact que ce bourrelet provoque :

$$\Delta S = \frac{1}{2}\left[\left(hb_f - \frac{hb_m}{2}\right)\sqrt{3\tan^2 65(2h + hb_m)^2 + hb_m{}^2} + 2hb_m\sqrt{3}\tan 65h\right]$$ Cette formule étant établie à partir de la forme générale d'un bourrelet frontal.

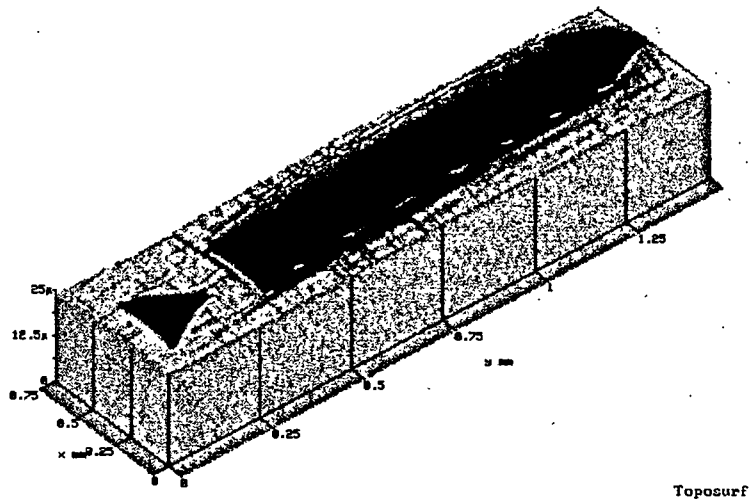



*Figure III. 1 : Topographie tridimensionnelle d'une rayure réalisée sur le delrin. L'indentation montre l'orientation de l'indentation pendant la rayure.*

L'écriture du modèle implique la définition d'un certain nombre de paramètres concernant la géométrie de l'indenteur et sa position dans l'espace par rapport à un référentiel lié au matériau.

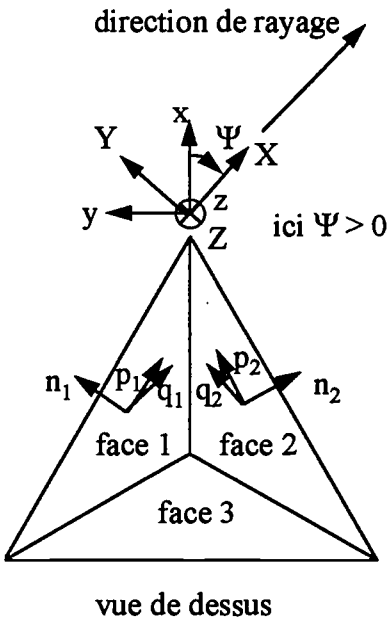



*Figure III. 2: Définition des angles et des faces de l'indenteur Berkovich par rapport à la direction de rayage.*

Afin de prendre en compte l'orientation ψ de l'indenteur par rapport à la direction de rayage (figure précédente), nous avons calculé les composantes des vecteurs unitaires normaux aux faces 1 et 2.

$$\vec{n}_{1(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\cos 65\left(\cos\Psi - \sqrt{3}\sin\Psi\right) \\ \frac{1}{2}\cos 65\left(\sin\Psi + \sqrt{3}\cos\Psi\right) \\ \sin 65 \end{cases} \text{ et}$$

$$\vec{n}_{2(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\cos 65\left(\cos\Psi + \sqrt{3}\sin\Psi\right) \\ \frac{1}{2}\cos 65\left(\sin\Psi - \sqrt{3}\cos\Psi\right) \\ \sin 65 \end{cases} \text{ dans le repère lié au matériau.}$$

Les vecteurs unitaires inclus dans les faces et faisant un angle δ avec l'horizontale vers le bas, sont $q_1$ et $q_2$ :

$$\vec{q}_{1(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi + \sin\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\cos\Psi + \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi - \cos\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\sin\Psi - \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{\tan 65}\sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}} \end{cases} \text{ et}$$

$$\vec{q}_{2(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi - \sin\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(-\cos\Psi - \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi + \cos\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(-\sin\Psi + \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{\tan 65}\sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}} \end{cases}$$

