

Numéro d'ordre :



Année 2016

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON

Délivrée par

L'ECOLE CENTRALE DE LYON

Pour obtenir le grade de **Docteur**

Spécialité : **Sciences des Matériaux**

Soutenue publiquement le 18 Mai 2016 par

Fathia ALKELAE

Préparée au laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes

**ETUDE EN FRETTING USURE SOUS HAUTES TEMPERATURES D'UN
CONTACT WASPALOY/RENE 125 : FORMATION ET STABILITE DES « GLAZE
LAYERS »**

Composition du jury :

Mme. Cécile Langlade	UTBM	Rapportrice
M. Jean DENAPE	ENI Tarbes	Rapporteur
M. François Robbe Valloire	Supméca	Président du jury
M. Karim Demmou	SNECMA	Invité
Mme. Maria-Isabel de Barros Bouchet	Ecole Centrale de Lyon	Examinatrice
M. Siegfried Fouvry	Ecole Centrale de Lyon	Directeur de thèse



Remerciements

Car la thèse est un fruit directement lié au bon relationnel, je tiens à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'achèvement de ce travail.

En premier lieu je tiens à remercier M. P. **Bourgin** ainsi que M. J-P. **Bertoglio**, grâce à eux j'ai eu l'opportunité de faire cette thèse, ainsi que M. F. **Thouverez** qui m'a soutenu pendant la dernière étape de cet accouchement douloureux. Je remercie aussi M. S. **Fouvry** d'avoir été le directeur de cette thèse, de m'avoir accepté parmi son équipe et confié la machine FW500, avec laquelle j'ai pu donner naissance à ces résultats.

Je souhaiterais également remercier mes rapporteurs Mme. C. **Langlade** et M. **Denape**, qui m'ont fait l'honneur d'accepter cette charge et pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture de cette thèse et à l'élaboration de leur rapport. C'est également avec plaisir que je remercie Mme. M-I. de **Barros Bouchet**, M. K. **Demmou** et M. F. **Robbe Valloire**, de m'avoir honoré et accepté de faire partie de mon jury.

Je remercie **Bruno Berthel**, **Bernard Beaugiraud**, **Denyse Juve** et **Denis Mazuyer** pour leurs qualités humaines, leurs conseils ainsi que leur temps et leur disponibilité.

Mes chaleureux remerciements s'adressent à la fretting-team, qui m'a accueilli à mon arrivée et grâce à laquelle j'ai pu m'intégrer en toute simplicité, Jérémy, Benjamin et Olivier, je remercie aussi les collègues qui m'ont accompagné pendant ce triennat, les Camilles, Laura, Julie, Nora, Odin, Pierre, Richard, Sabrina, Mounia, Guillaume, Médard et Ousseini, J-S, je n'oublierai surtout pas Anna, je tiens à la remercier de tout cœur, pour ses qualités humaines et pour son soutien inconditionné. Je remercie l'ensemble des stagiaires et des ingénieurs avec qui j'ai eu l'occasion de bavarder dans la cuisine et pendant les activités de la fretting-team. Ainsi que Jean-Michel, Dominique, Hélène et Sylvie.

J'adresse à 1000 km mes sincères remerciements à l'élite des professeurs de ma faculté de Sciences et Techniques de Tanger au Maroc, pour leurs qualités scientifiques et surtout humaines, M. Ahachad, M. El Omri, M. Chenaoui, M. Dkiouak, M. Mabsout, M. Azrar, M. El Mrabet, M. Richia et l'ensemble de l'équipe mécanique.

Sans le soutien, la disponibilité et l'amour de mes chères amies et sœurs, peut-être, il me serait difficile de surmonter ces années d'aliénation, un merci ne sera jamais suffisant pour vous, mais quand même MERCI de m'avoir accompagné dans ce parcours, Fatima(Larache), Sanaa, Jaaneman, Ikram, Johayna, Imane, Chaymae, Salma, Fatima(Sainté), Fatima zohra, Mariama, Najat, Zakia, Asma, Med rifi, thank you for being there when needed.

J'ai gardé le meilleur pour la fin, ma petite chère famille, je ne pourrais jamais vous remercier comme il faut, je commence par les valeurs que vous aviez semé en moi : la transparence, l'honnêteté, l'humanité, la tolérance, le respect...malgré qu'elles m'ont causé des problèmes dans les milieux différents que les nôtres, mais j'en suis reconnaissante, ou plutôt pour la manière dont vous nous aviez éduqué moi, ma sœur et mon frère : avec démocratie, liberté totale de décision et de choix, soutien inconditionnel au cours de nos parcours, je résume et je vous dis je vous aime plus que tout dans le monde, sois la luz de mis ojos. Ma sœur chérie Fatima Zohra, mon plus beau cadeau du ciel, Te quiero hasta el infinito y más allá, thank you for bringing Jwilili to the world. Mon frère, Midou, mon côté aventurier, si j'ai fini mes études jusqu'au bout, tu étais fatigué dès le début, je me demande s'il ne fallait pas partager... je t'aime malgré cette charge que tu m'as confié. Votre soutien était sans faille et je vous serai éternellement reconnaissante. Vous êtes la base de toutes mes réussites.

Merci à ma grande famille, ma tante et son mari, mon oncle et sa famille, à tous les membres sans oublier personne. A mes voisines Fatiha, nadia, najoua, lamiaa, karima...

Dédicaces

Je dédie ce travail à tous ceux qui m'ont soutenu, ceux qui m'ont inspiré et appris la persévérance

A mes grands parents

« Ils peuvent me haïr, ils ne parviendront pas à m'apprendre la haine » Romain Rolland.

When you are about to quit, remember why you started

Sommaire

Tables des matières

Remerciements.....	2
Dédicaces	4
Sommaire	5
Tables des matières	6
Liste des tableaux.....	8
Listes des figures.....	8
Introduction générale.....	13
Chapitre I : Contexte industriel	15
Problématique industrielle	16
Projet INNOLUB	16
Objectifs du projet INNOLUB.....	17
1. Industriels :.....	17
2. Scientifiques / Technologiques :	17
3. Sociétaux :.....	18
4. Environnementaux :	18
Contact étudié	18
Chapitre II : Partie bibliographique	19
I. Fretting	20
1. Définition :	20
2. Mécanismes d'endommagement en fretting	21
a) Fretting wear :.....	21
b) Fretting wear sous contrainte :.....	21
c) Fretting fatigue :.....	21
3. Géométries de contact	22
4. Conditions de glissement	23
5. Cartes de fretting	24
6. Techniques de prévention contre le fretting	25
a) Prévention du fretting par le Design	25
b) Traitement de surface.....	26
c) Utilisation des lubrifiants	27
II. Mécanismes d'usure	28
1. Usure abrasive	28
2. Usure adhésive	29
3. Usure par fatigue	29
4. Usure corrosive	30
5. Usure par fretting	30
6. Usure par délaminage	31
III. Approches énergétiques pour la prédiction de l'usure	32
1. Approche d'Archard.....	32
2. Approche de l'énergie dissipée	32
3. Théorie du troisième corps	33
a) Le triplet tribologique :	33
b) Le circuit tribologique.....	34
c) Mécanismes d'accommodation de vitesse.....	35
IV. Formation de la couche protectrice : « Glaze Layer »	35
1. Introduction	35

2.	Mécanismes de formation des débris d'oxydes.....	36
Chapitre III : Dispositif expérimental et matériaux		41
I.	Matériaux.....	42
II.	Dispositif expérimental.....	45
III.	Caractérisation de l'usure :	49
1.	René 125 :	49
2.	Waspaloy.....	49
Chapitre IV : Effet de la température et de la configuration sur la réponse du couple étudié		53
I.	Etude en fretting usure du plan/plan	54
1.	Effet de la température	54
2.	Faciès d'usure et estimation de l'aire apparente des contacts P/P	58
II.	Etude sphère/plan	62
1.	Effet de la température	62
2.	Analyse des faciès d'usure	67
III.	Synthèse.....	70
Chapitre V : Etude de l'effet des conditions opératoires sur le comportement de la Glaze Layer.		71
I.	Etude de la cinétique d'usure à l'ambiante	72
II.	Cinétique d'usure à 700°C.....	76
III.	Description linéaire à plateau de la cinétique d'usure à haute température	80
IV.	Influence de la fréquence sur le V_{GL} volume d'usure associé à la formation de la GL ($V_{GL} = V_{10}^6$ Cycles)	82
V.	Effet de l'effort normal sur le volume d'usure requis pour la constitution de la GL	84
VI.	Effet de l'amplitude de glissement	87
VII.	Effet couplé de la force normale et de l'amplitude de glissement :.....	92
VIII.	Analyse en fonction de la vitesse de glissement :	93
IX.	Effet couplé de la température (700°C/500°C) et de l'amplitude de glissement :	95
X.	Synthèse :	96
Chapitre VI : Analyse du processus de formation des Glaze Layers : essais interrompus.....		99
I.	Introduction:	100
II.	Essais interrompus :	101
1.	Conditions opératoires :	101
2.	Analyses microscopiques	103
a)	Essai 120 cycles (3 s).....	104
b)	Essai à 400 cycles (10 s)	106
c)	Essai 2120 cycles (53 s).....	108
d)	Essai 10 000 cycles (4 min)	113
e)	Essai 100 000 cycles (45 min)	116
f)	Essai 500 000 cycles (3h30)	117
3.	Mapping EDX	119
4.	Analyse spectroscopique	121
a)	Essai 2120 cycles :	124
b)	Essai 10 000 cycles :	125
c)	Essai 100 000 cycles :	126
d)	Essai 500 000 cycles	127
Chapitre VII : Comparaison des solutions palliatives		131
I.	Comparaison des solutions palliatives proposés dans le cadre de cette étude :	132
1.	Matériaux utilisés :	132

2.	Conditions expérimentales :	135
3.	Réponse en frottement et usure à 10^6 cycles	136
4.	Cinétique d'usure des dépôts :	139
5.	Synthèse	142
Conclusions générales et perspectives		143
Conclusion générale :		144
Perspectives :		149
Références		150

Liste des tableaux

Tableau III.1 : Composition chimique des matériaux utilisés [68].	42
Tableau III.2 : Propriétés de rupture en fluage du Waspaloy [74].....	46
Tableau III.3: Propriétés mécaniques du René 125.....	45
Tableau IV.1 : a) Conditions opératoires de l'étude (contact poinçon/plan) en fonction de la température et b) configuration utilisée.....	54
Tableau IV.2 : Taille des particules utilisées pour chaque essai [77].....	56
Tableau IV.3 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la température.	62
Tableau V.1 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la durée d'essai à 20°C. ..	72
Tableau V.2 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la durée d'essai à 700°C. ..	76
Tableau V.3 : Evolution des rayons des traces d'usure obtenues en fonction de l'amplitude de glissement.	91
Tableau V.4 .Données opératoires.	92
Tableau VI.1 : comparaison entre différents matériaux utilisés à haute température en termes de la formation de la glaze layer et son influence sur le contact.	100
Tableau VI.2 : Récapitulatif des conditions opératoires des essais interrompus.	101
Tableau VI.3 : Récapitulatif des nombres d'onde des différents oxydes détectés par l'analyse Raman.	128
Tableau VII.1 : Traitement thermique pour obtenir le maximum de dureté.....	134
Tableau VII.2 : Composition chimique du revêtement Stellite 6.	134
Tableau VII.3 : Conditions appliquées pour comparer la réponse des différents palliatifs (Projet INNOLUB). ..	135
Tableau VII.4 : Valeurs des pentes des différents dépôts	141

Listes des figures

Figure I. 1 : Repérage des problématiques principales du projet INNOLUB [2,3]	13
Figure I. 2 : Assemblage aube/carter (contact étudié : carter/ talon).....	18
Figure II. 1 : fretting entre deux échantillons dont l'amplitude de déplacement imposée $2.\delta g^*$ inférieure à la largeur de contact $2a$ [7].....	20
Figure II. 2 : Définition du fretting par rapport à la condition du glissement alterné.....	20
Figure II. 3 : Mécanismes d'endommagements en fretting [9]	22
Figure II. 4 : illustration de la variation du volume d'usure et de la durée de vie en fretting fatigue en fonction de l'amplitude de débattement [11].	22
Figure II. 5 : Configurations de contact: a) plan/plan, b) cylindre/plan, c) sphère/plan [13]	23
Figure II. 6 : Application d'une force tangentielle à un contact sphère/plan chargé [5, 18 – 19].	23
Figure II. 7 : Cycle de fretting: a) glissement total, b) glissement partiel, c) glissement collé [20].....	24
Figure II. 8 : Illustration des cartes de fretting, Cartes de sollicitations et cartes de réponses du matériau [21, 22]	25
Figure II. 9 : nouveau design pour le contact PCB/Connecteurs électriques	26
Figure II. 10 : Design pour éviter les la concentration des contraintes de cisaillement à l'interface qui provoquent le fretting [24].	26

Figure II. 11 : Transition du régime d'usure en fonction de l'amplitude et la vitesse de glissement [31].	27
Figure II. 12 : Micrographie d'une surface subissant une usure abrasive [34]	28
Figure II. 13 : Illustration du mécanisme d'usure adhésive [34].	29
Figure II. 14 : Mécanismes d'usure par fatigue: Cas du roulement [34].	29
Figure II. 15 : Mécanismes d'usure par fatigue: Cas du glissement [32].	30
Figure II. 16 : Micrographie des produits de l'usure corrosive [34]	30
Figure II. 17 : Mécanismes d'usure par fretting [36].	31
Figure II. 18 : Le triplet tribologique [49, 51].	34
Figure II. 19 : Le circuit tribologique [51]	34
Figure II. 20 : Sites et modes d'accommodation de vitesse [52].	35
Figure II.21 : Evolution du volume total d'usure normalisé en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour différentes valeurs de température.	37
Figure II. 22 : Différentes étapes de formation des couches d'oxydes (Glaze Layer).	39
Figure III. 1: Propriétés mécaniques du Waspaloy en fonction de la température [74].	44
Figure III. 2 : Catégorie des éléments importants dans la constitution des alliages à base de nickel et leur rôle dans les différentes phases formées [70].	44
Figure III.4 : Illustration du dispositif expérimental avec le four.	45
(b)	46
Figure III.5 : Machine de fretting usure (LTDS), a) Vue d'ensemble, b) Contact avec four pour l'application à haute température, c) vu sur les parties fixe et mobile du contact sans four.	46
Figure III.6 : Illustration de l'ensemble pastille/support pastille.	47
Figure III.7 : Plateforme d'acquisition des données (Tribofret)	47
Figure III.8 : Cycle de fretting	48
Figure III.9 : Configurations plan/plan et sphère/ plan utilisées dans cette étude.	48
Figure III.10 : Illustration en 2D et 3D des volumes V(+) et V(-) déterminés sur les traces de fretting.	49
Figure III.11 : Repérage du poinçon sur le porte échantillon pour avoir les deux profils 2D avant et après essai sur la même section.	49
Figure III.12 : Extraction des profils 2D orthogonaux mesurés sur le profil 3D du poinçon.	50
Figure III.13 : Comparaison et recalage des profils initiaux (2Di) et après usure (2Df) des profils 2D équivalents.	50
Figure III.14 : Illustration de la démarche « optique » pour mesurer les usures sur les traces des surfaces sphériques de WASPALOY.	51
Figure IV.1 : Contact P/P, a) Evolution du volume d'usure du René 125 et du Waspaloy en fonction de la température, b) Evolution de l'usure totale et du coefficient de frottement en fonction de la température (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c=5.10^5 \text{ cycles}$).	55
Figure IV.2 : Transition d'un régime sévère à un régime doux d'usure en fonction de la taille des particules et la distance de glissement parcourue à laquelle s'effectue la transition [77].	56
Figure IV.3 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la température pour différents matériaux à base de nickel [85].	57
Figure IV.4 : Evolution de l'usure en fonction de la température pour des matériaux ferreux [86].	57
Figure IV.5 : Expertise optique et profils 3D des contacts RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) en fonction de la température (Contact P/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	59
Figure IV.6 : Profils 3D et 2D de quelques traces RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) en fonction de la température (Contact P/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	60
Figure IV.7 : Evolution de la rugosité en fonction de la température (Contact P/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	60
Figure IV.8: Méthode de détermination des aires apparentes des contacts RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) à 700°C.	61
Figure IV.9 : Evolution de l'aire apparente de contact en fonction de la température (fin de l'essai), b) Evolution de la pression moyenne associée en fonction de la température (à l'ouverture du contact) (Contact P/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	62

Figure IV.10 : Configuration sphère / plan.	63
Figure IV.11 Evolution du coefficient de frottement du contact S/P (sphère/ plan) en fonction de la température (comparaison avec le contact poinçon/plan) (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).....	64
Figure IV.12 : a) Evolution du volume d'usure (V) du René125 (plan) en fonction de la température ; b) Evolution du volume d'usure négatif (V-) du Waspaloy (contrecorps) en fonction de la température (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	64
Figure IV.13 : a) Evolution de l'aire de contact finale des contacts S/P et P/P en fonction de la température. b) : Evolution de la pression effective en P/P et S/P en fonction de la température (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	65
Figure IV. 14 : Evolution du volume d'usure total : $V = V_R + V_W$ en fonction de la température, comparaison entre le contact S/P et P/P (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).....	66
Figure IV.15 Evolution des faciès d'usure du contact S(W)/P(R) en fonction de la température (Contact S/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).	67
Figure IV.17 : Traces de fretting usure produites sur le nickel, 20%Cr, 5% Al après 288 000 cycles (1h) avec les deux valeurs de températures [90].	68
Figure IV.18 : Comparaison des traces du plan René125 après nettoyage ultrason à 20°C et à 700°C (Contact S/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).....	69
Figure V.1 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles (P=67 N, R=12,7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=20°C).....	72
Figure V.2 : Evolution des volumes d'usure du Waspaloy, du René125 et du volume total en fonction du nombre de cycles (P=67N, R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=20°C).	73
Figure V.3 : Evolution de l'usure totale du contact W/R à température ambiante en fonction du facteur d'Archard (P=67N, R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=20°C).	73
Figure V.4 : Evolution de la pression moyenne finale $p_{moy} = P/A_f$ en fonction du nombre de cycles (P=67N, R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=20°C) (pression moyenne Hertzienne (N=0) = 667 MPa).	74
Figure V.5 : Définition de l'aire réelle de contact.....	75
Figure V.6 : Evolution du coefficient de frottement et de l'usure total en fonction du nombre de cycles à l'ambiante [66].....	76
Figure V.7 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles (2.10^4 , P=67 N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=700°C).....	77
Figure V.8 : Evolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=700°C).....	77
Figure V.9 : Comparaison de la cinétique d'usure à l'ambiante et à 700°C (P = 67N, $f = 25 \text{ Hz}$, $\delta g^* = \pm 100 \mu m$).	78
Figure V.10: Evolution du volume d'usure totale $V = V[W] + V[R]$ (Contact S/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=700°C).	78
Figure V.11 : Evolution des volumes d'usure $V(-)[W]$ et $V[R] = V(-)[R] - V(+)[R]$ (Contact S/P, P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=700°C).....	79
Figure V.12 : Profils 2D et 3D des traces de fretting du plan RENE 125 (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, T=700°C).	79
Figure V.13 : Description bilinéaire de la cinétique d'usure à haute température	80
Figure V.14 : Evolution du volume d'usure total en fonction de la durée de l'essai pour chaque condition de fretting à 700°C.	81
Figure V.15 : Evolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la fréquence. Contact W/R (sphère/plan), P=67N, rayon de sphère R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T=700°C, $N=10^6 \text{ cycles}$	82
Figure V.16 : Evolution des volumes d'usure mesurés sur le plan René125 $V[R]$ et au niveau des poinçons en Waspaloy $V[W] = V(o)[W]$ (Contact W/R (sphère/plan), P=67N, rayon de sphère R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T=700°C, $N=10^6 \text{ cycles}$).....	83
Figure V.17: Evolution des volumes d'usure total du système $V = V[R] + V[W]$ (Contact W/R (sphère/plan), P=67N, rayon de sphère R=12.7 mm, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T=700°C, $N=10^6 \text{ cycles}$).	83

Figure V.18 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100$ Hz).....	84
Figure V.19: Evolution du volume d'usure des premiers corps en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100$ Hz).....	85
Figure V.20: Observation optique des traces d'usure en fonction de la force normale appliquée.	85
Figure V.21 : Evolution du volume d'usure total en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100$ Hz).....	86
Figure V.22: Evolution de la taille des traces en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100$ Hz).....	87
Figure V.23 : Evolution de l'usure en fonction du nombre de cycles pour $\delta g = \pm 100 \mu m$ et $\delta g = \pm 150 \mu m$	87
Figure V.24. Evolution du coefficient de frottement en fonction de l'amplitude de glissement appliquée [$P = 67N$, $f = 100$ Hz, $T = 700^\circ C$, et $N_c = 10^6$ cycles].	88
Figure V.25 : Evolution de l'usure du Waspaloy et de l'usure totale du système [$P = 67N$, $f = 100$ Hz, $T = 700^\circ C$, et $N_c = 10^6$ cycles].	88
Figure V.26 : Evolution de l'usure du Waspaloy et du René125 [$P = 67N$, $f = 100$ Hz, $T = 700^\circ C$, et $N_c = 10^6$ cycles].	89
Figure V.27 : Observation microscopique des traces d'usure sur le René125	90
Figure V.28 : Observation 3D des traces d'usure sur le René125 [$P = 67N$, $f = 100$ Hz, $T = 700^\circ C$, et $N_c = 10^6$ cycles].	90
Figure V.29 : Illustration de l'évolution du volume d'usure en fonction de l'amplitude de glissement.....	91
Figure V.30. Evolution de l'usure totale du système en fonction de l'effet combiné de la charge normale et de l'amplitude de glissement [$f = 100$ Hz, $T = 700^\circ C$, et $N_c = 10^6$ cycles].	92
Figure V.31 : Evolution du volume d'usure du couple Waspaloy/René 125 en fonction de la vitesse de glissement normalisée.	94
Figure V.32. Evolution de l'usure en fonction de l'énergie dissipée ($\delta g < \delta g_{wt}$).	95
Figure V.33. Evolution de l'usure en fonction de l'effet combiné : Température ($500^\circ C/700^\circ C$) et amplitude de glissement.	96
Figure VI.1 : Illustration des essais interrompus en fonction du nombre de cycles imposé ($f = 40$ Hz, $T = 700^\circ C$, $P = 67$ N, $\delta g = 100 \mu m$).	101
Figure VI.2 : Observations optiques (a) et MEB (b) des traces en fonctions du nombre de cycles.	102
Figure VI.3 : Evolution du coefficient de frottement René125/Waspaloy en fonction du nombre de cycles, $P = 67N$, $f = 40$ Hz, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $T = 700^\circ C$	103
Figure VI.4 : Observation microscopique avec électrons secondaires (SE) et rétrodiffusés (BSE).	104
Figure VI.5 : Comparaison de la composition chimique des deux corps.	105
La figure VI.6 : Composition chimique de la trace (plan) en fonction de la position du spot	106
Figure VI.7 : Observations microscopiques sur le René125 et le Waspaloy	107
Figure VI.8 : Analyse chimique de la trace à 400 cycles (10s).	108
Figure VI.9 : Observations microscopiques de l'essai à 2120 cycles (53s).	109
Figure VI.10 : Observation microscopique de la trace sur le René125 et grossissement de différentes zones (2120 cycles, 53s).	110
Figure VI.11 : Observation microscopique de la trace sur le René125 et grossissement de différentes zones (2120 cycles, 53s).	111
Figure VI.12 : Analyse chimique de la trace.....	112
Figure VI.13 : Observation microscopique de la trace (10 000 cycles, 4 min).	113
Figure VI.14 : Grossissement de quelques zones des traces sur les deux corps (10 000 cycles, 4 min).	114
Figure VI.15 : Composition chimique des différents spots sur le René 125 (10 000 cycles, 4 min).....	115
Figure VI.16 : Observations microscopiques des traces de 10^5 cycles (45min).	116
Figure VI.17 : Analyse chimique de l'interface sur le René 125, 10^5 cycles (45 min).	117
Figure VI.18 : Observations microscopiques des traces 5.10^5 cycles (3h30).	118
Figure VI.19 : Analyse chimique de la trace 5.10^5 cycles (3h30).	119
Figure VI.20 : Illustration du mécanisme de formation de la Glaze Layer.	119

Figure VI.21 : Mapping EDX des éléments présents dans les traces de fretting usure en fonction de la durée de vie. a) Waspaloy, b) René 125.....	121
Figure VI.22 : Analyse Raman effectuée en dehors de la trace d'usure sur les deux corps.....	122
Figure VI.23 : Analyse Raman du plan René 125.....	124
Figure VI.24 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.	124
Figure VI.25 : Analyse Raman du plan René 125.....	125
Figure VI.26 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.	125
Figure VI.27 : Analyse Raman du plan René 125.....	126
Figure VI.28 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.	126
Figure VI.29 : Analyse Raman du plan René 125.....	127
Figure VI.30 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.	127
Figure VI.31 : Schématisation du processus de formation de la couche protectrice, a) après un temps court de glissement, b) après un temps intermédiaire de glissement et c) après un long temps de glissement [55].	129
Figure VII.1 : Dépôt APS.....	132
Figure VII.2 : Dépôts MECAPROTEC.....	132
Figure VII.3 : Morphologie du revêtement NiCo, a) avec 33.32 %wt Co déposé avec 1A.dm ⁻² , b) avec 31.8% wt Co déposé avec 2 A.dm ⁻²	135
Figure VII.4 : Evolution du coefficient de frottement des dépôts NiCo, Stellite6/Ag et SG-250°C, a) Echelle linéaire, b) Echelle Logarithmique.	136
Figure VII.5: Coefficients de frottement moyen obtenus pour les différents couples étudiés (nature du plan) sur 10 ⁶ cycles de fretting (valeur moyenne de deux séries d'essais).....	137
Figure VII.6 : Analyse de la réponse en usure des différents couples (dépôts déposés sur le plan de René 125) : Waspaloy (surface sphérique R=12,7 mm), P= 67 N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T= 700°C, f=100 Hz, N=10 ⁶ cycles, (a) Analyse détaillée des plans nus et revêtus; (b) Analyse comparative des plans V[R], poinçon V[W] et du contact total V _{total}	138
Figure VII.7 : Coefficients de frottement moyen obtenus sur les différents couples étudiés en fonction du nombre de cycles.	139
Figure VII.8 : Analyse de la réponse en usure des différents couples (dépôts déposés sur le plan de René 125) : Waspaloy (surface sphérique R=12,7 mm), P= 67 N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T= 700°C, f=100 Hz, (a) et (b) Analyse détaillée des plans nus et revêtus de René 125 ; (c), (d) et (e)Analyse comparative des plans V[R], poinçon V[W] et du contact total V _{total}	141
Figure VII.9 : Comparaison de la cinétique d'usure des dépôts : NiCo, NiP, SG-250°C et Stellite6/Ag avec le substrat non revêtu entre 10 ⁶ et 8.10 ⁶ cycles (P= 67 N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, T= 700°C, f=100 Hz.....	142
Evolution du volume d'usure total : $V = V_R + V_W$ en fonction de la température, comparaison entre le contact S/P et P/P (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, f=25 Hz, Nc = 5.10 ⁵ cycles).	144
(a) (b).....	145
Evolution du volume d'usure du René 125 et du Waspaloy en fonction de la température, a) : Echelle linéaire, b) : Echelle logarithmique (P=67N, $\delta g = \pm 100 \mu m$, f=25 Hz, Nc = 5.10 ⁵ cycles).	145
Illustration de l'évolution d'usure dans le domaine I et dans le domaine III.	145
Evolution de l'usure totale du système en fonction de l'effet combiné de la charge normale et de l'amplitude de glissement.	146
Evolution du volume d'usure du couple Waspaloy/René 125 en fonction de la vitesse de glissement normalisée.	147
Identification de l'amplitude de glissement de transition entre le domaine stable et instable de la formation de la glaze layer en fonction de la température.....	147
Evolution de l'usure en fonction de l'énergie dissipée ($\delta g < \delta g_{wt}$).	148
Illustration du processus de formation de la glaze layer, a) mise en contact et début d'usure du contre-corps, b) usure du contrecorps et formation des débris métallique, c) oxydation des débris, d) formation d'une couche protectrice au sein du contact et sur le plan avec éjection des débris non retenue à l'interface.	149

Introduction générale

La stratégie actuelle des compagnies aériennes est de « louer » le temps de vol aux motoristes. Ceci implique un changement de stratégie au niveau de la conception des turboréacteurs qui doivent désormais présenter des durées vis-à-vis de l'usure des pièces plus importantes.

Ceci est particulièrement important au niveau des différents composants tels que les contacts Carter/Talon caractérisés par des très hautes températures de fonctionnement et des sollicitations de fretting usure.

