Université de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :
Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :

Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :
Aydemir Güralp URAL

le : vendredi 18 février 2011

Titre :

PERFORMANCES EN FROTTEMENT DE COMPOSITES ALUMINE-METAL AVEC OU SANS NANOTUBES DE CARBONE : IDENTIFICATION DES CONDITIONS DE GRIPPAGE ET DES MECANISMES D'USURE

JURY

Jean DENAPE, Professeur des universités, ENI Tarbes, Directeur de thèse
Jean-Yves PARIS, Maître de conférences, ENI Tarbes, Co-encadrant de thèse
Christian GAULT, Professeur des universités Emérite, Université de Limoges, Examinateur
Viviane TURQ, Maître de conférences, UPS Toulouse, Examinateur

---

Ecole doctorale :
Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :
Laboratoire Génie de Production (ENI Tarbes)

Directeur(s) de Thèse :
Jean DENAPE, Professeur des universités, ENI Tarbes, Directeur de thèse
Jean-Yves PARIS, Maître de conférences, ENI Tarbes, Co-encadrant de thèse

Rapporteurs :
Siegfried FOUVRY, Directeur de recherche, ECL Lyon
Sophie NOEL, Directeur de recherche CNRS, SUPELEC Gif-sur-Yvette

Sevgili annem ve babam
Beyhan ile Etem'e,
Aileme, arkadaşlarıma
ve can dostum Meriç'e.

REMERCIEMENTS

Ce travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au Laboratoire de Génie de Production (LGP) de l'École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (ENIT), dirigé par Monsieur Daniel NOYES. Je tiens à le remercier pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

J'adresse toute ma gratitude spécialement à Monsieur Jean DENAPE, Professeur à l'ENIT, pour le suivi de cette étude et pour la confiance qu'il m'a accordée tout au long de ces années et pour ses conseils. Sa grande capacité d'analyse et de synthèse, sa profonde expérience en tribologie qui ont sans doute grandement contribués au succès de ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de ma plus profonde sympathie.

Je voudrais remercier tout particulièrement Monsieur Jean-Yves PARIS, Maître de Conférences à l'ENIT, d'avoir assuré un suivi constant. Ses conseils, sa grande disponibilité ainsi que son soutient relationnel et moral m'ont été une aide précieuse durant l'étude et la réalisation de ce mémoire. Je lui en suis très reconnaissant. Je lui souhait que cette thèse soit une marche de plus pour l'obtention de son Habilitation à Diriger la Recherche (HDR).

J'ai été touché que Madame Sophie NOËL et Monsieur Siegfried FOUVRY, respectivement, Directeur de Recherche CNRS au Laboratoire du Génie Électrique de Paris à la SUPELEC et au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes à l'École Centrale de Lyon, aient accepté d'évaluer ce mémoire tant que rapporteur et d'avoir apporté leurs réflexions scientifiques.

Je tiens à remercier Monsieur Christian GAULT, Professeur à l'Université de Limoges, pour l'attention qu'il a bien voulu porter à ce travail et pour l'honneur qu'il m'a fait de présider ce jury de thèse.

Je souhaite remercier également à Madame Viviane TURQ, Maître de Conférences à l'Université Paul-Sabatier de Toulouse, de s'être intéressée à ce travail et d'avoir accepté de l'examiner.

Les discussions que j'ai eues avec Monsieur Yann PARANTHOEN, Responsable de Recherche et Développement à la Société des Céramiques Techniques, ont été profitables pour l'amélioration de ce travail. Je tiens à le remercier pour cela et aussi par l'honneur qu'il m'a fait en participant à ce jury et pour les corrections apportées à mon travail. Je tiens à remercier à la Société des Céramiques Techniques pour la

bourse CIFRE et à tous ses personnels pour leur accueil chaleureux et leur soutient constant, très particulièrement à Madame Karine CHAMPION-RÉAUD, Responsable Technique, pour ses conseils et interventions ponctuelles pendant nos réunions. Ses relectures et ses corrections concernant ce mémoire m'ont été d'une aide précieuse.

J'ai eu le plaisir de collaborer avec le laboratoire universitaire CIRIMAT et le Plateforme National de Frittage Flash. Mes vifs remerciements vont à Monsieur Christophe LAURENT, Professeur à l'Université de Toulouse pour ses conseils avisés dans le domaine d'élaboration des nanocomposites et pour sa participation au jury. Je ne saurai oublier les autres collaborateurs du projet, Monsieur Alain PEIGNEY, Monsieur Claude ESTOURNÈS, Madame Alicia WEIBEL et Geoffroy CHEVALLIER.

Je remercie aussi à Julien GURT SANTANACH, Docteur Ingénieur (ATER) au CIRIMAT, pour les échantillons fournis et son assistance technique. Son travail de doctorat était précieux pour le succès de mes recherches.

Je suis particulièrement reconnaissant envers Karl DELBÉ, Maître de Conférences à l'ENIT. Je tiens à le remercier pour son aide et sa grande efficacité. Il a toujours su être présent et m'encourager dans les moments difficiles. Il m'a également transmis son esprit pratique.

Je voudrais remercier à Jean-Denis BEGUIN, Ingénieur d'Études à l'ENIT pour sa disponibilité, son assistance technique dans la bonne humeur et surtout pour m'avoir fait partager ses compétences en microscopie électronique à balayage, profilométrie optique et microscopie à force atomique. Je souhaite qu'il rejoigne très prochainement aux rangs des docteurs.

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

De nombreuses personnes de l'ENIT ont de près ou de loin contribué à la réussite de ce travail. Il est malheureusement impossible de toutes les citer, mais celles-ci reconnaîtront et je leur adresse tous mes remerciements. Je voudrais exprimer toute ma sympathie et mon amitié aux doctorants du LGP et à mes deux compagnons de route durant ces années de thèse, j'ai nommé Malik YAHIAOUI et Andrei POPA.

Mes pensées finales reviendront à ma mère Beyhan, mon père Etem, pour leurs multiples conseils qui ont énormément contribué à édifier ma personne et sans qui je n'aurais pas pu aller au bout de mes projets ... Merci !

Table des matières

REMERCIEMENTS . . . 5

CADRE DE L'ÉTUDE . . . 11

OBJECTIFS ET PROBLÉMATIQUES SCIENTIFIQUES . . . 11

PLAN DE LA THÈSE . . . 12

NOMENCLATURE . . . 15

PARAMÈTRES MATÉRIAUX . . . 15

PARAMÈTRES ÉLABORATION . . . 15

PARAMÈTRES TRIBOLOGIQUES . . . 15

ABRÉVIATIONS, SIGLES . . . 17

Chapitre 1. ÉTAT DE L'ART . . . 19

1.1. ÉTUDES TRIBOLOGIQUES DES COMPOSITES À BASE ALUMINE . . . 20

1.1.1. INFLUENCE DES NANOPARTICULES DANS L'ALUMINE . . . 20

1.1.2. INFLUENCE DES NANOTUBES DE CARBONE DANS L'ALUMINE . . . 23

1.1.3. SYNTHÈSE . . . 30

1.2. FRETTING . . . 31

1.2.1. DÉFINITION DU FRETTING . . . 31

1.2.2. CONDITIONS DE GLISSEMENT . . . 31

1.2.3. CARTES DE FRETTING . . . 33

1.2.4. DIFFÉRENTES APPROCHES EXPÉRIMENTALES UTILISÉES EN FRETTING . . . 34

Chapitre 2. MATÉRIAUX ÉTUDIÉS . . . 37

2.1. MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE : Al_2O_3 . . . 38

2.1.1. MODE D'ÉLABORATION . . . 38

2.1.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE . . . 41

2.1.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES . . . 42

2.1.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES . . . 43

a) Préparation et caractérisation topographique de la surface des disques . . . 44

b) Préparation et caractérisation topographique de la surface des frotteurs . . . 46

2.1.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES . . . 47
a) Mode résonnant . . . 47
b) Mode Contact . . . 50
2.2. NANOCOMPOSITES FeCr-Al_2O_3 . . . 50
2.2.1. MODE D'ÉLABORATION . . . 51
2.2.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE . . . 52
2.2.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES . . . 54
2.2.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES . . . 54
2.2.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES . . . 56
2.3. NANOCOMPOSITES NTC-Fe-Al_2O_3 . . . 59
2.3.1. MODE D'ÉLABORATION . . . 59
2.3.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE . . . 60
2.3.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES . . . 62
2.3.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES . . . 62
2.3.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES . . . 64
2.4. SYNTHÈSE . . . 66
Chapitre 3. MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE . . . 69
3.1. ESSAIS DE FRETTING . . . 70
3.1.1. PRÉSENTATION DU DISPOSITIF . . . 70
a) Partie mécanique . . . 71
b) Logiciel de commande et de paramétrage . . . 73
c) Instrumentation de mesure et d'acquisition . . . 73
d) Paramètres de fretting . . . 74
3.1.2. SPÉCIFICITÉ DU DISPOSITIF DE FRETTING . . . 75
3.1.3. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE . . . 78
a) Description des disques et des frotteurs . . . 78
b) Nettoyage des disques et des frotteurs . . . 79
c) Protocole d'essai . . . 79
d) Précision des mesures . . . 80
3.1.4. MÉTHODE DE CALCUL DES VOLUMES D'USURE ET DE TRANSFERT . . . 80
3.2. ESSAIS DE GLISSEMENT ALTERNATIF . . . 84
3.2.1. PRÉSENTATION DU DISPOSITIF . . . 84
3.2.2. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE . . . 84
a) Description des disques et des frotteurs . . . 84
b) Nettoyage des disques et des billes . . . 85
c) Protocole d'essai . . . 85

Chapitre 4. RÉSULTATS 87

4.1. ESSAIS EN FRETTING 88

4.1.1. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES ALUMINES 88

a) Influence de la méthode de frittage 88

b) Influence de la pureté de l'alumine 90

c) Influence du mode de chargement 93

d) Influence de l'état de surface 94

e) Influence de l'ouverture du contact 96

4.1.2. MODÉLISATION PARAMÉTRIQUE 97

a) Mise en place du modèle 97

b) Implication du modèle 102

c) Estimation des incertitudes expérimentales 103

d) Synthèse des résultats 105

4.1.3. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3- FeCr . . 107

a) Influence de la teneur des particules de fer-chrome 107

b) Influence des conditions de frittage 112

c) Influence du mode de chargement 116

d) Énergie dissipée 118

e) Synthèse des résultats 118

4.1.4. USURE DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3- FeCr 120

a) Observations des traces d'usure des alumines 120

b) Mesures d'usure des alumines 123

c) Précision de mesure sur les taux d'usure 127

d) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-FeCr 128

e) Mesure d'usure des nanocomposites alumine-FeCr 131

f) Synthèse des résultats 134

4.1.5. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-Fe-NTC . 134

a) Influence de la teneur des particules de fer et des NTC 134

b) Reproductibilité 138

c) Influence du mode de chargement 140

d) Influence de l'ouverture du contact 141

e) Énergie dissipée 143

f) Synthèse des résultats 145

4.1.6. USURE DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-Fe-NTC 146
a) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC 146
b) Mesures d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC 149
c) Mécanismes de dégradation 153
d) Synthèse des résultats 154
4.1.7. ÉMISSION ACOUSTIQUE LORS DU FRETTING 155
a) Introduction à l'étude des phénomènes acoustiques 155
b) Instrumentation du dispositif 156
c) Analyse des signaux acoustiques pour l'alumine A99S2 157
d) Analyse des signaux acoustiques pour le composite d'alumine 4N7F 158
e) Relation entre le système tribologique et la réponse acoustique . . . 159
4.1.8. CONCLUSIONS 162
4.2. ESSAIS DE GLISSEMENT ALTERNATIF 165
4.2.1. COMPORTEMENT DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-FeCr . . 165
a) Évolution des coefficients de frottement 165
b) Observations des traces d'usure des alumines et des nanocomposites Al_2O_3-FeCr 170
c) Mesures d'usure des alumines et des nanocomposites Al_2O_3-FeCr . 174
d) Relevés en émission acoustique 175
e) Essais de courte durée 178
4.2.2. COMPORTEMENT DU NANOCOMPOSITE Al_2O_3-Fe-NTC 181
a) Évolution des coefficients de frottement 181
b) Observations de la trace d'usure du nanocomposite Al_2O_3-Fe-NTC 182
c) Mesures d'usure du nanocomposite Al_2O_3-Fe-NTC 184
d) Mécanismes de dégradation 185
4.2.3. CONCLUSIONS 186

CONCLUSIONS GÉNÉRALES 189

Annexe A. Principe de la microscopie à force atomique 193

Annexe B. Caractérisation par mesure d'émissions acoustiques 199

Annexe C. Commande et réponse du dispositif de fretting 201

Bibliographie 203

CADRE DE L'ÉTUDE

OBJECTIFS ET PROBLÉMATIQUES SCIENTIFIQUES

L'étude concerne l'ensemble des pièces mécaniques liées aux liaisons quasi-statiques, aux assemblages ainsi qu'à la transmission de mouvement, en particulier appliquée au domaine des transports. Ces matériaux impliqués dans des technologies de pointe sont soumis à des conditions de service souvent extrêmes : ils vieillissent mal et atteignent rapidement leurs limites de fonctionnement ce qui implique un remplacement régulier des composants les plus critiques. Ces opérations de maintenance réparatrices entraînent des surcoûts très élevés (par exemple dans le cas des constructeurs aéronautiques). D'autres applications ont besoin des matériaux parfaitement fiables excluant toute opération de maintenance (par exemple dans le cas des applications spatiales).

L'objectif de l'étude a été de proposer un matériau innovant potentiellement intéressant en termes d'amélioration de la tenue en service et de la durée de vie pour des applications tribologiques en conditions sévères. En effet, les pièces de frottement sont fréquemment des organes très sensibles dans les environnements rencontrés dans ce type d'application. Le développement de matériaux présentant des propriétés accrues aux niveaux mécanique, chimique et tribologique permet, en général, d'accroître la fiabilité et la durabilité des pièces en service.

La réalisation de cette étude a réuni deux laboratoires universitaires de spécialités différentes et fonctionnent en synergie en association avec une PME :

- le Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT/CNRS) de l'Université Paul Sabatier (UPS) impliquant d'une part l'équipe « Nanocomposites et nanotubes de carbone » pour la formulation, l'optimisation, l'élaboration des poudres et la caractérisation microstructurale et mécanique des nanocomposites métal/céramique, renforcés ou non par des nanotubes de carbone et d'autre part la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF^2/CNRS) pour la densification des poudres par Spark Plasma Sintering (SPS) et la réalisation des nanocomposites,
- le Laboratoire Génie de Production de l'École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (LGP/ENIT), composante de l'Institut Nationale Polytechnique de

Toulouse (INPT), impliquant l'équipe « Interfaces et Matériaux Fonctionnels » pour l'évaluation des performances tribologiques des produits obtenus et la compréhension des phénomènes tribologiques dans des conditions de frottement oscillatoire non lubrifiées (dites de « fretting »). Il s'agit de déterminer le rôle des différents constituants des nanocomposites sur leurs propriétés mécaniques, chimiques et thermiques et de les corréler à leur comportement tribologique en analysant les interfaces dynamiques générées par le frottement et l'usure. Les essais tribologiques ont été conduits sur un dispositif de fretting dans une configuration de contact pion hémisphérique-disque plan. Ce dispositif fonctionne en boucle ouverte, c'est-à-dire à déplacement non imposé : il est adapté à l'étude du phénomène de grippage (régime de collage) et de l'usure en régime de glissement total.

— la Société des Céramiques Techniques (SCT) du Pôle Industriel Céramique de Tarbes, est une industrie d'élaboration de matériaux céramiques oxydes, leader mondial dans le domaine des liaisons céramique/métal. La volonté de la SCT est de collaborer au développement de ces nanocomposites métal/céramique et d'en assurer à terme la production et ainsi diversifier sa gamme de produits. L'intérêt industriel du SPS vient de sa vitesse d'exécution (quelques minutes au lieu de plusieurs heures) et de l'utilisation de températures de travail plus basses qu'avec les techniques de frittage conventionnelles.

Ce travail s'est déroulé dans le cadre de deux thèses CIFRE en partenariat avec la SCT et avec le soutien de l'ANR à travers le programme de recherche ANR-06-NANO-049 (acronyme TRIBONANO). La première thèse, intitulée « Frittage réactif et consolidation par Spark Plasma Sintering d'alumines nanométriques et de nanocomposites métal-alumine ou nanotubes de carbone-métal-alumine » a été soutenue par Julien GURT-SANTANACH à l'Université de Toulouse le 1er décembre 2009. La deuxième thèse, axée sur le comportement tribologique de ces nanocomposites, constitue le présent document.

PLAN DE LA THÈSE

Cette thèse est divisée en quatre chapitres :

— Le premier chapitre regroupe des *repères bibliographiques* sur les matériaux étudiés en sollicitation de frottement oscillant dite de « fretting » où l'accent sera porté sur les différentes approches menées en débattements imposés (cas le plus utilisé) et en débattements non imposés (cas présent).

— Le deuxième chapitre concerne la connaissance des *matériaux étudiés*, leurs modes d'élaboration, leurs microstructures et leurs caractéristiques mécaniques et surfaciques depuis les alumines de référence obtenues par frittage naturel et par frittage SPS, aux nanocomposites avec particules métalliques fer-chrome ainsi que les nanocomposites avec particules métalliques fer et nanotubes de carbone.

— Le troisième chapitre porte sur les deux *dispositifs tribologiques* utilisés pour cette étude. Le premier est un dispositif de fretting à débattements non imposés, fortement réinstrumenté pour cette étude, permettant l'étude du frottement et de l'usure, mais également d'accéder au grippage (blocage du contact par arrêt du mouvement). Le deuxième est un dispositif de glissement alternatif du commerce à débattements imposés. Les configurations de contact des deux dispositifs sont de type bille-plan. Les différentes conditions de chargement et les protocoles d'essais sont précisés.

— Le quatrième chapitre rassemble l'ensemble des *résultats expérimentaux* de fretting et de glissement alternatif. Les résultats de fretting concernent la détermination des taux de glissement, des coefficients de frottement, des énergies dissipées et des seuils de grippage ainsi que les taux d'usure. Des observations microscopiques des faciès d'usure et de la morphologie des débris ainsi que des essais complémentaires de fretting suivis par émission acoustique complètent ces résultats, afin de proposer des scénarios de dégradation adaptés en fonction des compositions et des propriétés des couples de matériaux frottants. Les résultats de glissement apportent des données supplémentaires et offrent surtout une plus grande discrimination des résultats.

Le bilan de ce travail est dressé dans la *conclusion* qui est suivi par des perspectives ouvertes par cette étude.

Mots clés : Grippage, usure, fretting, glissement alternatif, composites alumine-métal, nanotubes de carbone, émission acoustique.

NOMENCLATURE

PARAMÈTRES MATÉRIAUX

d : densité

D : taille de grain (µm)

E : module élastique (GPa)

HV : microdureté (HV1)

K_{IC} : ténacité (MPa·m$^{1/2}$)

R_a : rugosité moyenne (µm)

R_{sk} : facteur d'asymétrie

R_q : rugosité quadratique moyenne (µm)

ρ : masse volumique (kg/m^3)

σ_f : résistance à la rupture (MPa)

ν : coefficient de Poisson

PARAMÈTRES ÉLABORATION

P_p : pression au frittage

T_p : température du palier de frittage (°C)

t_p : durée du palier de frittage (min)

PARAMÈTRES TRIBOLOGIQUES

D : distance réelle parcourue par cycle (m)

D_0 : distance réelle totale parcourue (m)

D_i : distance parcourue initiale, à vide (m)

e : ratio d'exposition

E_{dt} : énergie totale dissipée dans le contact pendant la durée de l'essai (J)

$E_{dt_{max}}$: énergie dissipée maximale dans le contact (J)

E_i : énergie dissipée dans le contact, correspondant à l'aire du cycle i (J)

E_t : énergie totale représente l'aire du rectangle contenant le cycle de fretting (J)

F : effort d'entrainement « entrant » dans le contact (N)

F_D : effort dynamique (N)

G : seuil de grippage (N)

P : charge normale appliquée (N)

Q : effort tangentiel (N)

N : nombre de cycles

P_{0H} : pression maximale de Hertz (MPa)

R : rayon de courbure du frotteur (mm)

r : rayon de la trace d'usure du frotteur (µm)

r_a : rayon du contact de Hertz (µm)

R_{sp} : raideur du microlévier

t : durée d'essai (s)

K : taux d'usure du contact ($\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$)

k_s : gain statique du système

v : la vitesse d'entraînement (mm/min)

V_c : volume d'usure du contact (μm^3)

V_{c_T} : volume final d'usure du contact (μm^3)

$V_c/\ D_0$: volume effectif d'usure du contact ($\mu m^3 \cdot m^{-1}$)

V_d^- : volume d'usure du disque (μm^3)

V_d^+ : volume de transfert du disque (μm^3)

v_e : la vitesse d'entrée (µm/s)

V_i : débit interne (μm^3)

V_p^- : volume d'usure du frotteur (μm^3)

V_p^+ : volume de transfert du frotteur (μm^3)

v_s : vitesse de sortie (µm/s)

V_s : débit source (μm^3)

ω_n : pulsation naturelle (Hz)

z : facteur d'amortissement

α : pente de la droite $D_0(P)$ ($\mu m^3 \cdot N^{-1}$)

α_0 : taux de glissement ($\mu m \cdot N^{-1} \cdot cycle^{-1}$)

δ : amplitude réelle de débattement, en fretting (μm)

δ_0 : amplitude d'ouverture du cycle (μm)

δ_i : amplitude de débattement initial, à vide (μm)

δ_p : amplitude de débattement perdu (μm)

ε : taux (énergétique) d'usure du contact ($\mu m^3 \cdot J^{-1}$)

μ : rapport de l'effort tangentiel sur la charge normale Q / P (coefficient de frottement en condition de glissement total)

ν : fréquence de débattement (Hz)

ABRÉVIATIONS, SIGLES

AFM : microscopie à force atomique

CIRIMAT : Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux

EA : émission acoustique

EDX : analyse par dispersion d'énergie X

MEB-FEG : microscopie électronique à balayage

MI : microscopie interférométrique en lumière blanche (rugosimétrie optique)

MO : microscopie optique

NP : nanoparticules métalliques

NTC : nanotubes de carbone

SCT : Société des Céramiques Techniques

SPS : Spark Plasma Sintering (frittage flash)

Chapitre 1

ÉTAT DE L'ART

Les pièces de frottement sont des organes très sensibles, en particulier lorsqu'elles sont soumises à des conditions de frottement vibratoire non lubrifiées (conditions dites de fretting) qui se caractérisent par des amplitudes de déplacement de l'ordre de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres et des fréquences de sollicitation de quelques hertz à quelques centaines de hertz. Ce type de sollicitation se retrouve fréquemment dans le domaine des machines tournantes et particulièrement celui des transports. Les endommagements rencontrés vont de l'usure entraînant une prise importante de jeu, au grippage complet du dispositif sous l'effet de l'accumulation dans le contact de particules détachées des surfaces, en passant par la propagation des fissures à partir du point de contact et conduisant à la rupture différée des pièces par fatigue. De plus, les conditions environnementales (oxydation, humidité...) ont un rôle très important dans le comportement de ces contacts.

Pour accroître la fiabilité et la durabilité des pièces en service, le développement de matériaux présentant des propriétés thermomécaniques, chimiques et tribologiques accrues est nécessaire. Les matériaux nanocomposites à matrice céramique contenant des nanoparticules métalliques et des nanotubes de carbone (NTC), à hautes caractéristiques thermomécaniques sont, en effet, innovants et potentiellement intéressants pour des pièces à vocation tribologique.

Ce chapitre bibliographique aborde d'abord l'influence des nanoparticules métalliques et des nanotubes de carbone sur le comportement tribologique de composites à base alumine. La partie suivante regroupe des repères bibliographiques sur la tribologie, plus particulièrement en fretting.

1.1. ÉTUDES TRIBOLOGIQUES DES COMPOSITES À BASE ALUMINE

1.1.1. INFLUENCE DES NANOPARTICULES DANS L'ALUMINE

Julien Gurt propose, dans sa monographie [Gurt-Santanach 09], une revue exhaustive sur l'élaboration et les propriétés mécaniques des nanocomposites à matrice céramique. Comme il le rappelle, les céramiques techniques sont utilisées dans tous les domaines technologiques de pointe (électronique et électrotechnique, biomédical, chimie et environnement, aéronautique et espace, automobile, agricole, robinetterie, métallurgie...) car elles affichent des combinaisons intéressantes de propriétés comme une faible densité, une dureté et résistance à la rupture élevées, sont réfractaires, possèdent une bonne stabilité thermique ainsi que chimique, et offre des potentialités en termes de réduction de frottement et/ou de résistance à l'usure. Cependant, leur fragilité intrinsèque limite souvent leurs applications potentielles [Niihara 93, Wang 00]. Ainsi, les études menées ces vingt dernières années ont conduit au développement de nanocomposites métal-céramique [Matteazzi 97, Lieberthal 01, Ji 02, Díaz 03, Chmielewski 07, Michalski 07] et céramique-céramique [Niihara 93, Sternitzke 97, Nawa 98, Wang 00, Lee 03, Bajwa 05, Ortiz-Merino 05, Liu 06] afin d'accroître la ténacité tout en maintenant la résistance à la rupture à un niveau élevé. En effet, à partir de travaux sur l'élaboration et les propriétés mécaniques de nanocomposites Al_2O_3-SiC, Niihara et *al.* [Niihara 93] ont montré que l'incorporation de nanoparticules dans une matrice céramique peut considérablement augmenter ses propriétés mécaniques.

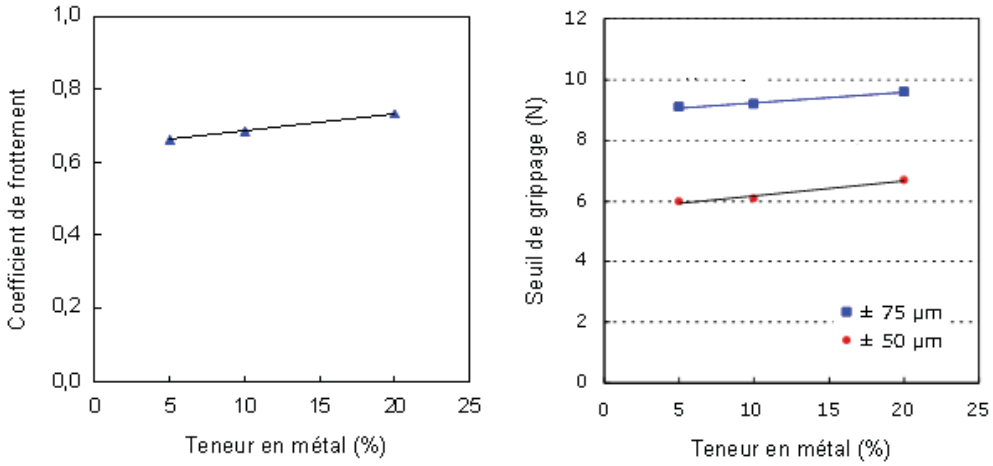
De nombreuses études ont alors été réalisées dans le but de renforcer les propriétés mécaniques des céramiques par l'addition soit d'une phase métallique, comme Ni [Lieberthal 01, Michalski 07], Fe et FeCr [Matteazzi 97], Cr [Ji 02, Chmielewski 07], Mo [Díaz 03] ou Cu [Oh 98], soit de particules céramiques de taille nanométrique [Niihara 93, Nawa 98, Wang 00, Liu 06]. La compréhension des relations entre les différentes propriétés physiques et la microstructure a été le principal moteur pour optimiser les propriétés mécaniques de ces nanocomposites [Devaux 91, Laurent 94, Matteazzi 97, Laurent 98b, Lieberthal 01, Ji 02, Díaz 03, Chmielewski 07, Michalski 07]. Ainsi, l'amélioration de la résistance à la rupture et de la ténacité de nanocomposites à matrice alumine a été observée simultanément et expliquée par la combinaison de l'effet Hall-Petch dû aux nanoparticules, avec la ductilité d'une phase métallique [Oh 98, Mishra 01, Ji 02, Díaz 03, Chmielewski 07].

En revanche, les études tribologiques sur les composites à matrice céramique contenant des nanoparticules céramiques ou métalliques sont peu nombreuses. Toutefois, l'alumine est le matériau le plus utilisé en tant que matrice [Yeomans 08]. Le renforcement par des nanoparticules céramiques comme SiC [Bajwa 05, Ortiz-Merino 05], TiO_2 [Nawa 98, Lee 03] ou TiB_2 [Jianxin 05] a permis d'obtenir des nanocomposites dont la résistance à

l'usure a grandement été améliorée par rapport à une alumine pure dans des conditions de frottement « sévère ».

L'introduction d'une phase métallique comme Ni [Turunen 06], Ag [Moya 07], Fe ou Fe/Cr [Stempflé 08, Gurt-Santanach 09], plus ductile et moins rigide que la matrice, a pour effet d'abaisser la dureté et le module de Young du composite. Ces modifications peuvent toutefois être bénéfiques pour lutter contre l'usure. Dutta *et al.* [Dutta 06] ont utilisé une alumine contenant des particules d'argent comme outil de coupe dans l'usinage d'un acier ordinaire. La performance du matériau a été largement comparable à celle d'une alumine renforcée par de la zircone.

Dans une étude récente, le comportement à l'usure abrasive des composites alumine-molybdène et alumine-niobium a été évalué face à un carbure de tungstène-cobalt [de Portu 07]. Les composites alumine-niobium ont montré plus de résistance à l'usure que ceux en alumine-molybdène et ont présenté des performances comparables à l'alumine. Cela a été attribué à la forte cohésion entre la phase métallique (niobium) et la matrice en alumine ainsi qu'à la similitude des coefficients de dilatation thermique entre l'alumine et le niobium. Toutefois, les disques en WC-Co ont été usés de manière significative par les composites alumine-niobium, mais pas par ceux en alumine-molybdène.



(a) (b)

FIGURE 1.1: (a) Évolution du coefficient de frottement, (b) et du seuil de grippage de nanocomposites Al_2O_3-Fe/Cr pour différentes teneurs en nanoparticules métalliques Fe/Cr (amplitude du débattement ± 50 µm et ± 75 µm).

Par ailleurs, dans une étude préparatoire à cette thèse, effectuée dans le cadre d'un programme de la région Midi-Pyrénées, notre équipe a étudié le comportement en fretting à débattements libres de nanocomposites Al_2O_3-Fe/Cr préparés par l'équipe NNC du CIRIMAT et densifiés par SPS . Les essais ont été réalisés avec des frotteurs en alliage de titane (Ti6Al4V) à une fréquence de 100 Hz ($5 \cdot 10^5$ cycles) pour des charges comprises entre 3 et 9 N. Le taux de nanoparticules (5, 10, 20%) et leur répartition (inter et intragranulaire) ont plus particulièrement été analysés. Les résultats de fretting ont

montré que la présence de nanoparticules conduit à de faibles variations de coefficient de frottement ou de seuil de grippage (fig. 1.1). Par ailleurs, les nanoparticules intragranulaires augmentent les propriétés mécaniques de la matrice, mais ne permettent pas d'améliorer la résistance à l'usure des nanocomposites. En revanche, les nanoparticules intergranulaires influencent clairement la résistance à l'usure du nanocomposite en limitant l'arrachement des grains de la matrice. Toutefois, ce renforcement ne s'observe de manière significative qu'au delà de 10% de nanoparticules métalliques [Stempflé 08].

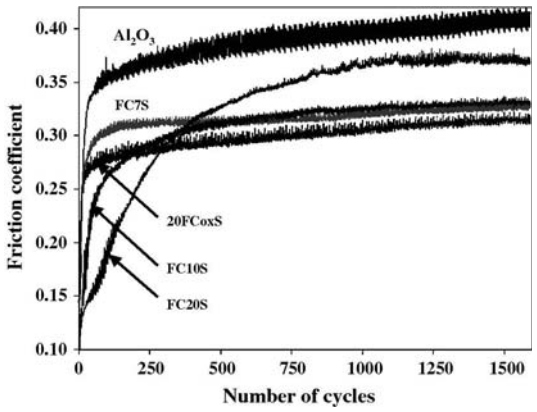


FIGURE 1.2: Évolutions du coefficient de frottement de l'alumine pure et des nanocomposites Al_2O_3-Fe/Cr en fonction de nombre de cycles. FC7S, FC10S et FC20S sont respectivement des nanocomposites alumine avec 7, 10 et 20% en teneur métallique [Gurt-Santanach 11].

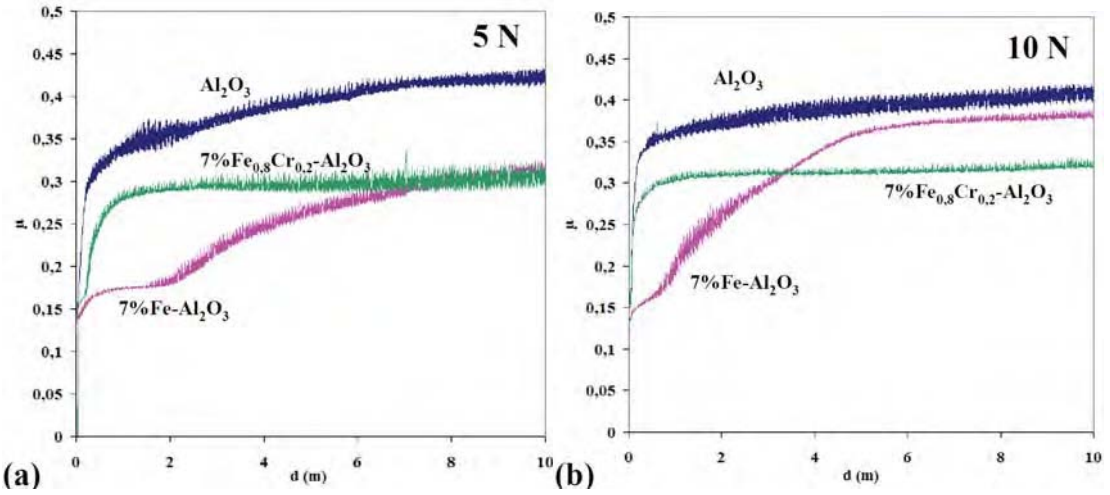


FIGURE 1.3: Évolutions du coefficient de frottement μ de l'alumine pure et des nanocomposites alumine avec 7% Fe et 7% Fe/Cr en fonction de la distance parcourue d (a) à 5 N et (b) 10 N [Gurt-Santanach 09].

Enfin, Gurt a réalisé des essais de glissement alternatif sur des nanocomposites Al_2O_3-Fe (7% de fer) et Al_2O_3-Fe/Cr (7, 10, 20% de Fe/Cr) très proches de ceux utilisés dans notre étude (même préparation et densification par SPS suivant des conditions de frittage très peu différentes) [Gurt-Santanach 09, Gurt-Santanach 11]. Les essais ont été menés avec des frotteurs en Al_2O_3 (6 mm de diamètre) dans une configuration bille-plan à une vitesse de déplacement de 5 cm·s^{-1} (demi-amplitude de 10 mm et

distance parcourue de 10 m) pour des charges de 5 et 10 N. Cette étude a montré que les nanocomposites Al_2O_3-7%Fe et Al_2O_3-Fe/Cr présentent un coefficient de frottement inférieur à celui de l'alumine pure (fig. 1.2). Ils proposent que la phase de frottement réduite observée lors des cents premiers cycles avec le composite Al_2O_3-7%Fe est liée aux nanoparticules de fer plus réactives à l'oxydation que les particules de Fe/Cr (fig. 1.3a et b). A faible charge, cette phase dure plus longtemps (fig. 1.3a). Par ailleurs, l'augmentation de la teneur en nanoparticules Fe/Cr semble avoir un effet sur la diminution du coefficient de frottement en début d'essai. Dans tous les cas, aucune usure n'est décelée pour les nanocomposites.

1.1.2. INFLUENCE DES NANOTUBES DE CARBONE DANS L'ALUMINE

Les nanotubes de carbone (NTC) sont considérés comme les nouveaux matériaux avancés avec un grand potentiel, parce qu'ils ont d'excellentes propriétés mécaniques, chimiques, thermiques et électriques [Baughman 02, Zhang 08, Chen 08]. Parce que les NTC ont également une faible densité (environ 2 g/cm^3) et un module d'élasticité élevé (environ 1,8 TPa), ils peuvent être utilisés également comme des renforts dans les nanocomposites [Falvo 97]. Quand ils sont introduits dans des matrices polymères, métalliques ou céramiques [Xu 99, Flahaut 00, Peigney 00, An 03, Rul 04, Lim 05, Mo 05], les propriétés mécaniques et électriques de ces composites peuvent être améliorées. En particulier, l'ajout de NTC dans une matrice céramique s'est traduit par une augmentation de la ténacité qui est l'une des propriétés mécaniques les plus importantes de la céramique [Zhan 03, Curtin 04, Wang 04, Xia 04, Peigney 10].

Ainsi, Siegel et *al.* [Siegel 01] ont obtenu un accroissement de 24% de la ténacité, lorsque 10% en volume de nanotubes de carbone a été ajouté à une matrice d'alumine. Cependant, Yamamoto *et al.* [Yamamoto 08] constate une chute de 72% de la résistance à la flexion et de 54% de la ténacité de nanocomposites Al_2O_3-NTC lorsque la teneur en NTC passe de 2% à 10%, ce qui correspond également à une baisse de la densité relative de 99% à 83%. Par ailleurs, Laurent *et al.* [Laurent 98a] ont rapporté que la ténacité et la résistance à la flexion de composites Al_2O_3-NTC-Fe réalisés par décomposition catalytique (sur les particules de fer) d'un mélange (H_2 + CH_4), ont été plus faibles que celles d'un composite Al_2O_3-NTC sans Fe obtenu par mélange, en raison d'une meilleure répartition des nanotubes de carbone dans la matrice. Ces travaux indiquent qu'un renforcement des alumines peut être obtenu par l'introduction de NTC. Toutefois, les difficultés liées à la fabrication de matériaux composites contenant des NTC posent des problèmes dans l'amélioration des propriétés, car divers facteurs microstructuraux affectent grandement les propriétés.

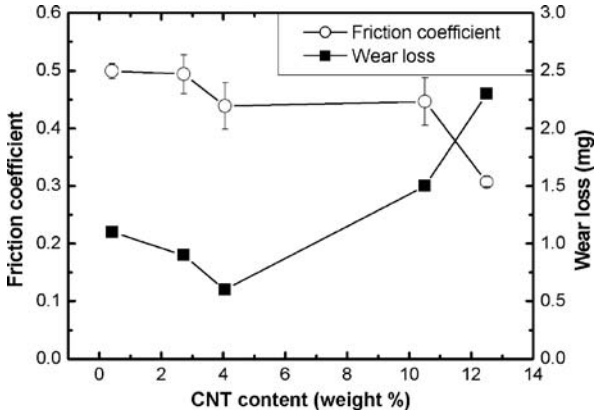
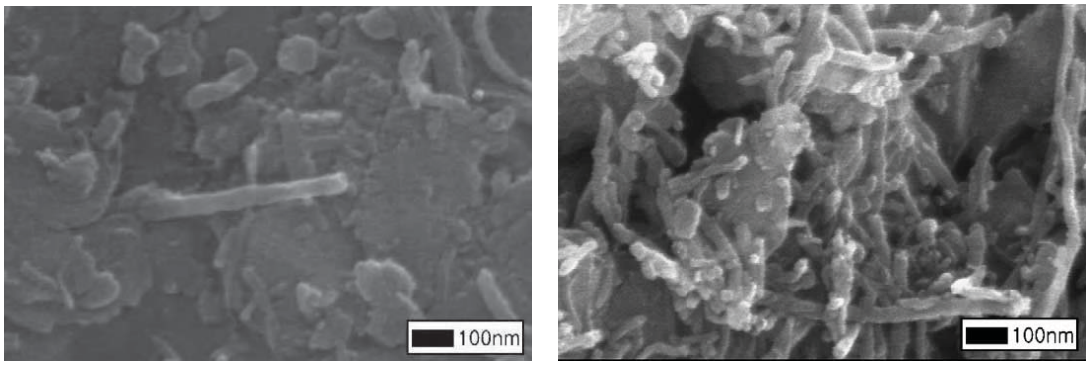


FIGURE 1.4: Évolutions du coefficient de frottement et de la perte de masse (usure) en fonction de la teneur en NTC dans les composites NTC-alumine frittés sous charge [An 03].



(a) (b)

FIGURE 1.5: Morphologie des débris d'usure (a) dans la trace (b) ramassé autour de la trace d'usure [An 03].

Les travaux de J.-W. An *et al.* ont concerné des composites alumine-NTC obtenus par frittage sous charge de poudres contenant jusqu'à 12,5% en masse de NTC [An 03]. Les poudres ont été synthétisées par décomposition catalytique de l'acétylène sur des poudres d'alumine contenant du fer (catalyseur de la décomposition). Leur travail montre que la résistance à l'usure et les propriétés mécaniques sont optimales lorsque la teneur en NTC est de 4%, ce résultat s'expliquant par la réduction de la taille des grains de l'alumine associée à l'effet renforçant des NTC (fig. 1.4). Au-delà d'une teneur de 10% en NTC, les propriétés mécaniques sont réduites et la résistance à l'usure fortement diminuée, en raison de la faible cohésion entre les NTC et la matrice. En revanche, le comportement en frottement est amélioré lorsque la teneur en NTC augmente, grâce aux propriétés lubrifiantes des NTC associées à un mécanisme d'accommodation par roulement des débris riches en nanotubes de carbone à l'interface de frottement (fig. 1.5a et b).

Lim *et al.* ont préparé des composites Al_2O_3-MNTC (nanotubes de carbone à parois multiples élaborés par CCVD), contenant également 5% mol. de Fe comme catalyseur

et 1,25% en masse de MgO [Lim 05]. Ils ont fait varier la teneur en NTC jusqu'à 12% et mis en œuvre deux méthodes d'élaboration différentes avant densification : une première famille de composite a été obtenue par mélange avant frittage sous charge, alors que la deuxième famille a été mise en forme par coulage en bande, puis laminage avant frittage sous charge. Comme An *et al.*, ils observent, pour la première famille de composites, une réduction du coefficient de frottement lorsque la teneur en NTC augmente (fig. 1.6). De même, ils constatent que la résistance à l'usure de ces composites est optimale pour une teneur de 4% en NTC. Avec la deuxième famille de composites, le coefficient de frottement est toujours plus élevé, mais évolue peu avec la teneur en NTC. En revanche, leur résistance à l'usure est meilleure et croît linéairement avec la teneur en NTC. Cela pourrait signifier que la préparation par coulage en bande améliore la distribution des NTC, ce qui serait bénéfique pour le comportement à l'usure.

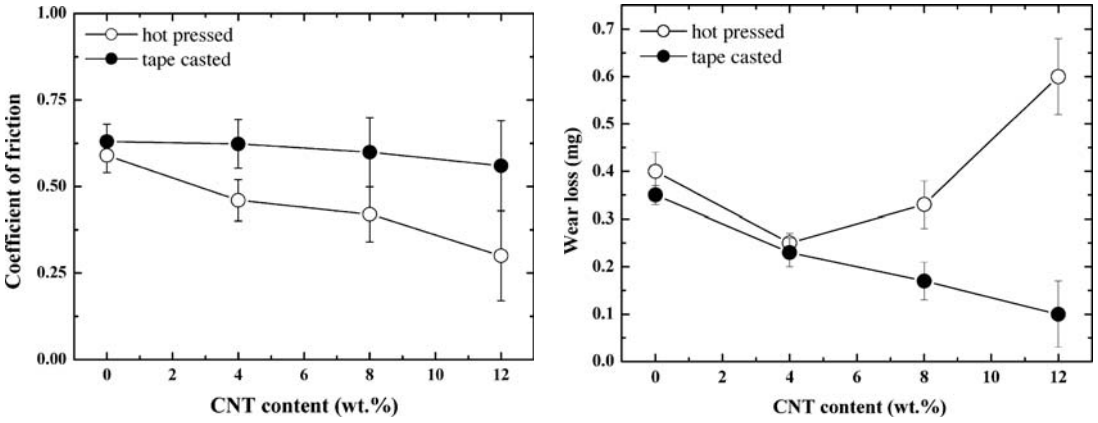
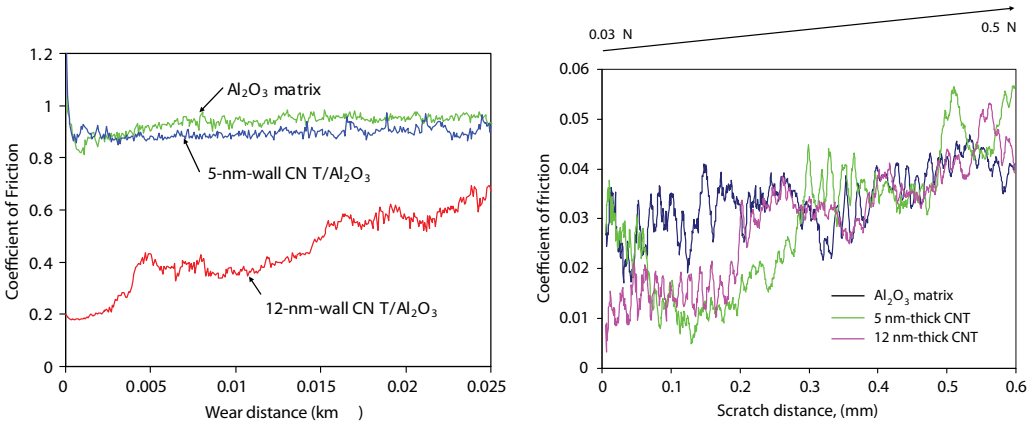


FIGURE 1.6: Évolutions du coefficient de frottement et de la perte de masse (usure) en fonction de la teneur en NTC dans les composites NTC-alumine frittés sous charge [Lim 05].

Par ailleurs, des revêtements en alumine amorphe nanoporeuse sur substrat aluminium ont été renforcés par l'ajout de NTC orientés perpendiculairement à la surface, avec différentes épaisseurs de paroi de 4,5 nm et 12,3 nm [Xia 08]. Ils ont été étudiés à deux échelles de sollicitation aux moyens de deux dispositifs tribologiques :

— À l'échelle macroscopique, les matériaux ont été testés en glissement alternatif dans une configuration de contact bille - plan (frotteur : billes en acier de 6,35 mm de diamètre). La charge et la vitesse sont respectivement 2 N et 2 cm.s^{-1}. La longueur d'un aller est de 4 mm et un total de 500 cycles ont été effectués pour le test.

— À l'échelle microscopique, les échantillons ont été testés avec un dispositif de microrayage (pointe diamant). La charge appliquée a été augmentée linéairement de zéro à 0,5 N pendant l'essai.



(a) (b)

FIGURE 1.7: Évolutions du coefficient de frottement en fonction de la distance d'usure pour l'alumine pure et les nanocomposites NTC-alumine : (a) essai macroscopique, (b) essai microscopique [Xia 08].

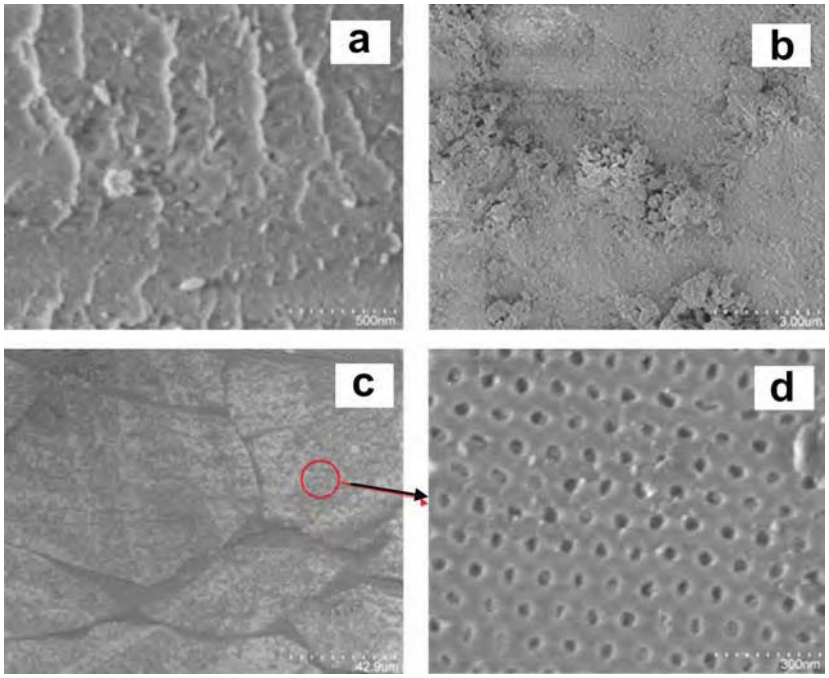
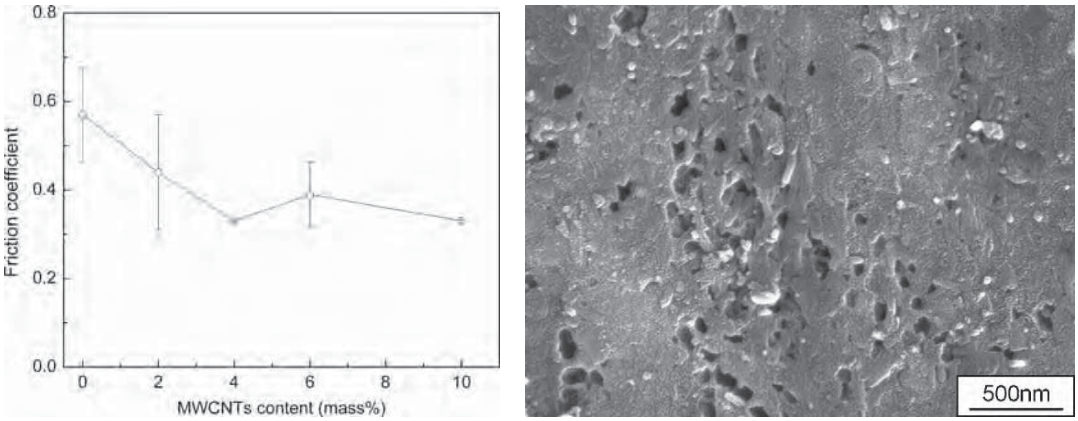


FIGURE 1.8: (a) Surface d'alumine nanoporeuse, (b) du nanocomposite alumine avec des nanotubes à paroi mince, (c) du nanocomposite alumine avec des nanotubes à paroi épaisse, (d) zone agrandie montrant une surface relativement propre [Xia 08].

A l'échelle macroscopique, le coefficient de frottement pour l'alumine est très élevé, environ 0,9 (fig. 1.7a). L'ajout de NTC à paroi mince se traduit par une légère réduction du coefficient de frottement à 0,85. Avec l'introduction de NTC à paroi épaisse le comportement en frottement est cette fois grandement modifié : le coefficient de frottement est beaucoup plus faible (0,2 en début d'essai) mais augmente continûment au cours de l'essai (0,65 en fin d'essai). A l'échelle microscopique, l'alumine et le nanocomposite avec des NTC à paroi mince ont un coefficient de frottement autour de 0,035 (fig. 1.7b). Le nanocomposite avec des NTC à paroi épaisse a un coefficient de

frottement très faible et constant de 0,01 au début de l'essai, puis augmente brutalement pour se stabiliser également à la valeur de 0,035. Les micrographies montrent que la surface du nanocomposite avec des NTC à paroi épaisse est moins endommagée et dépourvue de débris (fig. 1.8). Tous ces résultats montrent que l'épaisseur de la paroi des nanotubes est un paramètre important dans la détermination du comportement tribologique des nanocomposites au niveau macro et micrométrique en raison de l'orientation perpendiculaire à la surface de ces NTC qui sont de ce fait sollicités en flexion.

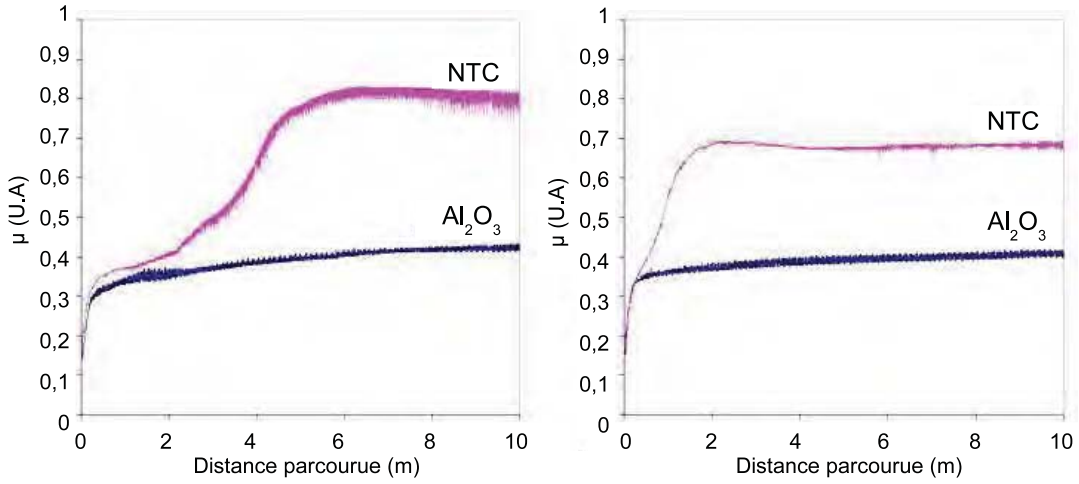


(a) (b)

FIGURE 1.9: (a) Évolution du coefficient de frottement en teneur de NTC, (b) surface de frottement sur le disque composite avec 4% NTC [Yamamoto 08].

Des travaux menés par G. Yamamoto *et al.* ont porté sur une alumine pure et quatre composites d'alumine-NTC avec différentes teneurs en NTC (2, 4, 6, 10% en poids). Ces cinq matériaux ont été testés à l'aide d'une machine d'essai en glissement alternatif unidirectionnel (bille : Si_3N_4 de 7,1 mm de diamètre) et dans les conditions de laboratoire (22,5 °C, 50% humidité) [Yamamoto 08]. La charge et la vitesse sont respectivement de 2 N et de 2 mm·s^{-1} pour une course de 10 mm et une durée de 500 cycles.

Le coefficient de frottement diminue de 0,6 à 0,4 jusqu'à 4% en teneur de NTC, puis se stabilise pour des teneurs supérieures en NTC (fig. 1.9a). L'évaluation de l'usure se fait qualitativement avec les micrographies de surface après usure. La surface de l'alumine est légèrement rodée mais la surface des composites est couverte d'un 3e corps formé de nanotubes déformés et endommagés avec une structure semblable à des "spaghettis compressés" (fig. 1.9b). Les auteurs proposent que le frottement se passe dans cette couche interfaciale riche en NTC. Les observations des faciès de rupture après les tests mécaniques montrent des microstructures où des agglomérats de NTC qui se cassent et sortent de la matrice. Ce type de comportement en rupture montre que ces agglomérats ont une faible résistance mécanique et semblent se comporter comme des porosités dans la matrice.

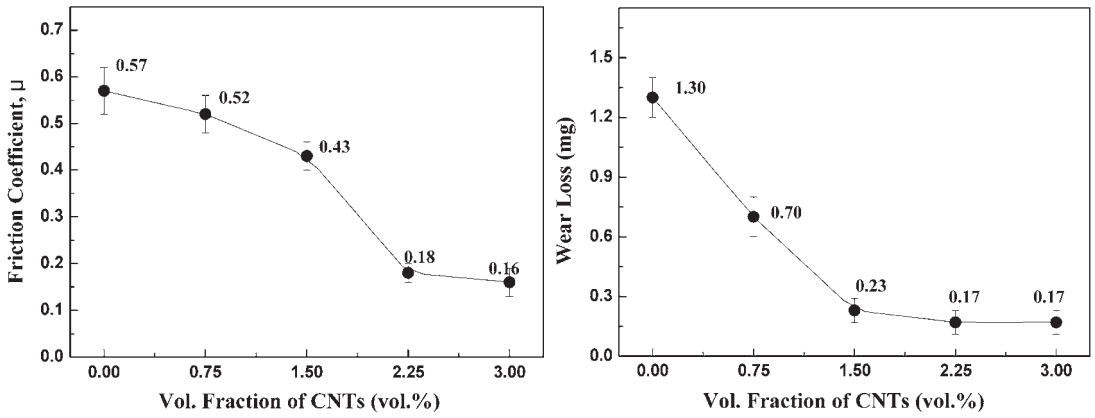


(a) (b)

FIGURE 1.10: Évolutions du coefficient de frottement de l'alumine pure et du nanocomposite alumine avec 10% Fe et 4% NTC en fonction de la distance parcourue (a) à 5 N et (b) 10 N [Gurt-Santanach 09].

Gurt a également étudié un nanocomposite Al_2O_3-10%Fe-4%NTC ayant une charge à rupture de 400 MPa et une ténacité de 4,0 MPa·m$^{1/2}$ obtenu par densification SPS dans des conditions de frittage similaires à celles utilisées dans le cadre de cette thèse (150 MPa, 1350 °C, 3 min) [Gurt-Santanach 09]. Des essais ont été menés avec des frotteurs en Al_2O_3 (6 mm de diamètre) à une vitesse de déplacement de 5 cm·s^{-1} (demi-amplitude en glissement alternatif de 10 mm et distance parcourue de 10 m) pour des charges de 5 et 10 N. Le coefficient de frottement du nanocomposite avec NTC est systématiquement supérieur de 0,4 et 0,3 à celui d'une alumine pure testée dans les mêmes conditions (fig. 1.10a et b). D'après les analyses EDX, une importante quantité de débris formés d'hématite et d'alumine s'est accumulée aux extrémités de la trace d'usure sur l'échantillon nanocomposite. A la fin des essais, aucun endommagement sur le frotteur n'a été observé. Les auteurs proposent que la dégradation importante du nanocomposite résulte de la faible cohésion des grains de la matrice alumine, en raison de la présence préférentielle des NTC aux joints de grains. Ainsi, l'endommagement important de la surface du nanocomposite peut expliquer des coefficients de frottement supérieures à ceux de l'alumine.

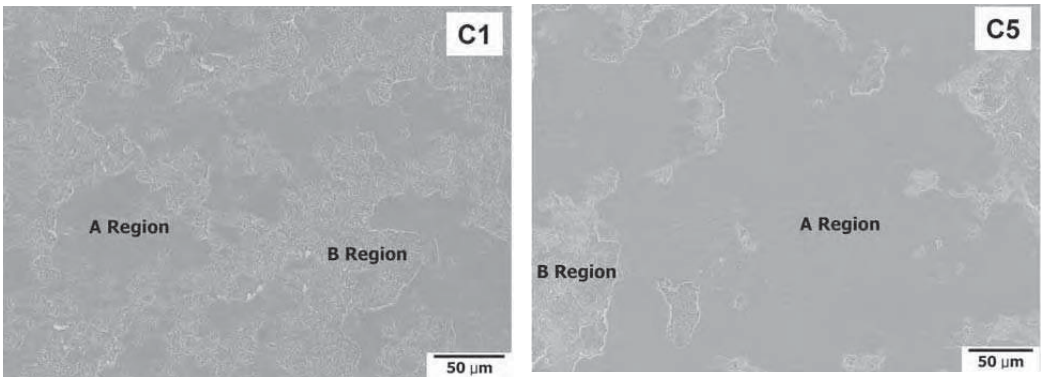
Enfin, S.W. Kim *et al.* ont étudié les composites Al_2O_3-NTC caractérisés par une distribution homogène et une haute pureté des nanotubes (5 à 20 nm de diamètre, 2 à 5 µm de longueur) grâce à l'utilisation de Fe_2O_3-MgO comme catalyseur, élément ensuite éliminé à acide nitrique [Kim 10]. Les mélanges d'alumine et NTC (0,75, 1,5, 2,25, 3% de teneur en volume NTC) sont d'abord précompactés à 20 MPa puis pressés à 200 MPa par compaction isostatique à froid et ensuite frittés dans un four à 1550 °C pendant 2 h. Comme dans les études précédentes, la densité relative diminue avec l'augmentation de la teneur en NTC. De même, lorsque la teneur en NTC augmente, la dureté diminue de 1670 à 949 HV et la ténacité augmente de 3,3 à 4,7 MPa·m$^{1/2}$.



(a) (b)

FIGURE 1.11: (a) Évolution du coefficient de frottement, (b) perte de la matière en fonction de la teneur de NTC [Kim 10].

Ces matériaux ont été testés à l'aide d'une machine d'essai pion-disque en glissement rotatif (frotteur : ZrO_2 de 5 mm de diamètre) dans les conditions ambiantes avec une charge et une vitesse de 30 N et 100 tr·min^{-1}, pendant 1 h (distance de glissement de 226 m). Le coefficient de frottement diminue de 0,57 à 0,18 lorsque l'on augmente la teneur en NTC de 0% à 2,25% volume. Au-delà, la baisse est beaucoup plus faible avec une valeur de coefficient de frottement de 0,16 à 3% de NTC. De même, la résistance à l'usure (caractérisée par la perte de masse) augmente de 82% lorsque la teneur évolue de 0% à 1,5% de NTC, et elle reste constante au-delà de cette teneur (fig. 1.11).



(a) (b)

FIGURE 1.12: Surface de (a) l'alumine pure, et (b) du nanocomposite après frottement [Kim 10].

Les images MEB montrent des zones (A) couvertes de débris avec de légers sillons d'abrasion, et des zones (B) dépourvues de débris montrant des arrachements de grains (fig. 1.12). Les analyses EDS montrent que la couche de débris couvrant la surface contient essentiellement du Zr qui provient du frotteur en zircone. Cette couche couvre une surface de plus en plus importante avec l'augmentation de la teneur en NTC dans l'alumine. Les auteurs concluent que la couche de débris formée entre le disque et le frotteur, protège la surface du disque, en particulier des arrachements de grains d'alu-

mine, ce qui améliore la résistance à l'usure des composites. Ainsi, deux mécanismes concurrents se produisent par l'ajout de NTC dans l'alumine : un effet renforçant et un effet de porosité. L'effet renforçant est prépondérant jusqu'à 1,5% de NTC d'où l'amélioration de la ténacité et de la résistance à l'usure. L'effet de porosité devient aussi important que l'effet renforçant au-delà de la teneur de 1,5% de NTC en raison de la diminution de la densité relative et de la dureté et n'apporte plus d'amélioration de la résistance à l'usure et de la ténacité.

1.1.3. SYNTHÈSE

Les différentes études conduites sur des nanocomposites à matrice céramique montrent que l'incorporation de nanoparticules dans une matrice céramique peut considérablement augmenter ses propriétés mécaniques. Il est à préciser que les études tribologiques, peu nombreuses, concernent principalement des composites à matrice alumine.

Ainsi, le renforcement d'une alumine par une phase métallique se traduit généralement par un accroissement de la résistance à la rupture et de la ténacité. Cependant, cette phase étant plus ductile et moins rigide que la matrice, l'introduction de particules métalliques a également pour effet d'abaisser la dureté et le module de Young du composite.

Sollicités en glissement, ces composites alumine-métal favorisent généralement une réduction des efforts de frottement, la valeur des coefficients de frottement pouvant être modulée par la nature et la proportion des nanoparticules métalliques introduites. Particulièrement, c'est la quantité de particules situées aux joints de grains, plutôt qu'au sein des grains, qui gouverne la résistance à l'usure en limitant l'arrachement des grains de la matrice. Une forte cohésion entre la phase métallique et la matrice en alumine ainsi que la similitude des coefficients de dilatation thermique sont recherchées. Toutefois, le renforcement contre l'usure ne s'observe de manière significative qu'au-delà de 10% de nanoparticules métalliques.

Un renforcement des alumines peut également être obtenu par l'introduction de NTC. Néanmoins, les difficultés liées à la fabrication de matériaux composites contenant des NTC posent des problèmes dans l'amélioration des propriétés, car divers facteurs microstructuraux affectent grandement celles-ci. Les études montrent que les propriétés mécaniques et la résistance à l'usure sont optimales lorsque la teneur en NTC est de l'ordre de 3 à 4%, ce résultat s'expliquant par la réduction de la taille des grains de l'alumine associée à l'effet renforçant des NTC. Au-delà d'une teneur de 10% en NTC, les propriétés mécaniques sont réduites et la résistance à l'usure fortement diminuée, en raison de la faible cohésion entre les NTC et la matrice. En revanche, le comportement en frottement est amélioré lorsque la teneur en NTC augmente, grâce aux propriétés lubrifiantes des NTC associées à un mécanisme d'accommodation par roulement des débris riches en nanotubes de carbone à l'interface de frottement.

1.2. FRETTING

1.2.1. DÉFINITION DU FRETTING

Le fretting est une sollicitation définie comme un mouvement oscillatoire de faible amplitude entre deux surfaces en contact. Le terme fretting a été rapporté pour la première fois par Eden [Eden 11] lors de la mise en évidence de débris d'oxyde de fer observés entre une éprouvette de fatigue en acier et un mors en acier de la machine. La cause du phénomène a été attribuée à tort, à des mécanismes de corrosion, ce qui conduira par la suite à la dénomination de « fretting corrosion » [Tomlinson 27]. L'effet du fretting sur les propriétés de fatigue a été étudié pour la première fois par Warlow-Davies [Warlow-Davies 41]. D'autres auteurs, Mindlin [Mindlin 49] et Johnson [Johnson 85] décrivent les sollicitations cycliques de cisaillement imposées en surface de contact et définissent ainsi les mécanismes de fissuration en glissement partiel. Par la suite, McDowell [McDowell 53] montre que le fretting accélère grandement le processus d'amorçage des fissures et l'étude de l'action conjointe du fretting et de la fatigue conduit à un facteur d'abattement de 2 à 5 sur la limite d'endurance suivant les conditions de contact [Waterhouse 72].

Depuis ces cinquante dernières années, les auteurs étudient la prévention, le contrôle et l'estimation de la dégradation par fretting. Pour cela les concepts de cartes de fretting [Vingsbo 88] et de régimes de fretting [Vincent 92] sont introduits. Cependant, on remarque des recherches plus poussées dans le domaine de l'analyse de la fissuration grâce aux modèles de plus en plus performants, adaptés des modèles de fatigue des matériaux : ils prédisent l'amorçage et la progression des fissures dans les matériaux [Dang-Van 93, Nowell 94]. A l'opposé, l'étude de l'usure par la formation de débris reste moins bien formalisée.

1.2.2. CONDITIONS DE GLISSEMENT

La théorie de Hertz détermine la taille de la zone de contact (disque de rayon a) ainsi que le champ des contraintes (pression de Hertz, contraintes superficielles, cisaillement profond...) d'un contact statique sphère / plan chargé sous l'effet d'une force normale F_N [Zambelli 98].

L'application d'une force tangentielle F_T va d'abord se traduire par un glissement annulaire en périphérie du contact, alors que l'aire de contact centrale reste bloquée (fig. 1.13a). L'accroissement de la force tangentielle favorise l'expansion de la zone glissante et réduit la zone collée (fig. 1.13b). Lorsque la valeur de la force tangentielle atteint celle du coefficient de frottement μ, c'est-à-dire lorsque $F_N = \mu \cdot F_T$, la zone bloquée disparaît et le glissement entre les deux surfaces conduit à un déplacement relatif entre les deux massifs (fig. 1.13 c).

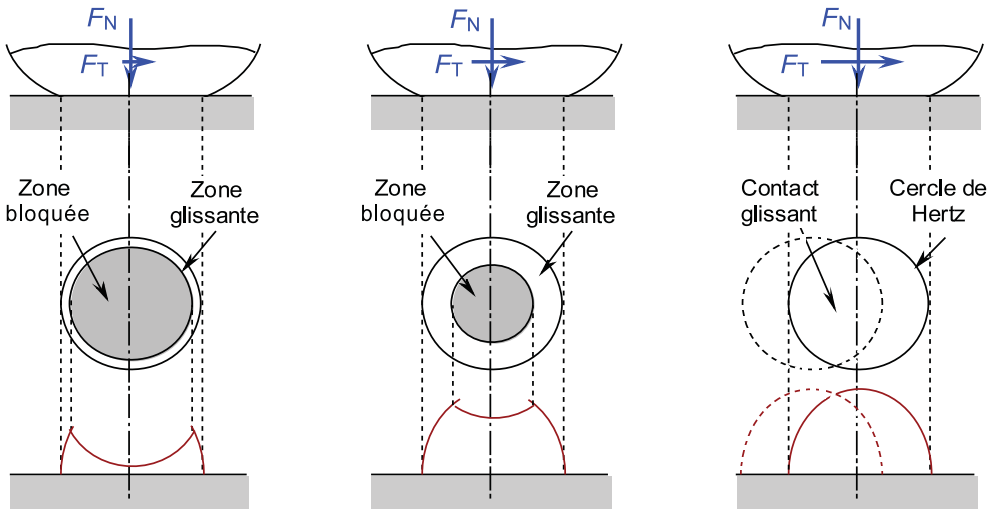


FIGURE 1.13: Application d'une force tangentielle à un contact sphère – plan chargé.

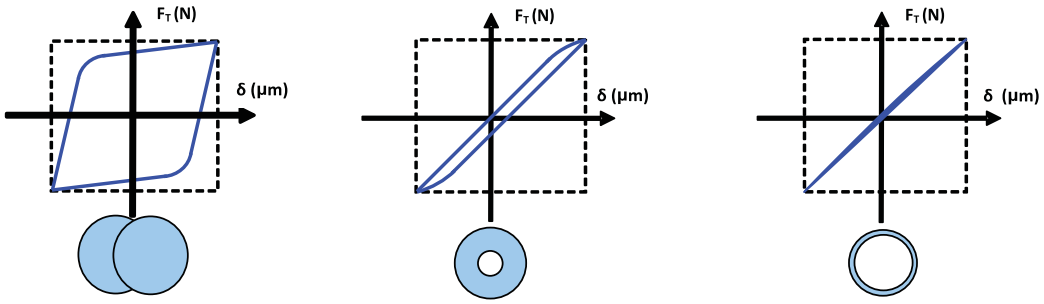
Dans le cas où un déplacement oscillant de faible amplitude $\pm\delta$ (en µm) est imposé aux massifs en contact sous un effort normal F_N, on peut obtenir des cycles de fretting donnant l'évolution de l'effort tangentiel F_T en fonction du déplacement δ. Trois types de cycles permettent de définir les conditions de sollicitation dans le contact [Fouvry 95, Fouvry 96, Fouvry 03] :

— La condition de glissement total : le cycle F_T (δ) est très ouvert et quasi rectangulaires (fig. 1.14a) où le rapport de l'effort tangentiel sur l'effort normal permet alors de définir un coefficient de frottement μ. L'énergie dissipée dans le contact par le frottement est représentée par l'aire du cycle.

— La condition de glissement partiel : le cycle F_T (δ) est plus fermé et de forme elliptique (fig. 1.14b). Il correspond au cas où la partie centrale du contact reste collée et entourée d'une zone de glissement.

— La condition de collage (grippage) : le cycle F_T (δ) est fermé (fig. 1.14c). Le déplacement δ est alors uniquement accommodé de façon élastique par les couches superficielles des matériaux et surtout par le dispositif (rigidité du montage) : on parle alors de condition non dissipative. Le collage complet n'est jamais effectif.

Ces différentes conditions de fretting peuvent se rencontrer au cours d'un essai en fonction du temps. On parle alors de *régime mixte* lorsqu'on enregistre le passage d'une condition à une autre au cours d'un même essai. Un cycle elliptique apparaît, généralement après quelques dizaines de cycles de forme quasi rectangulaire. Ce régime est intermédiaire entre le régime de collage et le régime de glissement.



(a) (b) (c)

FIGURE 1.14: Cycles de fretting, (a) glissement total, (b) glissement partiel, (c) collage.

Le régime de glissement total favorise le phénomène d'usure par détachement de débris alors que le régime de glissement partiel provoque l'apparition de fissures sur le rebord du contact qui se propage sous l'effet cyclique des contraintes (risque de rupture par fatigue). Dans le régime mixte, l'usure est modérée et les fissures très peu développées.

1.2.3. CARTES DE FRETTING

Deux types de diagramme effort normal F_N / déplacement δ (superposables) sont utilisés pour comparer et classer le comportement des matériaux :

— Les cartes de sollicitation locale (fig. 1.15) permettent d'accéder aux capacités de glissement des matériaux en fonction de différentes conditions expérimentales (charge normale, fréquence...) ;

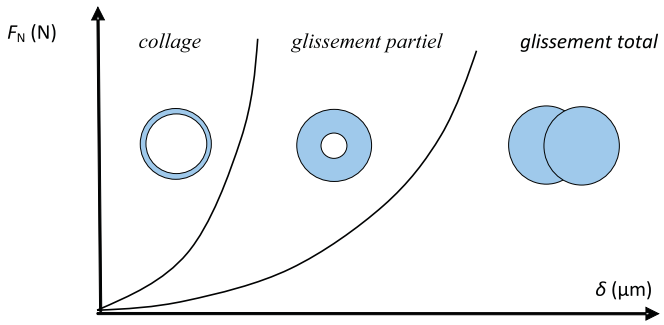


FIGURE 1.15: Cartes de sollicitation locale en fretting.

— Les cartes de réponse des matériaux (fig. 1.16) prennent en compte les dommages occasionnés aux matériaux : pas de dégradation ni en surface, ni en sous-couche, amorçage et propagation de fissures par fatigue, usure par détachement de particules.

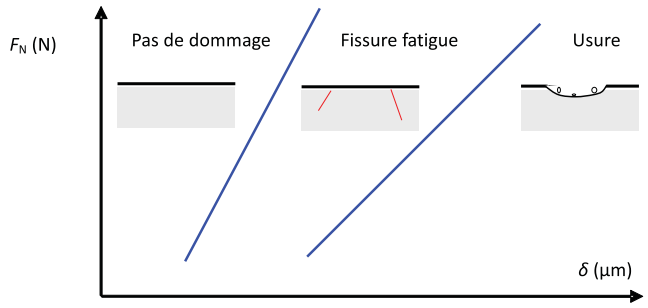


FIGURE 1.16: Carte de réponse des matériaux en fretting.

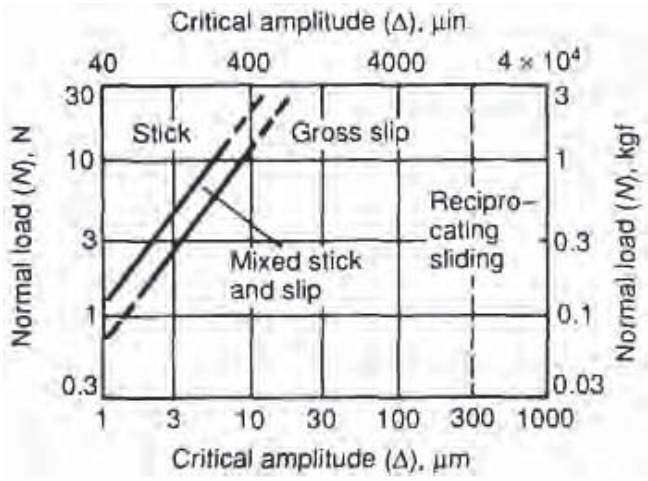


FIGURE 1.17: Carte de glissement en fretting d'après Vingsbo et Soderberg [Vingsbo 88].

La sollicitation de fretting est comprise entre quelques micromètres et plusieurs centaines de micromètres [Vingsbo 88]. Il faut noter que cette valeur est étroitement liée à la dimension du contact. Ainsi, l'amplitude de glissement reste inférieure à la dimension du contact. Ceci entraîne la non exposition du centre du contact à l'air ambiant. En considérant une étude de l'usure, le fretting se différencie d'une étude en glissement alternatif par le fait qu'une certaine quantité de débris peut rester piégée à l'intérieur du contact entre les deux corps. La transition entre fretting et glissement alternatif est basée sur le rapport de l'amplitude oscillatoire D au rayon hertzien de contact a [Fouvry 95]. Lorsque $D/\ a > 1$, le glissement alternatif se produit. Cependant, les caractéristiques des débris sont également corrélées avec le fretting et le frottement alternatif [Waterhouse 72]. Néanmoins, un critère quantitatif basé sur les débris pour identifier l'apparition du frottement alternatif n'a pas encore été établi [Chen 01].

1.2.4. DIFFÉRENTES APPROCHES EXPÉRIMENTALES UTILISÉES EN FRETTING

Les mesures qui peuvent être prises pour réduire ou empêcher les endommagements dûs au fretting sont extrêmement diverses, et chaque cas doit être analysé individuellement afin de sélectionner la méthode la plus judicieuse à appliquer. Il est seulement possible

de donner quelques indications générales sur la façon d'aborder le problème. En premier lieu, Beard a souligné qu'il est utile de savoir si le mouvement est contrôlé par l'effort ou par le déplacement [Beard 82] :

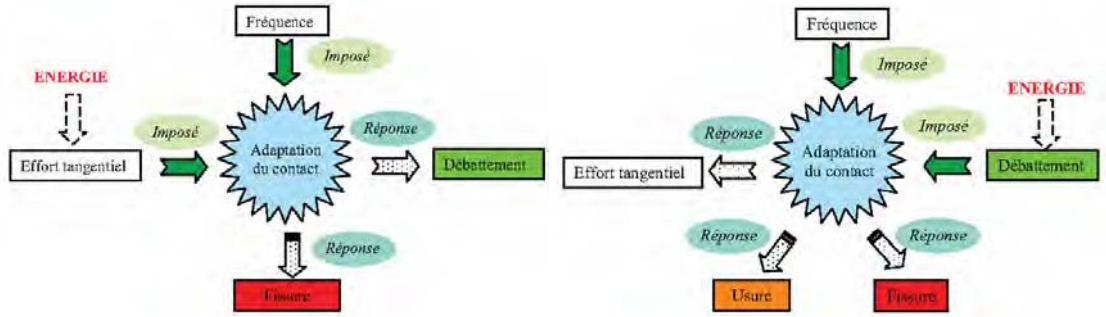


FIGURE 1.18: Approche utilisée pour analyser l'endommagement en fretting (a) par effort tangentiel imposé, (b) déplacement imposé [Yantio 07].