Ces vecteurs indiquent la direction de frottement de la matière contre les faces de l'indenteur, mais dans le sens opposé. Ils caractérisent donc le sens de la force de frottement de l'indenteur sur le matériau.
Les formules précédentes sont valables pour un déplacement de la matière vers le haut. Les suivantes correspondent aux solutions d'un déplacement de la matière vers le bas.

$$\vec{q}_{1(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi + \sin\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(\cos\Psi - \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi - \cos\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(\sin\Psi + \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ -\frac{1}{\tan 65}\sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}} \end{cases} \text{ et}$$

$$\vec{q}_{2(X,Y,Z)} = \begin{cases} \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi - \sin\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(\cos\Psi + \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \frac{1}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi + \cos\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}}\left(\sin\Psi - \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ -\frac{1}{\tan 65}\sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+\frac{1}{\tan^2 65}}} \end{cases}$$

Les forces d'action de l'indenteur sur le matériau sont donc la somme des forces de pression sur les faces, orientées par leur vecteur normal et des forces de frottement orientées par les vecteurs $q_1$ et $q_2$, ceci uniformément sur les surfaces.
soit $\vec{F} = \sigma S(\vec{n}_1 + \vec{n}_2) + \tau S(\vec{q}_1 + \vec{q}_2)$

## *ECRITURE DU NOUVEAU MODELE DE CONTACT APPLIQUE A LA RAYURE*

Nous pouvons donc écrire les forces de l'indenteur agissant sur le matériau dans le repère (X,Y,Z).
Dans le cas ou la matière monte contre la surface de l'indenteur :

- pour $|\Psi| < 30°$

$$\vec{F} = \begin{cases} \sigma S \cos 65 \cos\Psi + \tau S\left(\sqrt{3}\cos\Psi\cos\delta - \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\cos(\Psi)\right) \\ \sigma S \cos 65 \sin\Psi + \tau S\left(\sqrt{3}\sin\Psi\cos\delta - \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\sin(\Psi)\right) \\ 2\sigma S \sin 65 + \dfrac{2\tau S}{\tan 65}\sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}} \end{cases}$$

Nous pouvons remarquer que $F_L = F_T.\tan\Psi$
Et nous pouvons écrire :

$$\tau = \frac{\dfrac{F_T}{S\cos\Psi} - \dfrac{F_N}{2S\tan 65}}{\sqrt{3}\cos\delta - \sqrt{\left(1-\cos^2\delta\right)\left(1+\dfrac{1}{\tan^2 65}\right)}}$$

$$\text{et } \sigma = \frac{F_T}{S\cos 65\cos\Psi} - \frac{\tau}{\cos 65}\left(\sqrt{3}\cos\delta - \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\right)$$

- et pour $30° < \Psi < 60°$, nous pouvons considérer en première approximation qu'une seule face de l'indenteur est en contact avec le matériau, ce qui donne :

$$\vec{F} = \begin{cases} \dfrac{\sigma S\cos 65}{2}\left(\cos\Psi + \sqrt{3}\sin\Psi\right) + \dfrac{\tau S}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi - \sin\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\cos\Psi - \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \dfrac{\sigma S\cos 65}{2}\left(\sin\Psi - \sqrt{3}\cos\Psi\right) + \dfrac{\tau S}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi + \cos\Psi\right)\cos\delta + \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\sin\Psi + \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ \sigma S\sin 65 + \dfrac{\tau S}{\tan 65}\sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}} \end{cases}$$

soit : $\tau = \dfrac{1}{2S\cos\delta}\left[\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right]$

$$\sigma = -\frac{1}{2S\cos 65}\left[\cos\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right) - \sin\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) - \frac{|\tan\delta|}{\sqrt{1+1/\tan^2 65}}\left(\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right)\right.$$

$$|\tan\delta| = \frac{2F_N + \left(\cos\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right) - \sin\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right)\right)\tan 65}{\sqrt{1+1/\tan^2 65}\left(\tan 65 + \dfrac{1}{\tan 65}\right)\left(\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right)}$$

Dans le cas ou la matière descend contre les faces de l'indenteur :