L'objectif de cette thèse est de contribuer à la compréhension des mécanismes d'interaction entre les matériaux mis en contact, au niveau du carter/talon. Il s'agit d'un travail essentiellement expérimental, qui concerne à la fois la caractérisation des revêtements présents à l'étage de la turbine basse pression des moteurs, et de leur comportement mécanique/tribologique, qui dépendent à la fois du comportement mécanique des matériaux de base, des mécanismes d'endommagement et d'usure.

Les matériaux de base utilisés dans le cadre de cette recherche sont des matériaux destinés aux applications à hautes températures, possédant une capacité remarquable à maintenir leurs propriétés sous hautes températures.

Les matériaux destinés au service à haute température doivent avoir une capacité de résister au chargement à une température T_{oper} (température d'application). Pour cela un paramètre défini comme $\tau = T_{oper}/T_m$ (T_m : température de fusion) est à prendre en considération. Il doit être supérieur à 0.6, pour les alliages de Nickel utilisés à 1000°C, comme la température de fusion du nickel est

$T_m = 1455^\circ\text{C}$, $\tau = 0,75$. Une résistance substantielle aux dégradations mécaniques pour de longues périodes est requise, comme la résistance au fluage, la résistance à la rupture et la dureté. Il faut noter que la résistance aux conditions opératoires est aussi à prendre en compte, par exemple, les gaz générés dans la turbine sont très corrosifs à cause du taux du sulfure, ou encore les impuretés comme les sels de potassium. Dans de telles conditions, toute dégradation de surface peut diminuer la durée de vie du composant.

Le **premier chapitre** est dédié à la présentation du projet INNOLUB et bien évidemment de la contribution de nos résultats dans ce cadre.

Le **deuxième chapitre** développe l'état d'art, traitant les différents aspects abordés dans cette thèse, les notions fondamentales associées au tribosystème et aux modes de fretting et d'usure. Une synthèse bibliographique ensuite a été proposée sur les couches protectrices (glaze layers).

Le **troisième chapitre** énonce les méthodes expérimentales mises en place pour la préparation des échantillons, leur caractérisation ainsi que les paramètres opératoires testés en lien avec les causes d'endommagement des matériaux.

Dans le **chapitre quatre**, nous avons envisagé et proposé une solution pour pouvoir caractériser les matériaux en configuration sphère/plan, afin d'éviter les désalignements rencontrés avec la configuration plan/plan.

Le **cinquième chapitre** est consacré à l'étude des paramètres mécaniques et tribologiques de l'application industrielle (René125/Waspaloy). Les différents paramètres de chargement tels que l'effort normal, l'amplitude de glissement, la fréquence... Ainsi, nous avons pu mettre en évidence la formation d'une couche protectrice assurant la lubrification du contact à haute température.

A la suite de ces résultats, un **sixième chapitre** était essentiel pour clarifier les mécanismes de formation de cette couche « la glaze layer ». Des essais interrompus ont été envisagés, suivis des caractérisations optique, microscopique, spectroscopique et 3D.

Un **dernier chapitre** est consacré à la réponse industrielle concernant la comparaison tribologique des différents revêtements palliatifs.

Chapitre I : Contexte industriel

Problématique industrielle

Dans le secteur aéronautique, l'économie d'énergie et la fiabilité des systèmes sont des essentiels. L'utilisation d'alliages légers et les sollicitations vibratoires imposées aux structures font que les phénomènes de frottement et d'usure constituent des problématiques récurrentes au niveau des éléments d'attache à des pièces en contact. Leur dégradation et leur usure peuvent entraîner une immobilisation de l'appareil et engendrer des coûts élevés. Ainsi, ces problèmes d'usure doivent être trouvés.

Projet INNOLUB

Le sujet de ma thèse s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche très large. Le projet INNOLUB (INNOvations pour la LUBrification haute température) mis en place en 2009, pour développer de nouveaux traitements de surface pour des applications à hautes températures. Ce projet associe de nombreux partenaires, à savoir cinq grands groupes industriels (SKF AEROSPACE FRANCE, SNECMA, TURBOMECA, AIRBUS et LIEBHERR AEROSPACE), trois entreprises de type PME (APS, MECAPROTEC, et ORAPI), une association (CITRA : Centre d'Ingénierie en Traitements et Revêtements de surface Avancés) et six laboratoires et organismes de recherche (ICCF, ENISE-DIPI, ARMINES, LAMCOS, CIRIMAT et LTDS). Les innovations visées pour le projet INNOLUB sont le développement de revêtements conférant de bonnes propriétés tribologiques sous des conditions de très hautes températures. Il s'agit de répondre à la problématique de fretting/usure et fretting/fatigue (qui provoque l'avarie des pièces mécaniques, se caractérisant par des dégradations en surface – fissure, piqure, écaillage...-ou à faible profondeur) à haute température pour des couples de matériaux issus de l'industrie aéronautique. Ces problématiques sont très variées en termes de sollicitations thermomécaniques et de géométries du contact. En effet, la problématique industrielle SNECMA concerne les contacts aube/disque au niveau du compresseur haute pression (CoHP) du turboréacteur d'un avion. Ces contacts sont soumis à des sollicitations de fretting à des températures comprises entre 200°C et 450°C.

On peut citer les contacts aube/disque des turbines haute pression (TuHP), mais aussi le cas des turbines des moteurs d'hélicoptère TURBOMECA sensibles aux mêmes problèmes. Les températures de fonctionnement varient entre 500°C et 750°C. Actuellement, les portées d'aube de TuHP des hélicoptères ne sont pas revêtues. Si les contacts aube/disque sont particulièrement concernés par ce sujet, c'est également le cas des articulations aéronautiques. D'une part, AIRBUS et SKF AEROSPACE souhaitent appréhender de façon précise les phénomènes en température dans les attaches mât-moteur d'avion, de manière à améliorer les prévisions de maintenance en service, et à réduire le poids de ces composants. D'autre part, LIEBHERR AEROSPACE et SKF AEROSPACE souhaitent étudier la faisabilité d'une articulation rotule dans des vannes de prélèvement situées en zone chaude, au niveau du moteur de l'avion. Ces articulations ont pour fonction de supporter de fortes charges, tout en permettant des mouvements de rotation ou de rotulage. Les pièces sont soumises à des contraintes sévères en termes de pression, d'amplitude de mouvement, mais aussi de températures (160-570°C). Il est important de garder à l'esprit que les tendances actuelles de conception chez les motoristes aéronautiques laissent envisager une augmentation significative de la température dans l'environnement proche des articulations. Il s'agit donc d'anticiper les problématiques tribologiques de ces contacts.

Ainsi, la synthèse de nouveaux matériaux et notamment de nanomatériaux laisse penser que des revêtements innovants répondant aux différentes contraintes tant thermiques que mécaniques pourront répondre à ces challenges tribologiques [1].

La figure 1 illustre les différents contacts étudiés dans le cadre du projet INNOLUB.

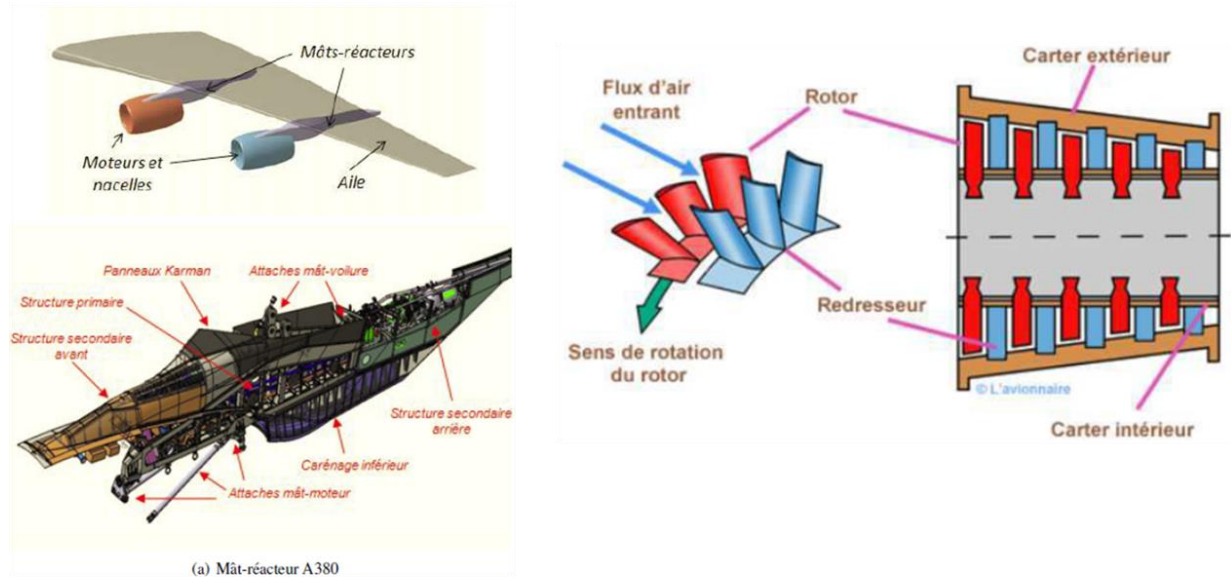


Figure I. 1 : Repérage des problématiques principales du projet INNOLUB [2,3]

Objectifs du projet INNOLUB

Les objectifs du projet sont multiples. En premier lieu, leur caractère est purement industriel, visant à répondre à des problématiques tribologiques au niveau des contacts aube/disque, carter/turbine...etc. En second lieu, des objectifs scientifiques et techniques qui impliquent différents laboratoires de recherche portant sur une meilleure compréhension et simulation du comportement des différents traitements de surface. Enfin, les enjeux du projet ne sont pas uniquement technologiques mais également sociétaux et environnementaux [1].

1. Industriels :

- Développement des revêtements innovants résistants à hautes températures et de bonnes propriétés tribologiques.
- Analyse et compréhension des différents phénomènes intervenants en utilisant des solutions existantes (modélisations et simulations numériques).
- Création d'un réseau mécanique/matériaux visant la résolution des problématiques tribologiques à haute température sur le plan national. [4]

2. Scientifiques / Technologiques :

- Reproduire les endommagements industriels par des essais tribologiques afin de caractériser les nouveaux revêtements,
- Utilisation des techniques permettant de décrire les modes d'endommagement rencontrés,
- Développer de nouveaux revêtements,
- Valoriser et diffuser les connaissances scientifiques acquises (publications/conférences...),

3. Sociétaux :

Pouvoir proposer à la clientèle des produits innovants et à forte valeur ajoutée pour le maintien de la compétitivité des industriels impliqués dans ce projet.

4. Environnementaux :

- la suppression de la graisse et des huiles.
- La réduction de la consommation en carburant et de l'émission de CO₂.
- Les procédés de la production «verts» des matériaux et revêtements.

Contact étudié

Le contact faisant objet de cette étude est celui du carter / turbine basse pression. Les aubes du stator peuvent être fixées directement sur le carter ou par un anneau de retenue qui est fixé sur le carter. La plupart des aubes de stator sont fixées par groupe (5 à 6 aubes) avec un pied en queue d'aronde. Sur la figure 2 les aubes du redresseur (stator) sont fixées directement sur le carter (a), et (b) les aubes sont fixées au carter par une bague de retenue. Ces assemblages induisent des contacts Carter/Talon (des aubes) qui sont soumis à des très hautes températures et des sollicitations de fretting/usure. Ce sont ces contacts qui seront plus spécifiquement étudiés dans cette thèse

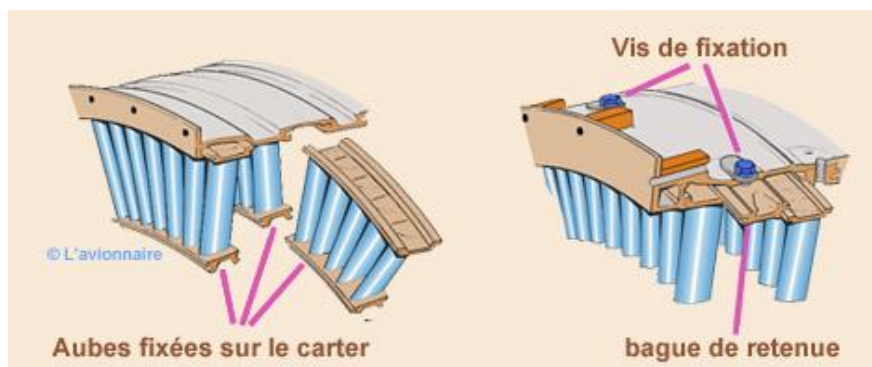


Figure I. 2 : Assemblage aube/carter (contact étudié : carter/ talon)

On montre sur la figure I.2, deux sortes d'ailettes avec pieds de sapin. A droite l'ailette porte un talon. L'ensemble de ces talons forment une couronne. Cette couronne est ensuite fixée sur l'anneau extérieur ou le carter [2].

Chapitre II : Partie bibliographique

I. Fretting

1. Définition :

Le fretting est une forme d'usure qui se produit sous les conditions de déplacement de petites oscillations. Plus précisément c'est le cas où on a l'amplitude de déplacement δg^* inférieure au rayon de contact a (figure II. 1), ainsi lorsque le rapport $\frac{\delta g^*}{a}$ est ≤ 1 on est dans le domaine du fretting, dans le cas contraire, on se trouve dans le domaine du glissement alterné [5] [Figure II. 2]. Le fretting peut soit causer une usure localisée soit initier des fissures de fatigue qui diminuent l'endurance en fatigue des matériaux. Il peut se produire sous l'effet de vibrations imposées à des surfaces en contact. Il est souvent présenté comme l'une des avaries de surface les plus critiques pour les applications industrielles [6].

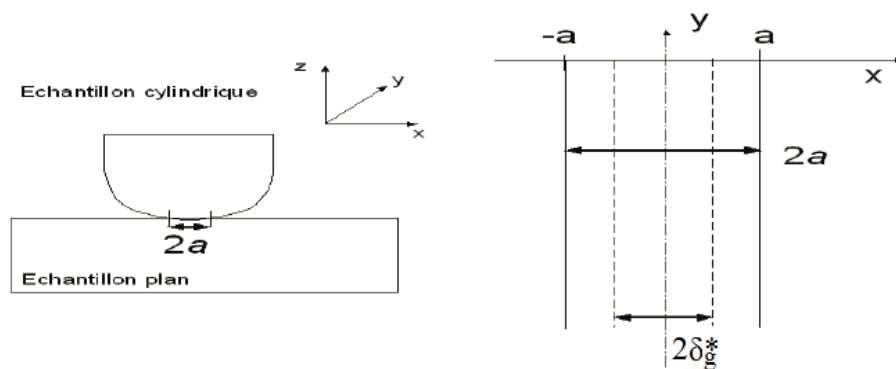


Figure II. 1 : fretting entre deux échantillons dont l'amplitude de déplacement imposée $2.\delta g^*$ inférieure à la largeur de contact $2a$ [7].

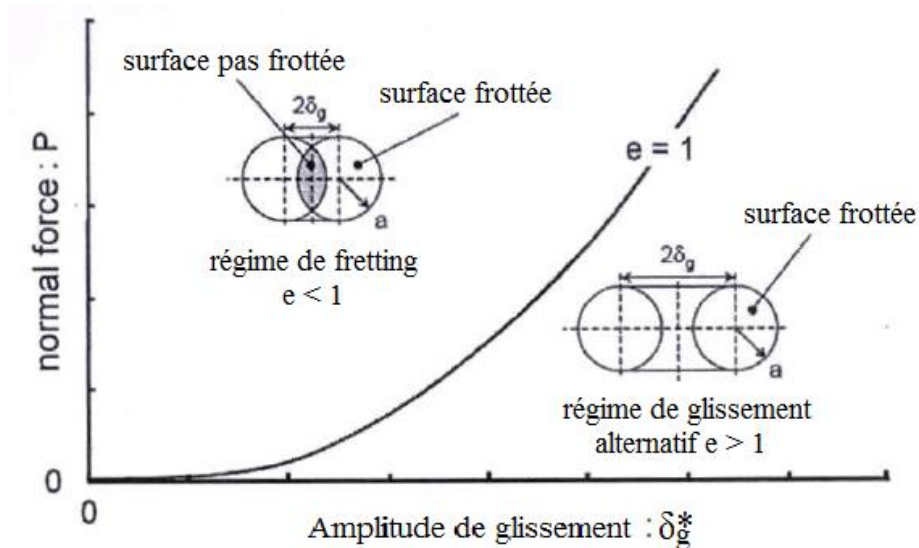


Figure II. 2 : Définition du fretting par rapport à la condition du glissement alterné.

2. Mécanismes d'endommagement en fretting

On distingue dans la littérature trois types de fretting (figure II. 3):

a) Fretting wear :

Le chargement dit de fretting simple peut être défini comme un mouvement alternatif, de faible amplitude entre les surfaces en contact. Il se caractérise par une usure des pièces qui peut causer un grippage ou un blocage du système. Ce phénomène reste moins bien formalisé, car il doit prendre en compte de nombreux paramètres tribologiques tels que : l'amplitude de glissement, la fréquence, le nombre de cycles, le matériau, la température, l'environnement, la modification des surfaces, le flux des débris [8].

b) Fretting wear sous contrainte :

Le fretting simple sous contrainte (fretting fatigue statique) est identique aux sollicitations de fretting simple, avec une contrainte extérieure de tension constante σ_{ext} . Très minoritaire, cette configuration a été introduite pour évaluer l'influence d'une contrainte statique sur l'amorçage et la propagation des fissures [9]. On montre qu'elle diminue la résistance en fatigue du matériau. Elle favorise même la fissuration en surface et peut favoriser l'usure des surfaces par micro fracturation des revêtements.

c) Fretting fatigue :

Le fretting fatigue combine un chargement de fatigue et un chargement de fretting. Ce couplage engendre une forte réduction de la durée de vie en fatigue. Il combine plusieurs sciences telles que la mécanique de contact, la tribologie et la fatigue des matériaux. Il y a deux aspects qui contribuent à l'effet nuisible du chargement du contact : la concentration des contraintes, et l'endommagement des surfaces dû aux micro-glissements [10].

En glissement partiel (très faible amplitude), le chargement de fretting favorise l'amorçage des fissures et réduit considérablement la durée de vie en fatigue. Cependant, si le contact bascule en glissement total, l'usure, en réduisant les pics de pression, réduit le chargement cyclique, et par conséquent augmente la durée de vie en fretting fatigue. Ainsi, comme le montre [11] dans la figure II. 4 en fretting map, on observe une courbe en « U » de la durée de vie.

Ainsi, si l'essai de fretting simple permet d'étudier l'amorçage des fissures (Glissement partiel) ou l'usure des surfaces en glissement total, l'essai de fretting fatigue induit une fissuration sévère en glissement partiel et potentiellement une usure significative en glissement total.

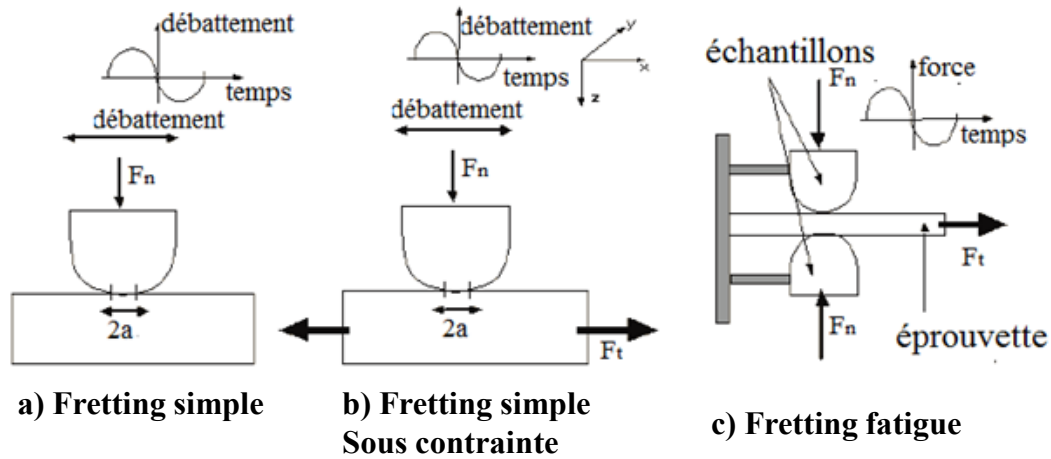


Figure II. 3 : Mécanismes d'endommagements en fretting [9]

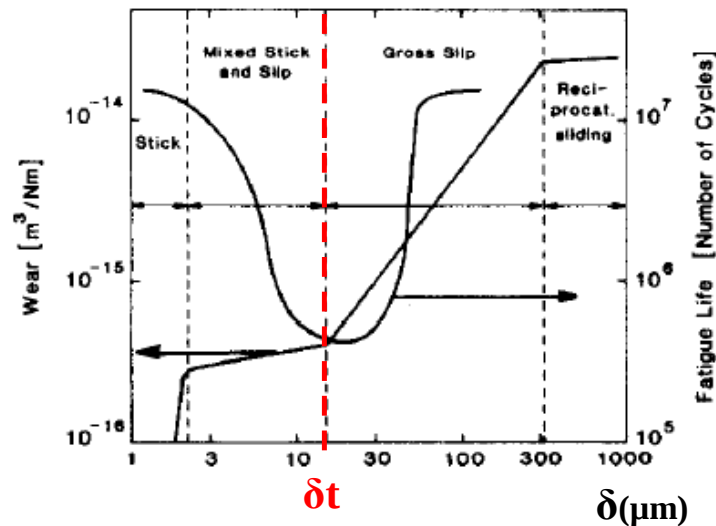


Figure II. 4 : illustration de la variation du volume d'usure et de la durée de vie en fretting fatigue en fonction de l'amplitude de débattement [11].

3. Géométries de contact

A l'échelle industrielle, les contacts posant problèmes se situent au niveau des assemblages mécaniques (Carter/TuBP, aube/disque), des liaisons fixes (vissées, rivetées) ou cinématiques (rotules, pivots) [12]. Et ils subissent différents types de sollicitation (fretting, fretting usure, fretting fatigue...). Pour pouvoir étudier ces contacts au niveau du laboratoire, et reproduire les endommagements rencontrés, on est obligé de passer par plusieurs simplifications surtout au niveau des géométries de contact à mettre en place. Pour cela, plusieurs conditions de contacts ont été proposées dans la littérature (Figure II. 5) [13] :

- ✓ Contact surfacique : plan / plan
- ✓ Contact linéique : cylindre / plan
- ✓ Contact ponctuel : sphère / plan

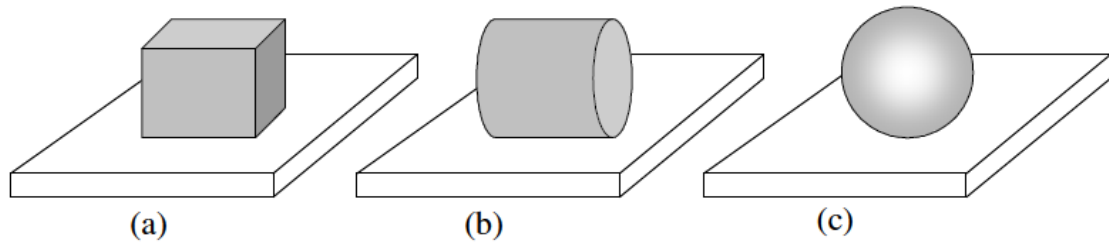


Figure II. 5 : Configurations de contact: a) plan/plan, b) cylindre/plan, c) sphère/plan [13]

Le contact plan / plan pose des problèmes au niveau de la distribution des pressions, et surtout le cisaillement qui se caractérise par une discontinuité indéterminée en bordure du contact [14]. Nous montrerons dans le cadre de cette étude qu'il pose aussi des problèmes d'alignement à haute température. Ainsi, dans de nombreux cas les contacts linéiques et ponctuels sont préférés car ils limitent les discontinuités des contraintes et facilitent l'alignement des interfaces.

4. Conditions de glissement

Pour un contact statique sphère/plan soumis à une force normale P , la taille de la zone de contact ainsi que le champ de contraintes peuvent être déterminés par la théorie de Hertz [15]. Si une force tangentielle Q est appliquée, on observe tout d'abord un glissement annulaire en périphérie du contact [16, 17], mais l'aire du contact centrale reste collée. L'augmentation de la force tangentielle fait augmenter la zone glissante et réduit la zone centrale collée. Quand l'effort tangentiel atteint en valeur absolue le produit de la force normale par le coefficient de frottement $|Q^*| = \mu.P$, la zone collée disparaît.

Sur la figure II. 6 sont présentée les distributions de contraintes de cisaillement pour les différentes conditions de glissement.

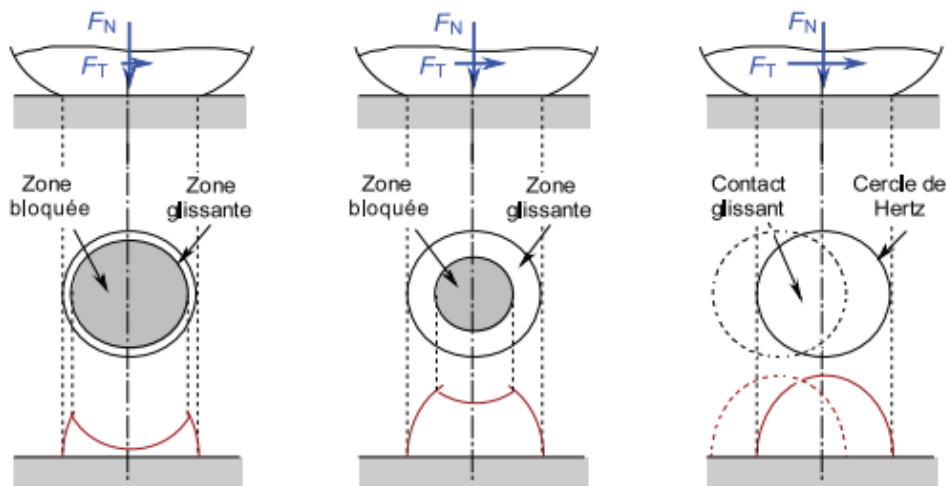


Figure II. 6 : Application d'une force tangentielle à un contact sphère/plan chargé [5, 18 – 19].

Pour ces conditions de glissement, on peut associer trois régimes de glissement comme montré dans la figure II. 7.

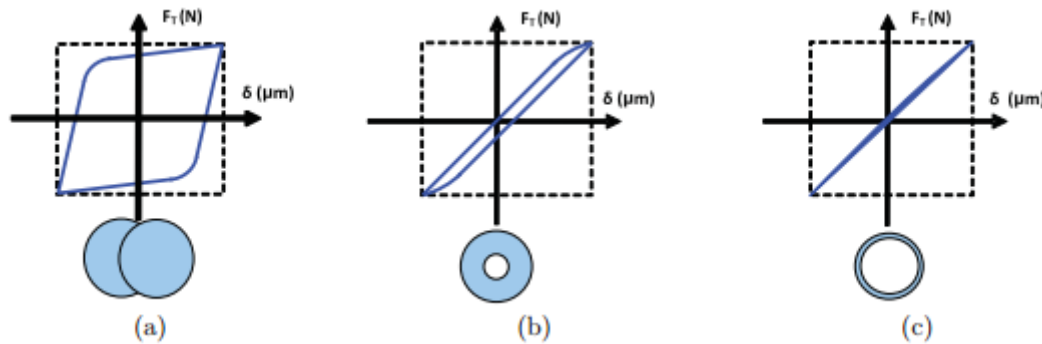


Figure II. 7 : Cycle de fretting: a) glissement total, b) glissement partiel, c) glissement collé [20]

Dans le régime de glissement total, le phénomène de l'usure est favorisé. La formation et l'éjection des débris prennent place par détachement de matière. Tandis que dans le régime de glissement partiel, les fissures se forment aux bords du contact et se propagent sous l'effet cyclique des contraintes (phénomène de fatigue). Dans le régime mixte, les deux phénomènes se trouvent en compétition (l'usure et les fissures).

5. Cartes de fretting

Vingsbo [11] a défini les premières cartes de fretting pour un contact sphère/plan. Il montre qu'il est important de bien distinguer la transition entre les trois régimes de fretting. A savoir : le régime de glissement partiel, le régime de glissement mixte et le régime de glissement total. Une façon de caractériser la condition de glissement consiste à suivre l'évolution du cycle de fretting (Q , δ).

Un cycle en glissement partiel donne lieu à un cycle très fermé. En revanche, un cycle en glissement total donne lieu à une forme quadratique (Fig.II. 7). Ces deux conditions de glissement donnent lieu à trois régimes de glissement. La notion de régime de glissement caractérise l'évolution de la condition de glissement durant l'essai. Ainsi pour une condition de glissement maintenue en condition GP, on parle de régime de glissement partiel (RGP). Si le contact est maintenu en glissement total, on considère alors le régime de glissement total (RGT). Enfin, si durant l'essai, la condition de glissement évolue entre glissement partiel et glissement total, on considère la condition de régime mixte (RGM).