— Quand la force tangentielle est imposée, le contact répond en s'adaptant en termes de déplacement (fig. 1.18a). Toutefois, ce genre de test n'est stable que si le système travaille dans des conditions de glissement partiel. Dans des conditions de glissement total, la raideur tangentielle est nulle lorsque la force tangentielle est proportionnelle à la force normale. Dans cette configuration, seule la fissuration peut être étudiée.

— Lorsque le déplacement est imposé, le contact répond en s'adaptant en termes de force tangentielle (fig. 1.18b). Dans cette situation, la fissuration et l'usure dépendent de l'amplitude de déplacement, de la fréquence d'oscillation et de la charge normale.

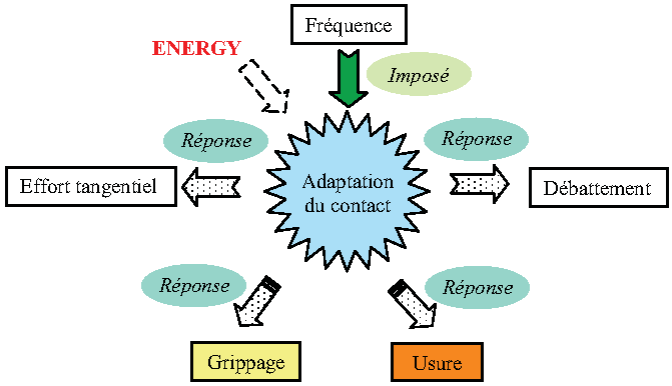


FIGURE 1.19: Approche utilisée pour analyser l'endommagement en fretting (a) par effort tangentiel imposé, (b) déplacement imposé [Yantio 07].

Yantio a proposé une nouvelle approche pour analyser les dommages rencontrés en fretting dans laquelle le contact s'adapte en donnant simultanément une réponse en termes d'effort tangentiel et de déplacement (fig. 1.19). Dans cette situation, le grippage

et l'usure peuvent être étudiés mais pas la fissuration [Sabeya 08, Yantio 09]. C'est cette dernière approche qui sera adoptée dans la suite de cette étude.

Chapitre 2

MATÉRIAUX ÉTUDIÉS

Ce chapitre rassemble la description des différents matériaux utilisés au cours des essais de fretting et de frottement alternatif. Les matériaux utilisés ont été classés en trois catégories : les alumines de haute pureté considérées comme matériaux de référence ; les nanocomposites alumine-FeCr ; et les nanocomposites alumine-Fe-NTC.

L'élaboration et la caractérisation de ces matériaux ont fait l'objet du travail de thèse de Julien Gurt Santanach mené en parallèle à la présente étude dont nous allons reprendre les principales données et les compléter par des mesures topographiques et des caractérisations AFM [Gurt-Santanach 09].

2.1. MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE : Al_2O_3

L'oxyde d'aluminium ou alumine (Al_2O_3) est l'une des céramiques les plus employées dans l'industrie moderne. Il en existe plusieurs formes cristallines, mais la plus stable et aussi la plus répandue est l'alumine-α (corindon). En plus de son faible coût, elle présente des caractéristiques et des propriétés variées telles que son caractère isolant électrique, sa tenue mécanique satisfaisante ou sa dureté élevée. L'alumine peut être utilisée sous forme de matériau dense ou à porosité contrôlée, ou encore sous forme d'ajout dispersé dans un autre matériau.

2.1.1. MODE D'ÉLABORATION

Les alumines étudiées ont été élaborées soit par frittage naturel dans des conditions industrielles à la Société des Céramiques Techniques, soit par frittage SPS à la PNF^2 du MHT de Toulouse.

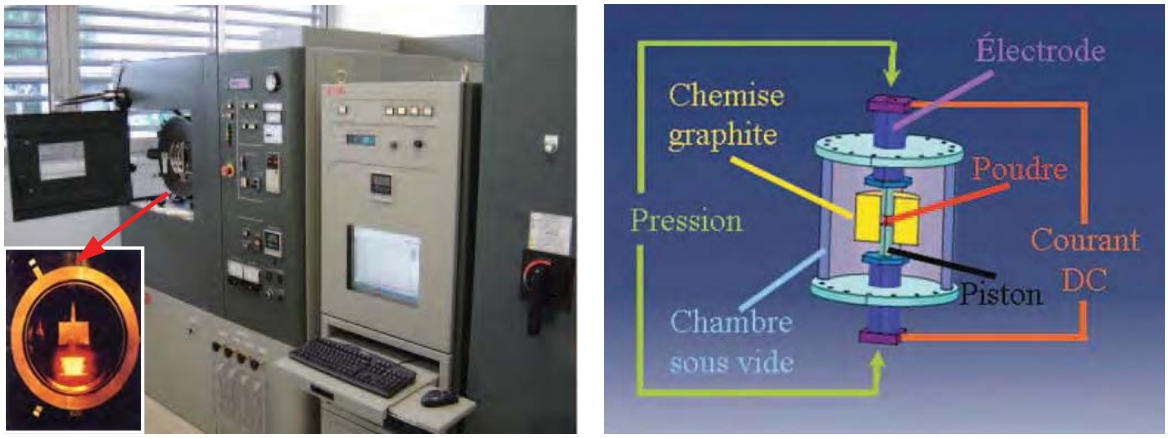
Par définition, le frittage est un traitement thermique d'un ensemble des particules individuelles ou d'un aggloméré poreux, avec ou sans l'application d'une pression externe, conduisant à une réduction de l'énergie libre globale du système. Cette évolution entraîne une densification partielle ou complète du matériau initial. Le processus suppose qu'au moins une phase solide existe constamment pendant tout le traitement thermique, de façon à conserver une certaine stabilité de forme et de dimension au système considéré [Cizeron 73].

Le frittage naturel est le procédé d'élaboration le plus simple et le plus utilisé industriellement. Aucune contrainte externe n'est appliquée pendant le frittage naturel. Mais la nécessité des températures de palier élevées peut causer une croissance granulaire importante pouvant à son tour empêcher l'élimination totale de la porosité [German 96].

Le frittage SPS (Spark Plasma Sintering) ou frittage flash repose sur l'introduction de poudres d'oxydes dans un moule en graphite soumis à une pression uniaxiale lors du traitement thermique. La différence majeure de ce procédé par rapport aux méthodes conventionnelles réside dans le fait que la source de chaleur n'est pas externe. En effet un courant électrique continu, continu pulsé ou alternatif appliqué via des électrodes, passe à travers le moule de la presse et également à travers l'échantillon lorsque celui-ci est conducteur (fig. 2.1). Le moule et l'ensemble des pistons agissent en tant que source de chauffage ce qui permet d'obtenir des vitesses de montée en température élevées jusqu'à 600 °C/min lorsque l'échantillon est conducteur [Sallé 07].

Toutefois, aucun ajout favorisant le frittage n'est utilisé pendant le SPS, ce qui permet d'obtenir des objets frittés très compacts à des températures de frittage moins élevées de quelques centaines de degrés et à des temps de frittage plus courts que les méthodes conventionnelles [Estournès 06]. Cependant, l'ensemble des mécanismes du SPS n'est pas compris par la communauté scientifique pour le moment.

Grâce à ces avantages, le SPS est une technique très prometteuse pour améliorer la mise en forme de toutes les classes de matériaux déjà existants (métaux, céramiques, polymères) ainsi que leurs composites. En outre, son champ d'activité peut également être élargi à la synthèse et à l'assemblage de nouveaux matériaux comme les nanocomposites, les multimatériaux [Estournès 06].



(a) (b)

FIGURE 2.1: (a) Dispositif de frittage flash avec la vue de détail de l'enceinte de chauffage à la PNF^2 de Toulouse [Denape 05], (b) principe du procédé de frittage flash [Estournès 06].

Les différents échantillons en alumine utilisés dans cette étude sont notés A97, A99 et A99S2. Les alumines A97 et A99 sont densifiées par frittage naturel. L'alumine A97 présente 97,7% d'alumine, 2% de CaO et de SiO_2 ainsi que 0,3% en masse d'impuretés. Les alumines A99 et A99S2 de 99,7% de pureté sont dopées avec 0,3% en masse de MgO.

Le tableau 2.1 rassemble la température T_P, le temps t_P et la pression P_P de palier utilisés pendant le procédé de frittage de chaque alumine. Le taux de densification est calculé à partir du rapport entre la densité mesurée par méthode d'Archimède et la densité théorique du matériau.

TABLE 2.1: Conditions d'élaboration des échantillons d'alumine (données SCT, PNF^2 et CIRIMAT). L'application de la pression n'est pas nécessaire pendant le frittage naturel.

Code Matériau	Composition	Type de frittage	Cycle de frittage (T_P, t_P, P_P)	Taux de densification (%)
A97	97,7%Al_2O_3-2%CaO-SiO_2	FN	1700 °C, 120', –	97
A99	99,7%Al_2O_3-0,3%MgO	FN	1700 °C, 120', –	98,5
A99S2	99,7%Al_2O_3-0,3%MgO	SPS	1350 °C, 3', 150 MPa	100

Les conditions de frittage naturel des alumines A97 et A99 sont les suivantes : 1 °C/min pour la vitesse de montée en température, une température de palier de 1700 °C pendant 120 minutes et 1,5 °C/min pour la vitesse de descente (fig. 2.2).

Dans ce type de frittage, bien qu'il ne soit pas nécessaire d'appliquer une pression externe, il faut une densité en sec suffisante pour obtenir une densité proche de la densité théorique après frittage. Cette bonne densité en sec est obtenue par matriçage, c'est-à-dire par l'action d'une compression uniaxiale, ou une compression isostatique à froid.

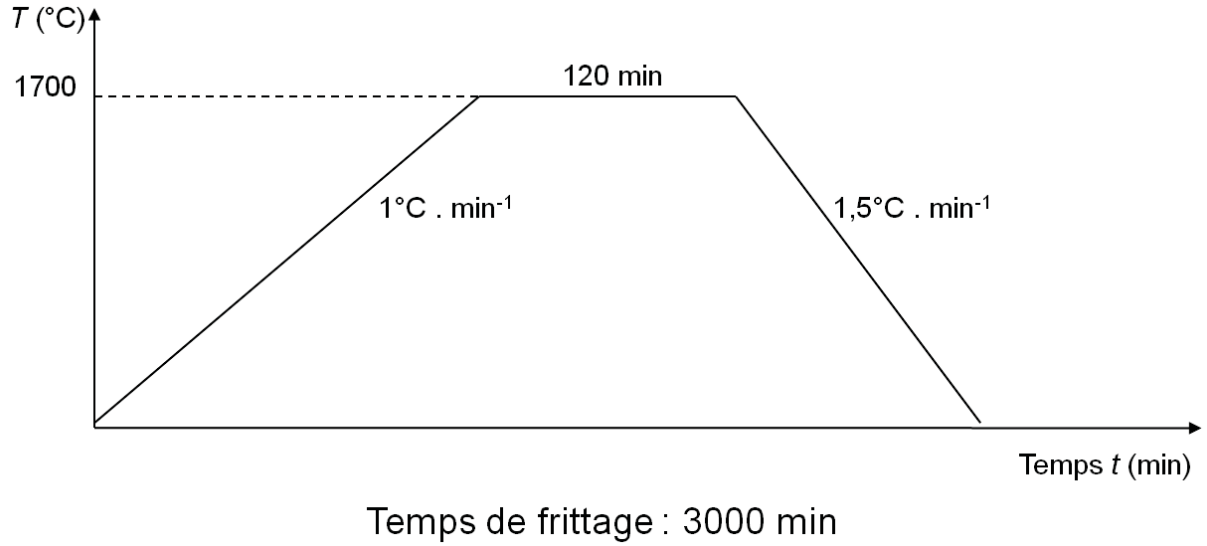


FIGURE 2.2: Cycle de frittage naturel des alumines A99 et A97 (données SCT).

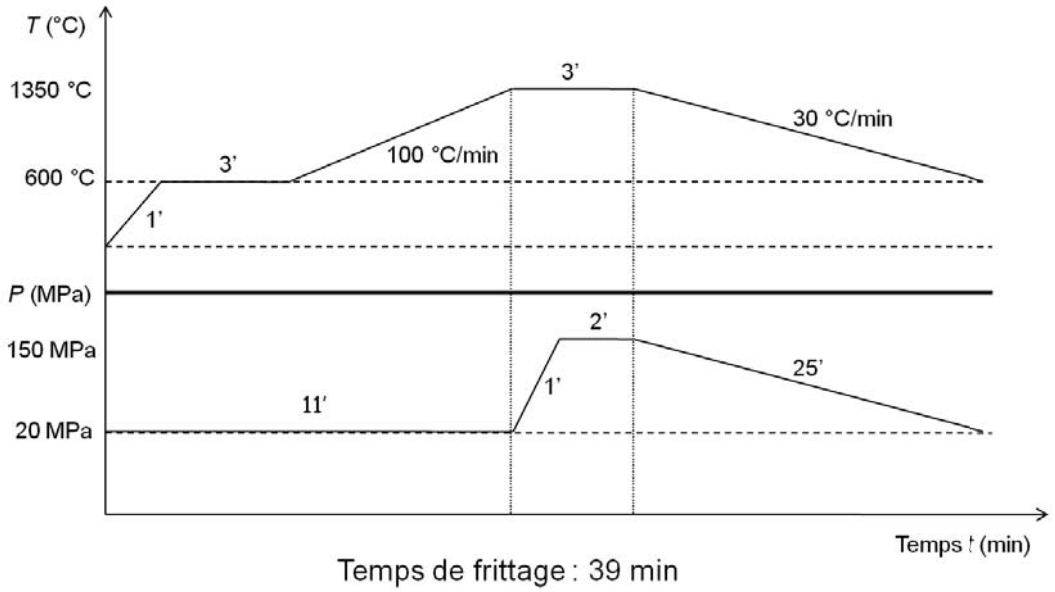


FIGURE 2.3: Cycle de frittage flash de l'alumine A99S2 (données PNF^2).

L'échantillon A99S2 est fritté à 1350 °C et 150 MPa. Ces conditions de frittage sont représentées dans la fig. 2.3. La température de palier est mesurée en surface du matériau, elle est différente de la température du coeur du matériau pendant le cycle de

frittage, car il n'y a pas suffisamment de temps pour la stabilisation de la température. Plusieurs travaux sont en cours pour modéliser ce gradient de température à l'intérieur du matériau pendant le SPS [Matsugi 04, Zavaliangos 04].

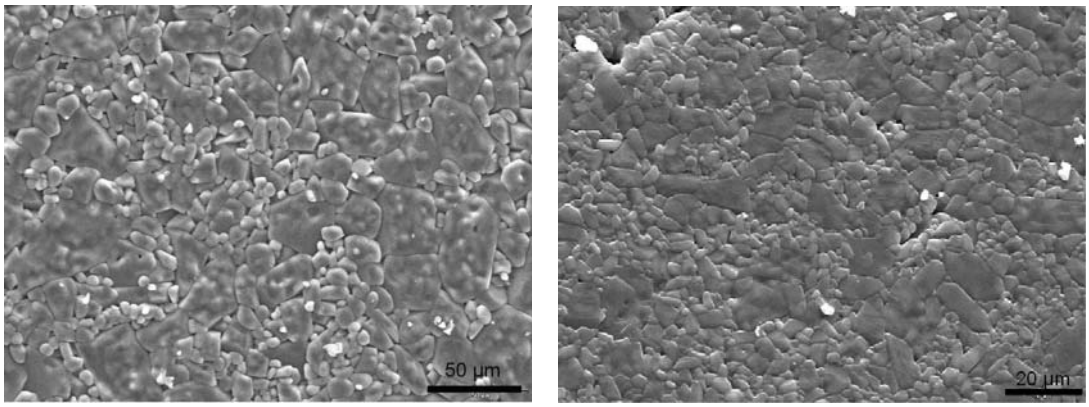
2.1.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Le procédé de frittage naturel conduit à des tailles moyennes de grain de l'ordre de 15 µm pour l'alumine A97 et de 8 µm pour l'alumine A99. La plus faible taille de grain de l'alumine A99 provient de la plus faible granulométrie des poudres de base utilisées et de l'effet de MgO utilisé pour limiter la croissance des grains au cours du frittage. La température de frittage et le temps de palier plus faible en SPS limitent la croissance des grains. Dans le cas de l'alumine A99S2, la taille de grain est de l'ordre de 2,5 µm (tableau 2.2).

TABLE 2.2: Principales caractéristiques physiques des alumines étudiées. L'alumine A99S2 présente une meilleure densification et une taille de grain plus fine (données CIRIMAT).

Code Matériau	Densité d (±0,05)	Taille de grain D (µm)
A97	3,81	15
A99	3,92	8
A99S2	3,98	2,5

La taille de grain D peut être très variable pour l'alumine A97 comprise de 5 µm à 50 µm (fig. 2.4a), pour une taille moyenne de grain de 15 µm (fig. 2.4a, b). Ceci est dû à un important grossissement des grains qui conduit ainsi une large distribution finale.

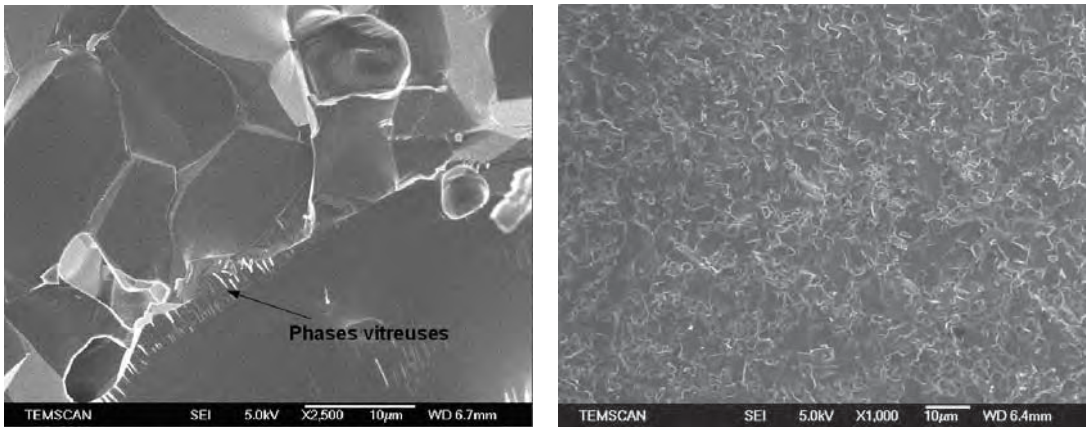


(a) (b)

FIGURE 2.4: Images MEB des surfaces non-polies (brutes de cuisson) des échantillons d'alumine (a) A97, (b) A99 après attaque chimique (SCT).

Les microstructures des alumines A99 et A99S2 présentent des distributions bimodales de la taille de grain : entre 2 et 15 µm pour l'alumine A99 (fig. 2.4b) et entre 1 et

5 µm pour l'alumine A99S2 (fig. 2.5b). Cet effet est associé à l'utilisation d'un mélange de poudres de deux tailles différentes (80% en masse de poudre de 0,4 µm et 20% en masse de poudre de 2 µm pour les alumines A99 et A99S2).



(a) (b)

FIGURE 2.5: Images MEB des surfaces de rupture (a) d'une alumine A97 montrant la présence des phases vitreuses aux joints de grain et (b) d'une alumine A99S2 (CIRIMAT).

Le faciès de rupture de l'alumine A97 présente un caractère mixte (trans et intergranulaire) où les ajouts de CaO et SiO_2 forment une phase vitreuse que l'on peut observer aux joints de grain (fig. 2.5a). La microstructure plus fine de l'alumine A99S2 densifiée par SPS apporte un mode de rupture mixte et en majorité intergranulaire (fig. 2.5b).

2.1.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Des essais de flexion trois-points ont été réalisés sur des éprouvettes de 1,8 mm×1,8 mm×30 mm (entaillées ou non) pour déterminer respectivement la ténacité K_{Ic} (rayon d'entaille = 0,1 mm, méthode Single Edge Notched Beam) et la résistance à la rupture σ_f. Ces essais ont été pratiqués au CIRIMAT.

Les essais de microdureté Vickers HV et les mesures de modules élastiques E ont été accomplis au LGP. Les essais de microdureté ont été réalisés sur différentes zones de la surface des alumines en appliquant une masse marquée de 1 kg. Les mesures de module d'Young E ont été faites par voie ultrasonore. Cette méthode non destructive consiste à mesurer la vitesse de propagation d'une onde ultrasonore dans différentes directions du matériau. Ces vitesses mesurées permettent ensuite de déterminer le module élastique du matériau. Le dispositif pour la caractérisation ultrasonore comprend un générateur de vibrations Panametric 200 MHz, un oscilloscope numérique Hewlett Packard 500 MHz ainsi que des paires de traducteurs longitudinaux et transversaux dans un intervalle de 1 à 20 MHz [Mistou 00].

L'ensemble des propriétés mécaniques des alumines est rassemblé dans le tableau 2.3.

TABLE 2.3: Propriétés mécaniques des échantillons d'alumine (σ_f et K_{IC} données CIRIMAT).

Code Matériau	Résistance à la rupture σ_f (MPa)	Ténacité K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	Microdureté Vickers HV (HV1)	Module élastique E (GPa)
A97	290 ± 10	3,9 ± 0,2	1265 ± 160	417
A99	320 ± 5	5 ± 0,1	1570 ± 70	341
A99S2	650 ± 10	5 ± 0,2	2010 ± 110	330

D'après ces mesures on peut conclure que le procédé de frittage a une incidence sur les propriétés mécaniques. Le procédé SPS permet donc d'augmenter la résistance à la rupture et la ténacité et la microdureté de l'alumine. En effet, la résistance à la rupture de l'alumine A99S2 est deux fois supérieure à celles des matériaux densifiés par frittage naturel. Ceci est lié à leur microstructure beaucoup plus fine. La ténacité de l'alumine SPS reste constante par rapport à l'alumine FN. La microdureté augmente de 30% grâce au procédé SPS.

2.1.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES

La caractérisation topographique de la surface initiale de chaque échantillon d'alumine est réalisée grâce à un profilomètre optique Veeco NT 1100 utilisant le phénomène d'interférence optique. La taille des surfaces étudiées est typiquement de 300 µm × 300 µm. Ce profilomètre permet de tracer une carte tridimensionnelle de la surface et de calculer les critères statistiques associés aux variations de hauteur. On accède ainsi à la rugosité moyenne arithmétique R_a, la rugosité moyenne géométrique R_q, et le facteur d'asymétrie R_{sk}, caractérisant la texture des surfaces.

Le facteur d'asymétrie R_{sk} permet de distinguer les trois cas topographiques décrits ci-dessous [NF4287 98] (fig. 2.6) :

— un profil "plein" où les aspérités les plus hautes sont écrêtées, se caractérise par un $R_{sk} < 0$. Ce profil est sensé bien résister à l'usure.

— un profil "normal" où le nombre de points est maximum autour de la ligne moyenne se traduit par une courbe de distribution d'amplitude suit une loi normale, d'où $R_{sk} = 0$;

— un profil "creux" où les aspérités sont isolées, est caractérisé par un $R_{sk} > 0$. Ce profil conduit habituellement à la disparition rapide des aspérités les plus hautes dès les premiers instants de frottement.

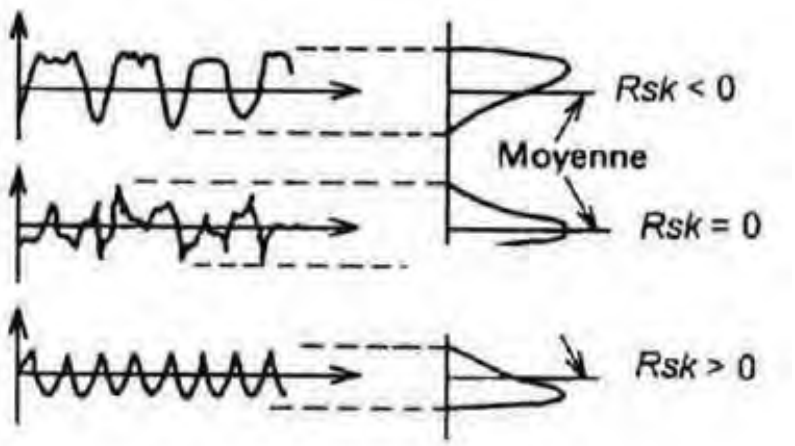


FIGURE 2.6: Significations du facteur d'asymétrie R_{sk} en terme de texture de la surface et distribution statistiques en hauteur [NF4287 98].

On distingue les échantillons utilisés en tant que disques de fretting et les échantillons mis en oeuvre en tant que frotteurs, compte tenu de la différence de forme et donc de gamme de fabrication de ces deux éléments.

a) Préparation et caractérisation topographique de la surface des disques

Les surfaces des disques A97 et A99 ont été polies avec une machine industrielle de rodage plan SpeedFam à l'aide d'une solution diamantée de 4 µm, sur le site de la Société des Céramiques Techniques (SCT).

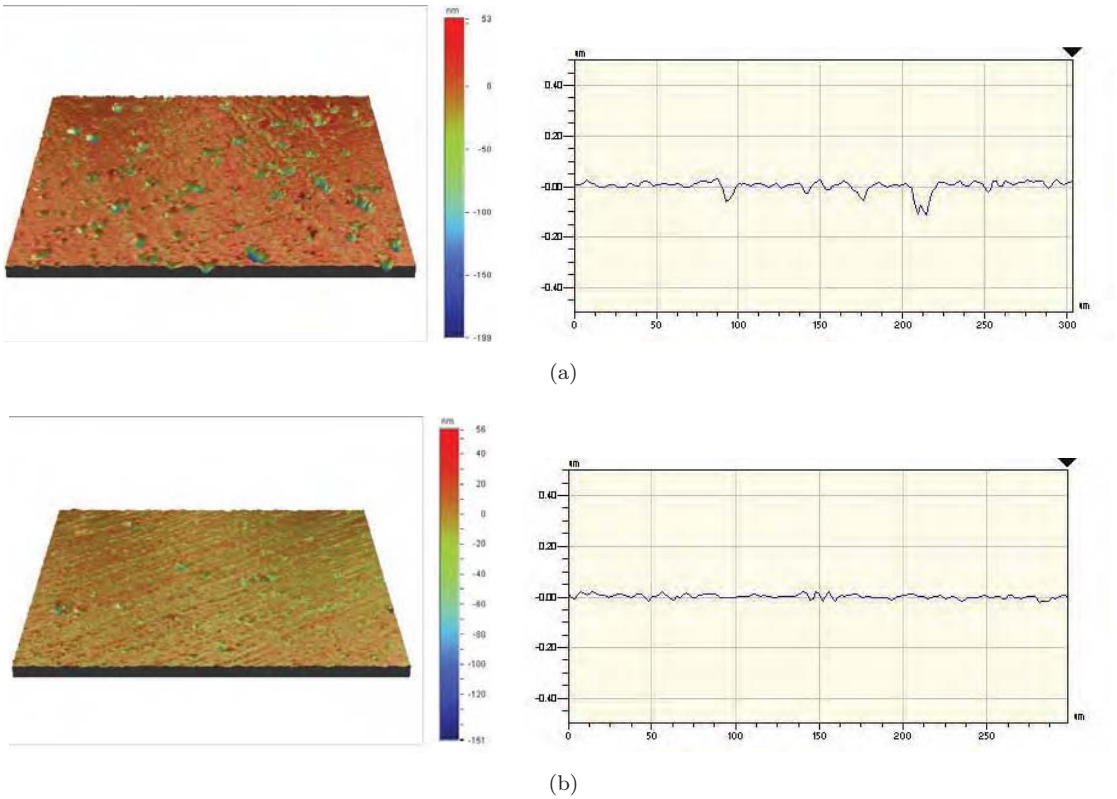
Le polissage et la finition poli-miroir des disques obtenus par SPS ont été effectués respectivement grâce à une polisseuse STRUERS TégraPol-15 et Buehler Phoenix 4000 au CIRIMAT. Les gammes de polissage et de rodage mises en oeuvre sont détaillées dans les tableaux suivants (tableau 2.4 et 2.5), du grade le plus faible au plus élevé.

TABLE 2.4: Gamme de polissage pour les disques frittés SPS (données CIRIMAT).

Gamme des disques de polissage en SiC	Temps t (min)	Force$F$ (N)	Vitesse ($\mathrm{tr \cdot min^{-1}}$)
Grade 220	0,5-2	20	200
Grade 600	1-2	10	200
Grade 1200	1-2	10	200

TABLE 2.5: Gamme de finition poli-miroir pour les disques frittés SPS (données CIRIMAT).

Taille moyenne des particules de diamant en solution (µm)	Temps t (min)	Force F (N)	Vitesse ($\mathrm{tr \cdot min^{-1}}$)
9	8	25	150
3	8	25	150
1	3	25	150



(a)

(b)

FIGURE 2.7: Topographies en 3D et 2D de surface des disques d'alumine (a) A97, (b) A99 par profilomètrie optique (300 µm × 300 µm). On constate plus d'irrégularités sur la surface de l'alumine A97 par rapport à A99.

L'alumine A97 présente quelques sillons d'une largeur de 10 à 20 µm (fig. 2.7a). Ces creux peuvent avoir une profondeur jusqu'à 0,2 µm. Cela peut être liée à la phase vitreuse se situant aux joints de grain et facilitant les arrachements des grains pendant le polissage. Les rugosités R_a et R_q de A97 sont respectivement 0,015 µm et 0,031 µm (tableau 2.6). Le facteur d'asymétrie R_{sk} de -1,2 indique que la surface comporte plus de creux que de pics. Mais ce phénomène n'est pas valable pour toute la surface d'où un écart-type sur la valeur moyenne de R_{sk} égale à 4,4.

TABLE 2.6: Caractéristiques topographiques des échantillons d'alumine.

Code Matériau	Rugosité R_a (µm)	Rugosité R_q (µm)	Facteur d'asymétrie R_{sk}
A97	0,015 ± 0,005	0,031 ± 0,013	-1,2 ± 4,4
A99	0,012 ± 0,004	0,017 ± 0,005	0,2 ± 3,1
A99S2	0,025 ± 0,002	0,042 ± 0,007	-3,7 ± 1,0

Dans le cas de l'alumine A99, les observations topographiques montrent une surface moins rugueuse (fig. 2.7b). Les valeurs de rugosité moyenne sont R_a = 0,012 µm et R_q = 0,017 µm (tableau 2.6). La valeur moyenne du facteur R_{sk} est égale 0,2, ce qui montre la présence sensiblement majoritaire des pics. L'écart-type de 3,1 sur la valeur

moyenne du R_{sk} montre que les pics ne sont pas toujours prédominants sur toute la surface du disque.

L'alumine A99S2 frittée par SPS a une surface légèrement plus rugueuse par rapport aux alumines frittées naturelles. Les valeurs de rugosité R_a et R_q sont respectivement 0,025 µm et 0,042 µm. Les valeurs négatives de R_{sk} montrent la prédominance des cavités en surface.

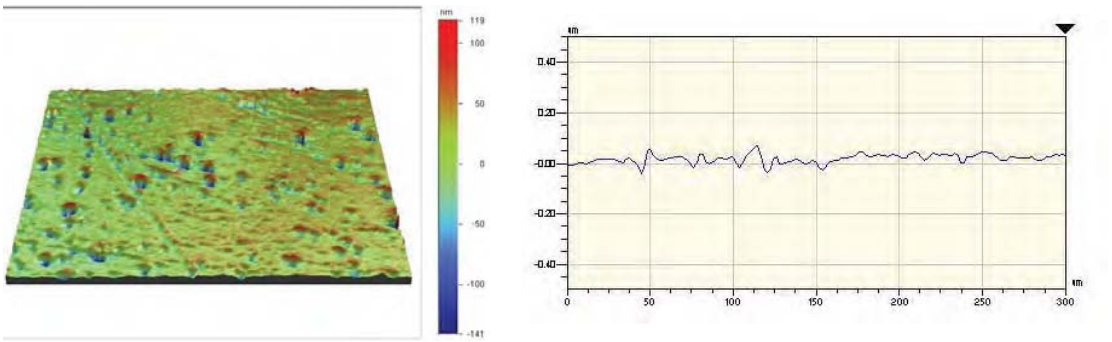


FIGURE 2.8: Topographies en 3D et 2D de surface du disque d'alumine A99S2 par profilomètrie optique (300 µm × 300 µm).

b) Préparation et caractérisation topographique de la surface des frotteurs

Les frotteurs ont été polis par une technique spécifiquement adaptée à leur géométrie hémisphérique. Cette procédure de polissage consiste à utiliser une pièce en bois usinée comme contre-face et une solution diluante contenante des particules de diamant préparée à partir de pâtes diamantées. Plusieurs granulométries de pâte diamantée sont utilisées afin d'obtenir plusieurs solutions de polissage (tableau 2.7). Le frotteur a été fixé au mandrin d'une perceuse à colonne, et la contre-face en bois couvert de la pâte a été mise en contact avec celui-ci. La gamme des solutions diamantées utilisées pour le polissage des frotteurs est présentée dans le tableau suivant (tableau 2.7).

TABLE 2.7: Granulométrie des pâtes diamantées, durée et vitesse employées pour le polissage des frotteurs A99.

Granulométrie (µm)	Temps t (min)	Vitesse ($\mathrm{tr \cdot min^{-1}}$)
15	10	350
6	10	350
3	10	350
1	5	350

La rugosité moyenne arithmétique R_a des frotteurs est de l'ordre de 0,02±0,01 µm, la rugosité moyenne géométrique R_q vaut 0,05±0,04 µm. L'existence de cavités et de stries très superficielles explique les valeurs négatives de R_{sk} de l'ordre de -2,4 (tableau 2.8).

Ces défauts surfaciques sont visibles sur les topographies 3D et les profils 2D des surfaces des frotteurs (fig. 2.9).

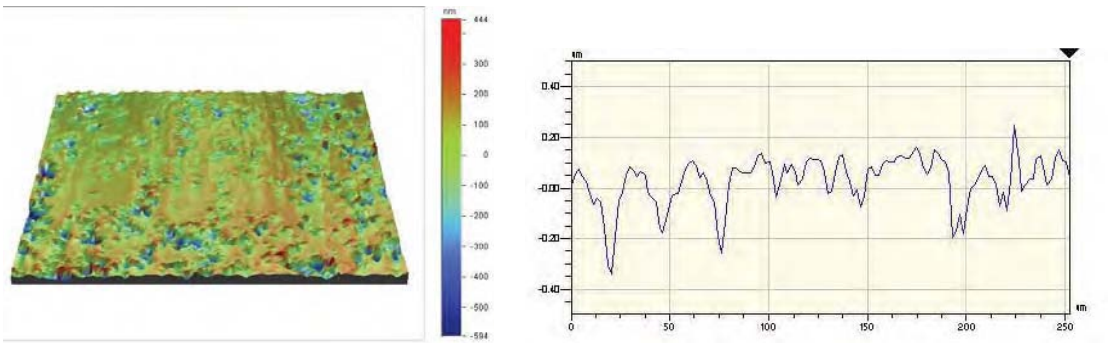


FIGURE 2.9: Topographie de surface des frotteurs d'alumine A99 après correction de la géométrie sphérique.

TABLE 2.8: Caractéristiques topographiques des frotteurs d'alumine.

Code Matériau	Rugosité R_a (µm)	Rugosité R_q (µm)	Facteur d'asymétrie R_{sk}
A99	0,097 ± 0,035	0,146 ± 0,059	-2,4 ± 0,5

2.1.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES

Une caractérisation par microscopie à force atomique a également été menée sur les échantillons d'alumine. Les images obtenues ont été réalisées en mode résonnant (contraste de phase) et en mode contact (force latérale) sur des surfaces de 30 µm × 30 µm. Ces deux modes ont servi à effectuer des enregistrements couples de relevés topographiques et d'images en contraste de phase.

En corrélant ces deux modes d'acquisition (résonnant et contact), des changements de réponse du microlevier sont mis en évidence indépendamment de la topographie. Ces changements sont révélateurs de changements locaux de propriétés physico-chimiques (voir annexe A).

a) Mode résonnant

Les observations topographiques des surfaces polies ont mis en évidence deux catégories d'irrégularités (fig. 2.10a, 2.11a) :

— des irrégularités liées à la structure même des céramiques comme des joints triples de grains, ou des porosités ;

— des artefacts de polissage comme des rayures, ou des décohésions intergranulaires.

Les mesures topographiques sur plusieurs zones des alumines étudiées montrent des valeurs de R_a assez semblables à celles obtenues en profilométrie optique avec une rugosité plus importante de l'alumine A99S2 (tableau 2.9).

TABLE 2.9: Valeurs obtenues sur des surfaces alumines (balayage sur 30 µm × 30 µm).

Échantillons	R_a (nm)	R_q (nm)
A97S	28 ± 3	46 ± 6
A99S2	47 ± 35	81 ± 52

Les images en contraste de phase ont été réalisées avec un coefficient R_{sp} = 0,24, correspondant à un tapping dur, pour jouer sur les différences de propriétés mécaniques et distinguer plus facilement les zones de dureté différente sur la surface [Wang 03]. Ainsi, les hétérogénéités mécaniques des surfaces semblent corrélés aux irrégularités de surface (fig. 2.10a, b et 2.11a, b) : une augmentation de rugosité se traduit par une augmentation de déphasage.

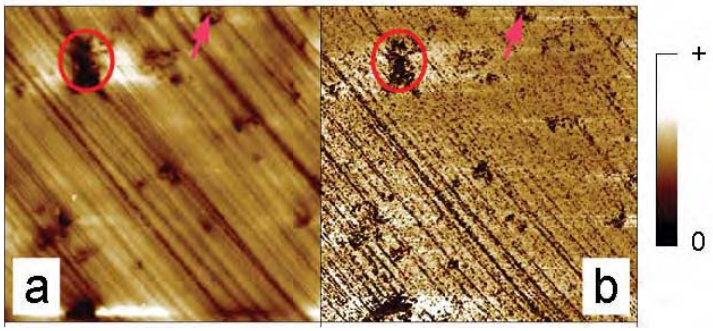


FIGURE 2.10: (a) Morphologie et (b) réponse en contraste de phase de la surface de l'alumine A97. Zone balayée 30 µm × 30 µm, R_{sp} = 0,24.

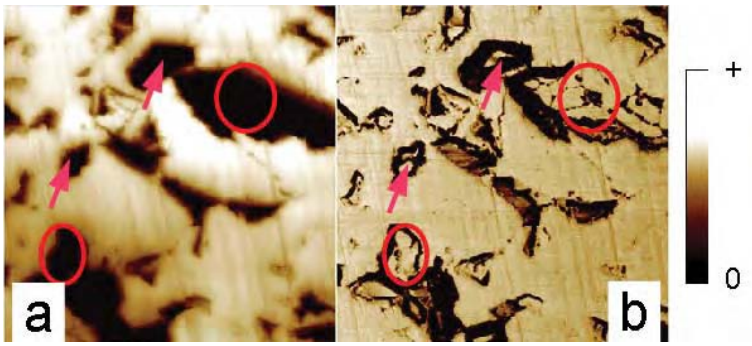


FIGURE 2.11: (a) Morphologie et (b) réponse en contraste de phase de la surface de l'alumine A99S2. Zone balayée 30 µm×30 µm, R_{sp} = 0,24.

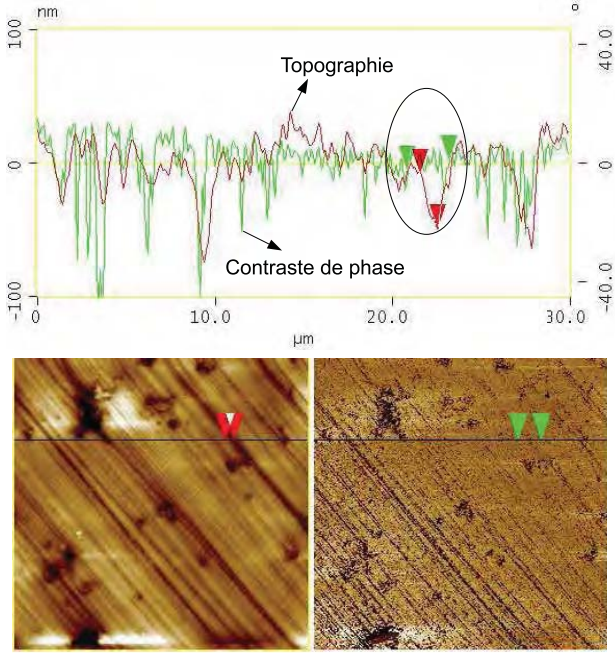


FIGURE 2.12: Comparaison des réponses en topographie et en contraste de phase localisée sur une rayure en surface de l'alumine A97. Zone balayée 30 µm×30 µm. Zone encerclé : variation topographique forte mais faible déphasage .

Cependant, l'analyse des profils de hauteur et de contraste de phase sur certaines zones comme des variations de relief, stries ou cratères, n'entraîne pas forcément de variations du déphasage (fig. 2.12 et 2.13). On peut donc penser que la topographie n'est pas l'unique contribution dans le signal de phase, et qu'il y a certainement une contribution physico-chimique.

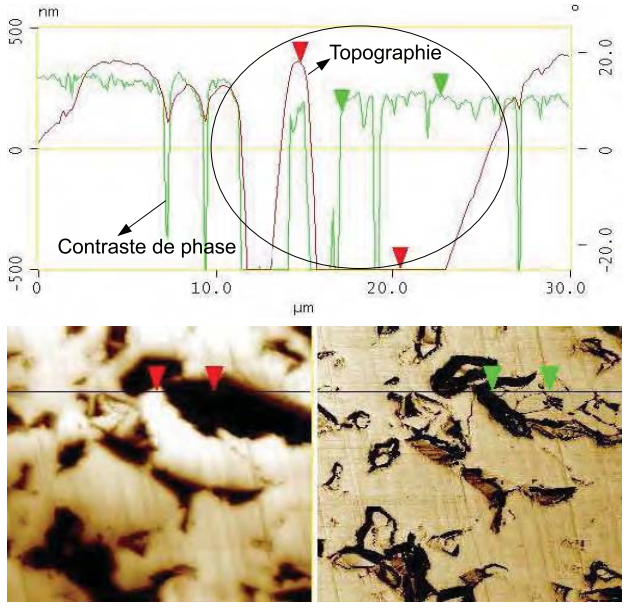


FIGURE 2.13: Comparaison des réponses en topographie et en contraste de phase localisée sur une rayure en surface de l'alumine A99S2. Zone balayée 30 µm × 30 µm. Zone encerclé : variation topographique forte mais faible déphasage .

b) Mode Contact

Les images en force latérale (ou en friction) sur ces mêmes échantillons (fig. 2.14b et 2.15b), semblent assez bien se corréler aux images en contraste de phase. Les stries présentes sur les images topographiques (fig. 2.14a et 2.15a) donnent un fort contraste en force latérale.

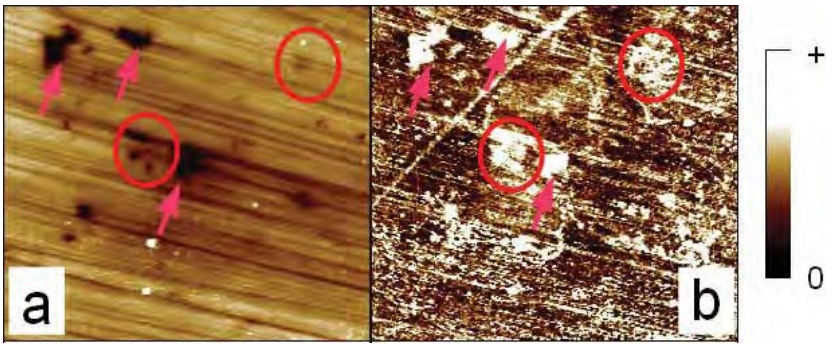


FIGURE 2.14: (a) Morphologie et (b) réponse en force latérale de la matrice alumine pure A97. Zone balayée 30 µm × 30 µm.

La contribution topographique étant minimisée lors de la reconstruction d'image en force latérale, l'existence de ce contraste serait plutôt liée à une variation locale de propriétés physico-chimiques. Ce mode d'acquisition apporte donc une information qualitative complémentaire, puisqu'il révèle des zones contrastées, qui ne sont pas ou peu visibles sur les images topographiques.

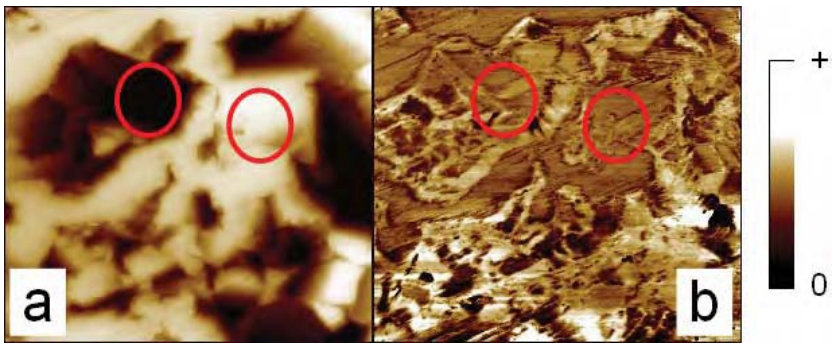


FIGURE 2.15: (a) Morphologie et (b) réponse en force latérale de la matrice alumine A99S2. Zone balayée 30 µm × 30 µm. Fortes variations topographiques mais faible déphasage sur l'image en force latérale.

2.2. NANOCOMPOSITES FeCr-Al_2O_3

Nous allons maintenant nous intéresser aux alumines nanocomposites contenant des nanoparticules métalliques de fer-chrome. D'abord, nous allons décrire le protocole d'élaboration utilisé par le CIRIMAT. Par la suite, les microstructures des matériaux nanocomposites sont présentées. Enfin, les caractéristiques mécaniques et leurs caractéristiques topographiques sont évoquées pour ces nanocomposites.

2.2.1. MODE D'ÉLABORATION

Les nanocomposites FeCr-Al_2O_3 sont élaborés à partir de poudres nanocomposites alumines contenant des nanoparticules de FeCr en surface comme en volume selon la méthode mise au point par le CIRIMAT [Laurent 95]. Ces poudres sont obtenues par voie chimique puis par réduction sélective des poudres de solutions solides d'oxyde $Al_{2-2x}(Fe_{0,8}Cr_{0,2})_{2x}O_3$ contenant l'oxyde de chrome et l'hématite Fe_2O_3 dans la matrice alumine. Ces phases d'oxyde sont réduites en phase métallique d'alliage de fer-chrome sous une atmosphère de dihydrogène H_2 (fig. 2.16).

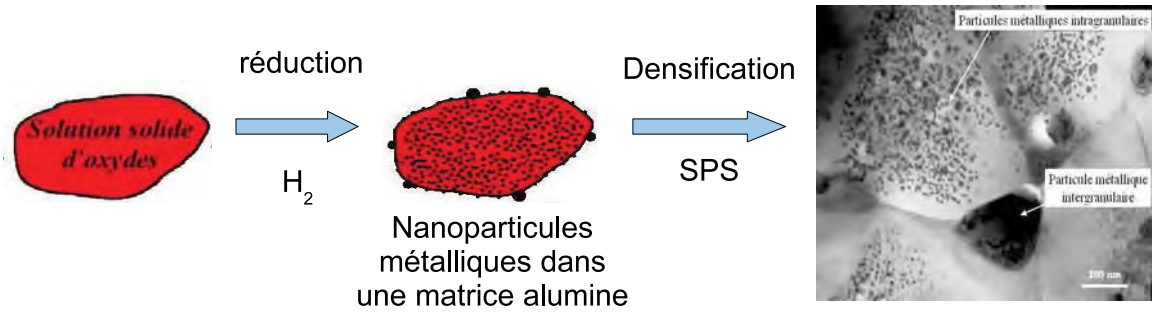


FIGURE 2.16: Élaboration des nanocomposites FeCr-Al_2O_3 (CIRIMAT).

Le protocole opératoire complet comporte quatre étapes pour la préparation de la poudre et une dernière étape pour sa densification par frittage flash :

Première étape : préparation du précurseur

— Dissolution des nitrates d'aluminium, de fer et de chrome en proportions requises dans une solution aqueuse chaude d'oxalate d'ammonium et formation des ions oxalates simples correspondants : (1-x) $[Al(C_2O_4)_3]^{3-}$+ x $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ + y $[Cr(C_2O_4)_3]^{3-}$

— Refroidissement de la solution au bain-marie ;

— Coprécipitation de l'oxalate mixte $(NH_4)_3[Al_{1-x-y}Fe_xCr_y(C_2O_4)_3]$ dans un mélange équivolumique éthanol-éthylèneglycol. L'agitation est maintenue à température ambiante pendant une heure ;

— Filtration sous vide, lavage à l'éthanol et séchage à l'étuve (80 °C) pendant 48 heures puis broyage manuel de la poudre dans un mortier en porcelaine et tamisage à 250 mesh.

Deuxième étape : décomposition par chauffage sous air du précurseur

— Montée jusqu'à 400 °C, palier de 2 h, descente à la température ambiante : obtention d'une solution solide amorphe de $Al_{2-2x-2y}Fe_{2x}Cr_{2y}O_3$.

— Broyage à sec de la poudre, pendant 10 min, dans un broyeur centrifuge muni d'un mortier et de billes en zircone.

Troisième étape : calcination sous air du résidu de décomposition

Le résidu de décomposition est chauffé à différentes températures pendant des durées variables, dans un four tubulaire équipé d'un programmateur-régulateur multirampe. Ce traitement permet d'obtenir la cristallisation en phase corindon (α). Une démixtion en une phase riche en aluminium (α_1) et une phase riche en fer et chrome (α_2) a lieu lors de la cristallisation.

Quatrième étape : réduction sélective sous hydrogène

La réduction sélective du produit calciné a été effectuée sous hydrogène pur, desséché sur de l'anhydride phosphorique (P_2O_5), à une température supérieure à 1000 °C (montée en température et refroidissement à 5 K/min).

Cinquième étape : densification par frittage flash

Une première série d'échantillons nanocomposites a été densifiée par frittage flash à 1375 °C avec une pression uniaxiale de 100 MPa pendant 3 minutes. Les teneurs en phase métallique dans la matrice alumine sont de 7% et 10% en poids. La proportion de Fe/Cr est de 4 soit $Fe_{0,8}Cr_{0,2}$.

Pour la deuxième série d'échantillons FeCr-Al_2O_3, la température du palier de frittage a été plus basse (1350 °C) mais la pression du palier plus élevée (150 MPa) avec toujours le même temps de palier de 3 minutes. Les teneurs en phase métallique sont alors de 7%, 10% et 20% toujours dans la proportion Fe/Cr = 4.

Les conditions de frittage des nanocomposites alumines avec des nanoparticules métalliques sont regroupées ci-dessous dans le tableau 2.10.

TABLE 2.10: Conditions d'élaboration des échantillons nanocomposites FeCr-alumine (données CIRIMAT).

Code Matériau	Composition	Type de frittage	Cycle de frittage (T_P, t_P, P_P)	Taux de densification (%)
7FC1	7%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	SPS	1375 °C, 3', 100 MPa	97,4
10FC1	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	SPS	1375 °C, 3', 100 MPa	98,6
7FC2	7%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	SPS	1350 °C, 3', 150 MPa	96,8
10FC2	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	SPS	1350 °C, 3', 150 MPa	97
20FC2	20%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	SPS	1350 °C, 3', 150 MPa	96,8

L'introduction des nanoparticules métalliques a réduit les taux de densification des alumines de 100% à 96,8-98,6%. La meilleure densification est obtenue pour le nanocomposite 10FC1.

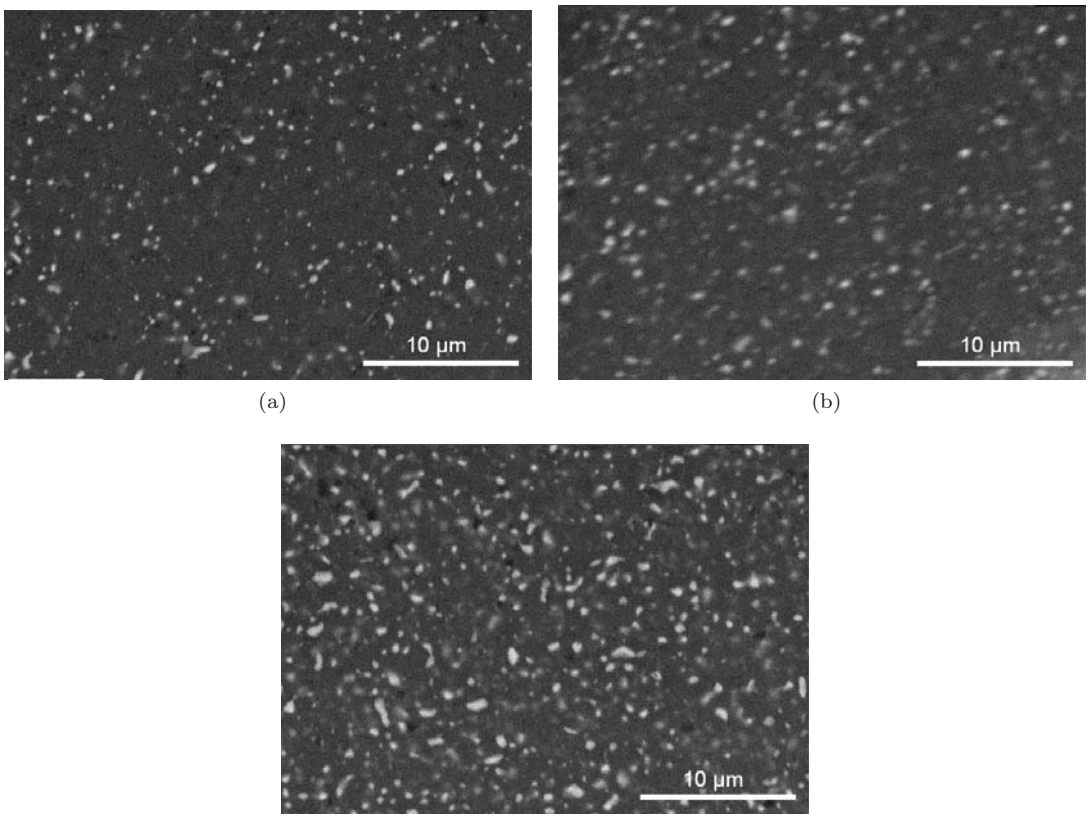
2.2.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Les modifications dans les conditions de frittage n'ont pas changé la densité des matériaux ayant la même composition. Mais la densité des nanocomposites a légèrement évolué de 4,00 à 4,29 avec l'augmentation de la teneur en FeCr (tableau 2.11).

TABLE 2.11: Principales caractéristiques physiques des échantillons nanocomposites FeCr-alumine (données CIRIMAT).

Code Matériau	Densité d ($\pm$0,05)	Taille de grain Al_2O_3 D (µm)	Taille de nanoparticules d (µm)
7FC1	4,00	2 ± 0,2	0,36 ± 0,08
10FC1	4,10	2 ± 0,2	0,47 ± 0,09
7FC2	3,99	2 ± 0,2	0,36 ± 0,08
10FC2	4,05	2 ± 0,2	0,47 ± 0,09
20FC2	4,29	2 ± 0,2	0,58 ± 0,19

La matrice alumine a une taille de grain moyenne de 2 µm quelle que soit la composition ou les conditions de frittage. Cependant, l'augmentation de la teneur en FeCr se traduit par une augmentation du nombre des particules et favorise légèrement la croissance des nanoparticules intergranulaires de 0,36 µm à 0,58 µm (tableau 2.11). Cette évolution du nombre et de la taille des particules métalliques a été observée par MEB sur les échantillons 7FC2, 10FC2 et 20FC2 (fig. 2.17a, b, c).



(a) (b)

(c)

FIGURE 2.17: Micrographies des surfaces des échantillons nanocomposites (a) 7FC2, (b) 10FC2, (c) 20FC2 (CIRIMAT).

2.2.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Les meilleures résistances à la rupture sont obtenues avec les nanocomposites 10FC1 et 10FC2 où la contrainte à la rupture σ_f atteint respectivement 666 MPa et 637 MPa (tableau 2.12). Les ténacités se situent autour de 4 MPa·m$^{1/2}$ pour tous les nanocomposites. Les microduretés les plus élevées sont obtenues avec les nanocomposites 7FC2 et 10FC2 avec respectivement 1880 et 1850 HV1. Enfin, le plus haut module élastique est atteint par le nanocomposite 10FC2 avec 245 MPa. Ainsi, le meilleur nanocomposite est le 10FC2 correspondant à des conditions de frittage à forte pression de poudres à une teneur intermédiaire de nanoparticules FeCr, même si son taux de densification n'est que de 97%.

Par rapport à l'alumine frittée SPS A99S2 (tableau 2.3), l'ajout d'éléments métalliques n'a pas permis d'augmenter la résistance à la rupture et a légèrement réduit la microdureté, la ténacité et le module élastique. Cependant les propriétés mécaniques des nanocomposites FeCr-alumine conservent des valeurs nettement supérieures aux alumines frittées naturelles A97 et A99.

TABLE 2.12: Propriétés mécaniques des échantillons nanocomposites FeCr-alumine (σ_f et K_{IC} données CIRIMAT).

Code Matériau	Résistance à la rupture σ_f (MPa)	Ténacité K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	Microdureté Vickers HV (HV1)	Module élastique E (GPa)
7FC1	538± 10	4,4 ± 0,3	1710 ± 35	—
10FC1	666± 10	—	1760 ± 51	—
7FC2	524± 10	3,8 ± 0,3	1880 ± 53	204
10FC2	637± 10	4 ± 0,3	1850 ± 48	245
20FC2	559± 10	4,4 ± 0,3	1690 ± 48	225

Cependant, par rapport à l'alumine SPS, on constate que la résistance à la rupture s'est maintenue dans les cas des nanocomposites 10FC1 te 10FC2 alors qu'elle s'est légèrement réduite dans les autres cas. La ténacité, la microdureté et le module élastique sont systématiquement inférieurs à l'alumine SPS.

2.2.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES

Les relevés topographiques des 5 nanocomposites révèlent des surfaces similaires (fig. 2.18a, b, c, d, e). Toutefois, les valeurs de la rugosité montrent que l'état de surface du nanocomposite 10FC2 semble plus perturbé que celui des autres nanocomposites (tableau 2.13). Les valeurs de R_a et R_q de la surface de 10FC2 sont respectivement de 0,07 µm et 0,09 µm alors que le reste des nanocomposites ont des rugosités R_a et R_q respectivement autour de 0,02 µm et de 0,03 µm.

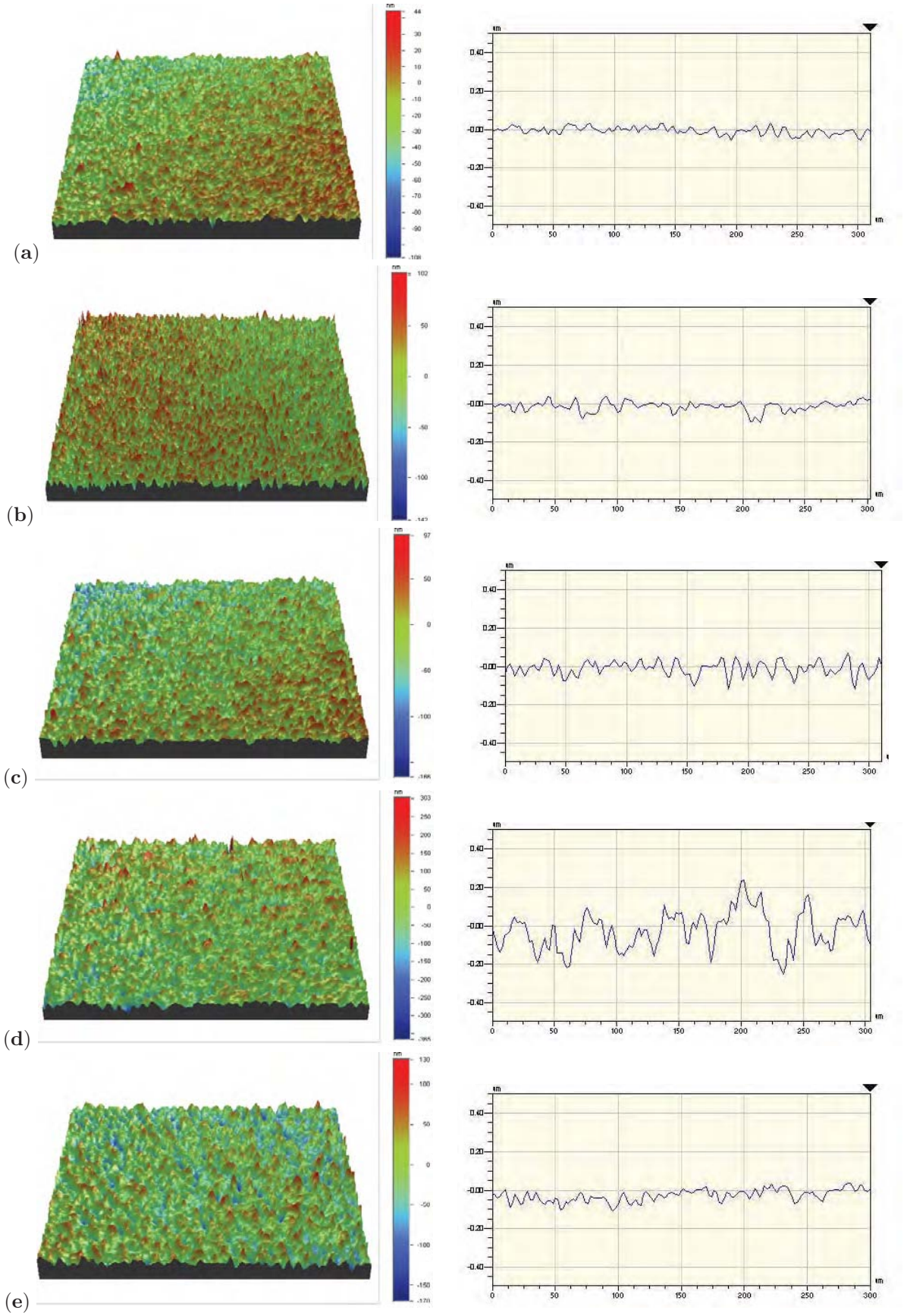


FIGURE 2.18: Topographie des surfaces des nanocomposites (a) 7FC1, (b) 7FC2, (c) 10FC1, (d) 10FC2, (e) 20FC2 obtenue par profilomètrie optique.

Les valeurs similaires des facteurs d'asymétrie R_{sk} aux environs de -0,45 mettent en évidence une population prédominante des creux par rapport aux reliefs. Les faibles écarts-types obtenus sur la majorité des valeurs topographiques soulignent l'état de surface homogène des nanocomposites.

Table 2.13: Caractéristiques topographiques des disques nanocomposites FeCr-alumine

Code Matériau	Rugosité R_a (µm)	Rugosité R_q (µm)	Facteur d'asymétrie R_{sk}
7FC1	0,019 ± 0,002	0,023 ± 0,003	-0,4 ± 0,1
10FC1	0,029 ± 0,001	0,037 ± 0,001	-0,4 ± 0,3
7FC2	0,024 ± 0,003	0,031 ± 0,004	-0,5 ± 0,2
10FC2	0,071 ± 0,018	0,092 ± 0,023	-0,6 ± 0,2
20FC2	0,029 ± 0,003	0,036 ± 0,004	-0,4 ± 0,2

2.2.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES

Deux nanocomposites ont été observés : 7FC2 constitué d'une matrice alumine pure chargée à 7% de nanoparticules métalliques et 20FC2 chargé à 20%.

Pour mettre en évidence plus facilement les nanoparticules, nous avons utilisé le mode contact en supposant que la différence de composition entre les nanoparticules et la matrice alumine entraînerait des réponses mécaniques différentes donnant lieu à des déphasages observables. Les images en contraste de phase ont été réalisées avec un coefficient $R_{sp} \approx 0{,}3$ correspondant à un tapping dur (annexe A).

Les images topographiques sur des surfaces de 20 µm × 20 µm sur les échantillons 7FC2 et 20FC2 sont similaires aux matrices alumine précédemment observées. On remarque la présence d'un léger relief marqué par quelques creux ainsi que de fines rayures de polissage (fig. 2.19a, d et 2.20a, d). Les valeurs de rugosité sont également comparables (tableau 2.14).

Table 2.14: Valeurs de rugosité obtenues en surfaces des deux nanocomposites étudiées (balayage sur 30 µm × 30 µm).

Échantillons	R_a (nm)	R_q (nm)
7FC2	23±21	31±32
20FC2	10±2	15±2

Le nombre de cratères augmente avec la teneur en nanoparticules dans l'alumine. Des micrographies au MEB réalisées à des grossissements comparables (fig. 2.19c, 2.20c) révèlent la présence de nombreuses nanoparticules de quelques centaines de nanomètres. La corrélation des images topographiques avec les images en contraste de phase ou en force latérale n'apporte pas de renseignements supplémentaires quant à la mise en évidence ou à la répartition des nanoparticules.

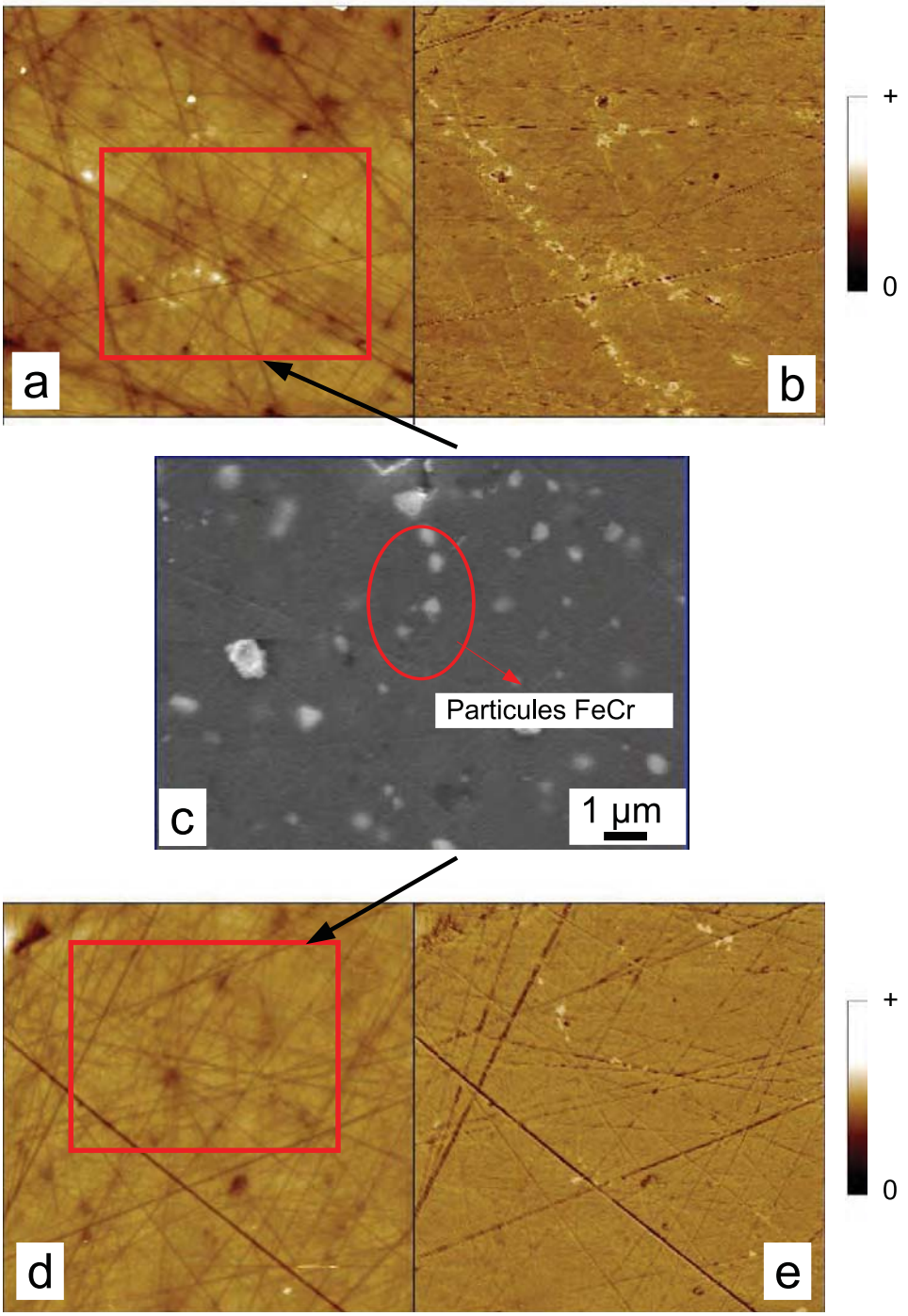


FIGURE 2.19: Observations sur le nanocomposite 7FC2, (a) et (d) morphologies par AFM avec réponse (b) en contraste de phase et (e) en force latérale et (c) micrographie MEB de la surface. Zones balayées 20 µm × 20 µm.

Les variations de signal visibles sur les images semblent plutôt liées aux variations locales de relief souvent induites par les opérations de préparation de surface. On peut cependant observer sur des images de taille réduite à 3 µm × 3 µm, des variations locales du signal correspondant à des tailles comparables à la dimension des nanoparticules métalliques (fig. 2.21). Ces zones semblent être des particules émergeant en surface

après polissage et partiellement comblées par des particules détachées de la matrice, venues s'incruster dans ces zones plus déformables.

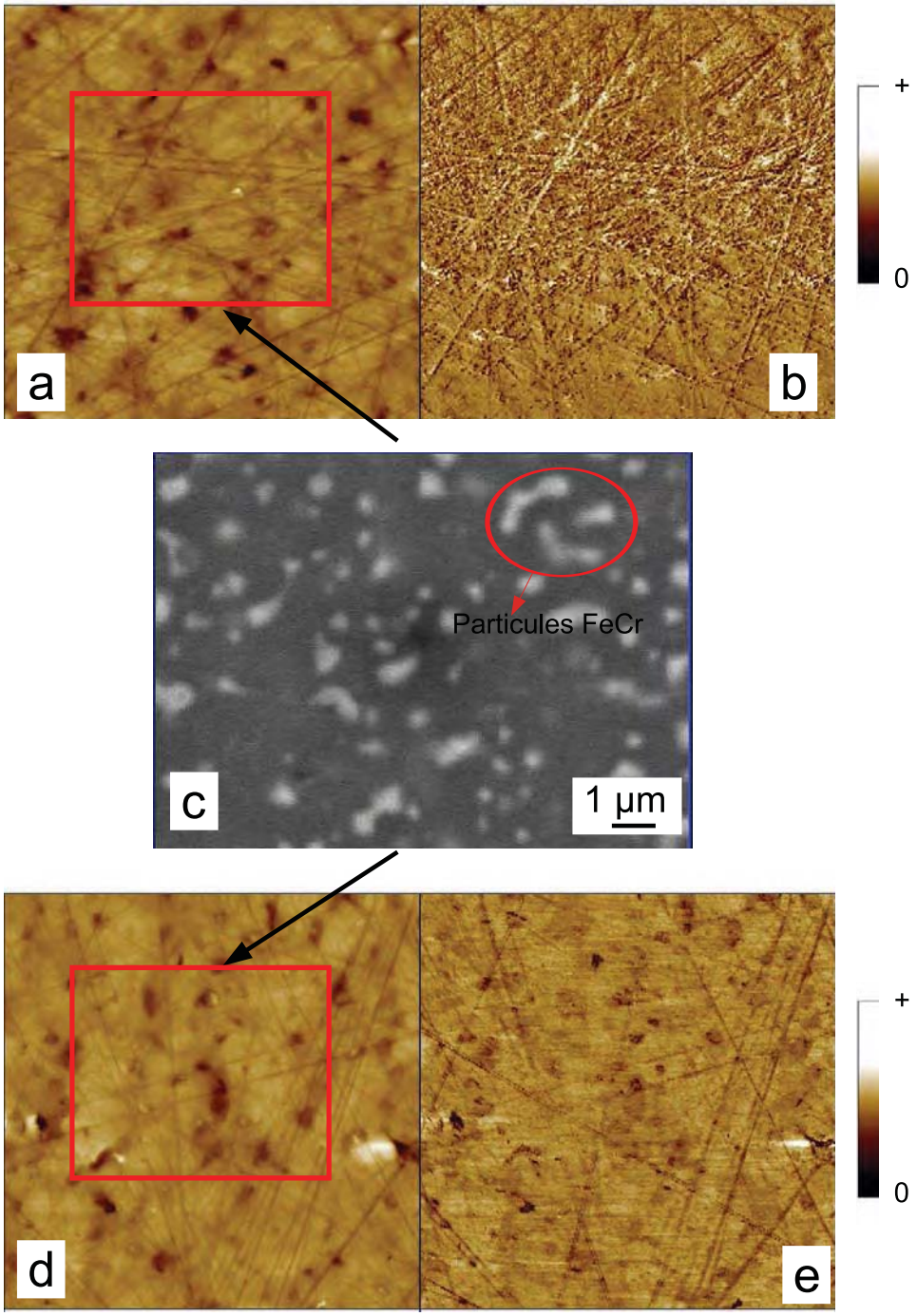


FIGURE 2.20: Observations sur le nanocomposite 20FC2, (a) et (d) morphologies par AFM avec réponse (b) en contraste de phase et (e) en force latérale et (c) micrographie MEB de la surface (CIRIMAT). Zones balayées 20 µm × 20 µm.

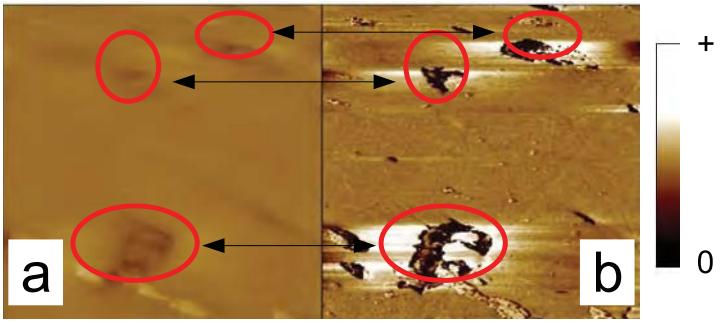


FIGURE 2.21: (a) Morphologie localisée par AFM (b) avec réponse en contraste de phase sur le nanocomposite 7FC2 dans une zone de 3 µm × 3 µm.

2.3. NANOCOMPOSITES NTC-Fe-Al_2O_3

Les matériaux présentés dans cette section sont des nanocomposites à matrice alumine contenant des particules métalliques de fer et des nanotubes de carbone NTC (fig. 2.22). Après une brève introduction sur les méthodes et les conditions d'élaboration de ces nanocomposites, on abordera les différentes caractéristiques de ces nanocomposites : leurs propriétés mécaniques ainsi que leurs particularités topographiques.

2.3.1. MODE D'ÉLABORATION

Les nanocomposites NTC-Fe-Al_2O_3 sont préparés à partir de la densification de poudres nanocomposites d'alumine. Comme pour l'élaboration des nanocomposites FeCr-Al_2O_3, le protocole opératoire complet comporte quatre étapes pour la préparation de la poudre et une dernière étape pour sa densification.

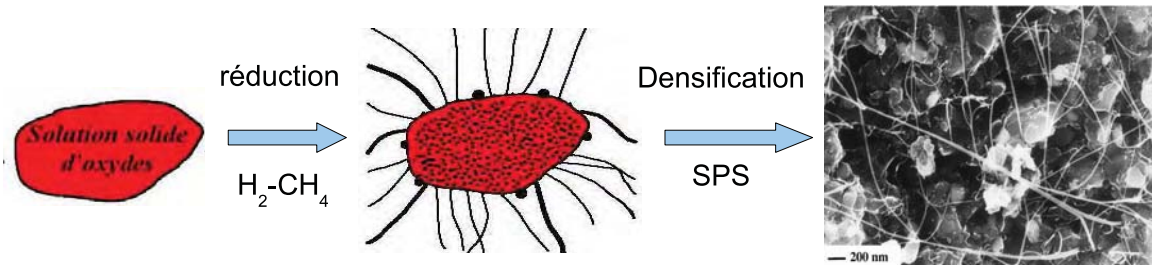


FIGURE 2.22: Élaboration des nanocomposites NTC-Fe-Al_2O_3 (CIRIMAT) [Peigney 00].

Les trois premières étapes sont équivalentes à celles décrites précédemment (mais sans présence de l'élément chrome). En revanche, la quatrième étape consiste cette fois à réduire la poudre de solution solide d'oxydes à l'aide d'un mélange gazeux hydrogène-méthane (H_2-CH_4) sursaturé en CH_4. Il y a production de nanoparticules de fer, à des températures comprises entre 800 et 1000 °C en surface des grains d'alumine. Ces nanoparticules catalysent la décomposition de CH_4, ce qui entraîne la formation

in situ des faisceaux de nanotubes de carbone autour des nanoparticules ou microparticules métalliques de Fe (fig. 2.23). Les nanoparticules en position intragranulaire demeurent inactives pour la formation des NTC.