- pour $|\Psi| < 30°$

$$\vec{F} = \begin{cases} \sigma S \cos 65 \cos\Psi + \tau S\left(\sqrt{3}\cos\Psi\cos\delta + \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\cos(\Psi)\right) \\ \sigma S \cos 65 \sin\Psi + \tau S\left(\sqrt{3}\sin\Psi\cos\delta + \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\sin(\Psi)\right) \\ 2\sigma S \sin 65 - \dfrac{2\tau S}{\tan 65}\sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}} \end{cases}$$

Nous remarquons toujours que $F_L = F_T.\tan\Psi$

Et :

$$\tau = \frac{\dfrac{F_T}{S\cos\Psi} - \dfrac{F_N}{2S\tan 65}}{\sqrt{3}\cos\delta + \sqrt{\left(1-\cos^2\delta\right)\left(1+\dfrac{1}{\tan^2 65}\right)}}$$

$$\text{et } \sigma = \frac{F_T}{S\cos 65\cos\Psi} - \frac{\tau}{\cos 65}\left(\sqrt{3}\cos\delta + \sqrt{\frac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\right)$$

- enfin pour $\Psi > 30°$ :

$$\vec{F} = \begin{cases} \dfrac{\sigma S\cos 65}{2}\left(\cos\Psi + \sqrt{3}\sin\Psi\right) + \dfrac{\tau S}{2}\left[\left(\sqrt{3}\cos\Psi - \sin\Psi\right)\cos\delta - \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\cos\Psi - \sqrt{3}\sin\Psi\right)\right] \\ \dfrac{\sigma S\cos 65}{2}\left(\sin\Psi - \sqrt{3}\cos\Psi\right) + \dfrac{\tau S}{2}\left[\left(\sqrt{3}\sin\Psi + \cos\Psi\right)\cos\delta - \sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}}\left(-\sin\Psi + \sqrt{3}\cos\Psi\right)\right] \\ \alpha S\sin 65 - \dfrac{\tau S}{\tan 65}\sqrt{\dfrac{1-\cos^2\delta}{1+1/\tan^2 65}} \end{cases}$$

d'où :

$$\tau = \frac{1}{2S\cos\delta}\left[\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right]$$

$$\sigma = -\frac{1}{2S\cos 65}\left[\cos\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right) - \sin\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \frac{|\tan\delta|}{\sqrt{1+1/\tan^2 65}}\left(\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right)\right]$$

$$|\tan\delta| = -\frac{2F_N + \left(\cos\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right) - \sin\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right)\right)\tan 65}{\sqrt{1+1/\tan^2 65}\left(\tan 65 + \dfrac{1}{\tan 65}\right)\left(\cos\Psi\left(F_L + \sqrt{3}F_T\right) + \sin\Psi\left(\sqrt{3}F_L - F_T\right)\right)}$$

pour $\psi<0$ on remplace dans les formules précédentes $F_L$ par $-F_L$.

dernière page de la thèse

## AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 5 Juillet 1984, modifié par l'arrêté du 21 Mars 1988 et l'arrêté du 23 Novembre 1988,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Mr T. MATHIA — Directeur de Recherche - Technologie des Surfaces - ECOLE CENTRALE DE LYON,

et les rapports de

Mr B. LAMY — Professeur - ECOLE CENTRALE DE NANTES - 1, rue Noë - 44000 NANTES,

Mr M. PERULLI — Professeur - Université P. et M. Curie - PARIS VI - 4, Place Jussieu - 75005 PARIS Cedex,

Monsieur **JARDRET Vincent**

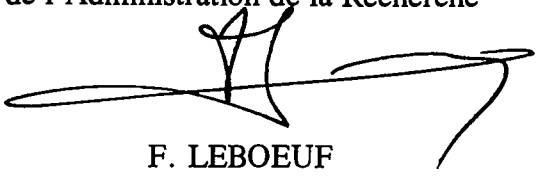
est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention

du titre de **DOCTEUR**

**Spécialité : MECANIQUE**

Fait à Ecully, le 25 janvier 1996

P/Le Directeur de l'E.C.L.
Le Directeur
de l'Administration de la Recherche



F. LEBOEUF