Comme montré sur la figure II. 8, il existe deux types de cartes de fretting : la carte de sollicitation locale et la carte de réponse du matériau [11, 21-22]. Cette dernière représente le type d'endommagement correspondant à chaque régime de glissement. Dans le régime de glissement partiel, on note la formation et la propagation des fissures. Tandis que dans le régime de glissement total c'est plutôt l'usure (formation et éjection des débris). Dans le régime mixte, on remarque une compétition entre les deux mécanismes de dégradation.

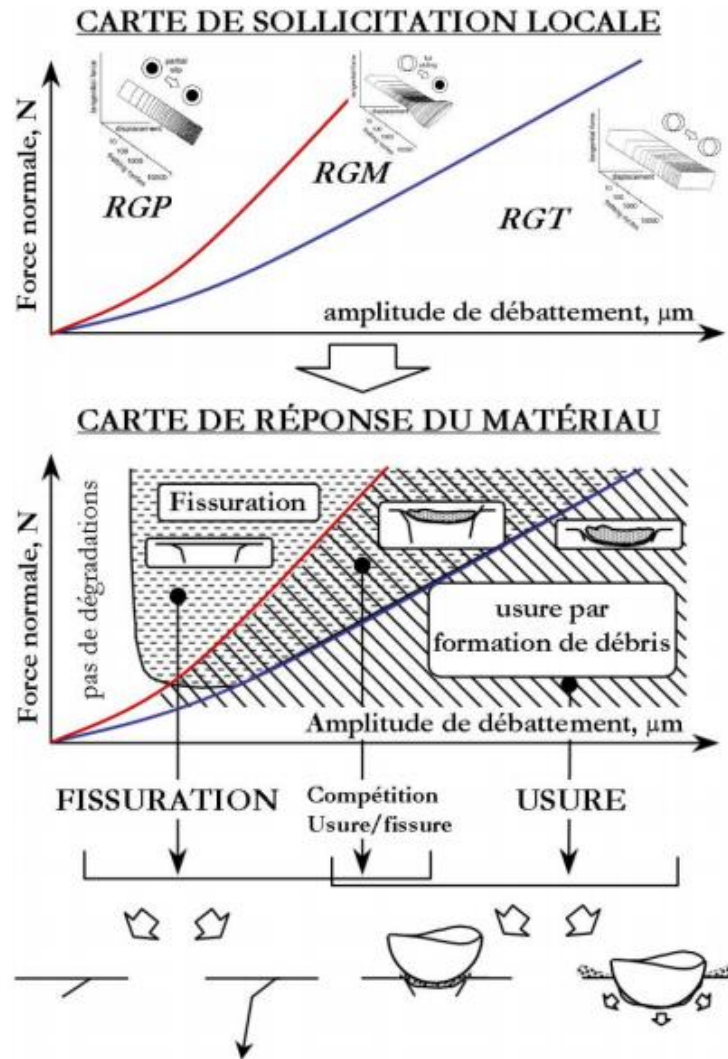


Figure II. 8 : Illustration des cartes de fretting, Cartes de sollicitations et cartes de réponses du matériau [21, 22]

6. Techniques de prévention contre le fretting

Il existe différentes stratégies pour limiter l'effet du fretting :

a) Prévention du fretting par le Design

Exemple 1 :

Il est possible de réduire les endommagements induits par le fretting, au travers d'une optimisation du design des interfaces. Ainsi la société allemande automobile AMP Deutschland GmbH, a trouvé dernièrement une méthode pour éviter le fretting corrosion du contact : plaquette à circuit imprimé (PCB) / connecteurs pour les applications de contacts électriques. Ce contact est exposé à un environnement de hautes vibrations et des fréquents changements de température. Les vibrations ne peuvent pas être entièrement éliminées. La solution alors était d'ajouter un élément élastique au niveau du contact, liant la broche male et la broche femelle qui est un ressort [23].

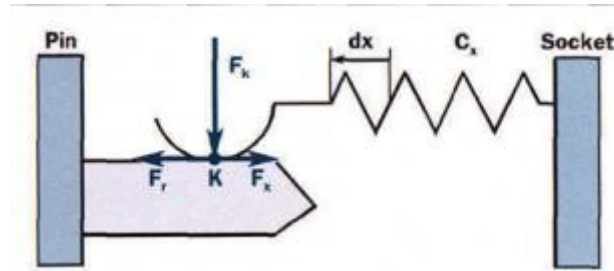


Figure II. 9 : nouveau design pour le contact PCB/Connecteurs électriques

Exemple 2 :

En général, le traitement externe des surfaces pour éviter l'usure est difficile et dans des nombreux cas, il est bien meilleur d'essayer de prendre des mesures pour éliminer la source de vibration, ou concevoir les composants pour que le cisaillement interfacial au joint (au niveau d'assemblage des composants) soit de magnitude plus faible. Par exemple, dans le cas d'une roue ajustée sur un arbre, la jonction de la roue et l'arbre constitue une région de concentration de contrainte associée à des cisaillements générés à l'interface du fretting. Pour limiter le couplage des phénomènes de fretting et de concentrations de contraintes, il suffit d'usiner une rainure lisse et arrondie au niveau de contact de l'arbre et de la roue comme montré sur la figure II. 10.

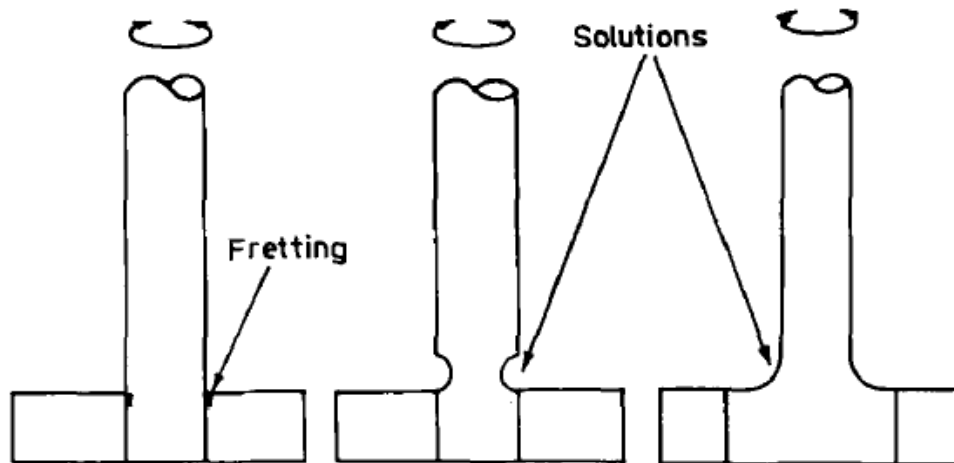


Figure II. 10 : Design pour éviter la concentration des contraintes de cisaillement à l'interface qui provoquent le fretting [24].

b) Traitement de surface

Si la sollicitation de fretting ne peut pas être évitée, il est alors nécessaire d'appliquer des traitements de surfaces. Ces traitements de surface ou plus précisément ces revêtements peuvent être appliqués par plusieurs méthodes ; PVD, CVD, laser déposition, ion implémentation... Ces traitements peuvent être très efficaces pour la prévention contre le fretting usure, alors que d'autres sont plus efficaces pour la protection contre le fretting fatigue. Il y a au moins cinq différents mécanismes de modification de surface à utiliser pour augmenter la résistance au fretting [25, 26] :

1) Introduire une contrainte résiduelle compressive : en introduisant des contraintes résiduelles de compression en sous couche, les traitements de grenaillage ou galetage permettent de bloquer la

propagation des fissures. Ces traitements ont peu d'influence sur l'amorçage des fissures et l'usure [27, 28].

2) Diminuer le coefficient de frottement : en réduisant le coefficient de frottement, on diminue le chargement mécanique et donc le risque de fissure mais aussi la dissipation dans le contact et donc l'usure.

3) Augmenter la dureté de la surface : l'augmentation de la dureté tend à augmenter la résistance à l'usure. Ceci est vérifié pour un contact mou/dur. En revanche, le comportement d'un contact dur/dur est moins évident.

4) Modifier la chimie de la surface : en modifiant les propriétés physico-chimiques des surfaces (exp : DLC) il est possible de réduire l'usure.

5) Augmenter la rugosité de la surface.

c) Utilisation des lubrifiants

Un troisième aspect de protection contre le fretting, est la lubrification. Il est cependant nécessaire de considérer les conditions environnementales et les propriétés physico-chimiques des matériaux choisis. Dans plusieurs industries, l'utilisation des lubrifiants a depuis longtemps démontré son efficacité pour réduire la dégradation des surfaces par le fretting, et à limiter l'effet de la corrosion sur les raccords aériens [28- 30]. Des études ont été conduites par Kalin [31] pour un contact lubrifié, montrant qu'en augmentant l'amplitude de glissement ainsi que la vitesse de glissement, l'usure devient corrosive dans un régime de glissement total permettant la formation d'un film tribochimique, au lieu d'une usure mécanique. Dans un régime de glissement partiel, les endommagements sont principalement associés à la fissuration à cause de l'éjection du lubrifiant (Figure II. 11).

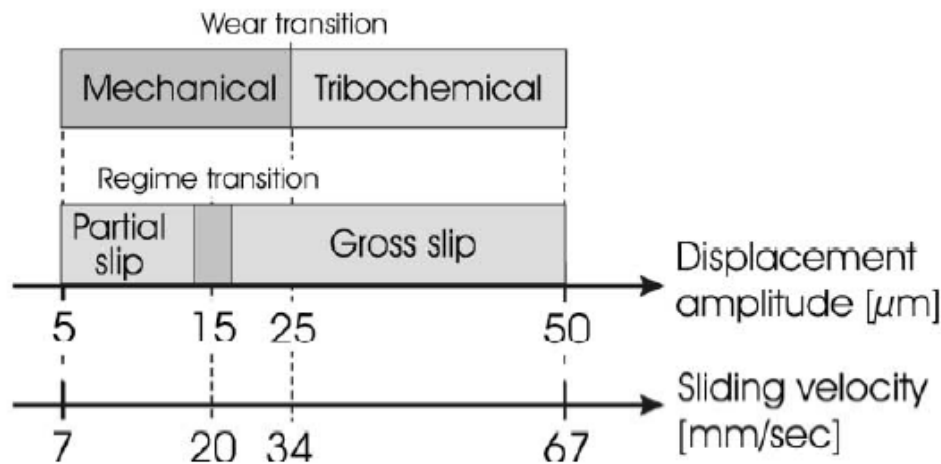


Figure II. 11 : Transition du régime d'usure en fonction de l'amplitude et la vitesse de glissement [31].

Cependant, l'usure à haute température au-delà de 400°C peut devenir plus critique, et l'utilisation des lubrifiants n'est plus possible. Car si des lubrifiants peuvent résister à plus après 200°C (lubrifiants à base d'hydrocarbon et de silicone), d'autres sont totalement dégradés après 400°C (disulfure de molybdène).

II. Mécanismes d'usure

L'usure, définie comme un phénomène de perte de matière au niveau des surfaces en contact [32], est considérée avec la fissuration comme une des principales raisons de l'endommagement et au remplacement des composants et assemblages en ingénierie [33].

Dans cette partie, on va parler de différents types d'usure qui peuvent être rencontrés dans l'industrie. En fonction des conditions de chargement et surtout de la nature des matériaux il existe différents mécanismes d'usure.

1. Usure abrasive

L'usure par abrasion est une forme d'usure purement mécanique. C'est un processus d'usure par déplacement ou enlèvement de matière des surfaces frottantes sous l'action des aspérités ou particules dures. Deux types d'usure abrasive peuvent se produire :

- L'abrasion à 2 corps, lorsqu'il y a pénétration du matériau le plus tendre par les aspérités du matériau le plus dur.

- L'abrasion à 3 corps, lorsque des particules dures détachées des surfaces usées ou provenant de l'extérieur restent retenues dans l'interface et participent à l'abrasion des surfaces des premiers corps.

La dureté du matériau abrasif par rapport au matériau abrasé est un facteur prépondérant sur l'évolution du taux d'usure abrasive. Ainsi, lorsque la dureté H_a de l'abrasif est faible par rapport à celle H du matériau abrasé $\frac{H_a}{H} \leq 0,7$, le niveau d'usure est faible, alors qu'au-dessus d'une certaine

valeur $\frac{H_a}{H} \geq 1,3$, l'usure est maximale [34, 35].

L'usure par abrasion se manifeste par des rayures, des labourages, des arrachements de particules, des éclats (micro-fractures), ou bien encore par des décohésions de matières (micro-fatigue). L'abrasion combine déformation et coupe. Elle creuse d'abord des sillons par un déplacement de matière par déformation plastique (labourage de la surface) puis, si les capacités de déformation du matériau sont dépassées, elle enlève des micro-copeaux de matière par cisaillement.

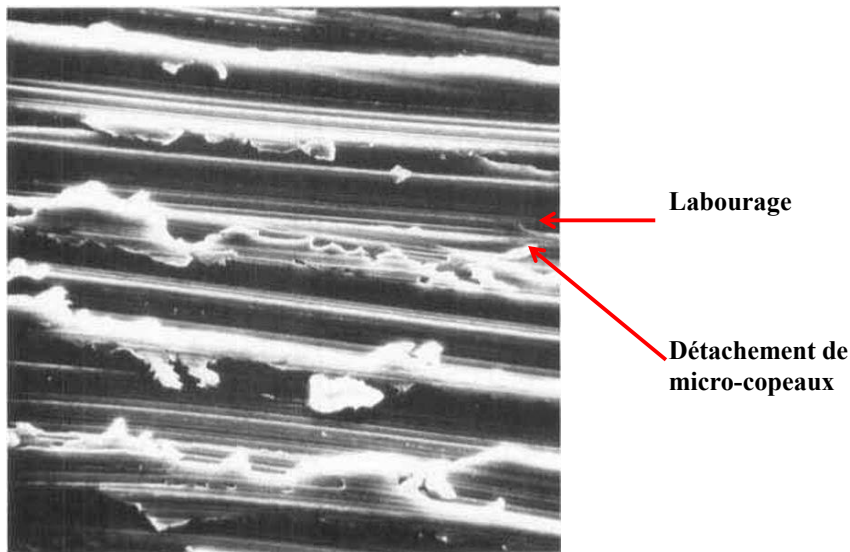


Figure II. 12 : Micrographie d'une surface subissant une usure abrasive [34]

2. Usure adhésive

Dans le cas de l'usure adhésive, les interactions entre les matériaux jouent un rôle important (formations de liaisons intermoléculaires et intramoléculaires à l'interface). Pour que l'usure adhésive s'effectue, la rupture d'un ou des deux matériaux est nécessaire. Quand les surfaces glissent l'une contre l'autre, et que la pression entre les aspérités en contact est suffisante pour activer un processus de micro soudure, l'accommodation du déplacement engendre alors une fracturation en sous couche d'un des matériaux et donne lieu à un processus d'usure adhésive. On observe alors un processus de transfert d'une surface sur l'autre. On parle de grippage (arrachement de matière de l'une des surfaces). L'usure adhésive tend à diminuer si les aspérités sont plus dures, puisque l'aire de contact est inversement proportionnelle à la dureté de Vickers Hv [34].

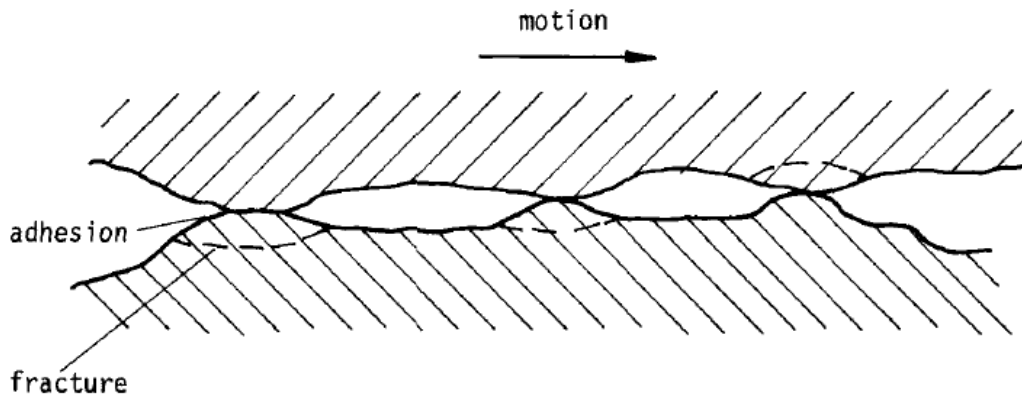


Figure II. 13 : Illustration du mécanisme d'usure adhésive [34].

3. Usure par fatigue

L'effet de l'usure par fatigue est normalement associé aux contraintes répétées, ou alternées dans les roulements ou le glissement. Elle se manifeste par des fissures, des écailles, où des changements de structure métallurgique [figure II. 14], sous l'effet d'un roulement pur, en raison de la localisation du mécanisme de cisaillement en sous couche (point de Hertz), on observe des fissures parallèles à la surface (contraintes de cisaillement maximales). En présence d'un glissement, on observe des fissures superficielles perpendiculaires à la surface [32] (contraintes de traction maximale, figure II. 15).

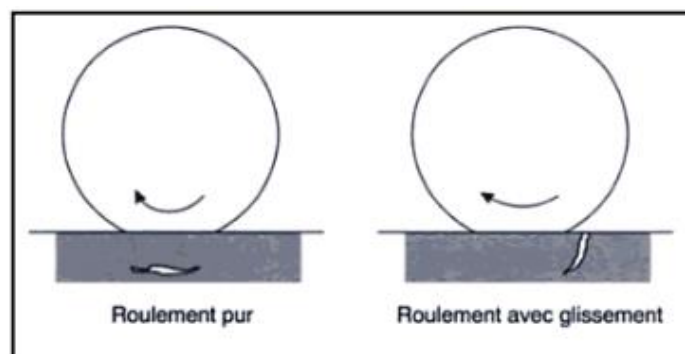


Figure II. 14 : Mécanismes d'usure par fatigue: Cas du roulement [34].

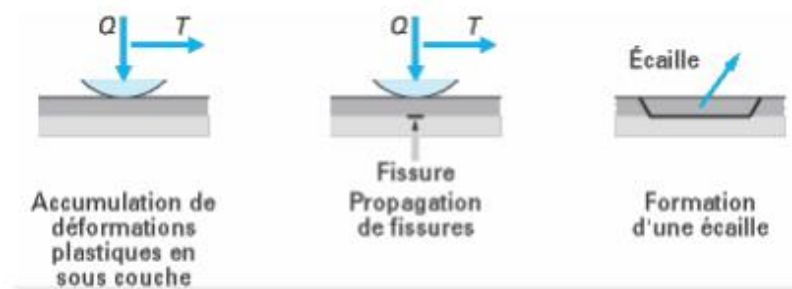


Figure II. 15 : Mécanismes d'usure par fatigue: Cas du glissement [32].

4. Usure corrosive

Si l'usure par fatigue, l'usure adhésive et l'usure abrasive peuvent être expliquées au travers d'une analyse mécanique, l'usure corrosive fait intervenir l'effet de l'environnement. Elle se déroule en environnement corrosif. En absence de glissement le processus de la corrosion tend à former un film d'oxydes qui tend à passiver la surface et arrêter la corrosion. Le glissement va éliminer ce film protecteur de sorte que le processus de corrosion est continuellement activé. Ainsi, le couplage sollicitation tribologique – corrosion peut induire des cinématiques d'usure très élevées.

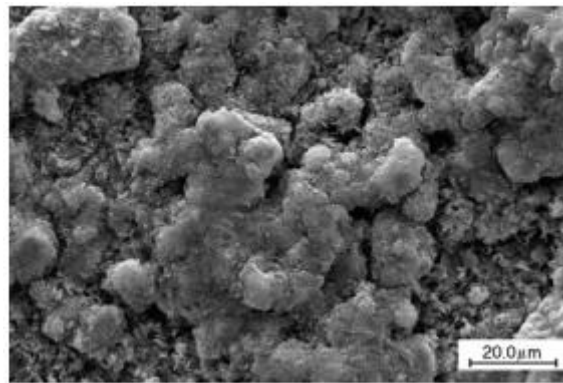


Figure II. 16 : Micrographie des produits de l'usure corrosive [34]

5. Usure par fretting

L'usure par fretting est observée dans tous les contacts soumis à des micro-déplacements. En fonction des conditions de chargement et de la nature des matériaux en contact, différents processus peuvent être observés (usure adhésive, usure abrasive, fracturation...). Contrairement à l'aspect fissuration, le phénomène d'usure sous sollicitations de fretting est moins bien formalisé. Car il doit prendre en compte des mécanismes plus difficiles à quantifier tels que :

- la modification des surfaces par un enlèvement de matière à l'interface.
- la présence d'un troisième corps actif à l'interface difficile à modéliser.
- le flux des débris à l'intérieur et en dehors de la trace de contact.
- les mécanismes de transfert.
- l'influence de l'environnement (O_2 , H_2O ,...).
- le couplage entre les aspects thermodynamiques, physico-chimiques et mécaniques.

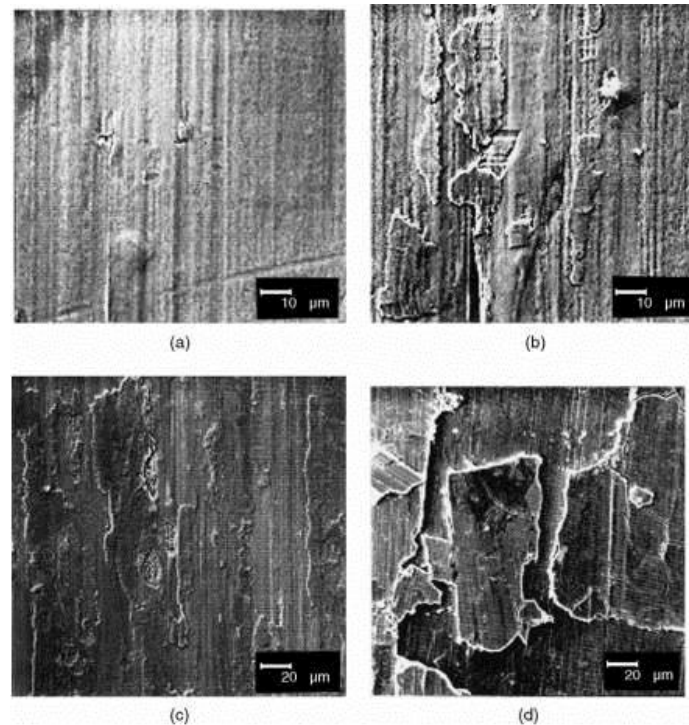


Figure II. 17 : Mécanismes d'usure par fretting [36].

6. Usure par délaminage

La théorie de l'usure par délaminage de Suh [37] décrit les 5 étapes suivantes conduisant à l'émission des débris :

- (1) Quand deux surfaces entrent en contact, des forces normales et tangentielles sont transmises par les points en contact. Les aspérités sur le matériau le plus mou sont facilement déformées et certaines se rompent sous l'effet des sollicitations cycliques. Une sous couche relativement lisse se forme sous l'effet d'arrachement des aspérités et de leur compaction. Une fois cette sous couche formée, le contact n'implique plus des interactions aspérités contre aspérités mais plutôt aspérités contre plan : chaque point le long de la sous couche subit un chargement cyclique au passage des aspérités.
- (2) La traction en surface générée par le passage d'une aspérité induit une déformation plastique en cisaillement qui s'accumule à chaque chargement ou passage d'aspérité. L'incrément de déformation par passage d'une aspérité (presque complètement réversible) est petit devant la déformation plastique accumulée sur l'ensemble d'un cycle.
- (3) Alors que la déformation en sous-couche se développe, des fissures s'amorcent sous la surface. L'amorçage de fissures proches de la surface n'est pas favorisé par la pression hydrostatique sous les zones de contact.
- (4) Une fois que les fissures sont présentes, le cumul de dommages provoque la propagation et la jonction des fissures. Elles ont tendance à se propager parallèlement à la surface. La profondeur d'amorçage des fissures dépend des propriétés des matériaux et du coefficient de frottement (localisation du cisaillement maximum).
- (5) Quand ces fissures débouchent en surface, de longs et fins débris se délaminent. L'épaisseur de ces débris est contrôlée par la position de la fissure en sous-couche, qui dépend des efforts normaux et tangentiels appliqués.

Suh propose une théorie de la délaminage d'usure par opposition aux théories de l'adhésion. Cette théorie d'usure en glissement est basée sur la déformation plastique en sous couches des surfaces en contact, impliquant le cisaillement et l'écrasement des aspérités dans le contact, la création de surface « glassée » (particulièrement à chaud), l'apparition et la croissance de fissures en sous-couche conduisant à l'émission de particules usées.

III. *Approches énergétiques pour la prédiction de l'usure*

La prédiction de l'usure est particulièrement complexe, car ce mécanisme d'endommagement implique de nombreux facteurs liés aux chargements mécaniques et à l'environnement. Cependant, pour formaliser la cinétique d'usure, une démarche simple consiste à relier l'augmentation du volume d'usure et l'énergie de frottement dissipée dans l'interface. On considère alors l'énergie dissipée comme activateur principal des processus de dégradation des systèmes tribologiques.

Deux approches énergétiques sont largement utilisées à ce jour pour les problématiques de fretting usure. La première est l'approche d'Archard (travail de l'effort normal), et la seconde considère le travail de l'effort tangentiel.

1. *Approche d'Archard*

Les premiers modèles de quantification de l'usure ont été développés aux années 1950-1960. Holm [38], en étudiant l'usure des contacts électriques, montre que le volume usé est proportionnel au rapport de la charge normale P et de la dureté H suivant la relation :

$$V = k \cdot \frac{P}{H} \quad (II.1)$$

où k est un coefficient difficile à interpréter. Archard [39] reprend les travaux de Holm [38], en étudiant l'usure des matériaux mous contre un matériau dur, et établit une loi d'usure en considérant comme paramètres tribologiques la charge appliquée au contact P , la dureté du matériau H et la distance de glissement L . Il montre que le volume usé V peut être donné par la relation :

$$V = k \cdot L \cdot \frac{P}{H} \quad (II.2)$$

où k est un coefficient d'usure exprimé en $\text{mm}^3/(\text{N.m})$, défini comme la probabilité de former une particule d'usure. Cette loi permet d'analyser l'usure de façon globale. Pour quantifier l'usure, l'évolution du volume usé V peut se représenter en fonction des différents paramètres. En particulier, l'effort normal P et la distance de glissement L , comme le propose la loi d'Archard. On définit un taux d'usure où le produit PL a l'unité d'une énergie :

$$k = \frac{V}{PL} \quad (II.3)$$

2. *Approche de l'énergie dissipée*

Dans le cas d'une sollicitation de fretting, différents coefficients d'usure ont été proposés à partir du modèle d'Archard. Nous pouvons citer les travaux de l'équipe de Celis [40], de Klaffke [41], de l'équipe de Farris [42]. Cependant, le formalisme d'Archard n'intègre pas l'impact du coefficient de frottement. Or il a été démontré [14, 43] que le coefficient de frottement joue un rôle primordial dans l'activation des endommagements.

Contrairement à l'approche d'Archard, l'approche de l'énergie dissipée cumulée prend en compte les variations du coefficient de frottement, puisqu'elle est associée au travail de la force tangentielle, cette approche proposée par Mohrbacher et al [44] et Fouvry et al [18], est calculée à partir de l'aire du cycle de fretting (E_d). En cumulant l'énergie dissipée dans l'interface on relie le volume d'usure et l'énergie dissipée cumulée [45], soit :

$$V = \alpha \cdot \sum \cdot E_d \quad (II.4)$$

Avec α le coefficient énergétique d'usure exprimé en mm^3/J .

Cette approche prenant en compte à la fois l'effet de la force normale, de l'amplitude de glissement, du coefficient de frottement et de la durée de l'essai. Elle décrit bien la réponse des interfaces contrôlées par une usure abrasive mais présente des dispersions pour les interfaces adhésives [46]. En effet, une part non négligeable de l'énergie dissipée est alors consommée dans le processus d'éjection des débris. Une augmentation de l'amplitude de débattement augmente le taux d'éjection des débris, ainsi que la cinétique d'usure. Ainsi, on montre qu'une formulation modifiée de l'énergie dissipée est pondérée par l'amplitude de glissement permet une meilleure prédiction de la cinétique d'usure [47]:

$$\sum \cdot E_d(i) = \sum \frac{\delta_0(i)}{\delta_{0ref}(i)} \cdot E_d(i) \quad (II.5)$$

3. Théorie du troisième corps

Une approche structurale dite théorie du troisième corps considère que les processus tribologiques sont essentiellement contrôlés par l'interface. Ainsi, en plus des massifs (premiers corps), il est essentiel de prendre en compte la présence du troisième corps [48] (figure II. 14, [49]).