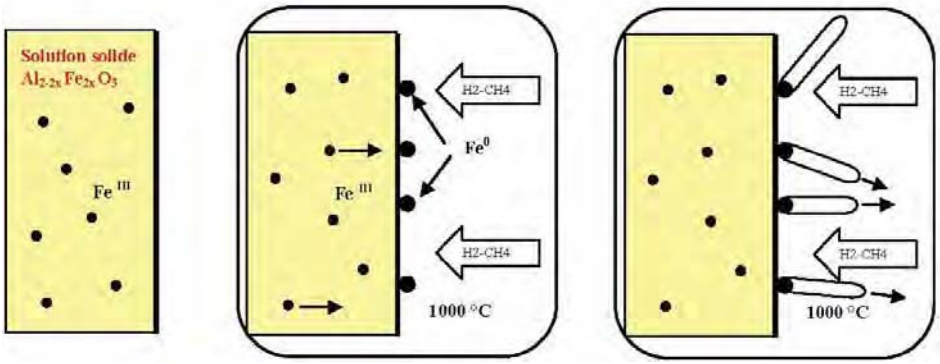


FIGURE 2.23: Méthode de synthèse CCVD des NTC (CIRIMAT) à partir d'une poudre de solution solide $Al_{2-2x}Fe_{2x}O_3$ (à gauche), par réduction sélective permettant la formation de nanoparticules de fer (au milieu) puis, immédiatement, la formation des NTC (à droite).

Les nanocomposites ont été densifiés par frittage flash à 1350 °C avec une pression uniaxiale de 150 MPa pendant 3 minutes. Dans le cas du nanocomposite 3N5F de composition 3% NTC-5% Fe-Al_2O_3 un temps de palier de 20 minutes a été effectué. Les conditions de frittage des nanocomposites alumines avec des particules métalliques et des nanotubes de carbone sont rassemblées ci-dessous (tableau 2.15).

TABLE 2.15: Conditions d'élaboration des échantillons nanocomposites NTC-Fe-alumine (données CIRIMAT).

Code Matériau	Composition	Type de frittage	Cycle de frittage (T_P, t_P, P_P)	Taux de densification (%)
3N5F	3%NTC-5%Fe-Al_2O_3	SPS	1350 °C, 20', 100 MPa	97
4N7F	4%NTC-7%Fe-Al_2O_3	SPS	1350 °C, 3', 150 MPa	—

L'alumine à 3% de NTC a donné un taux de densification de 97%, proche de celui des nanocomposites à particules métalliques .

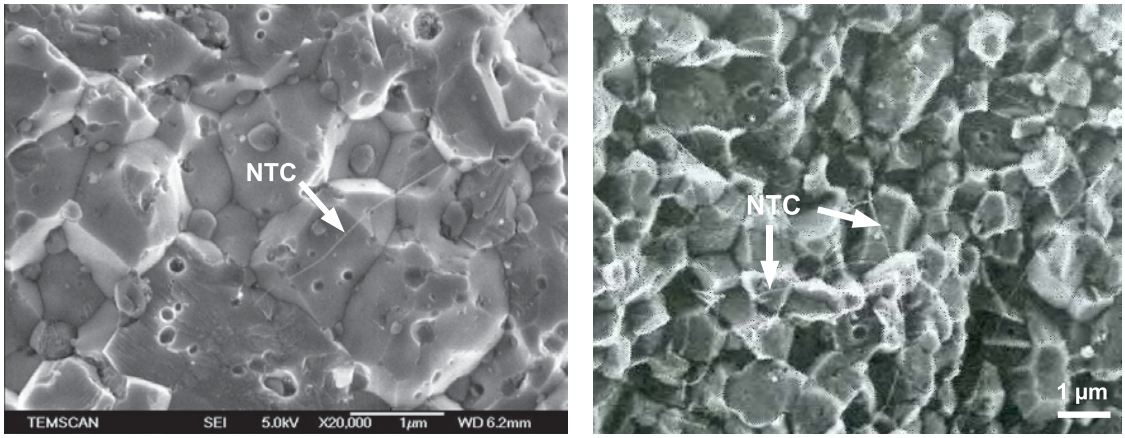
2.3.2. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

La densité des nanocomposites a faiblement augmenté passant de 3,84 à 3,88 en raison de l'augmentation de la teneur en fer de 5% à 7%. La taille des grains décroît de 1,43 µm pour 3N5F à 1,25 µm pour 4N7F. Ceci est lié à la synthèse *in situ* d'une quantité plus importante de NTC et de fer (tableau 2.16). Ainsi, on note que les nanocomposites contenant des NTC ont des tailles de grain inférieures à celles des nanocomposites contenant des particules de FeCr.

TABLE 2.16: Principales caractéristiques physiques des échantillons nanocomposites NTC-Fe-alumine (données CIRIMAT).

Code Matériau	Densité d (±0,05)	Taille de grain D (µm)
3N5F	3,84	1,43 ± 0,23
4N7F	3,88	1,25 ± 0,25

Les faciès de rupture des nanocomposites montrent une porosité localisée sur les grains (fig. 2.24a et b). On remarque une faible augmentation en quantité des nanotubes sur la fractographie du disque 4N7F par rapport sur celle du disque 3N5F.



(a) (b)

FIGURE 2.24: Images MEB des faciès de rupture des échantillons nanocomposites (a) 3N5F et (b) 4N7F. Plus de nanotubes sont présents dans la microstructure avec l'augmentation de la teneur en fer (CIRIMAT).

L'observation de plus de NTC dans la microstructure est essentiellement dû au lavage des poudres nanocomposites dans une solution d'acide chlorhydrique HCl réalisé par le laboratoire CIRIMAT avant la densification de 4N7F. Cette opération chimique a deux buts essentiels : augmenter la cohésion des NTC sur les poudres avant la densification et empêcher la détérioration des nanotubes pendant le frittage [Gurt-Santanach 09].

Les nanoparticules de fer sont réparties de manière homogène dans la microstructure composite de 4N7F (fig. 2.25).

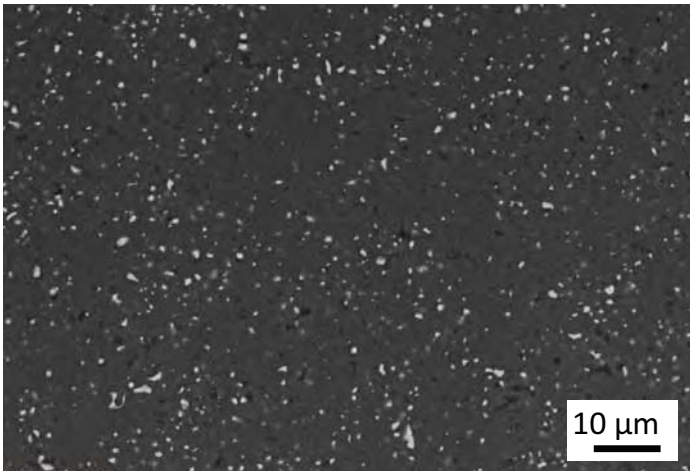


FIGURE 2.25: Micrographie de la surface du 4N7F (CIRIMAT). Les nanoparticules de fer sont répartis de manière homogène dans le composite.

2.3.3. PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Les mesures de contrainte à la rupture σ_f montrent que les composites obtenus par SPS présentent de meilleures performances par rapport aux matériaux de référence A97 et A99 obtenus par frittage naturel. La ténacité est égale à 3,2 MPa·m$^{1/2}$ pour 3N5F et 3,7 MPa·m$^{1/2}$ pour 4N7F (tableau 2.17). Ces valeurs sont inférieures à celles enregistrées dans le cas des alumines qui présente des valeurs comprises entre 3,9 et 5 MPa·m$^{1/2}$ et celles des nanocomposites avec du FeCr qui sont compris entre 3,2 et 4,4 MPa·m$^{1/2}$.

TABLE 2.17: Propriétés mécaniques des échantillons nanocomposites NTC-Fe-alumine (σ_f et K_{IC} données CIRIMAT).

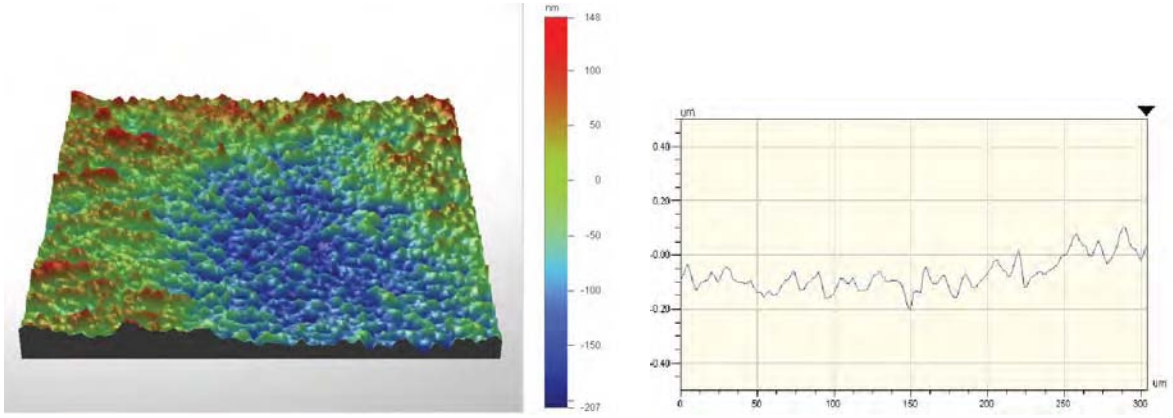
Code Matériau	Résistance à la rupture σ_f (MPa)	Ténacité K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	Microdureté Vickers HV (HV1)	Module élastique E (GPa)
3N5F	406± 10	3,2± 0,3	1650 ± 185	—
4N7F	480± 10	3,7± 0,3	1440 ± 75	224

Le composite 3N5F est plus dur que le nanocomposite 4N7F. Leurs duretés sont également supérieures à celles obtenues pour les alumines A97 et A99 mais toutefois inférieures à celles obtenues avec A99S2 et les nanocomposites avec FeCr.

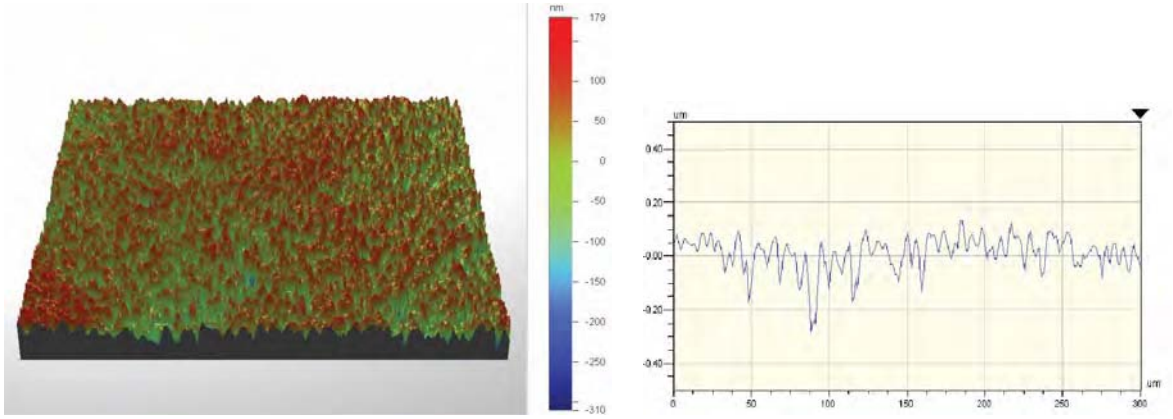
2.3.4. ÉTAT TOPOGRAPHIQUE DES SURFACES

Les topographies du 3N5F présentent des cratères de plus de 300 µm de largeur qui ne sont pas distribués de façon homogène en surface (fig. 2.26a). Les surfaces des deux nanocomposites montrent des rugosités du même ordre de grandeur ; 0,05 µm $< R_a <$ 0,07 µm

et 0,06 µm < R_q < 0,08 µm. Les facteurs d'asymétrie R_{sk} négatifs de -0,1 à -1. Ces valeurs indiquent que les surfaces ont des profils légèrement plus riches en creux. Un écart-type relativement important obtenu aux environs de ± 0,4 sur la valeur R_{sk} = -0,33 est dû à de légères dépressions observées sur certaines zones de la surface du nanocomposite 3N5F (tableau 2.18).



(a)



(b)

FIGURE 2.26: Topographie des surfaces (a) 3N5F, (b) 4N7F par profilomètrie optique (300 µm x 300 µm). Une partie d'une dépression de 300 µm est visible sur le relevé topographique de la surface de 3N5F.

Les faibles écarts-types obtenus sur la majorité des relevés topographiques réalisés sur les nanocomposites soulignent un état de surface homogène (tableau 2.18).

TABLE 2.18: Caractéristiques topographiques des nanocomposites NTC-Fe-alumine.

Code Matériau	Rugosité R_a (µm)	Rugosité R_q (µm)	Facteur d'asymétrie R_{sk}
3N5F	0,067 ± 0,025	0,084 ± 0,030	-0,3 ± 0,4
4N7F	0,047 ± 0,004	0,061 ± 0,005	-1,0 ± 0,1

2.3.5. CARACTÉRISATION AFM DES SURFACES

L'observation des échantillons a été rendue difficile par une rugosité importante induite par les décohésions intergranulaires après l'opération du polissage mécanique. Ceci est expliqué par une concentration importante de NTC aux joints de grains. L'image réalisée sur une zone de 20 µm × 20 µm (fig. 2.27a) met en évidence des déchaussements de grains, ainsi que de nombreuses particules dont la réponse en contraste de phase est similaire à la matrice (fig. 2.27b). On peut donc penser que ces particules sont des débris d'alumine.

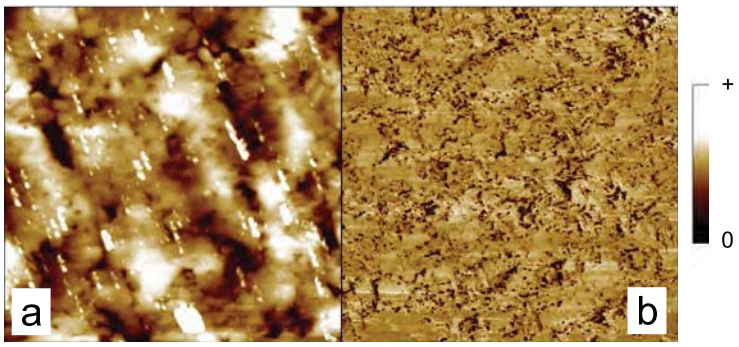


FIGURE 2.27: Morphologie du nanocomposite 4N7F par AFM (a) zone 20 µm × 20 µm, (b) avec réponse en contraste de phase.

Pour minimiser les effets de rugosité, et pour mieux révéler la microstructure, notamment les nanoparticules, les grains et les joints de grains, des balayages localisés ont été réalisés sur de petites zones de taille 3 µm × 3 µm et 2 µm × 2 µm (fig. 2.28a et 2.29a). Aucune nanoparticule n'a pu être mise en évidence. Dans ce cas encore, on retrouve la présence de nombreux débris sur les grains ou compactés aux joints. Les réponses du microlevier en force latérale ou en contraste de phases, sur les particules et dans les grains étant similaires, confirment qu'ils sont de même nature mécanique et chimique (fig. 2.29b et 2.28b).

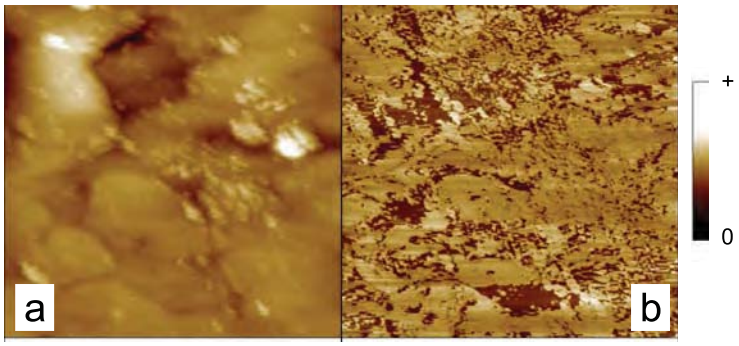


FIGURE 2.28: Morphologie du nanocomposite 4N7F par AFM (a) zone localisée 3 µm × 3 µm, (b) avec réponse en contraste de phase.

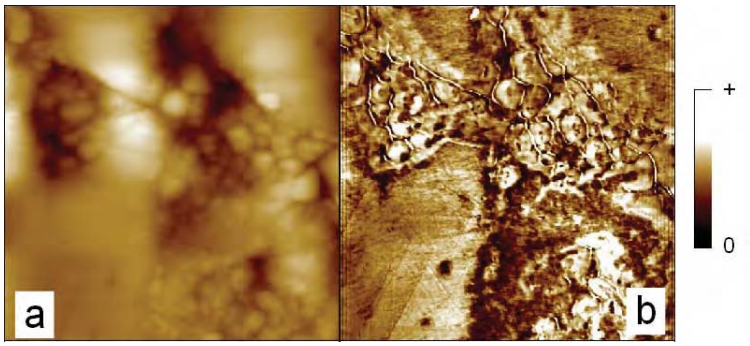


FIGURE 2.29: Morphologie du nanocomposite 4N7F par AFM (a) zone localisée 2 µm × 2 µm, (b) avec réponse en force latérale.

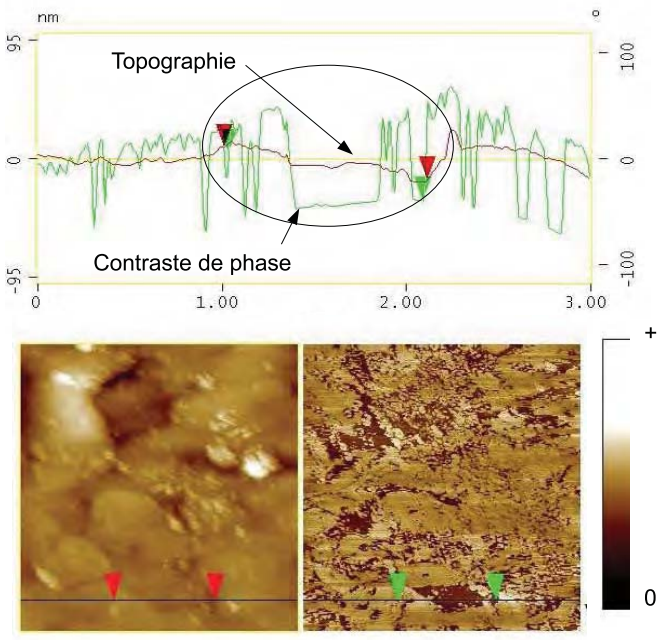


FIGURE 2.30: Profil en hauteur et en phase dans un grain du nanocomposite 4N7F par AFM sur une zone de taille 3 µm × 3 µm.

On remarque dans certains cas sur une même image, une réponse en contraste de phase différente, pour des hauteurs de relief pourtant peu marquées (fig. 2.30 et 2.31) : une différence de hauteur de 20 nm environ sur les 2 zones correspond à 75° et 100° de déphasage. Ceci pourrait être considéré comme un indicateur de variations locales de propriétés physico-chimiques sans que l'on puisse vraiment l'associer formellement à la présence des nanoparticules.

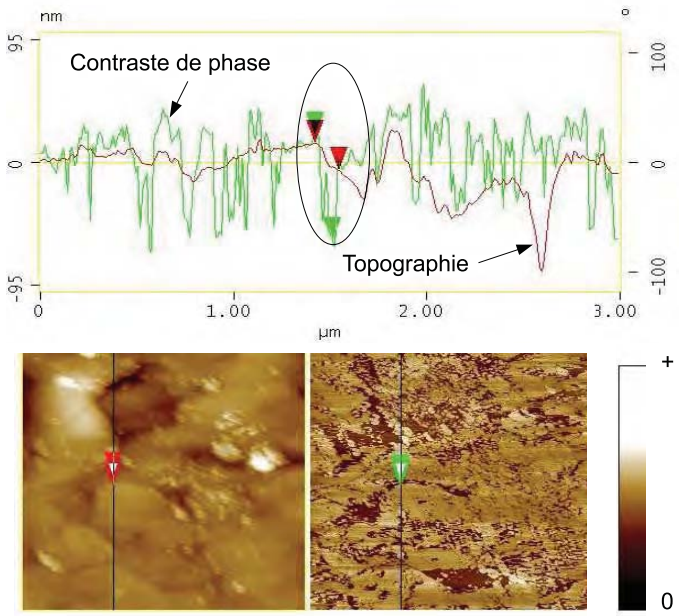


FIGURE 2.31: Profil en hauteur et en phase dans un joint de grain du nanocomposite 4N7F par AFM
.

2.4. SYNTHÈSE

Des nanocomposites FeCr-Al_2O_3 et NTC-Fe-Al_2O_3 ont été élaborés par SPS pour tenter de renforcer des alumines traditionnellement obtenues par frittage naturel. Leurs conditions d'élaboration et leurs propriétés microstructurales sont rassemblées dans le tableau 2.19.

TABLE 2.19: Tableau récapulatif des conditions d'élaboration des alumines et des nanocomposites (données CIRIMAT).

Code Matériau	Composition	Cycle de frittage (T_P, t_P, P_P)	Taux de densification (%)	Taille de grain D (µm)
A97	97,7% Al_2O_3-3%CaO-SiO_2	1700 °C, 120', –	97	15
A99	99,7% Al_2O_3-0,3%MgO	1700 °C, 120', –	98,5	8
A99S2	99,7% Al_2O_3-0,3%MgO	1350 °C, 3', 150 MPa	100	2,5
7FC1	7%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	1375 °C, 3', 100 MPa	97,4	2 ± 0,2
10FC1	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	1375 °C, 3', 100 MPa	98,6	2 ± 0,2
7FC2	7%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	1350 °C, 3', 150 MPa	96,8	2 ± 0,2
10FC2	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	1350 °C, 3', 150 MPa	97	2 ± 0,2
20FC2	20%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3	1350 °C, 3', 150 MPa	96,8	2 ± 0,2
3N5F	3%NTC-5%Fe-Al_2O_3	1350 °C, 20', 100 MPa	97	1,43 ± 0,23
4N7F	4%NTC-7%Fe-Al_2O_3	1350 °C, 3', 150 MPa	—	1,25 ± 0,25

Leur caractérisation mécanique a montré de fortes résistances à la rupture et duretés (tableau 2.20). On constate cependant une certaine réduction de la ténacité pour les

nanocomposites avec NTC due à une faiblesse des joints de grain en raison de la présence des NTC préférentiellement dans ces zones. Ce constat est confirmé par les relevés topographiques qui montrent une rugosité relativement plus élevée pour ces matériaux en raison d'arrachements de grains lors du polissage. Si on compare les résultats des alumines obtenues avec des poudres industrielles par frittage naturel ou frittage SPS, on constate que les meilleurs résultats sont mesurés sur l'alumine A99S2 sans nanoparticules, réalisée par SPS avec une résistance à la rupture de 650 MPa, une dureté de 2000 HV1 et une ténacité de 5 MPa·m$^{1/2}$. Ce résultat combine un taux de densification élevé et une faible taille de grain.

TABLE 2.20: Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques des alumines et des nanocomposites (σ_f et K_{IC} données CIRIMAT).

Code Matériau	Résistance à la rupture σ_f (MPa)	Ténacité K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	Microdureté Vickers HV (HV1)	Module élastique E (GPa)
A97	290 ± 10	3,9 ± 0,2	1265 ± 160	417
A99	320 ± 5	5 ± 0,1	1570 ± 70	341
A99S2	650 ± 10	5 ± 0,2	2010 ± 110	330
7FC1	538± 10	4,4 ± 0,3	1710 ± 35	—
10FC1	666± 10	—	1760 ± 51	—
7FC2	524± 10	3,8 ± 0,3	1880 ± 53	204
10FC2	637± 10	4 ± 0,3	1850 ± 48	245
20FC2	559± 10	4,4 ± 0,3	1690 ± 48	225
3N5F	406± 10	3,2± 0,3	1650 ± 185	—
4N7F	480± 10	3,7± 0,3	1440 ± 75	224

Le meilleur compromis pour les nanocomposites en termes de performances mécaniques, est atteint par les nanocomposites présentant une teneur intermédiaire en nanoparticules FeCr (10FC1 et 10FC2), élaboré par SPS sous forte pression. La présence de nanotubes de carbone tend plutôt à fragiliser le nanocomposite bien qu'il présente des propriétés supérieures aux alumines frittées naturelles.

Les résultats qualitatifs obtenus par AFM, en contraste de phase ou en force latérale, tendent à confirmer des variations locales de propriétés physico-chimiques sans que l'on puisse l'attribuer directement à leur composition. Malgré les différentes sollicitations par contact (force latérale) ou vibratoires (contraste de phase) exercées en surface, les différences de réponse ne nous ont pas permis de distinguer clairement la matrice alumine des nanoparticules métalliques (FeCr, Fe) ou non métalliques (NTC), en dépit de propriétés mécaniques pourtant très différentes.

Chapitre 3

MÉTHODOLOGIE EXPÉRIMENTALE

Deux dispositifs expérimentaux ont été principalement mis en œuvre au cours de ces travaux :

— Un dispositif de fretting à débattements libres a été utilisé pour solliciter les matériaux en frottement oscillatoire de façon à laisser le contact s'adapter dans le but de simuler le phénomène de grippage.

— Des essais en frottement alternatif ont été faits afin d'enrichir nos connaissances sur le comportement d'usure et la performance tribologique en volume de nos couples de frottement.

Alors que le premier dispositif fonctionne en contact fermé et en débattements non imposés, le deuxième étudie le frottement en contact ouvert avec débattements imposés. Ce chapitre présente les caractéristiques fonctionnelles et environnementales de ces deux dispositifs ainsi que les protocoles expérimentaux associés.

3.1. ESSAIS DE FRETTING

3.1.1. PRÉSENTATION DU DISPOSITIF

Cette machine de fretting est initialement le fruit d'une collaboration entre le Laboratoire de Génie de Production (LGP) de l'ENI de Tarbes et la société Turboméca [Comet 98]. Le dispositif a ensuite été modifié dans le cadre d'une thèse précédente [Yantio 07], la commande du dispositif et traitement des données. Enfin, la conception du dispositif, le système d'acquisition et de traitement des données ont été profondément remaniés dans le cadre de cette thèse. Les modifications sur le dispositif sont le remplacement du mode de fixation de la nacelle, la redéfinition des portes-échantillons, l'introduction de deux capteurs de déplacement et de force supplémentaires, le renouvellement du système et des conditions d'acquisition permettant différentes fréquences et séquences d'acquisition et l'adaptation d'un système de mesure par émission acoustique.

La figure 3.1 présente le schéma fonctionnel du dispositif.

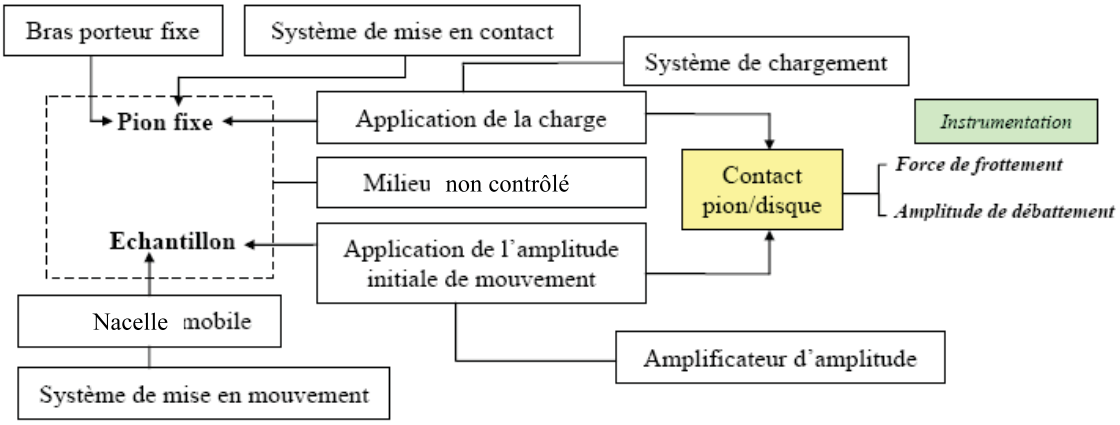


FIGURE 3.1: Schéma fonctionnel du dispositif de fretting [Yantio 07].

Ce dispositif de fretting répond aux spécificités techniques suivantes :

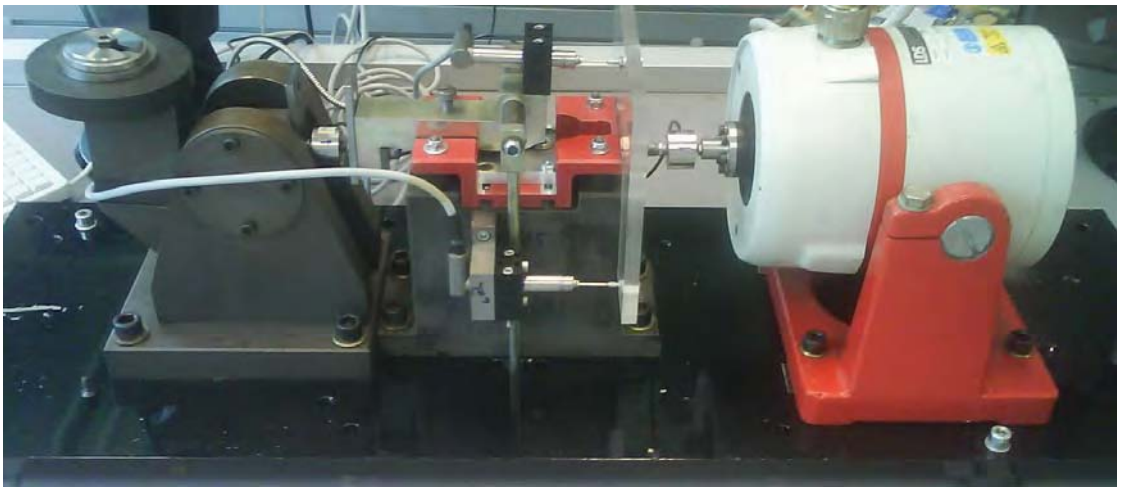
- configuration du contact : type sphère/plan ;
- capacité de charge : 2 à 70 N ;
- fréquence des déplacements : comprise entre 5 et 160 Hz ;
- débattement initial : compris entre 2 et 600 µm ;
- ambiance de frottement : air du laboratoire.

Cette machine est composée d'une partie mécanique ainsi que d'une partie de commande et d'acquisition des données dont une première description précise est faite dans la thèse de Yantio [Yantio 07].

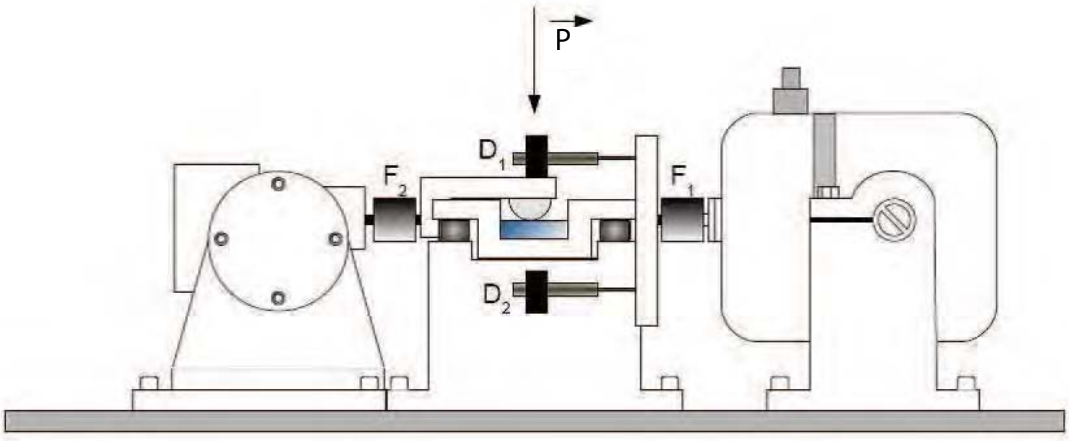
a) Partie mécanique

La partie mécanique du dispositif est formée d'un bâti suffisamment rigide pour limiter les vibrations parasites internes au niveau des échantillons pendant l'essai. Le bâti supporte un plateau fixe (plan de référence) où sont fixés quatre modules (figure 3.2) :

— Le module actionneur
— Le module mobile
— Le module de positionnement
— Le module de charge



(a)



(b)

FIGURE 3.2: (**a**) Vue générale du dispositif de fretting, (**b**) Schéma du dispositif.

Le module actionneur est constitué d'un générateur de vibrations appelé communément pot vibrant (figure 3.2). Cet excitateur génère des mouvements de translation alternatifs dont l'amplitude de déplacement et la fréquence peuvent être contrôlées par l'opérateur. La force mécanique tangentielle maximale délivrée par le pot vibrant est de 100 N.

Le module mobile est composé d'une plate-forme (nacelle) disposée sur quatre tampons élastiques solidaires d'un bloc support, et d'une plaque de relais montée (figure 3.3).

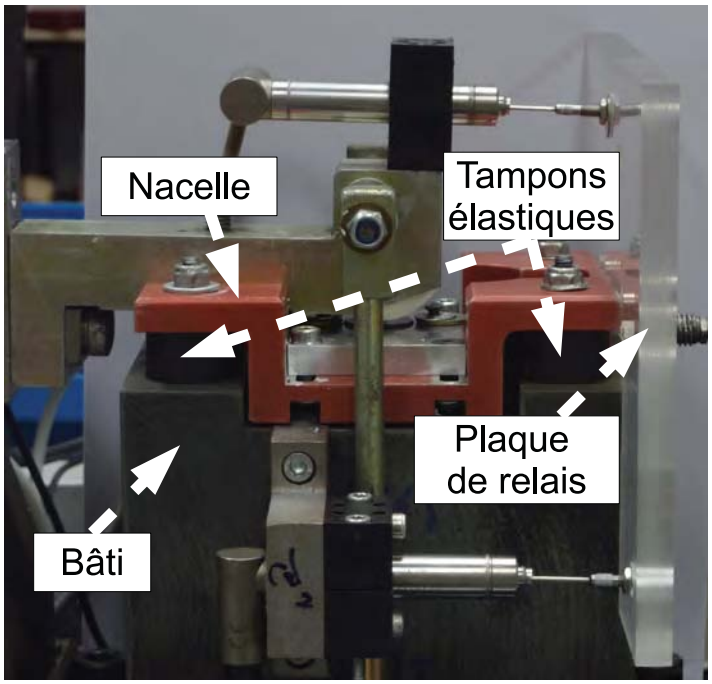


FIGURE 3.3: Vue du module mobile du dispositif.

— La nacelle supporte le porte-échantillon dans lequel le disque-échantillon est positionné. Cette nacelle assure une position horizontale du plan de frottement. Elle est soumise à des accélérations importantes. Sa forme permet d'éliminer les couples d'effort parasites en alignant les forces présentes sur le plan de contact.

— Les tampons élastiques garantissent l'isolation du système en absorbant les vibrations venues de l'extérieur. Disposés aux quatre coins de la nacelle, ces supports élastiques assurent le mouvement oscillatoire uniaxial imposé par le pot vibrant en se déformant par cisaillement (figure 3.3).

— La plaque de relais transmet le mouvement entre la nacelle mobile et les capteurs de déplacement fixés sur le bras porteur et sur le bloc support. Grâce à cette plaque, il est possible de mesurer le déplacement de la nacelle par rapport aux différentes pièces statiques du système de frottement.

Le module de positionnement autorise la mise en place du frotteur et une manipulation aisée de l'échantillon entre deux essais. Ce module est formé d'un bras porteur du frotteur, de roulements et d'un contrepoids.

— Le bras porteur assure la mise en place du frotteur qui est fixé par une vis de pression. La forme coudée du bras porteur à l'une de ses extrémités permet le maintien de l'alignement du capteur de force dans le plan de frottement. Un capteur de déplacement est fixé sur ce bras.

— Des roulements montés dans deux équerres solidaires du bati permettent la rotation du bras pour assurer une charge appliquée constante, ainsi que le montage et le démontage des échantillons.

— Le contrepoids sert à équilibrer le bras porte-pion de manière à maîtriser la charge appliquée.

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

b) Logiciel de commande et de paramétrage

La commande du dispositif de fretting a été réalisée par un logiciel conçu sous Visual Designer 4.0 dans le cadre de la thèse de Ghislain Yantio [Yantio 07]. Le logiciel exécute deux fonctions essentielles : une fonction de commande du dispositif et une fonction de paramétrage du dispositif. La fonction de commande du dispositif permet l'émission d'un signal sinusoïdal asservi en fréquence au pot vibrant.

c) Instrumentation de mesure et d'acquisition

Le dispositif de fretting comporte également un poste d'acquisition de données et quatre capteurs de mesure : 2 capteurs de force et 2 capteurs de déplacement (fig. 3.4).

— Les deux capteurs de force sont des systèmes de mesure à jauges extensométriques. dont la force nominale de mesure est égale à 0,5 kN. Le *capteur de force - entrée,* F_1 situé entre la nacelle et le pot vibrant, enregistre une force égale à la somme de l'effort tangentiel Q et de l'effort dynamique F_D nécessaire à la mise en mouvement de la nacelle et donc à la déformation des tampons élastiques par cisaillement. Le *capteur de force - sortie* F_2, est situé sur le bras porte-pion, dans la continuité du plan de frottement. Il mesure la force tangentielle Q en régime de contact glissant.

— Les 2 capteurs de déplacement sont des capteurs de mesure inductifs avec une étendue de mesure de 2 mm. Le premier *capteur de déplacement bras - nacelle* D_1 est monté sur le bras porte-pion et son noyau plongeur est fixé à la plaque de relais de manière à mesurer en continu le déplacement relatif entre le frotteur et l'échantillon. Le second *capteur de déplacement bâti - nacelle* D_2, est installé sur le bâti, et son noyau plongeur est lié à la plaque de relais pour mesurer en continu le déplacement relatif entre l'échantillon et le bâti fixe.

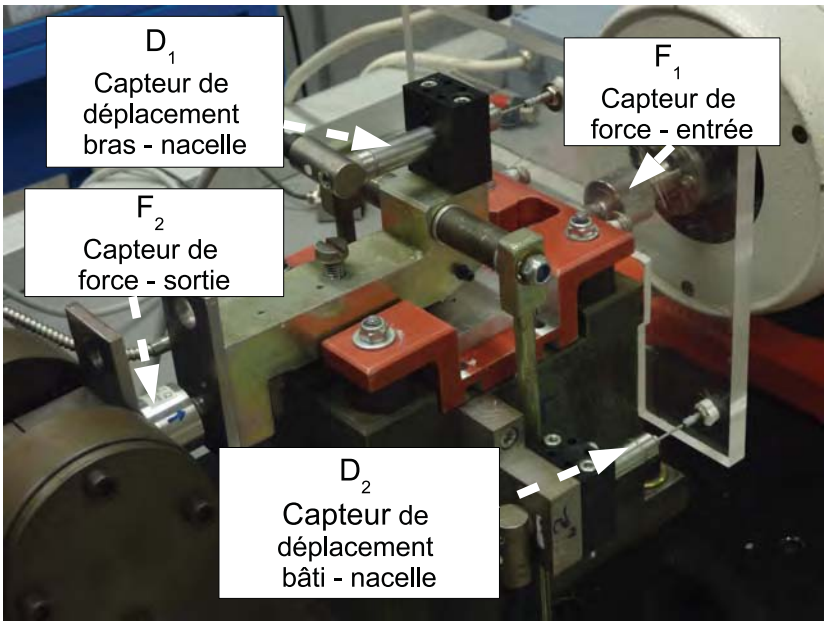


FIGURE 3.4: Position des capteurs de force et de déplacement.

d) Paramètres de fretting

La liste des paramètres imposés, mesurés et calculés est donnée ci-dessous :

— *Paramètres imposés* :

δ_i : l'amplitude de débattement initial (en µm).

P : la charge normale appliquée (en N).

ν : la fréquence (en Hz).

N : le nombre de cycles.

t : la durée d'essai en s, $t = \dfrac{N}{\nu}$.

— *Paramètres mesurés* (en continu) :

δ : l'amplitude réel de débattement (en µm).

Q : l'effort tangentiel mesuré (en N).

L'amplitude de débattement δ est mesurée, mais n'est pas imposée pendant l'essai. Ce paramètre prend en compte à la fois la déformation du contact et le glissement réel produit dans le contact. Les données enregistrées sont traitées par le logiciel Origin 8.1.

— *Paramètres calculés* :

δ_0 : l'ouverture du cycle (en µm), est définie comme la valeur du débattement pour un effort tangentiel nul. Cette valeur correspond à la distance de glissement réel dans le contact, et est indépendante de la complaisance du montage.

D_0 : la distance réelle totale parcourue de glissement, $D_0 = 4 \sum_{i=1}^{N} \delta_0$, (en m). La valeur δ_0 utilisée pour calculer la distance totale de glissement D_0 est la moyenne des ouvertures instantanées du cycle δ_0.

G : le seuil de grippage en (N), correspond à la charge minimale conduisant à un débattement nul.

μ : le coefficient de frottement est le rapport de l'effort tangentiel sur la charge normale Q/P en condition de glissement total. La valeur Q utilisée pour calculer le coefficient de frottement est la moyenne des efforts tangentiels instantanés mesurés pendant l'essai.

E_i : l'énergie dissipée dans le contact, correspondant à l'aire du cycle i (en J).

E_t : l'énergie totale représente l'aire du rectangle contenant le cycle de fretting (en J) ; c'est-à-dire à ($4\delta \cdot Q$).

E_{dt} : l'énergie totale dissipée dans le contact pendant la durée de l'essai (en J).

Les paramètres de sortie du dispositif sont déterminés à partir d'un cycle de fretting (force de frottement en fonction de l'amplitude de débattement). L'évolution des cycles au cours d'un essai renseigne sur les conditions de fonctionnement du système et les endommagements potentiels des corps en contact.

3.1.2. SPÉCIFICITÉ DU DISPOSITIF DE FRETTING

Le dispositif fonctionne en boucle ouverte, c'est-à-dire que le système n'est pas asservi en déplacement. Après le réglage du débattement initial δ_i puis la mise en contact des matériaux, le débattement réel mesuré δ est systématiquement inférieur à l'amplitude du débattement initial δ_i et évolue librement au cours du temps. Une relation directe entre le débattement réel δ et l'effort de frottement Q est systématiquement observée : une augmentation de la force tangentielle engendre une diminution de l'amplitude de débattement. En conséquence, ce dispositif peut aller jusqu'au grippage, défini comme l'arrêt du déplacement relatif entre les deux pièces en contact [Njankeu 06].

En raison du fonctionnement libre du dispositif, la forme des cycles évolue au cours du temps (figure 3.5). Le débattement initial δ_i est imposé par le pot vibrant fonctionnant à vide : il n'y a pas de contact entre échantillon et frotteur, d'où l'effort tangentiel $Q = 0$ (fig. 3.5a). Après mise en contact, le débattement réel mesuré δ diminue par rapport à δ_i alors que l'effort tangentiel augmente (fig. 3.5b).

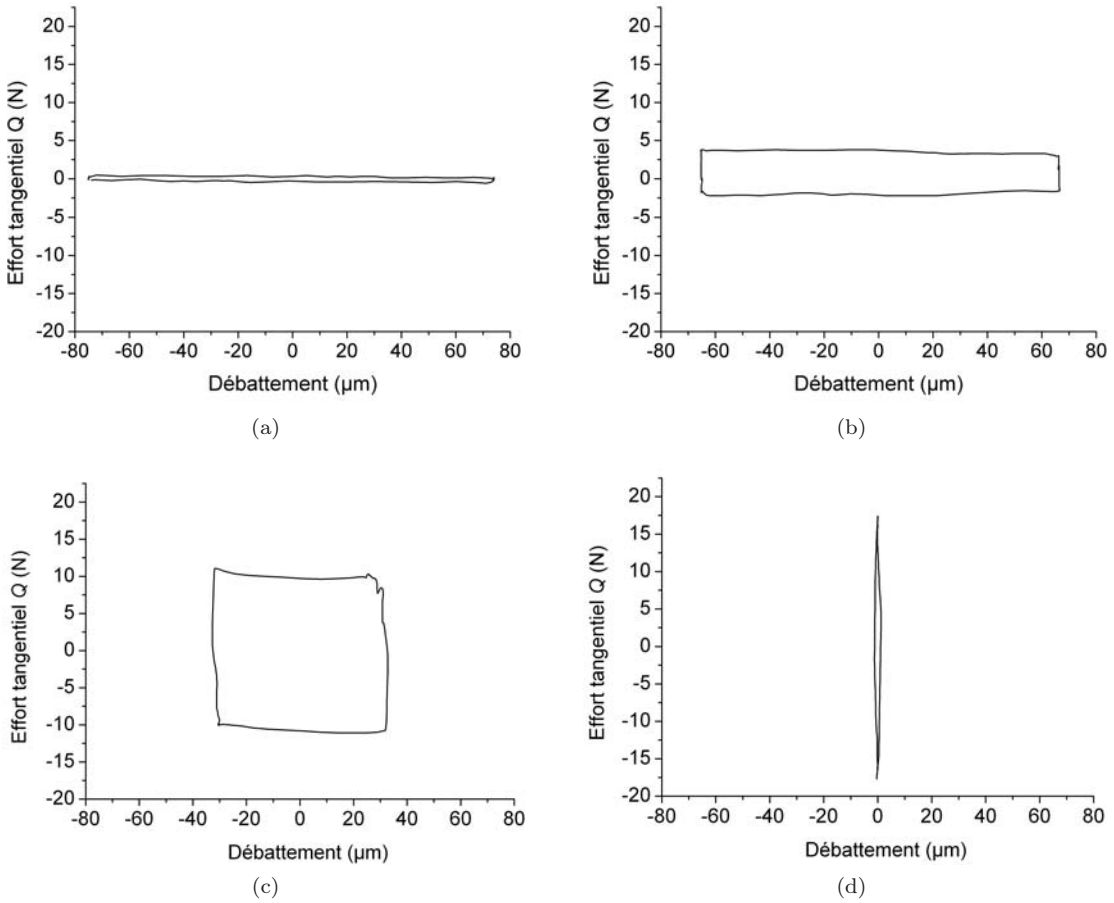
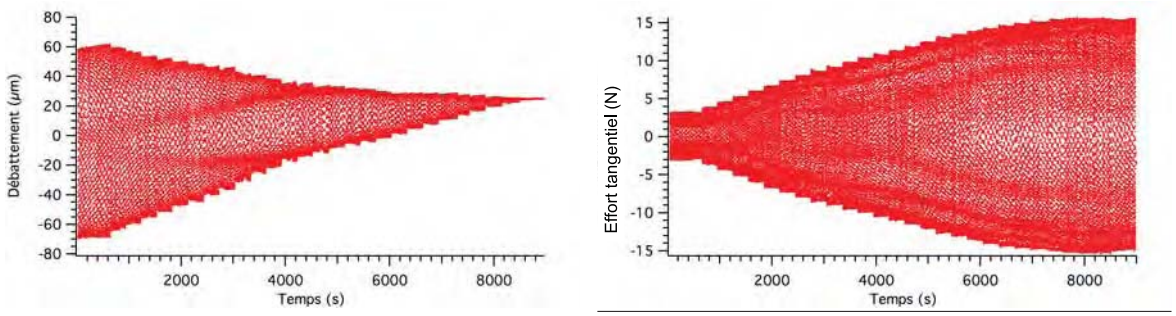


FIGURE 3.5: Différentes formes de cycle observés en fretting à débattements libres (a) à vide, (b) et (c) en glissement à deux charges différentes, (d) grippage : A99 / 4N7F (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N_{palier} = 3 \times 10^4$ cycles).

La croissance de la charge appliquée P s'accompagne d'une élévation de Q et d'une nouvelle réduction de δ (fig. 3.5c). Les cycles observés sont quasiment rectangulaires ce qui implique que la rigidité du contact est très élevée dans toutes les configurations de glissement. Cette forme des cycles de fretting sur ce dispositif permet d'écrire simplement une relation donnant l'énergie dissipée E_i au cours d'un cycle comme $E_i = 4\delta_0 \cdot Q$, avec une bonne approximation. Lorsque le couple de frottement atteint le seuil de grippage, le cycle de fretting se ferme et se caractérise par un débattement très faible à nul et un effort tangentiel maximal (fig. 3.5d).

L'augmentation progressive par paliers de la charge appliquée se traduit donc par une réduction progressive de l'amplitude du débattement (fig. 3.6a) et d'une augmentation également progressive de l'effort tangentiel (fig. 3.6b) en fonction de temps.

Une représentation sous la forme de bûche de fretting, montrant la succession des cycles au cours de l'essai, visualise le couplage fort entre ces deux paramètres débattement/effort tangentiel (fig. 3.7).



(a) (b)

FIGURE 3.6: Couplage entre (a) débattement, (b) effort tangentiel mesurés pendant l'essai du couple A99/A99S2 à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3 \times 10^3$ cycles par palier).

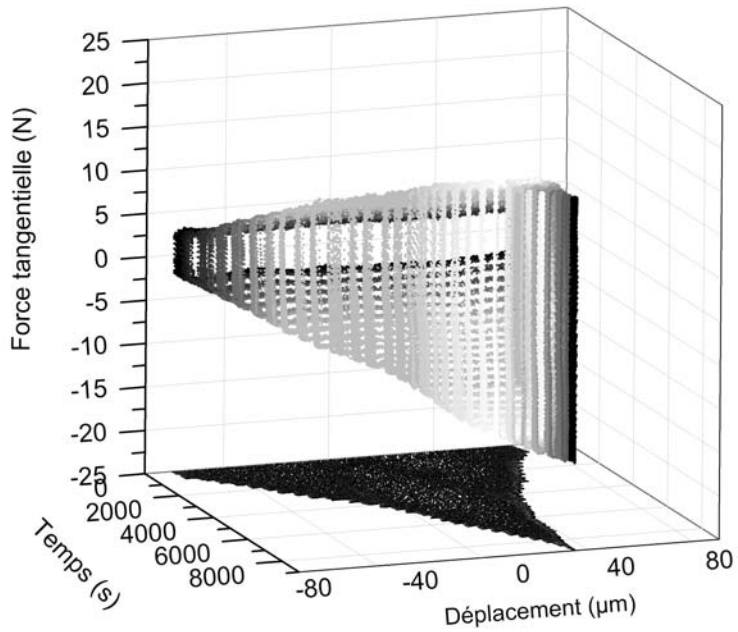
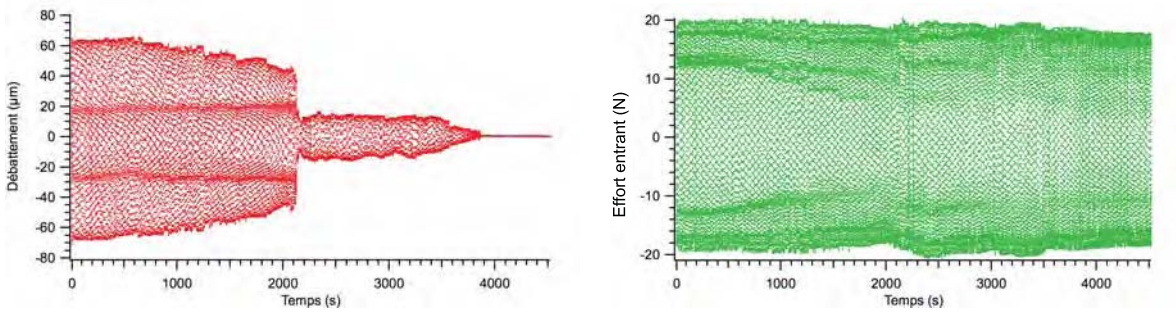


FIGURE 3.7: Bûche de fretting du couple A99/A99S2 à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3 \times 10^3$ cycles par palier).



(a) (b)

FIGURE 3.8: (a) Débattement et (b) effort entrant F mesurés pendant l'essai du couple A99/4N7F à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3 \times 10^3$ cycles par palier).

Enfin, lorsque la charge appliquée change au cours de l'essai ou lorsque se produit une chute brutale de l'amplitude du débattement, l'effort d'entraînement de la nacelle (effort "entrant") produit par le pot vibrant reste toujours constant par une fréquence donnée (fig. 3.8). Cet effort d'entraînement est légèrement inférieur à 20 N pour une fréquence de débattement de 10 Hz.

3.1.3. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

a) Description des disques et des frotteurs

Les disques en alumine obtenus par frittage naturel (A99) sont de 30 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur. Tous les autres disques (alumine SPS et nanocomposites) sont de 20 mm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur (fig. 3.9). Les codes et les compositions des échantillons pour les disques utilisés pendant les essais de fretting sont rassemblés dans le tableau 3.1.

Table 3.1: Référence et composition des échantillons étudiés par fretting.

Matériaux	Composition
A99	99,7% Al_2O_3
A99S2	99,7% Al_2O_3
7FC1	7%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3
10FC1	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3
10FC2	10%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3
20FC2	20%$Fe_{0,8}Cr_{0,2}$-Al_2O_3
3N5F	3%NTC-5%Fe-Al_2O_3
4N7F	4%NTC-7%Fe-Al_2O_3

Pour tous les essais de fretting, le frotteur utilisé est en alumine, obtenu par frittage naturel (A99) avec une forme hémisphérique de 20 mm de rayon. Les autres dimensions du frotteur sont reportées dans la figure 3.9. Le frotteur est fixé à l'aide d'une vis sur le bras porteur du module de positionnement.

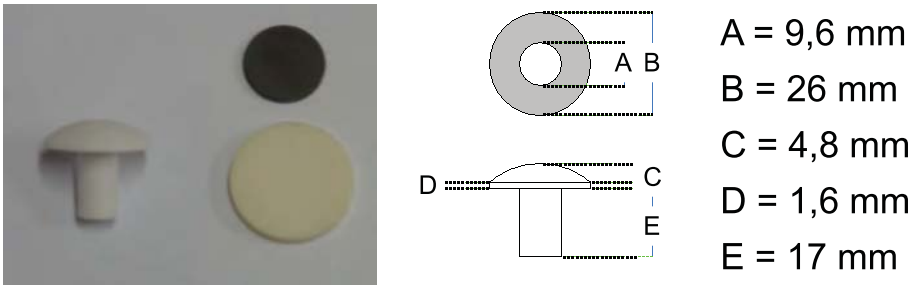


FIGURE 3.9: Forme ou/et dimensions des disques et des frotteurs utilisés dans cette étude.

b) Nettoyage des disques et des frotteurs

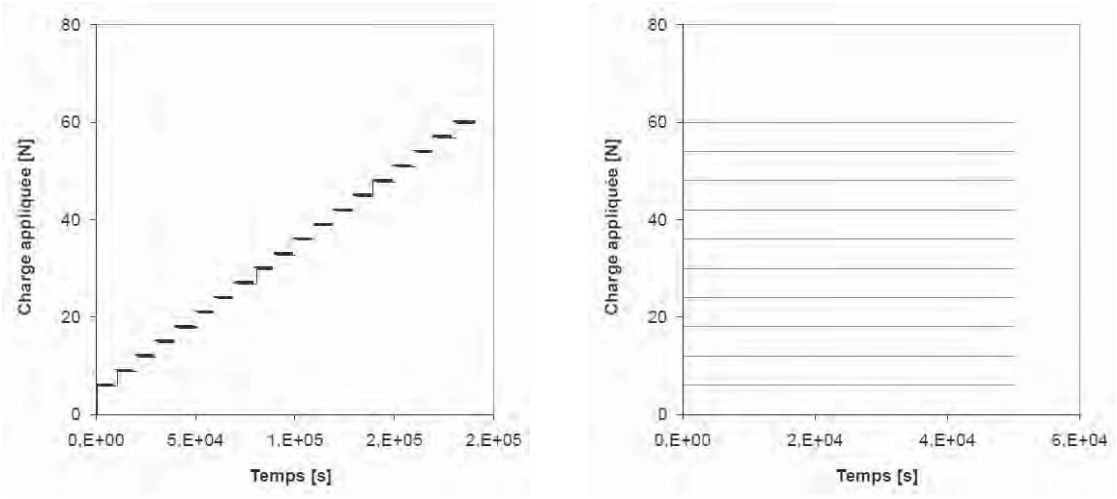
Tous les disques et les frotteurs utilisés pour les essais de fretting, ont été nettoyés en suivant la procédure suivante :

- dégraissage dans un bac à ultrasons pendant 20 minutes, à l'aide du détergent industriel Micro 90, dilué à 1% de solution aqueuse de pH = 10 ;
- rinçage abondant à l'eau du robinet pour éliminer la plus grande partie du détergent ;
- rinçage à l'eau déminéralisée, dans le bac à ultrasons pendant 10 minutes pour éliminer les dernières traces du détergent ;
- rinçage à l'éthanol, dans le bac à ultrasons pendant 10 minutes pour enlever les résidus polaires [Mercier 08] ;
- séchage dans une étuve à 60°C pendant 15 minutes.

c) Protocole d'essai

Deux types d'essais de frottement ont été menés à fréquence constante égale $\nu = 10$ Hz et pour une amplitude de déplacement initial $2\delta_i = 150$ µm (± 75 µm) :

- *des essais à charge progressive* : On augmente la charge appliquée par des paliers de 3 N tous les 10^4 cycles jusqu'à apparition du grippage c'est-à-dire l'arrêt du déplacement relatif entre les deux pièces en contact. Pendant ces essais, le contact est séparé entre les paliers pour augmenter la charge appliquée.
- *des essais à charge constante* qui se sont déroulés avec une force normale appliquée constante durant 5×10^4 cycles par charge.



(a) (b)

FIGURE 3.10: Représentation des différents types de chargement : (a) à chargement progressif, (b) à chargement constant.

Le domaine de charges normales étudiées s'étend de 6 N à 54 N, correspondant à des pressions maximales de Hertz P_{0H} comprises entre 458 MPa et 953 MPa et des rayons du contact de Hertz a_H entre 79 µm et 165 µm. Ce calcul des pressions et des rayons du contact a été effectué pour des antagonistes d'alumine A99 ayant un module élastique E de 341 MPa et un coefficient de Poisson ν de 0,25. Les valeurs maximales de la pression de Hertz sont inférieures à la contrainte de rupture en compression de l'alumine de référence dans différents modes de sollicitations : quasi statique et dynamique [Cosculluela 91]. Ces conditions d'essai permettent des ratios d'exposition e inférieurs à 1 (0,45 - 0,95), ce qui garantissent au fonctionnement du dispositif en contact fermé.

d) Précision des mesures

La précision des capteurs de déplacement est de 1 % autrement dit l'incertitude de mesure sur un déplacement de 150 µm est de 1,5 µm. Cependant, en raison des différentes possibilités de déformation dans la chaîne de mesure, cette incertitude a été évaluée à $\triangle\delta = 2$ µm. La précision des capteurs de force est de 2 %. L'incertitude de mesure sur la charge tangentielle est de $\triangle Q = 0{,}4$ N pour Q. Enfin, la précision sur la mesure des masses utilisées pour l'application de la charge normale est de $\triangle P = 0{,}1$ N.

3.1.4. MÉTHODE DE CALCUL DES VOLUMES D'USURE ET DE TRANSFERT

La topographie des surfaces de frottement a été obtenue par interférométrie en lumière blanche (Profilomètre Veeco NT1100). Avant la réalisation des topographies, aucune procédure de nettoyage n'a été appliquée sur les surfaces afin de pouvoir par la suite analyser qualitativement le 3e corps au MEB. À partir de ces topographies (fig. 3.11), le tracé de la distribution des hauteurs permet de déterminer la position du plan de référence (fig. 3.12). Ce plan est défini par la surface vierge, c'est-à-dire non dégradée. L'intégrale des hauteurs (l'aire sous la courbe) de part et d'autre du plan de référence (le point maximum de la courbe) montre respectivement le volume de matière transféré sur la surface, et le volume de matière enlevé de la surface.

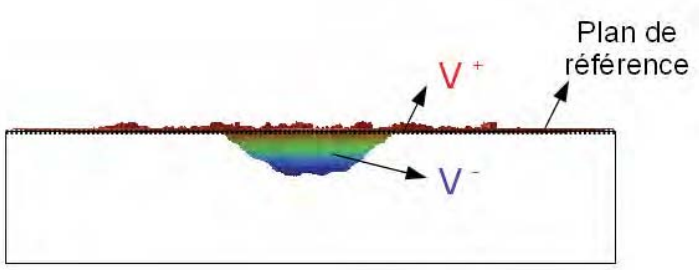


FIGURE 3.11: Trace de fretting sur le disque 4N7F à 18 N (charge constante). V^- correspond au volume du vide sous le plan de référence, et V^+ au volume de matière présent au dessus du plan de référence.

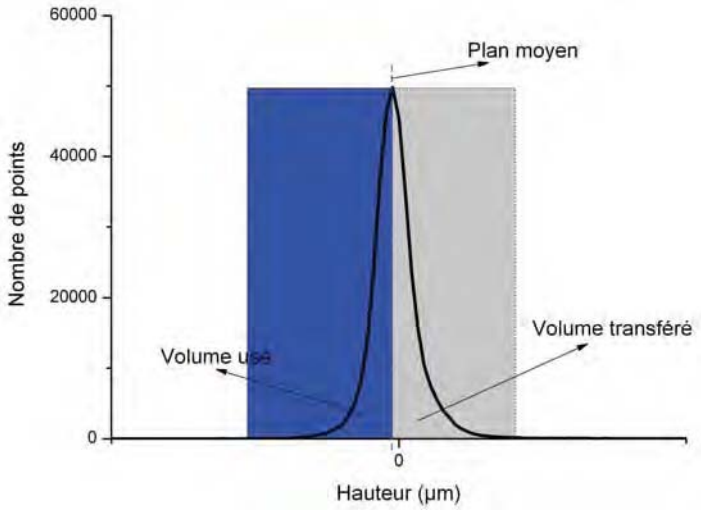


FIGURE 3.12: Un exemple de distribution des hauteurs pour la trace sur l'alumine A99S2. L'aire sous la courbe (l'intégrale des hauteurs) de part et d'autre du plan de référence représente respectivement le volume de matière enlevée et le volume de matière rapportée.

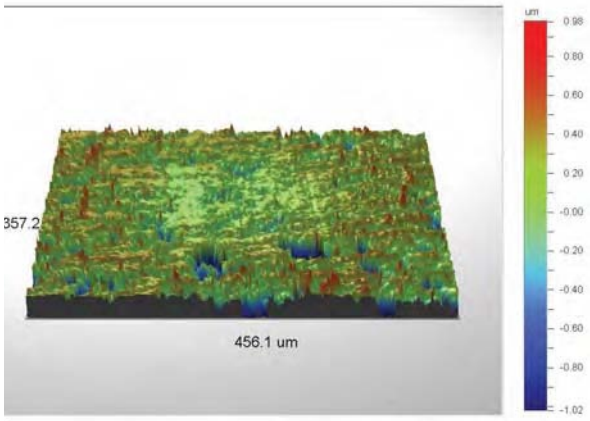


FIGURE 3.13: Trace d'usure sur le frotteur du couple A99/A99S2 après le redressement de la géométrie (12 N, charge constante).

La procédure décrite s'applique à des surfaces planes. Dans le cas du frotteur, la surface présente un rayon de courbure de 20 mm. Il est alors nécessaire de réaliser une extraction de la forme sphérique avant de mesurer le volume d'usure. Un exemple de trace après redressement de la géométrie sur un frotteur A99 est représenté sur la figure 3.13.

Ce travail étant réalisé sur le disque et sur le frotteur, on détermine :

— le volume de vide sur le frotteur V_p^- et sur le disque V_d^-, correspondant au volume situé sous le plan de référence ;

— le volume excédentaire sur le frotteur V_p^+ et sur le disque V_d^+, correspondant au volume situé au dessus du plan de référence ;

Le volume d'usure des disques est calculé respectivement comme :

$$V_d = V_d^- - V_d^+ \tag{3.1}$$

Les frotteurs usés présentent une trace circulaire après les essais. Le volume enlevé V_P^- des frotteurs a été déterminé à partir de la mesure du rayon r de la trace d'usure au profilomètre optique. Connaissant le rayon de courbure R du frotteur hémisphérique et en posant comme hypothèse que $r << R$ (toujours vérifiée dans nos essais), on détermine analytiquement V_P^- :

$$V_P^- = \frac{\pi r^4}{4R} \tag{3.2}$$

Cette méthode géométrique entraîne également des incertitudes importantes sur les valeurs des volumes. En effet, le volume calculé est une fonction en puissance 4 du diamètre de la trace. Une estimation des incertitudes de l'ordre de 8 % est associée à ces mesures. Cette méthode a cependant été souvent privilégiée pour sa grande rapidité d'exécution.

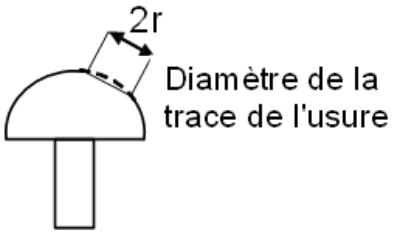


FIGURE 3.14: Exemple de la trace de fretting sur le frotteur.

Dans tous nos essais, on assume que le volume de transfert sur le frotteur est nul, $V_p^+ = 0$.

Ces différents volumes permettent d'effectuer un bilan de matière, utile à la détermination des différentes composantes des flux de matière décrivant le circuit tribologique :

— le débit source est associé aux volumes de matière perdus par les surfaces,

$$V_s = V_p^- + V_d^- \tag{3.3}$$

— le débit interne est associé aux volumes de matière supplémentaire apportés sur les surfaces,

$$V_i = V_p^+ + V_d^+ = V_d^+ \tag{3.4}$$

— le débit d'usure du contact est associé aux volumes définitivement perdus,

$$V_c = V_p + V_d = V_p^- + (V_d^- - V_d^+) \tag{3.5}$$

Nous nous intéressons par la suite essentiellement à ce volume d'usure V_c. Ces volumes d'usure dépendent des conditions d'essais et sont habituellement normés soit par la charge appliquée P et la distance parcourue D_0, soit par l'énergie totale dissipée dans le contact E_{dt}. On introduit ainsi une première relation donnant un taux d'usure K :

$$K = \frac{V_c}{P \times D_0} \tag{3.6}$$

K : le taux d'usure (en µm^3.N^{-1}.m^{-1}),
V_c : le volume de matière perdue (en µm^3),
P : la charge appliquée (en N),
D_0 : la distance totale de glissement (en m).

Une deuxième relation permet calculer un second taux d'usure ε :

$$\varepsilon = \frac{V_c}{E_{dt}} \tag{3.7}$$

ε : le taux (énergétique) d'usure (en µm^3.J^{-1}),
V_c : le volume de matière perdue (en µm^3),
E_{dt} : l'énergie totale dissipée dans le contact pendant la durée de l'essai (J).

Pour les essais à charges progressives, les traces d'endommagement sur le frotteur et l'échantillon ne sont observées qu'au terme de l'essai à cause de la difficulté à repositionner le couple sur le même contact entre chaque palier de charge. Mais, en supposant que le taux d'usure est constant pour tous les paliers, il est possible d'obtenir un taux d'usure global à partir du volume final d'usure V_{c_T}.

On peut ainsi écrire que le volume totale V_{c_T} (mesuré) est la somme des volumes d'usure V_{c_i} (non mesurés) à la fin de chaque palier :

$$\begin{array}{rcl} V_{c_1} = & KD_{0_1}P_1 & \\ V_{c_2} = & KD_{0_2}P_2 & \\ \vdots & \vdots\vdots & \\ V_{c_n} = & KD_{0_n}P_n & \\ \hline V_{c_T} = & K\sum_{i=1}^{n} D_{0_i}P_i & \end{array} \tag{3.8}$$

$$\begin{array}{rcl} V_{c_1} = & \varepsilon E_{dt_1} & \\ V_{c_2} = & \varepsilon E_{dt_2} & \\ \vdots & \vdots\vdots & \\ V_{c_n} = & \varepsilon E_{dt_n} & \\ \hline V_{c_T} = & \varepsilon\sum_{i=1}^{n} E_{dt_i} & \end{array} \tag{3.9}$$

Cette approche nous permet aussi d'estimer un débit d'usure V_{c_i} spécifique à chaque palier. Ainsi, les relations K et ε deviennent :

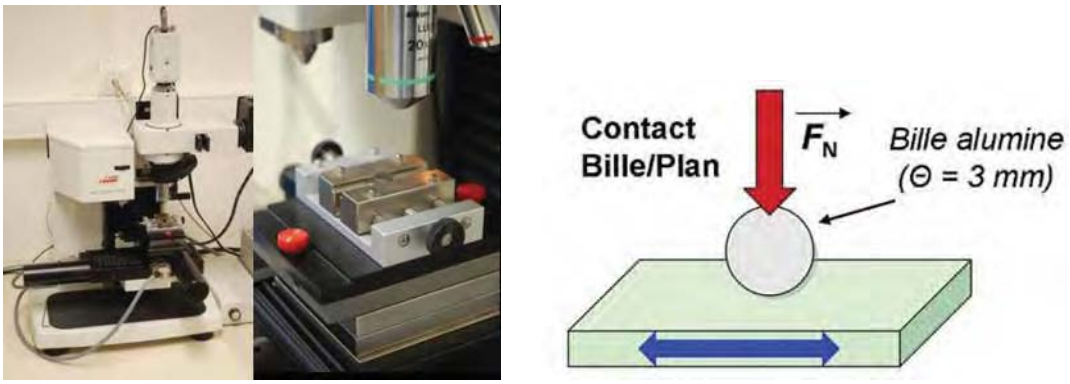
$$K = \frac{V_{c_T}}{\sum_{i=1}^{n} D_{0_i} P_i} \qquad (3.10) \qquad\qquad \varepsilon = \frac{V_{c_T}}{\sum_{i=1}^{n} E_{dt_i}} \qquad (3.11)$$

3.2. ESSAIS DE GLISSEMENT ALTERNATIF

3.2.1. PRÉSENTATION DU DISPOSITIF

Les essais en glissement alternatif ont été effectués avec un dispositif de glissement alternatif CSM Micro-Scratch Tester (fig. 3.15a, b). L'essai est réalisé en frottant la surface à l'aide d'une bille sphérique qui se déplace à la surface de l'échantillon, avec une charge appliquée constante. Afin de garder la même charge, le dispositif est asservi en boucle active grâce à des capteurs piézoélectriques (fig. 3.15c).

Pendant les essais, la force de frottement est mesurée. Un microscope optique équipé d'une caméra vidéo est intégré au dispositif pour observer la surface entre deux essais sans démonter l'échantillon (fig. 3.15a, b).



(a) (b) (c)

FIGURE 3.15: (a) Vue générale du dispositif de glissement alternatif, (b) en vue détaillée (c) Schéma du contact.

3.2.2. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

a) Description des disques et des frotteurs

Les échantillons en alumine A97 et A99, et les disques nanocomposites 7FC1, 10FC1 et 3N5F sont utilisés pour les essais de glissement alternatif. Ces échantillons sont identiques à ceux utilisés en fretting. Le frotteur employé est une bille en alumine de

haute pureté (99,8%) avec une taille de grain de 10 µm. Cette bille a un diamètre de 3 mm et une rugosité moyenne R_a de 0,02 µm. Les propriétés mécaniques du frotteur sont rassemblées dans le tableau 3.2.

TABLE 3.2: Propriétés mécaniques du frotteur d'alumine (données CSM).

Résistance à la rupture σ_f (MPa)	Ténacité K_{IC} (MPa·m$^{1/2}$)	Microdureté Vickers HV (HV1)
350	3,5	1900

b) Nettoyage des disques et des billes

Tous les échantillons ont été nettoyés en suivant la procédure ci-après :

— dégraissage à l'acétone dans un bac à ultrasons ;

— rinçage au méthanol dans un bac à ultrasons ;

— séchage dans une étuve à 60°C pendant quelques minutes.

c) Protocole d'essai

Un type d'essai a été retenu à charge et vitesse constante de 20 N et 20 mm/min sur un débattement de 1 mm. Pour des antagonistes d'alumine A99, la pression maximale de Hertz P_{0H}, le rayon du contact de Hertz a_H et le ratio d'exposition e sont respectivement 3881 MPa, 49 µm et 10. Ces conditions de contact permettent une sollicitation beaucoup plus sévère et un contact de frottement ouvert (e supérieur à 1), ce qui différencient de fretting.

La liste des paramètres imposés, mesurés et calculés est donnée ci-dessous :

— *Paramètres imposés* :

δ : l'amplitude de débattement (en mm). $\delta = 1$ mm

D : la distance parcourue par cycle (en mm/cycle). $D = 2$ mm/cycle

P : la charge normale appliquée (en N). $P = 20$ N

v : la vitesse d'entraînement (en mm/min). $v = 20$ mm/min

ν : la fréquence (en Hz). $\nu = 0{,}17$ Hz

N : le nombre de cycles.

t : la durée d'essai, $t = \dfrac{N}{\nu}$ (en min).

— *Paramètres mesurés* (en continu) :

P : la charge normale appliquée (en N).

Q : l'effort tangentiel mesuré (en N).

— *Paramètres calculés* :

D_0 : la distance totale parcourue, $D_0 = N{\cdot}D$ (en m).

μ : le coefficient de frottement.

Le nombre de cycles réalisés pendant l'essai dépend du temps nécessaire à l'initiation de l'endommagement (tableau 3.3). Les essais relativement de plus courtes durées sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 sont arrêtés à l'initiation de l'endommagement.

TABLE 3.3: Conditions expérimentales des essais en glissement alternatif.

Matériaux	A97		A99	7FC1		10FC1		3N5F
Nombre de cycles	75	150	100	50	225	25	150	100
Distance parcourue (m)	0,15	0,30	0,20	0,1	0,45	0,05	0,30	0,20
Durée de l'essai (min)	7,5	15	10	5	22,5	2,5	15	10

Le frotteur réalise des mouvements alternatifs sur l'échantillon en continu pendant 25 cycles. La surface de frottement est observée après chaque 25 cycles pour évaluer l'évolution de l'endommagement grâce au microscope optique monté sur le dispositif.

À la fin de l'essai, les volumes enlevés et transférés sur les échantillons sont mesurés avec le profilomètre optique. On détermine analytiquement le volume enlevé des frotteurs (éq. 3.2). Les protocoles sont ceux décrits précédemment pour les mesures sur les traces de fretting. Cette fois-ci, la mesure du rayon r de la trace d'usure est faite à la binoculaire.

Chapitre 4

RÉSULTATS

Ce chapitre est consacré à l'étude des composites à base d'alumine contenant des nanoparticules métalliques (fer et fer-chrome) avec ou sans nanotubes de carbone. Leurs aptitudes en glissement, ainsi que leurs comportements en usure ont été comparés avec différentes alumines d'abord dans des conditions de fretting-usure puis de glissement alternatif.

Cette étude est complétée par d'autres essais de fretting utilisant un suivi par un système d'acquisition d'émission acoustique (E.A). Ces essais ont été utilisés pour identifier et suivre in situ les différentes réponses aux sollicitations au cours du frottement. Cette méthode a aussi été utilisée pendant les essais de glissement alternatif.

4.1. ESSAIS EN FRETTING

Le tableau 4.1 regroupe les essais réalisés en fretting à débattements libres pour les deux configurations différentes de chargement (charges progressives et charges constantes). L'alumine A99 a été conservée comme frotteur pour tous les essais. Certains essais ont été faits plusieurs fois afin de voir la reproductibilité des résultats. Le nombre d'essais de reproductibilité a été donné entre parenthèses à côté de ces essais.

TABLE 4.1: Matériaux étudiés en fretting (frotteur A99).

Matériaux	Charges progressives	Charges constantes
Al_2O_3	A99, A99S2, A100S, A99b	A99S2
Composites Al_2O_3- FeCr	7FC1, 7FC2, 10FC1, 10FC2, 20FC2	7FC2 (2)
Composites Al_2O_3-Fe-NTC	3N5F, 4N7F (3)	4N7F (3)

4.1.1. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES ALUMINES

Les couples d'alumine ont été testés comme couples de référence. Ces études ont été menées afin d'établir des valeurs de référence et les comparer ensuite à celles obtenues avec les nanocomposites. Les différentes alumines testées ont permis d'étudier l'influence de la méthode de frittage (frittage naturel et SPS), de la pureté de l'alumine (poudre additivée ou pure) et du mode de sollicitation (charges progressives et constantes). Enfin, des essais complémentaires sur échantillons A99 rugueux (état de livraison) ont été réalisés pour évaluer l'influence des états de surface.

a) Influence de la méthode de frittage

Dans le but de voir l'influence de la méthode de frittage, deux couples A99/A99 et A99/A99S2 obtenus à partir des mêmes poudres (poudres industrielles à 0,3 % MgO) ont été sollicités à charges progressives. Dans le premier couple, le disque est fritté naturel ; dans le deuxième couple, il est fritté par SPS. Les tableaux 4.2 et 4.3 regroupent l'effort tangentiel, le rapport Q/P, la distance de glissement et l'énergie dissipée pour chaque palier de charge. Pour chaque essai, on constate effectivement la réduction de la distance de glissement à chaque incrément de charge. L'effort tangentiel croit

également avec la charge. Le coefficient de frottement (rapport Q/P) est élevé pour les 2 couples lors des premiers paliers puis il se réduit puis reste sensiblement constant à chaque palier. On remarque que l'énergie dissipée E_{dt} à chaque palier suit d'abord une évolution croissante puis décroissante avec l'augmentation de la charge. On verra que ce phénomène se reproduira pour toutes les configurations d'essais. Pour ces deux derniers paramètres, on note que les valeurs sont toujours légèrement supérieures à celles obtenues avec l'alumine frittée naturelle.