Ce troisième corps, peut être défini au sens « matériaux », comme étant la zone qui connaît des changements en composition par rapport aux premiers corps. Sur le plan cinématique, il est considéré comme l'épaisseur dans laquelle la différence de vitesse est accommodée.

Cette théorie donne lieu aux trois concepts suivants:

a) Le triplet tribologique :

Godet [48] décrit le système tribologique comme étant un triplet composé de :

- ✓ Un mécanisme : l'ensemble des sollicitations pouvant se produire que ce soit par l'application d'un chargement, d'un déplacement ou aussi par le milieu ambiant.
- ✓ Les premiers corps : les deux antagonistes en contact qui subissent le mécanisme, et répondent un changement morphologique au niveau de leurs couches participantes au contact.
- ✓ Le troisième corps : il faut tout d'abord faire la différence entre le troisième corps et les débris d'usure. Quand les particules se détachent des premiers corps, ou bien elles se piègent dans le contact, ce qui donne naissance au troisième corps. Ou bien elles s'éjectent du contact, et dans ce cas on parle de débris d'usure. Ce troisième corps lorsqu'il se forme devient l'interface qui sépare les deux premiers corps. Il joue ainsi un rôle important dans la diminution d'usure et du frottement, et consomme l'énergie dissipée dans le contact [50].

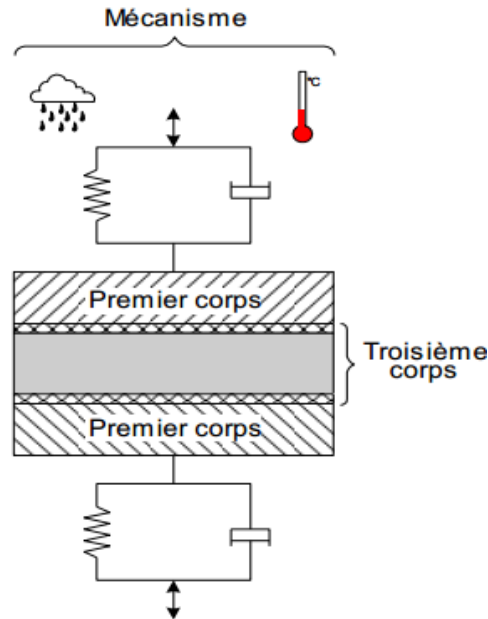


Figure II. 18 : Le triplet tribologique [49, 51].

b) Le circuit tribologique

Les particules du troisième corps sont continuellement au sein de l'interface à cause du gradient de vitesse appliqué. Ce qui nous permet d'écrire cet écoulement de matière en termes d'équations de débit du troisième corps (figure II. 19).

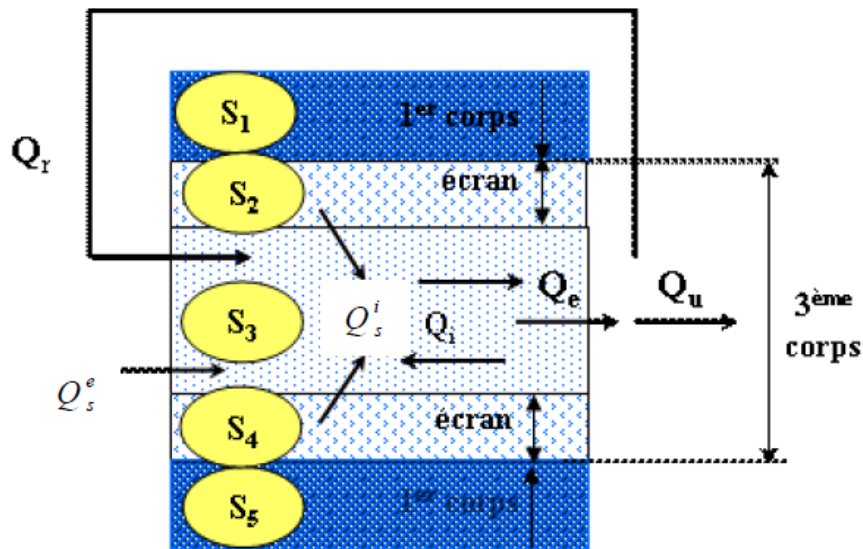


Figure II. 19 : Le circuit tribologique [51]

Comme le montre la figure II. 19, on parle d'un débit source interne, tout ce qui est lié au détachement de matière des premiers corps, par différents mécanismes. S'il y a un apport de matière de l'extérieur, i.e. des lubrifiants, on parle du débit source externe, qui est égal à 0 dans le cas contraire. Il y a aussi ce qu'on appelle un débit interne, représenté par les particules du troisième corps piégées dans

l'interface du contact. Ce débit peut être divisé en deux parties : débit de recirculation associé aux particules, qui après éjection, reviennent réalimenter le contact. Et débit d'usure, les particules sont éjectées définitivement de l'interface.

c) Mécanismes d'accommodation de vitesse

Avant d'aborder la notion de mécanismes d'accommodation de la vitesse dans un contact, il est nécessaire de définir les sites et les modes d'accommodation.

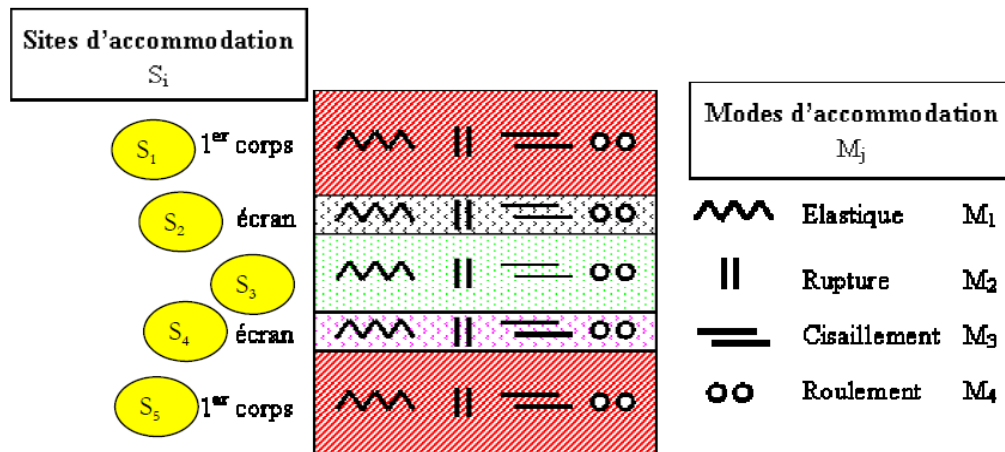


Figure II. 20 : Sites et modes d'accommodation de vitesse [52].

Comme le montre la figure II. 20, il y a cinq sites d'accommodation. Les deux premiers corps sont notés S_1 et S_5 , le troisième corps S_3 , et les couches appelées écrans qui représentent la limite entre les premiers et le troisième corps S_2 et S_4 . A ces sites sont associés différents modes d'accommodation M_j , représentés par la déformation élastique M_1 qui reste réversible, la fissuration ou la rupture lorsque le matériau est sollicité au-delà de sa limite de rupture M_2 , l'écoulement du matériau par cisaillement M_3 , et la formation des rouleaux à l'intérieur du contact appelé roulement M_4 .

Un mécanisme d'accommodation alors est une combinaison des $S_i M_j$, donnant lieu ainsi à 20 mécanismes qui peuvent être activés en différents points du contact [49].

Dans le cadre de ces travaux de recherche, nous avons essentiellement considéré l'approche énergétique. Cependant pour l'interprétation du « rendement énergétique » de l'usure, on prendra en compte les notions du troisième corps, en particulier vis-à-vis de l'activation de la glaze layer.

IV. Formation de la couche protectrice : « Glaze Layer »

1. Introduction

L'usure à haute température est un problème sérieux dans de nombreuses situations de transport, production énergétique, procédés de formation (laminage, forgeage..) et au niveau du moteur d'avion [53 - 59]. Le problème de l'usure à haute température peut être accentué en raison de la cinétique très rapide de l'oxydation des surfaces. Différents travaux ont cherché à développer des revêtements plus résistants permettant une réponse thermiquement stable, voire des matériaux avec des surfaces pré-oxydées [53 - 57]. Toutefois, les conditions liées à la présence de hautes températures, restreint sévèrement le choix des revêtements et des matériaux qui peuvent être utilisés pour prévenir ou

minimiser l'usure à haute température [53, 54]. Différents travaux montrent néanmoins qu'à haute température, la formation d'oxydes lubrifiants (oxydes de chrome, oxydes de nickel) peut donner lieu à une couche protectrice lubrifiante dite Glaze Layer [53, 54, 58]. Ainsi, ces phénomènes sous certaines conditions de température, de pression et de fréquence, conduisent à la formation de couches oxydées compactes qui induisent une résistance accrue à l'usure. La constitution de ces couches protectrices issues de l'usure des premiers corps représente un défi économique car elle permet de réduire considérablement l'usure sans nécessiter l'application de dépôt [60, 61].

Bien que des études aient été effectuées sur ce phénomène de formation des glazes layers, les mécanismes de formation et de destruction de ces dernières restent mal connus.

La « glaze layer » décrite par Stott et Wood [55], est une couche protectrice d'oxydes complexes, ultra-compactés, proche d'un matériau fritté [66]. La composition de ces structures est mal connue, on note en général une structure amorphe et une composition eutectique. La présence de silicium et d'oxydes SiO_2 peut jouer le rôle d'alliage Ni-Si.

Différentes recherches montrent que la formation et la stabilisation de ces couches est associée à une température seuil, qui dépendra de la nature des matériaux en contact. Avec l'augmentation de la température, la formation de ces couches devient plus rapide et s'accompagne d'une réduction de l'usure [62].

Selon [29, 55, 63] ce sont des alliages ferreux contenant du nickel et du chrome, sollicités dans un milieu oxydant qui développent cette couche permettant de diminuer le frottement et l'usure. Exemple des aciers doux (faible teneur en carbone) [FeO , Fe_2O_3], les aciers inoxydables [$\text{FeO-Cr}_2\text{O}_3$, $\text{NiO-Cr}_2\text{O}_3$, $\text{NiO-Fe}_2\text{O}_3$] et les alliages à base de nickel-chrome [NiO , Cr_2O_3] [32].

2. Mécanismes de formation des débris d'oxydes

Stott et Wood [55] ont étudié les mécanismes de formation de cette glaze layer sur des matériaux à base de nickel et a conclu les points suivants :

L'interface de contact subit une oxydation continue, ce qui permet la formation des oxydes sur la surface des alliages, ces oxydes vont se compacter en donnant lieu à une couche protectrice, qui, selon les conditions opératoires, ou bien elle va s'épaissir, ou bien elle subira une série de rupture et de consolidation jusqu'à obtenir une couche frittée suffisamment épaisse pour interdire l'endommagement mécanique.

Lors des procédés de mise en forme à chaud des matériaux métalliques, les surfaces des outillages sont soumises à des sollicitations thermiques, mécaniques et physico-chimiques. Le frottement et l'usure jouent un rôle important dans l'endommagement de ces surfaces. Durant ses études, Lepesant [64] a conclu que le mécanisme de formation des glazes layers est associé aux étapes suivantes :

- ✓ La première étape est la formation des particules métalliques.
- ✓ Ces particules sont ensuite oxydées lors de leur circulation dans le contact.
- ✓ Une glaze layer se forme en surface des contrecorps sous l'effet de la pression de contact et de la température.

✓ Cette couche glacée peut se rompre et des particules d'oxydes entrent alors à leur tour dans la circulation du troisième corps dans le contact.

Rybiak [13] a conduit ses investigations sur des matériaux ferreux, le Jethete M152 (alliage ferreux enrichi en chrome) contre le A285 (alliage ferreux enrichi en nickel et chrome), sous sollicitations de fretting usure. Il a constaté que le régime d'usure est fonction des conditions opératoires, surtout la température, a un rôle décisif dans la transition du régime d'usure, tel qu'après $T_{GL} = 200^\circ\text{C}$, on est en présence d'un régime d'usure douce, caractérisé par la formation d'une couche protectrice de glaze layer. L'amplitude de glissement aussi a un rôle important, la transition est marquée pour 100 μm ,

Au-delà de cette valeur, la glaze layer devient instable, ce qui induit une usure importante.

Des analyses ont été faites sur le troisième corps formé à l'interface, montrant qu'il s'agit des particules d'oxydes très fines, bien compactées, composées de structures spinelles comme le FeCr_2O_4 , NiCr_2O_4 et NiFe_2O_4 ainsi que d'autres types d'oxydes tels que le Fe_3O_4 , le NiO et le CrO .

L'augmentation de la température favorise le développement de la glaze layer, en augmentant le taux d'oxydation des particules d'usure. Rybiak et al [65] montrent que plus la température est élevée plus le processus de formation de la glaze layer est rapide et plus sa résistance face aux conditions de chargement (pression et glissement) est élevée. Il s'est avéré d'après des investigations conduites sur ce système tribologique que la pré-oxydation n'a aucun effet sur le comportement tribologique du couple. Ils montrent aussi la réversibilité du processus de formation de la glaze layer en étudiant l'évolution du coefficient de frottement et de l'usure sous l'effet de température supérieures ou inférieures à T_{GL} . En appliquant l'approche énergétique et en considérant deux coefficients énergétiques tels que $\alpha_{T < T_{GL}}$ et $\alpha_{T > T_{GL}}$, ils montrent qu'il est possible de considérer une approche composite de la cinétique d'usure et de cumuler linéairement l'endommagement (usure) en sommant les usures générées en dessous de T_{GL} (sous formation de la glaze layer) et celles générées une fois la glaze layer est formée.

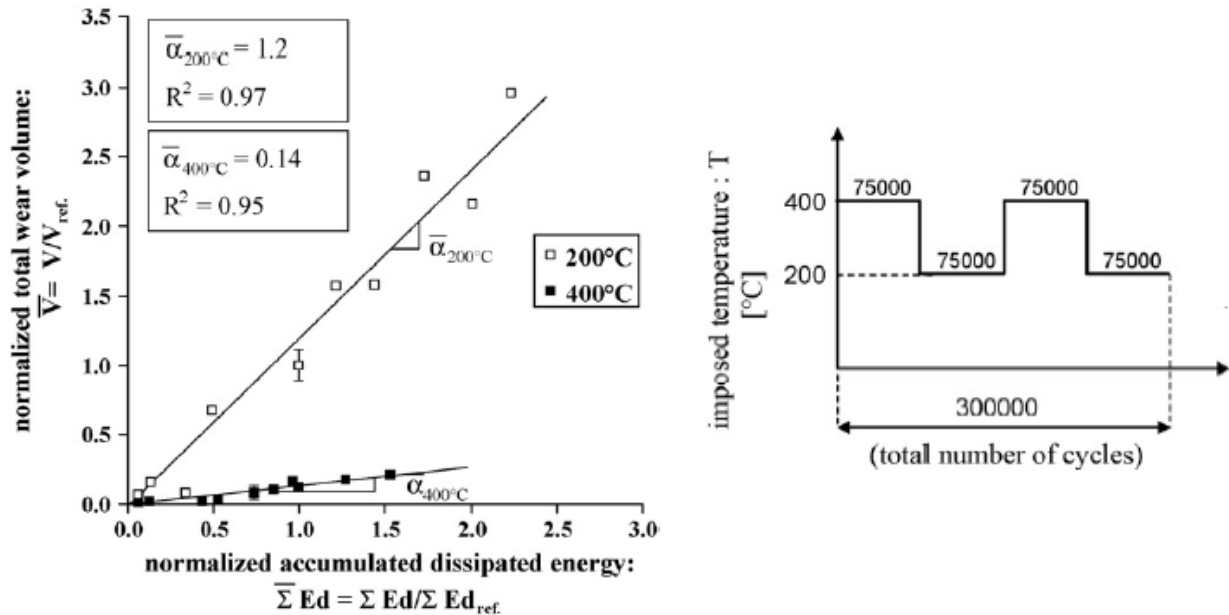


Figure II.21 : Evolution du volume total d'usure normalisé en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour différentes valeurs de température.

Rynio [66] étudia le tribosystème associé au contact bague de siège de soupape. Il a analysé la réponse à haute température (750°C) d'interfaces pion en matériaux à base de nickel, contre un disque en fonte. L'expertise des surfaces montre que la formation de la Glaze Layer se fait en cinq étapes (figure II. 22):

Les premiers points de contact entre le pion et le disque sont associés à des pressions élevées. Ceci favorise la production de densités de dislocation élevées sur la surface du pion, ce qui induit un processus de recristallisation et de formation de sous grains et une phase dure TTS (Tribologically Transformed Surface) peu ductile (fig. II. 22.b). Cette phase connaît la formation de fissures et des transferts du matériau du pion au disque. Ces transferts peuvent être observés sur la figure II 22.c. La

configuration du contact évolue vers un contact like-on-like, c'est-à-dire, un contact entre deux matériaux de même nature. Le matériau du pion est en contact avec le même matériau transféré sur le disque. Le phénomène d'usure est associé à un processus répétitif de soudure, rupture, re-soudure et oxydation des particules d'usure. Progressivement l'interface évolue vers une structure dite de glaze layer.

Après 10 000 cycles d'usure, les glaze layers sont formées sous forme d'ilots sur la surface du matériau à base de nickel (fig. II. 22.d). Et après environ 720 000 cycles (10h de glissement), la glaze layer couvre la totalité des deux surfaces des premiers corps.

En dessous de cette glaze layer, une nouvelle couche d'oxydes de chrome Cr_2O_3 est formée de façon permanente.

De cette analyse, on distingue quatre zones différentes sur le pion et le disque. La structure du pion est caractérisée par la glaze layer (zone 1), la couche Cr_2O_3 (zone 2), la couche recristallisée plastiquement (zone 3) et la couche déformée plastiquement sans raffinement des grains (zone 4). Pour le disque ces zones sont : la glaze layer (zone1), la couche Cr_2O_3 (zone2), la couche des grains ultra-fins transférés du matériau à base du nickel (zone 3) et le substrat (disque) (zone 4).

Il faut noter que la glaze layer sur les deux surfaces représente la même microstructure et la même composition chimique. Dans d'autres études, il a été montré par la DRX et le Raman, que pour les matériaux à base de nickel, les oxydes de NiO se forment entre 400°C et 800°C [67].

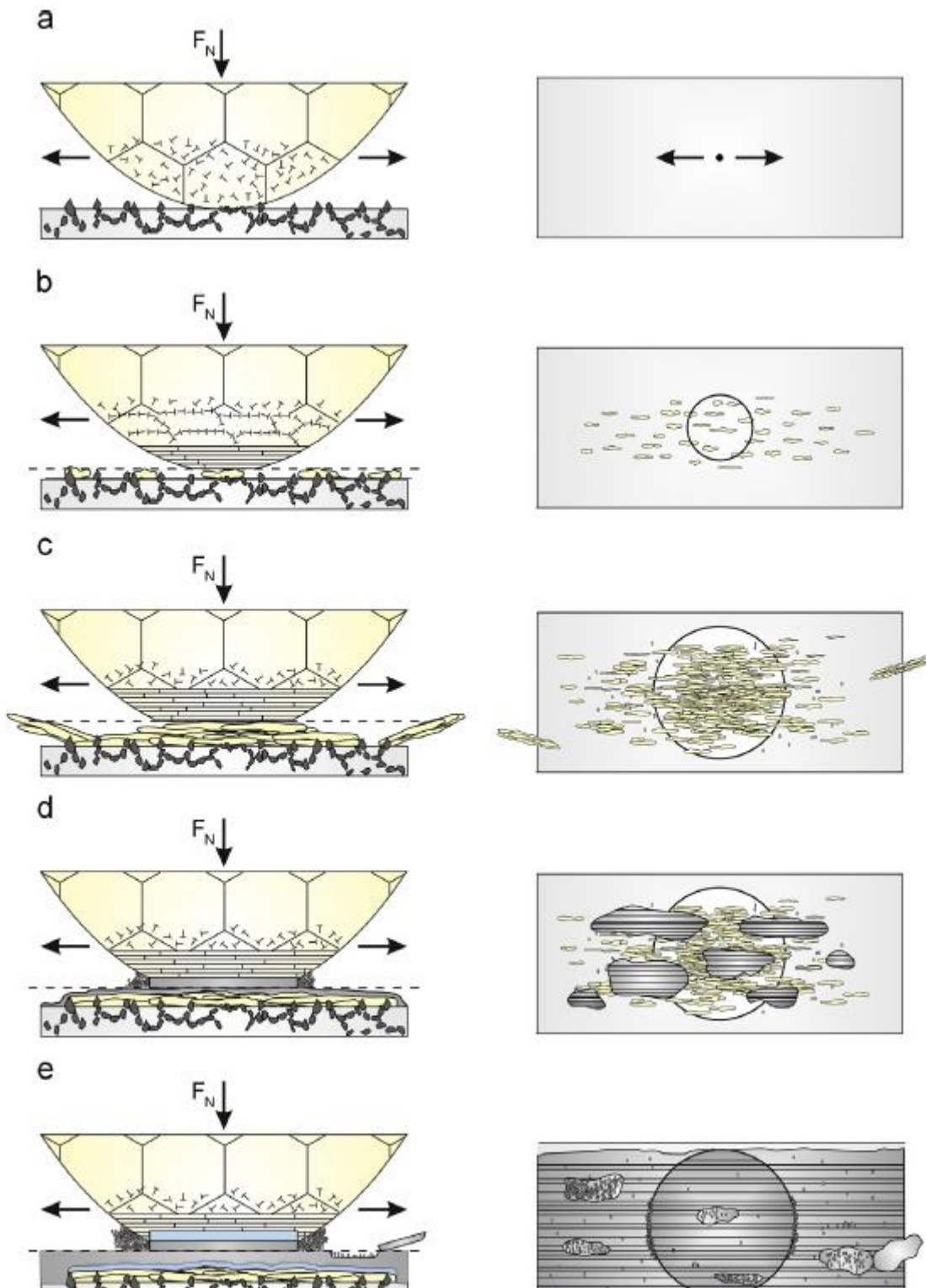


Figure II. 22 : Différentes étapes de formation des couches d'oxydes (Glaze Layer).

Chapitre III : Dispositif expérimental et matériaux

I. Matériaux

Il existe une grande variété d'alliages de nickel couramment utilisés dans l'ingénierie aéronautique. Ces alliages sont sélectionnés en fonction de leur aptitude à résister aux températures extrêmes, de point de vue de leurs propriétés mécaniques, de fatigue, de fluage mais aussi vis-à-vis de la corrosion voire de l'usure.

Voici un résumé de certaines des propriétés les plus avantageuses ayant rendu les alliages de nickel très utilisés dans les applications aéronautiques.

✓ Robustesse à des températures extrêmement élevées:

Le Waspaloy est un excellent exemple d'alliage de nickel destiné à l'aéronautique, assurant robustesse et fiabilité sous hautes températures, grâce à sa structure qui demeure intacte à des températures allant jusqu'à 870°C. Grâce à sa résistance aux hautes températures, le Waspaloy est utilisé dans les applications aéronautiques, où la combustion du carburant peut chauffer les pièces à des températures très élevées, pendant une longue période de temps (figures III.1 et Tableau III .2).

✓ Résistance à l'oxydation et à la corrosion

Les alliages de nickel tel que l'alliage X-750 (Ni > 70%, 14% < Cr < 17%, 5% < Fe < 9%..), sont aussi très résistants pour des environnements et des contraintes extrêmes, comme les réservoirs sous pression, les réacteurs, les turbines à gaz et les autres structures d'un avion. Étant durci par précipitation, l'alliage X-750 peut supporter des niveaux d'oxydation et de corrosion très élevés qui sont très courants dans de nombreuses parties d'un avion.

✓ Résistance au fluage dans des conditions de contraintes élevées

Les alliages de nickel destinés à l'aéronautique tel que l'alliage 80A (Ni (75%), Cr (21%), (Fe (3%),...), possèdent de très bonnes propriétés de résistance au fluage. L'aptitude de cet alliage à conserver des propriétés mécaniques élevées jusqu'à des températures allant à 850°C le rend extrêmement utile pour la construction de soupapes d'échappement de la chambre de combustion et des rotors de turbine.

Pour cette étude deux types d'alliages de nickel sont étudiés, le Waspaloy et le René125 dont la composition chimique est montrée dans le tableau III.1:

	Co (%)	Cr (%)	W (%)	C (%)	Mo (%)	Ni (%)	Fe (%)	Ti (%)	Al (%)	Ta(%)
Waspaloy	13	19			4,3	56,7	...	3	1,5	
René125	10	8,5	8	0,11	2	59	0	2,5	4,8	3,8

Tableau III.1 : Composition chimique des matériaux utilisés [68].

Les propriétés mécaniques élevées de ces derniers à l'ambiante et à haute température proviennent de leurs microstructures composées de la phase durcie par solution solide γ , la phase durcie par précipitation γ' , les carbures MC et $M_{23}C_6$, et des phases mineures comme les borures et les carbonitrures [69].

La plupart des alliages contiennent des quantités significatives de chrome, cobalt, aluminium et titane et en moindre proportion du bore, du zircon et du carbone. D'autres éléments peuvent être ajoutés

comme le rhénium, le tungstène, le tantale, le hafnium, le ruthénium, le molybdène et le niobium. De ce fait, la plupart des éléments d'alliages correspondent aux métaux de transition. Le comportement de chaque élément d'alliage et son influence sur la stabilité de la phase sont liés à sa position dans le tableau périodique (figure III. 2). Les éléments nickel, cobalt, fer, chrome, ruthénium, molybdène, rhénium et tungstène favorisent la formation de la phase γ , ce qui la stabilise. Ils ont des rayons atomiques proches de celui du nickel. Un autre groupe d'éléments : l'aluminium, le titane, le niobium et le tantale, ayant des grands rayons atomiques, favorisent la formation des phases ordonnées comme le composé $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ta}, \text{Ti})$, appelées la phase γ' . Le bore, le carbone et le zirconium forment une troisième classe qui tend à ségréger dans les joints de grain de la phase γ . La formation de la phase carbure peut être assurée par les éléments : chrome, molybdène, tungstène, niobium, tantale et titane et la phase borure par le chrome et le molybdène.

✓ *La phase γ*

Le Ni donne lieu à la phase γ qui a une structure cristallographique cubique à face centrée (CFC) [70]. Cette phase contient des quantités significatives de Co, Cr, Ti et Al en solution solide qui remplace les atomes de Ni dans la maille cristalline et durcissent l'alliage [62 - 64]. Le Ni est une base excellente pour les alliages résistants à haute température, grâce à sa température de fusion élevée $T_f = 1453^\circ\text{C}$, sa résistance à l'oxydation et sa capacité de dissoudre les autres éléments d'alliages sans former de phases instables pour le durcissement de l'alliage et vis-à-vis de la résistance à la corrosion [71 - 73]. La solution durcissante persiste jusqu'à $0.6 T_f$, après cette valeur, l'alliage subit le fluage.

✓ *La phase γ'*

La résistance à haute température des alliages à base de nickel est largement due à la présence de la phase γ' , une structure de composition intermétallique dispersée dans la phase γ . Cette phase a une structure cristallographique CFC, où le Ni occupe les centres des faces, et les atomes Al et Ti les sommets [70]. Pour optimiser la constitution microstructurale, la taille des grains, la morphologie des joints de grains, la précipitation de la phase durcissante γ' et la distribution de la phase, un traitement thermomécanique est appliqué consistant en une mise en solution suivie de deux étapes de durcissement par vieillissement. Généralement le traitement thermique que subit le Waspaloy consiste à un traitement en solution, une stabilisation et finalement un durcissement par vieillissement [74]. En général, aucun changement de microstructure n'est détecté pour des températures de service allant jusqu'à 650°C . Après cette valeur et pour des fonctionnements de longue durée (> 1000 heures), l'agglomération de la phase γ' est observée, ce qui induit un affaiblissement progressif des propriétés de l'alliage, surtout vis-à-vis de la résistance au fluage [71].

✓ *Carbures MC et $M_{23}C_6$*

Durant la trempe, les carbures précipitent durant la solidification ou près de la température de solidus [73]. Les carbures MC représentent une phase essentielle pour les alliages à base de nickel pour le contrôle des joints de grain des alliages corroyés. Ils bloquent les joints de grain ce qui empêche leur croissance [80]. Le carbone se combine avec les éléments réactifs souvent le Ti, mais aussi le Mo ou le Cr et forme les carbures MC [71, 73], qui ont une structure CFC, grâce à leur faible volume et leur distribution uniforme, les carbures MC influencent les propriétés mécaniques et rendent la phase relativement stable en éliminant les éléments réactifs [71, 73]. Après une longue exposition ($> \approx 1000$ heures) à des températures allant de 760°C à 980°C , les MC carbures dégénèrent en carbures de types

$M_{23}C_6$ [73]. En général, le M représente le Cr, mais il peut être remplacé par Mo, Ni, Co, ou Ti. Cette phase améliore les propriétés en fluage, la résistance à la rupture ou encore la ductilité [71, 73, 75, 76].