TABLE 4.2: Paramètres de frottement du couple A99/A99 à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,84	2,61	7,40	0,47
9	3,87	2,43	9,39	0,43
12	5,15	1,80	9,26	0,43
15	6,40	2,00	12,82	0,43
18	7,69	1,67	12,87	0,43
21	9,04	1,47	13,32	0,43
24	10,49	1,10	11,55	0,44
30	13,50	0,65	8,74	0,45
36	14,88	0,36	5,38	0,41

TABLE 4.3: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,00	2,68	8,40	0,50
9	4,50	2,44	10,98	0,50
15	6,80	1,92	13,06	0,45
18	8,30	1,56	12,95	0,46
21	9,50	1,48	14,06	0,45
24	11,30	1,44	16,27	0,47
27	12,30	1,28	15,74	0,46
30	13,60	0,92	12,51	0,45
33	14,60	0,48	7,01	0,44
36	15,90	0,36	5,72	0,44
39	16,00	0,06	0,96	0,41
42	16,50	0,04	0,66	0,39

Pour le couple A99/A99, l'évolution à charges progressives de la distance de glissement cumulée D_0 en fonction de la charge normale P est quasiment linéaire et décroissante

(fig. 4.1e). À 12 N, nous observons une légère chute en glissement, mais le comportement reprend sa linéarité aux charges plus importantes. Le seuil de grippage G obtenu par extrapolation à distance de glissement nulle est de l'ordre de 40 N. L'évolution de la force de frottement moyen Q en fonction de la charge normale P est également linéaire et donne un coefficient de frottement μ de 0,438 (fig. 4.1f) obtenu par régression linéaire en imposant une intersection avec l'origine.

Le couple A99/A99S2, étudié dans les mêmes conditions, suit aussi un comportement linéaire jusqu'au grippage. Le seuil de grippage G est de 42 N, légèrement plus haut par rapport à celui du A99/A99 (fig. 4.2e). Le coefficient de frottement μ reste proche de celui du couple A99/A99, mais légèrement supérieur, avec une valeur de 0,45 (fig. 4.2f). Le comportement des deux alumines A99 et A99S2 est donc très proche. La différence de mode de frittage a repoussé le seuil de grippage en faveur de l'alumine obtenue par frittage flash, mais s'est traduite par l'augmentation du coefficient de frottement.

b) Influence de la pureté de l'alumine

Des essais avec un couple A99/A100S ont été effectués à charges progressives avec une alumine pure non additivée obtenue par SPS. Les résultats sont regroupés dans le tableau 4.4 et les figures 4.3a et b.

TABLE 4.4: Paramètres de frottement du couple A99/A100S à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,36	2,73	6,44	0,39
9	3,92	2,54	9,95	0,44
12	5,26	2,18	11,48	0,44
15	6,55	1,96	12,84	0,44
18	7,86	1,68	13,17	0,44
21	9,59	1,31	12,61	0,46
24	11,53	1,06	12,21	0,48
30	14,07	0,57	8,08	0,47

Les valeurs du coefficient de frottement moyen et du seuil de grippage sont très proches de celles obtenues avec le couple A99/A99S2, respectivement 0,46 et 39 N (fig. 4.3). Ainsi, la poudre industrielle additivée (0,3% MgO) et la poudre d'alumine pure semblent avoir le même comportement dans les conditions de fretting étudiées. Toutefois contrairement aux 2 couples précédents on note une croissance de Q/P avec la charge pour le couple A99/A100S.

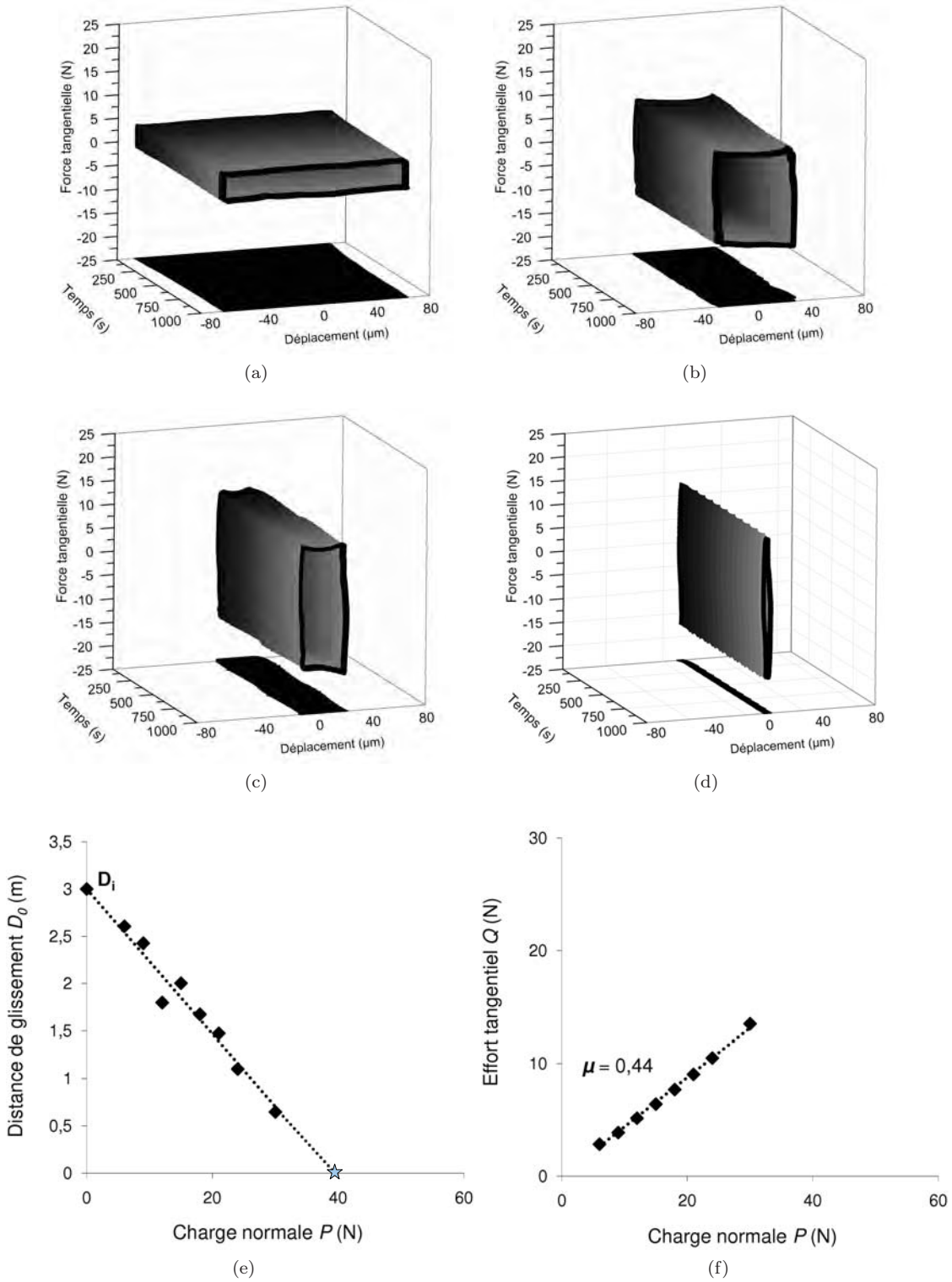


FIGURE 4.1: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/A99 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 30 N, (d) 36 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

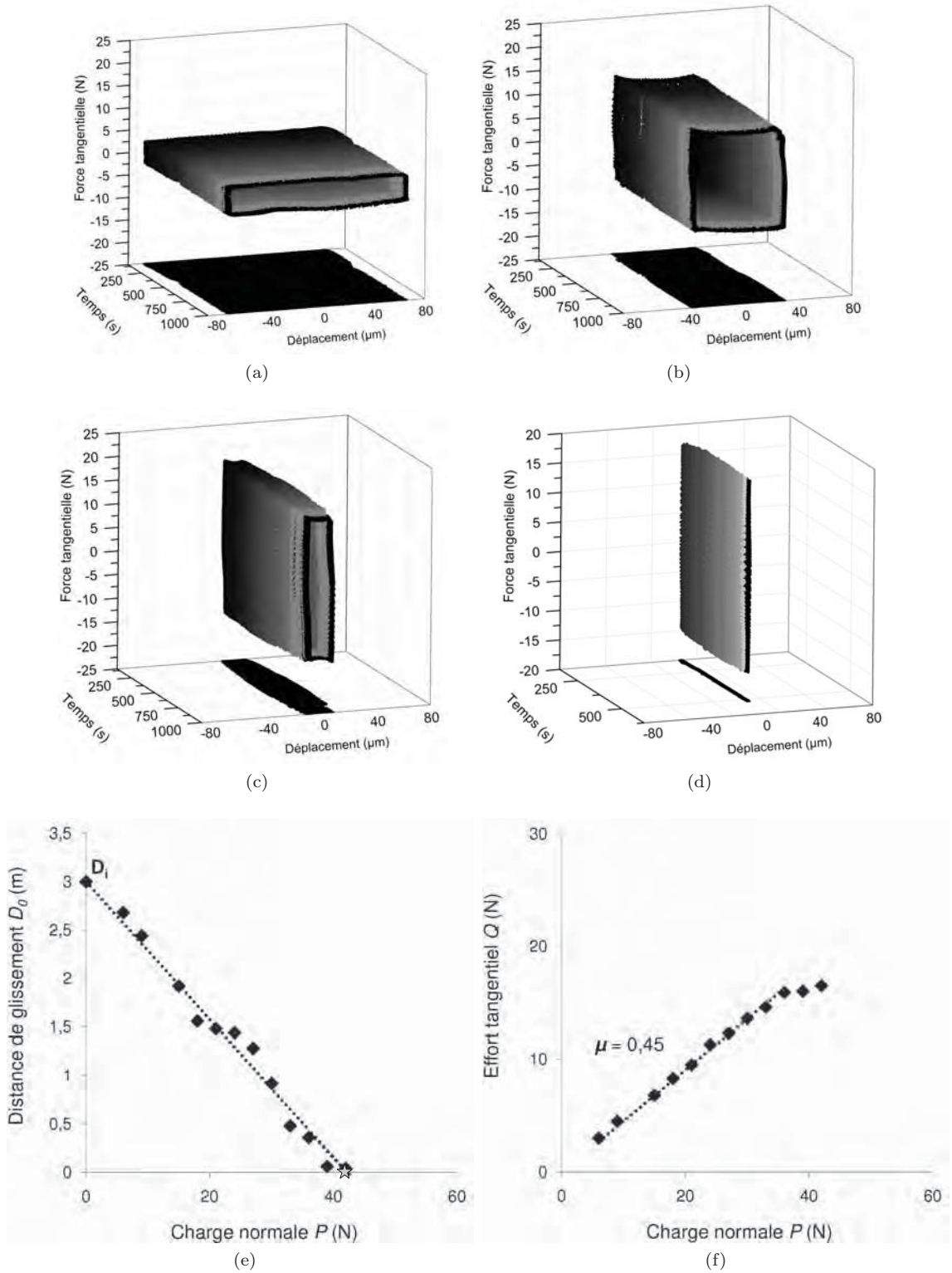
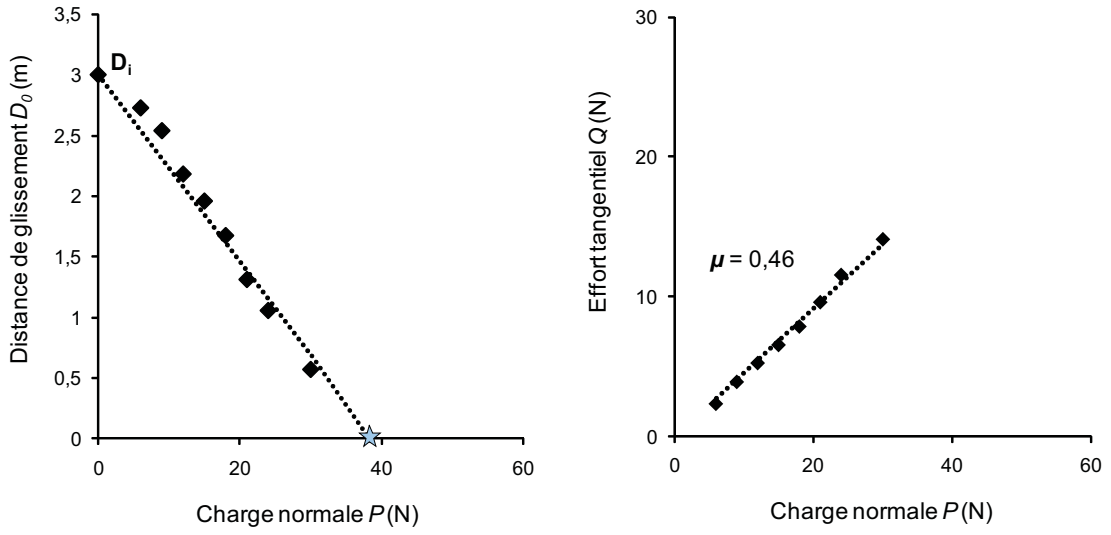


FIGURE 4.2: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/A99S2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 36 N, (d) 39 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).



(a) (b)

FIGURE 4.3: (a) Évolution de la distance de glissement D_0 pour le couple A99/A100S, et (b) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P en chargement progressif ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

c) Influence du mode de chargement

Dix essais à charges constantes comprises entre 12 et 54 N pendant $5{\cdot}10^4$ cycles, ont été réalisés avec le couple A99/A99S2 pour déterminer l'effet d'un mode de chargement classique sans variation de charge au long de l'essai par rapport à un mode de chargement progressif (tableau 4.5).

TABLE 4.5: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
12	6,30	10,80	68,04	0,53
18	8,80	9,40	82,72	0,49
24	9,90	7,80	77,22	0,41
30	12,20	5,00	61,00	0,41
36	14,40	3,60	51,84	0,40
39	14,40	3,80	54,72	0,37
45	17,70	1,00	17,70	0,39
49	16,90	1,00	16,90	0,34
51	16,90	0,80	13,52	0,33
54	16,00	0,40	6,40	0,30

Ces essais à charge constante montrent aussi une évolution linéaire pour D_0 et Q en fonction de la charge P jusqu'à 49 N. Le seuil de grippage déduit par extrapolation

linéaire donne une charge de l'ordre de 50 N (fig. 4.4c). Le coefficient de frottement moyen sur l'ensemble des essais sélectionnés avant le seuil de grippage est de 0,40 (fig. 4.4d). Par rapport à l'essai réalisé à charges progressives, le seuil de grippage est nettement repoussé vers une valeur élevée de la charge appliquée alors que le coefficient de frottement est sensiblement réduit.

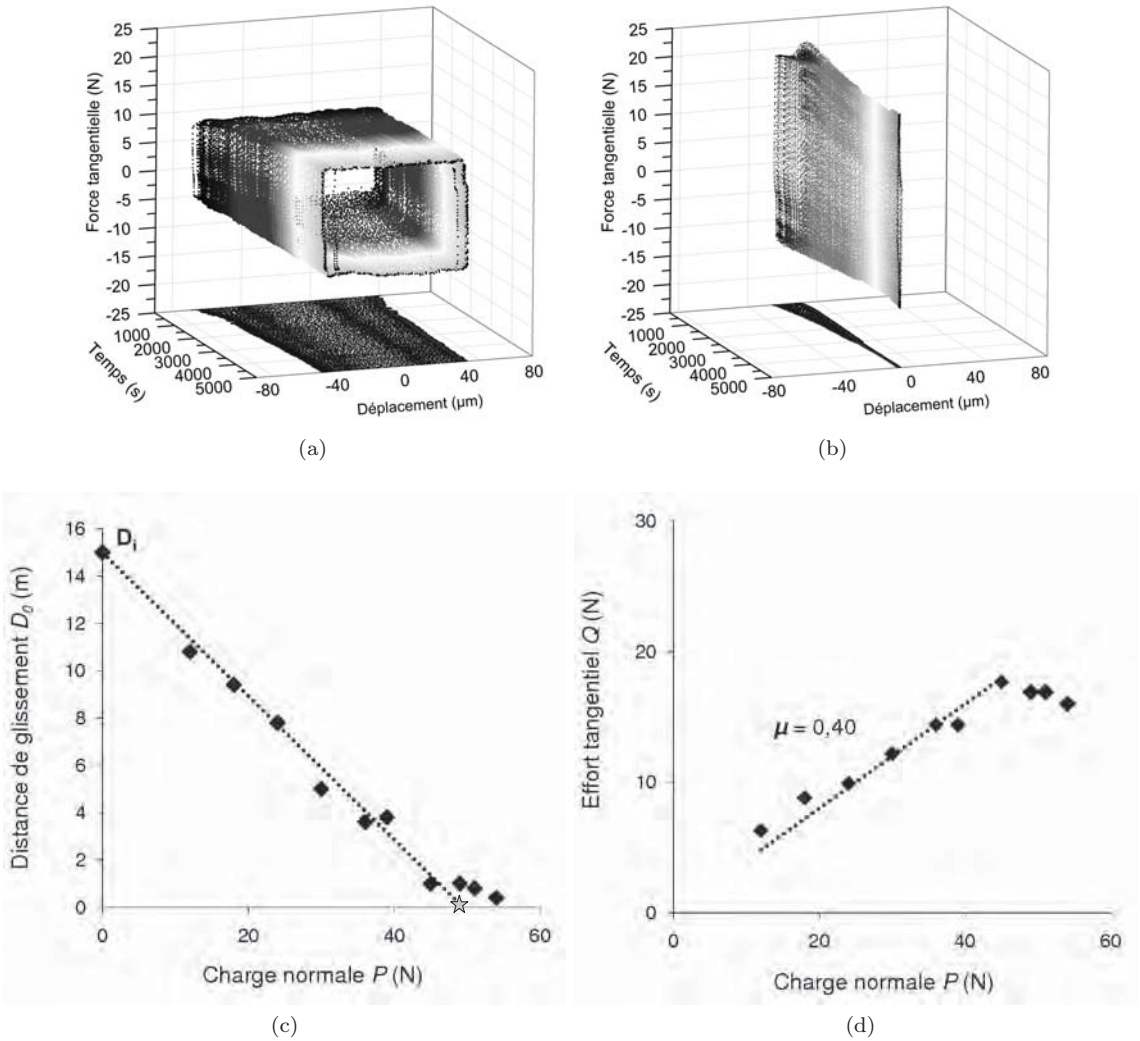
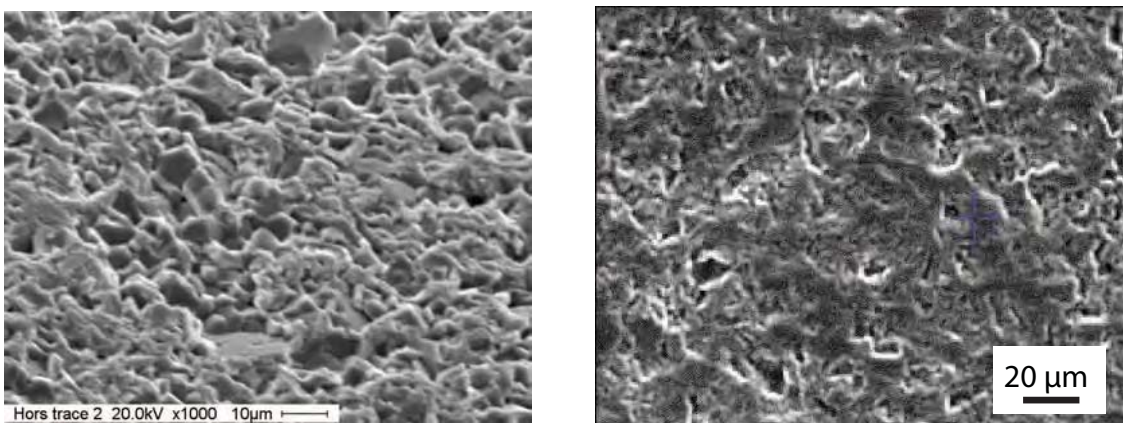


FIGURE 4.4: Bûches de fretting pour les charges constantes pour le couple A99/A99S2 (a) 18 N, (b) 49 N, (c) évolution de la distance de glissement D_0, et (d) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

d) Influence de l'état de surface

Des essais avec un couple A99b/A99b ont été effectués à charges progressives. Le couple A99b/A99b a une rugosité R_q de 1,19±0,34 µm et 3,13±1,65 µm, respectivement pour le disque et le frotteur. Les morphologies des surfaces de A99b sont montrées dans la fig. 4.5a et b.

Les résultats sont regroupés dans le tableau 4.6. L'allure de la courbe D_0 (P) est toujours linéairement décroissante, mais les valeurs obtenues sont plus dispersées (fig. 4.6a).

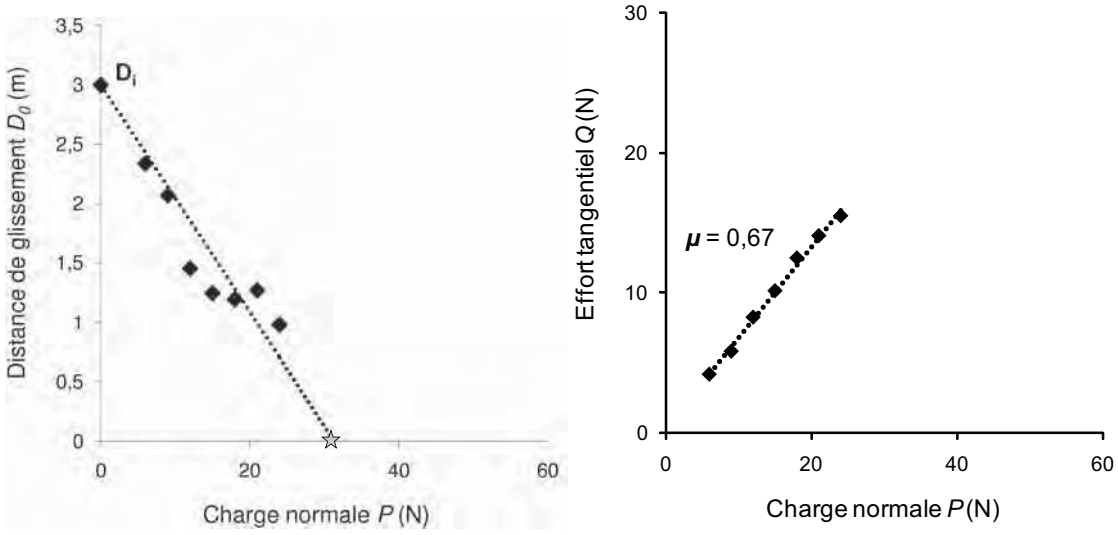


(a) (b)

FIGURE 4.5: Morphologie de la surface (a) du disque et (b) du frotteur A99b.

TABLE 4.6: Paramètres de frottement du couple A99b/A99b à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	4,22	2,34	1,97	0,70
9	5,86	2,07	2,42	0,65
12	8,29	1,45	2,41	0,69
15	10,17	1,25	2,54	0,68
18	12,51	1,20	2,99	0,70
21	14,10	1,27	3,59	0,67
24	15,52	0,98	3,05	0,65



(a) (b)

FIGURE 4.6: (a) Évolution de la distance de glissement D_0 pour le couple A99b/A99b, et (b) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P en chargement progressif (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

La distance de glissement D_0 diminue brutalement à 12 N, et se stabilise à une valeur sensiblement constante jusqu'à 21 N, puis elle reprend un régime linéaire de variation. De même, comparée à l'alumine A99 polie, le coefficient de frottement augmente de 0,44 à 0,67 soit une élévation de 50% (fig. 4.6b), et le seuil de grippage chute également de 39 N à 31 N soit 20 % de réduction. Une rugosité importante entraîne donc un comportement fortement altéré du couple de fretting.

e) Influence de l'ouverture du contact

Un essai complémentaire à charges progressives a été réalisé avec l'alumine A99S2. Cet essai est réalisé sans interruption et sans ouverture de contact entre chaque palier (chargement par voie liquide). Il débute par un palier de $6{\cdot}10^3$ cycles, puis continue avec un incrément de la force normale de 1,5 N tous les $3{\cdot}10^3$ cycles (fig. 4.7).

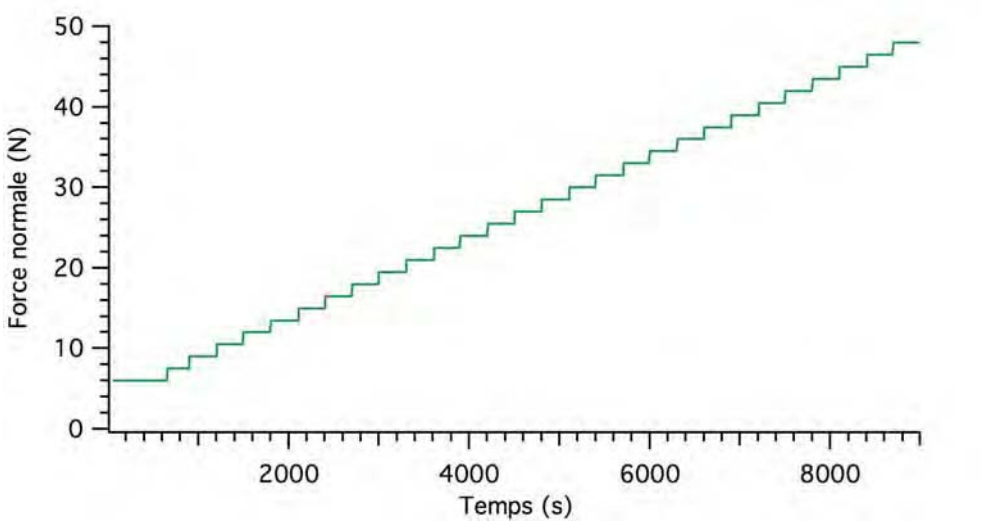
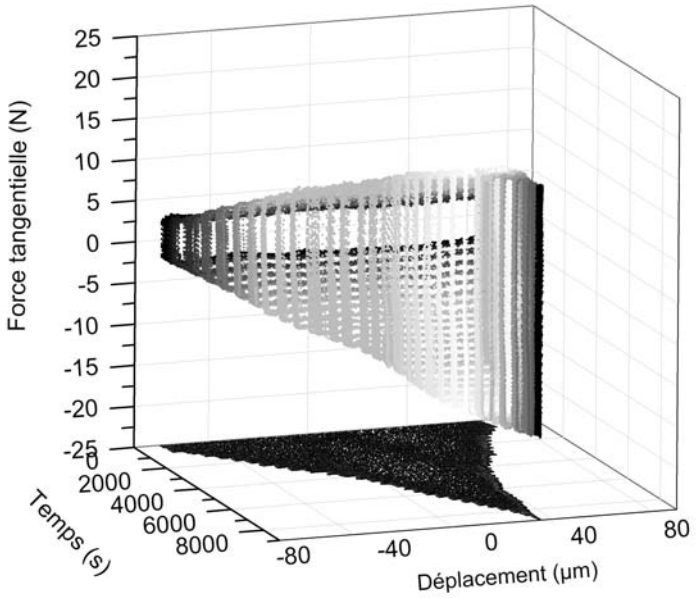


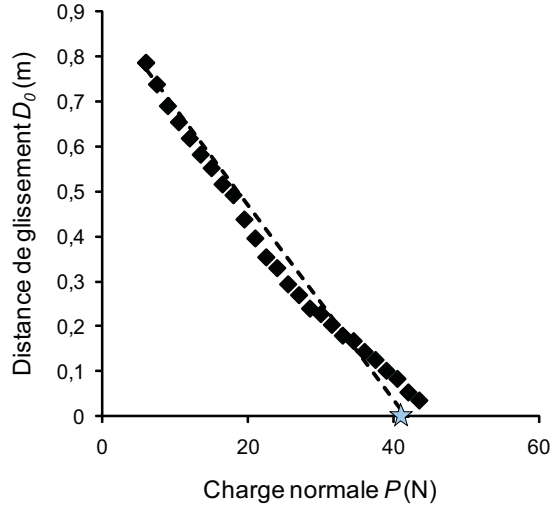
FIGURE 4.7: Paliers de charge appliqués pendant les essais à charges progressives continues : A99/A99S2. Palier initial à 6 N pendant 10 min, paliers suivants 5 min à chaque charge jusqu'au grippage.

Le tableau 4.7 et la bûche de fretting caractéristique de cet essai (fig. 4.8a), montrent de nouveau une réduction régulière du débattement et une augmentation similaire de l'effort tangentiel.

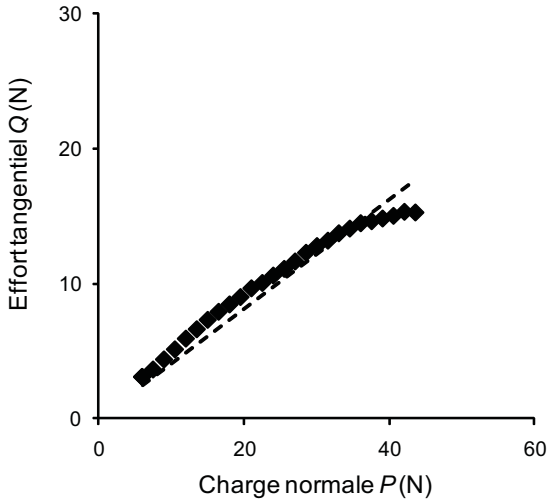
Cependant, les tracés des courbes $D_0\ (P)$ et $\mu\ (P)$ montrent de légers infléchissements par rapport à la droite moyenne : le seuil de grippage est progressivement repoussé vers des valeurs plus élevées alors que la force tangentielle s'incurve dans le même temps vers des valeurs moins élevées (fig. 4.8b et 4.8c).



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.8: (a) Bûche de fretting du couple A99/A99S2 à charges progressives sans ouverture du contact, (b) évolution de la distance de glissement D_0, et (c) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3{\cdot}10^3$ cycles par palier).

4.1.2. MODÉLISATION PARAMÉTRIQUE

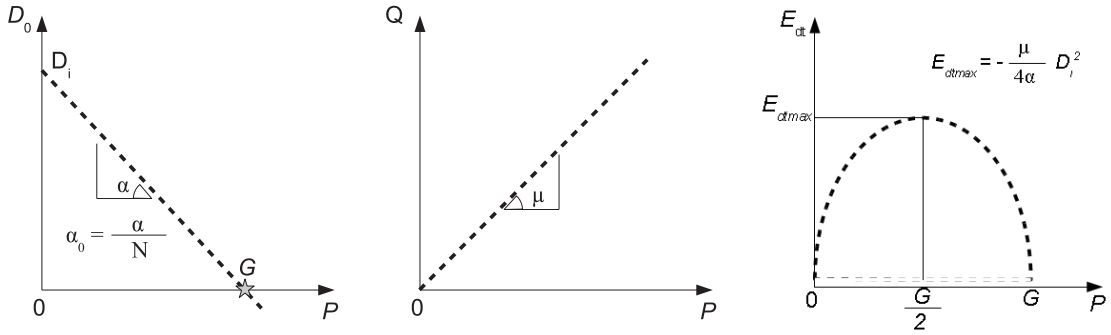
a) Mise en place du modèle

Le comportement général des alumines étudiées montre des évolutions linéaires à la fois de la distance de glissement et de l'effort tangentiel en fonction de la charge appliquée. Ce constat a permis la détermination d'un seuil de grippage et d'un coefficient de frottement moyen pour toutes les configurations étudiées. Nous avons donc défini

TABLE 4.7: Paramètres de frottement du couple A99/A99S2 en chargement progressif continu ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3{\cdot}10^3$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
6	3,05	1,58	4,80	0,51
7,5	3,6	0,74	2,66	0,48
9	4,35	0,69	3,00	0,48
10,5	5,1	0,65	3,34	0,49
12	5,9	0,62	3,65	0,49
13,5	6,6	0,58	3,84	0,49
15	7,3	0,55	4,03	0,49
16,5	7,9	0,52	4,08	0,48
18	8,45	0,49	4,16	0,47
19,5	9	0,44	3,94	0,46
21	9,65	0,40	3,82	0,46
22,5	10,05	0,35	3,56	0,45
24	10,6	0,33	3,50	0,44
25,5	11,1	0,29	3,26	0,44
27	11,65	0,27	3,15	0,43
28,5	12,3	0,24	2,95	0,43
30	12,8	0,23	2,92	0,43
31,5	13,2	0,20	2,69	0,42
33	13,75	0,18	2,48	0,42
34,5	14,1	0,17	2,37	0,41
36	14,5	0,14	2,09	0,40
37,5	14,65	0,13	1,85	0,39
39	14,85	0,10	1,51	0,38
40,5	15,05	0,08	1,26	0,37
42	15,35	0,05	0,83	0,37
43,5	15,3	0,04	0,55	0,35
45	15,5	0,02	0,28	0,34
46,5	15,52	0,01	0,18	0,33
48	15,15	0,01	0,09	0,32

simplement chaque type d'essai par différents paramètres tribologiques pertinents à partir de cette hypothèse de linéarité (fig. 4.9a, b, c).



(a) (b) (c)

FIGURE 4.9: Courbes de modélisation de la distance parcourue D_0, de l'effort tangentiel Q et de l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge P.

L'hypothèse de linéarité fournit les deux équations suivantes (éq. 4.1 et 4.2) pour la distance de glissement D_0 et la force tangentielle Q (fig. 4.9a et b).

$$D_0 = \alpha P + D_i \tag{4.1}$$

$$Q = \mu P \tag{4.2}$$

Le terme α correspond à la pente de la courbe de la fonction D_0 (P). Il dépend de la durée de l'essai, autrement dit, du nombre de cycles N. Il est donc plus intéressant de faire apparaître ce paramètre en posant une nouvelle hypothèse de proportionnalité, soit :

$$D_0 = N\alpha_0 P + D_i \tag{4.3}$$

avec $\alpha_0 = \dfrac{\alpha}{N}$ que l'on assimilera à un taux de glissement.
La distance parcourue à charge nulle D_i correspond à l'ordonnée à l'origine de cette droite affine. Elle dépend également du nombre de cycles et se calcule comme :

$$D_i = 4N\delta_i \tag{4.4}$$

Cette distance D_i correspond à 3 m pour les paliers de 10^4 cycles à charges progressives et à 15 m pour les essais de $5{\cdot}10^4$ cycles à charges constantes. Elle n'est que de 0,9 m pour l'essai à charges progressives continues. L'extrapolation de la droite D_0 (P) à distance nulle donne le seuil de grippage selon la relation :

$$G = -\frac{D_i}{\alpha} \qquad \text{ou} \qquad G = -\frac{4\delta_i}{\alpha_0} \tag{4.5}$$

La pente μ de la courbe $Q\ (P)$ dans le domaine de glissement est le coefficient de frottement moyen obtenu précédemment. En s'appuyant sur les observations des cycles de fretting $\delta\ (Q)$ quasi rectangulaires (rigidité de contact considérée comme infinie), nous pouvons calculer l'énergie dissipée dans le contact à partir des paramètres précédents :

$$E_{dt} = \sum_{i=1}^{N} 2Q_i\, 2\delta_{0i} \;\approx Q(P) \cdot D_0(P) \;= \mu P\,(N\alpha_0 P + D_i) = E_{dt}(P) \tag{4.6}$$

Cette expression $E_{dt}\,(P)$ conduit à une relation du second ordre en P, c'est-à-dire à une parabole coupant l'axe des abscisses en 0 et en G. Cette parabole présente un maximum au point de coordonnées $E_{dt_{max}}$ (fig. 4.9c) :

$$E_{dt_{max}} = -\frac{\mu}{4N\alpha_0}\, D_i^2 \qquad \text{à} \qquad P = -\frac{D_i}{2N\alpha_0} \tag{4.7}$$

Ces expressions peuvent encore s'écrire comme :

$$E_{dt_{max}} = -\frac{4\mu}{\alpha_0}\, N\delta_i^2 \qquad \text{à} \qquad P = \frac{G}{2} \tag{4.8}$$

Cette énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}$ est proportionnelle au nombre de cycles N. Il est donc intéressant de comparer les essais en ramenant ces paramètres pour un cycle unique :

$$\frac{E_{dt_{max}}}{N} = -\frac{4\mu}{\alpha_0}\, \delta_i^2 \qquad \text{soit} \qquad \frac{E_{dt\,max}}{N} = \mu G \delta_i \tag{4.9}$$

Ainsi l'énergie maximale que peut dissiper le contact dans un cycle est proportionnelle au produit du coefficient de frottement μ par le seuil de charge G (le déplacement initial δ_i étant ici une constante).

La figure 4.10 montre les courbes de l'énergie totale dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les différents essais réalisés avec les alumines ainsi que leur courbe de modélisation associée. On constate une assez bonne corrélation entre points expérimentaux et courbe théorique, même si des décrochements significatifs peuvent se produire en cas d'instabilité du contact comme pour le cas d'alumines rugueuses A99b (fig. 4.10).

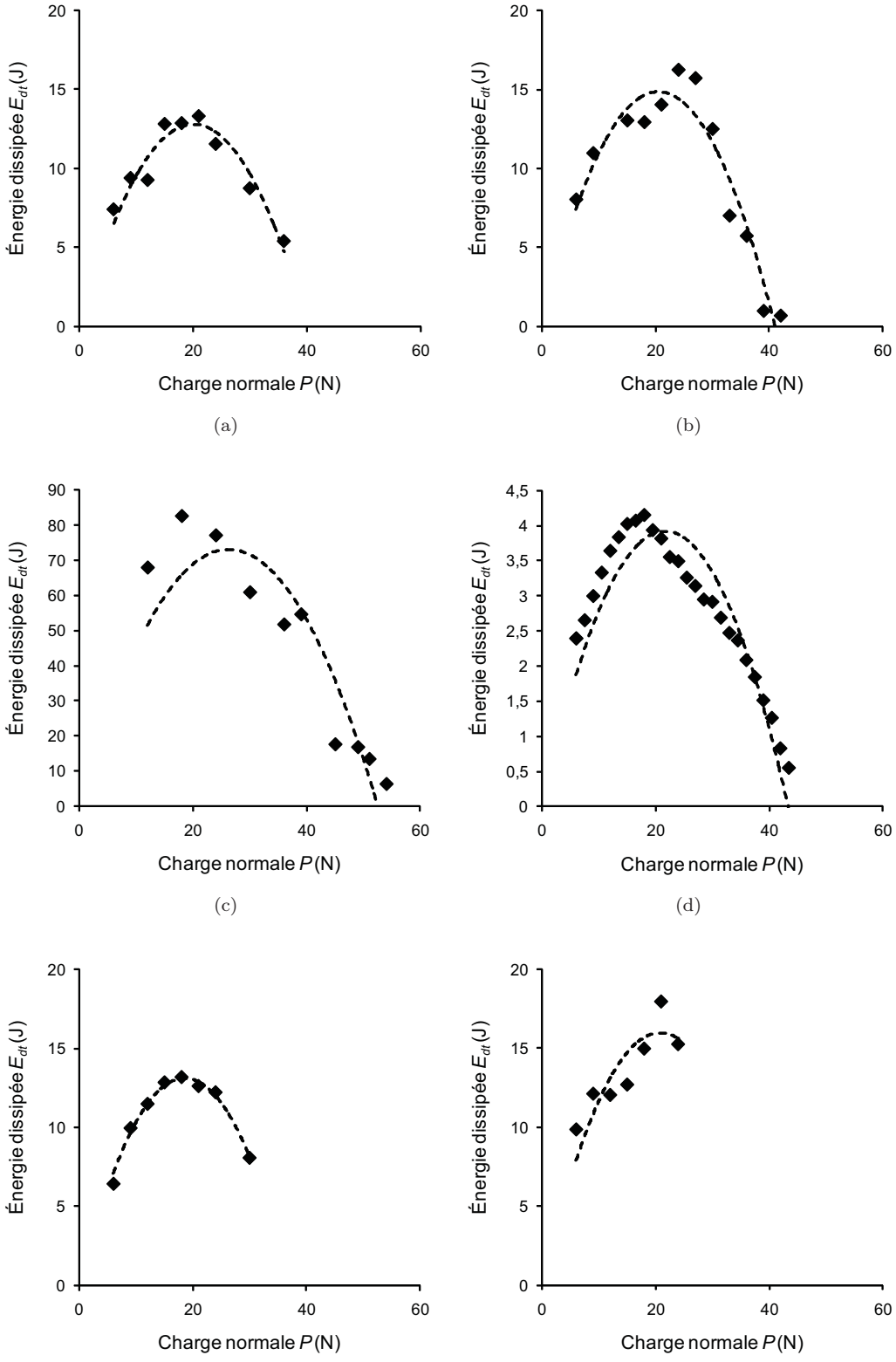


FIGURE 4.10: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 6 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/A99 charges progressives, (b) A99/A99S2 charges progressives, (c) A99/A99S2 charges constantes, (d) A99/A99S2 charges progressives sans ouverture du contact, (e) A99/A100S charges progressives, (f) A99b/A99b charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).

b) Implication du modèle

Cette démarche a cependant tendance à fortement moyenner les effets locaux, mais à faciliter les comparaisons et permet surtout de prévoir le comportement de couples des matériaux étudiés pour d'autres conditions de fretting non réalisées au cours du présent travail.

Ainsi, le premier palier de charge pour l'échantillon A99S2 a été effectué à 6 N pendant 10^4 cycles alors que le premier essai à charge constante a été menée à 12 N pendant $5{\cdot}10^4$ cycles. Les équations précédentes permettent de comparer ces deux conditions de chargement en calculant la distance parcourue D_0 d'un essai à charge constante de 6 N pendant 10^4 cycles :

$$\begin{aligned} D_0 &= (\alpha_0 P + 4\delta_i)\, N \qquad \text{soit} \\ D_0 &= (-6,06 \cdot 10^{-6} \cdot 6 + 4 \cdot 75 \cdot 10^{-6})\, 10^{-4} = 2,64\,\text{m} \end{aligned} \tag{4.10}$$

Cette valeur est à comparer avec les $2,68\,\text{m}$ obtenue dans les mêmes conditions pour le premier palier en charge progressive soit une différence de 1,5 %.

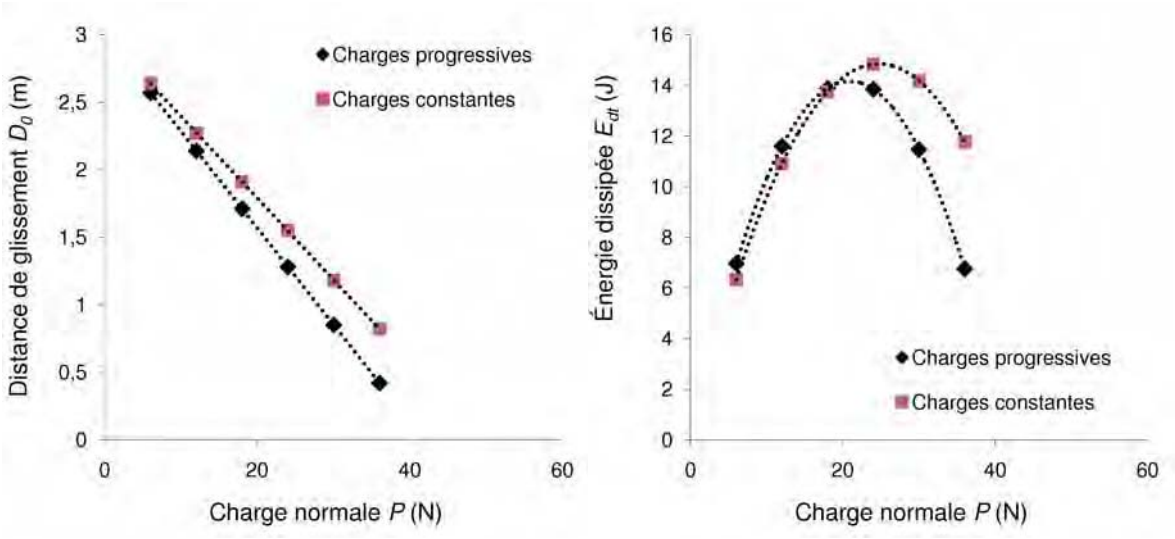
En termes d'énergie dissipée, nous suivons la même méthode :

$$\begin{aligned} E_{dt} &= (\alpha_0 P + 4\delta_i)\, \mu P N \qquad \text{soit} \\ E_{dt} &= (-6,06 \cdot 10^{-6} \cdot 6 + 4 \cdot 75 \cdot 10^{-6})\, 0,400 \cdot 6 \cdot 10^4 = 6,32\,\text{J} \end{aligned} \tag{4.11}$$

Cette valeur d'énergie dissipée est à comparer avec 8,4 J obtenue en chargement progressif. Cependant, si on effectue le même calcul avec un coefficient de frottement de 0,53 correspondant à celui enregistré pour la charge constante la plus proche (12 N), on obtient alors 8,38 J soit pratiquement la même valeur qu'en charge progressive. Cette analyse sommaire montre une grande équivalence des résultats et montre que lors du début du glissement, les paramètres mesurés sont extrêmement proches. La même méthode a été adoptée pour des charges de 12 à 36 N (tableau 4.8). On constate que plus le nombre de palier augmente à charges progressives, plus l'écart augmente avec les charges constantes (fig. 4.11a et b).

TABLE 4.8: Application de la modélisation sur les paramètres D_0 et E_{dt}.

Charge appliquée (N)	Distance à charges progressives (m)	Distance à charges constantes (m)	Énergie dissipée à charges progressives (J)	Énergie dissipée à charges constantes (J)
6	2,57	2,64	6,97	6,33
12	2,14	2,27	11,60	10,91
18	1,71	1,91	13,89	13,75
24	1,28	1,55	13,85	14,84
30	0,85	1,18	11,47	14,18
36	0,42	0,82	6,76	11,78



(a) (b)

FIGURE 4.11: Application de la modélisation sur (a) la distance de glissement D_0, et (b) l'énergie dissipée E_{dt} du couple A99/A99S2 à charges progressives et charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).

c) Estimation des incertitudes expérimentales

Les valeurs obtenues étant assez proches, il est nécessaire d'estimer le degré de confiance des résultats du modèle. Les incertitudes sur les valeurs de α_0 et de μ, notées, $\triangle\alpha_0$ et $\triangle\mu$ ont été assimilées aux écarts-types fournis par le logiciel OriginPro à partir du coefficient de régression R^2 associé au calcul de la droite de régression correspondante.

$\triangle\alpha$ correspond à l'écart-type estimé de la pente de la régression linéaire des données de $D_0(P)$. Il est calculé à partir de l'équation suivante :

$$\triangle\alpha = \left[\frac{\frac{1}{n-2}\sum_{i=1}\left[D_{0_i} - P_i \left[\frac{\sum_{i=1}^{n} D_{0_i}(P_i - \bar{P})}{SCE\,(P)} \right] + \sum_{i=1}^{n} D_{0_i} \left[\frac{1}{n} - \bar{P}\frac{(P_i - \bar{P})}{SCE\,(P)} \right] \right]}{SCE\,(P)} \right]^{\frac{1}{2}} \tag{4.12}$$

dans laquelle le terme $SCE(P)$ représente la somme des carrés des écarts des charges appliquées :

$$SCE(P) = \sum_{i=1}^{n}(P_i - \bar{P})^2 \tag{4.13}$$

On applique la même méthode pour calculer l'écart-type estimé $\triangle\mu$ du coefficient de frottement soit :

$$\triangle\mu = \left[\frac{\frac{1}{n-2}\sum_{i=1}\left[Q_i - P_i\left[\frac{\sum_{i=1}^{n} Q_i(P_i-\bar{P})}{SCE\,(P)}\right] + \sum_{i=1}^{n} Q_i\left[\frac{1}{n} - \bar{P}\frac{(P_i-\bar{P})}{SCE\,(P)}\right]\right]}{SCE\,(P)} \right]^{\frac{1}{2}} \tag{4.14}$$

Le niveau de confiance a été augmenté à 93% sur les valeurs d'incertitude $\triangle\alpha$, $\triangle\mu$ en les multipliant par un facteur d'élargissement $k = 2$ pour 10 valeurs (loi de Student).

Les incertitudes sur le taux de glissement α_0 le seuil de grippage G et l'énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}$, notées respectivement $\triangle\alpha_0$, $\triangle G$ et $\triangle E_{dt_{max}}$ peuvent être calculées en utilisant $\triangle\alpha$, $\triangle\mu$ grâce aux équations suivantes :

$$\triangle\alpha_0 = \frac{\triangle\alpha}{N} \tag{4.15}$$

$$\triangle G = \frac{\triangle\delta}{\mid \alpha_0 \mid} + \delta_i \cdot \frac{\triangle\alpha_0}{\alpha_0^2} \tag{4.16}$$

$$\triangle E_{dt_{max}} = E_{dt_{max}}\left(\frac{\triangle\mu}{\mu} + \frac{\triangle\alpha_0}{\mid \alpha_0 \mid} + 2\cdot\frac{\triangle\delta}{\delta_i}\right) \tag{4.17}$$

$$\frac{\triangle E_{dt_{max}}}{N} = \frac{4\delta_i}{\mid \alpha_0 \mid}\left(\delta_i\triangle\mu + \frac{\mu\delta_i\triangle\alpha_0}{\mid \alpha_0 \mid} + 2\mu\triangle\delta\right) \tag{4.18}$$

L'ensemble des erreurs absolues de mesure calculées est rassemblées dans le tableau 4.9 en prenant une incertitude sur le déplacement $\triangle\delta = 2$ µm.

TABLE 4.9: Incertitudes absolues sur les paramètres de fretting calculés pour dans différentes conditions de chargement.

Échantillon	$\triangle D_i$ (m)	$\triangle\alpha$ (m·N^{-1})	$\triangle\alpha_0$ (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	$\triangle\mu$	$\triangle G$ (N)	$\triangle E_{dt_{max}}$ (J)	$\frac{\triangle E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
A99	0,08	0,004	0,4	0,01	0,8	1,7	0,17
A99S2	0,08	0,003	0,3	0,01	0,7	1,6	0,16
A99S2	0,40	0,012	0,2	0,03	0,8	11,6	0,23
A99S2	0,02	0,001	0,2	0,02	0,6	0,5	0,17
A100S	0,08	0,005	0,5	0,01	0,9	2,0	0,20
A99b	0,08	0,012	1,2	0,02	1,2	3,1	0,31

TABLE 4.10: Incertitudes relatives sur les paramètres de fretting calculés pour dans différentes conditions de chargement.

Échantillon	$\triangle D_i/D_i$ (%)	$\triangle \alpha_0/\alpha_0$ (%)	$\triangle \mu/\mu$ (%)	$\triangle G/G$ (%)	$\triangle E_{dt_{max}}/E_{dt_{max}}$ (%)
A99	2,7	5,2	2,3	2,0	13
A99S2	2,7	4,5	1,7	1,8	11
A99S2	2,7	4,0	6,3	1,7	16
A99S2	2,7	3,0	3,4	1,4	12
A100S	2,7	6,8	3,0	2,4	15
A99b	2,7	12,2	2,3	3,7	20

Les incertitudes relatives sur α_0, μ, G restent très raisonnables et ne dépassent jamais quelques pourcents (tableau 4.10). L'incertitude relative sur $E_{dt_{max}}/N$ pourtant peut atteindre 20%.

d) Synthèse des résultats

Différentes alumines ont été étudiées en fretting à débattements libres :

- Une alumine à 99,7% frittée naturelle (A99)
- Une alumine à 99,7% frittée SPS (A99S2)
- Une alumine pure frittée SPS (A100S)

Deux modes de chargement ont été proposés :

- Un chargement progressif par paliers successifs jusqu'au grippage.
- Un chargement constant au cours du temps.

Les alumines ont montré un comportement similaire jusqu'au grippage :

- Décroissance linéaire de la distance parcourue avec la charge jusqu'au grippage.
- Constance du coefficient de frottement jusqu'au grippage.
- Présence d'une charge de dissipation d'énergie maximale à mi-chemin de grippage.

Une modélisation des résultats a permis de décrire chaque type d'essais grâce à quatre paramètres accompagnés de leur incertitude (tableau 4.11) :

- Un taux de glissement α_0 (exprimé en $\mu m \cdot N^{-1} \cdot cycle^{-1}$)
- Un coefficient de frottement μ
- Un seuil de grippage G (en N)
- Une énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}/N$ (exprimé en $mJ \cdot cycle^{-1}$).

TABLE 4.11: Synthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	mode de chargement	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
A99	Progressif	-7,7 ± 0,4	0,44 ± 0,01	39,2 ± 0,8	1,29 ± 0,17
A99S2	Progressif	-7,2 ± 0,3	0,45 ± 0,01	41,8 ± 0,7	1,42 ± 0,16
A99S2	Constant	-6,1 ± 0,2	0,40 ± 0,03	49,5 ± 0,8	1,49 ± 0,23
A99S2	Progressif continu	-6,8 ± 0,2	0,43 ± 0,02	44,3 ± 0,6	1,43 ± 0,17
A100S	Progressif	-7,7 ± 0,5	0,46 ± 0,02	39,0 ± 0,9	1,34 ± 0,20
A99b	Progressif	-9,5 ± 1,2	0,67 ± 0,02	31,4 ± 1,2	1,58 ± 0,31

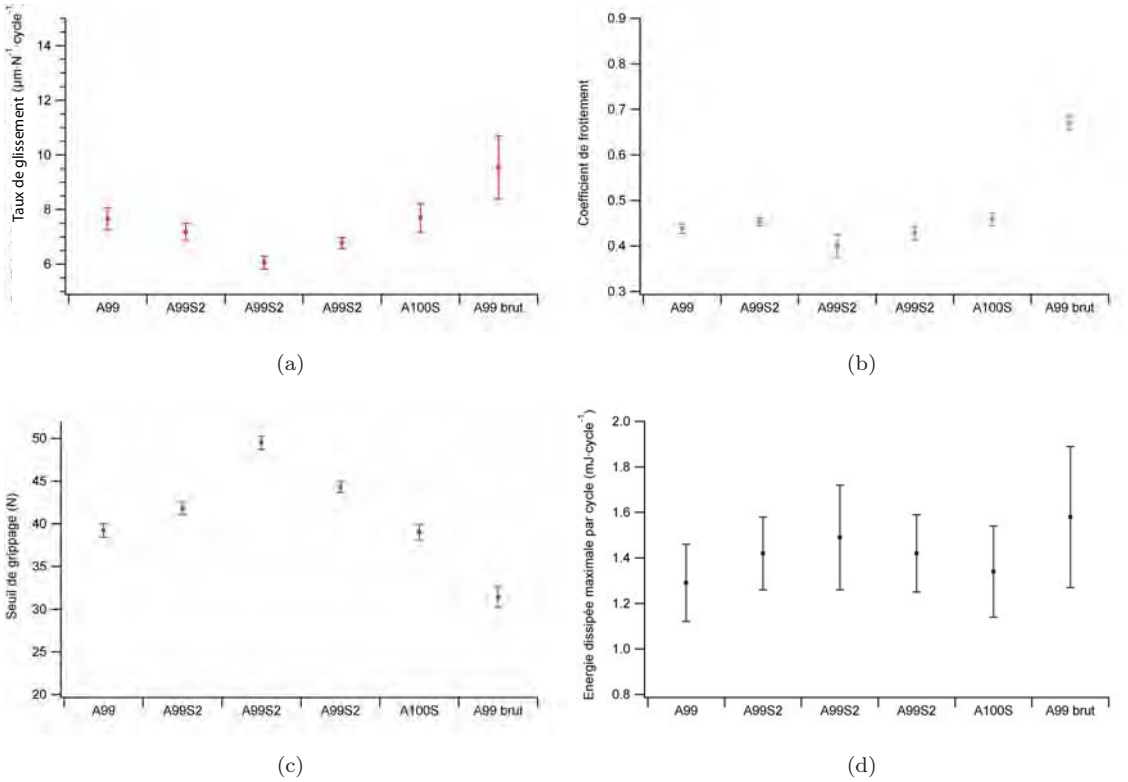


FIGURE 4.12: Taux de glissement α_0, coefficient de frottement μ, seuil de grippage G, l'énergie dissipée maximale $E_{dt_{max}}/N$ pour les différentes alumines étudiées (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

L'influence du mode d'élaboration et de la pureté de l'alumine est relativement faible et leurs différences sont proches des incertitudes de mesure (fig. 4.12). En revanche, l'état de surface et le mode de chargement sont des paramètres prépondérants. En ne considérant que le coefficient de frottement et le seuil de grippage, les comparaisons deviennent :

— L'alumine SPS (A99S2) montre un coefficient de frottement et un seuil de grippage légèrement plus élevés (0,45±0,01 et 41,8±0,7 N) que l'alumine frittée naturelle (A99) (0,44±0,01 et 39,2±0,8 N) et l'alumine pure SPS (A100S) (0,46±0,02 et 39,0±0,9 N).

— Le mode de chargement progressif est défavorable par rapport à un chargement constant : augmentation du coefficient de frottement (passage de 0,45±0,01 à 0,40±0,03) et réduction du seuil de grippage (41,8±0,7 N à 49,5±0,8 N).

4.1.3. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-FeCr

Dans cette partie, le but est d'analyser l'influence de l'ajout des micro et nanoparticules de fer-chrome dans la matrice alumine sur le glissement et les conditions d'apparition du grippage de l'alumine, ainsi que le comportement d'usure.

a) Influence de la teneur des particules de fer-chrome

Trois composites avec des teneurs en particules métalliques différents (7 %FeCr, 10 %FeCr, 20 %FeCr) ayant été élaborés dans les mêmes conditions de frittage SPS (1350°C, 3', 150 MPa), ont été testés en chargement progressif. Les paramètres associés à chaque palier sont rassemblés dans les tableaux 4.12, 4.13 et 4.14. Des bûches de fretting caractéristiques sont illustrées par les figures 4.13, 4.14 et 4.15, dans lesquelles ont été également tracées l'évolution de la distance parcourue D_0 et de la force tangentielle Q en fonction de la charge appliquée.

On retrouve l'évolution linéaire de D_0 et de μ en fonction de la charge appliquée P comme pour les essais avec les alumines. Le modèle mis en place peut s'appliquer. Les paramètres du modèle calculés dans les trois cas donnent des valeurs très proches avec cependant un meilleur comportement avec l'échantillon à 10 % de FeCr (tableau 4.15).

TABLE 4.12: Paramètres de frottement du couple A99/7FC2 à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,03	2,62	7,93	0,51
9	4,52	2,47	11,15	0,50
12	5,60	2,10	11,75	0,47
15	6,56	1,92	12,60	0,44
18	7,79	1,58	12,31	0,43
21	8,96	1,29	11,58	0,43
24	10,32	1,21	12,45	0,43
27	11,74	0,93	10,88	0,43
30	13,31	0,72	9,61	0,44
33	14,77	0,33	4,88	0,45

On constate que ces seuils de grippage sont globalement plus bas que celui de l'échantillon A99S2 élaboré et testé dans des mêmes conditions. Ainsi pour l'échantillon 10FC2

le seuil a baissé à 37 N comparé à 41,7 N obtenu avec l'échantillon A99S2 puis remonte légèrement à 38,5 N pour 20FC2 (fig. 4.16a). De même, l'augmentation en teneur de FeCr diminue le coefficient de frottement de 0,45 à 0,43 (fig. 4.16b), mais cette diminution est peu significative.

TABLE 4.13: Paramètres de frottement du couple A99/10FC2 à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,88	2,61	7,51	0,48
9	4,34	2,16	9,36	0,48
12	5,51	2,10	11,54	0,46
15	6,46	1,95	12,63	0,43
18	7,82	1,61	12,59	0,43
21	9,75	1,14	11,08	0,46
27	12,85	0,79	10,16	0,48

TABLE 4.14: Paramètres de frottement du couple A99/20FC2 à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	4,11	2,43	8,96	0,69
9	3,84	2,33	11,12	0,43
12	5,10	2,18	11,66	0,43
15	6,26	1,86	11,32	0,42
18	7,62	1,49	10,29	0,42
21	8,94	1,15	11,56	0,43
27	10,34	1,12	11,33	0,43
30	13,00	0,73	9,50	0,43
36	14,98	0,08	1,20	0,42

TABLE 4.15: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
7FC2	3 ± 0,08	-7,7 ± 0,2	0,44 ± 0,01	39,0 ± 0,6	1,29 ± 0,13
10FC2	3 ± 0,08	-8,1 ± 0,4	0,46 ± 0,01	37,0 ± 0,7	1,17 ± 0,16
20FC2	3 ± 0,08	-7,8 ± 0,3	0,43 ± 0,02	38,5 ± 0,7	1,24 ± 0,17

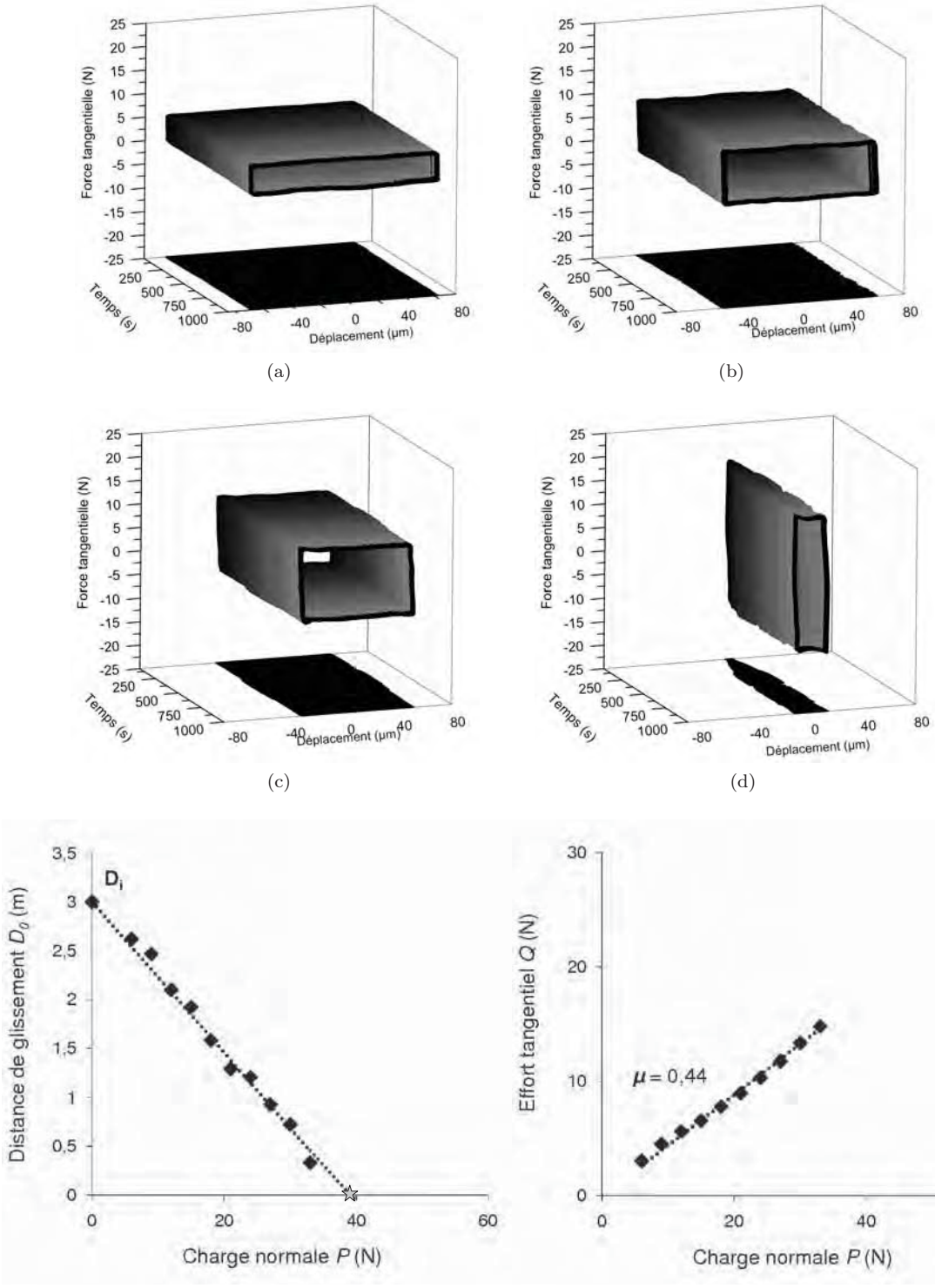


FIGURE 4.13: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/7FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 33 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).

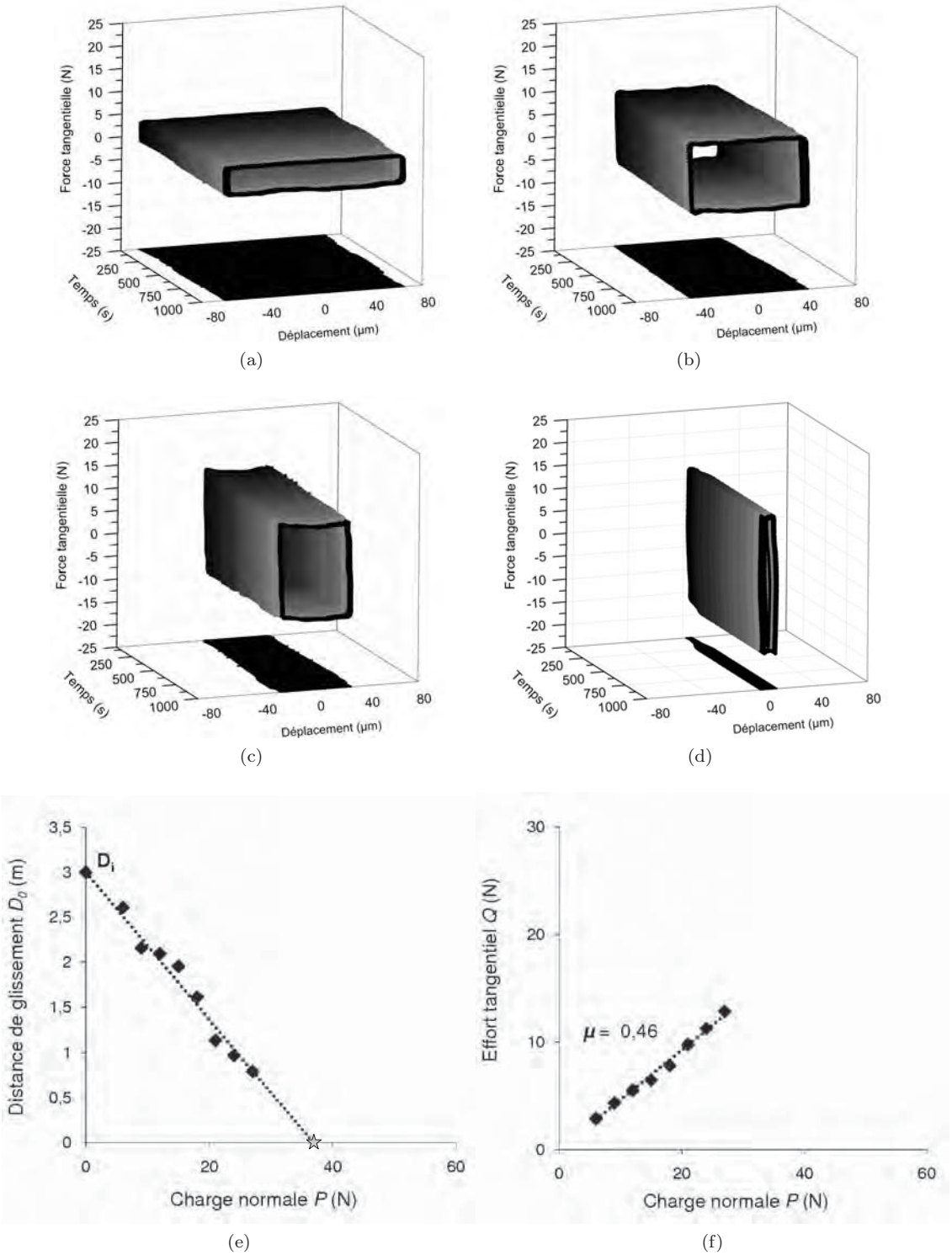


FIGURE 4.14: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/10FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 18 N, (c) 24 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

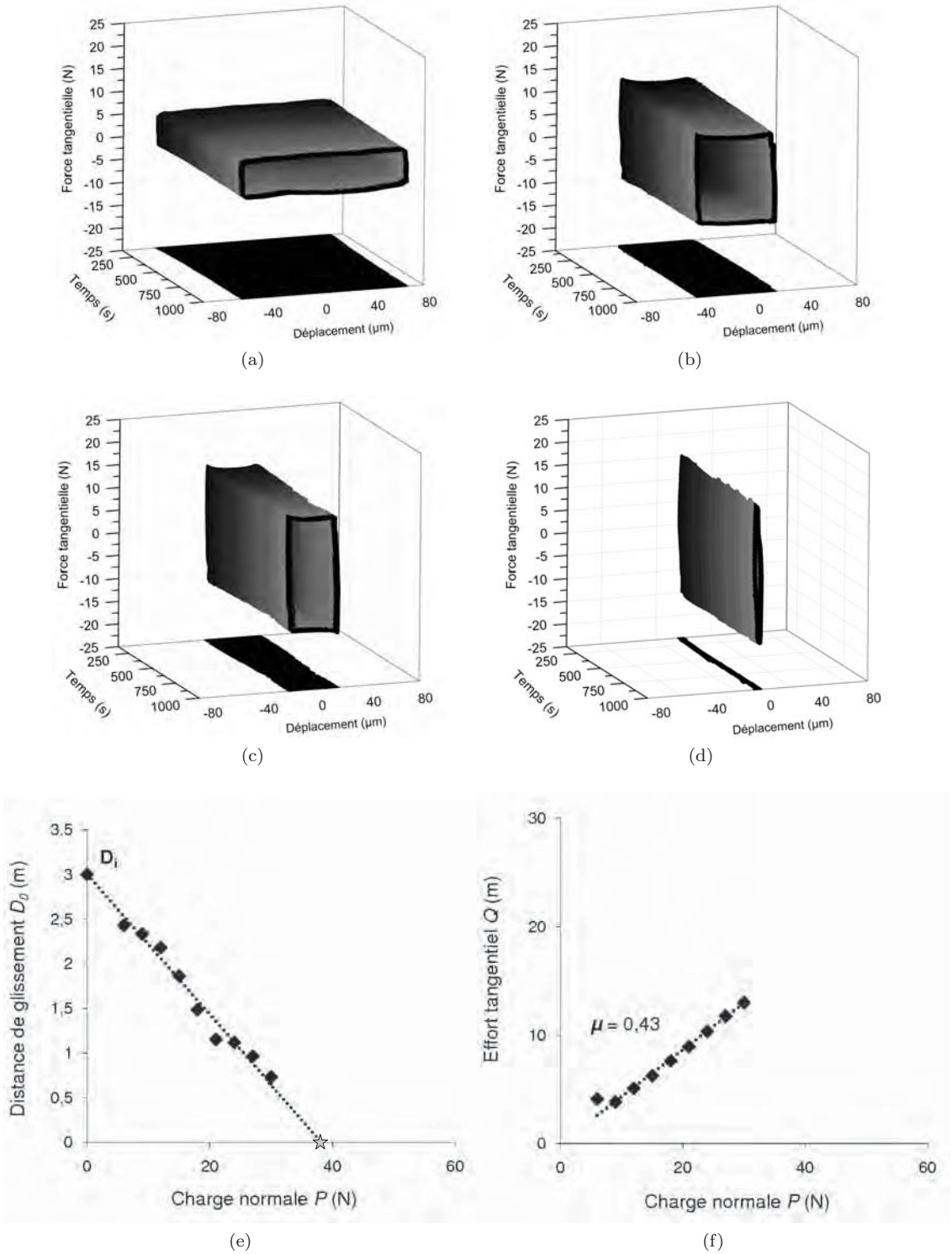
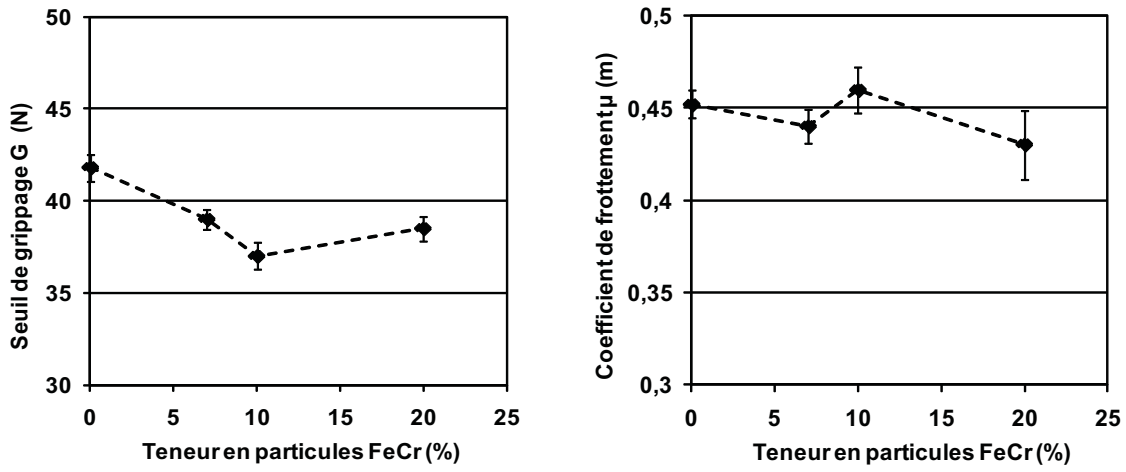


FIGURE 4.15: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/20FC2 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 24 N, (c) 30 N, (d) 36 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).



(a) (b)

FIGURE 4.16: Influence de la teneur en particules métalliques fer-chrome sur le seuil de grippage G et le coefficient de frottement μ : contacts A99/A99S2, A99/7FC2, A99/10FC2 et A99/20FC2 ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

b) Influence des conditions de frittage

Deux composites avec des teneurs en particules métalliques de 7% FeCr et 10% FeCr ont été obtenus dans des conditions de frittage SPS différentes (1375 °C, 3', 100 MPa) des composites du paragraphe précédent (1350 °C, 3', 150 MPa). Les résultats de fretting obtenus en chargement progressif sont rassemblés dans les tableaux 4.16 et 4.17. Des bûches de fretting correspondants à ces essais sont données dans les figures 4.17 et 4.18.

TABLE 4.16: Paramètres de frottement du couple A99/7FC1 à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
9	4,58	2,33	10,67	0,51
12	5,62	2,16	12,12	0,47
15	6,8	1,91	13,02	0,45
18	8,21	1,59	13,05	0,46
21	9,53	1,26	11,98	0,45
24	11,01	1,20	13,20	0,46
30	14,21	0,50	7,17	0,47

TABLE 4.17: Paramètres de frottement du couple A99/10FC1 à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	2,27	2,64	6,00	0,38
9	3,74	2,39	8,94	0,42
12	4,94	2,26	11,15	0,41
15	6,2	1,96	12,17	0,41
18	8,5	1,67	14,24	0,47
21	8,68	1,39	12,03	0,41
24	9,67	1,12	10,83	0,40

Les courbes de $D_0(P)$ et de $\mu(P)$ du couple A99/7FC1 présentent les mêmes allures linéaires que A99/7FC2 (fig. 4.17e et f). Cependant, le seuil de grippage G de 7FC1 (38,0 N) est légèrement plus bas par rapport à celui de 7FC2 (39,0 N), ce qui est cohérent avec une légère augmentation du coefficient de frottement μ qui passe de 0,44 (7FC2) à 0,46 (7FC1) (tableau 4.18).

En revanche, le seuil de grippage de 10FC1 (41,1 N) est plus élevé par rapport à celui de 10FC2 (37,0 N) et s'accompagne d'une réduction du coefficient de frottement de 0,46 (10FC2) à 0,42 (10FC1), (fig. 4.18e et f).

TABLE 4.18: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
7FC1	3 ± 0,08	-7,9 ± 0,3	0,46 ± 0,01	38,0 ± 0,7	1,31 ± 0,15
10FC1	3 ± 0,08	-7,3 ± 0,4	0,42 ± 0,02	41,1 ± 0,8	1,42 ± 0,22

Comparé à l'alumine A99S2, l'introduction de FeCr réduit comme précédemment le seuil de grippage comme le coefficient de frottement, mais l'influence de la teneur en particules de FeCr est plus tranchée : une teneur de 7% FeCr réduit le seuil de grippage sans variation du coefficient de frottement alors que la teneur de 10% FeCr maintient le seuil de grippage à la valeur de l'alumine seule (fig. 4.19a), mais réduit le coefficient de frottement (fig. 4.19b).

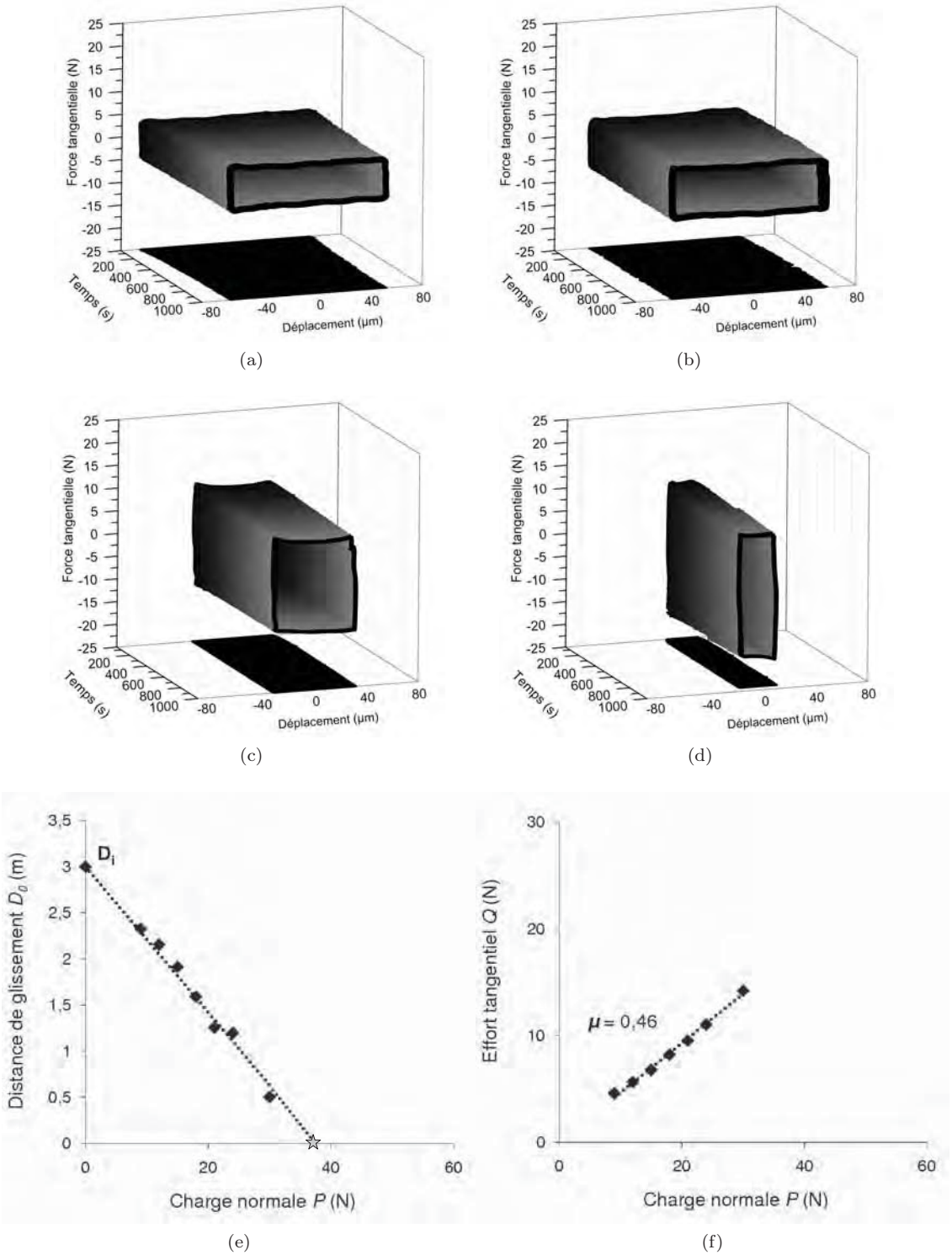


FIGURE 4.17: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/7FC1 pour les paliers de charge (a) 9 N, (b) 12 N, (c) 24 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

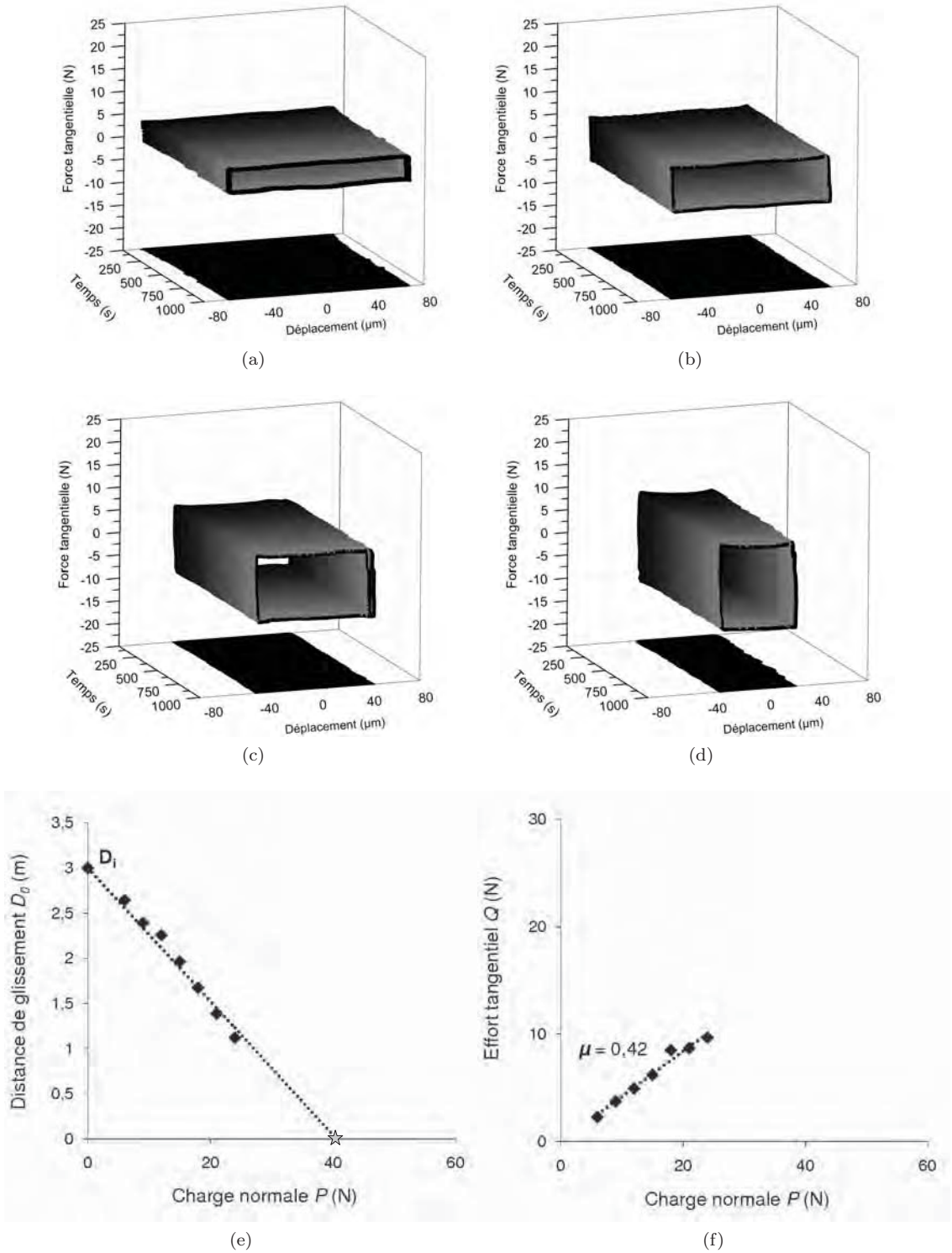
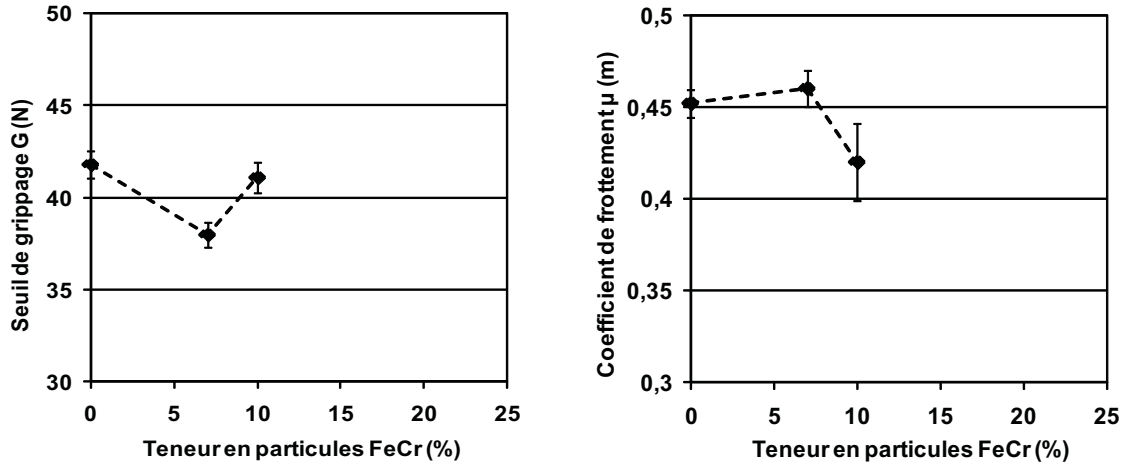


FIGURE 4.18: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/10FC1 pour les paliers de charge (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 24 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).



(a) (b)

FIGURE 4.19: Influence de la teneur en particules métalliques fer-chrome sur le seuil de grippage G et le coefficients de frottement μ : contacts A99/A99S2, A99/7FC1 et A99/10FC1 (δ_i = 75 µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

c) Influence du mode de chargement

Comme dans le cas des alumines, des essais à charges constantes ont été effectués sur le composite 7FC2 entre 15 N et 48 N pendant $5{\cdot}10^4$ cycles (tableau 4.19). Les résultats obtenus montrent un comportement similaire à celui observé avec A99S2 étudié dans les mêmes conditions : élévation du seuil de grippage G et réduction du coefficient de frottement μ par rapport aux essais à charges progressives (fig. 4.20 e, f).

Les valeurs obtenues sont même complètement comparables avec celles du A99S2 à chargement constant, ce qui tend à montrer la faible influence de l'apport des particules FeCr dans ces conditions de sollicitation (tableau 4.20).

TABLE 4.19: Paramètres de frottement du couple A99/7FC2 à charges constantes (δ_i = 75 µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
15	5,98	10,72	12,82	0,40
24	10,56	6,96	14,70	0,44
30	12,26	5,46	13,39	0,41
36	15,00	3,64	10,92	0,42
45	15,60	2,60	8,11	0,35
48	15,70	0,40	1,26	0,33

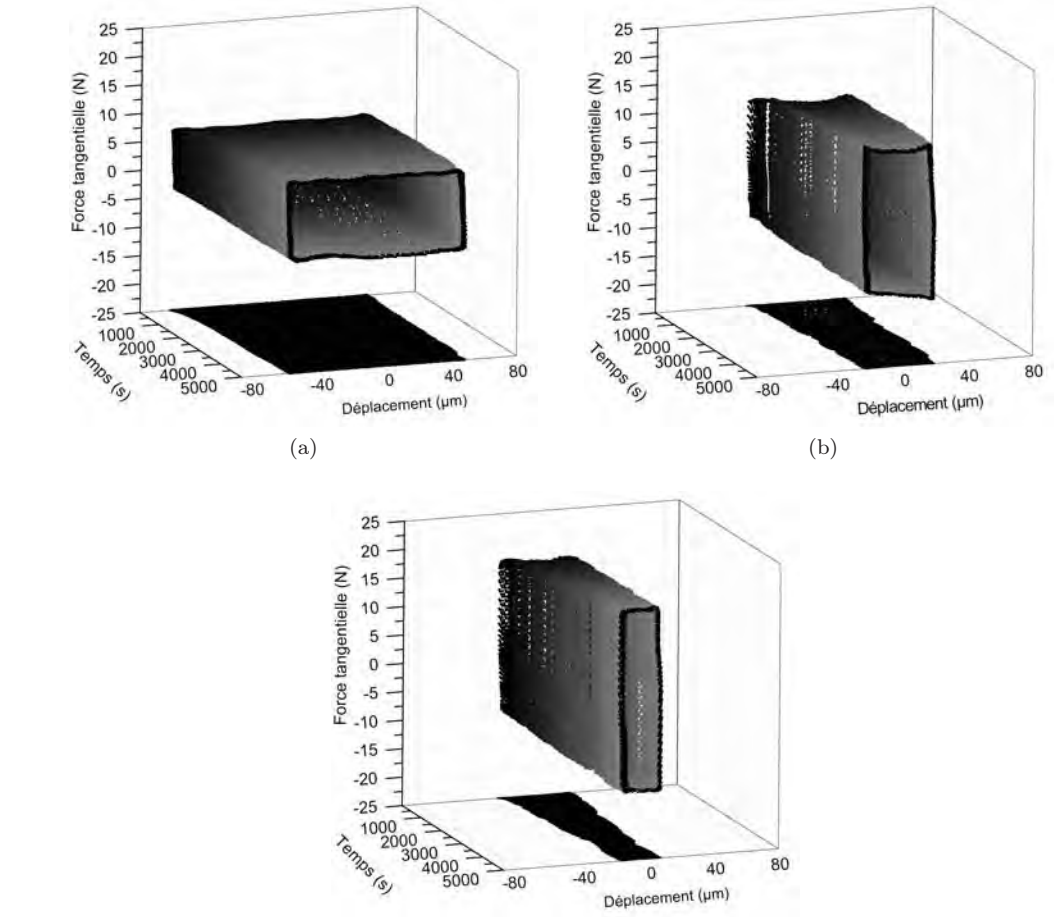


FIGURE 4.20: Bûches de fretting du couple A99/7FC2 pour les charges (a) 15 N, (b) 30 N, (c) 36 N, (d) Évolution de la distance de glissement D_0, et (e) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P en chargement constant ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

TABLE 4.20: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement constant.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
7FC2	3 ± 0,08	-7,7 ± 0,2	0,44 ± 0,01	39,0 ± 0,6	1,29 ± 0,13
7FC2	15 ± 0,4	-6,0 ± 0,4	0,39 ± 0,04	50,0 ± 1,2	1,39 ± 0,31
A99S2	15 ± 0,4	-6,1 ± 0,2	0,40 ± 0,03	49,5 ± 0,8	1,49 ± 0,23

d) Énergie dissipée

Les courbes $E_{dt}(P)$ pour l'ensemble des essais effectués avec les composites FeCr sont rassemblées à la figure 4.21. Les écarts constatés avec la parabole passant par les points expérimentaux proviennent de l'accumulation des incertitudes des différentes mesures.

e) Synthèse des résultats

Des composites à matrice alumine comportant des particules métalliques de FeCr élaborés par SPS ont été étudiés en fretting à débattements libres. Trois teneurs en FeCr ont été sélectionnées (7 % FeCr, 10 % FeCr et 20 % FeCr).

Le comportement général des composites alumine est semblable aux alumines sans particules métalliques :

— décroissance de la distance parcourue D_0 et constance du coefficient de frottement μ avec la charge jusqu'au grippage.

— augmentation du seuil de grippage G et réduction du coefficient de frottement μ en chargement constant par rapport au chargement progressif.

L'introduction des particules métalliques conduit à de légères modifications des performances en fretting par rapport à l'alumine seule :

— les coefficients de frottement μ comme les seuils de grippage sont équivalents, voire légèrement inférieurs.

— la réduction du coefficient de frottement μ s'accompagne généralement d'une augmentation du seuil de grippage G.

La teneur en particules métalliques a une faible influence : la teneur de 10 %FeCr a conduit à la fois au plus bas coefficient de frottement (0,42) et au plus haut seuil de grippage (41,1 N) pour 7FC1 et au plus haut coefficient de frottement (0,46) et au plus bas seuil de grippage (37,0) pour 7FC2 (tableau 4.21).

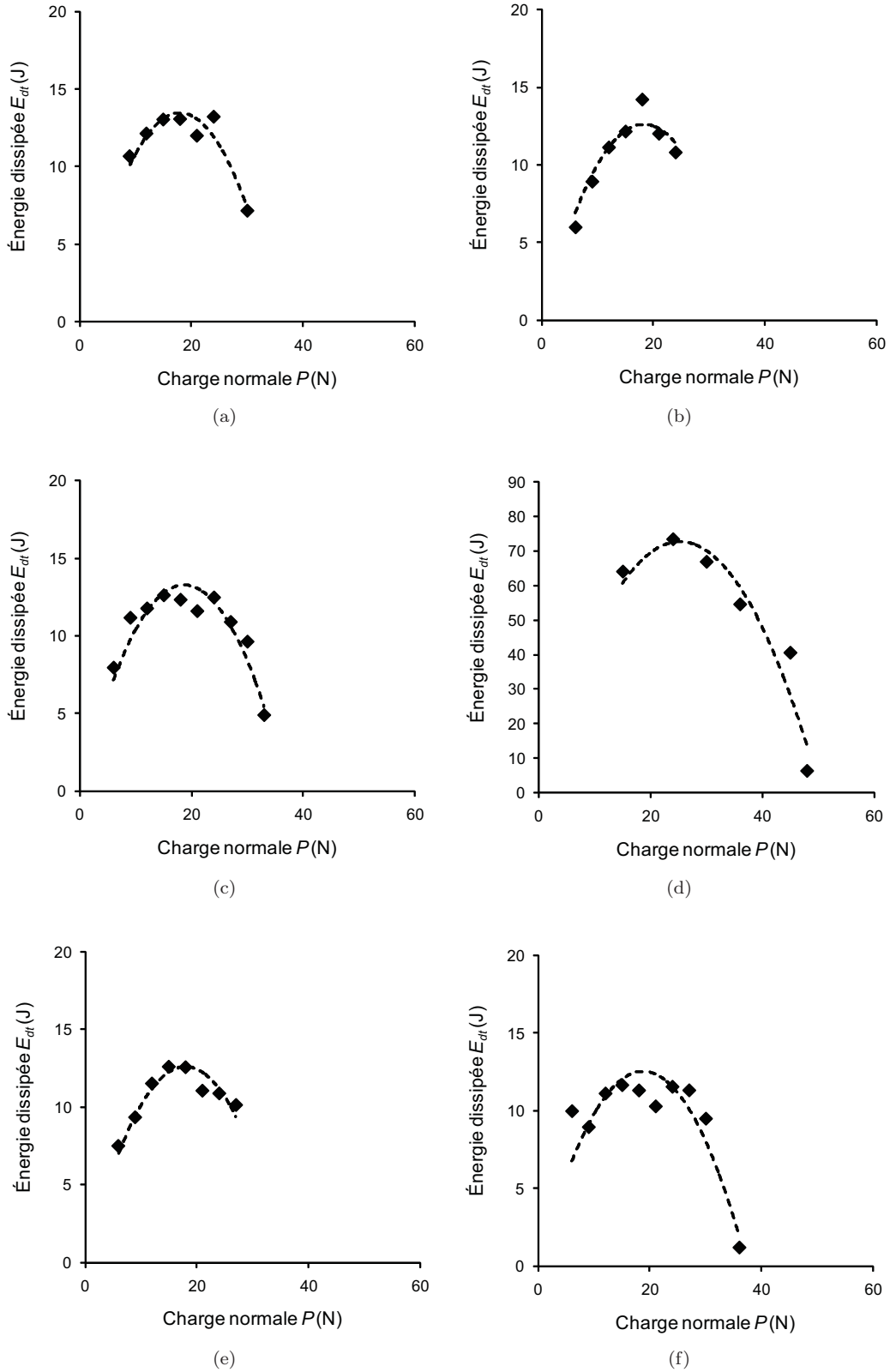


FIGURE 4.21: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 6 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/7FC1 charges progressives, A99/10FC1 charges progressives, A99/7FC2 charges progressives, A99/7FC2 charges constantes, A99/10FC2 charges progressives, A99/20FC2 charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).

TABLE 4.21: fSynthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	Mode de chargement	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
7FC1	Progressif	-7,9 ± 0,3	0,46 ± 0,01	38,0 ± 0,7	1,31 ± 0,15
10FC1	Progressif	-7,3 ± 0,4	0,42 ± 0,02	41,1 ± 0,8	1,42 ± 0,22
7FC2	Progressif	-7,7 ± 0,2	0,44 ± 0,01	39,0 ± 0,6	1,29 ± 0,13
7FC2	Constant	-6,0 ± 0,4	0,39 ± 0,04	50,0 ± 1,2	1,39 ± 0,31
10FC2	Progressif	-8,1 ± 0,4	0,46 ± 0,01	37,0 ± 0,7	1,17 ± 0,16
20FC2	Progressif	-7,8 ± 0,3	0,43 ± 0,02	38,5 ± 0,7	1,24 ± 0,17

4.1.4. USURE DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3- FeCr

a) Observations des traces d'usure des alumines

L'ensemble des traces observées présente une forme globalement elliptique. Le grand axe est orienté dans la direction du déplacement et le petit axe correspond au diamètre de contact. L'amplitude réelle du déplacement est donnée par la différence de longueur entre grand et petit axe.

Dans tous les cas, on peut distinguer deux zones principales sur les disques (fig. 4.22 et 4.23) :

— une zone centrale correspondant à la trace effective d'usure, pouvant présenter de petites stries d'abrasion et recouverte plus ou moins complètement d'une fine couche de débris de très petite taille fortement cisaillée. Cette zone correspond à l'aire de production et de circulation des débris que l'on associe respectivement au débit source et au débit interne du troisième corps.

— une zone périphérique constituée d'amas de débris agglomérés de plus grande taille, repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction du déplacement. Cette zone d'éjection définitive des débris est associée au débit d'usure.

Pour les essais menés à charges progressives, la zone périphérique présente des vagues successives de débris éjectés correspondant à la réduction régulière de l'amplitude de déplacement à chaque palier de charge (fig. 4.22b). La vague la plus externe est constituée des débris produits à faible charge et la vague la plus interne à celle de la plus haute charge avant grippage.

Pour les essais à charge constante, on retrouve le même faciès d'usure en forme d'ellipse loin du seuil de grippage (fig. 4.23a) alors que la trace prend une forme plus circulaire près du grippage (fig. 4.23b).

Dans la zone centrale et périphérique de la trace, les stries d'abrasion et une couche de débris sont toujours présentes (fig. 4.23c à f). Les amas de débris de plus grande taille

sont agglomérés sur certaines zones à l'intérieur de la trace (fig. 4.23d) comparativement à ceux repoussés hors du contact sur les traces à charge progressive.

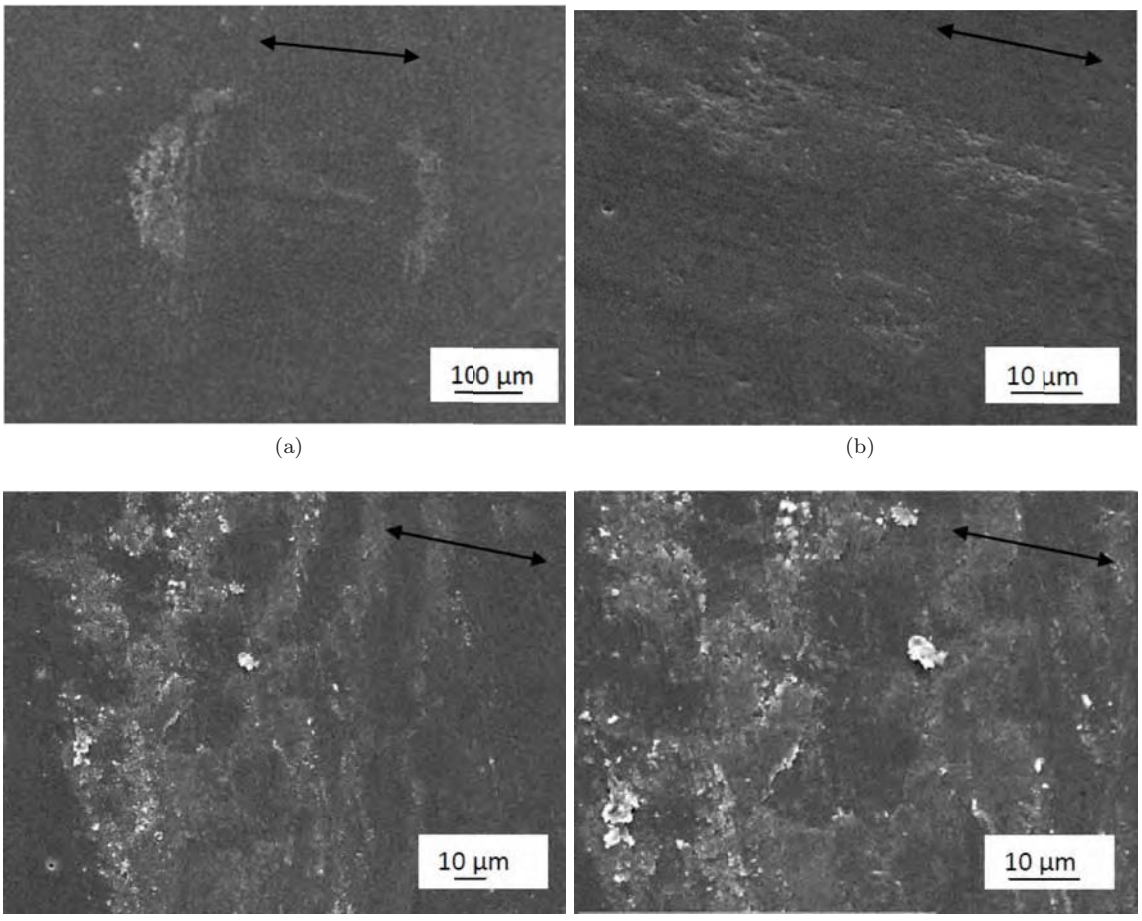
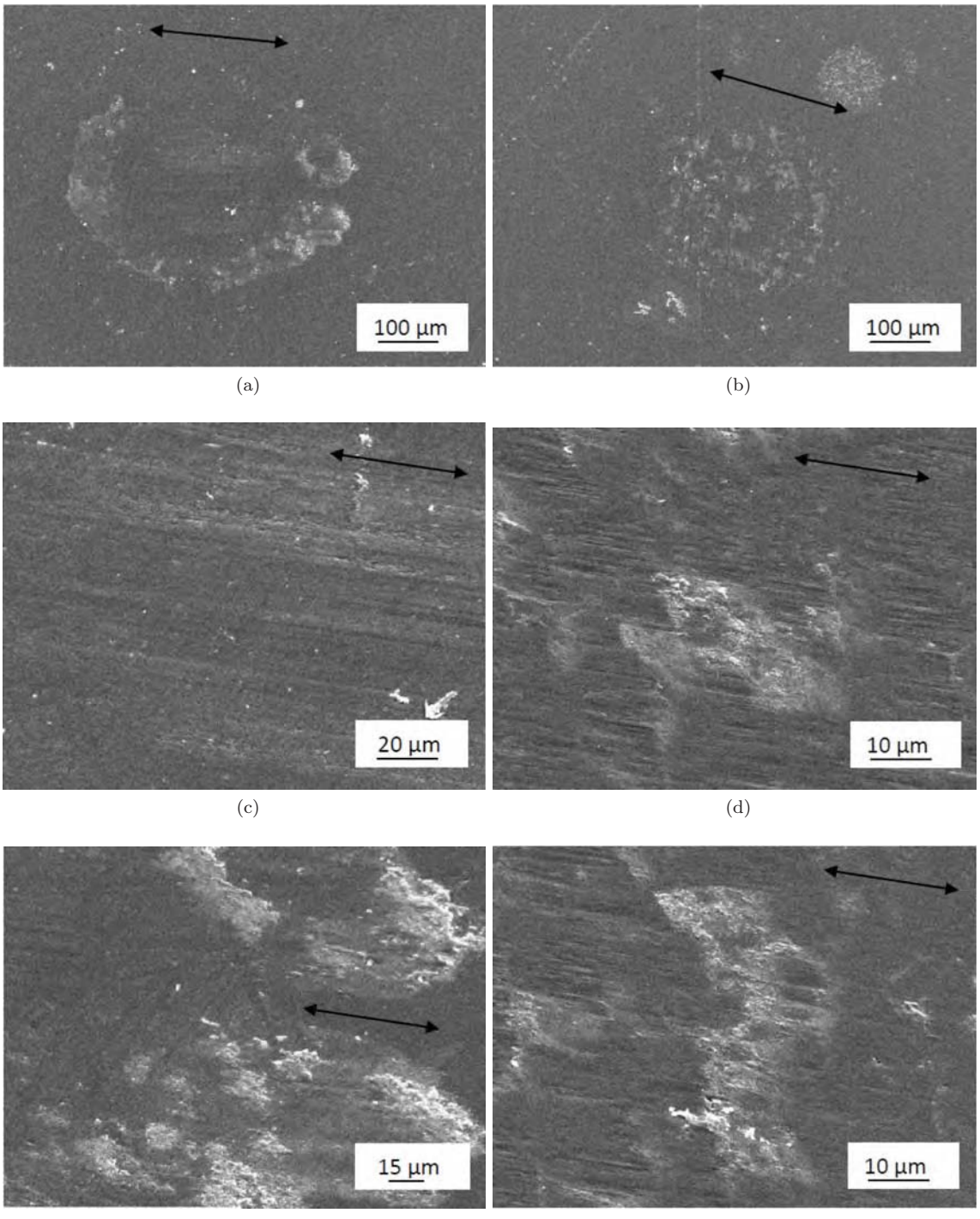


FIGURE 4.22: Trace d'usure sur le disque A99S2 à charge progressive mené jusqu'au grippage à 42 N (a) vue générale, (b) centre de la trace, (c) et (d) amas de débris en bord (extrémité gauche) de la trace ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).

On peut également distinguer dans certains cas, une étroite zone annulaire, intercalée entre zone centrale et périphérique, généralement dépourvue de débris (fig. 4.23a). Cette zone correspond au divergent du frotteur autour du méplat d'usure dans laquelle les débris transitent sans adhérer avant de s'accumuler autour de la trace.

Il est difficile d'observer les traces d'usure sur les frotteurs, car les dégradations sont peu profondes sur une surface de nombreux microécaillages survenus lors du polissage de la courbure du frotteur (fig. 4.24). Cependant, les observations des contacts sur les frotteurs révèlent rarement l'agglomération des débris éjectées du contact.

L'ensemble de ces observations suggère une interface de frottement nette avec un mécanisme d'accommodation de vitesse par cisaillement situé entre le troisième corps adhérant au disque et le premier corps constituant le frotteur.

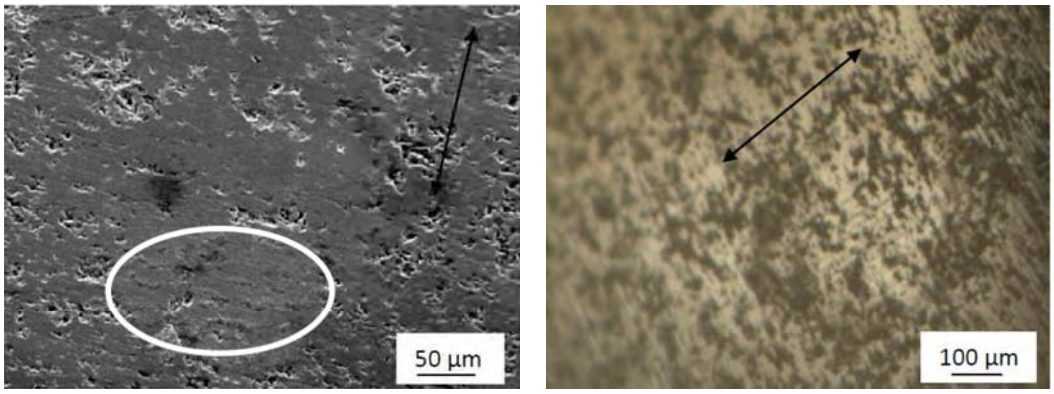


(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

FIGURE 4.23: Traces d'usure sur le disque A99S2 après essais à charge constante à 24 N (colonne de gauche) et 49 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité droite) ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.24: Trace d'usure sur le frotteur A99 en contact avec un échantillon A99S2 (a) en chargement progressif (MEB) et à 36 N, (b) en chargement constant (microscope optique) ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).

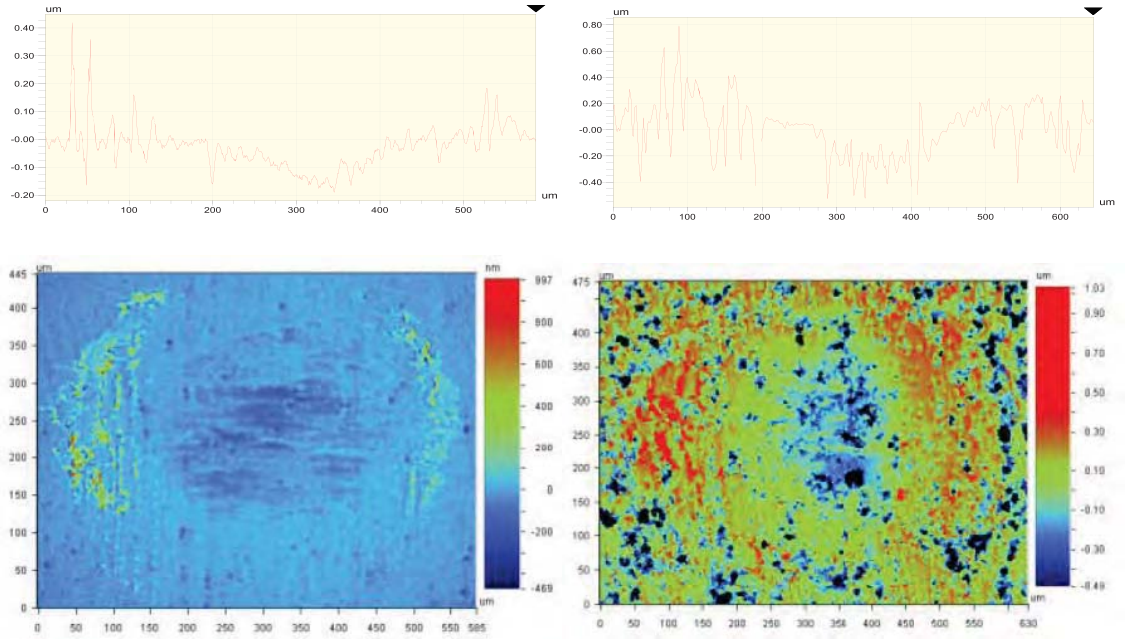


FIGURE 4.25: Relevé topographique et profil topographique des traces d'usure sur le disque A99S2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).

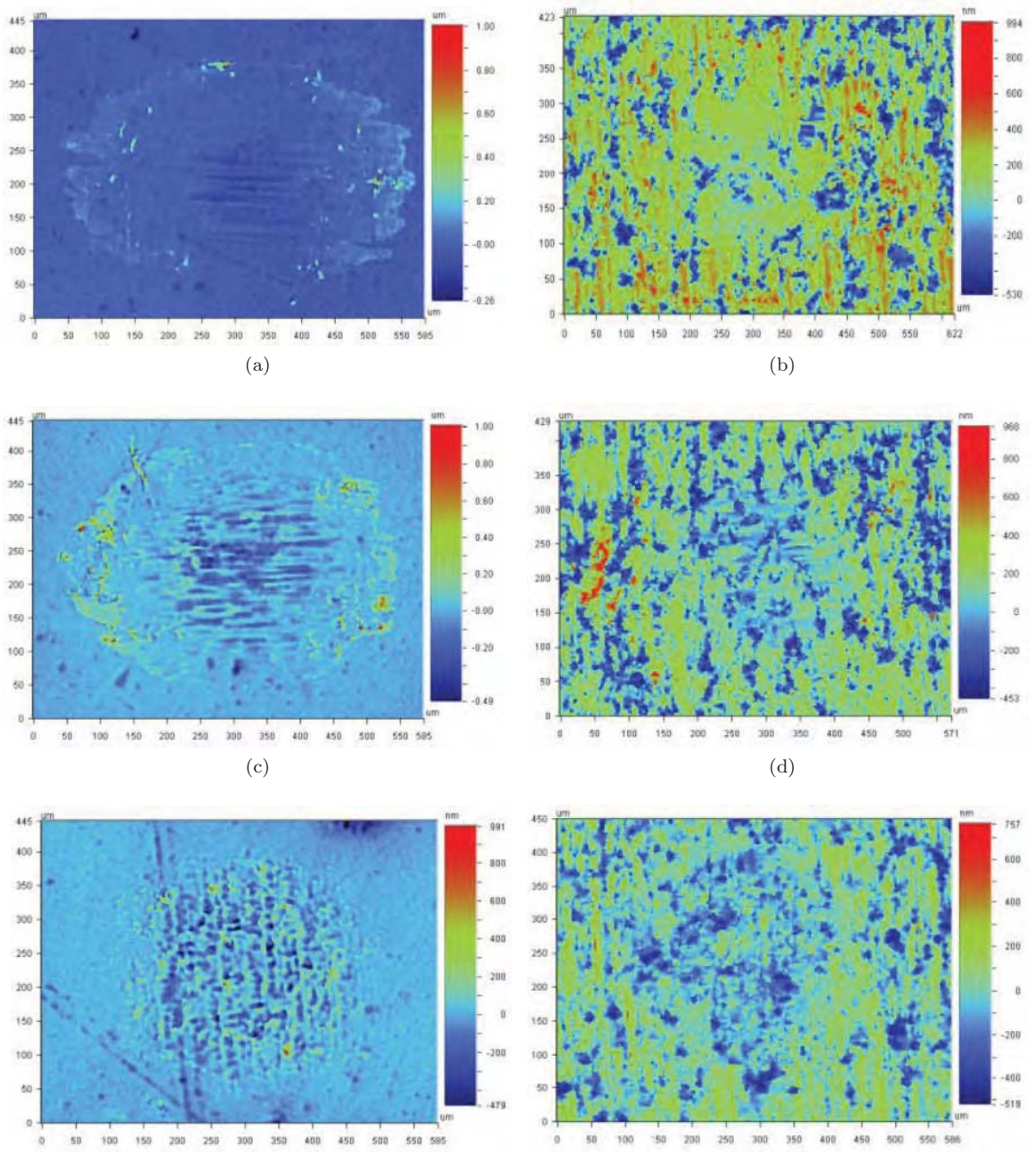
b) Mesures d'usure des alumines

Les observations sur le disque et le frotteur par profilométrie optique nous révèlent des aspects topographiques similaires (fig. 4.25 et 4.26) :

— une zone centrale de 0,2 µm de profondeur sur le disque et de 0,4 µm sur le frotteur avec présence de petites stries .

— une zone périphérique constituée d'accumulation de débris (environ 1 µm d'épaisseur) repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction

du déplacement. L'accumulation des débris devient moins visible avec l'augmentation de la charge, ce qui indique la diminution de l'éjection des débris à forte charge (fig. 4.26a, b et c).



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE 4.26: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque A99S2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essais à chargement constant (a) 12 N, (b) 36 N, (c) 49 N ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Pour les essais menés à charges progressives, on retrouve, sur la zone périphérique du disque et du frotteur des vagues successives de débris éjectés correspondant à la réduction régulière de l'amplitude de déplacement à chaque palier de charge (fig. 4.25),

ainsi qu'une étroite zone annulaire, intercalée entre zone centrale et périphérique, généralement dépourvue de débris (fig. 4.25).

Les essais à charges progressives (tableau 4.22), comme les essais à charge constante (tableau 4.23), montrent que les valeurs de volume d'usure obtenues pour les disques sont systématiquement négatives, ce qui implique un volume de matière rapportée (transfert) V_d^+ toujours supérieur au volume de matière enlevée V_d^-.

En revanche, les volumes d'usure des frotteurs sont positifs et traduisent bien une perte nette de matière. On constate également que le volume d'usure global du contact reste bien positif (perte nette de matière du contact). L'usure provient donc essentiellement du frotteur et l'échantillon est peu altéré avec présence majoritaire de transfert de matière.

Les valeurs des taux d'usure K et ε permettent également les comparaisons. Ces valeurs sont amplifiées pour les charges proches du seuil de grippage (tableau 4.23). Ainsi, K varie de 0,16 à $0{,}63{\cdot}10^3$ $\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ pour l'échantillon A99S2 selon les essais hors grippage alors que les valeurs de ε sont plus dispersées entre 0,33 et $1{,}56{\cdot}10^3$ $\mu m^3 \cdot J^{-1}$. Les résultats tendent à penser que cette fois, les essais à charges progressives qui conduisent à une moindre usure.

TABLE 4.22: Volumes d'usure sur le disque A99S2, sur le frotteur A99 et sur le couple A99/A99S2, avec les taux d'usure K et ε en chargement progressif.

Échantillon	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
A99S2	-0,63	53,92	53,30	3,66	0,21	0,46

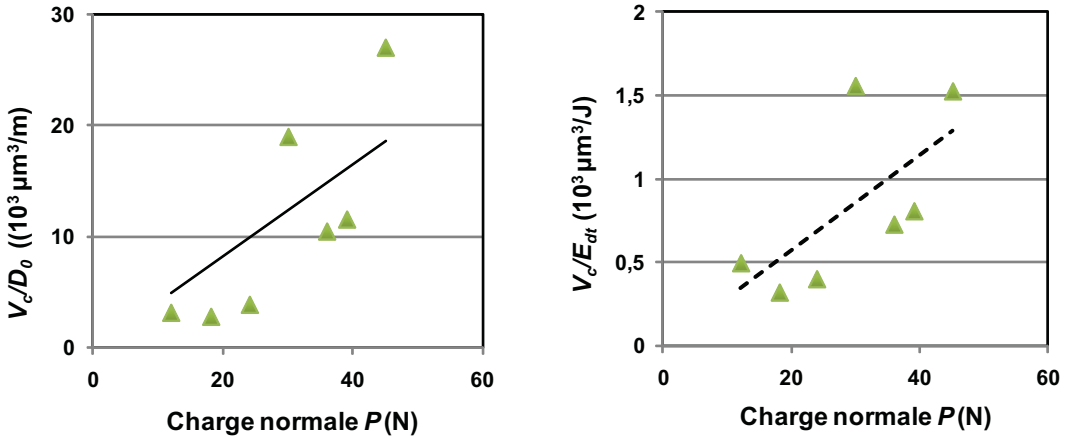
$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.

TABLE 4.23: Volumes d'usure sur le disque A99S2, sur le frotteur A99 et sur le couple A99/A99S2, avec les taux d'usure K et ε à différentes charges constantes.

Charge appliquée P (N)	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
12	-1,09	34,97	33,88	3,14	0,26	0,50
18	-0,82	27,72	26,90	2,86	0,16	0,33
24	-1,04	31,84	30,80	3,95	0,16	0,40
30	-0,84	95,81	94,97	18,99	0,63	1,56
36	-0,64	38,33	37,68	10,47	0,29	0,73
39	-0,66	44,77	44,11	11,61	0,30	0,81
45	-1,22	28,23	27,02	27,02	0,60	1,53
49	-0,62	43,56	42,95	42,95	0,88	2,54
51	-0,12	46,00	45,87	57,34	1,12	3,39

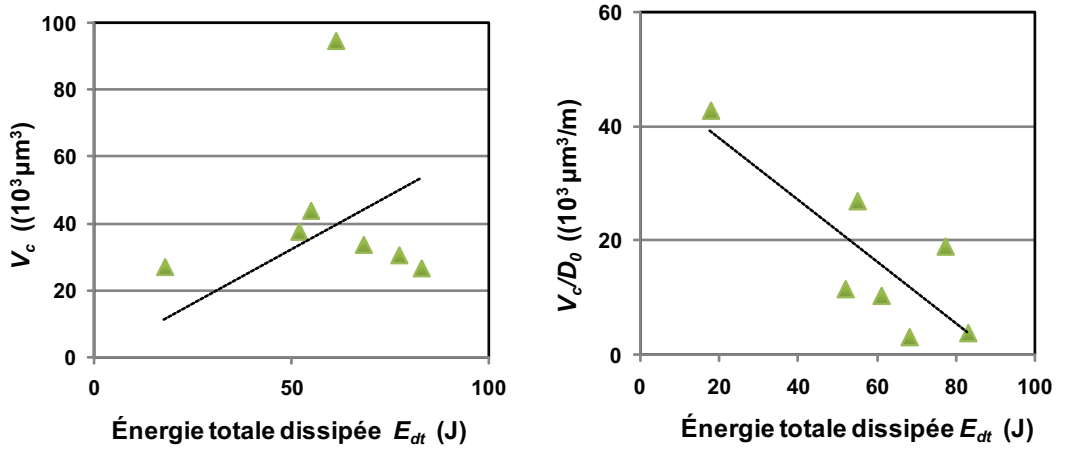
$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.

La figure 4.27 montre les évolutions de V_c/D_0 et V_c/E_{dt} en fonction de P pour l'alumine A99S2 à charges constantes. La pente de la courbe $V_c/D_0\ (P)$ représente le taux d'usure K. Sachant que les charges proches du seuil de grippage ne sont pas vraiment représentatives, la valeur de $K = 0{,}41 \pm 0{,}14\ 10^3\ \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ obtenue par régression linéaire pour A99S2 est relativement bien corrélée aux valeurs expérimentales malgré une forte dispersion. La courbe $V_c/E_{dt}\ (P)$ montre une évolution proche de celle de $V_c/D_0\ (P)$. Cependant celle-ci devrait être indépendante de P, ce qui ne semble pas le cas. Ainsi le taux d'usure $\varepsilon = 0{,}65 \pm 0{,}34\ 10^3\ \mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ compte tenu de sa forte dispersion, semble moins pertinent pour ces essais.



(a) (b)

FIGURE 4.27: Évolution de $V_c/D_0\ (P)$ dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de $\varepsilon\ (P)$ pour l'alumine A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.28: Évolution de $V_c\ (E_{dt})$ et $V_c/D_0\ (E_{dt})$ pour l'alumine A99S2 à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

La figure 4.28 montre les évolutions de V_c et V_c/D_0 en fonction de l'énergie dissipée E_{dt}. Le volume d'usure semble indépendant de l'énergie dissipée dans le contact si bien que le volume usé par unité de distance de glissement suit une loi décroissante, un résultat difficile à interpréter.

c) Précision de mesure sur les taux d'usure

L'incertitude de mesure sur les volumes est relativement importante sur des volumes aussi faibles. De plus, la précision de la position du plan de référence est un facteur critique pour l'obtention d'une mesure fiable. Enfin, l'ouverture du contact perturbe profondément la cohésion des couches de débris et la répartition des transferts entre échantillon et frotteur. Les incertitudes sur les taux d'usure sont alors données par les relations suivantes :

$$\triangle K = \frac{V_c}{D_0 P}\left(\frac{\triangle V_c}{V_c} + \frac{\triangle D_0}{D_0} + \frac{\triangle P}{P}\right) \tag{4.19}$$

$$\triangle \varepsilon = \frac{V_c}{E_{dt}}\left(\frac{\triangle V_c}{V_c} + \frac{\triangle E_{dt}}{E_{dt}}\right) \tag{4.20}$$

De plus, l'incertitude sur le volume du contact se définit par la somme des incertitudes des volumes mesurés sur le disque et le frotteur :

$$\triangle V_c = \triangle V_d + \triangle V_p \tag{4.21}$$

L'incertitude relative sur le volume du disque $\triangle V_d$ / V_d est de l'ordre 5%, qui est la somme de l'incertitude sur la répétabilité de mesure (4%) due au choix du plan de référence et l'incertitude de l'instrument (1%) donnée du constructeur du profilomètre optique. L'incertitude relative sur le volume du frotteur $\triangle V_p$ / V_p est de l'ordre de 8% incluant l'incertitude relative sur la mesure de la trace d'usure du frotteur de l'ordre (7%) et l'incertitude relative sur le rayon du frotteur de (1% tolérance d'usinage). Donc, l'incertitude relative sur le volume d'usure du contact $\triangle V_c$ / V_c vaut 13%. L'incertitude absolue du déplacement est égale $\triangle\delta = 2$ µm. Ainsi, l'incertitude absolue sur la distance de glissement $\triangle D_0$ est :

$$\triangle D_0 = 4N \cdot \triangle\delta \tag{4.22}$$

N est le nombre de cycles. Si on admet que $\triangle D_0 \approx \triangle D_i$, l'incertitude relative sur la distance de glissement vaut de l'ordre de 2,7%. La précision du capteur d'effort $\triangle Q/Q$ est de 2%. L'incertitude du poids $\triangle P/P$ est de l'ordre de 1%. En définitive, l'incertitude relative sur le taux d'usure K est de 17% et l'incertitude relative sur le coefficient énergétique d'usure ε est de 18 %.

d) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-FeCr

Les observations des échantillons de composites FeCr révèlent les mêmes faciès généraux que pour les alumines : fins débris recouvrant la surface de glissement et couronnes de débris agglomérés autour de la trace (fig. 4.29). On remarque cependant que le film de débris dans la trace est plus cohésif, plus couvrant et mieux adhérant que celui observé avec les alumines.

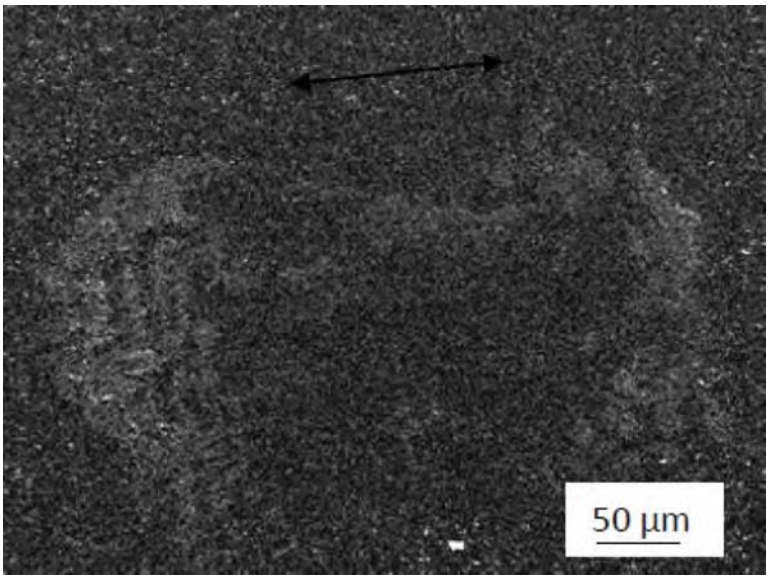


FIGURE 4.29: Vue générale de la trace sur 7FC2 à charge progressive, essai mené jusqu'à 48 N ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).

Le disque 7FC2 présente également une couronne de débris autour de la trace, mais révèlent un film de débris compacté assez fin moins de 1 µm, cohésif et adhérant recouvrant en grande partie la surface de contact.

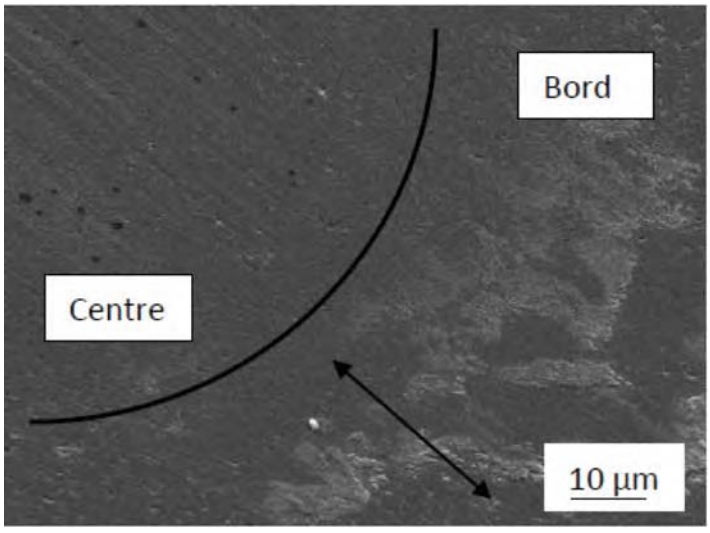
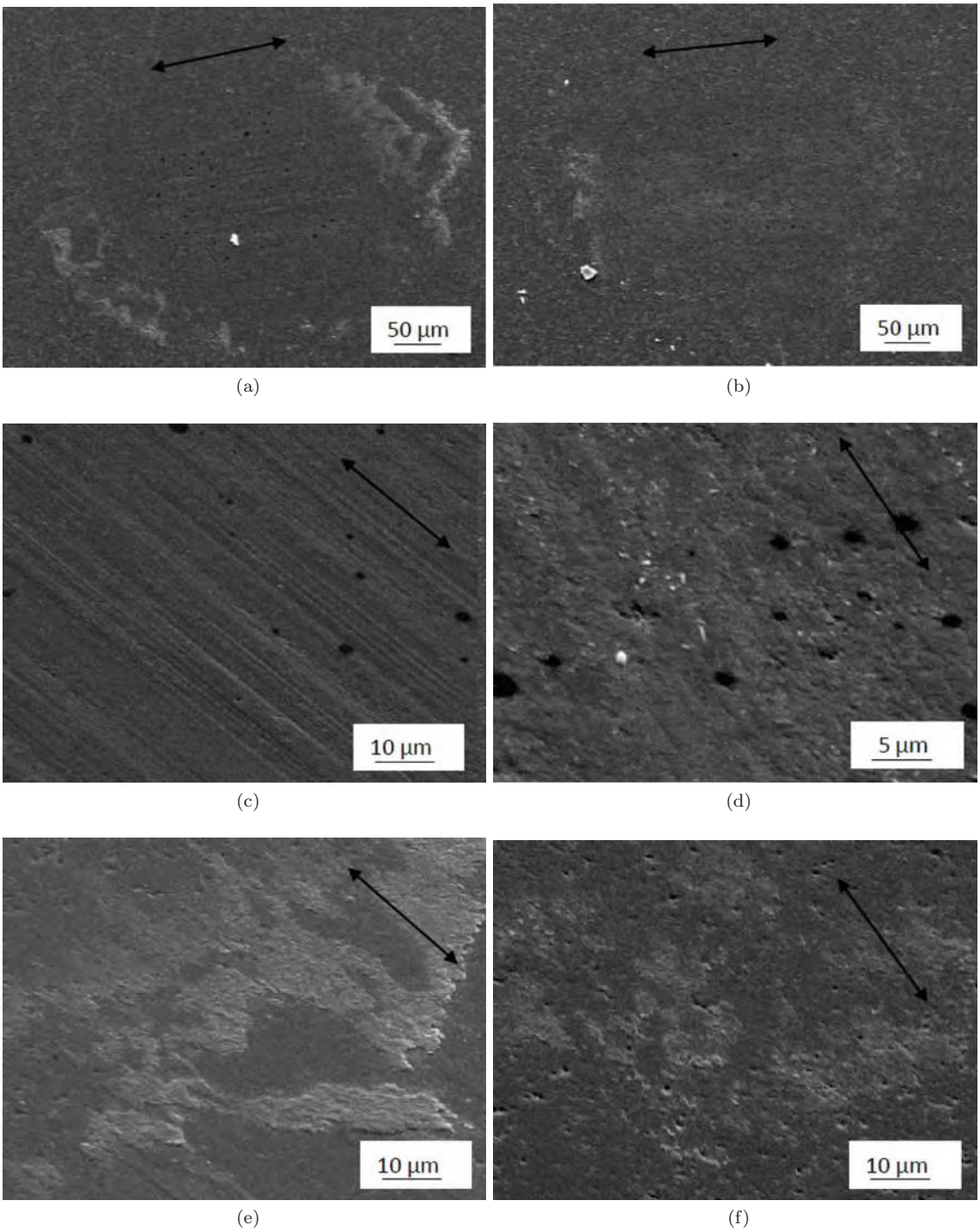


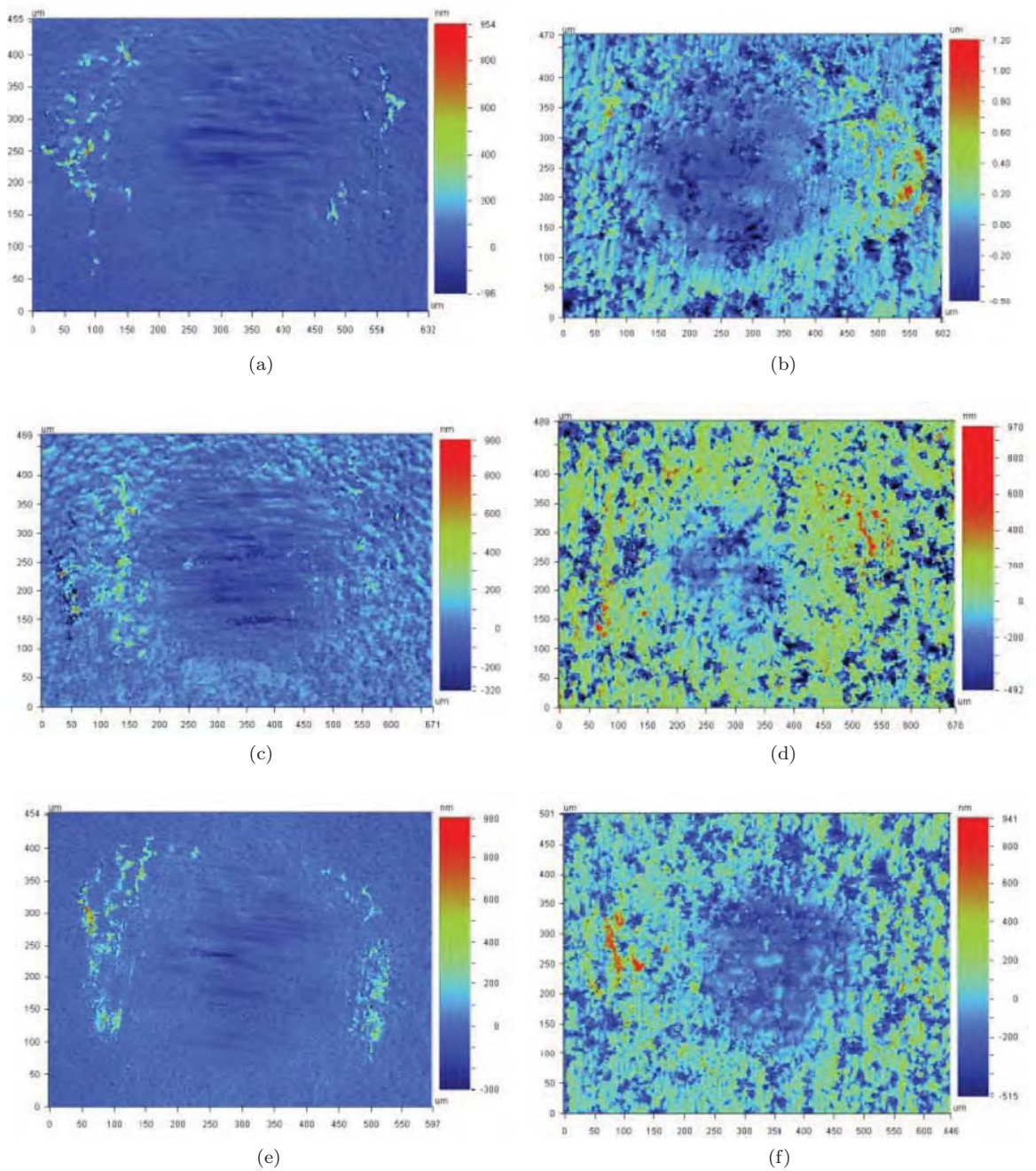
FIGURE 4.30: Vue de la limite entre centre et bord de la trace sur 7FC2 à 30 N montrant une zone dépourvu des débris.



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

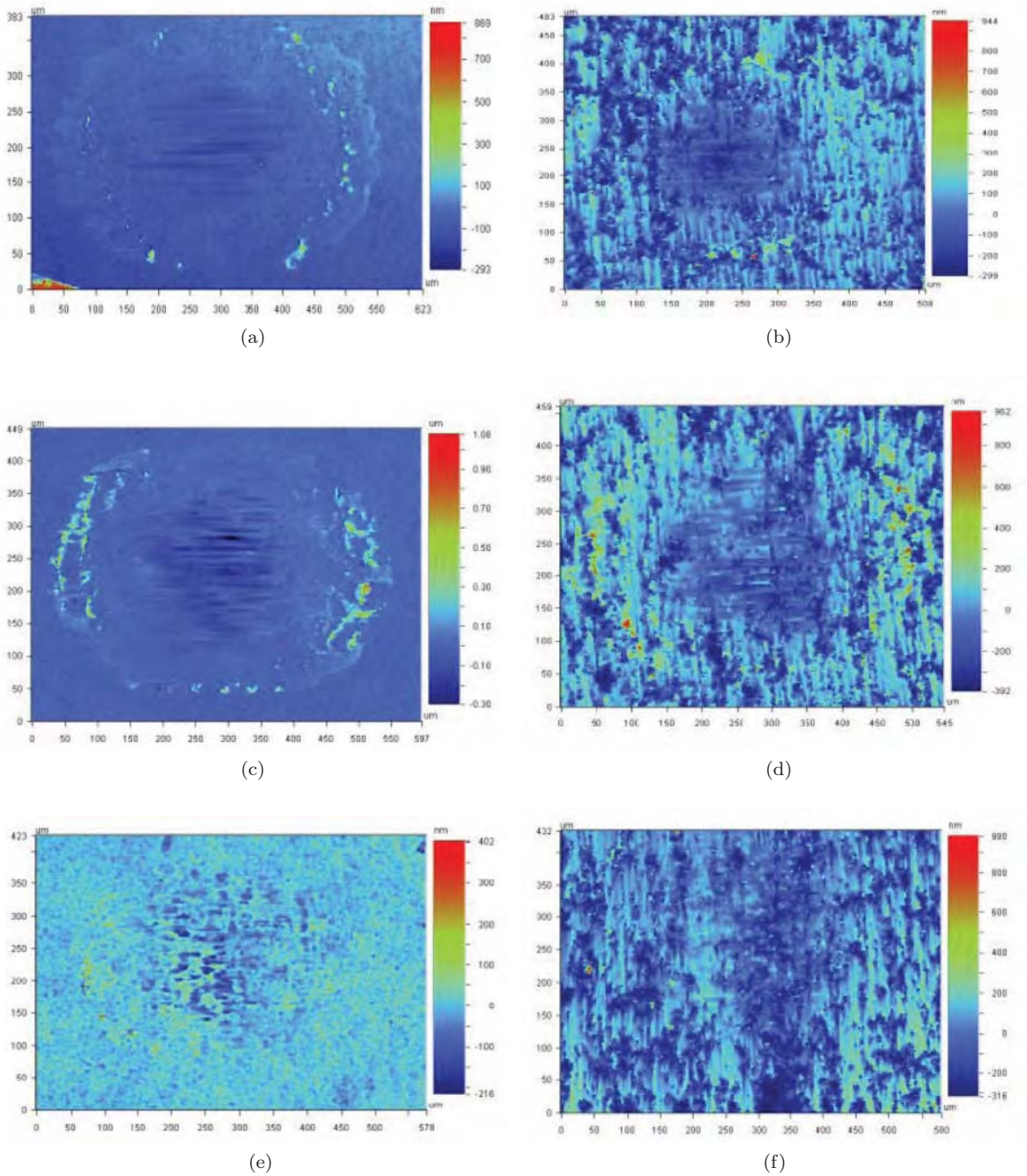
FIGURE 4.31: Traces d'usure sur le disque 7FC2 après essais à charge constante à 30 N (colonne de gauche) et 45 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité droite) ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles). Les taches noires sont dues au nettoyage à l'éthanol avant la métallisation.

En chargement constant, une couche très fine de débris est présente à faible et forte charge sur la zone centrale (fig. 4.31c et d) et on distingue la zone annulaire dépourvue de débris intercalée entre zone centrale et périphérique (fig. 4.30). Cette zone devient moins visible à 45 N (fig. 4.31b). La faible quantité de débris hors du contact montre que l'éjection des débris diminue près du grippage (fig. 4.31f). Les analyses EDX n'ont pas donné d'informations sur la répartition des particules FeCr dans les traces d'usure. Aucune accumulation de particules métalliques n'a été observée.



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE 4.32: Relevés topographiques des traces d'usure sur les disques (a) 7FC2, (c) 10FC2, (e) 20FC2 associés à l'un frotteur A99 respectivement (b), (d) et (f) après essai à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE 4.33: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque 7FC2 (gauche) et son frotteur A99 (droite) après essais à chargement constant (a) 15 N, (b) 36 N, (c) 48 N ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

e) Mesure d'usure des nanocomposites alumine-FeCr

Des relevés topographiques des disques 7FC2, 10FC2 et 20FC2 ainsi ceux des frotteurs correspondants sont donnés à la figure 4.32. Comme pour les alumines, les nanocomposites avec FeCr présentent une usure faible largement compensée par la présence de transferts alors que les frotteurs sont notablement plus altérés en particulier le frotteur A99 en contact avec l'échantillon 7FC2 (fig. 4.33).

Ainsi les volumes d'usure des nanocomposites sont comparables à ceux des alumines, les volumes d'usure des frotteurs sont fortement réduits en particulier face aux nanocomposites à forte teneur métallique 10FC2 et 20FC2 (tableau 4.24).

En chargement progressif, les taux d'usure K et ε diminuent avec l'augmentation en teneur de FeCr (tableau 4.24). A charge constante, le taux d'usure varie de 0,01 à $0{,}4{\cdot}10^3$ $\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$ et le taux ε varie de 0,02 à $0{,}96{\cdot}10^3$ $\mu m^3 \cdot J^{-1}$ hors grippage (tableau 4.25). On remarque de nouveau que les essais à charges progressives conduisent à des taux d'usure plus faibles qu'à charge constante et que l'augmentation de la teneur de particules métalliques réduit fortement les taux d'usure (fig. 4.36).

TABLE 4.24: Volumes d'usure sur les disques 7FC2, 10FC2 et 20FC2, sur le frotteur A99 et les couple A99/7FC2, A99/10FC2 et A99/20FC2 avec les taux d'usure K et ε en chargement progressif.

Échantillon	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
7FC2	-5,36	43,56	38,20	2,52	0,16	0,36
10FC2	2,45	2,69	5,14	0,39	0,03	0,06
20FC2	-3,08	4,90	1,82	0,13	0,01	0,02

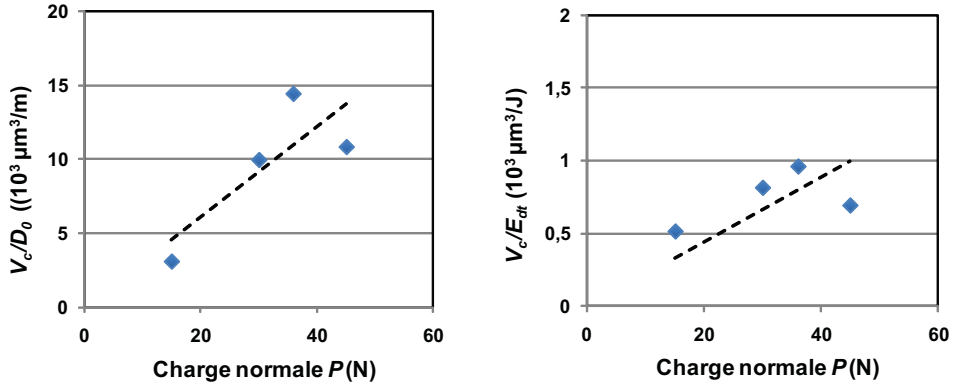
$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.

TABLE 4.25: Volumes d'usure sur le disque 7FC2, sur le frotteur A99 et le couple A99/7FC2, avec les taux d'usure K et ε à différentes charges constantes.

Charge appliquée P (N)	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
15	-0,48	33,58	33,10	3,09	0,21	0,52
30	-3,64	58,25	54,61	10,00	0,33	0,82
36	-2,68	55,34	52,66	14,47	0,40	0,96
45	-0,95	29,11	28,16	10,83	0,24	0,69
48	-1,25	30,36	29,11	72,78	1,52	4,64

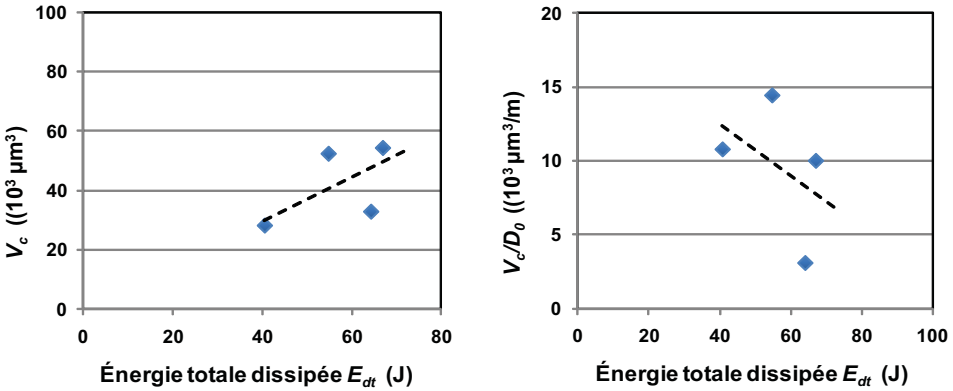
$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.

Les figures 4.34 et 4.35 montrent respectivement les évolutions des volumes d'usure V_c normalisés par la distance parcourue D_0 ou par l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P ainsi que les évolutions de V_c et V_c/D_0 en fonction de E_{dt}. Les tendances observées sont de nouveau très dispersées en grande partie en raison des difficultés de mesure des différents volumes.



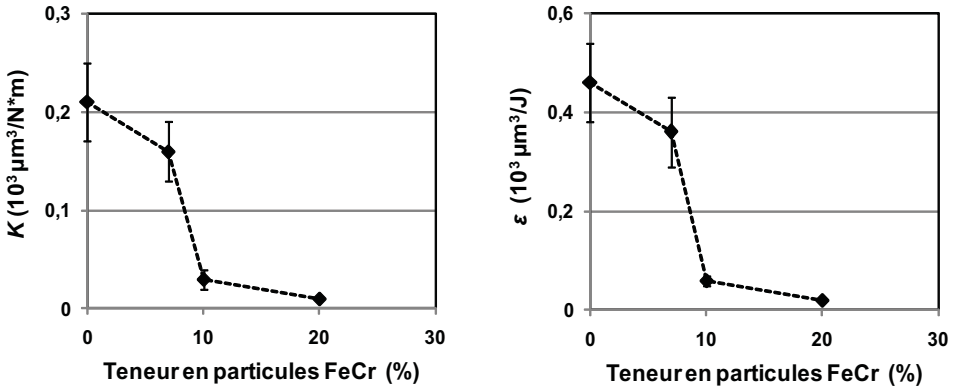
(a) (b)

FIGURE 4.34: Évolution de V_c/D_0 (P) dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de ε (P) pour le nanocomposite 7FC2 à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.35: Évolution de V_c (E_{dt}) et V_c/D_0 (E_{dt}) pour le nanocomposite 7FC2 à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.36: Évolution des taux d'usure K et ε en fonction de la teneur en particules de FeCr pour les essais effectués à charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).

f) Synthèse des résultats

Les observations des traces d'usure et les relevés topographiques effectués sur des alumines A99S2 et des nanocomposites alumine-FeCr à différentes teneurs en particules métalliques, ont donné les résultats suivants :

— Les observations microscopiques des traces d'usure ont montré la formation d'une fine couche de transfert sur la surface des disques alors que les surfaces des frotteurs présentaient de plus fortes dégradations sous forme de microabrasion. Un mécanisme d'accommodation de vitesse par cisaillement entre le 3e corps adhérent au composite et le 1e corps du frotteur a été proposé.

— Les mesures des volumes usés ont permis de conclure que l'essentiel de la matière enlevée provenait du frotteur en alumine A99. Les taux d'usure K (approche d'Archard) et ε (approche énergétique) calculés montrent des évolutions très similaires bien que ces deux paramètres soient entachés d'une forte dispersion.

— La présence de particules métalliques a fortement réduit les taux d'usure à partir d'une teneur de 10% FeCr (fig. 4.36). Enfin, le mode de chargement par charges progressives est préférable au mode par chargement constant pour réduire l'usure (tableau 4.26).

TABLE 4.26: Synthèse des paramètres d'usure calculés dans différentes conditions de chargement (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	Mode de chargement	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})	ε (10^3 µm$^3 \cdot$ J^{-1})
A99S2	progressif	0,21 ± 0,04	0,46 ± 0,08
7FC2	progressif	0,16 ± 0,03	0,36 ± 0,07
10FC2	progressif	0,03 ± 0,01	0,06 ± 0,01
20FC2	progressif	0,01 ± 0,002	0,02 ± 0,003
A99S2	constant	0,41 ± 0,14	0,65 ± 0,34
7FC2	constant	0,30 ± 0,08	0,74 ± 0,20

4.1.5. COMPORTEMENT EN FROTTEMENT DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-Fe-NTC

a) Influence de la teneur des particules de fer et des NTC

Deux composites 3N5F et 4N7F avec des différentes teneurs en particules de fer et nanotubes de carbone ont été étudiés en chargement progressif. Comme précédemment, les paramètres associés à chaque palier aussi que les bûches de fretting avec l'évolution de la distance parcourue D_0 et de la force tangentielle Q en fonction de la charge appliquée P sont données dans les tableaux 4.27 et 4.28 et les figures 4.37 et 4.38. Il

est à noter que ces deux composites n'ont pas été élaborés dans les mêmes conditions de frittage.

TABLE 4.27: Paramètres de frottement du couple A99/3N5F à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,16	2,59	8,18	0,53
9	4,00	2,46	9,84	0,44
12	5,40	2,22	11,98	0,45
15	7,13	1,81	12,88	0,48
18	11,26	0,97	10,97	0,63
21	14,31	0,52	7,51	0,68

TABLE 4.28: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	3	0	0
6	3,02	2,53	7,66	0,50
9	4,24	2,34	9,92	0,47
12	5,42	2,17	11,77	0,45
15	6,43	1,92	12,32	0,43
18	12,78	0,48	6,08	0,71
21	16,23	0,23	3,68	0,77
27	17,13	0,08	1,41	0,63
30	17,05	0,09	1,47	0,57
33	16,50	0,04	0,73	0,57
36	16,89	0,08	1,28	0,47

TABLE 4.29: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
3N5F (faible P)	3 ± 0,08	-7,1 ± 0,8	0,47 ± 0,03	42,3 ± 1,5	1,48 ± 0,33
3N5F (forte P)	3 ± 0,08	-11,5 ± 0,5	0,66 ± 0,06	26,1 ± 0,5	1,29 ± 0,24
4N7F (faible P)	3 ± 0,08	-7,2 ± 0,3	0,45 ± 0,03	42,3 ± 0,6	1,41 ± 0,21
4N7F (forte P)	3 ± 0,08	-13,5 ± 0,8	0,75 ± 0,06	22,2 ± 0,5	1,25 ± 0,24

Les deux composites 3N5F et 4N7F présentent à faibles charges les comportements linéaires observés avec les précédents échantillons. Les valeurs calculées dans ce do-

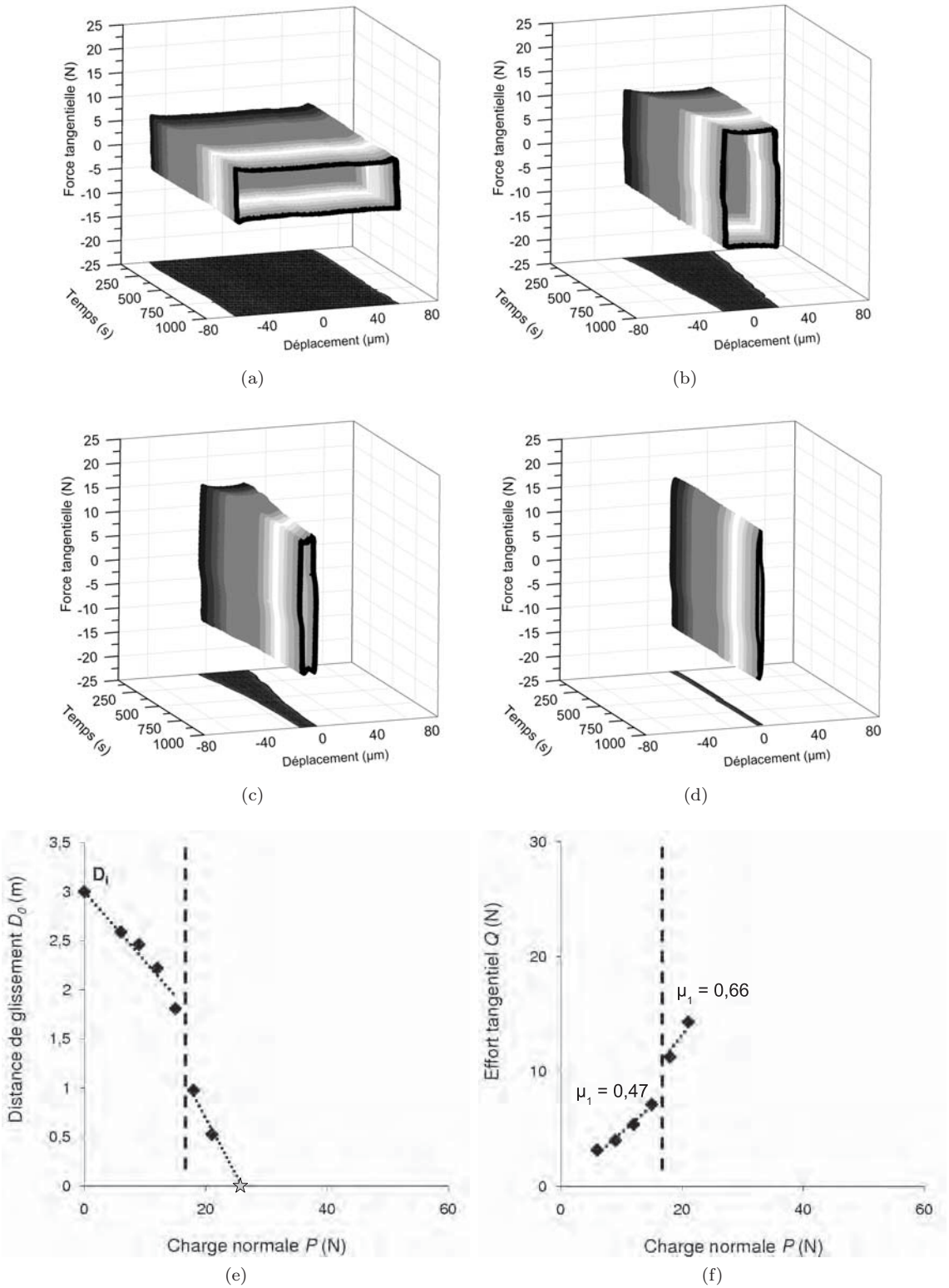


FIGURE 4.37: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/3N5F pour les charges (a) 12 N, (b) 18 N, (c) 21 N, (d) 24 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, N = 10^4 cycles par palier).