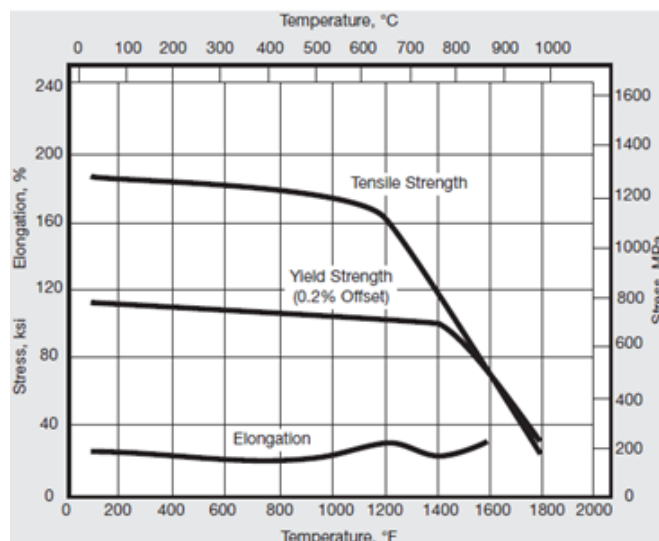


Figure III. 1: Propriétés mécaniques du Waspaloy en fonction de la température [74].

Temperature	Rupture Strength (1000 h)
°C	MPa
649	615
704	450
760	290
816	180
870	110

Tableau III. 2 : Propriétés de rupture en fluage du Waspaloy [74]

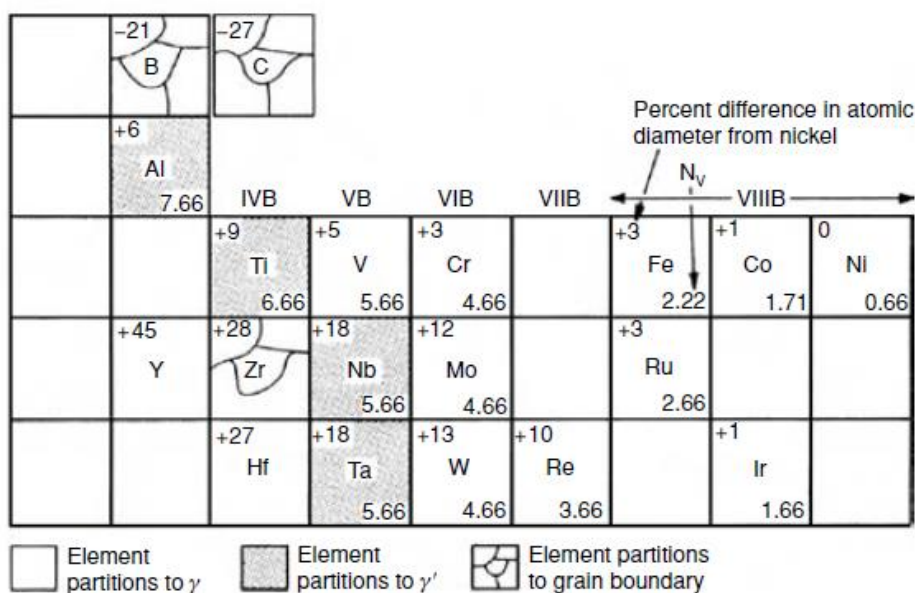


Figure III. 2 : Catégorie des éléments importants dans la constitution des alliages à base de nickel et leur rôle dans les différentes phases formées [70].

René 125	modules d'élasticité (MPa)				
	38 C°	68 C°	1168 C°	1368 C°	1768 C°
	$1,99.10^6$	$1,79.10^6$	$1,72.10^6$	$1,66.10^6$	$1,45.10^6$

Tableau III.3: Propriétés mécaniques du René 125.

Outre le contact de référence Waspaloy/René125, nous allons étudier différents traitements de surface réalisés dans le cadre du projet INNOLUB.

Les dépôts fournis sont les suivants :

II. Dispositif expérimental

Les essais ont été effectués par une machine de fretting usure développée au sein du LTDS (Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes – France), comme montré sur la figure III.4. Le montage est constitué d'une partie fixe et d'une partie mobile. La partie fixe sert de support au plan, tandis que le poinçon est fixé sur la partie mobile. Les deux éléments sont réglables selon deux axes pour réaliser l'alignement du contact plan/plan.

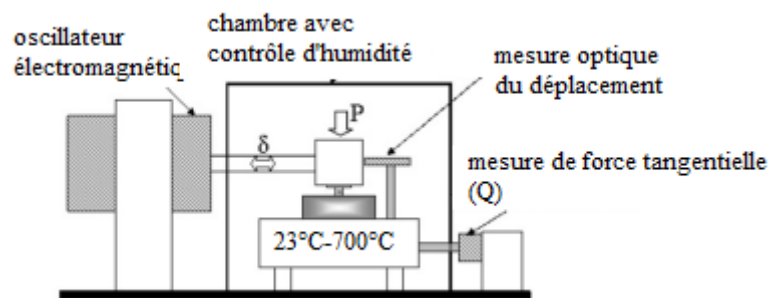
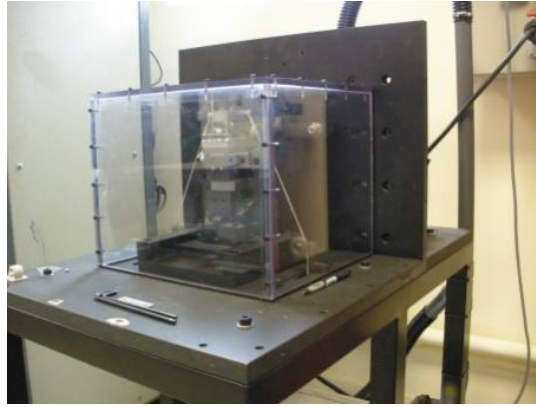


Figure III.4 : Illustration du dispositif expérimental avec le four.

Pour les essais à haute température, un four a été développé de façon à garantir l'isolation thermique du contact (figures III.4 et III.5), ainsi que l'homogénéisation thermique autour du contact. Le système de chauffage est constitué de deux cartouches chauffantes haute capacité (CCHC). L'ensemble est entouré d'un isolant mixte constitué de carton thermique et de textile, limitant les pertes thermiques. Les pièces froides du montage (capteurs, glissières,...) sont protégées de la chaleur par des entretoises en céramique et des pièces de refroidissement (boîtes à eau).



(a)



(b)



(c)

Figure III.5 : Machine de fretting usure (LTDS), a) Vue d'ensemble, b) Contact avec four pour l'application à haute température, c) vu sur les parties fixe et mobile du contact sans four.

La température de consigne des cartouches a été fixée pour obtenir une température de contact de 700°C. La calibration a été réalisée en plaçant un thermocouple arrivant au niveau de la pastille en contact (figure III.6). Lors de l'essai, la température des cartouches est ajustée de façon à atteindre la valeur de la température visée au niveau des échantillons.

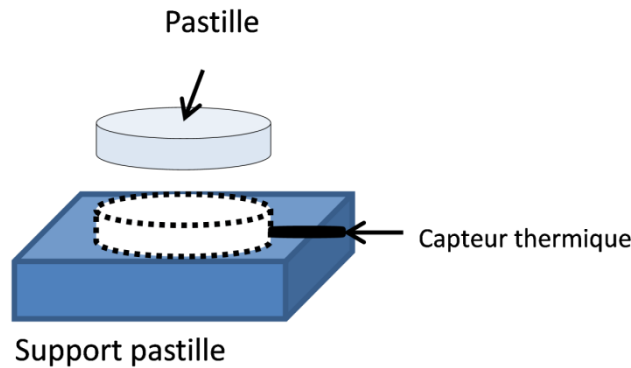


Figure III.6 : Illustration de l'ensemble pastille/support pastille

La plateforme d'acquisition des données (figure III.7) a été développée sous le logiciel Labview, qui permet le pilotage et la gestion des paramètres de fretting usure en parallèle avec l'essai.

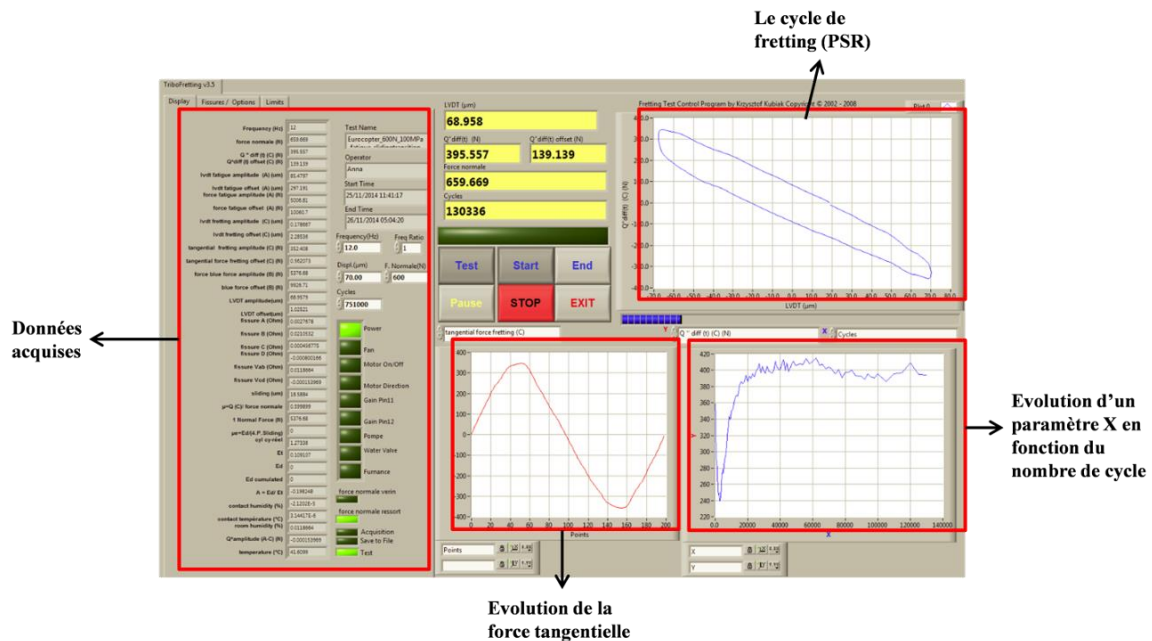


Figure III.7 : Plateforme d'acquisition des données (Tribofret)

Une fois la force normale appliquée, dont la valeur est mesurée via un capteur monté sous le contact, elle reste constante toute la durée de l'essai. Tandis que la force tangentielle (Q) et le déplacement (δ) sont enregistrés au fur et à mesure de l'essai. Ainsi, à partir de la mesure de Q et δ , il est possible de tracer le cycle de fretting (Q, δ) (figure III.8).

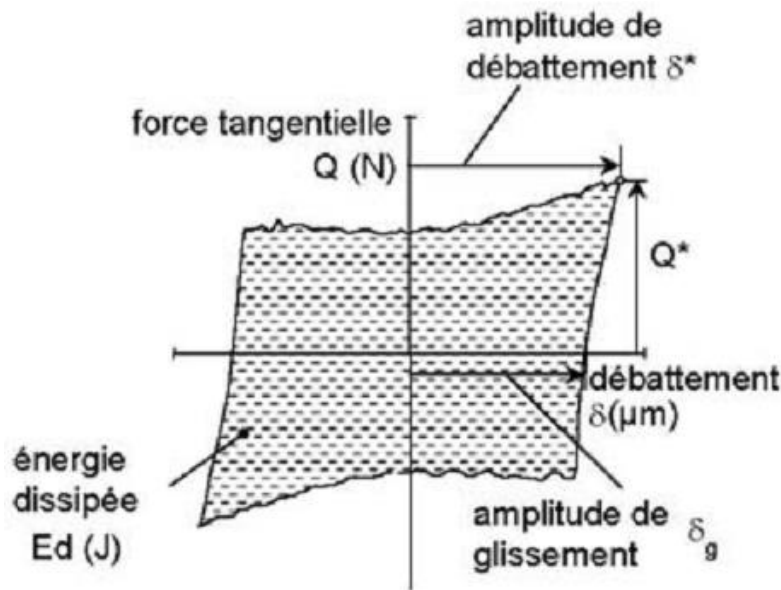


Figure III.8 : Cycle de fretting

A partir du cycle de fretting, on calcule l'énergie dissipée E_d qui correspond à l'aire du cycle, l'amplitude de glissement δ_g , l'amplitude de force tangentielle Q^* et l'amplitude de déplacement δ^* . L'amplitude de glissement est déterminée à partir du cycle de fretting et correspond au déplacement résiduel mesuré sur l'abscisse X lorsque l'effort tangentiel est nul : $\delta_g^* = \delta(\text{quand} : Q = 0)$.

Le système d'asservissement permet de piloter soit pour δ^* fixé soit pour δ_g fixé. Dans le cadre de cette recherche nous avons travaillé à amplitude de déplacement δ_g^* fixé. Le déplacement est mesuré à l'aide d'un capteur optique et la force tangentielle via un capteur piézoélectrique.

L'application industrielle pour laquelle est destinée cette étude, associée au contact carter/talon de l'aube de la turbine basse pression soumis à des températures de 700°C. Les faibles pressions de contact visées impliquent une configuration plan/plan (figure III.9). Cependant, à haute température, les dilatations thermiques font que le désalignement du contact devient plus important. Les désalignements engendrent une plus grande dispersion des résultats. Pour réduire ces dispersions on consiste à utiliser une configuration sphère/plan, en réduisant au maximum les efforts normaux pour se rapprocher des niveaux de pression visés.

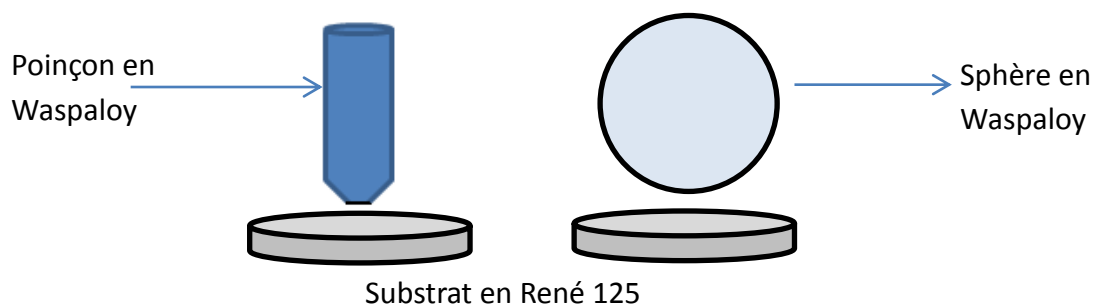


Figure III.9 : Configurations plan/plan et sphère/ plan utilisées dans cette étude.

III. Caractérisation de l'usure :

1. René 125 :

Selon la température et les conditions opératoires, on observe différentes morphologies d'usure (figure III.10). A l'ambiante, on a essentiellement une perte de matière correspondant au volume usé noté $V(-)$ située en dessous du plan de base. A 700°C, on observe des phénomènes de transfert de matière, noté $V(+)$ situé en dessus du plan de base.

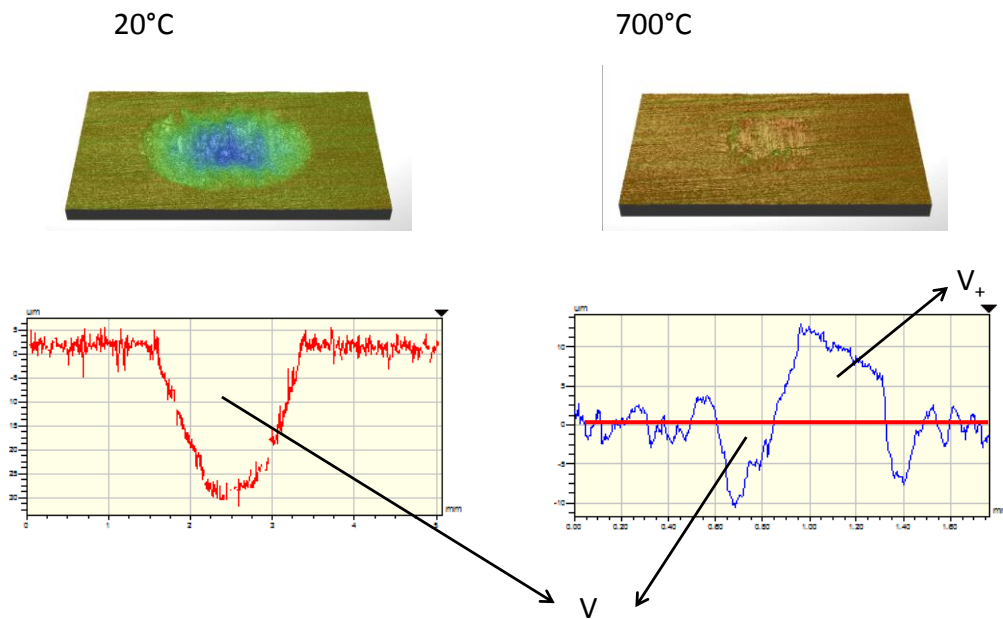


Figure III.10 : Illustration en 2D et 3D des volumes $V(+)$ et $V(-)$ déterminés sur les traces de fretting.

Ainsi, le volume associé à la matière éjectée du contact est défini par : $V = V(-) - V(+)$.

2. Waspaloy

La détermination du volume d'usure sur le poinçon est plus complexe car il est nécessaire d'établir le plan de base en faisant la différence entre les profils réalisés avant et après le test.

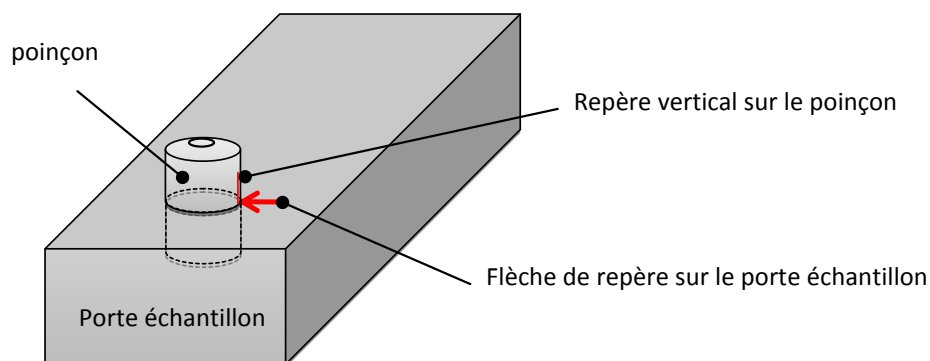


Figure III.11 : Repérage du poinçon sur le porte échantillon pour avoir les deux profils 2D avant et après essai sur la même section.

Avant tout essai, on établit le plan de base sur le poinçon, et on repère ce dernier en faisant un marquage sur l'échantillon (Figure III.11), puis on réalise un second profil après l'essai. On applique une démarche 2D équivalente (Figure III.12).

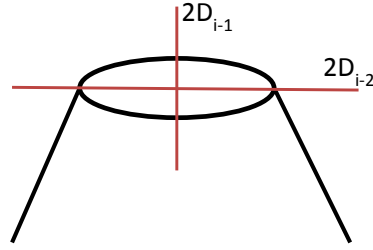


Figure III.12 : Extraction des profils 2D orthogonaux mesurés sur le profil 3D du poinçon.

Du profil 3D initial on extrait 2 profils 2D : 2D_{i-1} et 2D_{i-2} orthogonaux qui sont superposés pour établir un profil représentatif 2D_i (Figures III.12 et III.13).

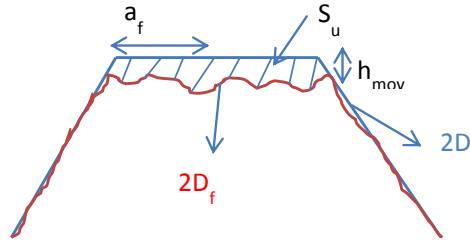


Figure III.13 : Comparaison et recalage des profils initiaux (2D_i) et après usure (2D_f) des profils 2D équivalents.

On réalise le même protocole sur le poinçon après essai de façon à extraire un profil 2D_f représentatif de la trace d'usure. Ensuite, on ajuste les deux profils 2D_i et 2D_f pour superposer les zones situées en dehors de la trace de frottement.

Il est alors possible de comparer le profil usé avec un profil référence. En faisant la différence des deux profils au niveau du contact, on détermine une section usée S_u.

A partir de cette usure, on détermine une profondeur d'usure homogène moyenne soit :

$$h_{\text{moy}} = \frac{S_u}{2.a_f} \quad (\text{III.1}).$$

On détermine cette valeur suivant les deux essais i-1 et i-2 de façon à estimer une valeur moyenne h_{moy} représentative de la trace d'usure.

Le volume d'usure final du poinçon axisymétrique est alors estimé à partir de la relation suivante :

$$V = h_{\text{moy}} \cdot (\pi \cdot a_f^2) \quad (\text{III.2}).$$

Pour la configuration sphère/ plan à 700°C, la mesure d'usure sur la surface sphérique à partir des profils 3D est longue et fastidieuse. Ainsi, pour estimer les volumes d'usure, on réalise la mesure optique de la trace d'usure de façon à estimer le rayon final a_f (Figure III.14).

En considérant que le volume d'usure est équivalent à une zone tronquée d'une calotte sphérique, on applique la formulation suivante :

$$V = \frac{1}{3} \pi h^2 (3R - h) \text{ Avec } h = \frac{a_f^2}{2R} \quad (III.3)$$

$$V = \frac{1}{3} \pi \left(\frac{a_f^2}{2R} \right)^2 \left(3R - \left(\frac{a_f^2}{2R} \right) \right). \quad (III.4)$$

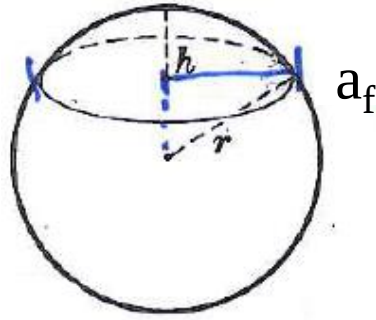


Figure III.14 : Illustration de la démarche « optique » pour mesurer les usures sur les traces des surfaces sphériques de WASPALOY.

Cette approximation optique a été validée par des analyses 3D similaires à l'analyse des plans après redressement de la surface sphérique. La différence observée avec l'analyse optique reste inférieure à 5%.

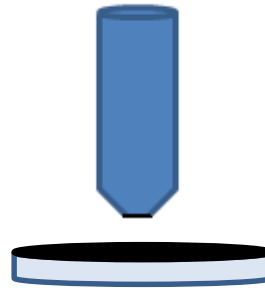
Chapitre IV : Effet de la température et de la configuration sur la réponse du couple étudié

I. Etude en fretting usure du plan/plan

Une première série d'essais a été réalisée sur la configuration poinçon/plan pour reproduire les niveaux de pressions représentatifs du système industriel. Les conditions testées sont :

Conditions opératoires Poinçon / Plan	
S_A (mm ²)	6,7
δg (μm)	± 100
P (N)	67
Nc	500 000
f (Hz)	25
p_{moy} (MPa)	10
Ø (mm)	≈ 1,5

(a)

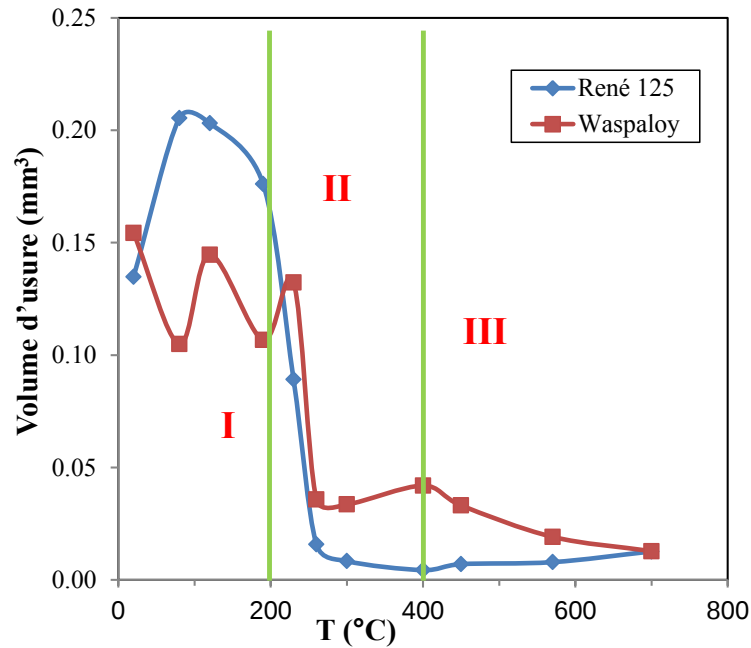


(b)

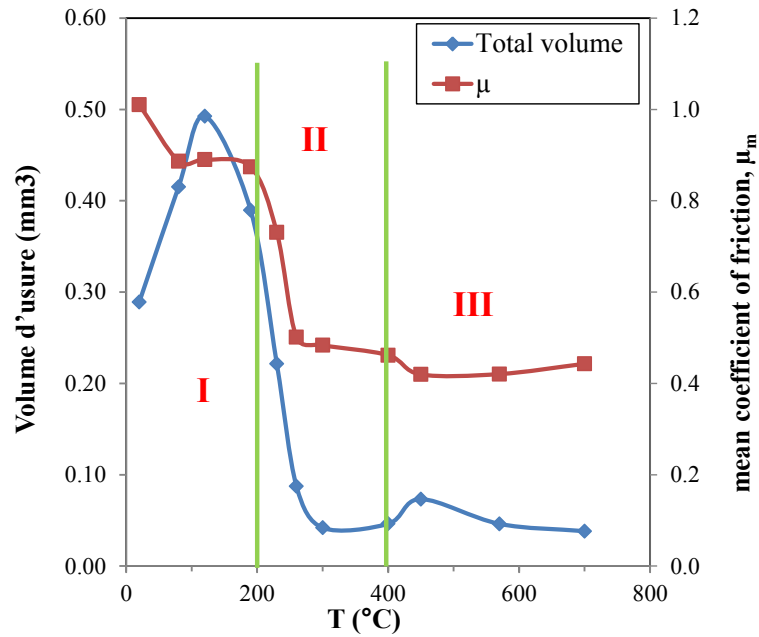
Tableau IV.1 : a) Conditions opératoires de l'étude (contact poinçon/plan) en fonction de la température et b) configuration utilisée.

1. Effet de la température

L'objectif est d'étudier l'influence de la température entre 20°C et 700°C pour un contact soumis à des faibles pressions de l'ordre de 10 MPa, la figure IV.1 compare l'évolution du coefficient de frottement et de l'usure représentative du plan en René 125 (R) et du poinçon en Waspaloy (W).



(a)



(b)

Figure IV.1 : Contact P/P, a) Evolution du volume d'usure du René 125 et du Waspaloy en fonction de la température, b) Evolution de l'usure totale et du coefficient de frottement en fonction de la température ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c=5.10^5 \text{ cycles}$).

D'après la figure IV.1, on peut observer l'existence de trois régimes d'usure :

- Pour des températures inférieures à 200°C (domaine I), on observe une usure significative, l'usure de René 125 est environ deux fois plus importante que celle du Waspaloy, ce domaine dit de basses températures est aussi associé à des coefficients de frottement relativement élevés de l'ordre de 1.
- Entre 200°C et 400°C, le domaine II, on observe une forte réduction de l'usure pour les deux surfaces René 125 et Waspaloy. Cette chute de l'usure correspond à une réduction significative du frottement.
- Cette évolution se stabilise ensuite pour les températures supérieures ($T > 400^\circ\text{C}$), le coefficient de frottement devient faible de l'ordre de 0,4 et l'usure des surfaces devient négligeable.

Rybiak [65] et Kato [77] soulignent que l'activation de la Glaze Layer (domaine III) est potentiellement tributaire de la taille des débris générés dans l'interface. Ainsi, plus la taille des débris est importante, plus la distance de glissement induisant la formation de la glaze layer est grande (figure IV.2, tableau IV.2).