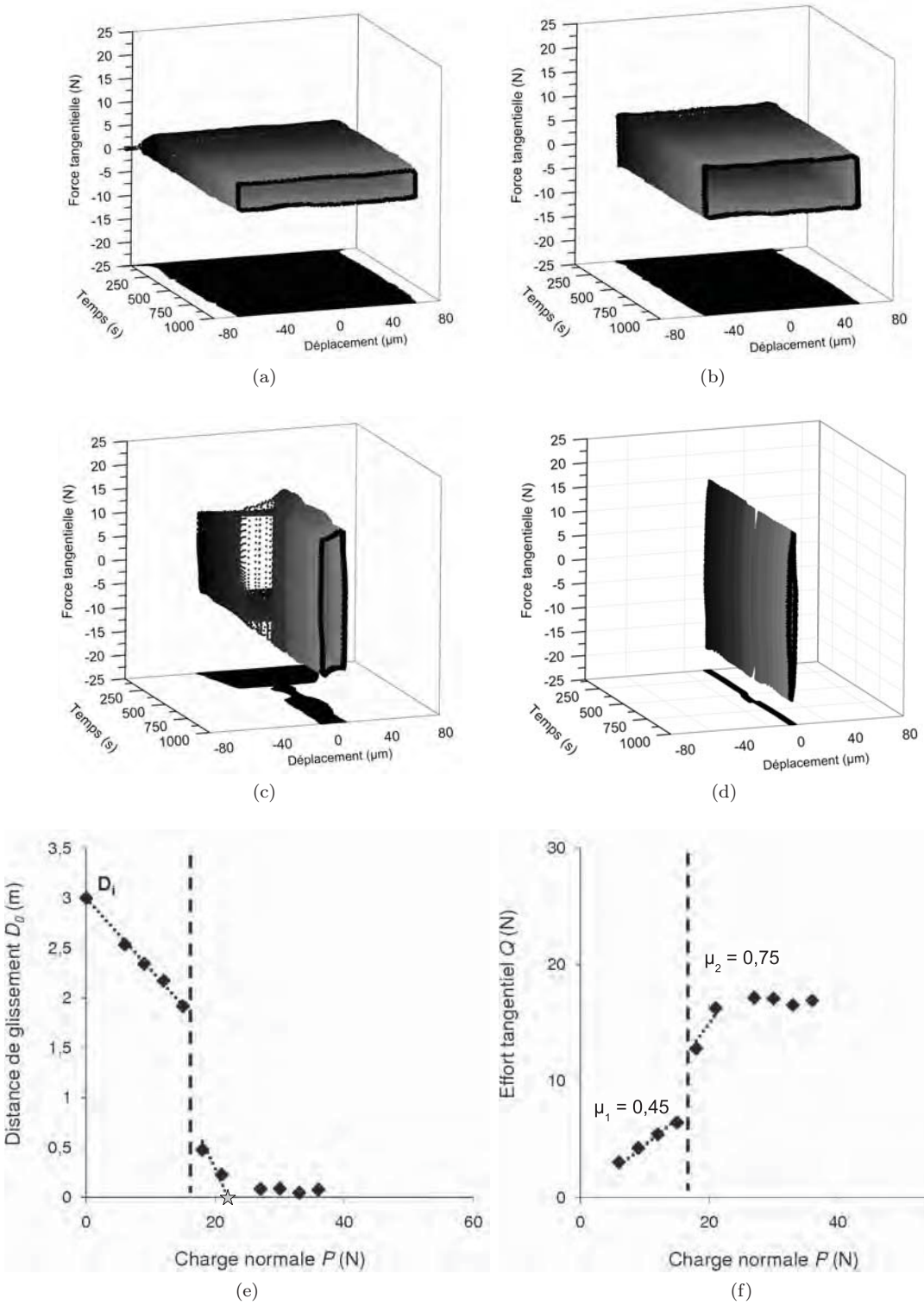


FIGURE 4.38: Bûches de fretting à charges progressives du couple A99/4N7F pour les charges (a) 6 N, (b) 12 N, (c) 18 N, (d) 30 N, (e) évolution de la distance de glissement D_0, et (f) effort tangentiel Q en fonction de la charge normale P (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, N = 10^4 cycles par palier).

maine de faibles charges sont tout à fait comparables à celles obtenues précédemment (tableau 4.29) : les taux de glissement sont très proches, voire égaux aux séries précédentes avec cependant des coefficients de frottement parmi les plus élevés (0,45). L'extrapolation à distance nulle donnerait même des seuils de grippage très honorables de l'ordre de 42 N.

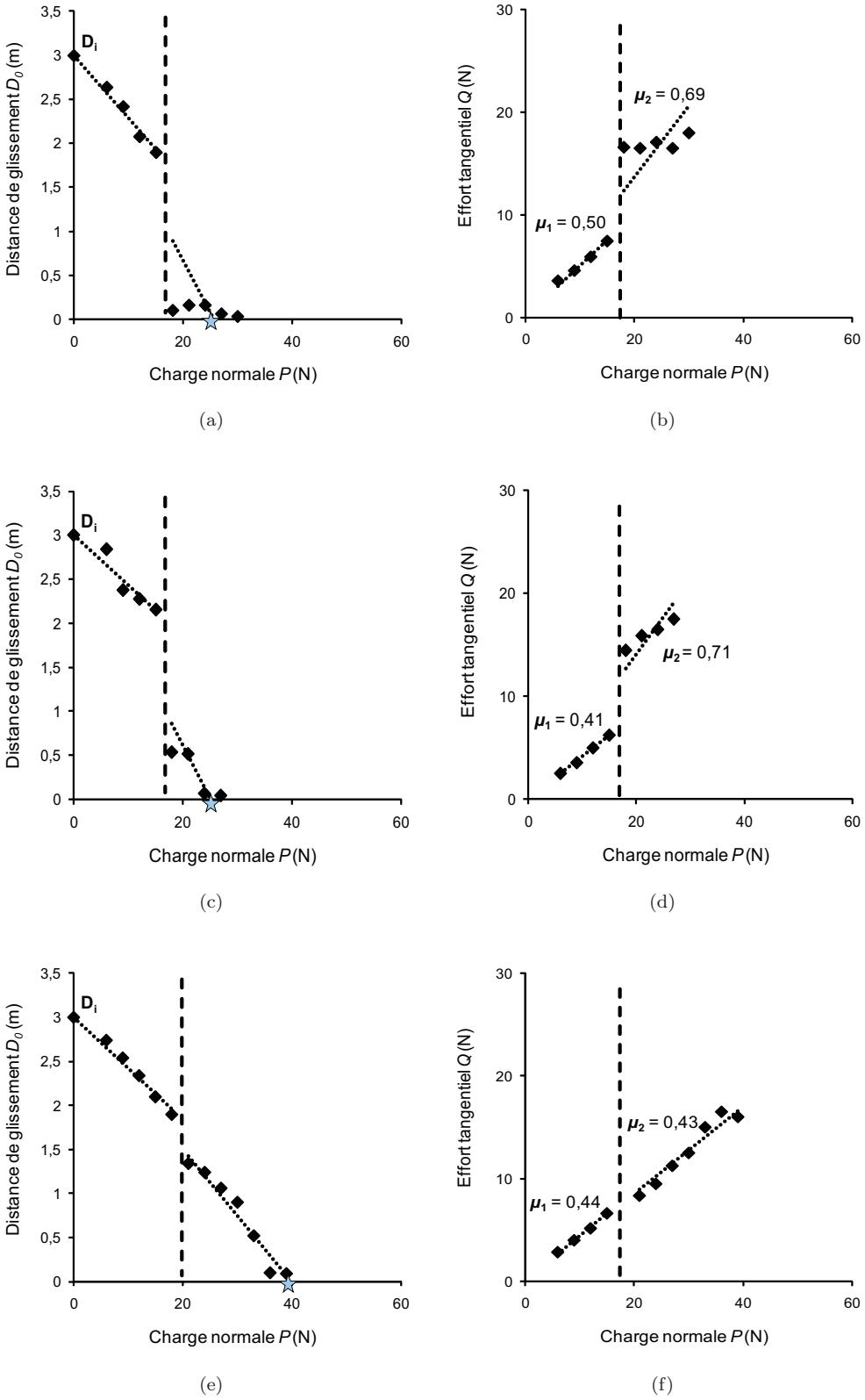
Ce comportement est brutalement interrompu par une chute de l'amplitude de débattement et une forte augmentation du coefficient de frottement à une charge comprise entre 15 et 18 N (fig. 4.37f et 4.38f). Les seuils de grippage sont rapidement atteints pour les deux composites avec une valeur de 26,1 N pour le 3N5F (fig. 4.37e) et seulement 22,2 N pour le 4N7F (fig. 4.38e).

b) Reproductibilité

Trois essais supplémentaires ont été réalisés dans les mêmes conditions de chargement à charges progressives sur le composite 4N7F (de 6 N à 30 N par palier de 3 N tous les 10^4 cycles) avec un frotteur A99 (fig. 4.39). Les résultats confirment la décroissance linéaire de la distance parcourue avec l'augmentation de l'effort normal à faible charge avec une bonne reproductibilité. Le décrochement entre 15 et 18 N est également systématiquement observé. En revanche, le comportement après le décrochement est nettement plus perturbé. L'amplitude de la réduction de la distance parcourue après le décrochement à 18 N peut s'échelonner entre 0,5 m et près de 2 m.

Dans le cas d'un décrochement important (2 m), la distance de glissement reste très faible et constante avec la charge jusqu'au grippage proprement dit (fig. 4.39a) alors que la force de frottement reste elle-même élevée et constante (fig. 4.39b).

Dans le cas d'un décrochement intermédiaire (1,5 m), la distance parcourue se maintient encore un peu jusqu'au seuil de grippage (fig. 4.39c) alors que la force de frottement continue à croître (fig. 4.39d).



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE 4.39: Reproductibilité : (a), (c) et (e) évolution de la distance de glissement D_0 (colonne gauche), et (b), (d) et (f) effort tangentiel Q (colonne droite) en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Dans le cas d'un décrochement peu important (0,5 m), l'évolution de la distance parcourue avec la charge reste peu perturbée au-delà de 18 N (fig. 4.39e). Le seuil de charge est alors maintenu à une valeur correcte et le coefficient de frottement est lui-même peu affecté (fig. 4.39f).

c) Influence du mode de chargement

Des essais à charge constante ont été réalisés sur le composite 4N7F. La même transition de charge entre 15 à 18 N identifiée en chargement progressif, est très probable, mais seul un essai à 12 N valide cette transition (fig. 4.40). Ici, le mode de chargement ne semble pas affecter notablement les résultats (tableau 4.30 et 4.31).

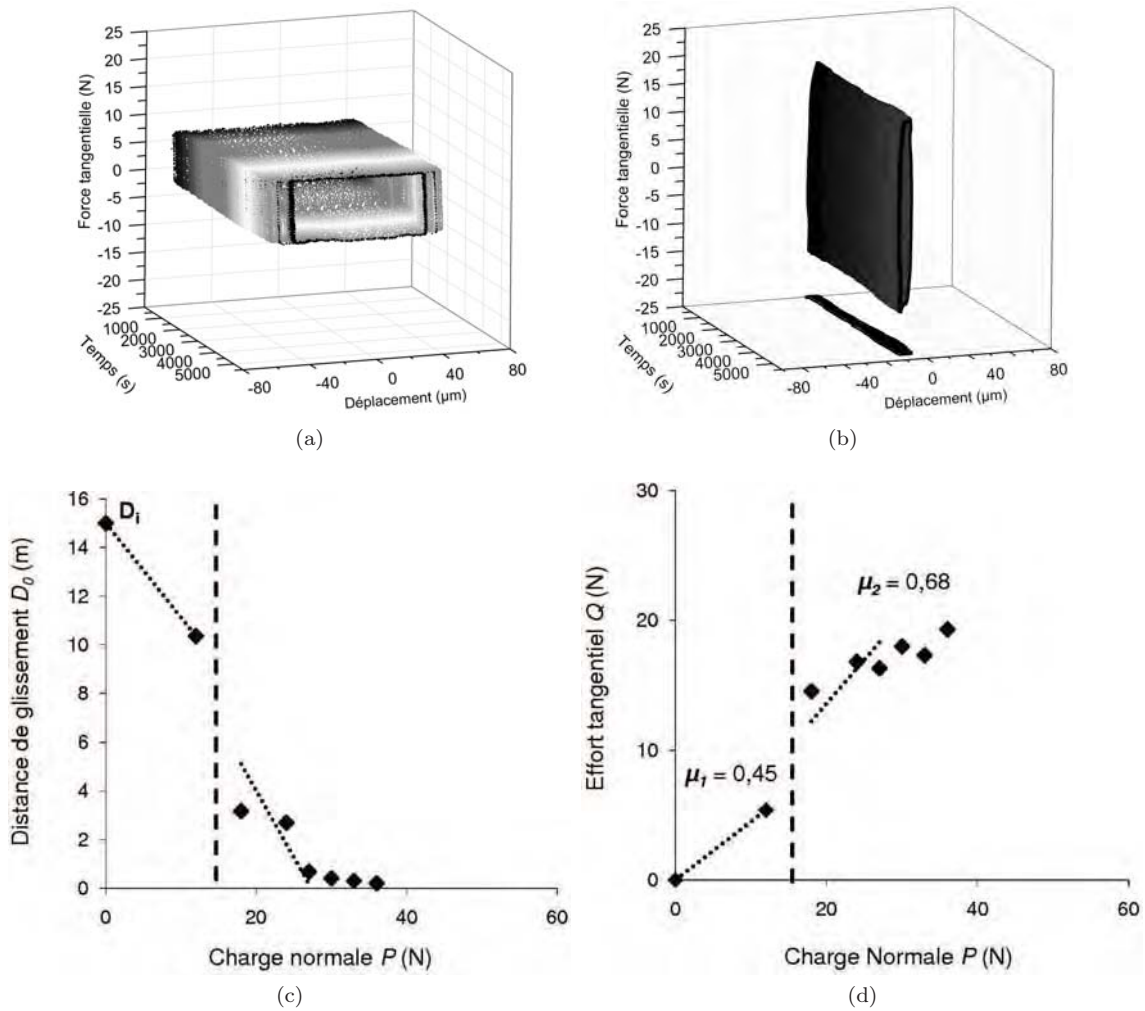


FIGURE 4.40: Bûches de fretting à charges constantes du couple A99/4N7F pour les charges (a) 12 N, (b) 24 N, (c) évolution de la distance de glissement D_0, et (d) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

TABLE 4.30: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F à charges constantes (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles par palier).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
0	0	15	0	0
12	5,40	10,35	55,88	0,45
18	14,50	3,18	46,11	0,81
24	16,79	2,69	45,20	0,70
27	16,30	0,68	11,08	0,60
30	17,96	0,40	7,18	0,60
36	19,30	0,20	3,86	0,54

TABLE 4.31: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement constant.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
4N7F (faible P)	15 ± 0,4	-7,7 ± 0,3	0,45 ± 0,02	38,8 ± 0,3	1,31 ± 0,18
4N7F (forte P)	15 ± 0,4	-11,0 ± 1,5	0,68 ± 0,11	27,3 ± 1,1	1,39 ± 0,49

d) Influence de l'ouverture du contact

Un essai proche de celui effectué avec l'échantillon A99S2 a été réalisé à charges progressives continues sans ouverture de contact à chaque palier de charge. L'essai commence par un palier à 6 N pendant $6{\cdot}10^3$ cycles puis se poursuit avec un incrément de charge normale de 1,5 N tous les $3{\cdot}10^3$ cycles (fig. 4.41). Les paramètres associés à cet essai sont rassemblés dans les tableaux 4.32 et 4.33.

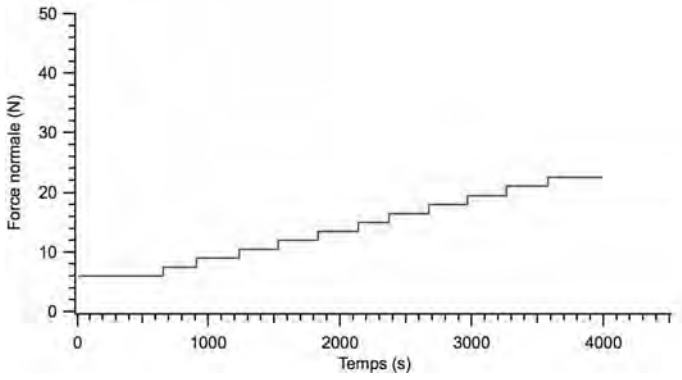
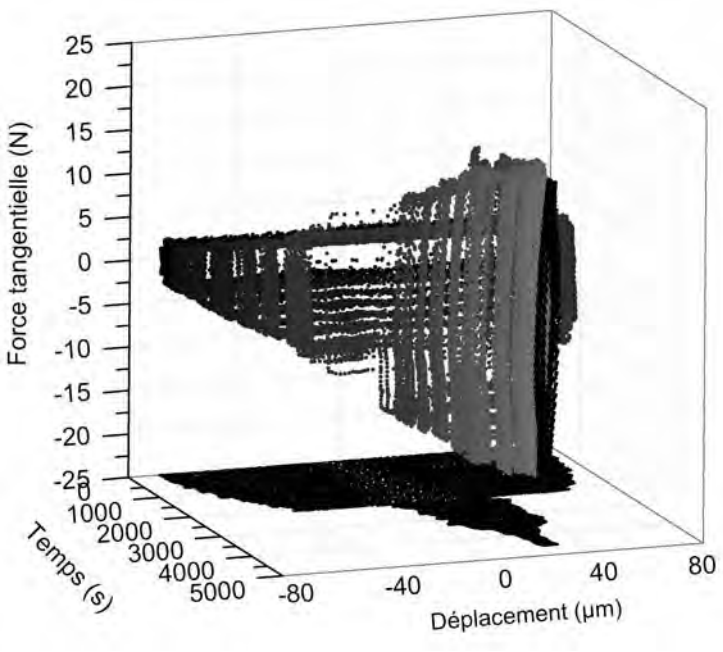
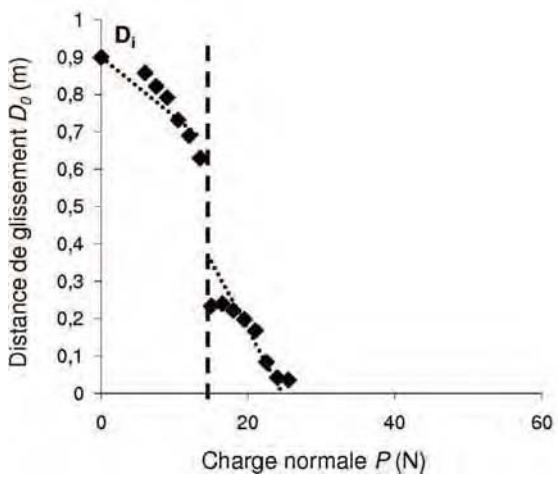


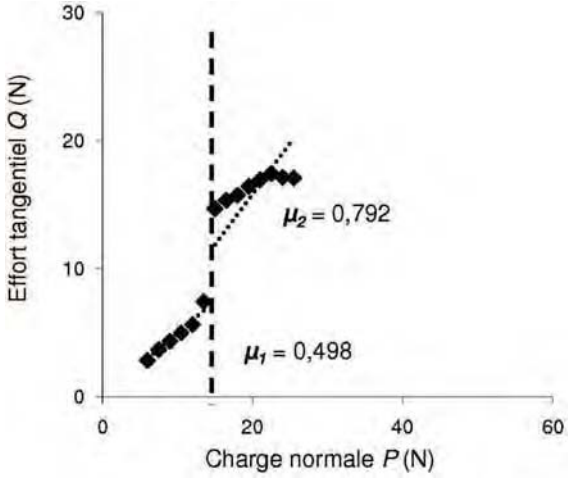
FIGURE 4.41: Paliers de charge appliqués pendant les essais à charges progressives continues : A99/4N7F. Palier initial à 6 N pendant 10 min, paliers suivants 5 min à chaque charge jusqu'au grippage.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.42: Bûche de fretting à charges progressives du couple A99/4N7F, (b) évolution de la distance de glissement D_0, et (c) effort tangentiel Q en fonction de la charge appliquée P ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 3 \cdot 10^3$ cycles par palier).

TABLE 4.32: Paramètres de frottement du couple A99/4N7F (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 3 \cdot 10^3$ cycles).

Charge appliquée P (N)	Effort tangentiel Q (N)	Distance de glissement D_0 (m)	Énergie dissipée E_{dt} (J)	Q/P
6	2,85	1,72	4,90	0,48
7,5	3,7	0,82	3,04	0,62
9	4,35	0,79	3,45	0,58
10,5	5	0,73	3,66	0,56
12	5,65	0,69	3,90	0,54
13,5	7,45	0,63	4,69	0,62
15	14,7	0,23	3,44	0,98
16,5	15,35	0,24	3,68	0,93
18	15,75	0,22	3,50	0,88
19,5	16,45	0,20	3,26	0,84
21	16,95	0,17	2,85	0,81
22,5	17,45	0,08	1,47	0,78
24	17,15	0,04	0,72	0,71
25,5	17,1	0,04	0,62	0,67

La transition de charge est observée aussi bien par la chute de la distance parcourue que par l'augmentation brutale de la force tangentielle (fig. 4.42) comme pour l'ensemble des essais précédents. Comme dans le cas de l'alumine A99S2, ce mode de chargement n'a pas affecté le comportement du contact.

TABLE 4.33: Paramètres de fretting calculés dans les conditions de chargement progressif continu.

Échantillon	D_i (m)	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
4N7F (faible P)	0,9 ± 0,03	-5,0 ± 1,2	0,50 ± 0,03	60,0 ± 4,0	2,24 ± 0,78
4N7F (forte P)	0,9 ± 0,03	-12,0 ± 0,7	0,79 ± 0,07	25,0 ± 0,5	1,49 ± 0,29

e) Énergie dissipée

Les courbes de l'énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge P montrent que la chute d'amplitude de débattement correspond approximativement à une énergie dissipée maximale (fig. 4.43). Cependant, lors des essais de reproductibilité, on observe des situations où ce maximum est situé après la transition de charge (fig. 4.44). Ces situations correspondent aux cas extrêmes observés : grande amplitude de chute du débattement (fig. 4.44a) et faible décrochement de l'amplitude (fig. 4.44c). Ce dernier cas correspond à un simple décalage du comportement en glissement sans affecter le coefficient de frottement.

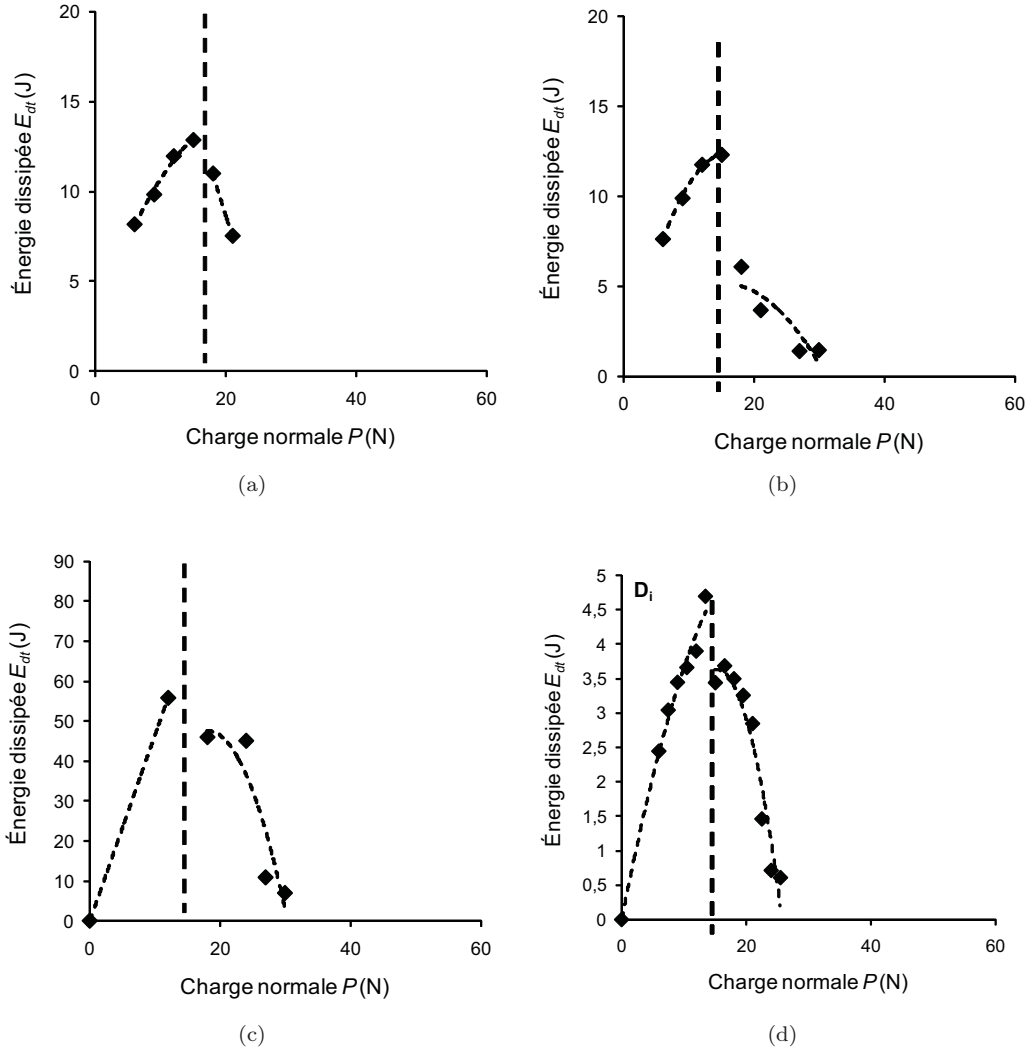
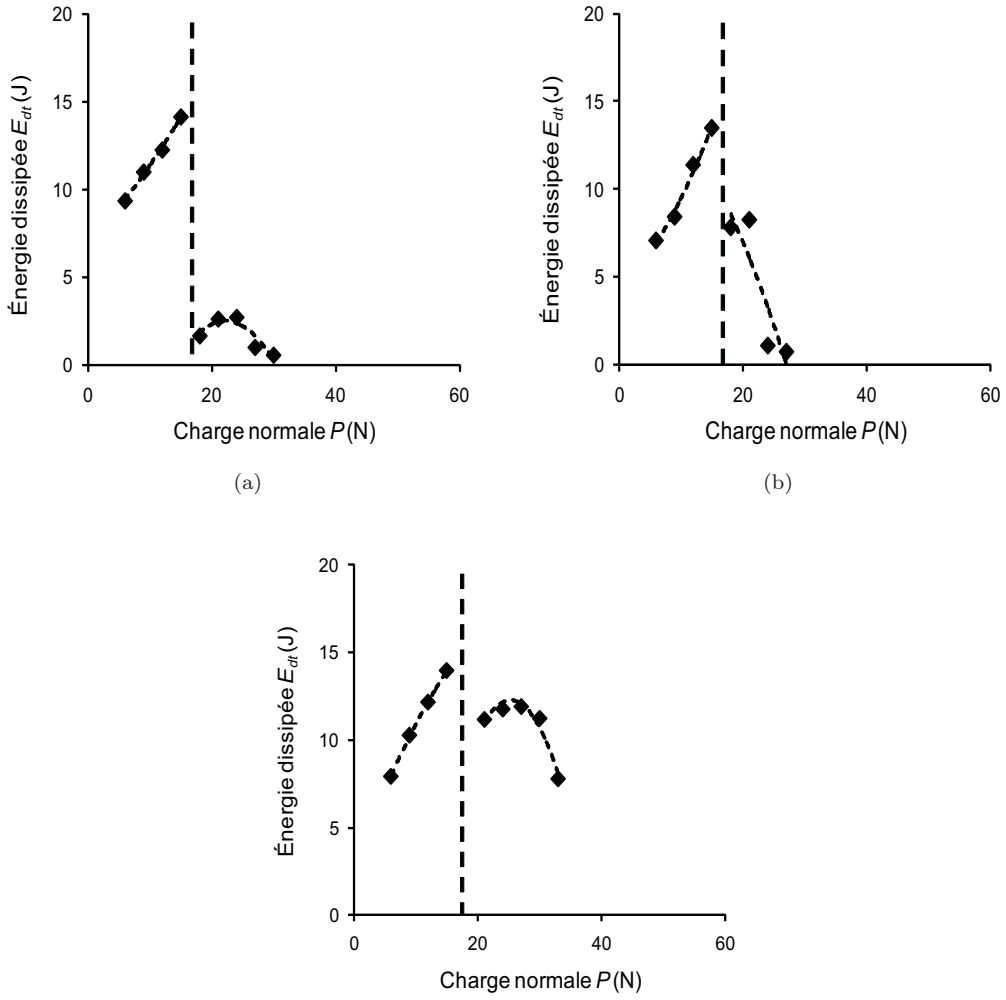


FIGURE 4.43: Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 4 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a) A99/3N5F charges progressives, (b) A99/4N7F charges progressives, (c) A99/4N7F charges constantes, (d) A99/4N7F charges progressives continues ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).



(a) (b)

(c)

FIGURE 4.44: Reproductibilité : Évolution de la énergie dissipée E_{dt} en fonction de la charge appliquée P pour les 3 essais étudiés ainsi que la courbe de modélisation (a), (b) et (c) A99/4N7F charges progressives ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

f) Synthèse des résultats

Des composites à matrice alumine comportant des particules métalliques de Fe et des nanotubes de carbone élaborées par SPS ont été étudiées en fretting à débattements libres. Deux teneurs en Fe et en NTC ont été sélectionnées (5%Fe-3%NTC, 7%Fe-4%NTC). Les composites alumine avec NTC se différencient des alumines avec particules FeCr et des alumines sans ajout par l'existence d'une transition de charge séparant deux comportements distincts (tableau 4.34) :

— un comportement à faible charge très proche, voire confondu, avec les nanocomposites sans NTC et les alumines de référence pour les modes de chargement correspondant une transition de charge, situé à 18±1 N, conduisant à une brutale réduction de l'amplitude de débattement et une forte augmentation du coefficient de frottement sans apparition du grippage.

— un comportement à forte charge, de même nature que celui à faible charge (décroissance linéaire du taux de glissement et coefficient de frottement constant), mais caractérisé par des coefficients de frottement très élevés et conduisant à des seuils de grippage très bas.

TABLE 4.34: Synthèse des paramètres de fretting dans différentes conditions de chargement (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	Mode de chargement	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
3N5F (faible P)	Progressif	-7,1 ± 0,8	0,47 ± 0,03	42,3 ± 1,5	1,48 ± 0,33
4N7F (faible P)	Progressif	-7,2 ± 0,3	0,45 ± 0,03	42,3 ± 0,6	1,41 ± 0,21
4N7F (faible P)	Progressif continu	-5,0 ± 1,2	0,50 ± 0,03	60,0 ± 4,0	2,24 ± 0,78
4N7F (faible P)	Constant	-7,7 ± 0,3	0,45 ± 0,02	38,8 ± 0,3	1,31 ± 0,18
3N5F (forte P)	Progressif	-11,5 ± 0,5	0,66 ± 0,06	26,1 ± 0,5	1,29 ± 0,24
4N7F (forte P)	Progressif	-13,5 ± 0,8	0,75 ± 0,06	22,2 ± 0,5	1,25 ± 0,24
4N7F (forte P)	Progressif continu	-12,0 ± 0,7	0,79 ± 0,07	25,0 ± 0,5	1,49 ± 0,29
4N7F (forte P)	Constant	-11,0 ± 1,5	0,68 ± 0,11	27,3 ± 1,1	1,39 ± 0,49

4.1.6. USURE DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-Fe-NTC

Dans cette partie, nous allons étudier l'apport des particules de fer, de taille micro et nanométrique, incluant éventuellement des nanotubes de carbone (NTC) sur le comportement en usure.

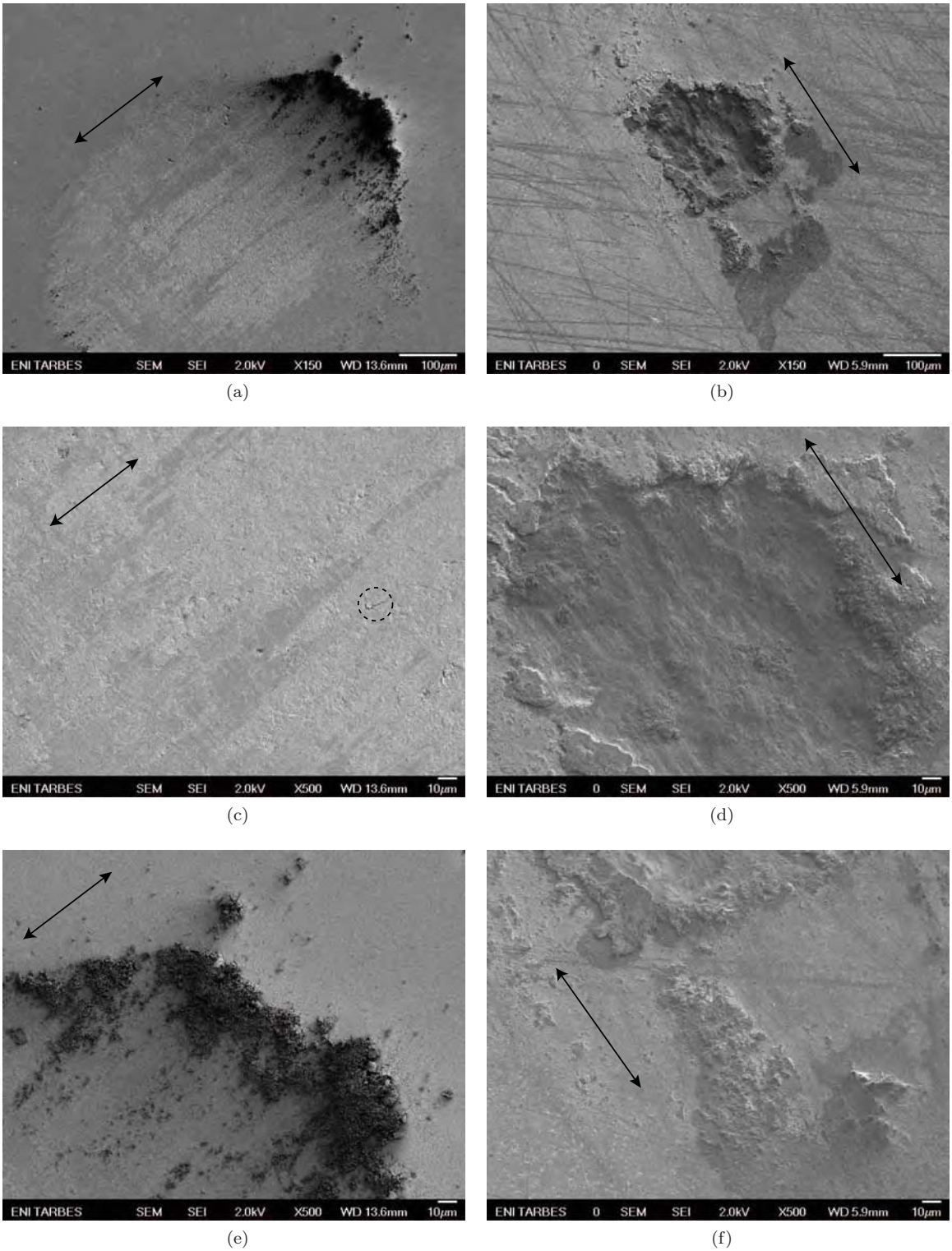
a) Observations des traces d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC

Pour les essais menés à charges progressives sur le disque, on observe :

— une zone centrale présentant une usure catastrophique (200 µm de diamètre) de la surface et recouverte d'une couche de débris de très petite taille fortement cisaillée et des amas de débris accumulés aux extrémités du contact, formant une couche cohésive, fragmentée et assez épaisse ($\leq$ 10 µm) (fig. 4.45c).

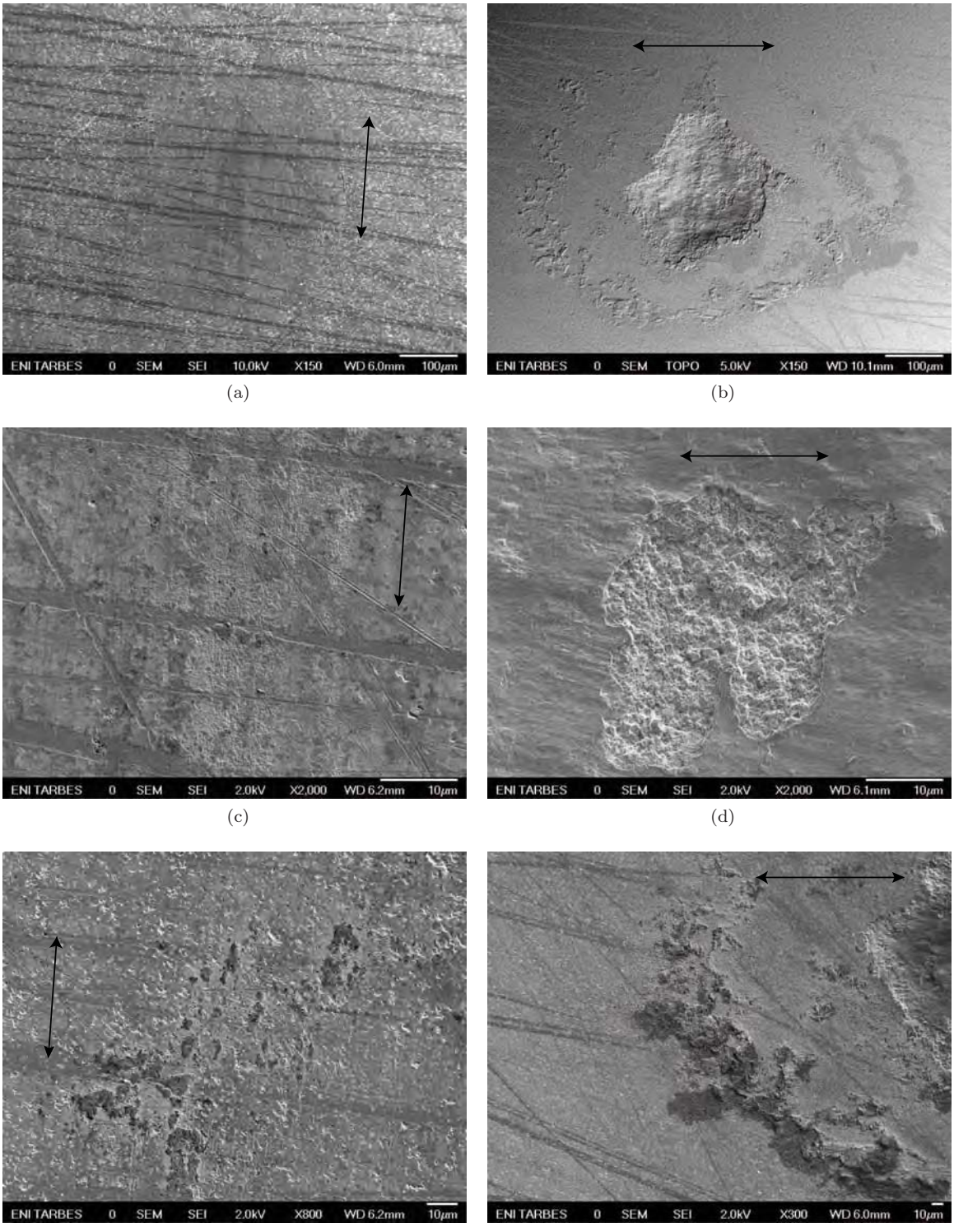
— une zone périphérique constituée d'amas de débris (1,5-2,5 µm d'épaisseur) agglomérés de plus grande taille, repoussés hors du contact préférentiellement dans la direction du déplacement (fig. 4.45e).

L'observation de la trace d'usure sur le nanocomposite 3N5F étudié en chargement progressif montre un faciès de glissement caractéristique avec la présence d'un film très fin de débris couvrant l'essentielle de la trace. Des accumulations de débris de plus grande taille sont repoussées aux extrémités du contact dans le sens du déplacement du



(a) (b) (c) (d) (e) (f)

FIGURE 4.45: Traces d'usure à charge progressive sur le disque 3N5F (colonne de gauche) mené jusqu'à 21 N (grippage à 26,1 N) et sur le disque 4N7F mené jusqu'à 36 N (grippage à 22,2 N) (a) vue générale, (b) centre de la trace, (c) et (d) amas de débris en bord (extrémité droite) de la trace ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 10^4$ cycles).



(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

FIGURE 4.46: Traces d'usure sur le disque 4N7F après essais à charge constante à 12 N (colonne de gauche) et 18 N (colonne de droite) (a) et (b) vues générales (c) et (d) centre de la trace (e) et (f) bords de la trace (extrémité gauche) ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles). Les taches noires autour des débris sont à cause du nettoyage à l'éthanol avant la métallisation.

frotteur (fig. 4.45a, c, e). Ces traces d'usure montrent des similarités à celles observées sur les alumines et les nanocomposites alumine-FeCr.

La trace d'usure du nanocomposite 4N7F étudié en chargement progressif présente un faciès d'arrachement de matière dû à la séparation du contact après grippage (fig. 4.45b, d, f). En effet, cet essai a été mené jusqu'à 36 N alors que son seuil de grippage calculé est de 22,2 N. Les débris provenant du frottement lors des phases de glissement aux faibles charges ont favorisé une forte adhérence des surfaces de contact par écrasement lors des phases de grippage aux fortes charges.

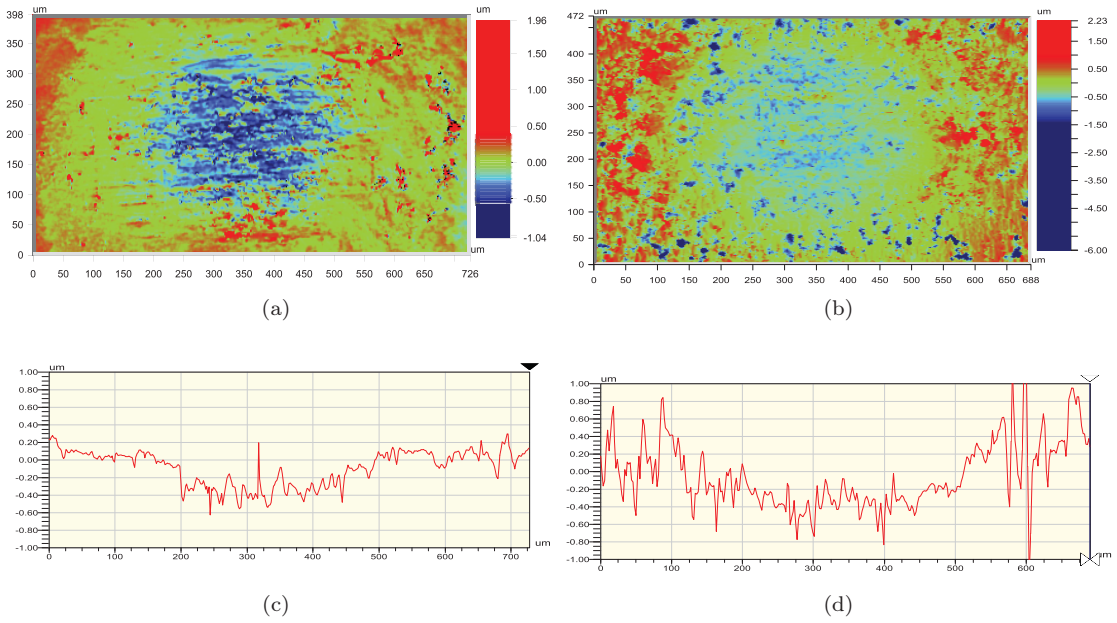
En chargement constant, à faible charge, l'usure du 4N7F reste très faible et superficielle comme dans le cas du couple A99/3N5F à charges progressives (fig. 4.46a, c, e). Au delà de la transition de charge, la zone centrale du contact subit un endommagement similaire à celui observé en chargement progressif. Avec la séparation du contact après l'essai, la surface est endommagée avec des arrachements de grain sous la couche interfaciale de débris (fig. 4.46d).

b) Mesures d'usure des nanocomposites alumine-Fe-NTC

Le comportement du contact est alors inversé par rapport aux comportements des alumines et des nanocomposites avec FeCr : l'usure se produit essentiellement sur l'échantillon et le transfert de matière est situé sur le frotteur.

Pour les essais conduits à charges progressives, une profondeur d'usure de 0,6 µm est mesurée sur le nanocomposite 3N5F, du même ordre de grandeur que celles mesurées sur le frotteur (fig. 4.47). En revanche, la profondeur d'usure mesurée sur le nanocomposite 4N7F atteint environ 15 µm alors que le frotteur reste peu altéré et présente d'importants transferts d'une épaisseur de l'ordre de 1 à 2 µm (fig. 4.48).

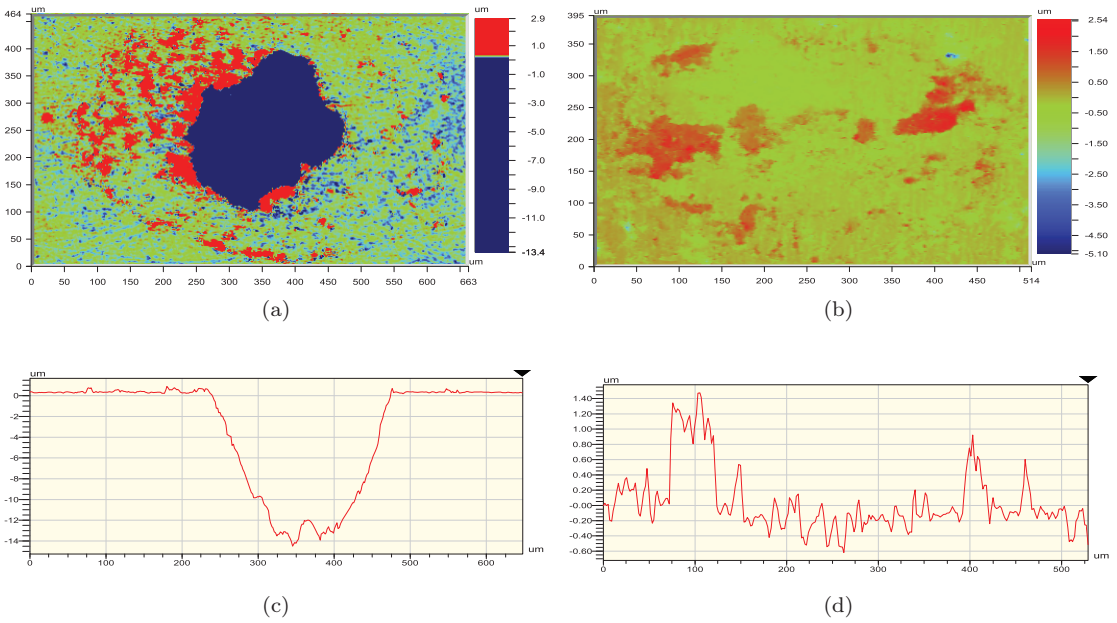
En chargement constant à faible charge, la profondeur de la trace sur le disque et le frotteur respectivement 0,2 et 0,5 µm sont du même ordre de grandeur que ceux des alumines et les composites avec FeCr (fig. 4.49). À forte charge comme à partir de 18 N, la profondeur sur le disque peut aller jusqu'à 12 µm. Le profondeur des traces sur les frotteurs reste entre 0,2-0,5 µm. Dans les deux types de chargement, les amas de débris au bord de la trace ne dépassent jamais 2,5 µm d'épaisseur.



(a) (b)

(c) (d)

FIGURE 4.47: Relevés et profils topographiques de la trace d'usure sur le disque 3N5F (à gauche) associé à son frotteur A99 (à droite) après essai à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles).



(a) (b)

(c) (d)

FIGURE 4.48: Relevés et profils topographiques de la trace d'usure sur le disque 4N7F (à gauche) associé à son frotteur A99 (à droite) après essai à charges progressives (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 10^4$ cycles).

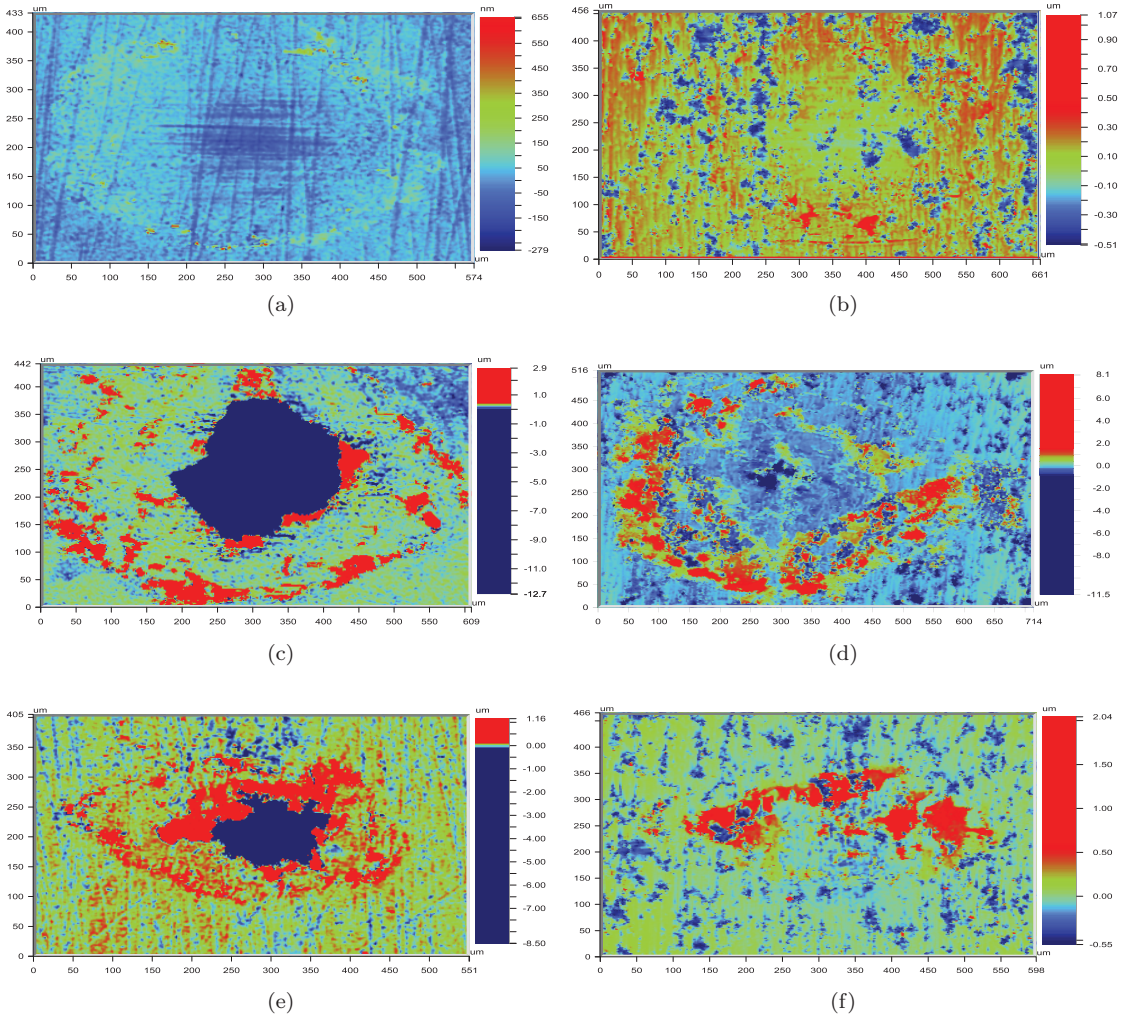


FIGURE 4.49: Relevés topographiques des traces d'usure sur le disque 4N7F (à gauche) et son frotteur A99 (à droite) après essais à chargement constant (a) 12 N, (b) 18 N, (c) 27 N ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

Les valeurs des taux d'usure K et ε à charges progressives sont très différentes pour le 3N5F et le 4N7F (tableau 4.35). Les taux d'usure pour le 3N5F sont obtenus pour des conditions de glissement, avec une séparation à l'interface au moment de l'ouverture du contact. Ces taux d'usure sont inférieurs à ceux des alumines mais supérieurs à ceux des nanocomposites alumine-FeCr. En revanche, les taux d'usure pour le 4N7F sont obtenus dans des conditions de grippage, avec rupture de l'interface et arrachement de matière à l'ouverture du contact. Les taux calculés sont donc très élevés et ne sont pas comparables avec le 3N5F.

Les taux d'usure K et ε à charge constante pour le 4N7F doivent être également séparés en deux catégories (tableau 4.36). A 12 N (faible charge), les taux d'usure sont cette fois similaires à ceux du 3N5F à charge progressive, car les conditions de sollicitation sont clairement en glissement. À partir de 18 N (fortes charges), les taux d'usure deviennent très élevés pour les mêmes raisons que précédemment avec le 3N5F.

Les évolutions des paramètres V_c/D_0 et V_c/E_{dt} en fonction de P (fig. 4.50) et V_c et V_c/D_0en fonction de E_{dt} (fig. 4.51) sont très dispersées et difficilement exploitables.

TABLE 4.35: Volumes d'usure sur le disque 3N5F et 4N7F, le frotteur A99 et du couple, taux d'usure K et coefficient énergétique d'usure ε en chargement progressif.

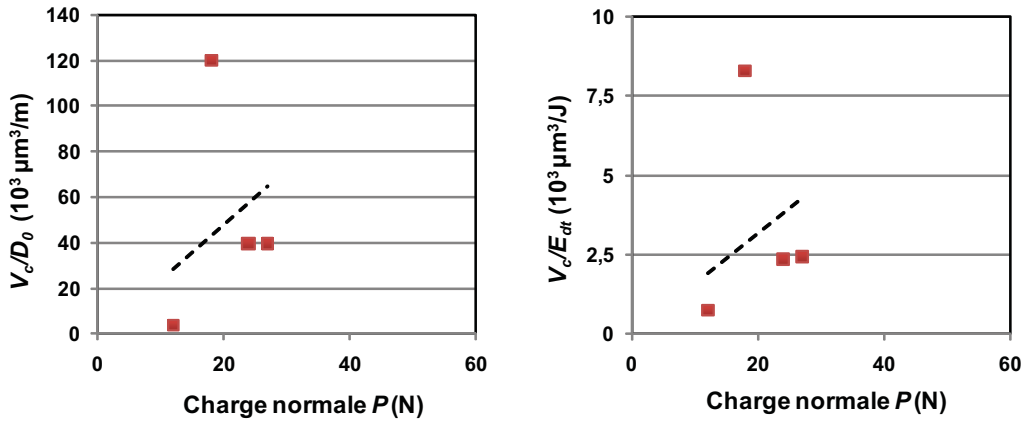
Échantillon	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
3N5F	6,57	2,81	9,38	0,89	0,08	0,15
4N7F	122,76	85,88	208,64	21,59	2,00	4,06

$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.

TABLE 4.36: Volumes d'usure sur le disque 4N7F, le frotteur A99 et du couple A99/4N7F, taux d'usure K et coefficient énergétique d'usure ε à différentes charges constantes.

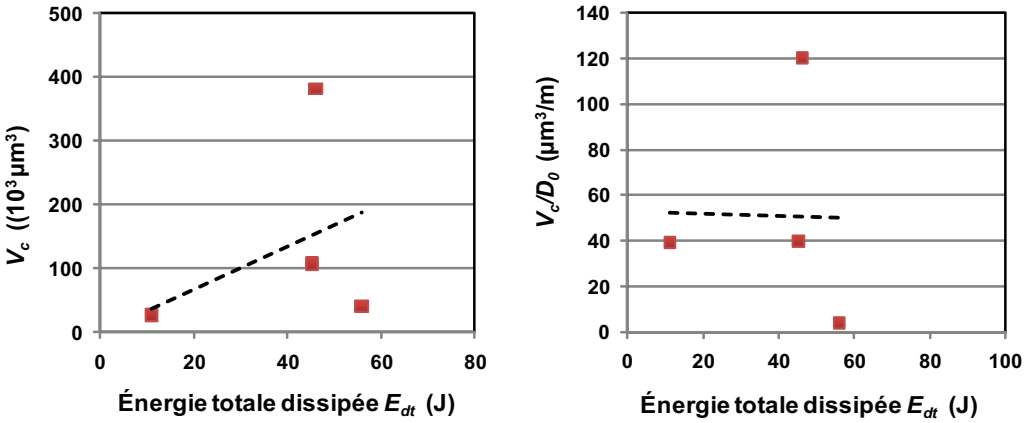
Charge appliquée P (N)	V_d $(\mu m^3)^{(a)}$	V_p $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c $(\mu m^3)^{(a)}$	V_c/D_0 $(\mu m^3 \cdot m^{-1})^{(a)}$	K $(\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1})^{(a)}$	ε $(\mu m^3 \cdot J^{-1})^{(a)}$
12	-3,98	45,26	41,28	3,99	0,33	0,74
18	216,43	166,04	382,47	120,27	6,68	8,29
24	65,87	41,00	106,87	39,70	1,65	2,36
27	19,06	7,81	26,87	39,52	1,46	2,42
30	54,50	30,91	85,41	194,12	6,47	10,81

$^{(a)}$: Multiplié par 10^3.



(a) (b)

FIGURE 4.50: Évolution de V_c/D_0 (P) dont la pente donne le taux d'usure K et évolution de ε (P) pour le nanocomposite 4N7F à charges constantes ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.51: Évolution de V_c (E_{dt}) et V_c/D_0 (E_{dt}) pour le nanocomposite 4N7F à charges constantes (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz, $N = 5 \cdot 10^4$ cycles).

c) Mécanismes de dégradation

Les observations des surfaces frottantes ont établi l'existence d'un film (soit mince, soit épais) de débris compactés dans le contact et d'une couronne de débris éjectés plus pulvérulents à la périphérie du contact. Par ailleurs, les mesures profilométriques ont montré la provenance de ces débris. Les mécanismes d'usure des matériaux étudiés peuvent ainsi se décrire en deux phases successives en accord avec les débits de matière intervenant dans les approches « troisième corps » et « circuit tribologique ». La première phase correspond à la formation des débris et fait intervenir des débits sources de débris alors que la deuxième phase décrit la formation et l'évolution du troisième corps avec le rôle du débit interne et du débit d'usure [Ural 09]. Le scénario d'usure des alumines (A99, A99S2) et des composites FeCr (7FC1 et 7FC2, 10FC1 et 10FC2, 20FC2) en glissement contre le frotteur d'alumine A99 est illustré à la figure 4.52. Lors du contact initial, le débit source du frotteur en alumine est plus important que celui des échantillons. Le troisième corps forme une fine couche de débris qui adhère sur le disque, et la zone de glissement se concentre à l'interface troisième corps/frotteur. Ce type d'accommodation limite la dégradation du disque et l'éjection des débris est faible.

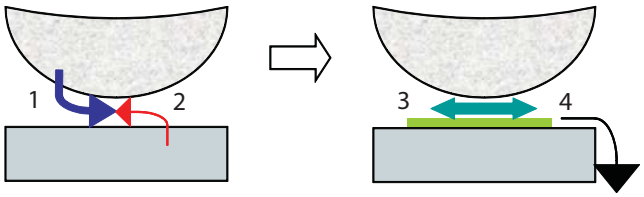


FIGURE 4.52: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des alumines (A99, A99S2) et de composites FeCr (7FC1 et 2, 10FC1 et 2, 20FC2) face à un frotteur en alumine A99 : (a) phase de formation des débris avec débits source du frotteur (1) et de l'échantillon (2), et (b) régime permanent avec débit interne de 3e corps (3) et débit d'usure (4).

Le scénario d'usure pour des composites avec nanotubes de carbone (3N5F et 4N7F) est inversé au-delà de la transition de charge (fig. 4.53) : cette fois, le débit source de l'échantillon est beaucoup plus important que celui du frotteur. La présence des NTC aux joints des grains semble alors fortement altérer la tenue superficielle du composite et serait à l'origine de cet enlèvement de matière brusquement plus important. Le troisième corps obtenu est nettement plus épais que précédemment et adhère aussi bien sur l'échantillon que sur le frotteur. La couche de troisième corps est fortement sollicitée et une importante quantité de débris est éjectée hors du contact engendrant un débit d'usure élevé comparativement aux autres échantillons.

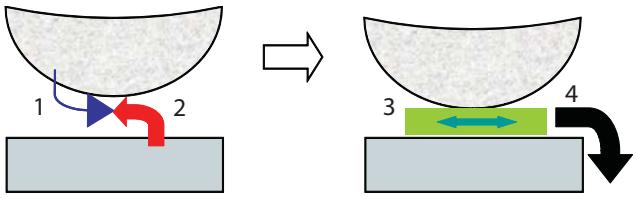


FIGURE 4.53: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites avec nanotubes de carbone (3N5F et 4N7F) face à un frotteur en alumine A99 (même symbolisme que la figure précédente).

d) Synthèse des résultats

L'analyse des traces d'usure sur les nanocomposites alumine-Fe-NTC ont montré que :

— L'essentiel de la matière enlevée provenait des échantillons nanocomposites 3N5F et 4N7F alors que les frotteurs sont peu affectés.

— La présence des nanotubes de carbone a fortement augmenté le taux d'usure K et ε comparativement aux alumines et nanocomposites en alumines avec FeCr au-delà de la transition de charge (tableau 4.37).

TABLE 4.37: Synthèse des paramètres d'usure calculés dans différentes conditions de chargement (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	Mode de chargement	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})	ε (10^3 µm$^3 \cdot$ J^{-1})
3N5F	progressif	0,08 ± 0,01	0,15 ± 0,03
4N7F	progressif	2,00 ± 0,34	4,06 ± 0,73
4N7F	constant	2,39 ± 1,18	3,38 ± 1,84

Deux scénarios d'usure en termes de débits d'accommodation ont été proposés. Alors que les nanoparticules FeCr ne modifient pas fondamentalement le comportement tribologique par rapport à une alumine pure, la présence de NTC aux joints de grains entraîne une élévation importante du coefficient de frottement et de l'usure au-delà d'une transition de charge. Le rôle lubrifiant attendu initialement avec les NTC est occulté par l'affaiblissement des joints de grains. Ce phénomène a été corrélé à un

changement de sites d'accommodation dans le contact : situé à l'interface troisième corps/frotteur sans NTC, il migre à l'intérieur du troisième corps en présence de NTC.

4.1.7. ÉMISSION ACOUSTIQUE LORS DU FRETTING

Les capteurs de déplacement et d'effort permettent d'informer l'expérimentateur sur des changements de comportement tribologique lors d'un essai. La décroissance du débattement du pion sur le disque renseigne sur la progression du système vers le grippage. L'évolution des efforts donne une indication sur l'énergie dissipée dans le contact. Cependant, l'analyse du contact s'effectue après l'expérience, ce qui rend particulièrement difficile la compréhension des mécanismes de dégradation des surfaces. Comme il est impossible de visualiser en temps réel le contact entre les matériaux, une solution intéressante est "d'écouter" le signal acoustique généré par le système frottant.

a) Introduction à l'étude des phénomènes acoustiques

D'après la Norme Française [NF1 00] : L'émission acoustique se définit comme étant "un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements locaux internes à un matériau".

Les signaux acoustiques mesurés comportent différents paramètres caractéristiques à prendre en compte lors de l'analyse de l'expérience. Le nombre d'évènements acoustiques renseigne sur l'augmentation ou la diminution de l'activité mécanique dans le contact. L'amplitude de ces évènements permet d'évaluer l'énergie mécanique générée, énergie dite absolue, représentant la totalité de l'énergie dégagée par un évènement. La fréquence de pic de ces impulsions, représentant la fréquence maximale de la transformée de Fourier discrète, complète la mesure par l'identification des différents phénomènes à l'origine de l'activité acoustique. Finalement, les paramètres de glissement du frotteur sont enregistrés lors de l'acquisition de ces évènements pour tenter de les corréler avec la position du contact.

L'une des principales caractéristiques lors de l'analyse acoustique est l'amplitude du signal mesuré. L'amplitude dépend des propriétés intrinsèques des matériaux, du chargement, des conditions de frottement, de la rugosité des surfaces, de la température ... (tableau 4.38).

TABLE 4.38: Facteurs influençant l'amplitude des signaux acoustiques dans les matériaux [Baranov 07]

Facteurs accentuant l'amplitude	Facteurs atténuant l'amplitude
Rugosité importante	Relief plat
Grande dureté	Faible dureté
Faible ténacité	Grande ténacité
Anisotropie de surface	Isotropie de surface
Grosse taille de grains	Faible taille de grains
Défauts en surface	Absence de défauts de surface
Faible température	Haute température
Vitesse de glissement élevée	Vitesse de glissement faible
Charge élevée	Faible charge
Conditions de frottement non-stationnaires	Conditions de frottement stationnaires
Usure abrasive	Usure adhésive
Rupture fragile	Rupture ductile
Frottement sec	Frottement lubrifié

Ainsi, la distribution du nombre d'évènements acoustiques en fonction de l'amplitude permet de distinguer différents mécanismes de dégradation intervenant au cours d'un essai. Un exemple illustratif, bien qu'éloigné de l'expérience de fretting traitée ici, est celui de l'étude d'un composite formé d'une matrice époxyde et de fibres de verre soumis à des efforts de traction [Benmedakhene 99]. Dans cette étude, il a été démontré que les étapes distinctes et progressives de l'endommagement de la matrice, de la décohésion fibre/matrice et finalement de la rupture des fibres pouvaient clairement être acoustiquement identifiées. Ces étapes représentent alors plusieurs populations d'amplitude croissante avec un maximum obtenu lors de la rupture des fibres.

Dans le domaine du fretting, l'amorçage et la propagation de fissures libèrent de l'énergie mécanique dans le mode II de cisaillement [Meriaux 10]. L'apparition de fissures s'accompagne d'une augmentation de l'activité acoustique et d'un accroissement de l'énergie acoustique détectée.

b) Instrumentation du dispositif

L'équipement d'émission acoustique est développé et commercialisé par l'entreprise Euro Physical Acoustique (EPA). Un capteur piézoélectrique a été placé au plus près du contact frottant sur la nacelle du dispositif tribologique grâce à une pâte adhésive silicone (fig. 4.54). Cette pâte permet d'optimiser la transmission des ondes mécaniques entre la surface du dispositif et le capteur. L'évaluation du couplage par génération de sources acoustiques de type Hsu-Nielsen (selon la norme [AST 84]) indique la qualité de transmission du signal entre le contact pion-disque et le capteur (voir annexe B).

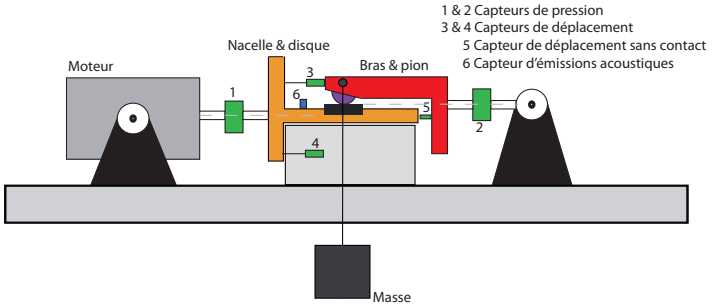


FIGURE 4.54: Schémas d'installation des capteurs sur le dispositif de fretting.

Le capteur utilisé est de type large bande, particulièrement réactif entre 90 kHz et 1 MHz et possédant une fréquence de pic maximale à 324 kHz. Le seuil de détection a été fixé à 30 dB pour la majorité des essais. Cette valeur correspond aux bruits extérieurs au phénomène observé comme le fonctionnement du moteur. Au-delà de ce seuil, les évènements acoustiques mesurés ne sont que le résultat des actions mécaniques du contact.

Deux principaux essais ont été réalisés dans le but d'exprimer des relations entre les phénomènes tribologiques et les signatures acoustiques obtenues. Dans un premier temps, l'échantillon d'alumine A99S2 a été soumis à un essai en chargement normal progressif. La même procédure a été adaptée pour l'échantillon nanocomposite 4N7F avec nanotubes de carbone pour observer des différences de comportement acoustique de ces deux nuances de matériau. Aucun échantillon d'alumine avec particules fer-chrome n'a été étudié ici du fait des précédentes observations indiquant des comportements tribologiques similaires.

c) Analyse des signaux acoustiques pour l'alumine A99S2

L'échantillon d'alumine A99S2 frottant contre un pion d'alumine A99 subit un effort normal progressif de 6 à 48 N avec un pas de temps de 5 min et un pas de poids de 2 N ; l'arrêt de l'acquisition se fait au grippage. L'effort tangentiel en sortie du contact est généré par un effort d'entraînement entrant stable oscillant entre −19 et 19 N avec une chute de 3 N en fin d'essai.

L'évolution du coefficient de frottement est linéaire (fig. 4.55) : il débute à $0,39$ puis décroît avec une pente de $-6,93 \times 10^{-6}\,\mathrm{s}^{-1}$. Ceci fait écho à l'évolution linéaire du débattement en fonction du temps pour ce matériau.

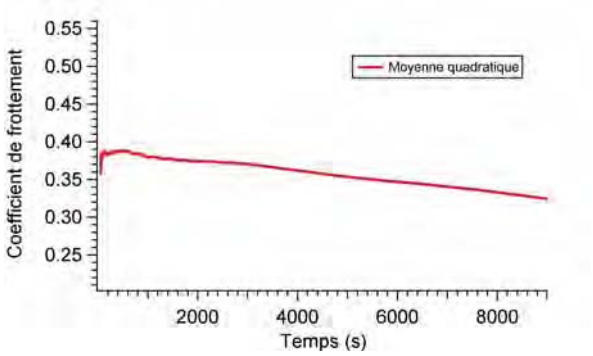
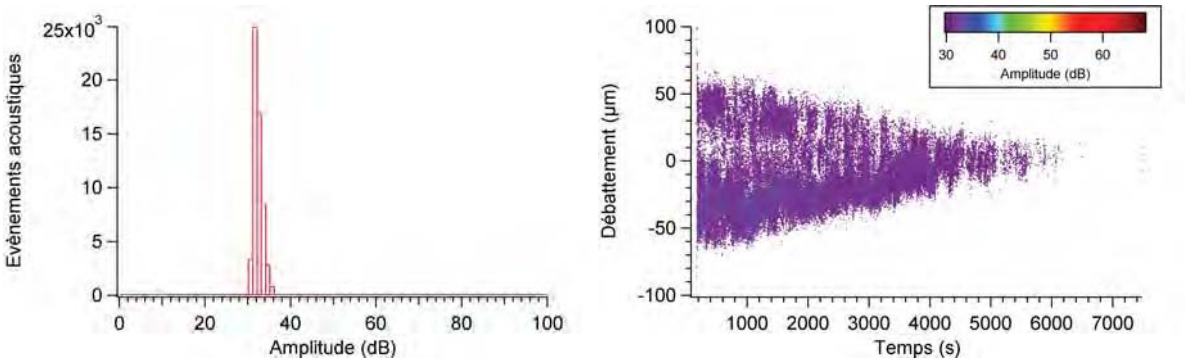


FIGURE 4.55: Évolution du coefficient de frottement pour l'échantillon A99S2 (essai à charges progressives).

Au niveau acoustique, les phénomènes tribologiques pour l'A99S2 se traduisent par la présence d'une population d'évènements autour d'une amplitude d'environ 32 dB (fig. 4.56a). L'évolution temporelle du débattement paramétrée en amplitude montre que cette population d'évènements est répartie de manière homogène au cours du déplacement (fig. 4.56b).



(a) (b)

FIGURE 4.56: Caractérisation du signal acoustique pour l'échantillon A99S2 : (a) activité en fonction de l'amplitude acoustique, (b) débattement mécanique et amplitude acoustique en fonction du temps.

L'approche du grippage et la réduction du débattement qui en résulte sont transcrites par la diminution puis la disparition du signal acoustique.

d) Analyse des signaux acoustiques pour le composite d'alumine 4N7F

La même analyse est effectuée pour l'échantillon d'alumine avec nanotubes de carbone. La charge appliquée varie cette fois-ci de 6 à 22 N. L'effort entrant oscille entre −20 et 20 N avec une chute de 2 N en fin d'essai. Pour le nanocomposite 4N7F le grippage est constaté au bout de 3800 s contre plus de 6500 s pour le précédent échantillon.

A la différence de l'échantillon A99S2, l'évolution du coefficient de frottement n'est pas linéaire et connaît une évolution en deux parties distinctes (fig. 4.57) : le coefficient se stabilise rapidement autour de $0,35$ jusqu'à 2100 s, puis décroît jusqu'à atteindre

0, 5 à la fin de l'essai. Comme constaté précédemment, ceci est aussi retranscrit dans l'évolution du débattement avec une chute brutale de celui-ci à 2100 s.

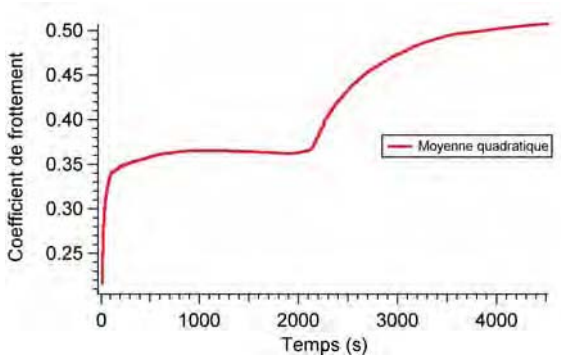


FIGURE 4.57: Évolution du coefficient de frottement pour l'échantillon 4N7F (essai à charges progressives).

Les relevés d'émissions acoustiques révèlent deux populations énergétiques distinctes (fig. 4.58). La première est équivalente à celle observée avec l'alumine A99S2 ; elle est distribuée autour de 32 dB. La seconde, la plus importante en termes d'évènements est centrée sur une amplitude de 40 dB.

En parallèle, avant le temps critique de 2100 s, l'évolution temporelle du débattement nuancée en amplitude indique que la population la plus énergétique est essentiellement concentrée aux extrémités du débattement. La population de moindre énergie semble être émise à mi-parcours du déplacement aller ou retour du frotteur. Au moment de la transition de comportement décrite plus haut, des évènements d'amplitude allant jusqu'à 69 dB surviennent. Ensuite, les deux populations énergétiques n'apparaissent qu'aux extrémités du débattement brusquement réduit après cette transition.

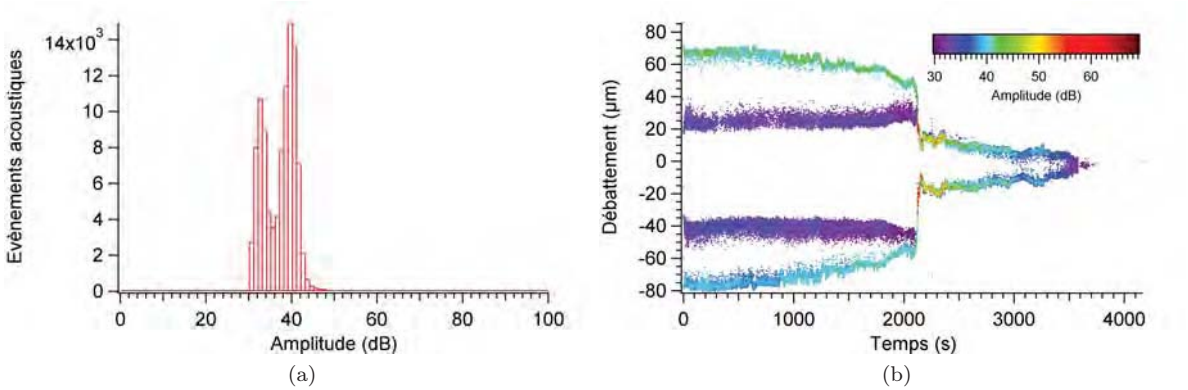


FIGURE 4.58: Caractérisation du signal acoustique pour l'échantillon 4N7F : (a) activité en fonction de l'amplitude acoustique, (b) débattement mécanique et amplitude acoustique en fonction du temps.

e) Relation entre le système tribologique et la réponse acoustique

La signature acoustique de l'alumine A99S2 soumise à un essai de fretting est illustrée par une population d'évènements mécaniques centrés sur une amplitude de 32 dB. Ainsi,

cette population est retrouvée dans la signature acoustique décrite par un échantillon du nanocomposite 4N7F. Une conclusion directe de ces résultats serait par conséquent d'assigner la population de moindre intensité au matériau matriciel d'alumine et la population d'énergie plus élevée (40 dB) à un effet mécanique uniquement liée à la présence des nanotubes de carbone.

En réalité, il a été constaté que l'apparition de ces deux populations est intimement liée à la réponse du système tribologique automatisée (fig. 4.59).

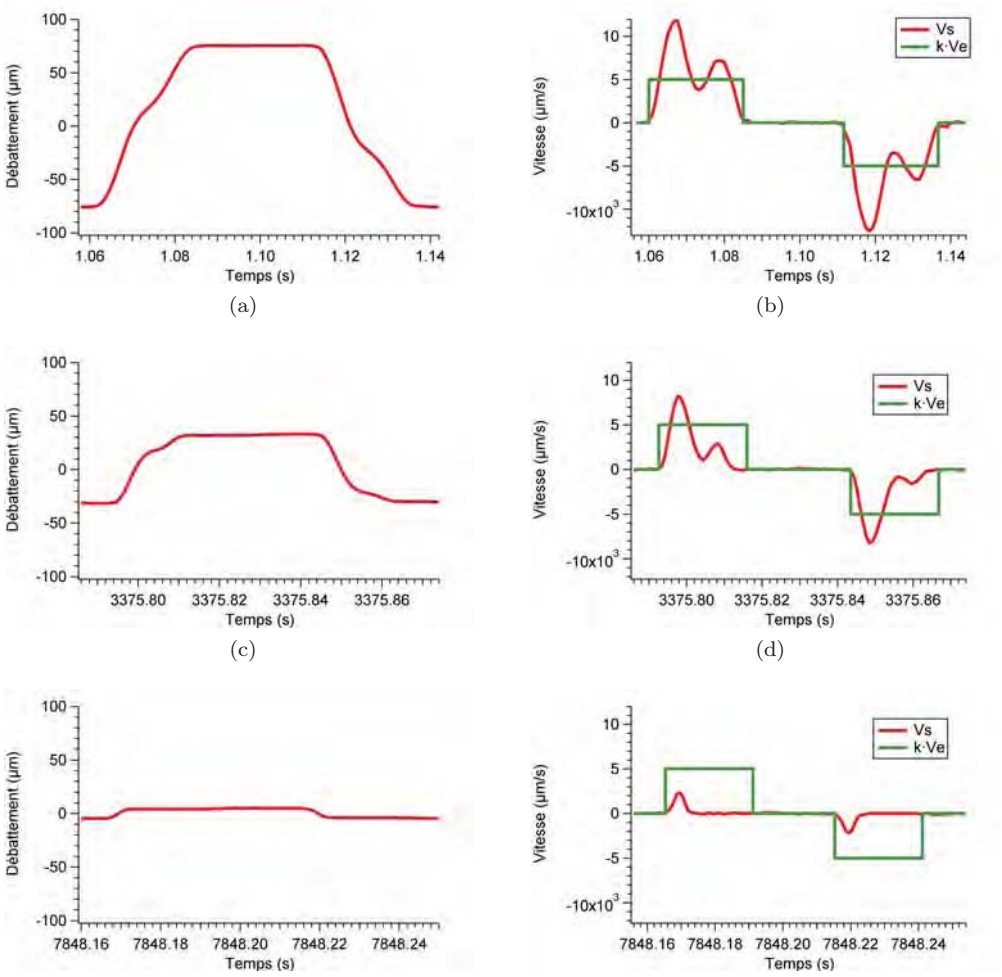


FIGURE 4.59: Caractéristiques de la réponse réelle du dispositif de fretting : (a) et (b) avant le contact, (c) et (d) mesure intermédiaire, (e) et (f) près du grippage.

Le débattement du frotteur est fixé avant la mise au contact à une valeur de 150 µm avec une fréquence de débattement de 10 Hz, ce qui correspond à une période de déplacement aller-retour de 100 ms et à une consigne de vitesse v_e de $3\,\mathrm{mm}\cdot\mathrm{s}^{-1}$. En réponse à cette consigne, le système génère une vitesse v_s avec atténuation progressive dont le signal est de forme sinusoïdale à enveloppe exponentielle. Ce signal est caractérisé par un dépassement de $7\,\mathrm{mm}\cdot\mathrm{s}^{-1}$, une pseudo-période de 12 ms, un temps de pic de 6 ms et un temps de réponse de 20 ms (voir annexe C). Ce temps de réponse correspond

au temps nécessaire pour une stabilisation du signal autour de $\pm 5\,\%$ de la valeur de consigne. Il est ainsi inférieur à la demi-durée d'un débattement qui est de 25 ms, ce qui indique une réactivité suffisante du système envers la consigne. Il est à noter que le signal d'entrée v_e est perçu par le système avec un gain k_s d'environ $1,7$ d'où un signal v_s oscillant à l'état initial autour d'une valeur de consigne $k_s \cdot v_e$ de $5\,\mathrm{mm} \cdot \mathrm{s}^{-1}$.

Lors de l'essai de fretting, le système étant en boucle ouverte, la consigne n'est pas corrigée. Le débattement décroissant nettement au cours d'un essai, il en va alors de même pour l'aire A_v sous la courbe de vitesse v_s. Cette diminution de A_v se traduit par la décroissance des valeurs de dépassement d et du temps de réponse t_p. A l'approche du grippage, le système est de plus en plus amorti et la réponse se stabilise plus rapidement.

La réponse v_s suit donc un profil sinusoïdal amorti et possède pour une première grande partie d'un essai de fretting deux pics ou sursauts de vitesse. Ces pics de vitesse sont à l'origine des deux populations énergétiques obtenues en émission acoustique avec l'échantillon 4N7F.

Les deux matériaux subissent le même type de réponse de vitesse, cependant le nanocomposite 4N7F a une réponse différente aux variations de vitesse et possède une signature acoustique plus énergétique que l'alumine pure lors de ces variations.

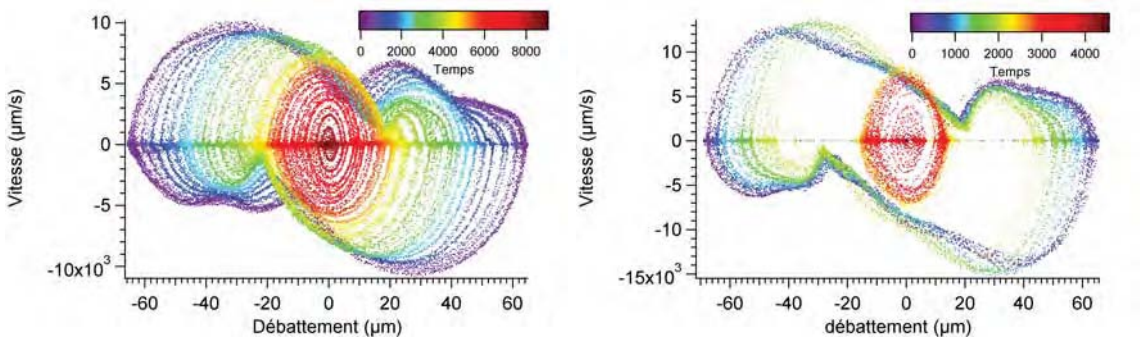


FIGURE 4.60: Diagrammes de vitesse : (a) alumine A99S2 et (b) nanocomposite 4N7F.

Dans un diagramme vitesse en fonction du débattement, on constate que la plus grande variation de vitesse (accélération ou décélération) intervient aux extrémités du débattement et correspond au premier pic de la réponse v_s (fig. 4.60). Une deuxième grande variation intervient environ au trois quarts du déplacement aller ou retour du frotteur. L'alumine A99S2 a une réponse quasi homogène lors de tous les changements de vitesse (fig. 4.56) alors que le nanocomposite 4N7F réagit activement en termes d'émission acoustique aux extrémités et aux trois quarts du déplacement aller ou retour du frotteur. En fin d'essai, le profil de vitesse ne contient qu'un seul pic en réponse à la consigne et v_s varie seulement aux extrémités du débattement. En conséquence, l'alumine A99S2 donne toujours lieu à une seule population énergétique répartie sur la totalité du mouvement décrit par le frotteur sur l'échantillon et concentre son activité

acoustique uniquement sur les extrémités du déplacement. Tandis que l'échantillon 4N7F présente une seconde population énergétique active sur un déplacement intermédiaire du frotteur.

4.1.8. CONCLUSIONS

Dix matériaux à base d'alumine ont été étudiés en fretting à débattements libres : trois alumines (deux alumines obtenues par frittage naturel et frittage SPS à partir d'une poudre industrielle et une alumine pure frittée SPS), cinq composites Al_2O_3-FeCr à différentes teneurs en nanoparticules métalliques (7%, 10% et 20% en FeCr) et différentes conditions de frittage SPS et deux composites NTC-Fe-Al_2O_3 à différentes teneurs en nanotubes de carbone (3% et 4% de NTC). Deux modes de chargement ont été mis en œuvre : par chargement progressif par paliers jusqu'au grippage et par chargement constant, pour un débattement initial de 75 µm et une fréquence constante de 10 Hz. Une modélisation paramétrique a permis de décrire le comportement de l'ensemble des essais à partir de quatre paramètres : un taux de glissement, un coefficient de frottement, un seuil de grippage et une énergie dissipée maximale. L'ensemble des résultats est repris dans le tableau 4.39.

Le mode d'élaboration et la pureté des alumines modifient peu leurs comportements au glissement. Sollicitée en chargement progressif, l'alumine SPS (A99S2) présente à la fois l'un des plus forts coefficients de frottement ($\mu = 0{,}45$) et le seuil de grippage le plus élevé ($G = 41{,}8$ N) par rapport à l'alumine frittée naturelle (A99) et l'alumine pure SPS (A100S) avec des coefficients de frottement très proches (respectivement $\mu = 0{,}44$ et $\mu = 0{,}46$) et des seuils de grippage inférieurs (respectivement $G = 39{,}2$ N et $G = 39{,}0$ N).

Toujours en chargement progressif, l'introduction de particules métalliques de FeCr ne conduit qu'à de légères modifications de comportement au glissement. Ainsi, la teneur intermédiaire de 10% de FeCr (10FC1) conduit au plus bas coefficient de frottement ($\mu = 0{,}42$) et au plus haut seuil de grippage ($G = 41{,}1$ N).

En revanche, l'introduction de nanotubes de carbone dans une matrice alumine comportant des particules de fer (3N5F et 4N7F) se distingue par l'apparition d'une transition de charge vers 18 N séparant un comportement à faible charge semblable aux autres composites suivie d'une augmentation brutale du coefficient de frottement ($\mu > 0{,}7$) et d'un grippage prématuré ($G < 28$ N).

Le mode de chargement, ainsi que l'état de surface, a une influence plus marquée sur les comportements au glissement de l'ensemble des matériaux étudiés. Sollicités en chargement constant, les coefficients de frottement sont systématiquement réduits et les seuils de grippage augmentés, impliquant ainsi de meilleures performances. En

revanche, une rugosité élevée des échantillons (et du frotteur) réduit fortement leurs performances tribologiques.

TABLE 4.39: Synthèse des paramètres de frottement obtenus sur l'ensemble des essais de fretting (δ_i = 75 µm, ν = 10 Hz).

Échantillon	mode de chargement	α_0 (µm·N^{-1}·cycle^{-1})	μ	G (N)	$\frac{E_{dt_{max}}}{N}$ (mJ·cycle^{-1})
A99	Progressif	-7,7 ± 0,4	0,44 ± 0,01	39,2 ± 0,8	1,29 ± 0,17
A99S2	Progressif	-7,2 ± 0,3	0,45 ± 0,01	41,8 ± 0,7	1,42 ± 0,16
A99S2	Constant	-6,1 ± 0,2	0,40 ± 0,03	49,5 ± 0,8	1,49 ± 0,23
A99S2	Progressif continu	-6,8 ± 0,2	0,43 ± 0,02	44,3 ± 0,6	1,43 ± 0,17
A100S	Progressif	-7,7 ± 0,5	0,46 ± 0,02	39,0 ± 0,9	1,34 ± 0,20
A99b	Progressif	-9,5 ± 1,2	0,67 ± 0,02	31,4 ± 1,2	1,58 ± 0,31
7FC1	Progressif	-7,9 ± 0,3	0,46 ± 0,01	38,0 ± 0,7	1,31 ± 0,15
10FC1	Progressif	-7,3 ± 0,4	0,42 ± 0,02	41,1 ± 0,8	1,42 ± 0,22
7FC2	Progressif	-7,7 ± 0,2	0,44 ± 0,01	39,0 ± 0,6	1,29 ± 0,13
7FC2	Constant	-6,0 ± 0,4	0,39 ± 0,04	50,0 ± 1,2	1,39 ± 0,31
10FC2	Progressif	-8,1 ± 0,4	0,46 ± 0,01	37,0 ± 0,7	1,17 ± 0,16
20FC2	Progressif	-7,8 ± 0,3	0,43 ± 0,02	38,5 ± 0,7	1,24 ± 0,17
3N5F (faible P)	Progressif	-7,1 ± 0,8	0,47 ± 0,03	42,3 ± 1,5	1,48 ± 0,33
4N7F (faible P)	Progressif	-7,2 ± 0,3	0,45 ± 0,03	42,3 ± 0,6	1,41 ± 0,21
4N7F (faible P)	Progressif continu	-5,0 ± 1,2	0,50 ± 0,03	60,0 ± 4,0	2,24 ± 0,78
4N7F (faible P)	Constant	-7,7 ± 0,3	0,45 ± 0,02	38,8 ± 0,3	1,31 ± 0,18
3N5F (forte P)	Progressif	-11,5 ± 0,5	0,66 ± 0,06	26,1 ± 0,5	1,29 ± 0,24
4N7F (forte P)	Progressif	-13,5 ± 0,8	0,75 ± 0,06	22,2 ± 0,5	1,25 ± 0,24
4N7F (forte P)	Progressif continu	-12,0 ± 0,7	0,79 ± 0,07	25,0 ± 0,5	1,49 ± 0,29
4N7F (forte P)	Constant	-11,0 ± 1,5	0,68 ± 0,11	27,3 ± 1,1	1,39 ± 0,49

Les comportements à l'usure ont été caractérisés par deux taux d'usure : un taux K (approche d'Archard) et un taux ε (approche énergétique). Ces deux taux semblent relativement équivalents bien que le taux d'usure K présente souvent une meilleure corrélation. Le tableau 4.40 rassemble l'ensemble des valeurs obtenues pour ces taux d'usure. Les incertitudes associées à ces taux sont assez élevées compte tenu des faibles volumes d'usure mesurés si bien que ces résultats globaux sont difficilement exploitables. En revanche, les mesures montrent clairement que l'essentiel de la matière enlevée provient du frotteur en alumine (A99) sauf dans le cas des composites avec NTC (3N5F et 4N7F).

Les faciès d'endommagement des alumines et des composites avec particules FeCr révèlent la formation d'une fine couche de débris à la surface de contact des échantillons alors que la surface des frotteurs montre des dégradations sous forme de microabrasion.

Le mécanisme d'accommodation dans le contact s'effectue préférentiellement entre la couche de débris formant le 3e corps adhérent aux composites et le frotteur où se situe le siège prépondérant du débit source du contact. La présence de nanotubes de carbone aux joints des grains semble fortement altérer la tenue superficielle des composites au-delà de la transition de charge. Le débit source de l'échantillon est alors beaucoup plus important que celui du frotteur ce qui conduit à un troisième corps plus épais, mais aussi à un débit d'usure élevé.

TABLE 4.40: Synthèse des paramètres d'usure obtenus sur l'ensemble des essais de fretting ($\delta_i = 75$ µm, $\nu = 10$ Hz).

Échantillon	Mode de chargement	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})	ε (10^3 µm$^3 \cdot$ J^{-1})
A99S2	progressif	0,21 ± 0,04	0,46 ± 0,08
A99S2	constant	0,41 ± 0,14	0,65 ± 0,34
7FC2	progressif	0,16 ± 0,03	0,36 ± 0,07
7FC2	constant	0,30 ± 0,08	0,74 ± 0,20
10FC2	progressif	0,03 ± 0,01	0,06 ± 0,01
20FC2	progressif	0,01 ± 0,002	0,02 ± 0,003
3N5F	progressif	0,08 ± 0,01	0,15 ± 0,03
4N7F	progressif	2,00 ± 0,34	4,06 ± 0,73
4N7F	constant	2,39 ± 1,18	3,38 ± 1,84

Les enregistrements en émission acoustique menés sur une alumine A99S2 et un composite 4N7F en chargement progressif montrent une population d'évènements (centrée à 32 dB) répartie de façon homogène au cours du déplacement pour l'alumine A99S2 mais deux populations d'évènements (centrées à 32 dB et à 40 dB) bien distincts pour le composite 4N7F. Ces différentes réponses acoustiques ne sont pas directement liées aux différents éléments composant les matériaux étudiés ; elles dépendent fortement de la réponse dynamique du dispositif de fretting. Le dispositif étant piloté en boucle ouverte (débattements non imposés), sa réponse dynamique suit un comportement sinusoïdal amorti à chaque inversion de sens du glissement. Alors que l'alumine A99S2 est peu affectée par ces fortes variations de vitesse, le composite 4N7F réagit préférentiellement en termes d'énergie acoustique, à ces gradients de vitesse.

4.2. ESSAIS DE GLISSEMENT ALTERNATIF

Des essais complémentaires en glissement alternatif ont été menés afin de mieux distinguer les comportements tribologiques des alumines de référence et des nanocomposites. Ce mode de sollicitation implique un débattement imposé de grande amplitude ($\delta = 1$ mm, soit 2 mm par cycle, constante pendant toute la durée de l'essai) et une taille de contact plus faible (diamètre du frotteur en alumine $\phi = 3$ mm) comparé aux essais de fretting.

Les références et les compositions des échantillons utilisés pendant les essais de glissement alternatif sont présentées dans le tableau 4.41. Le nombre d'essais de reproductibilité est donné entre parenthèses en regard de la référence du matériau.

Table 4.41: Matériaux étudiés en glissement alternatif.

Matériaux	Essais
Al_2O_3	A97 (2), A99
Nanocomposites Al_2O_3- FeCr	7FC1 (2), 10FC1 (2)
Nanocomposite Al_2O_3-Fe-NTC	3N5F

4.2.1. COMPORTEMENT DES ALUMINES ET DES NANOCOMPOSITES Al_2O_3-FeCr

a) Évolution des coefficients de frottement

Les figures 4.61, 4.62, 4.63 et 4.64 montrent l'évolution du coefficient de frottement des quatre échantillons A97, A99, 7FC1 et 10FC1 en fonction du déplacement du frotteur lors du 1er, 25e, 50e et 100e cycle (trajet aller et retour) à une vitesse et une charge normale constante, respectivement de 20 mm/min et de 20 N.

— Dans le cas de l'échantillon A97, le coefficient de frottement augmente progressivement de 0,13 lors des premiers cycles jusqu'à un palier à 0,25 puis s'élève franchement à partir du 50e cycle jusqu'à 0,63 au 100e cycle (fig. 4.61). Lors de cette dernière phase, le coefficient de frottement n'est plus stable durant le cycle : il fluctue fortement autour de 0,6 (fig. 4.61d). Ce changement indique une transition de comportement en frottement.

— L'échantillon A99 montre un comportement similaire avec un coefficient de frottement qui évolue légèrement de 0,14 à 0,25 jusqu'au 75e cycle, suivi d'une

forte augmentation du coefficient de frottement atteignant 0,49 au 100e cycle (fig. 4.62). Globalement, le coefficient de frottement de l'échantillon A99 est légèrement plus bas que pour l'échantillon A97 et la transition en frottement est plus tardive, mais aussi plus soudaine que celle observée avec l'échantillon A97.

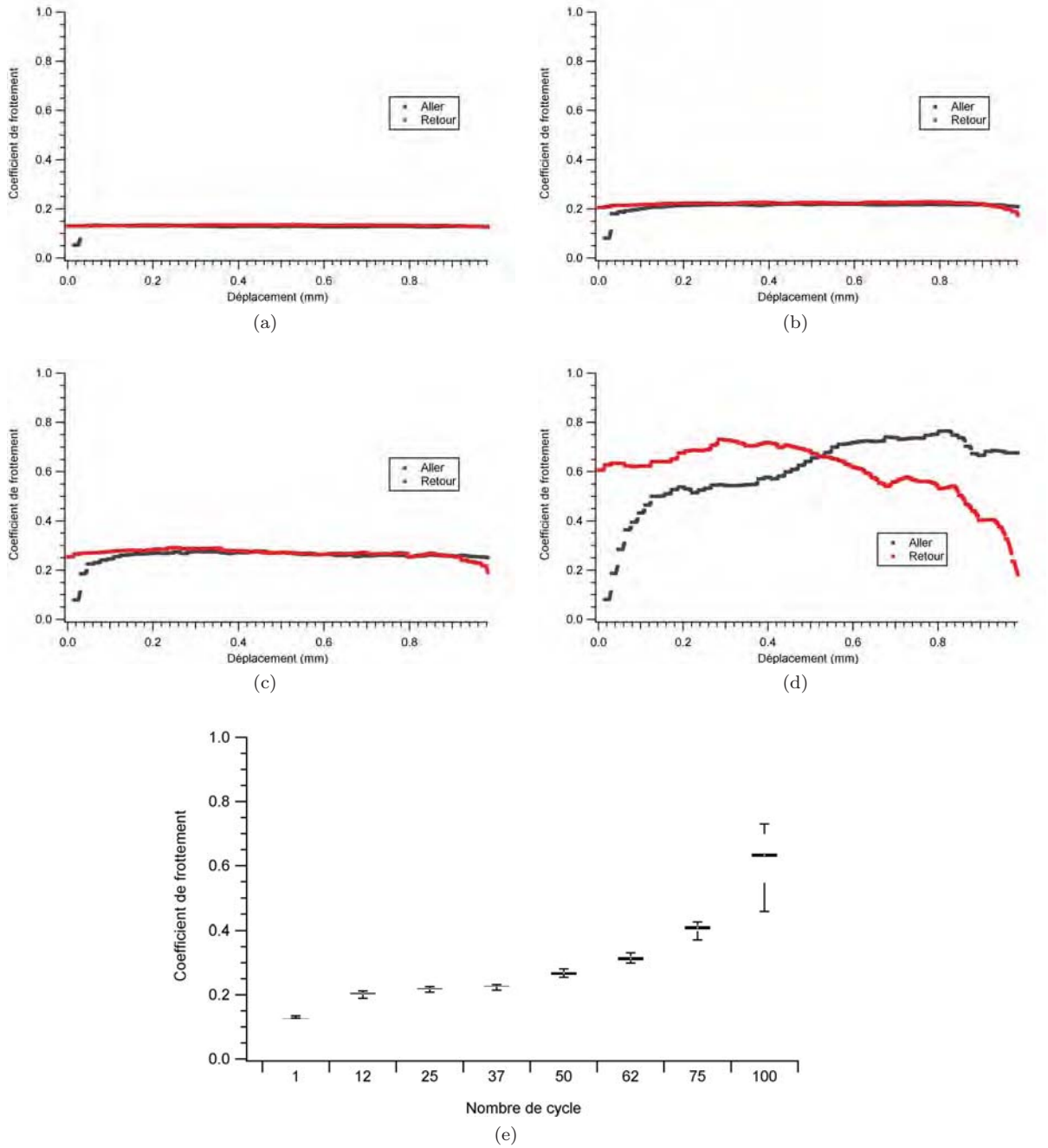


FIGURE 4.61: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon A97 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 150 cycles).

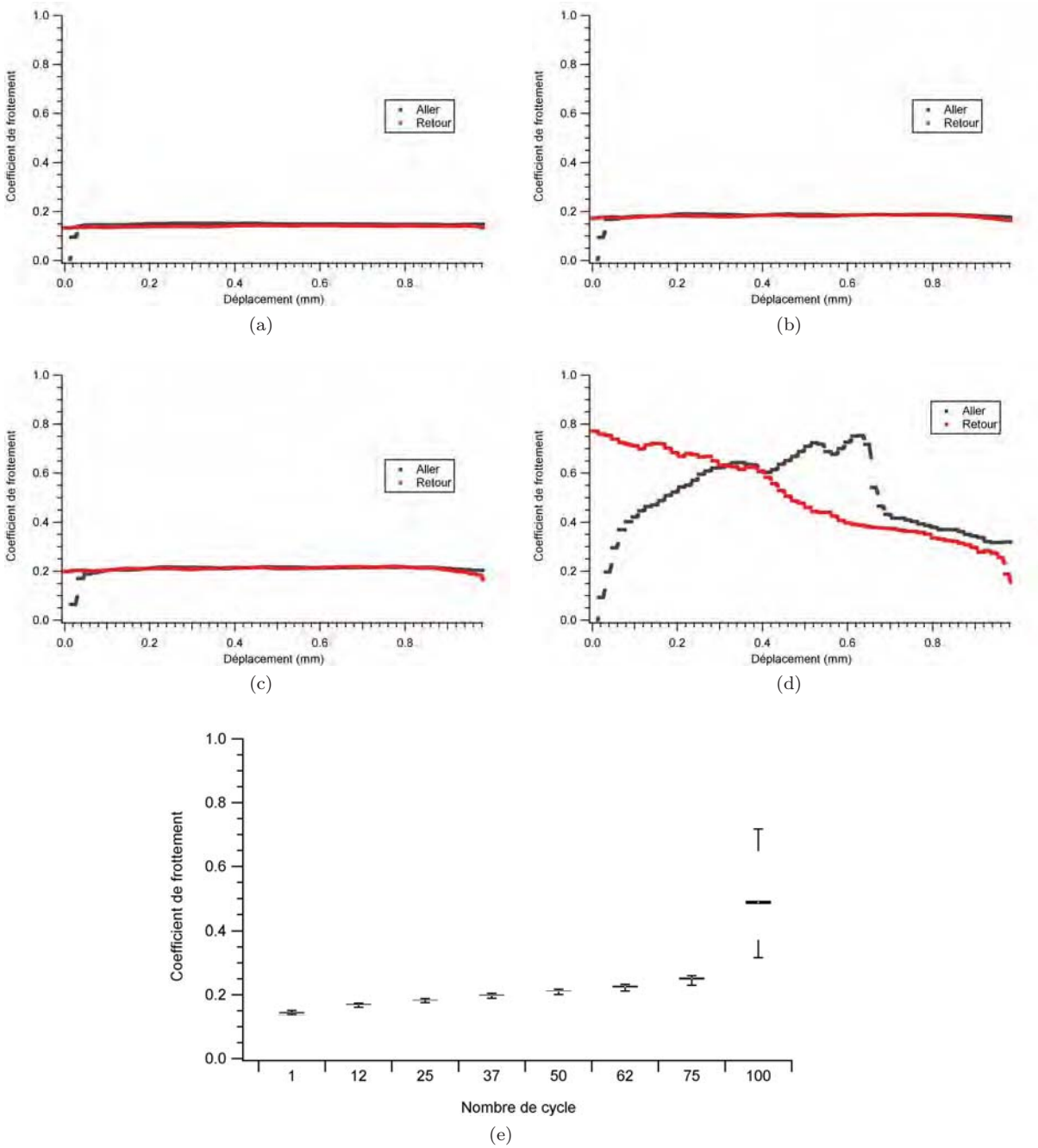


FIGURE 4.62: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon A99 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

— Le coefficient de frottement de l'échantillon 7FC1 augmente de 0,13 à 0,24 jusqu'au 12e cycle puis reste stable autour de 0,27 jusqu'au 100e cycle sans atteindre le seuil de frottement (fig. 4.63).

— Dans le cas du 10FC1, le coefficient de frottement s'accroît progressivement de 0,13 à 0,19 jusqu'à la fin de l'essai (fig. 4.64).

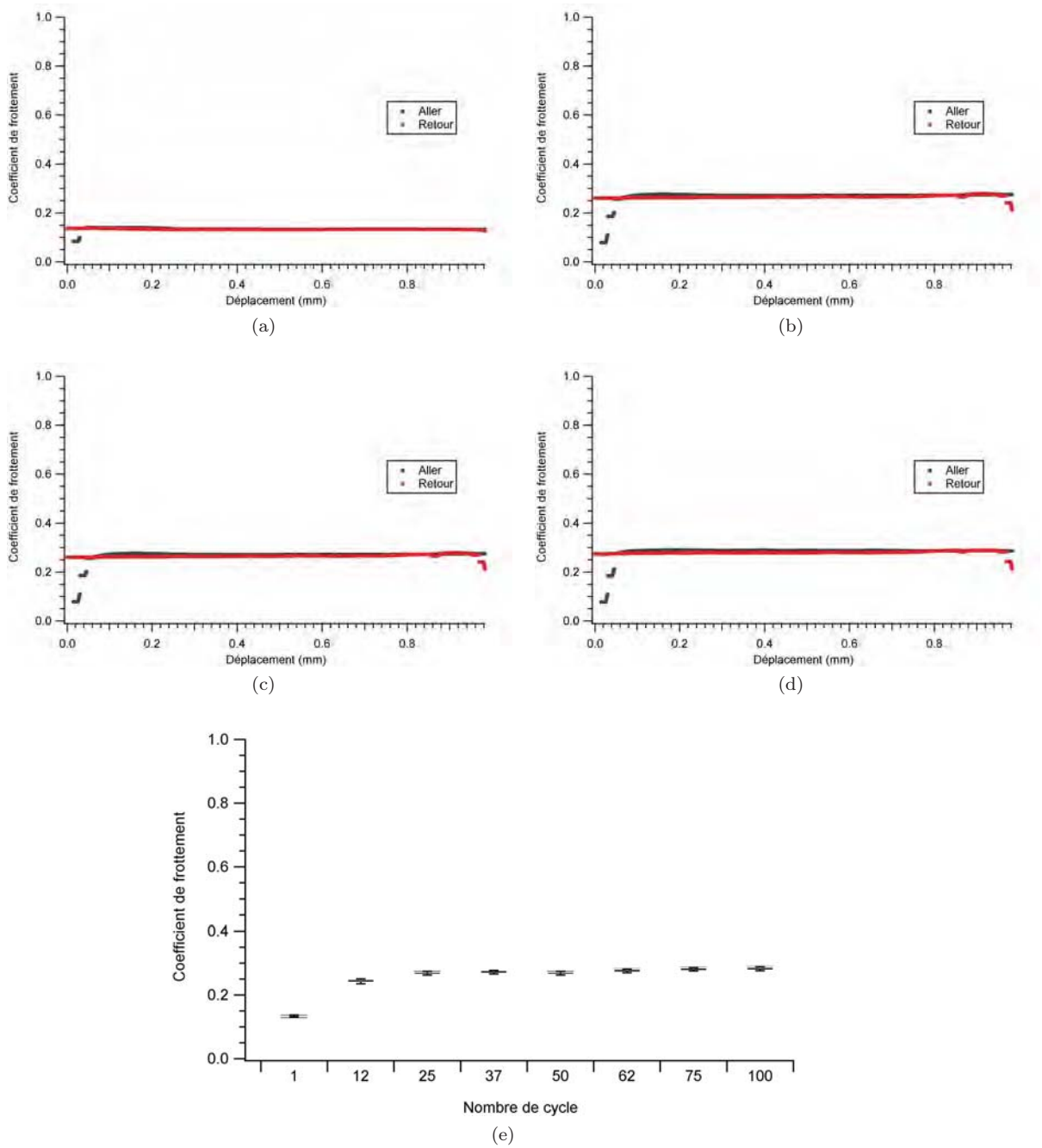


FIGURE 4.63: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 7FC1 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

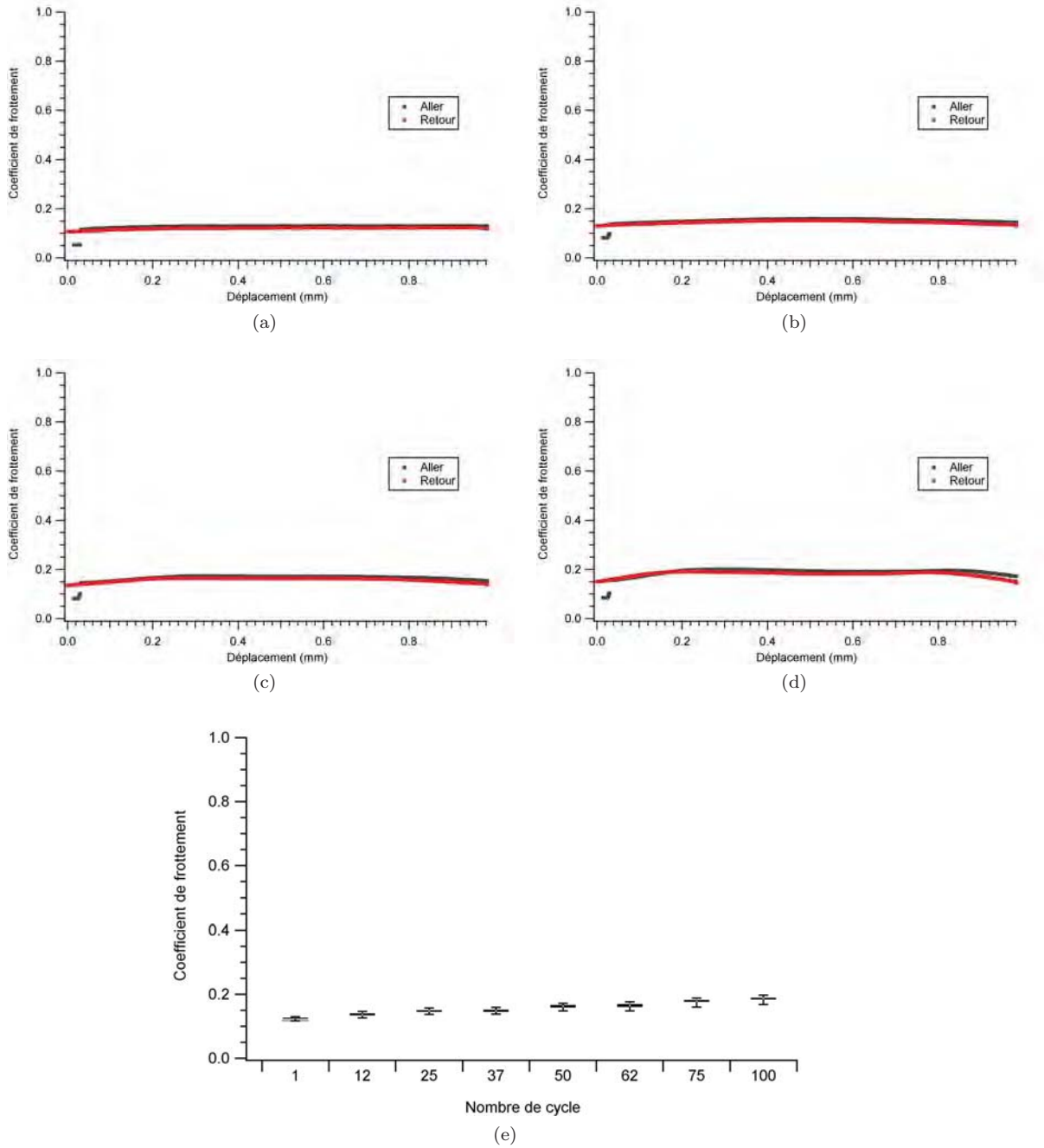


FIGURE 4.64: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 10FC1 pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

Les valeurs du coefficient de frottement regroupées dans le tableau 4.42, montrent bien les transitions de comportement de frottement des alumines A97 et A99 contrairement aux nanocomposites 7FC1 et 10FC1. Les valeurs d'incertitude très faibles du coefficient de frottement pour les deux alumines avant la transition de frottement et pour les deux nanocomposites montrent la stabilité du frottement pendant les cycles. Toutefois, le plus faible coefficient de frottement de 0,16 ± 0,03 est observé avec l'échantillon 10FC1, mais l'alumine A99 présente une évolution du coefficient de frottement intermédiaire

entre les deux nanocomposites 7FC1 et 10FC1 tant que l'on reste en deçà du seuil de frottement.

TABLE 4.42: Évolution des coefficients de frottement μ des alumines A97, A99 et des composites 7FC1 et 10FC1 en fonction du nombre de cycles jusqu'à 100 cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min).

Cycles	μ (A97)	μ (A99)	μ (7FC1)	μ (10FC1)
1	0,13 ± 0,01	0,14 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,12 ± 0,01
12	0,20 ± 0,01	0,17 ± 0,01	0,24 ± 0,01	0,14 ± 0,01
25	0,22 ± 0,01	0,18 ± 0,01	0,27 ± 0,01	0,15 ± 0,01
37	0,23 ± 0,01	0,20 ± 0,01	0,27 ± 0,01	0,15 ± 0,01
50	0,27 ± 0,01	0,21 ± 0,01	0,27 ± 0,01	0,16 ± 0,02
62	0,31 ± 0,02	0,23 ± 0,01	0,28 ± 0,01	0,16 ± 0,02
75	0,41 ± 0,03	0,25 ± 0,02	0,28 ± 0,01	0,18 ± 0,02
100	0,63 ± 0,14	0,49 ± 0,20	0,29 ± 0,01	0,19 ± 0,02
moyen	0,24 ± 0,15	0,23 ± 0,13	0,25 ± 0,05	0,16 ± 0,03

b) Observations des traces d'usure des alumines et des nanocomposites Al_2O_3-FeCr

Les images optiques prises chaque 50 cycles sur l'échantillon permettent l'observation de l'évolution des dégradations superficielles durant l'essai.

Les observations optiques sur l'échantillon A97 montrent des zones de couleur foncée de 10 à 60 µm de dimension, correspondant à des arrachements de grains liés au polissage et des zones de plus petites tailles liées aux porosités préexistantes de la surface (fig. 4.65a). Une légère abrasion de la surface de l'échantillon (changement de contraste) apparaît à partir du 50e cycle, même si elle est difficile à observer (fig. 4.65b). L'abrasion devient plus visible au delà du 100e cycle (fig. 4.65c). Les extrémités de la trace montrent les débris éjectés du contact alors qu'au centre de la trace, on peut observer les débris actifs dans le contact (fig. 4.65d). La trace continue de s'élargir jusqu'à 550 µm dans le sens perpendiculaire au déplacement.

Des arrachements de grains liés au polissage sont toujours présents en surface de l'échantillon A99 mais les observations ne montrent aucun endommagement de la surface jusqu'au 75e cycle (fig. 4.66a, b, c). En revanche, on observe de l'usure à partir du 100e cycle (fig. 4.66). L'effet de contraste au centre de la trace montre que les débris sont probablement accumulés à cet endroit. La trace ne montre pas d'éjection des débris hors de la trace.

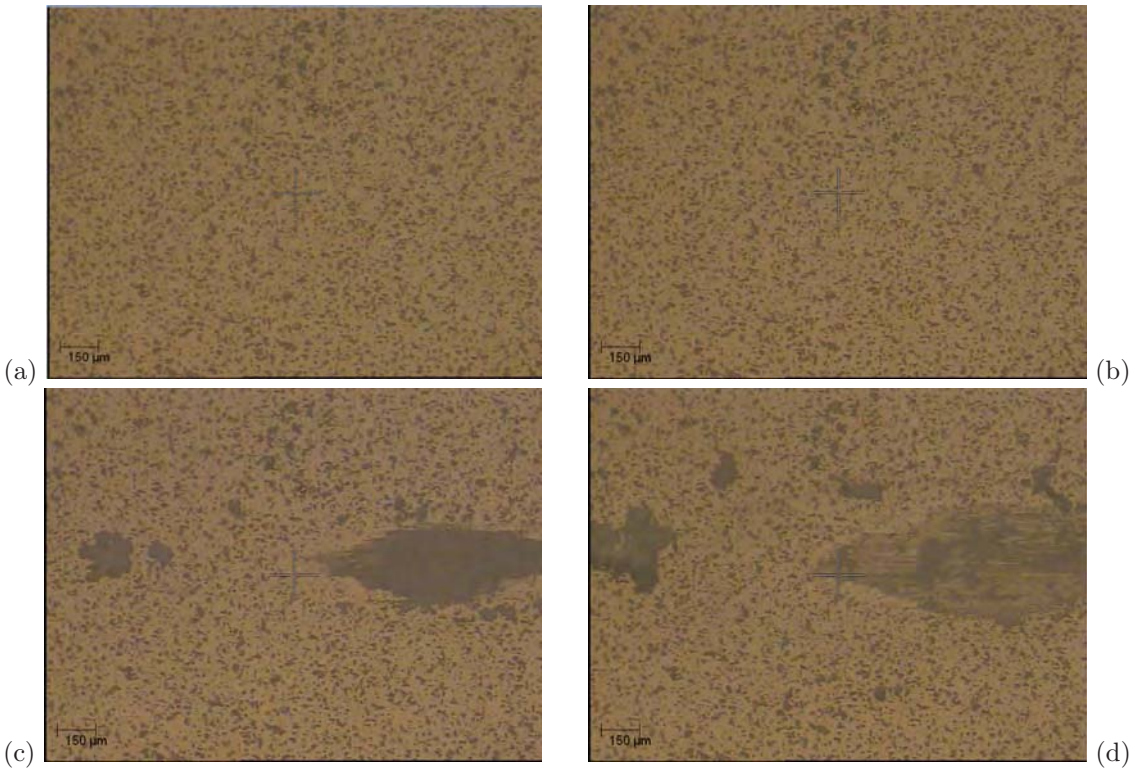


FIGURE 4.65: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon A97 pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 100, (d) 150 (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 150 cycles).

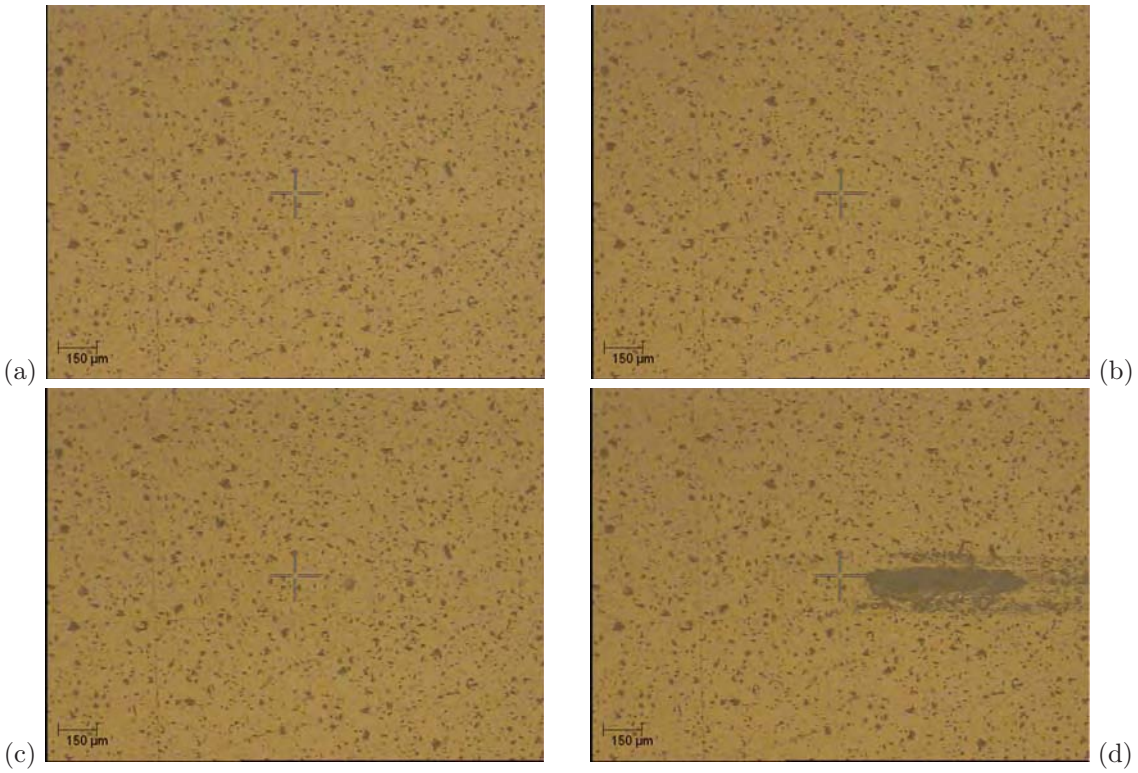


FIGURE 4.66: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon A99 pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 75, (d) 100 (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

Sur les échantillons 7FC1 et 10FC1, l'altération des surfaces en fin d'essai est très peu visible, à l'image des observations obtenues pour les alumines A97 et A99 pour les faibles nombres de cycles.

Les observations au MEB effectuées sur l'échantillon A97 et son frotteur révèlent la présence de nombreux débris éjectés hors du contact et accumulés tout autour des traces sur l'échantillon et le frotteur (fig. 4.67a et b) ainsi qu'une couche compacte de débris qui couvre toute la surface de contact (fig. 4.67c et d).

Les observations MEB sur les échantillons 7FC1 et 10FC1 ne montrent pas de trace d'usure sauf quelques débris repartis probablement aux extrémités du trajet de frottement (fig. 4.68 et 4.69a, c). Les frotteurs présentent une couche de débris très fine et cohésive. Avec la séparation du contact après l'essai, la couche interfaciale est enlevée partiellement sur certaines zones du contact laissant apparaître la surface du frotteur sous la couche (fig. 4.69d). Des amas de débris en forme de rouleaux sont retrouvés sur la couche compacte de débris au centre de la trace sur le frotteur de 10FC1 (fig. 4.69b).

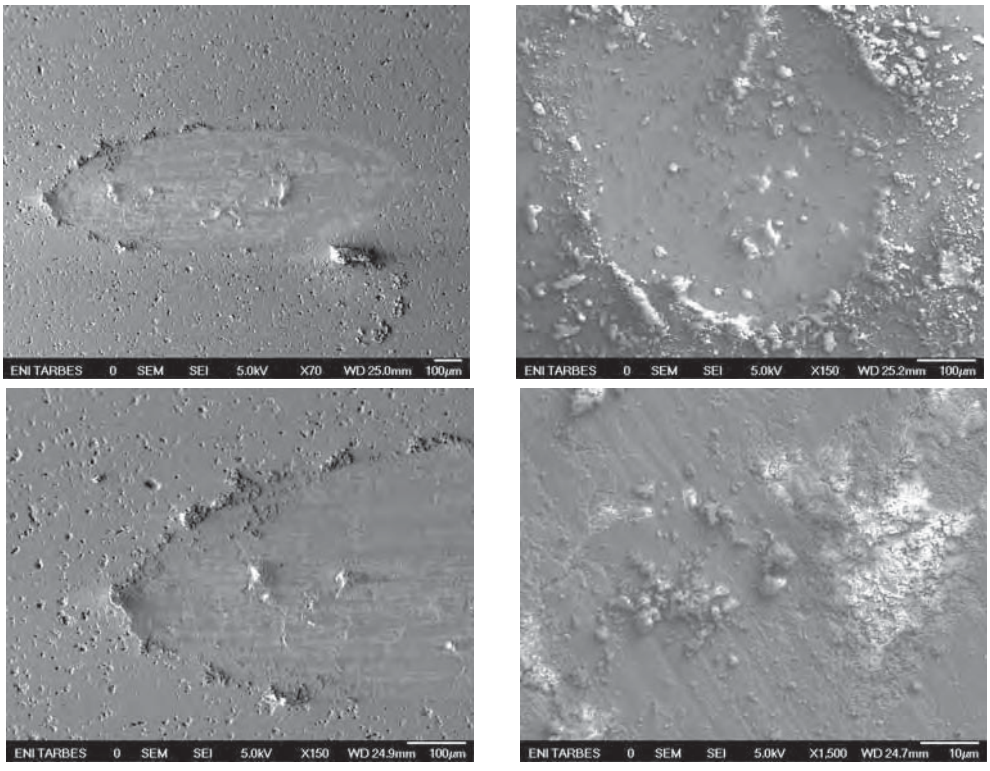


FIGURE 4.67: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon A97 et (b) sur le frotteur alumine et (c) extrémité gauche de la trace sur l'échantillon A97 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

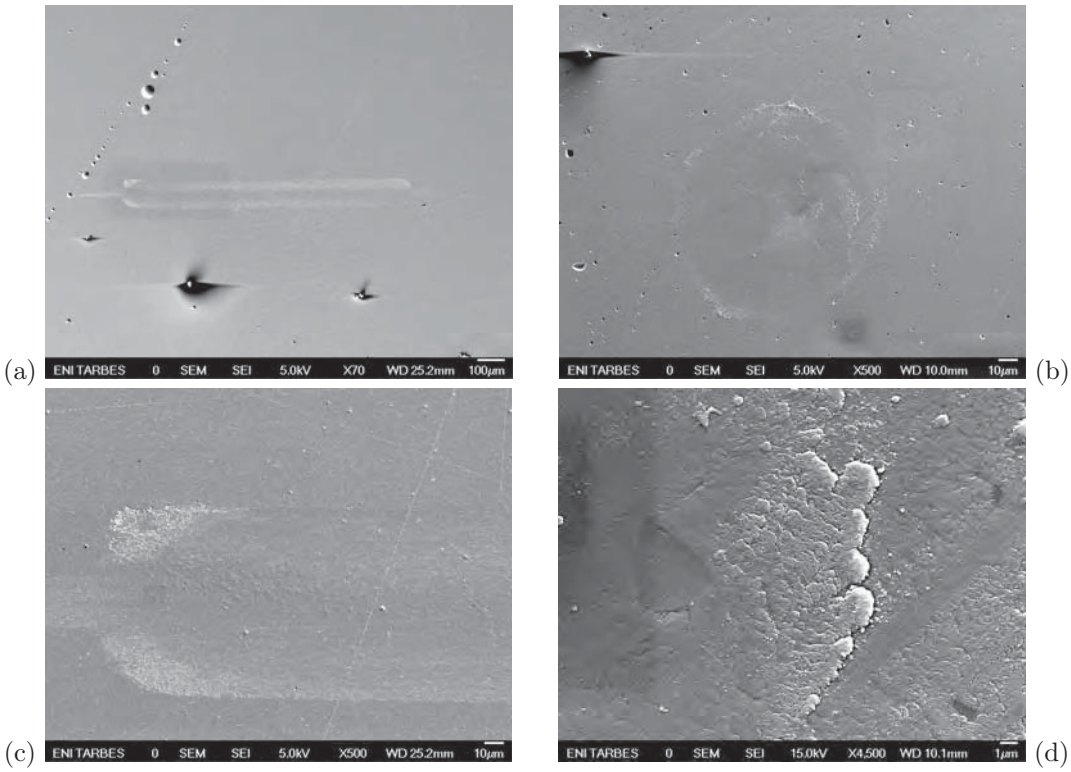


FIGURE 4.68: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon 7FC1 et (b) sur le frotteur alumine, (c) extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 7FC1 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 225$ cycles).

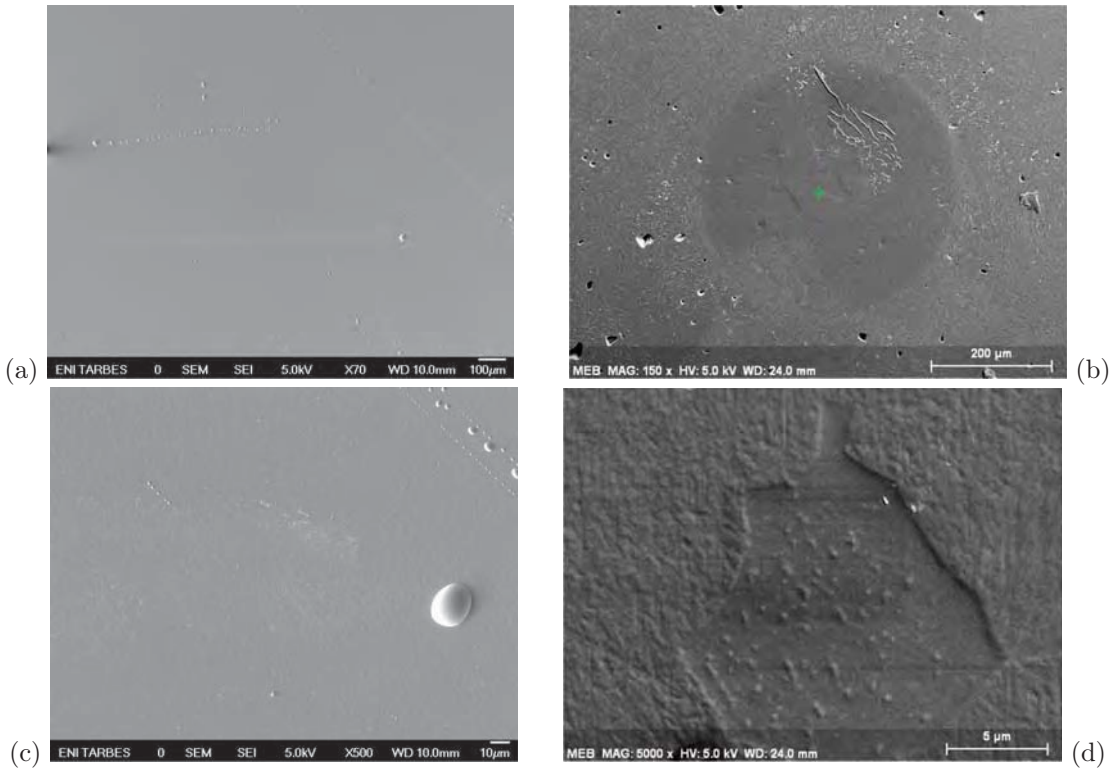


FIGURE 4.69: Vues générales des traces d'usure (a) sur l'échantillon 10FC1 et (b) sur le frotteur alumine (c) extrémité droite de la trace sur l'échantillon 10FC1 et (d) centre de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 150$ cycles).

L'analyse EDX de la surface non frottée du frotteur en alumine montre les pics caractéristiques de Al et O (fig. 4.70a). La couche de métallisation au palladium explique la présence des pics Pd. La couche de débris observée au centre de la trace d'usure du frotteur de 7FC1 ne présente que les pics de O et Al, indiquant la seule présence d'oxyde ou hydroxyde d'aluminium au contact c'est-à-dire sans transfert de fer ou de chrome provenant de l'échantillon antagoniste (fig. 4.70b). L'analyse de la couche des débris au centre du frotteur de 10FC1 indique cette fois-ci la présence de Fe et Cr dans les amas de débris en forme de rouleaux (fig. 4.71).

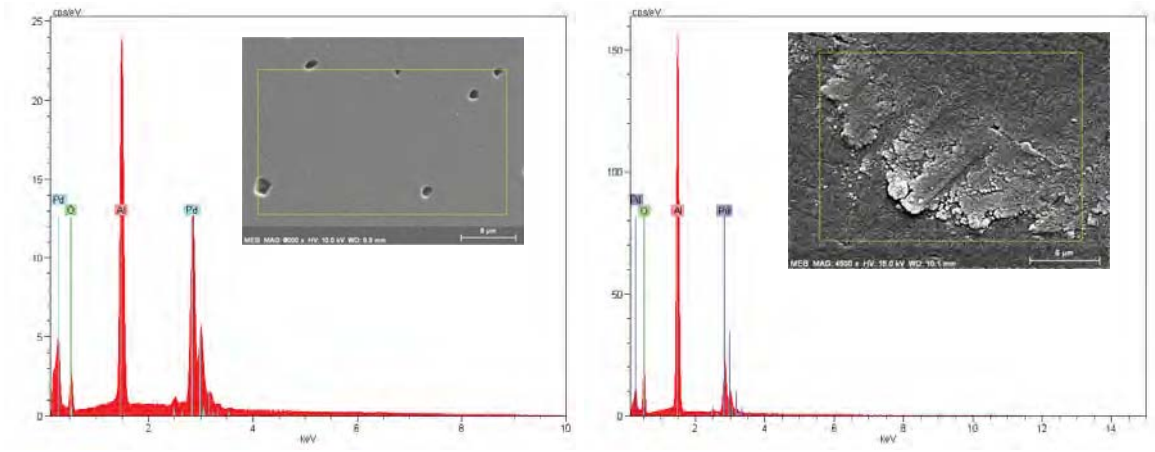


FIGURE 4.70: Analyse EDX sur le frotteur alumine (a) état non frotté, (b) après frottement contre le nanocomposite 7FC1 (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 225 cycles).

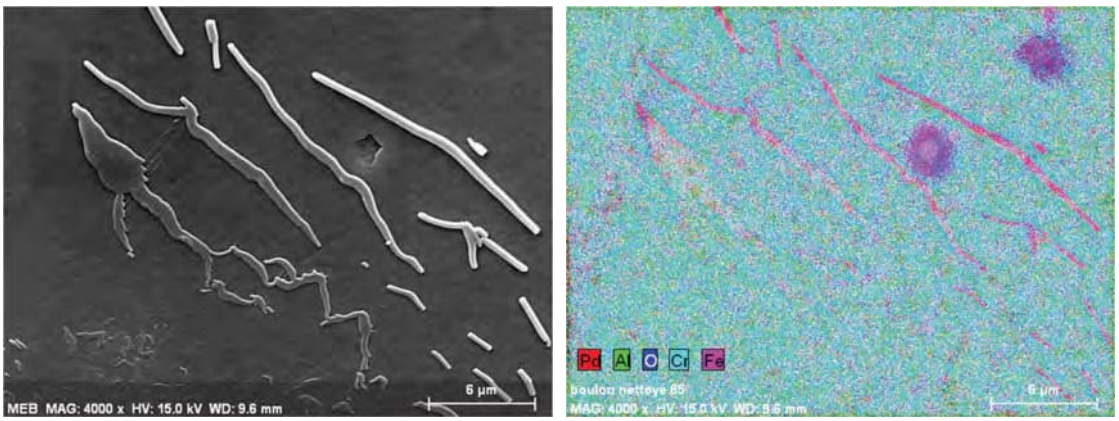


FIGURE 4.71: Analyse EDX et cartographie de la trace d'usure du frotteur alumine ayant glissé sur le nanocomposite 10FC1 (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 150 cycles).

c) Mesures d'usure des alumines et des nanocomposites Al_2O_3-FeCr

Des relevés topographiques effectués en fin d'essai sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 sont donnés à la figure 4.72. L'alumine A97 présente une usure catastrophique sur 8 µm de profondeur. La zone périphérique de la trace est constituée d'accumulation des débris (environ 2 µm d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement.

Les nanocomposites 7FC1 et 10FC1 sont moins altérés que l'alumine A97. La profondeur de la trace du 7FC1 est de l'ordre de 0,2 µm à 0,4 µm. La trace est entourée par une couronne de débris éjectés de 0,4 µm d'épaisseur. La trace du 10FC1 est complètement couverte de débris sur 0,1 µm d'épaisseur, ce qui peut expliquer la difficulté à observer la trace soit par MEB soit par microscopie optique.

Les volumes et taux d'usure des échantillons et de leurs frotteurs sont rassemblés dans les tableaux 4.43. Les mesures confirment l'usure catastrophique des alumines en fin d'essai, aussi bien pour les échantillons que pour les frotteurs, ce qui se traduit par un taux d'usure K particulièrement élevé puisqu'il atteint $293{\cdot}10^3$ $\mu m^3 \cdot N^{-1} \cdot m^{-1}$. Ces valeurs de taux d'usure sont très supérieures à celles obtenues en fretting (tableau 4.23).

TABLE 4.43: Volumes d'usure sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 et sur leurs frotteurs alumine ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d (10^3 µm^3)	V_p (10^3 µm^3)	V_c (10^3 µm^3)	V_c/D_0 (10^3 µm$^3 \cdot$ m^{-1})	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})
A97	0,30	800±5	958±50	1759±55	5860±190	293±9
7FC1	0,45	-0,61±0,13	4,15± 0,16	3,54±0,29	7,86±0,64	0,39± 0,03
10FC1	0,30	-1,07±0,02	3,38± 0,13	2,31±0,13	7,71±0,51	0,39±0,03

En revanche, les volumes d'usure mesurés sur les composites 7FC1 et 10FC1 montrent une très faible usure des échantillons (les valeurs négatives des volumes d'usure résultent de l'accumulation de débris sur le pourtour du contact) mais une plus forte usure des frotteurs qui produisent l'essentiel des débris. Les taux d'usure obtenus sont à peu près du même ordre de grandeur que ceux calculés en fretting (tableau 4.25).

d) Relevés en émission acoustique

Lors des essais de glissement alternatif un relevé d'énergie absolue cumulée d'émission acoustique E_a a été réalisé pour les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1.

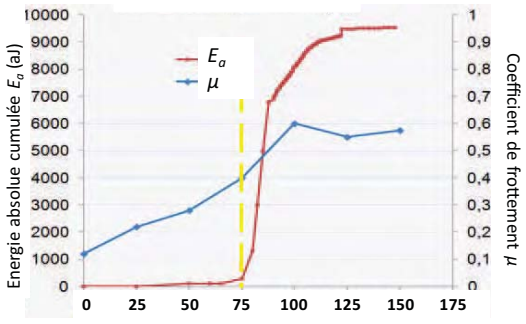
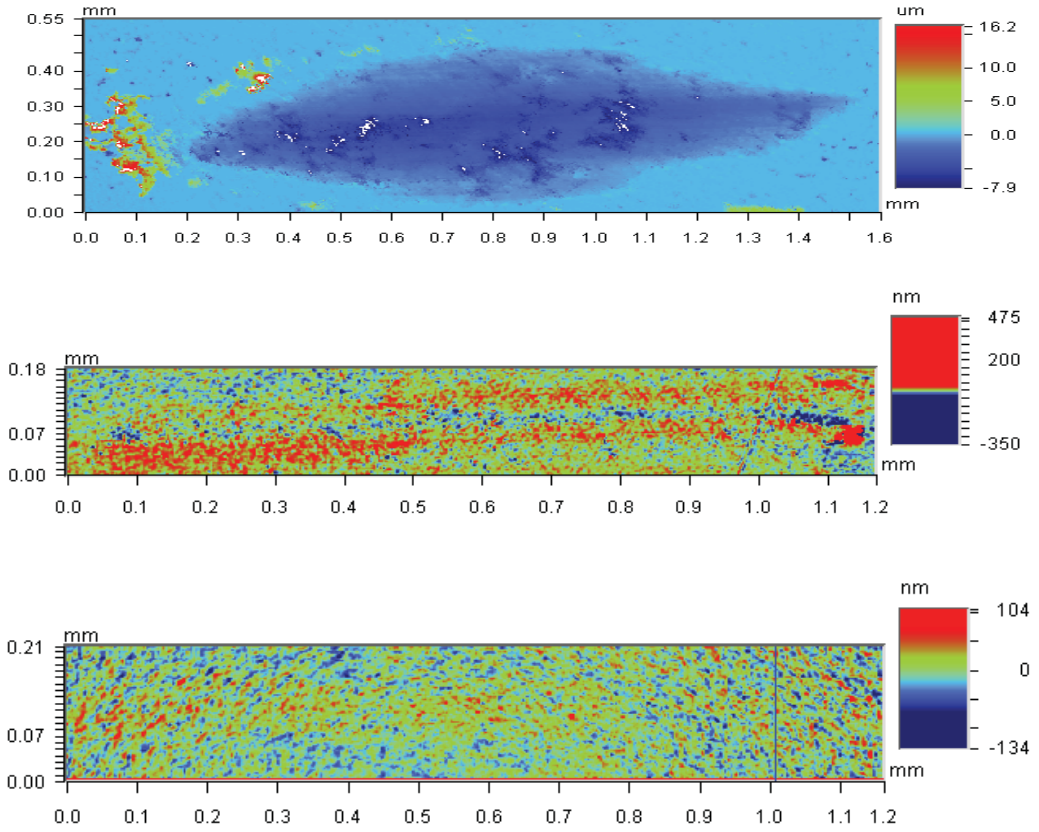
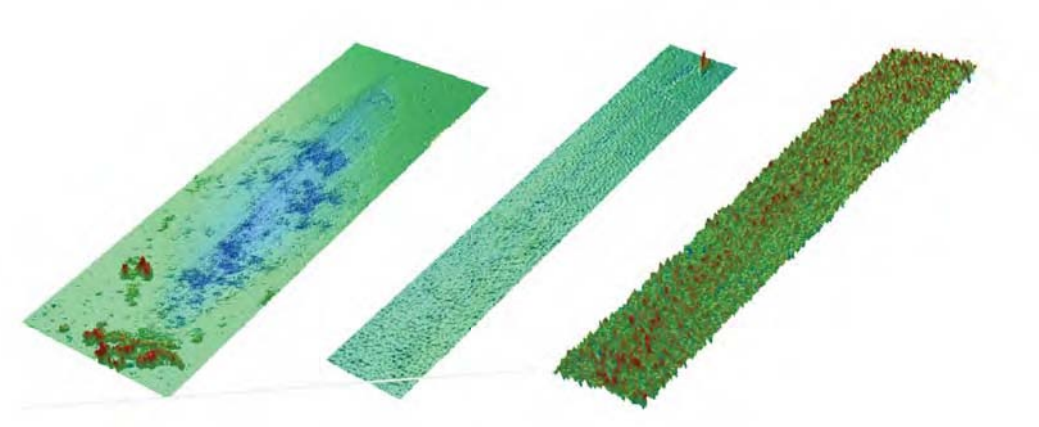


FIGURE 4.73: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon A97 en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 150 cycles).



(a)



(b)

FIGURE 4.72: (a) Relevés topographiques 2D des traces d'usure sur les échantillons A97 à 150 cycles, 7FC1 à 225 cycles et 10FC1 à 150 cycles respectivement de haut en bas (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min) et (b) relevés topographiques 3D associés des mêmes traces d'usure respectivement de gauche à droite.

En ce qui concerne l'alumine A97, l'activité acoustique entre le premier et le 75e cycle est de très faible amplitude, voire même nulle (fig. 4.73). La croissance de l'activité acoustique augmente à partir du 75e cycle pour atteindre une énergie absolue cumulée de 9500 aJ au 125e cycle, ce qui veut dire que les évènements acoustiques sont plus nombreux et de plus haute amplitude (hautement énergétique) à cette étape de l'essai. À partir du 125e cycle, il n'y a pratiquement plus d'évènements acoustiques jusqu'à la fin de l'essai et l'énergie absolue cumulée reste constante. L'évolution du coefficient de frottement μ augmente régulièrement avec le nombre de cycles sans relation directe avec l'énergie absolue cumulée. Au regard des observations optiques et MEB sur l'alumine A97 et son frotteur, il n'y a effectivement pas d'usure jusqu'à 50e cycle et donc aucun mécanisme d'endommagement à l'origine d'éventuel signal acoustique.

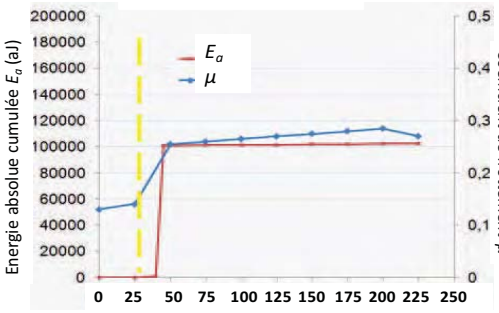


FIGURE 4.74: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon 7FC1 en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 225 cycles).

L'activité acoustique du composite 7FC1 ressemble à celle de l'alumine A97 avec une montée brusque en énergie entre le 25e et le 50e cycle (fig. 4.74). Cependant, l'énergie acoustique atteint cette fois plus de 100 000 aJ, ce qui est 10 fois plus important que dans le cas de l'alumine A97. Ici, l'évolution du coefficient de frottement est étroitement liée aux paramètres acoustiques. L'énergie absolue cumulée est cependant plus sensible aux efforts de frottement. De plus, cette énergie permet de déterminer avec précision le déclanchement de l'usure du contact, en particulier du frotteur (tableau 4.43).

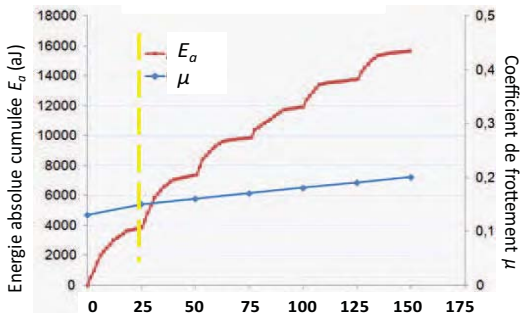


FIGURE 4.75: Évolution du coefficient de frottement μ et de l'énergie absolue cumulée de l'échantillon 10FC1 en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 150 cycles).

L'activité acoustique du composite 10FC1 diffère des deux cas précédents : elle est présente et régulière pendant toutes les étapes de l'essai (fig. 4.75). L'activité acoustique du 1er au 25e cycle (à la première ouverture du contact) augmente puis se stabilise autour de 4000 aJ. Cette activité se reproduit presque à l'identique entre le 26e et le 50e cycle (à la deuxième ouverture du contact) pour atteindre une énergie absolue de 3500 aJ (soit 7500 aJ depuis le début de l'essai). Au 150e cycle (6e ouverture du contact et fin de l'essai), l'énergie cumulée atteint 16 000 aJ après une élévation de 2000 aJ depuis le 125e cycle. L'énergie acoustique cumulée augmente donc avec une légère atténuation au cours de l'essai, à l'image de l'évolution du coefficient de frottement. Ceci impliquerait une usure faible mais régulière tout au long de l'essai.

e) Essais de courte durée

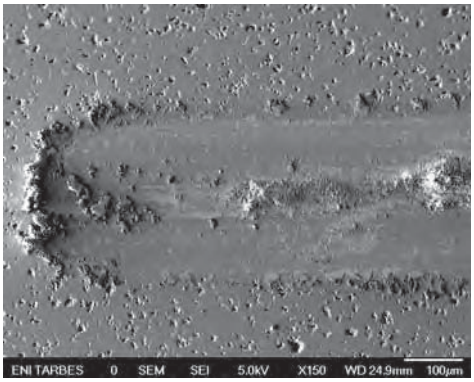
Pour étudier les cinétiques d'usure, des essais interrompus ont été effectués au bout de 75 cycles pour A97, de 50 cycles pour 7FC1 et de 25 cycles pour 10FC1. Comme observée lors de l'essai précédent de durée relativement longue, l'alumine A97 présente une usure catastrophique de la surface de 6 µm de profondeur (fig. 4.76 et 4.79). La zone périphérique de la trace est constituée de l'accumulation des débris (environ 8 µm d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement. Les nanocomposites 7FC1 et 10FC1 sont moins altérés que l'alumine A97. La trace de 7FC1 ne montre aucun enlèvement de matière, mais on constate du transfert de 0,2-0,4 µm d'épaisseur tout autour de la trace (fig. 4.77, 4.78 et 4.79). On constate l'altération de la surface sur une largeur de 20-30 µm, mais la perte/transfert de matière reste difficile à distinguer.

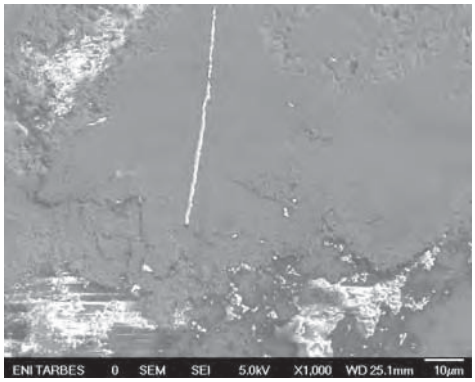
Les volumes et taux d'usure des échantillons et de leurs frotteurs sont rassemblés dans le tableau 4.44. Les mesures confirment une usure élevée pour le couple alumine/A97 mais celle-ci est 4 à 5 fois plus faible que précédemment et le frotteur est le principal contributeur avec une usure 5 fois plus élevée que celle de l'échantillon.

Table 4.44: Volumes d'usure sur les échantillons A97, 7FC1 et 10FC1 et sur leurs frotteurs alumine ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d (10^3 µm^3)	V_p (10^3 µm^3)	V_c (10^3 µm^3)	V_c/D_0 (10^3 µm$^3 \cdot$ m^{-1})	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})
A97	0,15	32±2	156±2	188±5	1256±32	63±2
7FC1	0,10	-2,6±0,5	3,6± 0,2	1,0±0,7	11±6	0,6±0,3
10FC1	0,05	-0,5±0,1	3,2± 0,1	2,7±0,2	55±5	2,8±0,2

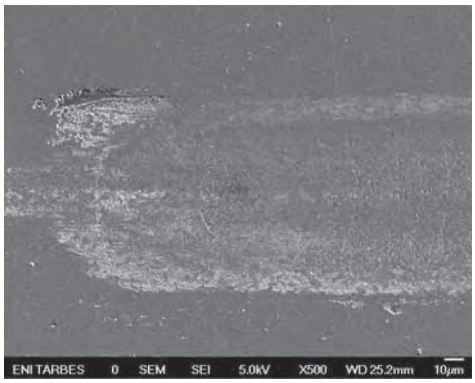
Avec les nanocomposites 7FC1 et 10FC1, ce sont encore les frotteurs qui produisent l'essentiel des débris qui s'accumulent sur le pourtour du contact sur l'échantillon. Cependant, les taux d'usure des frotteurs sont beaucoup plus élevés que pour les essais de plus longue durée : 4 fois plus pour celui de 7FC1 et 6 fois plus pour celui de

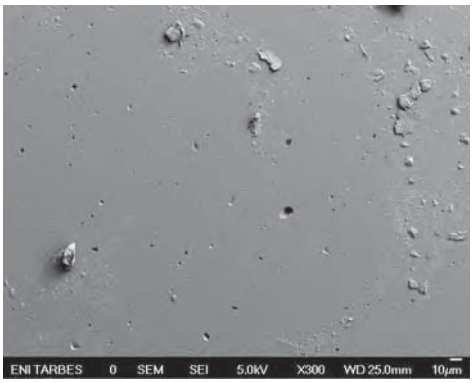
(a) 



(b)

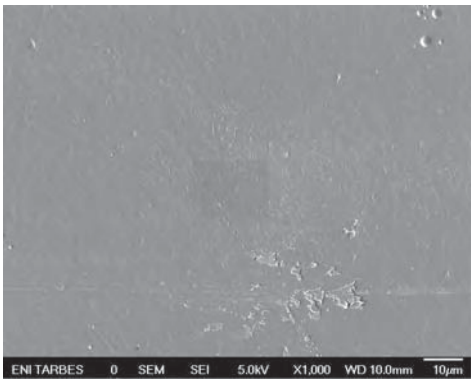
FIGURE 4.76: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon A97 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 75$ cycles).

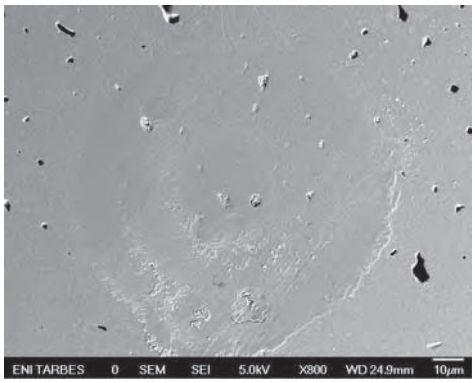
(a) 



(b)

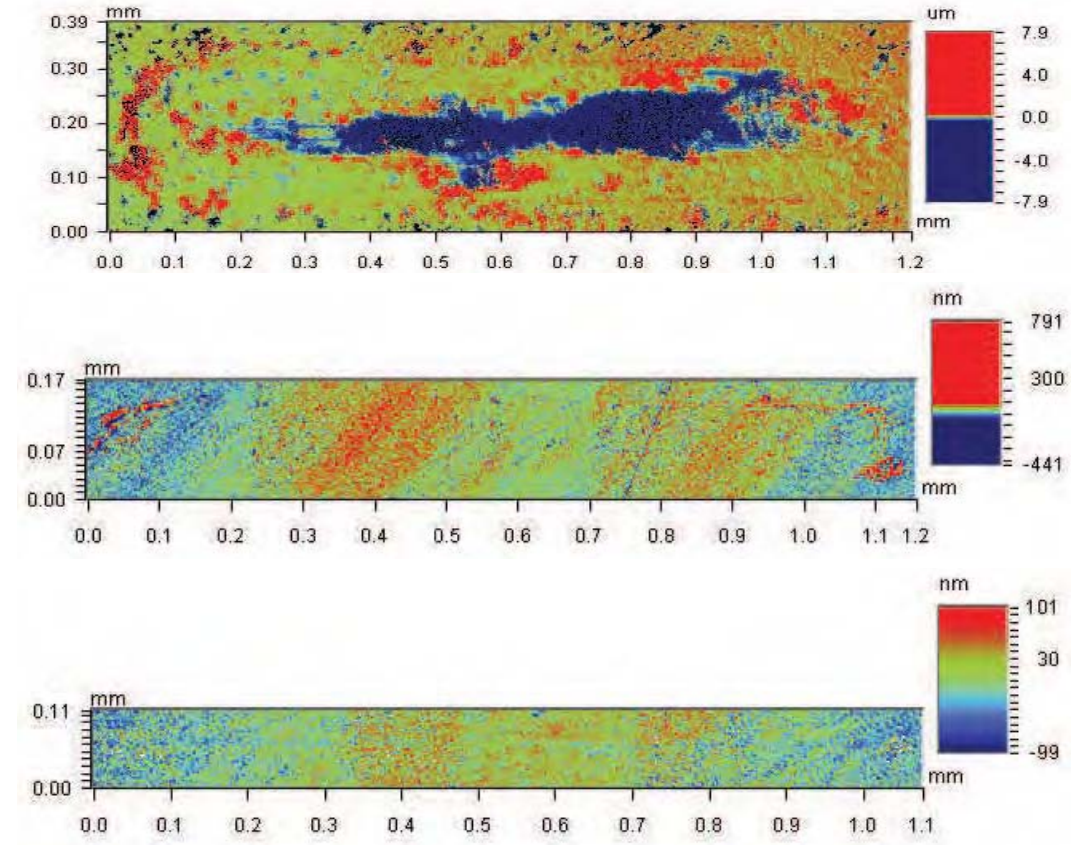
FIGURE 4.77: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 7FC1 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 50$ cycles).