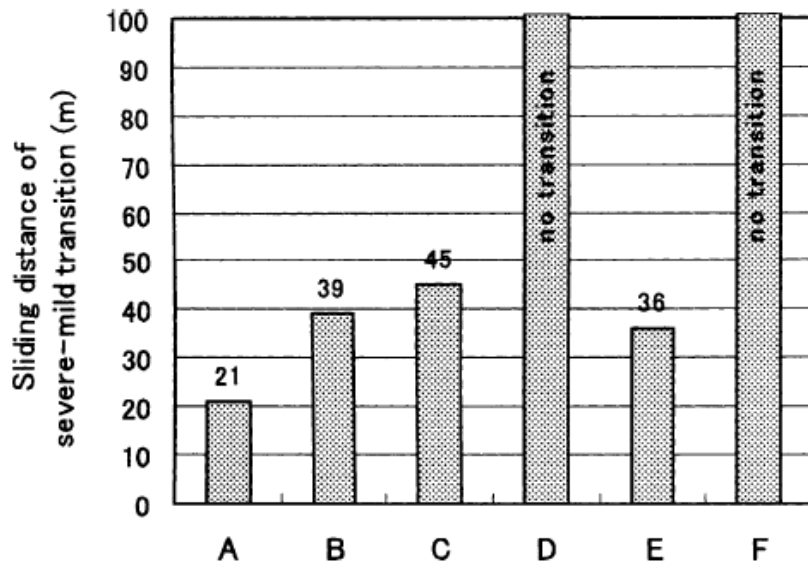


Figure IV.2 : Transition d'un régime sévère à un régime doux d'usure en fonction de la taille des particules et la distance de glissement parcourue à laquelle s'effectue la transition [77].

A	30 nm
B	0,3 μm
C	0,5 μm
D	1 μm
E	20 nm
F	1,65 μm

Tableau IV.2 : Taille des particules utilisées pour chaque essai [77].

Pour montrer ce résultat, Kato [77] réalisa des essais de frottement à l'ambiante, en introduisant des particules calibrées d'oxydes de fer Fe_2O_3 , et il observa la distance de glissement nécessaire à l'activation de la glaze layer. Ainsi, plus la taille des particules est grande, plus le temps d'activation de la glaze layer est important. Il remarqua que la taille critique des particules responsable de la formation de la couche d'oxydes protectrice est située entre 0.5 et 1 μm . Pour les essais E et F, il a utilisé des particules de fer. De la même façon, il est apparu nécessaire d'utiliser des particules de taille fine, car la formation d'une couche compactée de la glaze layer est vite assurée à l'interface, ce qui permet de réduire l'usure et le frottement.

De ce fait, on déduit que les glaze layers sont associées au frittage de micro particules oxydées.

Si les particules ne sont pas assez fines, le « frittage » ne peut se réaliser correctement. On peut donc supposer que plus les particules initiales sont grosses, plus il faudra les concasser pour réduire leur taille de façon à atteindre la taille critique de frittage.

Il a été démontré que la réduction de l'usure et du coefficient du frottement avec l'augmentation de la température est lié au comportement du lit de débris et à l'activation des processus de « frittage » de ces derniers qui forment une couche protectrice contre l'usure dite de glaze layer [78]. Hurricks et Jianliang [79- 81] affirment qu'au-delà de 500°C, plus on augmente la température, plus l'usure diminue suite à une oxydation complète du lit de débris. La transition pourrait être liée à un changement de nature des oxydes formés. Pour les aciers, au-dessous de 200°C, les oxydes stabilisés sont de type hématites Fe_2O_3 et au-dessus de 200°C, la structure formée est de type magnétite Fe_3O_4 qui prédomine. Kayaba et Iwabuchi [82] tendent à montrer que le changement de nature des oxydes

de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow$ au Fe_3O_4 est potentiellement responsable de la réduction de l'usure et du frottement. Ces derniers adhèrent très bien à la surface et jouent le rôle d'un bon lubrifiant solide [83]. Pour assurer le maintien de la couche protectrice, il faut assurer un équilibre entre dégradation et éjection des débris formés. D'après Rabinowicz [84], une épaisseur de 10^{-6} cm est nécessaire pour la transition, c.-à-d. pour réduire l'usure et le frottement.

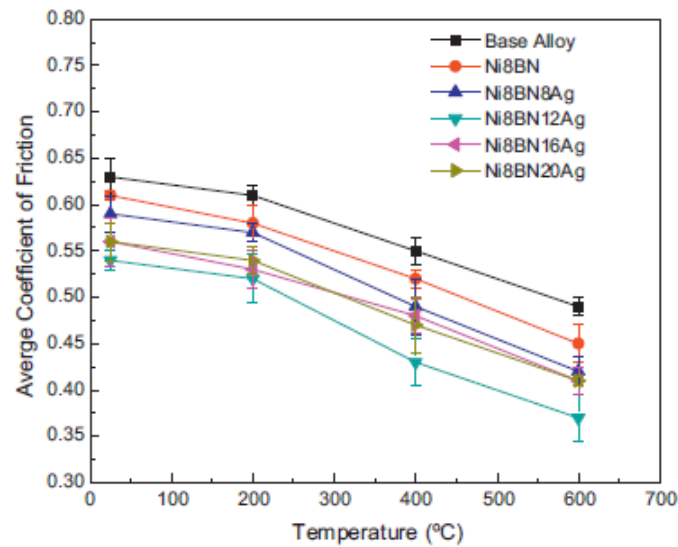


Figure IV.3 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la température pour différents matériaux à base de nickel [85].

Cette étude des différents matériaux à base de nickel, reflète le même comportement obtenu avec notre alliage. L'augmentation de la température au-dessus de 200°C favorise l'oxydation de type Fe_3O_4 et la compaction du lit de débris, pour donner lieu à la formation d'un troisième corps compacté qui accommode les sollicitations à l'interface, réduit le coefficient de frottement et surtout l'usure.

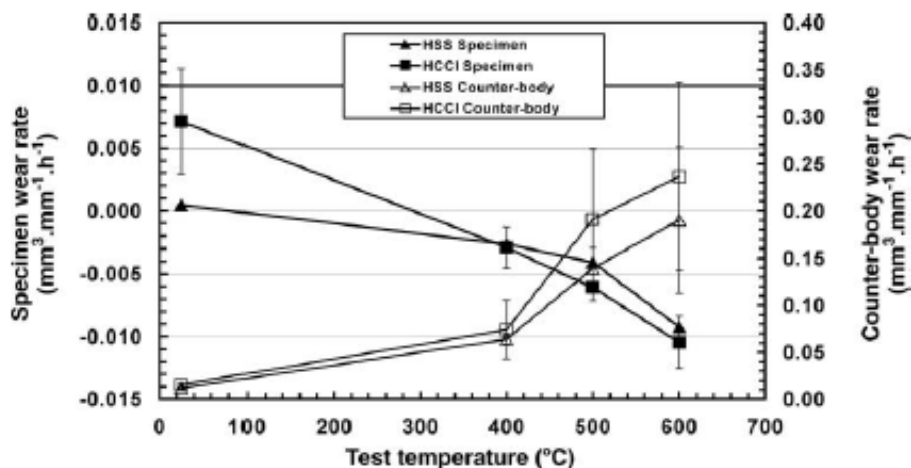


Figure IV.4 : Evolution de l'usure en fonction de la température pour des matériaux ferreux [86].

Outre la constitution d'un lit de débris protecteur, on observe dans certaines situations des phénomènes de transfert d'un matériau sur un autre.

La figure IV.4 extraite des travaux de Milan [86], montre une évolution symétrique des taux d'usure avec la température.

La réponse de notre interface est très différente. L'usure des deux contre-corps présente une évolution similaire (figure IV.1 (a)) et non symétrique. En effet, pour les deux matériaux en contact, l'usure est importante à froid et diminue avec la température. On remarque cependant que si l'usure du René 125 est plus importante que celle du Waspaloy à froid ($T < 200^{\circ}\text{C}$), cette tendance s'inverse à haute température ($T > 400^{\circ}\text{C}$) avec une usure du Waspaloy sensiblement supérieure à celle du René 125. Nous verrons que le Waspaloy aura tendance à se transférer sur la surface du René 125 donnant lieu à une interface Waspaloy/Glaze Layer protégeant ainsi la surface du René 125.

2. Faciès d'usure et estimation de l'aire apparente des contacts P/P

Pour comprendre l'effet de la température sur l'usure des matériaux, des observations optiques et interférométriques ont été effectuées dans les domaines I, II et III (Figures IV. 5 et IV.6).

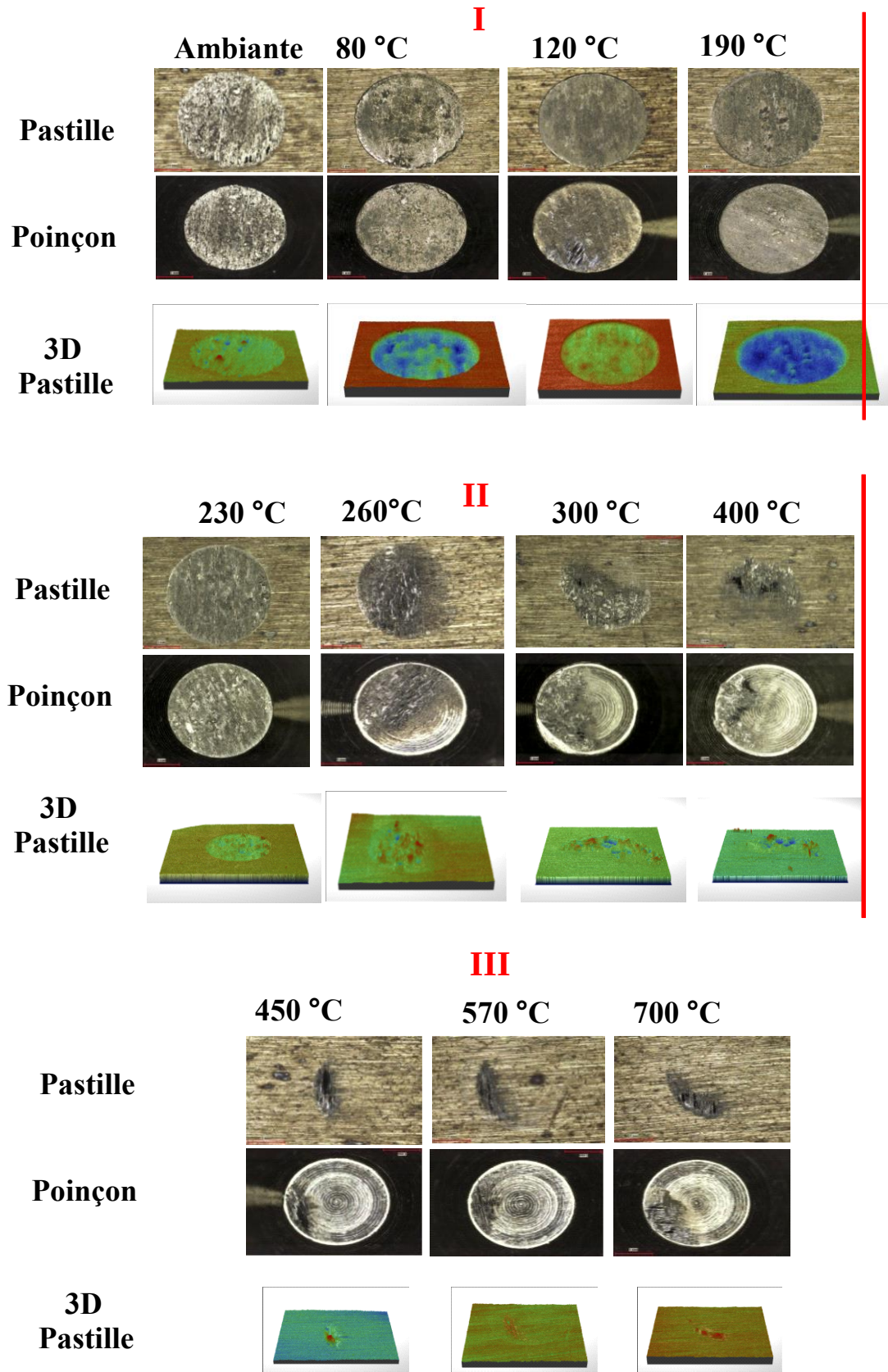


Figure IV.5 : Expertise optique et profils 3D des contacts RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) en fonction de la température (Contact P/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

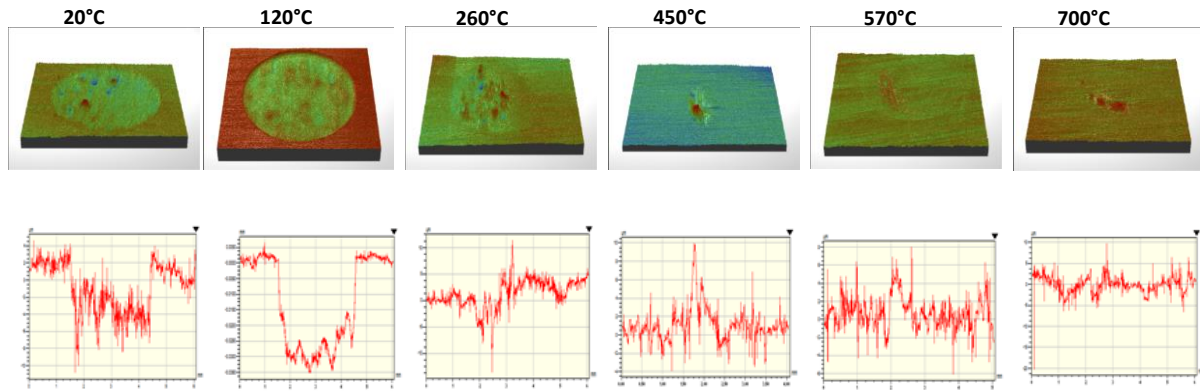


Figure IV.6 : Profils 3D et 2D de quelques traces RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) en fonction de la température (Contact P/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

On tire de ces observations, que la température a un effet direct sur l'aire réelle du contact. Plus la température augmente plus l'usure est diminuée et plus l'aire de contact est réduite. Les profils 2D montrent aussi que les traces d'usure sur l'échantillon dans le domaine I sont profondes, et cette perte de matière tend à diminuer avec l'augmentation de la température.

La réduction de l'usure des surfaces avec la température est aussi associée à une réduction de la rugosité de l'interface sur le substrat en René 125.

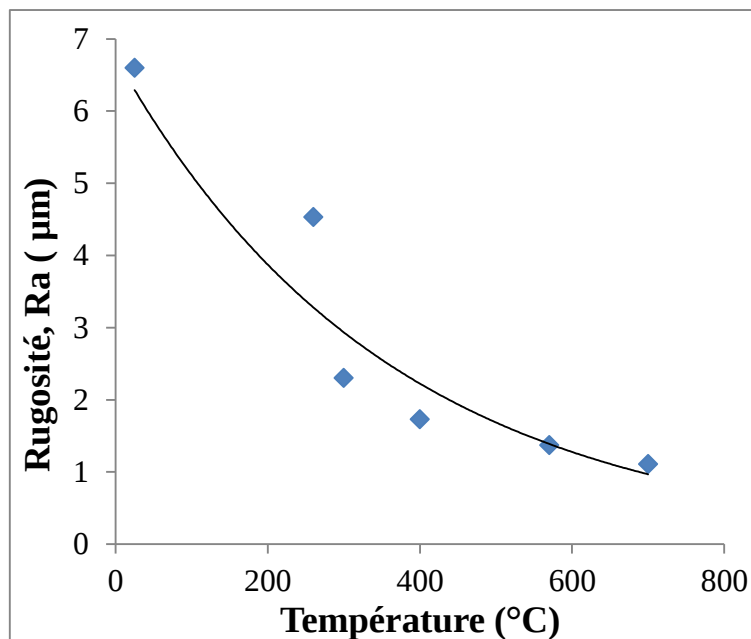


Figure IV.7 : Evolution de la rugosité en fonction de la température (Contact P/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

En effet, pour les faibles températures, domaine I ($T < 200^\circ\text{C}$), les traces représentent des faciès d'usure abrasive avec une éjection importante des débris. L'essentiel de l'énergie dissipée est consommée dans le processus d'usure des premiers corps ce qui induit un rendement énergétique élevé de l'usure. Comme le montre le profil 2D, les traces ont une forme d'usure en U ce qui confirme la sévérité de l'usure dans ce domaine. Les phénomènes d'usure abrasive engendrent des rugosités très importantes.

En revanche, dans le domaine III ($T > 400^\circ\text{C}$), on observe la formation d'un lit de débris adhésif dans l'interface, qui donne lieu à des rugosités très faibles comme le montre la figure IV.7. Cette couche

« lisse » très adhérente constituée d'oxydes compactés accommode l'interface. Cette couche présente un comportement lubrifiant qui réduit le coefficient de frottement et surtout elle accommode l'interface et consomme l'essentiel de l'énergie dissipée. Il y a moins d'énergie disponible pour dégrader les massifs, ce qui a pour conséquence de réduire significativement la cinétique d'usure des premiers corps et donc l'usure globale de l'interface.

L'observation des traces montre que dans le domaine I où l'usure est significative, l'aire de contact apparente correspond bien à l'aire nominale du poinçon car les faibles désalignements induits lors de l'application du contact sont progressivement éliminés de sorte que toute l'interface est en contact.

En revanche, lorsque l'usure est très faible, l'enlèvement de matière n'est pas suffisant pour compenser les désalignements du contact. L'aire apparente des contacts apparaît très inférieure à la valeur nominale des surfaces planes des poinçons.

Aussi, les pressions moyennes imposées dans le contact sont en fait très supérieures aux 10 MPa visés. Pour quantifier cet effet, on calcule l'aire apparente à l'ouverture du contact. Pour cela on délimite la zone où le contact est effectif, et au travers d'une règle de trois, on estime l'aire frottée dite aire apparente du contact (Figure IV.8). La détermination de cette aire est obtenue d'une manière très simple : les faciès sont pris en photo, agrandis puis découpés et pesés de façon à déterminer via une règle de trois la surface frottée.



Figure IV.8: Méthode de détermination des aires apparentes des contacts RENE 125 (R)/ WASPALOY (W) à 700°C.

Soit : $S_c = (M_1/M_2) \cdot \pi \cdot a^2$, Surface effective du contact. De la même façon on calcule une pression moyenne effective telle que $p_{\text{moy(eff)}} = P/S_c$.

La figure IV.9.a compare l'évolution de la surface apparente ainsi déterminée en fonction de la température et la figure IV.9.b représente la pression moyenne effective associée.

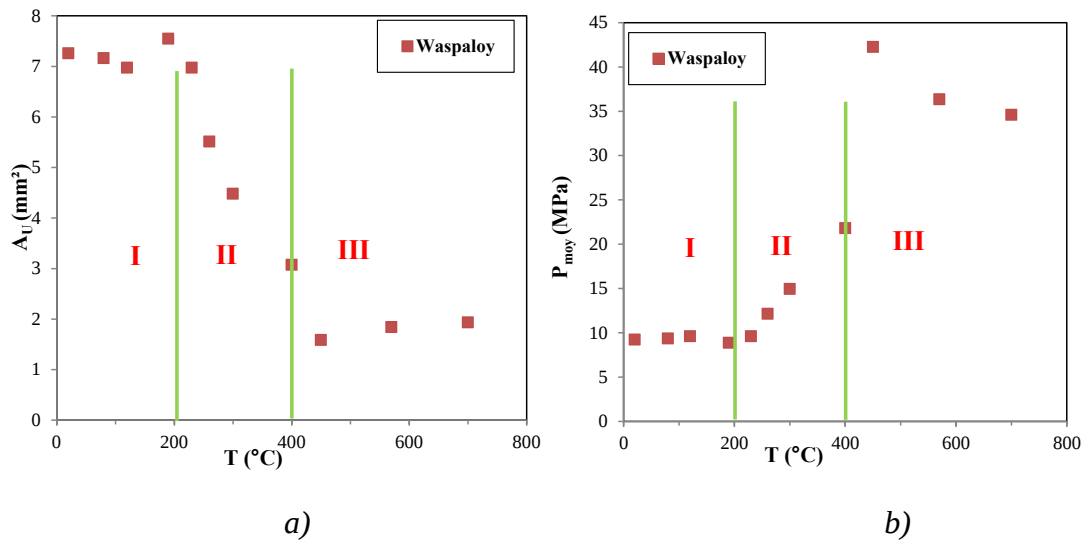


Figure IV.9 : Evolution de l'aire apparente de contact en fonction de la température (fin de l'essai), b) Evolution de la pression moyenne associée en fonction de la température (à l'ouverture du contact) (Contact P/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 Hz$, $N_c = 5.10^5$ cycles).

La figure IV.9.a confirme les conclusions précédentes. Dans le domaine I, l'usure importante des surfaces rattrape le désalignement de sorte que l'aire effective du contact est égale à l'aire nominale et la pression moyenne effective est bien égale à la pression nominale visée 10 MPa. En revanche, dans le domaine II puis III l'usure très faible des surfaces ne permet pas de rattraper le désalignement de sorte que l'aire effective est fortement réduite et par conséquent, la pression effective est fortement augmentée. La valeur calculée s'établit autour de 40 MPa.

Cette analyse démontre que la configuration poinçon/plan est limitée, en particulier à cause des problèmes de désalignement inhérents à cette configuration de contact, qui sont par ailleurs accentués par les effets de la dilatation thermique des montages.

Pour analyser de façon plus fiable les processus d'usure, on considère par la suite la configuration sphère/Plan.

II. Etude sphère/plan

1. Effet de la température

On considère l'interface sphérique, les paramètres de chargement sont similaires à ceux imposés pour le contact poinçon/plan.

Conditions opératoires sphère / plan	
R sphère (mm)	12,7
δg (μm)	± 100
P (N)	67
Nbr. Cycles (N_c)	500 000
f (Hz)	25
$p_{moyH(Hertz)}$ (MPa)	667
a_H (Hertz) (mm)	0,18

Tableau IV.3 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la température.

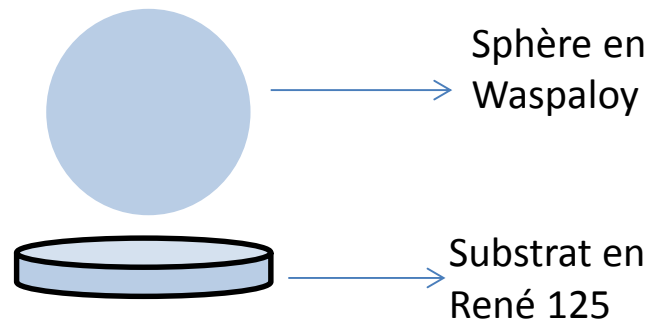


Figure IV.10 : Configuration sphère / plan.

On considère les hypothèses d'Hertz [16] soit :

$$p_{\text{moy_H}} = \frac{P}{\pi \cdot a^2} \quad (IV.1)$$

$$p_{\text{max_H}} = \frac{3P}{2\pi \cdot a^2} \quad (IV.2)$$

$$a_H = \left(\frac{3PR}{2 \cdot E^*} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (IV.3)$$

Avec

$p_{\text{moy_H}}$: la pression moyenne de contact

$p_{\text{max_H}}$: pression maximale de contact

a_H : rayon Hertzien de contact.

P : force normale appliquée.

Le fait de modifier la géométrie du contact modifie de façon significative non seulement l'aire de contact, mais aussi les pressions imposées. Ainsi, en considérant une hypothèse hertzienne, on obtient une pression moyenne de 670 MPa très supérieure à la valeur visée de 10 MPa.

La figure IV.11 compare l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la température avec celle du contact poinçon/plan précédemment étudié.

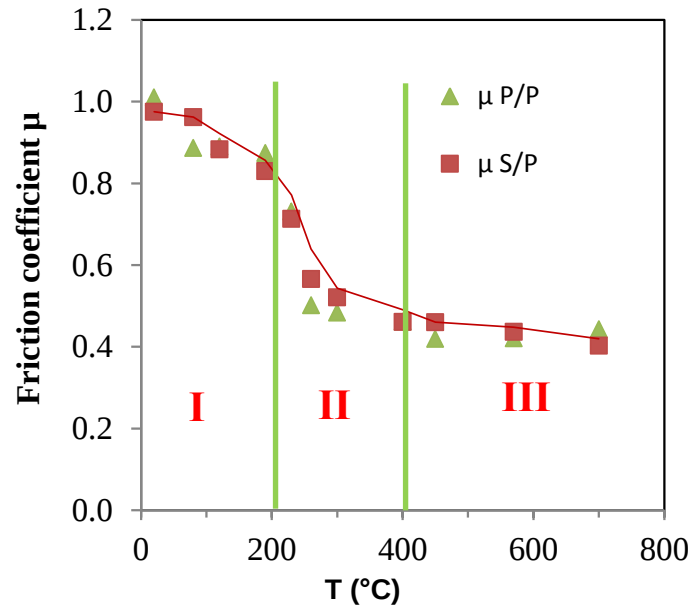


Figure IV.11 Evolution du coefficient de frottement du contact S/P (sphère/ plan) en fonction de la température (comparaison avec le contact poinçon/plan) ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25$ Hz, $N_c = 5.10^5$ cycles).

On montre que l'évolution du coefficient de frottement de la configuration S/P est identique à celle pour le contact P/P.

Ceci suggère qu'un même mécanisme impliquant l'activation d'une « glaze layer » vers 200°C est là encore activé pour la configuration S/P. Cette première comparaison basée sur l'évolution du coefficient de frottement tend à montrer que la géométrie du contact, l'aire du contact ou le niveau de pression imposé impactent peu sur le comportement tribologique de cette interface. La comparaison des volumes d'usure des plans René 125 et du contrecorps en Waspaloy tend à confirmer cette conclusion (Figure IV.12).

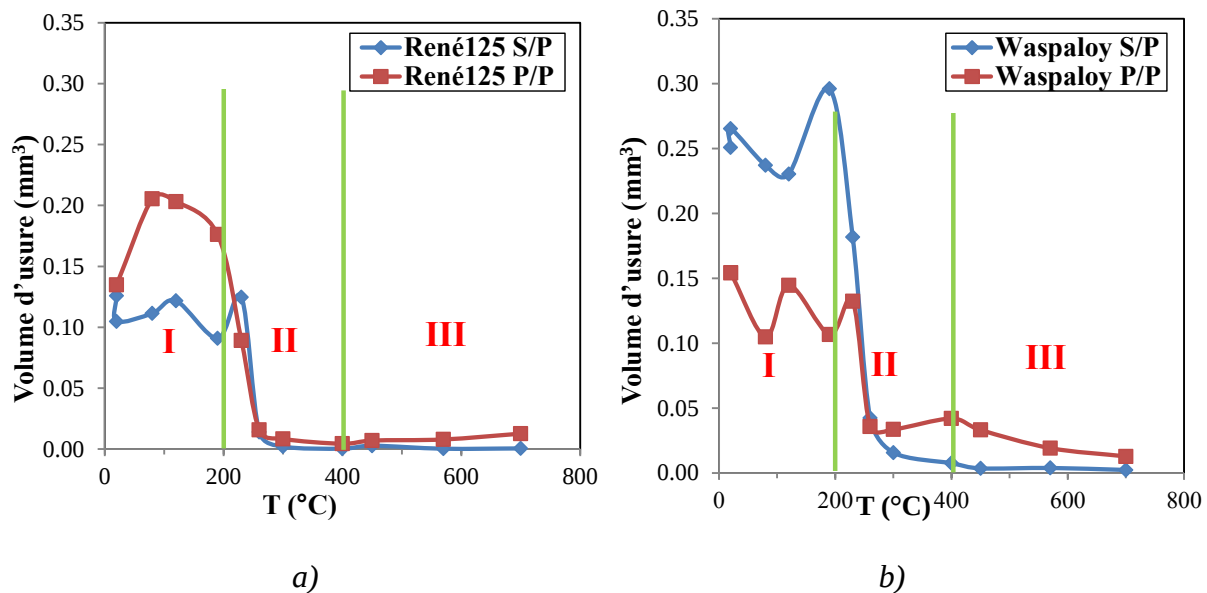
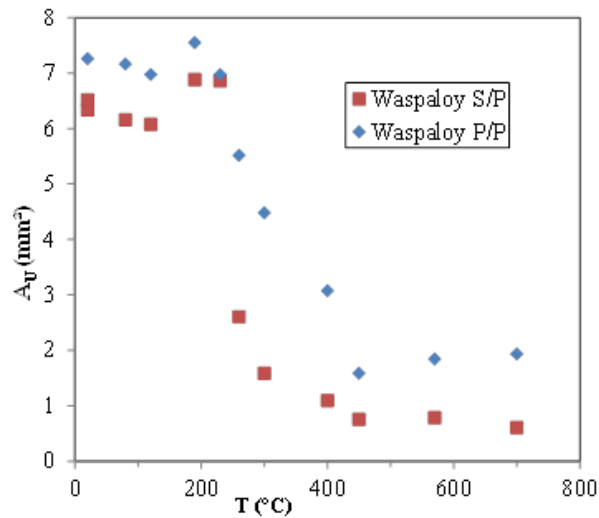


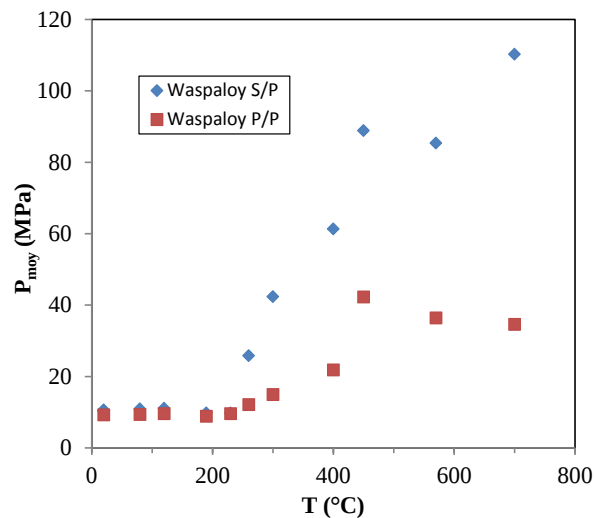
Figure IV.12 : a) Evolution du volume d'usure (V) du René125 (plan) en fonction de la température ; b) Evolution du volume d'usure négatif (V_-) du Waspaloy (contrecorps) en fonction de la température ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25$ Hz, $N_c = 5.10^5$ cycles).