(a) 

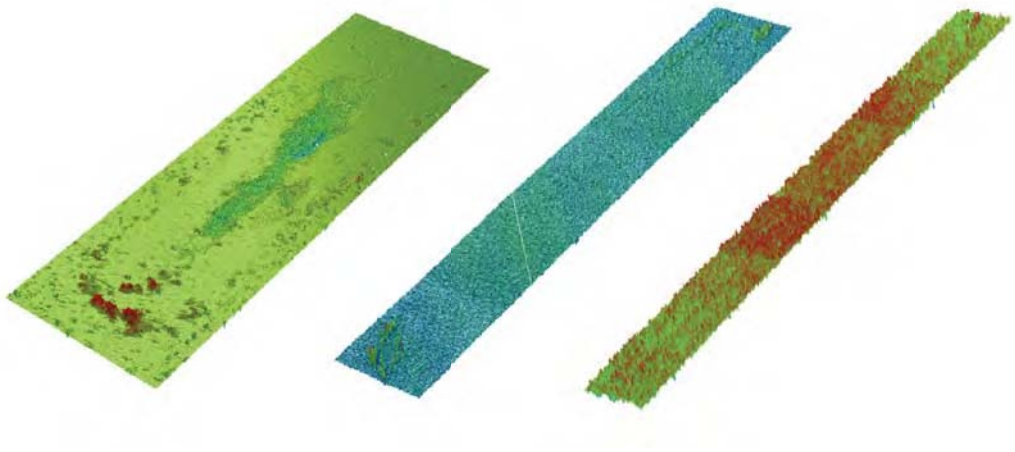


(b)

FIGURE 4.78: Traces d'usure (a) à l'extrémité gauche de la trace sur l'échantillon 10FC1 et (b) sur le bord de la trace sur le frotteur alumine ($P = 20$ N, $\delta = 1$ mm, $v = 20$ mm/min, $N = 25$ cycles).



(a)



(b)

FIGURE 4.79: (a) Relevés topographiques 2D des traces d'usure sur les échantillons A97 à 75 cycles, 7FC1 à 50 cycles et 10FC1 à 25 cycles respectivement de haut en bas (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min) et (b) relevés topographiques 3D associés des mêmes traces d'usure respectivement de gauche à droite.

10FC1. Ceci conduit bien entendu à des taux d'usure K plus élevés, mais l'on note cette fois une nette différence entre les deux nanocomposites, le facteur K de 10FC1 étant pratiquement 5 fois plus grand que celui de 7FC1. Une conséquence de cette différence est une chute beaucoup plus rapide de la pression dans le contact pour le nanocomposite 10FC1.

4.2.2. COMPORTEMENT DU NANOCOMPOSITE Al_2O_3-Fe-NTC

a) Évolution des coefficients de frottement

Le coefficient de frottement de l'échantillon 3N5F augmente de 0,17 à 0,36 après 25 cycles puis progresse faiblement jusqu'à 0,44 à la fin de l'essai (fig. 4.80 et tableau 4.45).

Ce comportement en frottement est similaire à celui observé pour les composites 7FC1 et 10FC1 (tableau 4.42) mais la valeur de stabilité du coefficient de frottement s'établit à une valeur nettement plus élevée. La présence de NTC dans la matrice alumine-fer conduit donc à une élévation du coefficient de frottement, mais sans entraîner de transition de frottement comme pour les échantillons d'alumine.

TABLE 4.45: Évolution du coefficient de frottement μ du composite 3N5F en fonction du nombre de cycles jusqu'à 100 cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min).

Cycles	μ (3N5F)
1	0,17 ± 0,02
12	0,26 ± 0,02
25	0,36 ± 0,03
37	0,38 ± 0,02
50	0,40 ± 0,02
62	0,42 ± 0,03
75	0,43 ± 0,02
100	0,44 ± 0,02

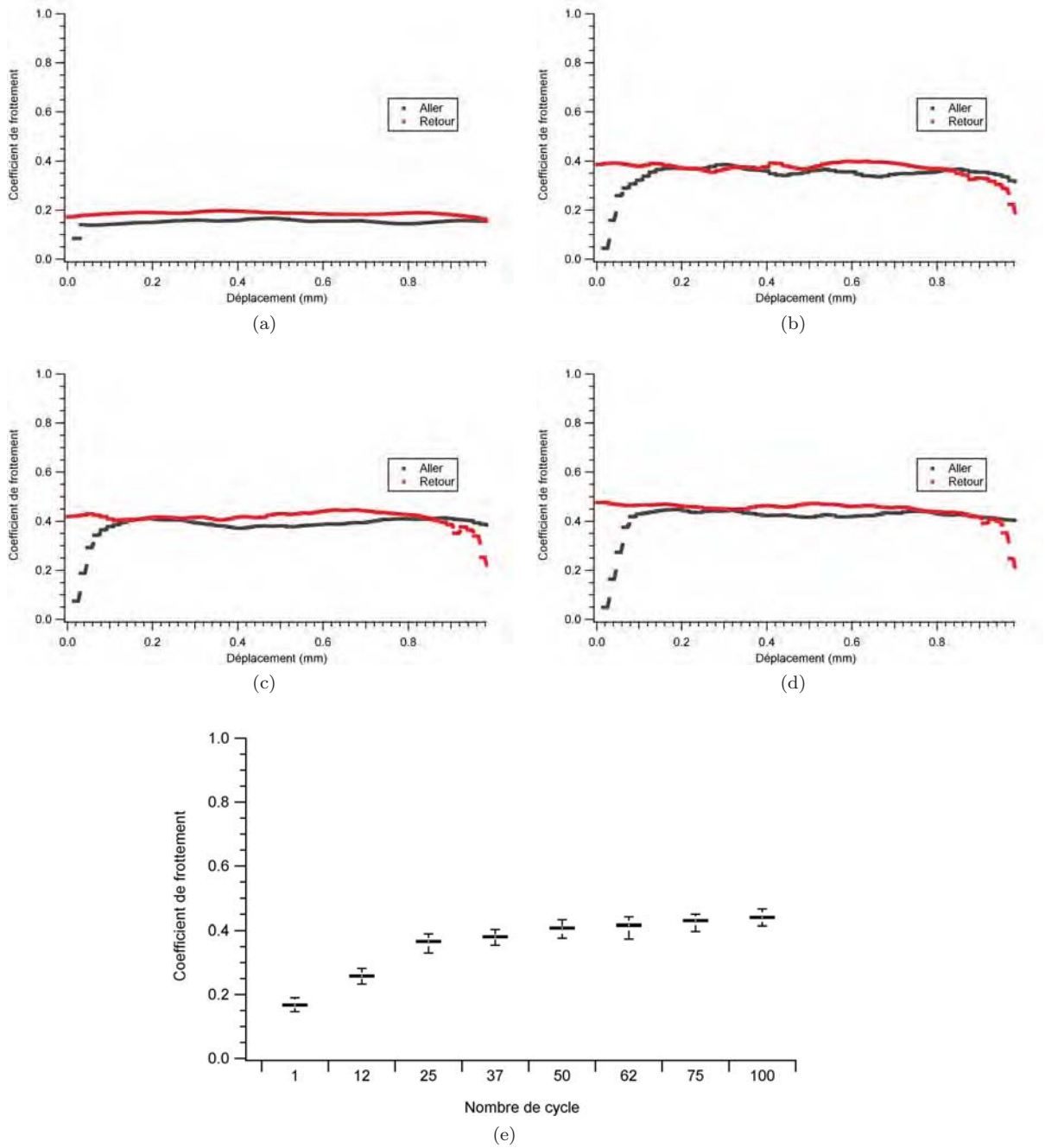


FIGURE 4.80: Évolution du coefficient de frottement μ de l'échantillon 3N5F pour les cycles (a) 1, (b) 25, (c) 50, (d) 100 et (e) en fonction du nombre de cycles (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

b) Observations de la trace d'usure du nanocomposite Al_2O_3-Fe-NTC

Les observations optiques obtenues chaque 25 cycles montrent que la trace d'usure se forme dès le début de l'essai et évolue lentement jusqu'à la fin (élargissement de la trace) (fig. 4.81).

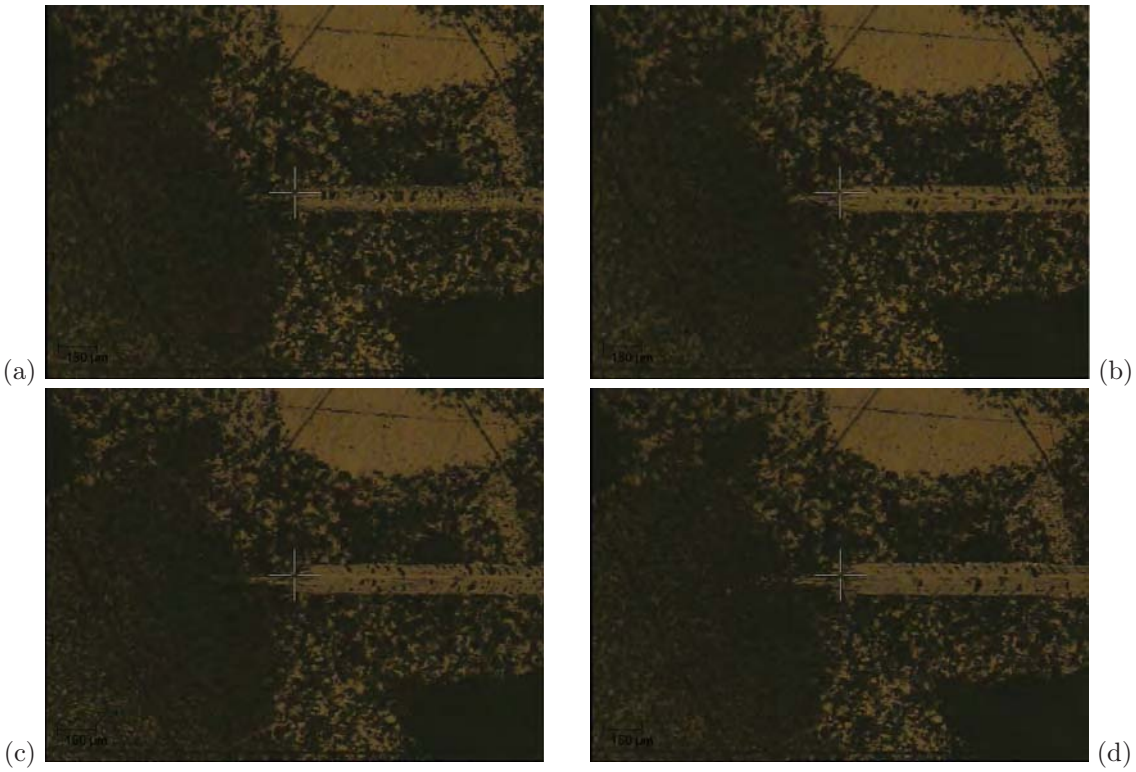
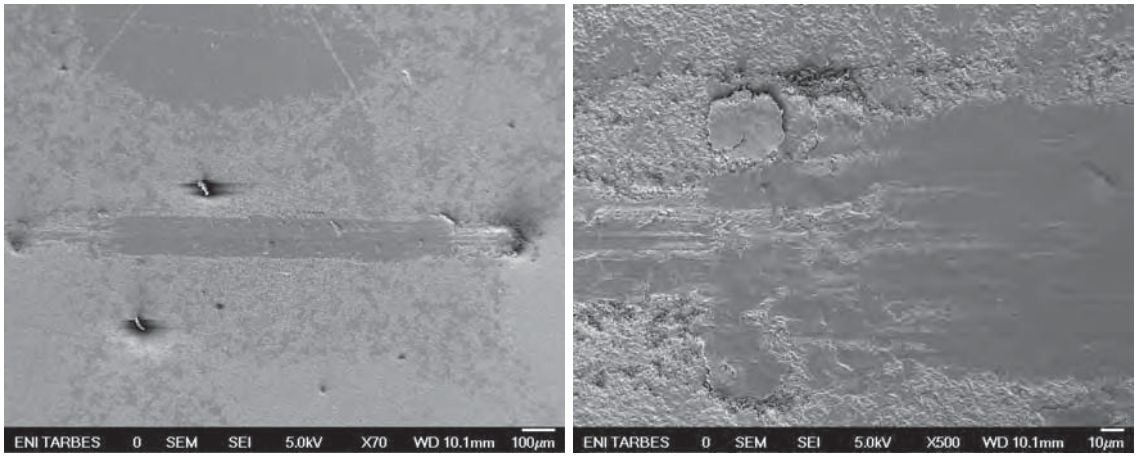


FIGURE 4.81: Évolution de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F pour les cycles (a) 25, (b) 50, (c) 75, (d) 100 (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).



(a) (b)

FIGURE 4.82: Traces d'usure sur l'échantillon 3N5F (a) vue générale (b) bord de la trace (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

Les observations MEB du faciès d'usure de l'échantillon 3N5F au 100e cycle montrent que la trace est couverte d'une couche de débris (fig. 4.82a). Les stries de frottement montrent que le frottement se passe entre cette couche et le frotteur. Les débris repoussés se sont accumulés aux extrémités de la trace (fig. 4.82b). L'analyse EDX de la couche de débris formée au bord de la trace indique la présence de Fe (fig. 4.83).

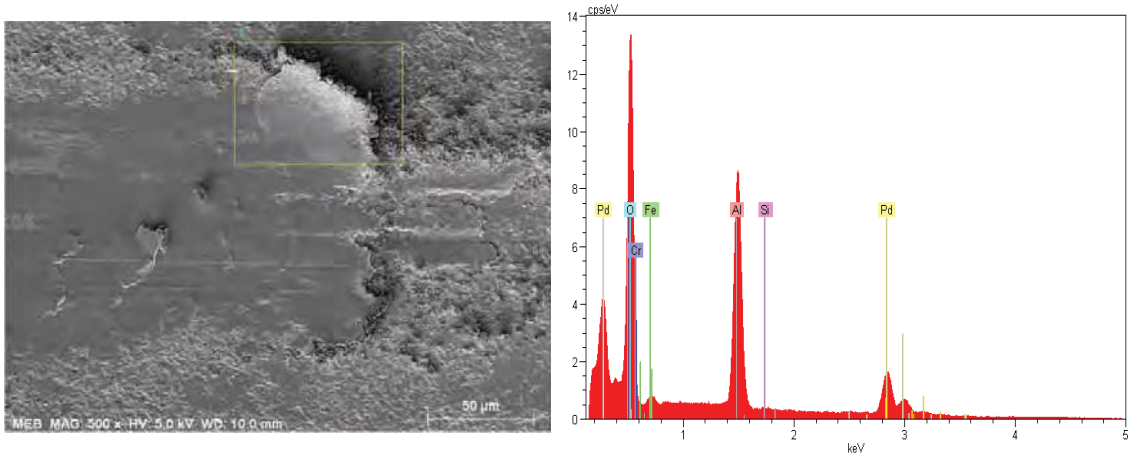


FIGURE 4.83: Analyse EDX de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

c) Mesures d'usure du nanocomposite Al_2O_3-Fe-NTC

La topographie de la surface de l'échantillon 3N5F montre que la profondeur de la trace est de 0,4 µm en moyenne (fig. 4.84). La zone périphérique de la trace est constituée de l'accumulation des débris (environ 1,5 µm d'épaisseur) repoussés hors du contact dans la direction du déplacement. L'usure du frotteur est nettement plus marquée que pour les autres composites, mais le taux d'usure K du contact reste l'un des plus faibles de cette série d'essais, et l'un des meilleurs par rapport aux essais de fretting (tableau 4.46). Le volume d'usure du contact V_c est ici particulièrement faible et présente même une valeur négative peu physique, en raison de difficultés de mesure, illustrée par le fort écart-type associé à ce volume.

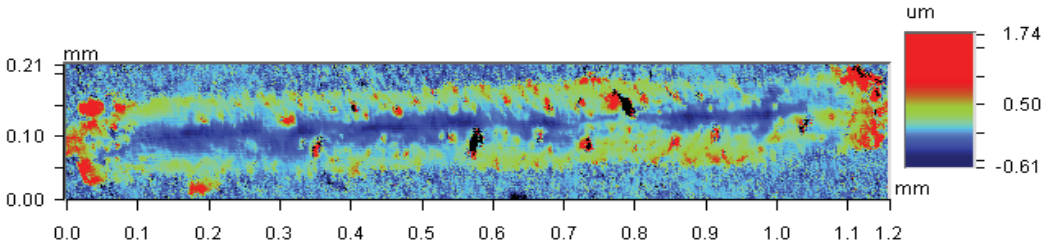


FIGURE 4.84: Relevé topographique de la trace d'usure sur l'échantillon 3N5F (P = 20 N, δ = 1 mm, v = 20 mm/min, N = 100 cycles).

TABLE 4.46: Volumes d'usure sur l'échantillon 3N5F et sur son frotteur alumine, ainsi que les taux d'usure associés.

Échantillon	D_0 (m)	V_d (10^3 µm^3)	V_p (10^3 µm^3)	V_c (10^3 µm^3)	V_c/D_0 (10^3 µm$^3 \cdot$ m^{-1})	K (10^3 µm$^3 \cdot$ N$^{-1} \cdot$ m^{-1})
3N5F	0,20	-17,1± 0,1	16,6± 1,7	-0,5± 1,8	-2,6± 8,7	-0,13± 0,44

d) Mécanismes de dégradation

Le scénario d'usure des alumines (A97, A99) en glissement alternatif contre le frotteur d'alumine est illustré à la figure 4.85. Au début de l'essai, le frottement se fait par cisaillement dans les écrans sur le disque et le frotteur. Les débits sources sont alors presque nuls. On observe ensuite une transition brutale de comportement par fatigue du contact qui entraîne la formation de nombreux débris. Les débits sources deviennent alors très importants et proviennent à la fois du disque et du frotteur. Le troisième corps forme une couche épaisse de débris adhérents sur les deux antagonistes du couple de frottement. Cette couche de troisième corps est fortement cisaillée et une importante quantité de débris est éjectée hors du contact engendrant un débit d'usure élevé.

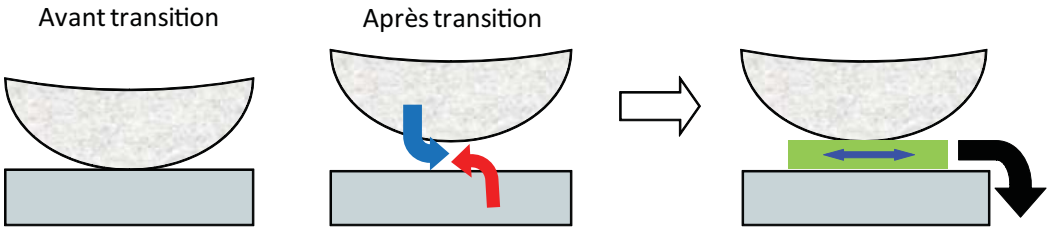


FIGURE 4.85: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des alumines (A97, A99) face à un frotteur en alumine A99 : (a) cisaillement dans les écrans sans usure, (b) endommagement de la surface par fatigue suivi de la phase de formation des débris avec débits sources du frotteur et du disque, (c) régime permanent avec débit interne de 3e corps et débit d'usure.

L'ajout de particules métalliques dans la matrice alumine (7FC1 et 10FC1) a considérablement modifié le scénario d'usure (fig. 4.86). Les débits sources sont très faibles comparativement aux alumines pures et la transition du comportement n'est pas observée. Le débit source des frotteurs en alumine est maintenant plus important que celui des échantillons. Le troisième corps forme une fine couche de débris qui adhère sur le disque, et la zone de glissement se concentre à l'interface troisième corps/frotteur. Ce type d'accommodation limite la dégradation du disque et l'éjection des débris est faible.

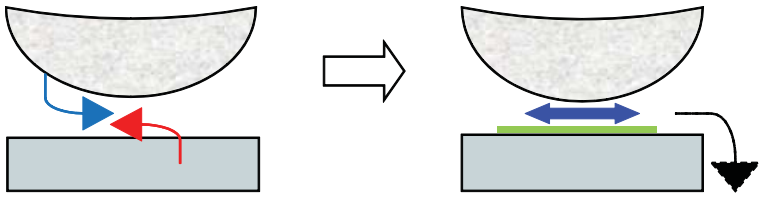


FIGURE 4.86: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites FeCr (7FC1 et 10FC1) face à un frotteur en alumine A99 : (a) phase de formation des débris avec débits sources du frotteur et de l'échantillon, et (b) régime permanent avec débit interne de 3e corps et débit d'usure.

Avec les composites alumine-métal-NTC, les débits sources sont plus importants qu'avec les composites alumine-métal, mais restent cependant faibles par rapport aux alumines (fig. 4.87). La présence des NTC aux joints des grains ne semble pas altérer la tenue

superficielle du composite. Le troisième corps obtenu s'épaissit progressivement et de façon plus importante que précédemment. La couche de troisième corps est fortement sollicitée mais adhère fortement sur l'échantillon et la quantité de débris éjectée hors du contact reste très faible engendrant un débit d'usure très bas comparativement aux autres échantillons.

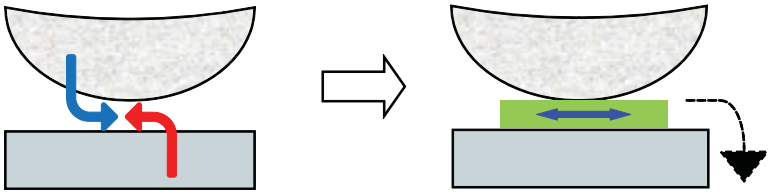


FIGURE 4.87: Scénario d'usure et débits de matière dans le cas des composites avec nanotubes de carbone (3N5F) face à un frotteur en alumine A99 (même symbolisme que la figure précédente).

4.2.3. CONCLUSIONS

Cinq échantillons (deux alumines A97 et A99, et trois composites 7FC1, 10FC1 et 3N5F) ont été étudiés en glissement alternatif contre une bille en alumine de diamètre 3 mm pour des conditions de sollicitations constantes en débattement ($\delta = 1$ mm), en vitesse ($v = 20$ mm/min) et en charge ($P = 20$ N). Les alumines A97 et A99 ont présenté des coefficients de frottement stables de l'ordre de 0,25 jusqu'à l'apparition d'une transition précoce et progressive pour l'alumine A97, mais plus tardive et brutale pour l'alumine A99, conduisant à des coefficients de frottement supérieurs à 0,6. Cette transition est accompagnée d'une forte activité acoustique et se traduit par une usure très élevée à la fois des échantillons et de leurs frotteurs. Les débris formés constituent un film interfacial relativement épais, mais peu endurant et qui n'assure pas de portance suffisante pour limiter les interactions entre les deux corps en présence.

La présence de nanoparticules FeCr dans la matrice alumine (échantillons 7FC1 et 10FC1) conduit à une augmentation significative de l'endurance du contact en éliminant l'apparition de la transition et en réduisant notablement les coefficients de frottement jusqu'à des valeurs très basses de 0,16 dans le cas du composite ayant la plus forte teneur en nanoparticules FeCr. L'usure en fin d'essai est réduite et les taux d'usure sont de l'ordre de grandeur de ceux obtenus en fretting.

L'introduction de NTC dans le composite avec nanoparticules de fer (échantillon 3N5F) a légèrement dégradé le comportement tribologique de ce matériau comparativement aux FeCr-Al_2O_3 (coefficients de frottement de l'ordre de 0,4 et plus grande usure du frotteur) sans cependant conduire à la transition de comportement observée sur les alumines sans nanoparticules.

La hiérarchie établie en fretting est ainsi fortement modifiée en glissement alternatif. Bien que les faciès d'usure soient assez comparables (débris de taille submicronique, formation d'un film interfacial entre les surfaces de contact, éjection et accumulation des

débris sur les bords du contact), le mécanisme de grippage précoce et brutal observé sur les nanocomposites avec NTC en fretting n'est pas reproduit en glissement alternatif. En revanche, les alumines s'avèrent moins endurantes que les composites en glissement alternatif. Néanmoins, on constate que le composite à plus forte teneur en particules de FeCr présente le meilleur compromis à la fois en fretting et en glissement alternatif. Ce constat est difficilement interprétable à la seule vue de ses propriétés mécaniques.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Des composites à matrice alumine Al_2O_3-FeCr à différentes teneurs en nanoparticules métalliques (7, 10 et 20% en fer-chrome) et des composites alumine-Fe-NTC contenant des nanotubes de carbone (3% et 4% de NTC) ont été élaborés par SPS pour tenter de renforcer des alumines traditionnellement obtenues par frittage naturel à partir de poudres industrielles. Comparativement à ces alumines frittées naturelles, les propriétés mécaniques des composites frittés SPS présentent des résistances à la rupture et des duretés nettement améliorées, bien que le composite avec NTC montre une ténacité réduite due à la présence des NTC préférentiellement aux joints des grains. Cependant, les meilleures performances mécaniques sont obtenues par une alumine élaborée avec des poudres industrielles par frittage SPS avec faible taille de grains et sans nanoparticules.

Le comportement tribologique de ces matériaux a d'abord été étudié dans des **conditions de fretting** à débattement libres contre un frotteur hémisphérique en alumine frittée naturelle. Deux modes de chargement (chargement progressif par paliers et chargement constant) pour une fréquence et un débattement initial constants ont été retenus. Ces procédures expérimentales ont permis l'identification directe des phénomènes de grippage ainsi que l'étude plus classique de l'usure des matériaux formant le contact. Une modélisation paramétrique a permis de décrire l'ensemble des résultats expérimentaux à travers six paramètres : un taux de glissement, un coefficient de frottement, un seuil de grippage, une énergie dissipée maximale et deux taux d'usure (l'un correspondant à l'approche d'Archard et l'autre à une approche énergétique).

Le comportement en glissement des alumines frittées naturelles ou frittées SPS est peu modifié par leur mode d'élaboration et leur pureté. Sollicitée en chargement progressif, l'alumine SPS présente l'un des plus forts coefficients de frottement (0,45) mais aussi le seuil de grippage le plus élevé (41,8 N). Toujours en chargement progressif, l'introduction de nanoparticules métalliques de FeCr dans la matrice alumine ne conduit qu'à de légères modifications de comportement au glissement. Néanmoins, la teneur intermédiaire de 10 % de FeCr conduit au plus bas coefficient de frottement (0,42) et au plus haut seuil de grippage (41,1 N). En revanche, l'introduction de nanotubes de carbone dans la matrice alumine comportant des particules de fer se distingue par l'apparition d'une transition de charge séparant un comportement à faible charge semblable aux

autres composites et aux alumines suivi d'une augmentation brutale du coefficient de frottement ($> 0{,}7$) et d'un grippage prématuré (< 28 N). Sollicités en chargement constant, les coefficients de frottement sont systématiquement réduits et les seuils de grippage augmentés, impliquant ainsi de meilleures performances, sauf à faible charge dans le cas du nanocomposite avec NTC (%).

Les mesures profilométriques montrent de très faibles pertes de matière associées à des incertitudes de mesure assez importantes. Cependant, on constate clairement que l'essentiel de la matière enlevée provient du frotteur en alumine, sauf dans le cas des composites avec NTC. Les traces d'usure observées sur les alumines et les composites avec particules FeCr sont recouvertes par une fine couche de débris alors que celles des frotteurs révèlent un faciès de microabrasion. Le frotteur constitue ainsi le siège prépondérant du débit source du contact et le mécanisme d'accommodation s'effectue préférentiellement à la surface supérieure de la couche de débris formant le troisième corps adhérent aux composites. La surface des composites est protégée et le débit d'usure est faible.

La présence de nanotubes de carbone aux joints des grains semble fortement altérer la cohésion superficielle des composites au-delà de la transition de charge si bien que le débit source de l'échantillon devient plus important que celui du frotteur ce qui conduit à un troisième corps plus épais mais aussi à un débit d'usure plus élevé.

Par ailleurs, des enregistrements en émission acoustique ont été mis en place pour suivre l'évolution des mécanismes de dégradation du contact tout au long d'un essai. Deux populations d'évènements bien distinctes ont été observées selon les matériaux étudiés. Cependant, ces différentes réponses acoustiques se sont révélées fortement liées à la réponse dynamique du dispositif de fretting qui réagit comme un oscillateur à amortissement croissant à l'approche du grippage. Dans ces conditions, l'alumine est peu affectée par les forts gradients de vitesse alors que le composite avec NTC y réagit énergiquement.

Afin de compléter la connaissance de ces matériaux, leur comportement tribologique a ensuite été étudié dans des **conditions de glissement alternatif** à débattement imposé contre une bille en alumine de faible diamètre. Les alumines frittées naturelles présentent des coefficients de frottement bas et stables (0,25) jusqu'à l'apparition d'une transition de charge conduisant à des coefficients de frottement élevés ($> 0{,}6$). Cette transition est accompagnée d'une forte activité acoustique et se traduit par une forte usure à la fois des échantillons et de leurs frotteurs. Le film interfacial de débris est relativement épais mais pas assez endurant pour assurer une portance suffisante et limiter les interactions entre les deux corps en présence.

La présence de nanoparticules FeCr dans la matrice alumine frittée par SPS élimine l'apparition de la transition de charge et réduit notablement les coefficients de frottement jusqu'à des valeurs très basses (0,16) pour le composite ayant la plus forte

teneur (10%) en nanoparticules. L'usure en fin d'essai est réduite et les taux d'usure sont de l'ordre de grandeur de ceux obtenus en fretting. Le comportement tribologique du composite alumine-Fe-NTC présente des coefficients de frottement plus élevés (0,4) et une plus grande usure du frotteur comparativement aux composites alumine-FeCr, sans cependant conduire à la transition de charge observée sur les alumines sans nanoparticules. Le classement établi en fretting est ainsi fortement modifié en glissement alternatif : les alumines frittées naturelles s'avèrent moins performantes que les composites frittés SPS en glissement alternatif et le mécanisme de grippage précoce et brutal observé sur les composites avec NTC en fretting n'est pas observé en glissement alternatif.

Ce travail laisse entrevoir de nombreuses **perspectives**. En effet, le rôle des nanoparticules métalliques et des NTC sur les propriétés tribologiques n'est pas clairement établi. On a pu mettre en évidence des différences de comportement significatives dans l'établissement d'un film de troisième corps plus ou moins épais, liées à des modifications dans les débits sources et les débits d'usure. Cependant, ces différences proviennent fortement de la dynamique des systèmes de sollicitation et masquent probablement les mécanismes propres liés à la nature des matériaux en contact. Une manière de résoudre ce problème serait de réaliser des campagnes d'essais en fretting avec des fréquences et des débattements plus importants afin de modifier la réponse dynamique du système. Par ailleurs, l'apparition de transitions de charge bien marquées laisse présager un rôle de la microstructure des matériaux ainsi que des propriétés mécaniques, ou une combinaison de propriétés mécaniques, qui n'a pu être établie dans la présente étude. Des enregistrements systématiques par émission acoustique combinés à une analyse fine des paramètres énergétiques permettraient d'anticiper l'apparition et l'évolution des dégradations. Enfin, des analyses micromécaniques et physicochimiques des surfaces (AFM en mode multi friction et XPS) ont été initiées, mais n'ont pas été insérées dans ce mémoire. Ces analyses préliminaires visaient à identifier le comportement et la nature des couches nanométriques couvrant les échantillons. L'élimination par frottement de ces nanocouches pourrait expliquer les transitions de charges des alumines en glissement alternatif. Ainsi, des essais en AFM conduits avec des microleviers rigides avec pointe diamant permettraient de solliciter en frottement localement la surface, c'est-à-dire au niveau d'un grain, d'un joint de grain, d'une nanoparticule, et de distinguer le comportement de chaque constituant avant la formation d'un troisième corps.

Annexe A

Principe de la microscopie à force atomique

Le microscope à force atomique fait partie de la famille des microscopes à champ proche, on y retrouve notamment le microscope à effet tunnel. Cette technique permet de réaliser des images topographiques à l'échelle nanométrique, voire atomique, pour certaines conditions opératoires. Les matériaux analysés peuvent être conducteurs ou isolants et étudiés dans différents milieux (gaz, liquides). Outre les informations topographiques, des informations sur les propriétés physiques de surfaces comme la rigidité, la viscoélasticité, l'adhésion, le frottement peuvent être mises en évidence. Le principe de la technique est d'utiliser les forces d'interaction (Van der Waals, Coulomb, magnétiques ou de frottement) entre une micropointe (tip) placée au bout d'un microlevier (cantilever) et les atomes de la surface du matériau à étudier. Les mouvements du microlevier (cantilever) sont détectés par la variation de réflexion sur des cellules photoélectriques d'un faisceau laser dirigé à son extrémité, et cela pour chaque position (X, Y) de l'échantillon (fig. A.1). Le balayage dans le plan (X, Y) de l'échantillon étant réalisé par l'intermédiaire d'une céramique piézoélectrique qui se dilate ou se contracte suivant la sollicitation électrique [Rugar 90, Meyer 92].

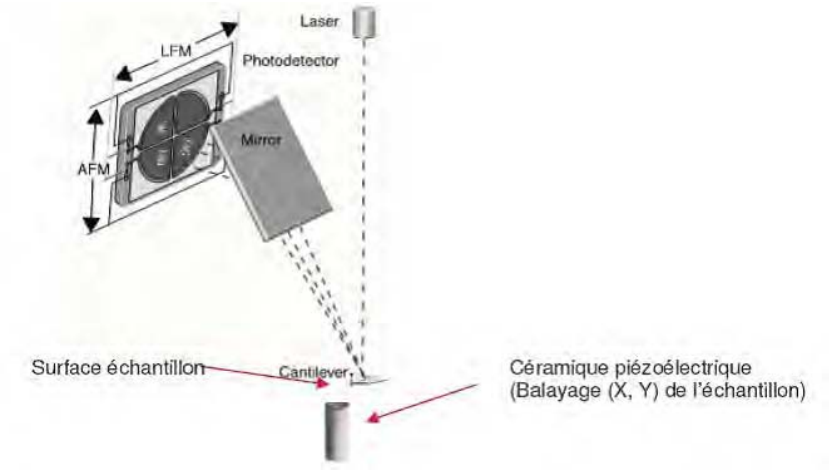


Figure A.1: Schéma de principe du microscope à force atomique [Shekhawat].

Plusieurs modes opératoires sont possibles suivant que la pointe est au contact de l'échantillon (mode contact), ou vient toucher par intermittence la surface à étudier en vibrant à sa fréquence de résonance (mode résonnant).

Le mode contact :

Les images sont réalisées à « force constante » entre la pointe et l'échantillon (ou mode hauteur). Ces conditions de « force constante » sont obtenues en maintenant la position du microlevier fixe grâce à un asservissement (PID) agissant sur la tension V_Z de la céramique piézoélectrique, la valeur de consigne (set-point) est une valeur en volts représentant la déflexion du faisceau laser pour une hauteur z donnée de l'échantillon. L'image topographique est ainsi reconstituée point par point (X, Y, Z). Outre les mesures de forces normales, il est possible d'étudier les forces latérales (friction) par la détection de la torsion du microlevier avec une direction de balayage perpendiculaire au microlevier. Le photodétecteur constitué de 4 quadrants permettra de détecter simultanément les mouvements verticaux (topographie) et horizontaux (friction). Ainsi les images topographiques et les images en forces latérales peuvent être recueillies simultanément (fig. A.2) [Rugar 90, Meyer 92].

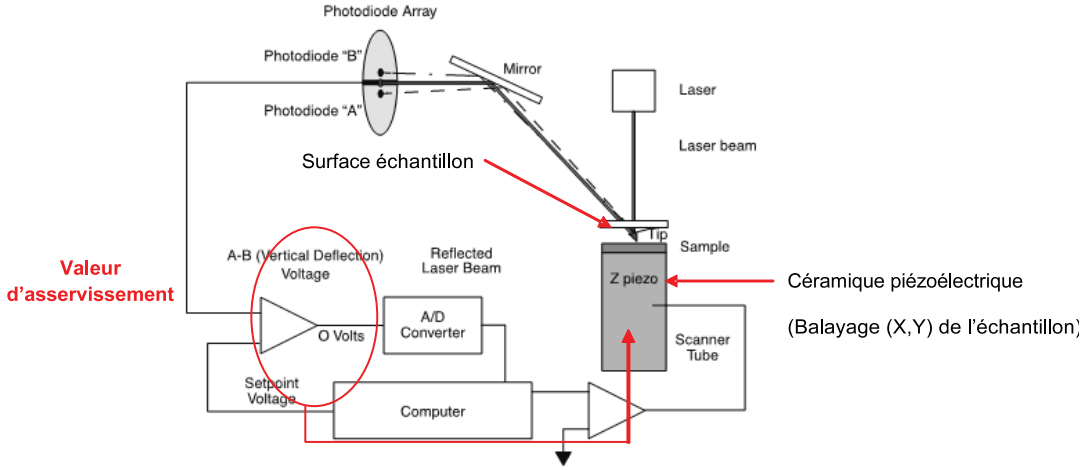


FIGURE A.2: Schéma de principe du mode contact [Shekhawat].

Le mode contact permet en plus de l'image topographique de réaliser des courbes de forces. Elles sont obtenues en mesurant la déflexion en fonction du déplacement en z de l'échantillon. Cette déflexion est proportionnelle à la force de contact. La figure A.3 illustre la morphologie d'une courbe force déflexion $= f$ (déplacement).

1 : Le levier est loin de la surface.

2 : La pointe est très proche de la surface et la force d'attraction est suffisante pour attirer brusquement la pointe.

3 : Lorsque la pointe est au contact de la surface et que l'échantillon est en train de monter (le piézoélectrique se dilate) la flexion du levier augmente, ce qui entraîne la déflexion du faisceau laser (positive). Cette partie de courbe est souvent caractéristique des propriétés mécaniques de la surface étudiée.

4 : Le mouvement du piézoélectrique s'inverse, la pointe s'éloigne, et les forces d'attraction s'y opposent, la pointe suit l'échantillon, et la déflexion devient négative jusqu'à rupture de l'adhésion.

5 : Libération du microlevier.

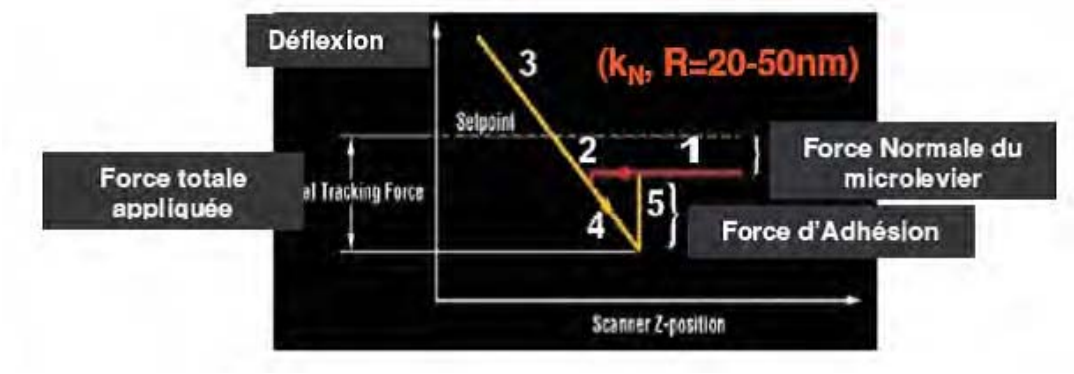


FIGURE A.3: Mode contact - représentation d'une courbe force-déflexion (déplacement).

Le mode résonnant ou « tapping » :

Dans ce mode le microlevier oscille à une fréquence proche de sa fréquence de résonance (fig. A.4). La pointe tapote de façon intermittente la surface de l'échantillon en évitant ainsi les effets de friction. La valeur de consigne est une valeur en volts représentant l'amplitude des oscillations du microlevier pour une hauteur z de l'échantillon. La variation d'amplitude est utilisée comme signal d'asservissement pour suivre la topographie de surface tout en maintenant l'amplitude constante. Ce mode d'acquisition permet d'avoir une meilleure résolution que le mode contact, car on s'affranchit des couches de contamination en les traversant et surtout on minimise les forces de friction qui altèrent la résolution latérale [Rugar 90, Meyer 92].

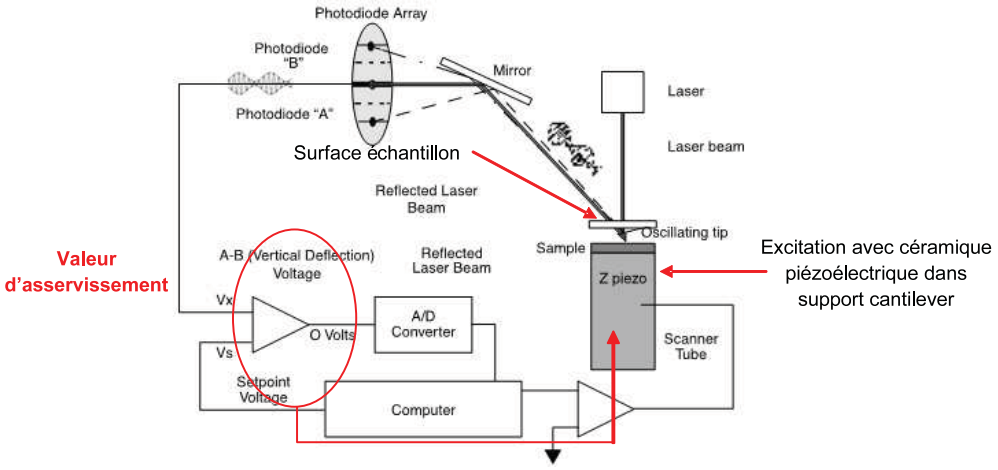


FIGURE A.4: Schéma de principe du mode résonnant [Shekhawat].

Les propriétés superficielles mises en évidence en mode résonnant sont suivantes ;

Outre les images morphologiques obtenues à partir des variations d'amplitude de l'oscillation au contact de l'échantillon, il est possible, en étudiant le déphasage du signal vibratoire avant contact et après contact de mettre en évidence de manière qualitative des variations locales des propriétés physico-chimiques (viscosité, élasticité) ou bien différentes interactions entre pointes et échantillons (interactions hydrophiles/hydrophobes...), liées à une variation de composition chimique. Ce déphasage est interprété comme une dissipation d'énergie au contact de l'échantillon. Ce type d'acquisition est appelé « contraste de phase » (fig. A.5) [Meyer 92].

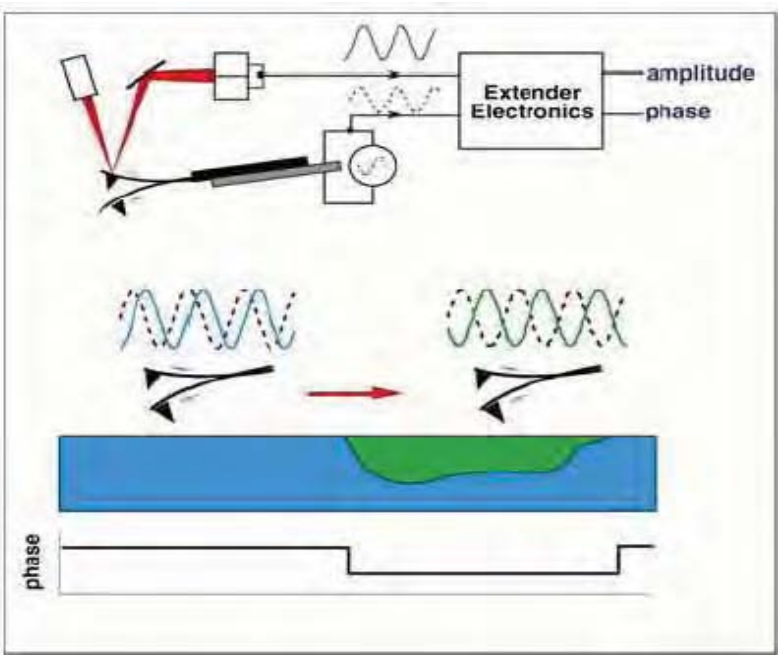


FIGURE A.5: Schéma de principe de la formation des images en contraste de phase [Shekhawat].

Le contraste des images « hauteur » ou « phase », pour un microlevier de raideur donnée, dépend directement du rapport (r_{sp}) entre l'amplitude libre (A_0) et l'amplitude A_{sp} imposée au contact (setpoint) :

$$r_{sp} = \frac{A_0}{A_{sp}}$$

Les valeurs de ce rapport correspondent indirectement à l'intensité de la force appliquée à la surface des échantillons.

On distingue trois types de sollicitations vibratoires (tapping) [Wang 03] :

- Si $0{,}80 < r_{sp} < 0{,}99$ on qualifiera un tapping «léger »

- Si $0{,}60 < r_{sp} < 0{,}80$ on qualifiera un tapping «modéré »

- Si $0{,}40 < r_{sp} < 0{,}60$ on qualifiera un tapping «dur »

L'interprétation reste néanmoins difficile puisqu'une réponse du microlevier peut être le résultat de plusieurs types d'interactions avec l'échantillon. Toutefois en jouant sur

la valeur du rapport r_{sp}, on aura plutôt tendance à mettre en évidence des propriétés mécaniques (tapping dur) ou bien des propriétés physico-chimiques (tapping mou). De même, les valeurs de raideur du microlevier pourront jouer un rôle sur la phase, une raideur faible sera plus sensible aux forces d'adhésion, une raideur forte sera plus sensible au module élastique.

Synthèse sur les possibilités techniques des 2 modes dans le tableau A.1 ci-dessous :

TABLE A.1: Possibilités techniques du mode contact et mode résonant [Shekhawat].

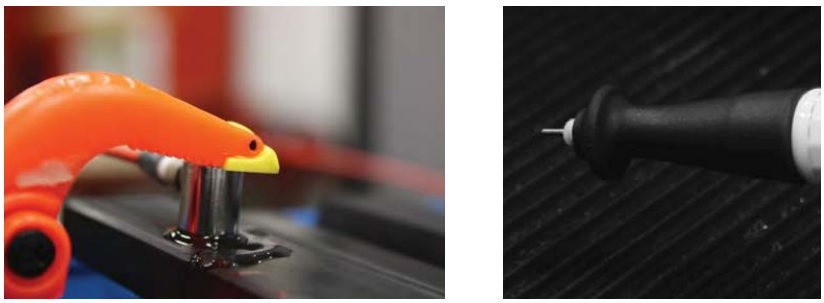
Mode contact	Mode résonant
Applications	*Applications*
— Topographie (nm) — LFM (Image en force latérale sensible au contraste chimique) — Image de forces (interactions superficielles)	— Topographie (nm) — Image de forces (interactions superficielles) — Images en contraste de phases (propriétés mécaniques superficielles)
Avantages	*Avantages*
Vitesse de balayage élevée Grandes variations topographiques	Résolution spatiale élevée (pas de force latérale)
Inconvénients	*Inconvénients*
Distorsion des images par la force latérale Diminution de la résolution spatiale	Vitesse de balayage faible

Annexe B

Caractérisation par mesure d'émissions acoustiques

Le dispositif d'écoute d'émission acoustique de l'entreprise Euro Physical Acoustics est accompagné du logiciel de traitement de données AEwin. Le matériel est constitué d'un ordinateur munit d'une carte d'acquisition interne spécifique à l'étude des émissions acoustiques hautes fréquences. Cette carte possède deux voies d'acquisition prolongées à l'extérieur de l'unité centrale de l'ordinateur par des boîtiers de préamplification. Ces derniers ont un rôle d'adaptation en impédance, de filtrage de fréquences et surtout d'amplification du signal d'entrée avec des gains réglables de 0 à 60 dB. Dans la grande majorité des acquisitions sur des systèmes mécaniques, ce gain est fixé à 40 dB.

L'étape la plus importante qui précède l'acquisition des données est le couplage du capteur piézoélectrique au matériau étudié. Dans un premier temps, un couplant est appliqué pour réaliser une continuité de matière dense entre le capteur et le matériau (fig. B.1). Le couplant couramment utilisé pour les essais est un gel silicone pour sa facilité de déposition et de nettoyage.



(a) (b)

FIGURE B.1: (a) Couplage avec gel silicone, source Hsu-Nielsen (mine de crayon).

Par la suite, il est important d'évaluer la qualité du couplage par l'observation d'une source d'émission acoustique de type Hsu-Nielsen. Ce test est normalisé et s'effectue avec un critérium spécifique contenant des mines de $0,5$ mm de diamètre et une dureté de type 2H. Une longueur standard de mine de crayon est poussée hors du critérium suite à 3 impulsions sur celui-ci. Par la suite, la mine est cassée sur l'échantillon d'étude par un mouvement de levier et permet ainsi de générer la source acoustique Hsu-Nielsen.

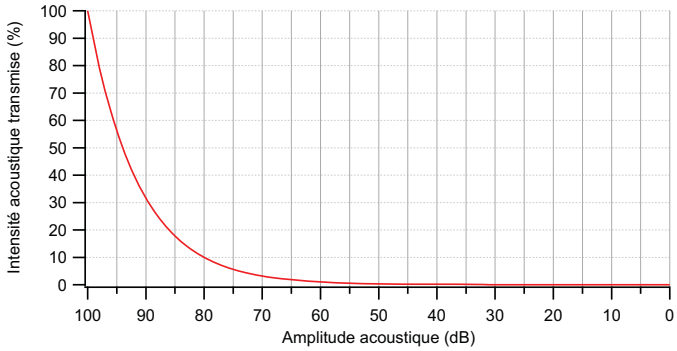


FIGURE B.2: Intensité acoustique transmise en fonction du gain mesuré lors du test de couplage.

Cette impulsion acoustique normalisée est mesurée après passage de l'onde dans la matière de l'échantillon, du couplant et de la céramique piézoélectrique du capteur. Le gain d'amplitude mesuré doit être au minimum supérieur à 90 dB, ce qui correspond approximativement à une atténuation du tiers de l'intensité générée par la source acoustique (fig. B.2).

Annexe C

Commande et réponse du dispositif de fretting

Le dispositif de fretting du laboratoire est défini comme étant un système à débattements “libres”, par opposition à un système à débattements “imposés”. Le fonctionnement à débattements imposés signifie que les efforts produits par le moteur sont modulés par asservissement pour maintenir un déplacement constant de fretting. Pour un système à débattements libres, il n'y a pas d'asservissement de la commande moteur.

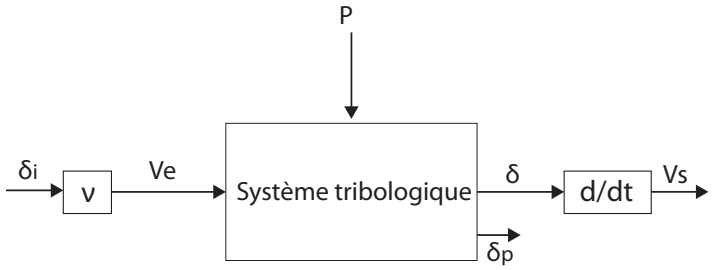


FIGURE C.1: Schémas fonctionnel de l'expérience de fretting.

Le système tribologique (fig. C.1) a pour entrée une commande de débattement δ_i, de type échelon, initialement fixée par l'opérateur avant le contact entre frotteur et contre face. Cette commande est traduite par le système motorisé possédant fréquence de débattement ν constante (fixée à 10 Hz) en vitesse d'entrée v_e. En sortie du système un débattement δ est obtenu, réponse temporelle qu'il est possible de traduire en vitesse de sortie v_s par dérivation. Le système tribologique est perturbé par un effort normal P et subit en conséquence une perte de débattement δ_p liée à l'énergie mécanique dissipée dans le contact frottant.

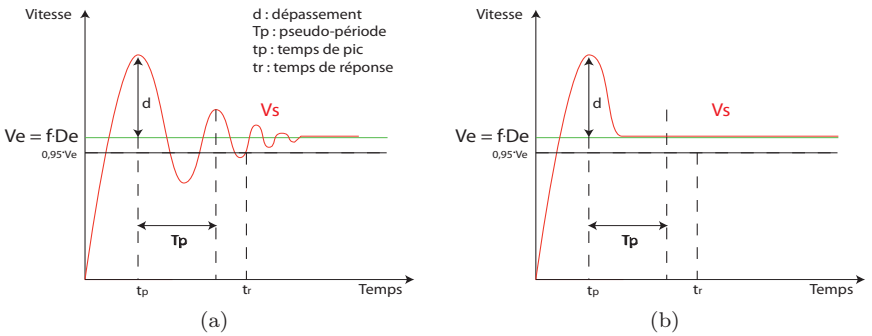


FIGURE C.2: (a) Réponse temporelle d'un système à faible amortissement, (b) réponse temporelle d'un système à fort amortissement.

Le dispositif de fretting est un système en boucle ouverte, du second ordre à faible amortissement (fig. C.2). Ainsi, les sorties du système sont reliées aux entrées par une équation du second ordre (éq. C.1). On définit alors le gain statique du système k_s, sa pulsation naturelle ω_n et sont facteur d'amortissement z.

$$\frac{1}{\omega_n}\frac{d^2v_s}{dt^2} + \frac{2z}{\omega_n}\frac{dv_s}{dt} + v_s = k_s \cdot v_e \tag{C.1}$$

Le système étant considéré à faible amortissement, le facteur d'amortissement est inférieur à 1 et la réponse temporelle est alors de la forme :

$$v_s = k_s \cdot v_e \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1-z^2}} e^{-z\omega_n t} sin\left(\omega_n\sqrt{1-z^2}t + \arctan(\frac{\sqrt{1-z^2}}{z})\right)\right] \tag{C.2}$$

Bibliographie

[An 03] J.-W. An, D.-H. You & D.-S. Lim. *Tribological properties of hot-pressed alumina-CNT composites.* Wear, vol. **255**, no. 1-6, pages 677 – 681, 2003. 14th International Conference on Wear of Materials.

[AST 84] *Standard guide for determining the reproducibility of acoustic emission sensor response*, 1984.

[Bajwa 05] S. Bajwa, W.M. Rainforth & W.E. Lee. *Sliding wear behaviour of $SiC - Al_2O_3$ nanocomposites.* Wear, vol. **259**, no. 1-6, pages 553 – 561, 2005. 15th International Conference on Wear of Materials.

[Baranov 07] V. Baranov, E. Kudryavtsev, G. Sarycgev & V. Schavelin. Acoustic emission in friction. Elsevier, 2007.

[Baughman 02] R.H. Baughman, A.A. Zakhidov & W.A. de Heer. *Carbon nanotubes - the route toward applications.* Science, vol. **297**, no. 5582, pages 787–792, 2002.

[Beard 82] J. Beard. *An investigation into the mechanism of fretting fatigue.* PhD thesis, University of Salford, 1982.

[Benmedakhene 99] S. Benmedakhene, M. Kenane & M.L. Benzeggah. *Initiation and growth of delamination in glass-epoxy composites subjected to static and dynamic loading by acoustic emission monitoring.* Composites Science and Technology, vol. **59**, pages 201–208, 1999.

[Chen 01] G.X. Chen & Z.R. Zhou. *Study on transition between fretting and reciprocating sliding wear.* Wear, vol. **250**, no. 1-12, pages 665 – 672, 2001. 13th International Conference on Wear of Materials.

[Chen 08] Y. Chen, D.-H. Riu & Y.-S. Lim. *Carbon nanotubes grown over Fe-Mo-Mg-O composite catalysts.* Metals and Materials International, vol. **14**, pages 385–390, 2008.

[Chmielewski 07] M. Chmielewski & K. Pietrzak. *Processing, microstructure and mechanical properties of Al_2O_3-Cr nanocomposites.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **27**, no. 2-3, pages 1273 – 1279, 2007. Refereed Reports IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society, IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society.

[Cizeron 73] G. Cizeron. Le frittage sous son aspect physico-chimique. Extrait de l'industrie céramique, Institut de céramique française, 1973.

[Comet 98] T. Comet & V. Poupon. Conception d'un banc d'essai de fretting. Projet de fin d'études, ENI de Tarbes, 1998.

[Cosculluela 91] A. Cosculluela, J. Cagnoux & F. Collombet. *Uniaxial compression of alumina : Structure, microstructure and strain rate.* Journal de physique IV, vol. **1**, pages 109–116, 1991.

[Curtin 04] W.A. Curtin & B.W. Sheldon. *CNT-reinforced ceramics and metals.* Materials Today, vol. **7**, no. 11, pages 44 – 49, 2004.

[Dang-Van 93] K. Dang-Van. *Macro-micro approach in high-cycle multiaxial fatigue.* In D.L. McDowell & R. Ellis, editeurs, Advances in Multiaxial Fatigue, ASTM STP 1191, pages 120 – 130. American Society for Testing and Materials, 2 edition, 1993.

[Díaz 03] L.A. Díaz, A.F. Valdés, C. Díaz, A.M. Espino & R. Torrecillas. *Alumina/molybdenum nanocomposites obtained in organic media.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **23**, no. 15, pages 2829 – 2834, 2003. Ceramic and Metal Interfaces.

[de Portu 07] G. de Portu, S. Guicciardi, C. Melandri & F. Monteverde. *Wear behaviour of Al_2O_3-Mo and Al_2O_3-Nb composites.* Wear, vol. **262**, no. 11-12, pages 1346 – 1352, 2007.

[Denape 05] J. Denape. *Nanocomposites céramiques pour l'industrie aéronautique.* Rapport technique, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, 2005.

[Devaux 91] X. Devaux, Ch. Laurent, M. Brieu & A. Rousset. *Propriétés microstructurales et mécaniques de nanocomposites à matrice céramique.* Comptes Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, vol. **312**, no. Série II, pages 1425–1430, 1991.

[Dutta 06] A.K. Dutta, A.B. Chattopadhyaya & K.K. Ray. *Progressive flank wear and machining performance of silver toughened alumina cutting tool inserts.* Wear, vol. **261**, no. 7-8, pages 885 – 895, 2006.

[Eden 11] E.M. Eden, W.N. Rose & F.L. Cunningham. *Endurance of metals.* In Proc. Inst. Mech. Eng., volume **4**, pages 839 – 974, 1911.

[Estournès 06] C. Estournès. *Mise en forme de matériaux par frittage flash.* Techniques de l'ingénieur. Génie mécanique, vol. **BT1**, no. IN 56, pages 1–8, septembre 2006.

[Falvo 97] M.R. Falvo, G.J. Clary, R.M. Taylor, V. Chi, F.P. Brooks, S. Washburn & R. Superfine. *Bending and buckling of carbon nanotubes under large strain.* Nature, vol. **389**, no. 6651, pages 582 – 584, October 1997.

[Flahaut 00] E. Flahaut, A. Peigney, Ch. Laurent, Ch. Marlière, F. Chastel & A. Rousset. *Carbon nanotube-metal-oxide nanocomposites : microstructure, electrical conductivity and mechanical properties.* Acta Materialia, vol. **48**, no. 14, pages 3803–3812, 2000.

[Fouvry 95] S. Fouvry, Ph. Kapsa & L. Vincent. *Analysis of sliding behaviour for fretting loadings : determination of transition criteria.* Wear, vol. **185**, no. 1-2, pages 35 – 46, 1995.

[Fouvry 96] S. Fouvry, L. Vincent & Ph. Kapsa. *Quantification of fretting damage.* Wear, vol. **200**, no. 1-2, pages 186 – 205, 1996.

[Fouvry 03] S. Fouvry, Ph. Kapsa & L. Vincent. A global methodology to quantify fretting damages, chapitre Fretting fatigue : advances in basic understanding and applications, pages 17 – 31. ASTM International, 2003.

[German 96] R. M. German. Sintering theory and practice. Wiley-interscience publication, New York, 1996.

[Gurt-Santanach 09] J. Gurt-Santanach. *Frittage réactif et consolidation par Spark Plasma Sintering d'alumines nanométriques et de nanocomposites métal-alumine ou nanotubes de carbone-métal-alumine.* Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009.

[Gurt-Santanach 11] J. Gurt-Santanach, C. Estournès, A. Weibel, A. Peigney, G. Chevallier & Ch. Laurent. *Mechanical and tribological properties of Fe/Cr-Al_2O_3 nano/micro hybrid composites prepared by Spark Plasma Sintering.* Scripta Materialia, vol. **64**, pages 777 – 780, 2011.

[Ji 02] Y. Ji & J.A. Yeomans. *Microstructure and mechanical properties of chromium and chromium/nickel particulate reinforced alumina ceramics.* Journal of Materials Science, vol. **37**, pages 5229–5236, 2002.

[Jianxin 05] D. Jianxin, C. Tongkun & L. Lili. *Self-lubricating behaviors of Al_2O_3/TiB_2 ceramic tools in dry high-speed machining of hardened steel.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **25**, no. 7, pages 1073 – 1079, 2005.

[Johnson 85] K.L. Johnson. Contact mechanics. Cammbridge University Press, 1985.

[Kim 10] S. Kim, W. Chung, K.S. Sohn, C.-Y. Son & S. Lee. *Improvement of wear resistance in alumina matrix composites reinforced with carbon nanotubes.* Metallurgical and Materials Transactions A, vol. **41**, pages 380–388, 2010.

[Laurent 94] Ch. Laurent, X. Devaux & A. Rousset. *Elaboration and properties of metal-alumina nanocomposites.* Journal of High Temperature Chemical Processes, vol. **3**, pages 489–505, 1994.

[Laurent 95] Ch. Laurent, Ch. Blaszczyk, M. Brieu & A. Rousset. *Elaboration, microstructure and oxidation behavior of metal-alumina and metal-chromia nanocomposite powders.* Nanostructured Materials, vol. **6**, no. 1-4, pages 317–320, 1995.

[Laurent 98a] Ch. Laurent, A. Peigney, O. Dumortier & A. Rousset. *Carbon nanotubes-Fe-Alumina nanocomposites. Part II : microstructure and mechanical properties of the hot-pressed composites.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 14, pages 2005–2013, 1998.

[Laurent 98b] Ch. Laurent, A. Peigney, O. Quénard & A. Rousset. *Synthesis and mechanical properties of nanometric metal particles-ceramic matrix nanocomposites.* Silicates Industriels, vol. **63**, no. 5-6, pages 77–84, 1998.

[Lee 03] S.W. Lee, C. Morillo, J. Lira-Olivares, S.H. Kim, T. Sekino, K. Niihara & B.J. Hockey. *Tribological and microstructural analysis of Al_2O_3/TiO_2 nanocomposites to use in the femoral head of hip replacement.* Wear, vol. **255**, no. 7-12, pages 1040 – 1044, 2003. 14th International Conference on Wear of Materials.

[Lieberthal 01] M. Lieberthal & W.D. Kaplan. *Processing and properties of Al_2O_3 nanocomposites reinforced with sub-micron Ni and $NiAl_2O_4$.* Materials Science and Engineering A, vol. **302**, no. 1, pages 83 – 91, 2001.

[Lim 05] D.-S. Lim, D.-H. You, H.-J. Choi, S.-H. Lim & H. Jang. *Effect of CNT distribution on tribological behavior of alumina-CNT composites.* Wear, vol. **259**, no. 1-6, pages 539 – 544, 2005. 15th International Conference on Wear of Materials.

[Liu 06] H. Liu, C. Huang, J. Wang & X. Teng. *Fabrication and mechanical properties of $Al_2O_3/Ti(C_{0.7}N_{0.3})$ nanocomposites.* Materials Research Bulletin, vol. **41**, no. 7, pages 1215 – 1224, 2006.

[Matsugi 04] K. Matsugi, H. Kuramoto, T. Hatayama & O. Yanagisawa. *Temperature distribution at steady state under constant current discharge in spark sintering process of Ti and Al_2O_3 powders.* Journal of Materials Processing Technology, vol. **146**, no. 2, pages 274 – 281, 2004.

[Matteazzi 97] P. Matteazzi & M. Alcalà. *Mechanomaking of Fe/Al_2O_3 and $FeCr/Al_2O_3$ nanocomposites powders fabrication.* Materials Science and Engineering A, vol. **230**, no. 1-2, pages 161 – 170, 1997.

[McDowell 53] J.R. McDowell. *Fretting corrosion tendencies of several combinations of materials.* In Symposium on Fretting Corrosion, STP 144, pages 24 – 39. American Society for Testing and Materials, 1953.

[Mercier 08] B. Mercier. *Introduction aux techniques de nettoyage.* In Roscoff2008, 2008.

[Meriaux 10] J. Meriaux, S. Fouvry, M. Boinet & J.-C. Lenain. *Identification of fretting fatigue crack propagation mechanisms using acoustic emission.* Tribology International, vol. **43**, pages 2166–2174, 2010.

[Meyer 92] E. Meyer. *Atomic force microscopy.* Progress in Surface Science, vol. **41**, no. 1, pages 3 – 49, 1992.

[Michalski 07] J. Michalski, T. Wejrzanowski, S. Gierlotka, J. Bielinski, K. Konopka, T. Kosmac & K.J. Kurzydlowski. *The preparation and structural characterization of Al_2O_3/Ni-P composites with an interpenetrating network.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **27**, no. 2-3, pages 831–836, 2007. Refereed Reports IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society, IX Conference & Exhibition of the European Ceramic Society.

[Mindlin 49] R.D. Mindlin. *Compliance of elastic bodies in contact.* Journal of Applied Mechanics (Trans. ASME), vol. **71**, pages 259 – 268, 1949.

[Mishra 01] R.S. Mishra & A.K. Mukherjee. *Processing of high hardness-high toughness alumina matrix nanocomposites.* Materials Science and Engineering A, vol. **301**, no. 1, pages 97–101, 2001.

[Mistou 00] S. Mistou. *Développement d'un élément fini de coque composite à double courbure pour l'implémentation d'une application orientée objet.* Thèse de doctorat, Universite Bordeaux I, 2000.

[Mo 05] C.B. Mo, S.I. Cha, K.T. Kim, K.H. Lee & S.H. Hong. *Fabrication of carbon nanotube reinforced alumina matrix nanocomposite by sol-gel process.* Materials Science and Engineering A, vol. **395**, no. 1-2, pages 124 – 128, 2005.

[Moya 07] J.S. Moya, S. Lopez-Esteban & C. Pecharromán. *The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites.* Progress in Materials Science, vol. **52**, no. 7, pages 1017 – 1090, 2007.

[Nawa 98] M. Nawa, N. Bamba, T. Sekino & K. Niihara. *The effect of TiO_2 addition on strengthening and toughening in intragranular type of $12Ce-TZP/Al_2O_3$ nanocomposites.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 3, pages 209 – 219, 1998.

[NF1 00] *Essais non destructifs, terminologie, Partie 9 : termes utilisés en contrôle par émission acoustique*, 2000.

[NF4287 98] NF4287. *Spécification géométrique des produits (GPS). État de surface : méthode du profil. Termes, définitions et paramètres d'état de surface.*, 1998.

[Niihara 93] K. Niihara, A. Nakahira & T. Sekino. *New nanocomposite structural ceramics.* In Nanophase and nanocomposite materials, volume **286** of *MRS Symposium Proceedings*, pages 405–412. Materials Research Society, 1993.

[Njankeu 06] G.R. Yantio Njankeu, J.-Y. Paris, J. Denape, L. Pichon & J.-P. Riviere. *Study of seizure of coated and treated titanium alloy under fretting conditions.* Tribology International, vol. **39**, no. 10, pages 1052 – 1059, 2006. The Fourth International Symposium on Fretting Fatigue.

[Nowell 94] D. Nowell & D.A Hills. Mechanics of fretting fatigue. Kluwer Academic Publishers, 1994.

[Oh 98] S.-T. Oh, T. Sekino & K. Niihara. *Fabrication and mechanical properties of 5 vol. percent copper dispersed alumina nanocomposite.* Journal of the European Ceramic Society, vol. **18**, no. 1, pages 31 – 37, 1998.

[Ortiz-Merino 05] J.L. Ortiz-Merino & R.I. Todd. *Relationship between wear rate, surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites.* Acta Materialia, vol. **53**, no. 12, pages 3345 – 3357, 2005.

[Peigney 00] A. Peigney, Ch. Laurent, E. Flahaut & A. Rousset. *Carbon nanotubes in novel ceramic matrix nanocomposites.* Ceramics International, vol. **26**, no. 6, pages 677 – 683, 2000.

[Peigney 10] A. Peigney, F. Legorreta Garcia, C. Estournès, A. Weibel & Ch. Laurent. *Toughening and hardening in double-walled carbon nanotube/nanostructured magnesia composites.* Carbon, vol. **48**, pages 1952–1960, 2010.

[Rugar 90] D. Rugar & P. Hansma. *Atomic force microscopy.* Physics Today, vol. **43**, no. 10, pages 23–30, 1990.

[Rul 04] S. Rul, F. Lefèvre-Schlick, E. Capria, Ch. Laurent & A. Peigney. *Percolation of single-walled carbon nanotubes in ceramic matrix composites.* Acta Materialia, vol. **52**, pages 1061–1067, 2004.

[Sabeya 08] G.R. Yantio Njankeu Sabeya, J.-Y. Paris & J. Denape. *Fretting wear of a coated titanium alloy under free displacement.* Wear, vol. **264**, no. 3-4, pages 166 – 176, 2008.

[Sallé 07] C. Sallé, A. Maître, J.F. Baumard, Y. Rabinovitch, C. Bogicevic, F. Karolak, H. Dammak & C. Estournès. *Étude du frittage non-conventionnel de céramiques de type YAG :Nd en présence d'ajout de silice*. Matériaux et Techniques, vol. **95**, pages 241–249, 2007.

[Shekhawat] G. Shekhawat & V. Dravid. *Digital instruments multimode. User manual*.

[Siegel 01] R.W. Siegel, S.K. Chang, B.J. Ash, J. Stone, P.M. Ajayan, R.W. Doremus & L.S. Schadler. *Mechanical behavior of polymer and ceramic matrix nanocomposites*. Scripta Materialia, vol. **44**, no. 8-9, pages 2061 – 2064, 2001.

[Stempflé 08] Ph. Stempflé, F. Pollet & L. Carpentier. *Influence of intergranular metallic nanoparticles on the fretting wear mechanisms of $Fe - Cr - Al_2O_3$ nanocomposites rubbing on Ti-6Al-4V*. Tribology International, vol. **41**, no. 11, pages 1009 – 1019, 2008. Tribological Contacts and Component Life : Proceedings of the 34th Leeds-Lyon Symposium on Tribology.

[Sternitzke 97] M. Sternitzke, E. Dupas, P. Twigg & B. Derby. *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites*. Acta Materialia, vol. **45**, no. 10, pages 3963 – 3973, 1997.

[Tomlinson 27] G.A. Tomlinson. *The rusting of steel surfaces in contact*. In Proceedings of Royal Society, volume **A115**, pages 472 – 483, 1927.

[Turunen 06] E. Turunen, T. Varis, T.E. Gustafsson, J. Keskinen, T. Fält & S.-P. Hannula. *Parameter optimization of HVOF sprayed nanostructured alumina and alumina-nickel composite coatings*. Surface and Coatings Technology, vol. **200**, no. 16-17, pages 4987 – 4994, 2006.

[Ural 09] G. Ural, J.-Y. Paris & J. Denape. *Role des nanoparticules et /ou de nanotubes de carbone sur le comportement en fretting de composites à matrice alumine*. In Conception, Fabrication et Durabilité, 2009.

[Vincent 92] L. Vincent, Y. Berthier & M. Godet. Testing methods in fretting fatigue : A critical appraisal. Numeéro **1159**. ASTM International, 1992.

[Vingsbo 88] O. Vingsbo & S. Söderberg. *On fretting maps*. Wear, vol. **126**, pages 131–147, 1988.

[Wang 00] H.Z. Wang, L. Gao & J.K. Guo. *The effect of nanoscale SiC particles on the microstructure of Al_2O_3 ceramics*. Ceramics International, vol. **26**, no. 4, pages 391 – 396, 2000.

[Wang 03] Y. Wang, R. Song, Y. Li & J. Shen. *Understanding tapping-mode atomic force microscopy data on the surface of soft block copolymers*. Surface Science, vol. **530**, no. 3, pages 136 – 148, 2003.

[Wang 04] X. Wang, N.P. Padture & H. Tanaka. *Contact-damage-resistant ceramic/single-wall carbon nanotubes and ceramic/graphite composites*. Nature Materials, vol. **3**, no. 8, pages 539 – 544, 2004.

[Warlow-Davies 41] E.J. Warlow-Davies. *Fretting corrosion and fatigue strength*. In Proceedings of Institut of Mechanical Engineering, volume **146**, pages 32 – 38, 1941.

[Waterhouse 72] R.B. Waterhouse. Fretting corrosion, volume **10**. Pergamon Press, 1972.

[Xia 04] Z. Xia, L. Riester, W.A. Curtin, H. Li, B.W. Sheldon, J. Liang, B. Chang & J.M. Xu. *Direct observation of toughening mechanisms in carbon nanotube ceramic matrix composites*. Acta Materialia, vol. **52**, no. 4, pages 931 – 944, 2004.

[Xia 08] Z.H. Xia, J. Lou & W.A. Curtin. *A multiscale experiment on the tribological behavior of aligned carbon nanotube/ceramic composites*. Scripta Materialia, vol. **58**, pages 223–226, 2008.

[Xu 99] C.L. Xu, B.Q. Wei, R.Z. Ma, J. Liang, X.K. Ma & D.H. Wu. *Fabrication of aluminum-carbon nanotube composites and their electrical properties*. Carbon, vol. **37**, no. 5, pages 855 – 858, 1999.

[Yamamoto 08] G. Yamamoto, M. Omori, K. Yokomizo, T. Hashida & K. Adachi. *Structural characterization and frictional properties of carbon nanotube/alumina composites prepared by precursor method.* Materials Science and Engineering : B, vol. **148**, no. 1-3, pages 265 – 269, 2008. First International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (STAC) in conjunction with the Second International Conference on Joining Technology for new Metallic Glasses and Inorganic Materials (JTMC).

[Yantio 07] G. Yantio. *Comportement tribologique d'un alliage titane traité et / ou revetu en fretting à débattement libre.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, Tarbes, 2007.

[Yantio 09] G.R. Yantio, J.-Y. Paris & J. Denape. *Utility of a fretting device working under free displacement.* Tribology International, vol. **42**, no. 9, pages 1330 – 1339, 2009. Special Issue : Fifth International Symposium on Fretting Fatigue.

[Yeomans 08] J.A. Yeomans. *Ductile particle ceramic matrix composites - Scientific curiosities or engineering materials ?* Journal of the European Ceramic Society, vol. **28**, no. 7, pages 1543 – 1550, 2008. Developments in Ceramic Science and Engineering : the last 50 years. A meeting in celebration of Professor Sir Richard Brook's 70th Birthday.

[Zambelli 98] G. Zambelli & L. Vincent. Matériaux et contacts - une approche tribologique. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998.

[Zavaliangos 04] A. Zavaliangos, J. Zhang, M. Krammer & J.R. Groza. *Temperature evolution during field activated sintering.* Materials Science and Engineering : A, vol. **379**, no. 1-2, pages 218 – 228, 2004.

[Zhan 03] G.-D. Zhan, J.D. Kuntz, J. Wan & A.K. Mukherjee. *Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites.* Nat Mater, vol. **2**, no. 1, pages 38 – 42, 2003.

[Zhang 08] H. Zhang, Y. Chen, S.-S. Kim & Y.-S. Lim. *Effects of ammonia in catalytic chemical vapor deposition in the synthesis of carbon nanotubes.* Metals and Materials International, vol. **14**, pages 269–273, 2008.

Titre de la thèse : Performance en frottement de composites alumine-métal avec ou sans nanotubes de carbone densifiés par frittage flash : Identification des conditions de grippage et des mécanismes d'usure.

Résumé : Des composites à matrice alumine contenant des nanoparticules métalliques (FeCr ou Fe) avec ou sans nanotubes de carbone (NTC) et densifiés par frittage flash (Spark Plasma Sintering, SPS) ont été étudiés dans des conditions de frottement oscillant de faible amplitude (fretting-usure) et de glissement alternatif.

Un dispositif de fretting à débattement non imposé a été utilisé pour permettre aux matériaux en contact de s'adapter librement afin de simuler et d'identifier le phénomène de grippage dans différentes conditions de chargement (constant, progressif, avec ou sans ouverture de contact). Une modélisation paramétrique a permis de définir précisément les coefficients de frottement, les seuils de grippage et les énergies dissipées dans le contact. Les résultats obtenus présentent de grandes similitudes à faibles charges, mais on constate systématiquement une transition de charge brutale conduisant à une forte dégradation des composites avec NTC juste avant un grippage prématuré. Un dispositif d'acquisition d'émission acoustique a été utilisé sur certains essais pour identifier et suivre *in situ* les différentes phases de dégradation observées au cours du frottement.

Des essais complémentaires en glissement alternatif, avec débattements imposés, ont également été réalisés afin de préciser le comportement en usure des composites étudiés. L'ensemble des résultats de fretting et de glissement ont permis de hiérarchiser les performances tribologiques des différents composites et conduit à l'identifier l'évolution des mécanismes d'usure en relation avec la présence d'un tribofilm à l'interface de contact.

Mots-clés : Grippage, usure, fretting, glissement alternatif, composites alumine-métal, nanotubes de carbone, émission acoustique.

Title of thesis: Friction performance of alumina-metal composites with or without carbon nanotubes compacted by spark plasma sintering: Identification of seizure conditions and wear mechanisms.

Abstract: Alumina matrix composites containing metal nanoparticles (Fe or FeCr) with or without carbon nanotubes (CNT) densified by spark plasma sintering (SPS) were studied under low amplitude oscillating friction conditions (fretting-wear) and reciprocating sliding.

A free displacement fretting machine was used to enable contact materials to adapt freely to simulate and identify the seizure phenomenon under different loading conditions (constant, progressive, with or without contact aperture). Parametric modeling has helped to define precisely friction coefficients, seizure thresholds and dissipated energy in the contact. The results are very similar at low loads, but there is always a sharp transition at higher loads leading to severe degradation of composites with CNT just before an early seizure. An acquisition instrument of acoustic emission has been used during several tests to identify and monitor *in situ* different stages of degradation observed during friction.

Additional tests under reciprocating sliding with imposed displacements have also been made for further understanding of wear behavior of composites. The overall results of fretting and reciprocating sliding helped to prioritize the tribological performances of different composites and lead to identify changes in wear mechanisms in relation with occurrence of a tribofilm in the contact interface.

Keywords: Seizure, wear, fretting, reciprocating sliding, alumina-metal composites, carbon nanotubes, acoustic emission.