Pour les deux configurations, on est en présence d'usure sévère dans le premier domaine I, le Waspaloy s'use plus dans la configuration S/P qu'en configuration P/P. Cela s'explique par des pressions initiales plus importantes en S/P qu'en P/P comme le montre la figure IV.13. La comparaison de la courbe IV.12, a souligné cependant un effet de la géométrie de contact en particulier dans le domaine I.

En effet, pour le contact plan/plan, on remarque que l'usure du René 125 est sensiblement plus importante que celle du Waspaloy dans le domaine I. Cependant, l'écart reste relativement faible. En revanche, pour le contact sphère/Plan, on remarque que l'usure du Waspaloy est très supérieure à celle du René 125 avec un facteur 2 dans le domaine des faibles températures. Ainsi, on peut supposer que les fortes pressions induites par la configuration sphère/plan tendent à modifier la répartition de l'usure, en accentuant celle du Waspaloy plus mou que l'alliage René 125, au travers en particulier le transfert du Waspaloy vers la surface du René 125.



(a)



(b)

Figure IV.13 : a) Evolution de l'aire de contact finale des contacts S/P et P/P en fonction de la température. b) : Evolution de la pression effective en P/P et S/P en fonction de la température ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25$ Hz, $N_c = 5.10^5$ cycles).

Cependant, si on considère le contact à la fin de l'essai on remarque que dans le domaine I où sont observées les cinétiques d'usure les plus importantes, l'aire finale apparente du contact sphère/plan est équivalente à celle du contact plan/plan. En revanche, pour des températures plus élevées, les cinétiques d'usure sont diminuées de sorte que l'extension de l'aire de contact sphère/plan est réduite et l'aire finale apparente du contact Sphère/Plan reste inférieure à celle du contact plan/plan.

Une évolution symétrique est observée pour la pression moyenne finale telle que $p_{\text{moy}} = P/A_R$ (finale).

On complète cette analyse en considérant l'évolution de la pression moyenne finale.

($P_{\text{moy}} = P/A_R$). Si pour les contacts P/P elle évolue de 10 MPa (domaine I) à 40 MPa (domaine III), la pression moyenne du contact S/P évolue de façon plus importante entre 10 MPa (domaine I) et 120 MPa (domaine III). Cependant les écarts sont très inférieurs à ceux établis à partir de l'analyse nominale : $p_{\text{moy}} = 10 \text{ MPa}$ (P/P) et $p_{\text{moy_H}} = 667 \text{ MPa}$ (S/P).

Le rapprochement des aires de contact et des niveaux de pression entre les contacts S/P et P/P pour les faibles températures et les cinétiques d'usure élevées permet d'expliquer en partie la cohérence des résultats vis-à-vis du comportement en frottement et en usure.

Ce résultat permet aussi de valider la configuration S/P pour étudier la réponse en usure de l'interface René125/Waspaloy en limitant les dispersions de désalignement propres à la configuration P/P.

De façon à avoir une description globale, on considère l'usure totale du système tel :

$V = V [R] + V [W]$ (Figure IV.14).

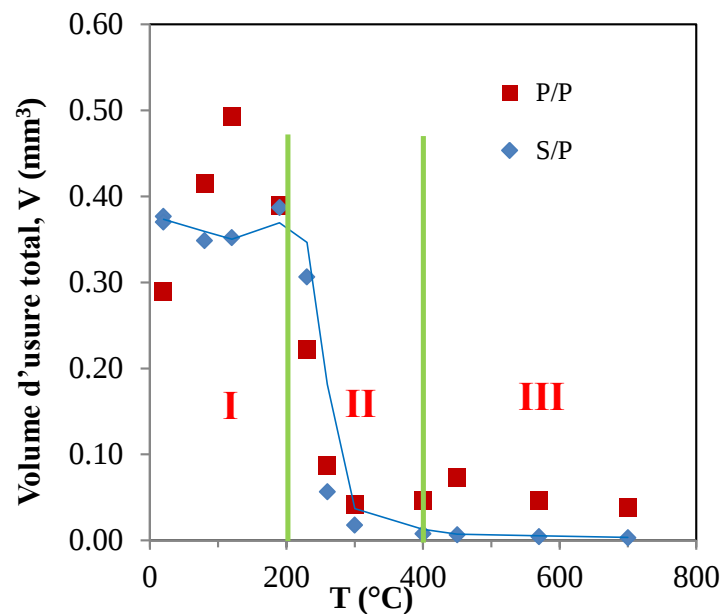


Figure IV. 14 : Evolution du volume d'usure total : $V = V_R + V_W$ en fonction de la température, comparaison entre le contact S/P et P/P ($P=67 \text{ N}$, $\delta g = \pm 100 \text{ } \mu\text{m}$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

Excepté pour le contact à température ambiante, on remarque que les résultats des contacts S/P et P/P sont pratiquement superposés.

On retrouve bien les trois domaines d'usure I, II et III qui caractérisent une même activation de la phase lubrifiante et protectrice « glaze layer » à partir de 300°C. Les résultats tendent à démontrer que si le processus tribologique d'activation de la glaze layer est fortement lié à la température. La géométrie du contact, l'aire du contact et surtout les niveaux de pressions influencent très peu ce processus ainsi, même pour des conditions de contact très différentes, on retrouve des cinétiques d'usure globalement équivalentes.

2. Analyse des faciès d'usure

La figure IV.15 illustre les faciès d'usure du contact S/P en fonction de la température.

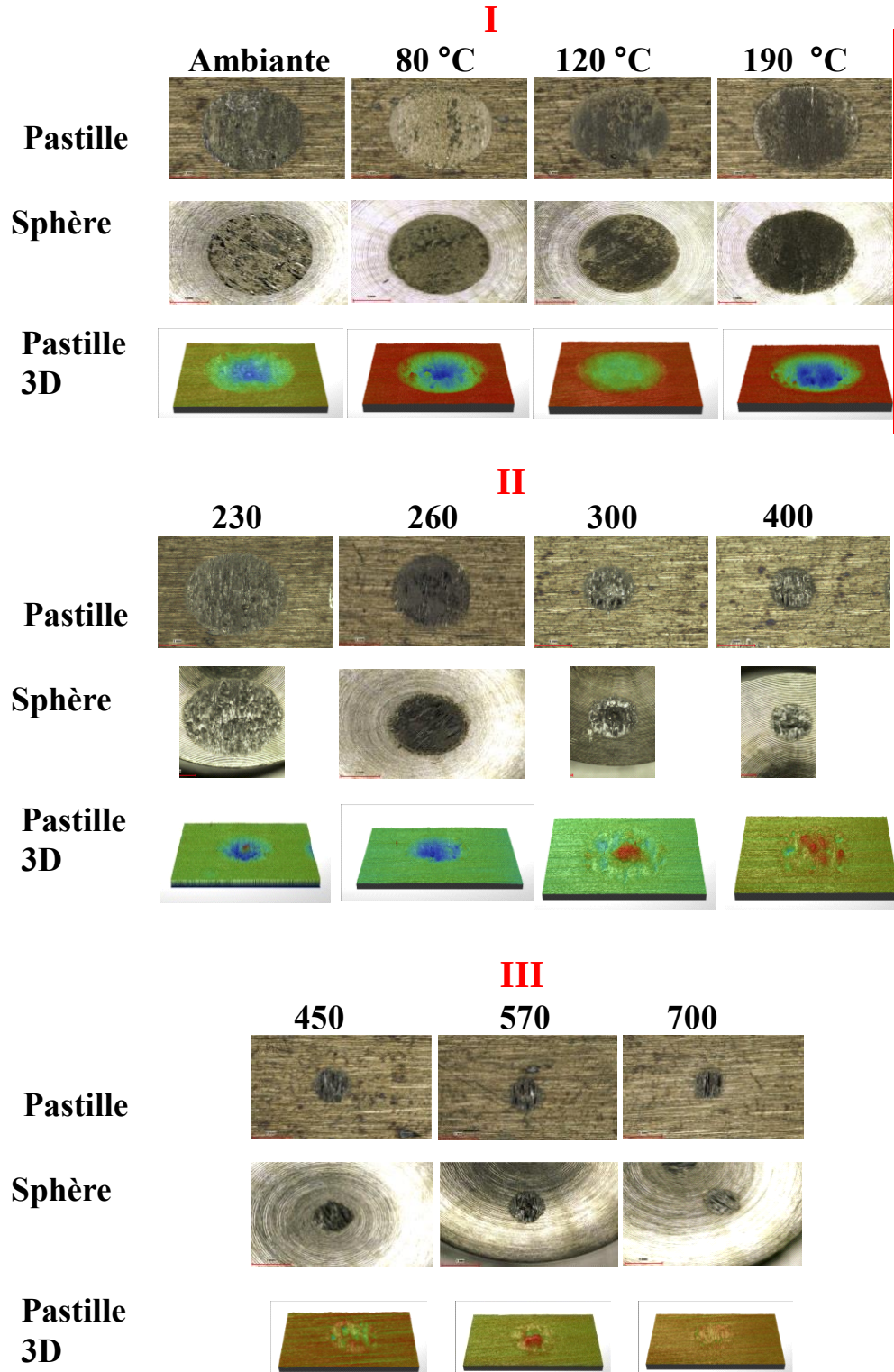


Figure IV.15 Evolution des faciès d'usure du contact S(W)/P(R) en fonction de la température (Contact S/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

En éliminant le problème d'alignement, le contact sphère/plan réduit considérablement les dispersions induites par la mise en place du contact. En revanche, dans la mesure où l'aire de contact évolue avec l'usure, l'extraction de l'aire apparente de contact dépendra de la cinétique d'usure et donc de la température (Figure IV.15). Les aires de contact sont très importantes dans le domaine I. On observe une réduction dans le domaine II qui se stabilise dans le domaine III une fois la glaze layer activée. Cette différence est confirmée par les observations MEB des traces après nettoyage (Figure IV.16).

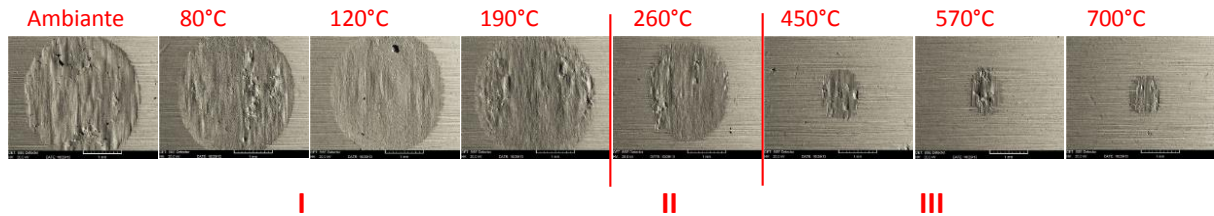


Figure IV. 16: Observations MEB (BSE) des traces de fretting (Plan R) du contact S/P en fonction de la température (Contact S/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

Si les traces à faibles températures (domaine I), présentent des traces en « U » avec des usures significatives et des faciès d'usure abrasive, les traces du domaine III montrent des transferts au centre de la trace, ceci malgré un nettoyage dans un bain d'alcool par ultrason. Ces transferts caractérisent la « Glaze Layer » qui accommode les déplacements réduisant le frottement et surtout l'usure. Des études avec des matériaux en nickel et en titane [87, 88], et d'autres avec des matériaux en acier [65, 79, 80, 89] montrent le même comportement avec l'augmentation de la température, chute de frottement et d'usure, et formation d'une couche lisse lubrifiante protectrice vis-à-vis de l'usure.

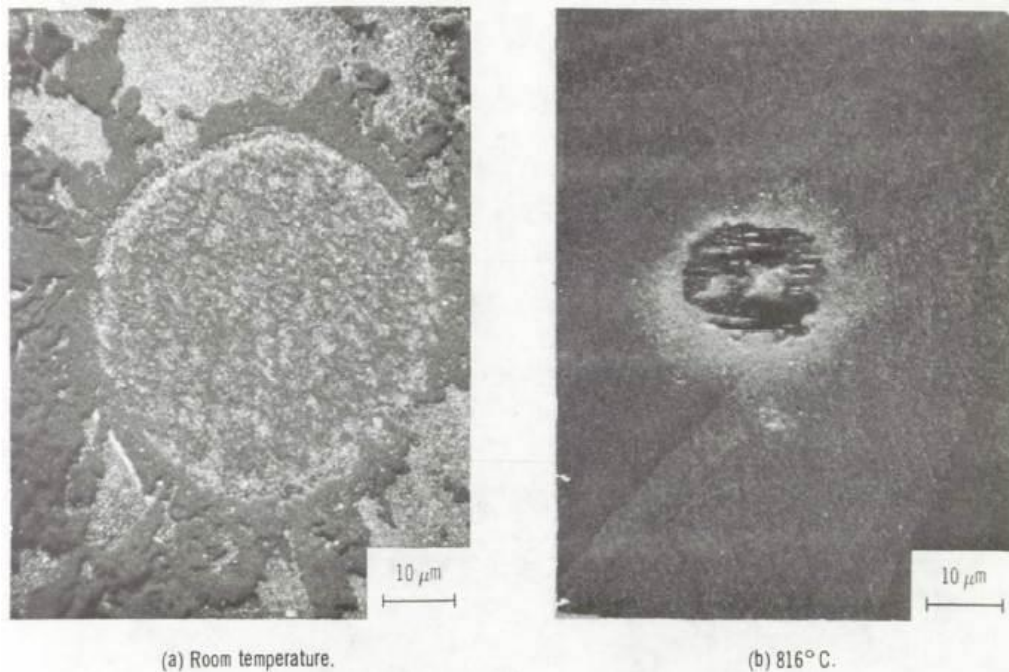


Figure IV.17 : Traces de fretting usure produites sur le nickel, 20%Cr, 5% Al après 288 000 cycles (1h) avec les deux valeurs de températures [90].

Ces deux micrographies effectuées à l'ambiante et à 816°C sont comparables aux nôtres. A haute température, la trace se trouve couverte d'une couche d'oxyde protectrice, ce qui explique la chute du frottement et de l'usure.

Une façon d'interpréter la cohérence des résultats S/P et P/P vis-à-vis de l'évolution du volume d'usure total, consiste à comparer les aires de contact apparentes mesurées à la fin de l'essai. En effet, l'usure des contacts S/P engendre une forte augmentation de l'aire de contact et une réduction significative de la pression moyenne.

L'usure dans le domaine I est très importante. L'extension des contacts S/P devient équivalente à celle des contacts P/P. Dans le domaine III, les usures sont très faibles et les aires de contact sont proportionnellement plus faibles (facteur 2 à 3) pour le contact S/P que pour le contact P/P.

Un dernier point concerne l'analyse de la structure des « glaze layer », cette étude s'est focalisée sur l'analyse quantitative de l'usure. Cependant, il est intéressant d'analyser la structure des interfaces par microscopie électronique après nettoyage par ultrason (Figure IV.18).

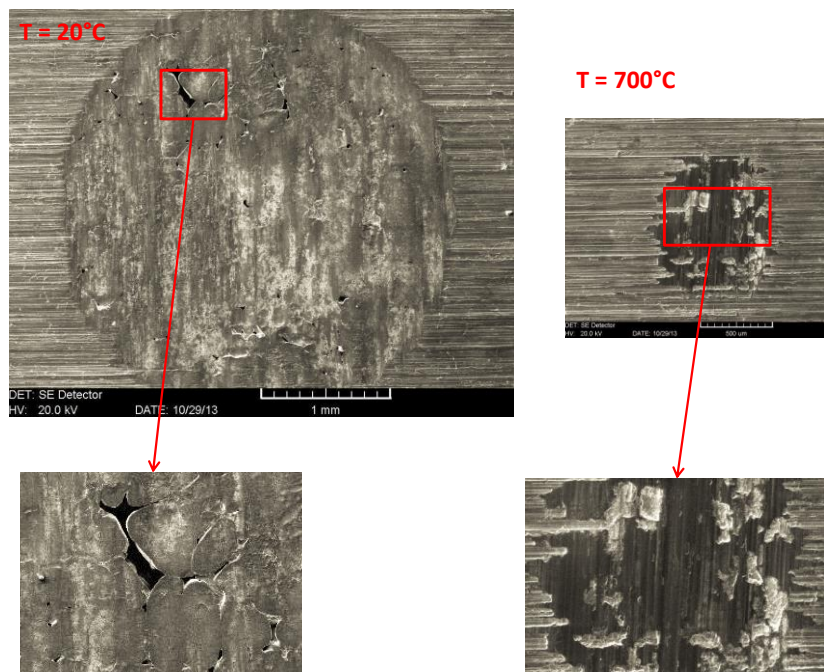


Figure IV.18 : Comparaison des traces du plan René125 après nettoyage ultrason à 20°C et à 700°C (Contact S/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

Ainsi, en microscopie SE les éléments lourds apparaissent en gris clair et les éléments légers en gris foncé. On montre que la trace à température ambiante, présente une couleur homogène gris clair. Il n'y a pas d'accumulation des débris oxydés dans l'interface. Ce qui suggère que le troisième corps formé, pulvérulent est peu adhérent et facilement éjecté de l'interface. En revanche, la trace à 700°C, beaucoup plus petite en raison de l'usure limitée du contact est caractérisée par une couche quasi homogène beaucoup plus sombre et donc constituée d'oxydes. Ce troisième corps, très lisse et surtout très adhérent (présent même après un nettoyage) est caractéristique de la glaze layer.

A partir de cette analyse, on peut expliquer le comportement en usure obtenu. En effet, dans le domaine I, les débris formés, pulvérulents, peu adhérents sont facilement éjectés du contact. Aussi l'essentiel de l'énergie du frottement dissipée dans l'interface participe à l'usure des premiers corps, ce qui induit une dynamique d'usure importante du contact.

En revanche, dans le domaine III ($T > 400^\circ\text{C}$), les conditions de température favorisent la formation d'une « glaze layer » très adhérente. L'essentiel de l'énergie de frottement est dissipée dans cette

couche de sorte que la proportion d'énergie dans les premiers corps devient négligeable et la dynamique d'usure du contact devient très faible.

III. Synthèse

Suite aux problèmes de désalignement à haute température, la configuration P/P a été remplacée par la configuration S/P. Surtout que cette dernière tend vers des niveaux de pressions moyennes finales très proche du contact plan/plan en raison du « rodage » de la surface sphérique.

L'effet de la température a été mis en évidence dans cette partie d'étude. Avec l'augmentation de celle-ci, l'usure ainsi que le frottement ont tendance à chuter après 200°C, montrant une zone de transition jusqu'à 400°C, au-dessus de laquelle ils se stabilisent et deviennent pratiquement négligeables. Cette évolution est liée à la formation d'une couche lisse constituée de micro-débris oxydés compactés. Cette couche ainsi formée dite Glaze Layer tend à réduire l'usure et le frottement, en éliminant progressivement le contact entre les deux massifs. Nos conclusions s'accordent avec les études de Stott et Rynio [55, 66].

Chapitre V : Etude de l'effet des conditions opératoires sur le comportement de la Glaze Layer.

I. Etude de la cinétique d'usure à l'ambiante

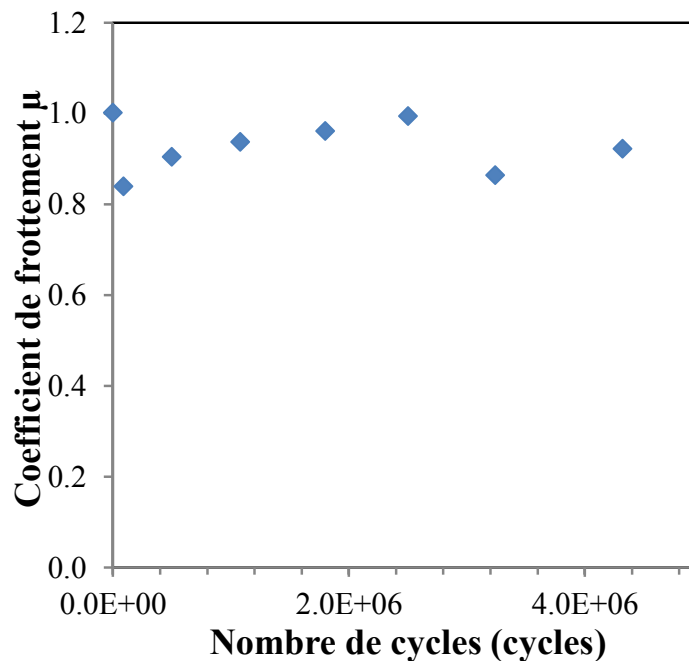
L'objectif de cette partie est de quantifier la cinétique d'usure en fonction du nombre de cycles dans les deux domaines I et III. Dans un premier temps, on étudie l'évolution de l'usure à température ambiante puis à 700°C.

On compare l'évolution du contact à $T = 20^{\circ}\text{C}$, $P = 67 \text{ N}$, $f = 25 \text{ Hz}$, R (surface sphérique) = 12,7 mm, en fonction du nombre de cycles comme le récapitule le tableau V.1:

$R \text{ (mm)}$	12,7
$dg \text{ (mm)}$	0,1
$f \text{ (Hz)}$	25
$P \text{ (N)}$	67
N_c	$1100-4,32.10^6$

Tableau V.1 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la durée d'essai à 20°C.

La figure V.1 compare l'évolution du coefficient de frottement moyen mesuré sur la durée totale de chacun des essais. Les valeurs obtenues se situent aux alentours de 0,9, ce qui est cohérent avec des mécanismes d'usure adhésif-abrasif classiquement observés à température ambiante. La figure V.2 compare l'évolution des volumes d'usure du René125, du Waspaloy et de l'usure totale. Pour ces conditions opératoires, on ne met pas en évidence des volumes d'usure positifs de sorte que le volume d'usure est égal à V(-). On note que l'usure est plus importante sur le Waspaloy que sur le René125 (facteur compris entre 2 et 3).



FigureV.1 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ($P=67 \text{ N}$, $R=12,7 \text{ mm}$, $\delta g = \pm 100 \mu\text{m}$, $f=25 \text{ Hz}$, $T=20^{\circ}\text{C}$).

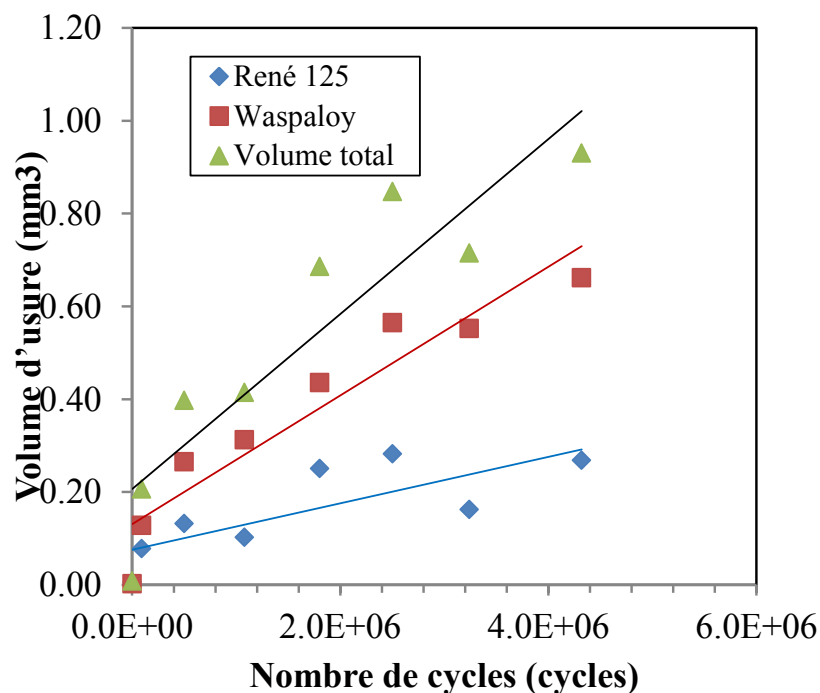


Figure V.2 : Evolution des volumes d'usure du Waspaloy, du René125 et du volume total en fonction du nombre de cycles ($P=67N$, $R=12.7\text{ mm}$, $\delta g = \pm 100\text{ }\mu\text{m}$, $f=25\text{ Hz}$, $T=20^\circ\text{C}$).

On observe une évolution linéaire très marquée pour le Waspaloy. L'usure totale présente elle aussi une évolution linéaire qui nous permet de formaliser une loi de type Archard.

La figure V.3 compare l'évolution de l'usure totale (V) en fonction du coefficient d'Archard exprimé par le facteur : $\Sigma W = 4.\delta g.P.N$.

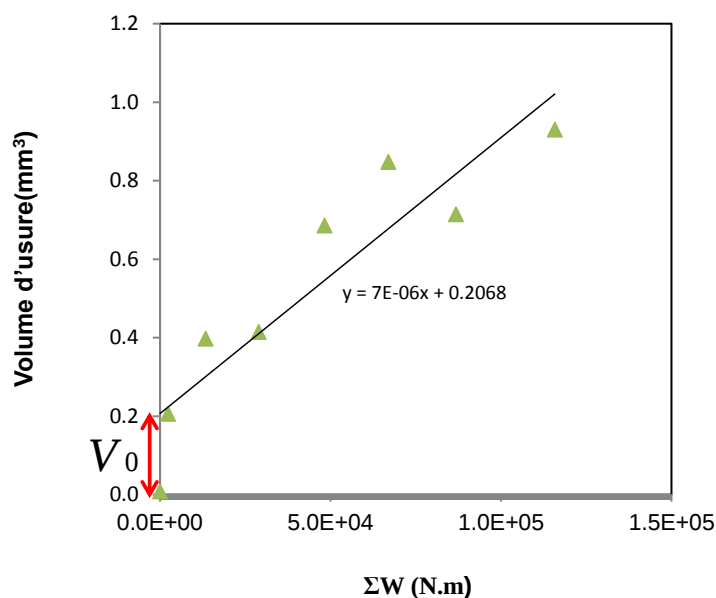


Figure V.3 : Evolution de l'usure totale du contact W/R à température ambiante en fonction du facteur d'Archard ($P=67N$, $R=12.7\text{ mm}$, $\delta g = \pm 100\text{ }\mu\text{m}$, $f=25\text{ Hz}$, $T=20^\circ\text{C}$).

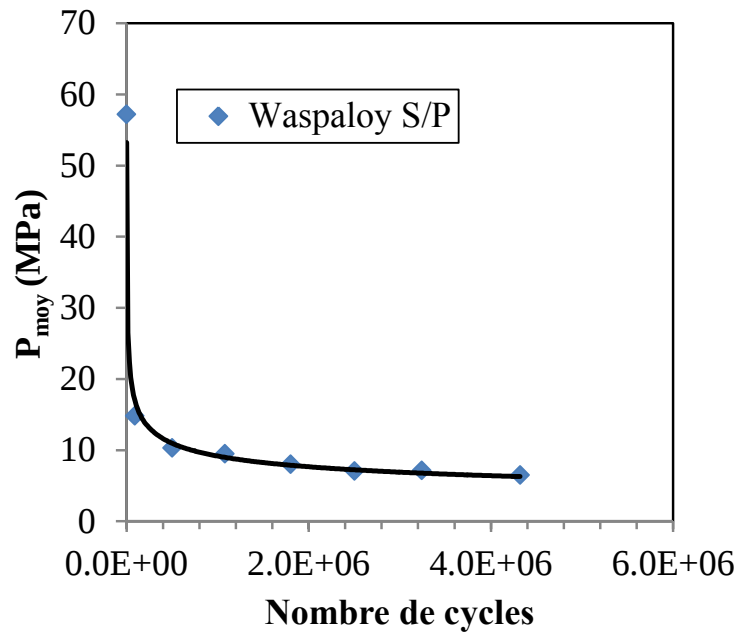


Figure V.4 : Evolution de la pression moyenne finale $p_{moy} = P/A_f$ en fonction du nombre de cycles ($P=67N$, $R=12.7\text{ mm}$, $\delta g = \pm 100\text{ }\mu\text{m}$, $f=25\text{ Hz}$, $T=20^\circ\text{C}$) (pression moyenne Hertzienne ($N=0$) = 667 MPa).

On observe une évolution linéaire avec un volume d'activation V_0 qui nous permet d'exprimer une loi telle que :

$$V = K \cdot \Sigma W + V_0 \text{ avec } K = 7.10^6 \text{ mm}^3/(\text{N.m}) \text{ et } V_0 = 0.008 \text{ mm}^3. \quad (\text{V.1})$$

La présence de ce volume d'activation V_0 traduit une cinétique d'usure extrêmement rapide au début de l'essai qui, progressivement, va se stabiliser pour suivre un comportement linéaire caractérisé par la pente K . Cette usure très rapide, au début de l'essai, est probablement liée aux pressions de contact initiales extrêmement fortes. Avec l'usure, l'aire de contact augmente, la pression de contact diminue et rejoint un comportement stabilisé. Ce comportement est illustré par l'évolution de la pression de contact moyenne finale déduite de la mesure des aires de contact après essais (Figure V.4). On observe bien une réduction très rapide en fonction du nombre de cycles imposé.

Outre l'effet de la pression, on peut aussi expliquer cette évolution de l'usure en considérant l'effet du troisième corps. En effet, au début de l'essai les interactions métal-métal induisent une usure rapide pour former les débris. Dans la mesure où il y a des interactions directes entre les surfaces métalliques, toute l'énergie du frottement est dissipée au niveau des premiers corps, ce qui induit un rendement énergétique de l'usure très élevé.

Cependant, dès que le lit de débris est formé, ce qui correspond au volume d'activation V_0 , un processus stabilisé d'usure est activé. Une partie de l'énergie reste impliquée dans la dégradation des premiers corps, une autre est consommée par le processus d'éjection du lit de débris et une troisième, très importante, est consommée par le lit de débris lui-même. Le rendement énergétique de l'usure devient alors plus faible et la cinétique d'usure est alors contrôlée par le coefficient K (facteur d'Archard).

Cette approche est cohérente avec l'évolution linéaire de l'usure qui est observée pour la température ambiante. En revanche, cette évolution linéaire suggère que la pression apparente de contact influence peu la cinétique d'usure. En effet, si la cinétique d'usure devait être dépendante de la pression moyenne apparente, on devrait observer une inflexion de la cinétique d'usure avec l'extension (dégradation) de l'aire de contact et la diminution de la pression moyenne, ce qui n'est pas le cas. Pour

expliquer cette non dépendance de la pression moyenne, on peut avancer que la dynamique d'usure est contrôlée par le processus de formation, transformation et éjection du troisième corps. Cette non dépendance peut aussi être appréhendée en considérant l'aire réelle du contact plutôt que l'aire apparente. En effet, d'après la théorie de Greenwood, l'aire réelle peut être estimée par le ratio entre la force normale appliquée (P) et la dureté du matériau (H):

$$A_{réelle} = \frac{P}{H} \quad (V.2)$$

Cette aire réelle est en fait relative au contact au niveau des aspérités, et indépendante de l'extension apparente de l'aire de contact.

On peut illustrer ce point en considérant que pour les surfaces peu usées, les îlots des aires de contact réelles sont très rapprochés, alors que les aires de contact des surfaces très usées sont plus dispersées. L'aire réelle de contact restant équivalente dans les deux situations (Figure V.5).

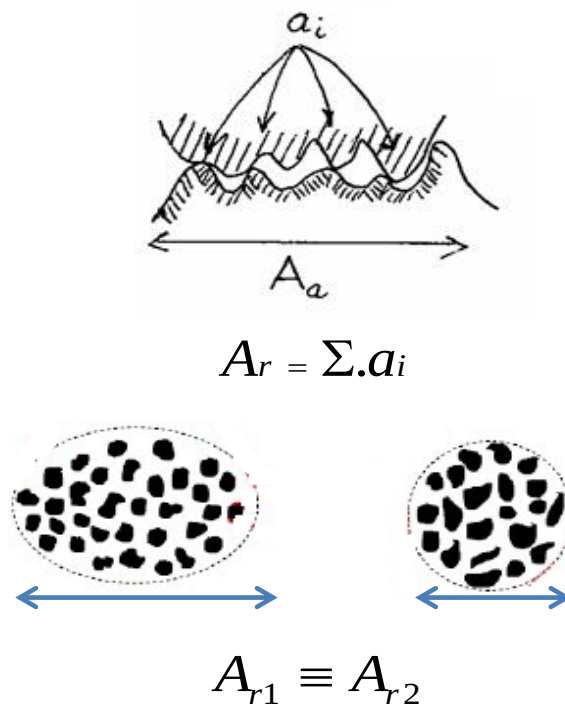


Figure V.5 : Définition de l'aire réelle de contact

En considérant que le processus d'usure reste actif uniquement sur les aires réelles, il est possible alors de comprendre l'évolution linéaire de l'usure quelle que soit l'extension de l'aire apparente durant l'usure des surfaces.

Cette hypothèse nous permet par ailleurs d'expliquer la corrélation entre les essais P/P et S/P. Pour un même effort normal appliqué on aura la même aire réelle de contact, ce qui implique des cinétiques d'usure équivalentes.

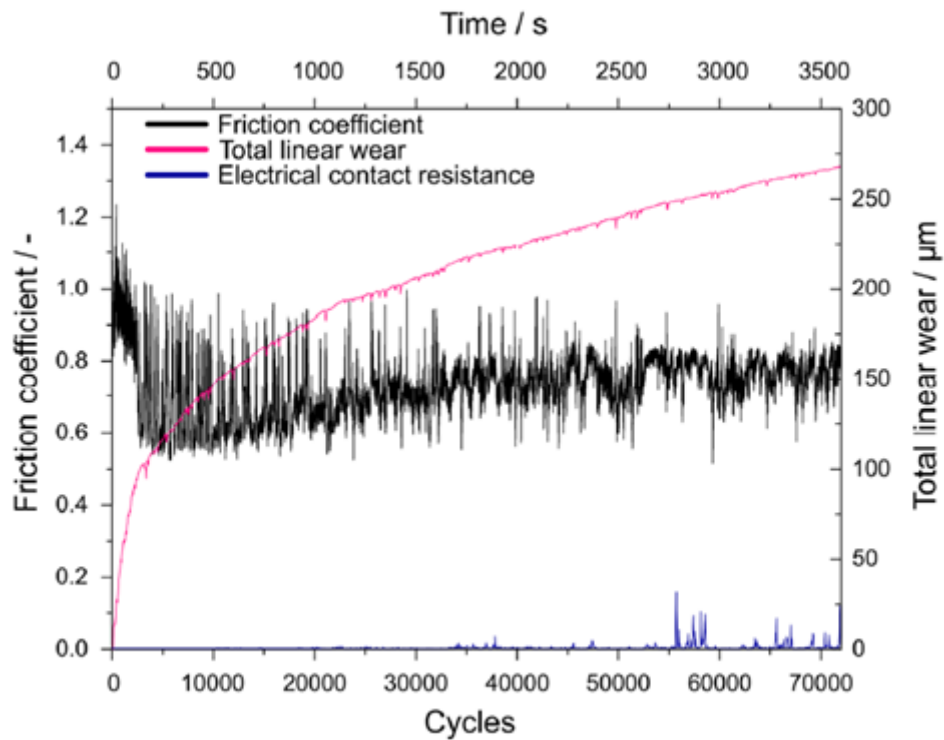


Figure V.6 : Evolution du coefficient de frottement et de l'usure total en fonction du nombre de cycles à l'ambiante [66]

Rynio [66] a étudié la cinétique d'usure à l'ambiante des matériaux à base de nickel (Alliage 80A) contre un disque en fonte, et comme montré sur la figure V.6, le coefficient de frottement est élevé au début $\mu = 1.2$ et après 5000 cycles il se stabilise autour de la valeur 0.6. Par contre le volume d'usure ne cesse d'augmenter. Ce qui rejoint les conclusions de notre étude.

II. Cinétique d'usure à 700°C

Comme pour l'étude à 20°C, l'objectif de ce travail est d'étudier le comportement de la Glaze Layer. Pour cela, on conserve les mêmes conditions du chargement résumées dans le Tableau V.2 ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $T=700^\circ C$), la durée des essais sera comprise entre 1000 et 5.10^6 de cycles. La figure V.7 trace l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles.

$dg \text{ (mm)}$	0,1
$f \text{ (Hz)}$	25
$P \text{ (N)}$	67
N_c	$1100-4,32.10^6$

Tableau V.2 : Conditions opératoires de l'étude (contact sphère/plan) en fonction de la durée d'essai à 700°C.

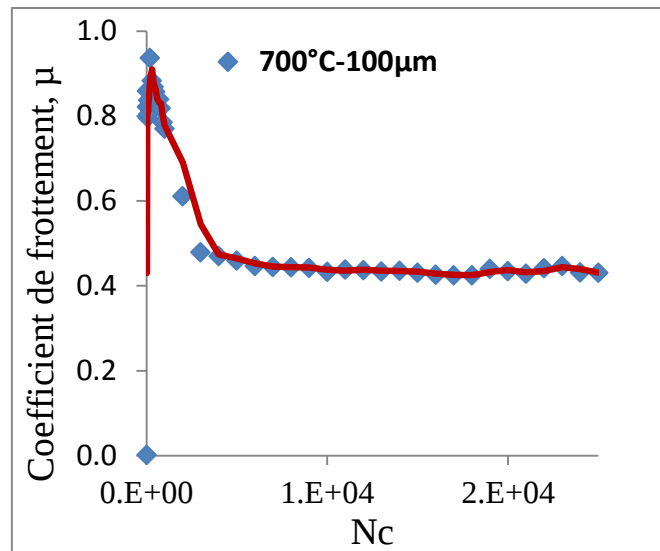


Figure V.7 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles (2.10^4 , $P=67$ N, $\Delta g = \pm 100$ μm , $f=25$ Hz, $T=700^\circ\text{C}$).

On observe une évolution transitoire caractérisée par une augmentation très rapide du coefficient de frottement jusqu'à 0,9, puis une diminution jusqu'à un palier de 0,4. Ce résultat suggère que la Glaze Layer se forme très vite à 700°C . En effet, l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles montre que l'activation de la « Glaze Layer » est extrêmement rapide. Si le coefficient de frottement initial est relativement élevé, traduisant la formation des premiers débris, ceux-ci s'agglomèrent pour former très rapidement en moins de 3000 cycles une glaze layer très adhérente qui va rester dans le contact.

On note que dès que cette couche de glaze layer est formée, le coefficient de frottement reste stable. Cela est confirmé par la figure V.8 qui trace l'évolution du coefficient de frottement moyen pour différentes durées d'essais allant jusqu'à 5.10^6 cycles.

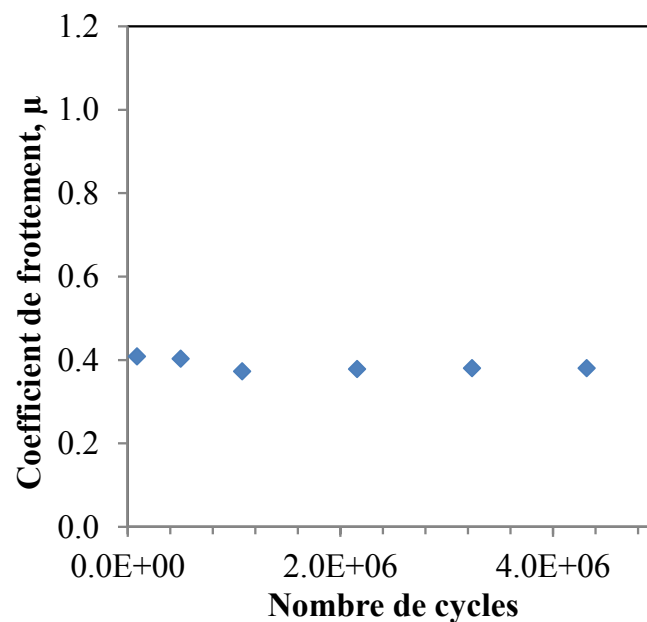


Figure V.8 : Evolution du coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles ($P=67$ N, $\Delta g = \pm 100$ μm , $f=25$ Hz, $T=700^\circ\text{C}$).

Pour toutes ces conditions, le coefficient de frottement moyen reste constant à 0,4.
Parallèlement à l'étude du coefficient de frottement, on s'intéresse à la cinétique d'usure.

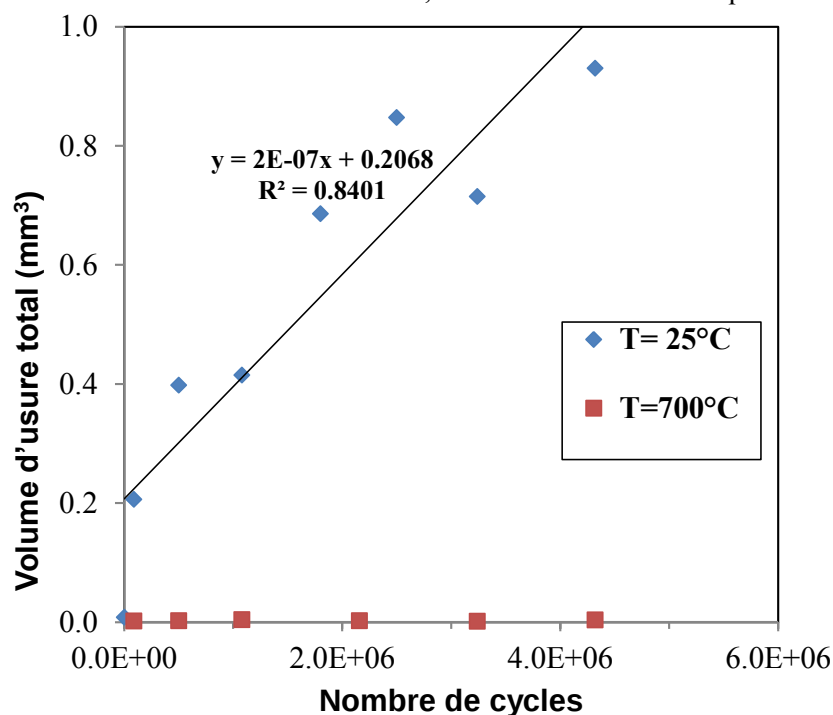


Figure V.9 : Comparaison de la cinétique d'usure à l'ambiante et à 700°C ($P = 67N$, $f = 25Hz$, $\delta g^* = \pm 100\mu m$).

La figure V.9 trace les cinétiques d'usure à 25°C et à 700°C. On confirme que l'usure à 700°C est considérablement plus faible. Comme cela était montré dans le chapitre précédent. En revanche, si l'usure à température ambiante tend à augmenter de façon linéaire, celle observée à 700°C montre un plateau avec une évolution très lente dans le temps (figure V.10).

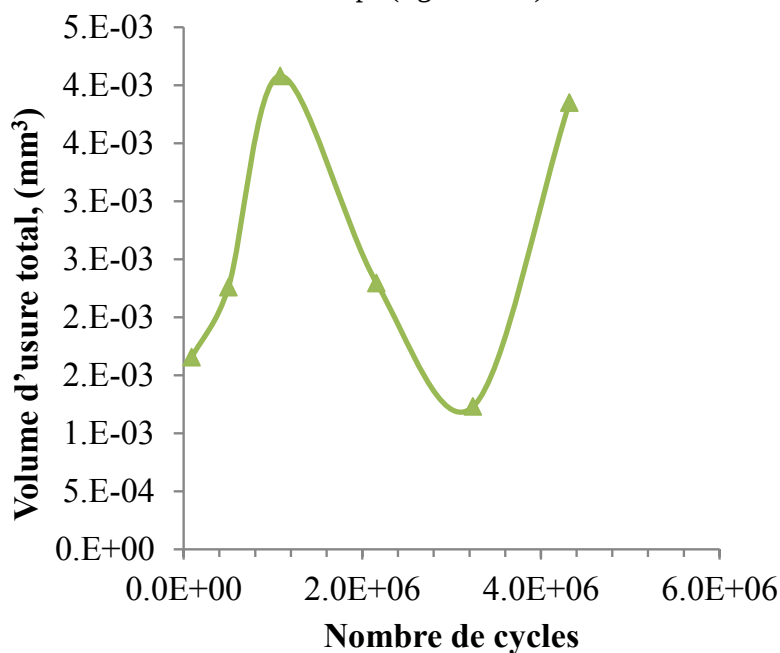


Figure V.10: Evolution du volume d'usure totale $V = V[W] + V[R]$ (Contact S/P, $P = 67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f = 25 Hz$, $T = 700^\circ C$).

En effet, on n'observe pas de tendance particulière, les volumes mesurés sont très faibles, ce qui induit une dispersion induite par les mesures très importante. Pour mieux interpréter cette évolution, on considère l'évolution d'usure au niveau du René 125 et du Waspaloy (figure V.11).

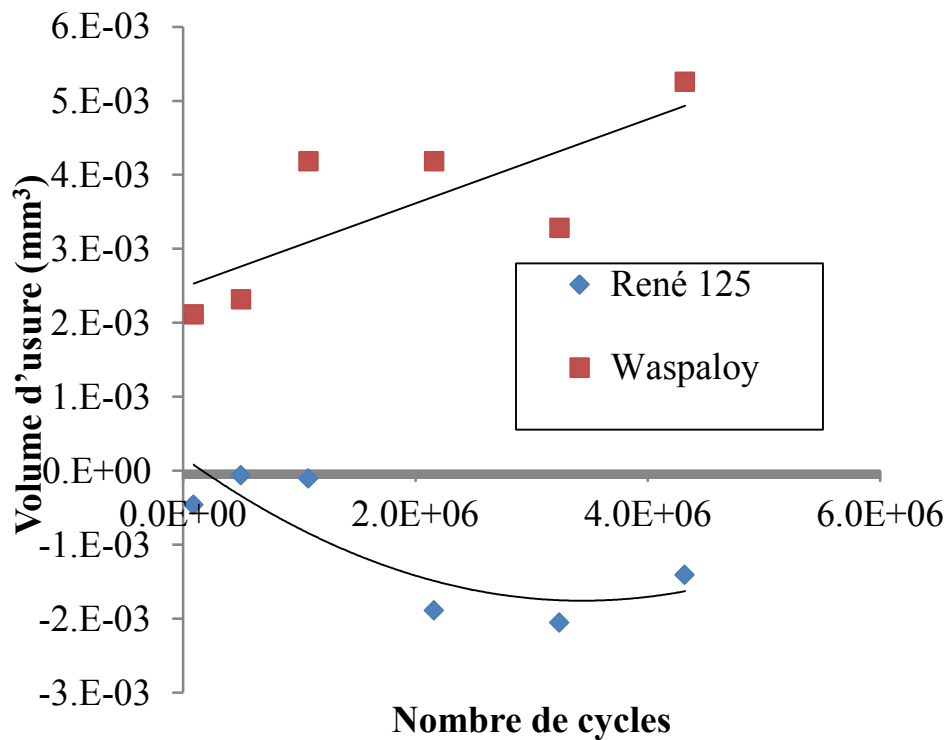


Figure V.11 : Evolution des volumes d'usure $V(-)[W]$ et $V[R]= V(-)[R]-V(+)[R]$ (Contact S/P, $P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $T=700^\circ C$).

On observe une augmentation de l'usure très faible mais linéaire du Waspaloy avec la durée de l'essai. En revanche, on note une évolution négative du volume d'usure sur l'échantillon René 125. Cela suggère un processus de transfert du Waspaloy sur la surface du René 125, probablement associé à la constitution de la Glaze Layer. Pour confirmer cette hypothèse, des observations 2D et 3D des surfaces sont présentées dans la figure V.12.

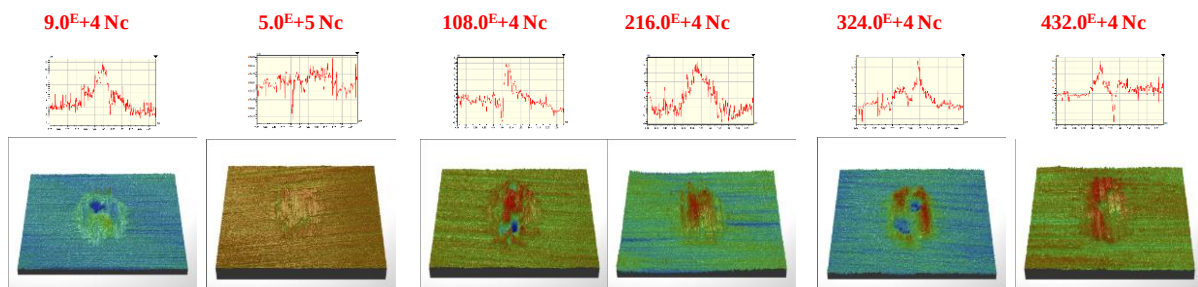


Figure V.12 : Profils 2D et 3D des traces de fretting du plan RENE 125 ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $T=700^\circ C$).

Ces profils sur les surfaces des René125 montrent un transfert de matière significatif qui augmente avec le nombre de cycles. Ces épaisseurs vont jusqu'à +10μm. Cependant si on compare le volume

usé total de l'interface Waspaloy/René 125, on observe un volume d'usure effectif (net messing volume) qui augmente avec la durée de l'essai (Figure V.10).

Des études effectuées sur des alliages nickel-chrome-aluminium [90], montrent que pour des températures supérieures à 540°C, les alliages plus riches en chrome (20%) s'usent plus que ceux avec 10% Cr. Inversement vis-à-vis de l'aluminium, les alliages avec 2% Al s'usent plus que ceux avec 5% Al. Cet effet de composition peut expliquer l'usure plus importante du Waspaloy (20% Cr/2% Al) par rapport au René125 (10% Cr/5% Al). Des expériences ont révélé que les alliages 20% Cr 2% Al subissent des endommagements de fretting fatigue plus importants dus à la diffusion du chrome dans les sites de fissuration initiée dans la zone de frottement, ce qui a pour conséquence d'accélérer la propagation des fissures.

III. Description linéaire à plateau de la cinétique d'usure à haute température

L'évolution montrée sur la figure V.10 suggère une évolution bilinéaire de la cinétique d'usure illustrée par la figure V.13. En effet, on peut considérer une première phase (A) transitoire, associée à la formation de la Glaze Layer caractérisée par une cinétique d'usure relativement rapide. Durant cette phase, des interactions métal-métal sont générées permettant la formation des premiers débris qui, broyés puis compactés, vont constituer la Glaze Layer. Lorsque la Glaze Layer est formée sur l'ensemble de la trace de fretting, on observe alors une cinétique d'usure beaucoup plus lente caractérisée par un plateau.

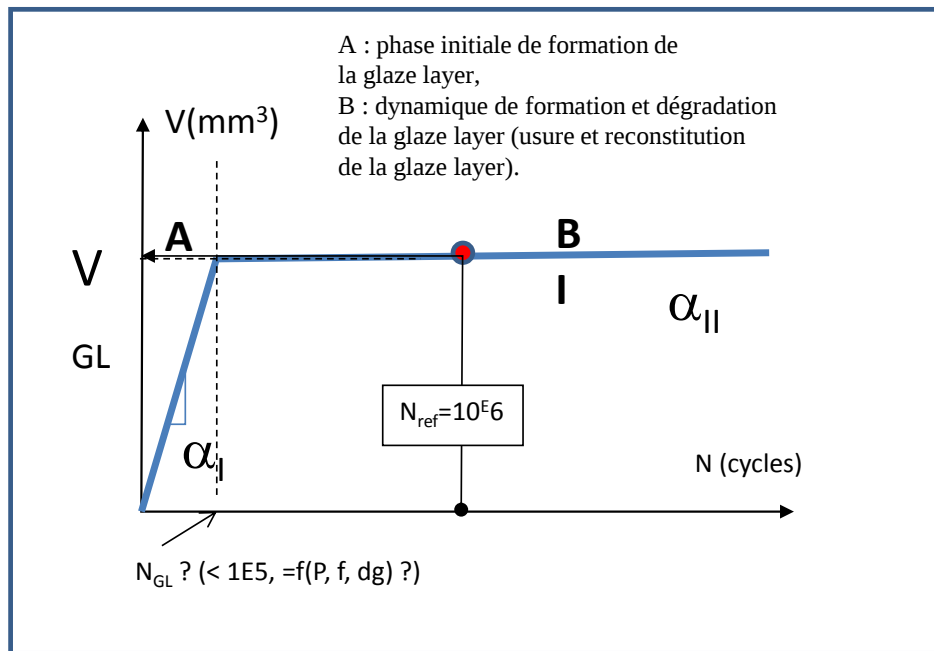


Figure V.13 : Description bilinéaire de la cinétique d'usure à haute température

La figure V.13 montre le principe d'une description bilinéaire de l'usure. Pour valider la stabilité de cette description, nous avons étudié l'évolution de l'usure totale en fonction de la durée de l'essai, pour deux autres conditions de fretting ($\delta g = \pm 100 \mu m/f=100 \text{ Hz}$ et $\delta g = \pm 150 \mu m/f=100 \text{ Hz}$).

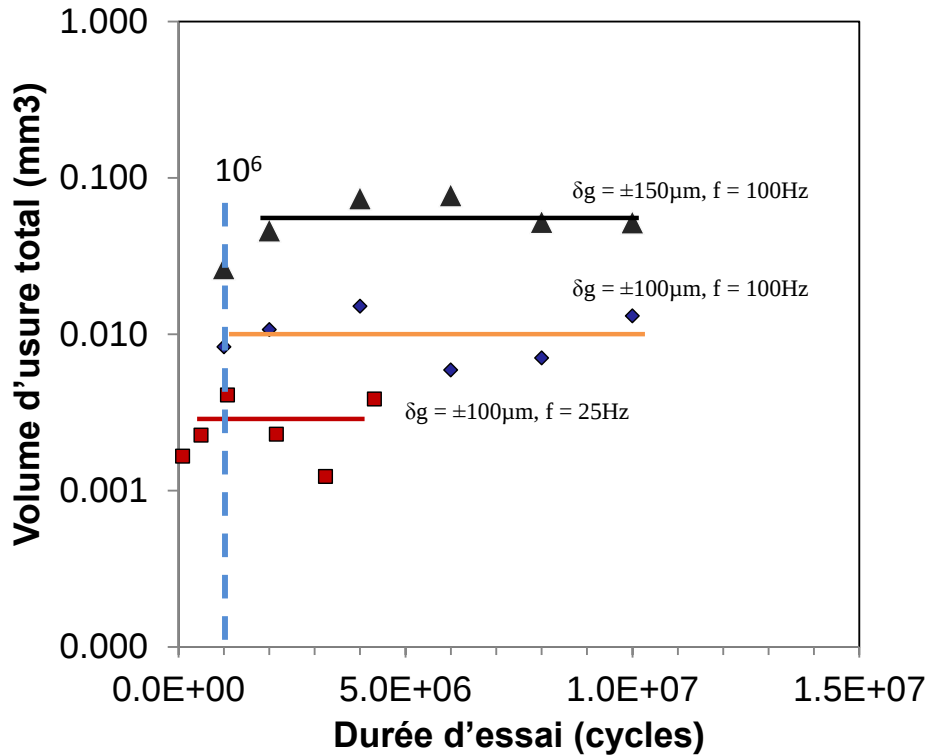


Figure V.14 : Evolution du volume d'usure total en fonction de la durée de l'essai pour chaque condition de fretting à 700°C.

Là encore, on observe une évolution bilinéaire avec une augmentation très rapide au début, puis un plateau caractérisé par une très faible augmentation de l'usure. On remarque par ailleurs que l'augmentation de la fréquence et du débattement augmentent de façon significative le volume d'usure seuil (plateau) relatif à la constitution de la glaze layer. On note aussi que des usures mesurées après 10^6 cycles permettent de caractériser le volume seuil équivalent au V_{GL} associé à la formation de la Glaze Layer et au plateau du régime stabilisé. Ainsi, dans la suite de l'étude, nous allons nous focaliser sur l'évolution de ce volume d'usure V_{seuil_GL} caractérisant le plateau de la phase stabilisée (B). Ainsi, dans la suite de l'étude, nous fixerons la durée de nos essais à 10^6 cycles.

Il est important de souligner que le V_{seuil_GL} ne caractérise pas la cinétique d'usure mais plutôt le V_{seuil} d'usure requis pour constituer une Glaze Layer.

Il est probable que le nombre de cycles pour constituer cette glaze layer est très inférieur à 10^6 cycles. En effet, l'analyse du frottement montre une stabilisation du coefficient de frottement à 0,4 avant 3000 cycles, simplement dans la mesure où le plateau de la phase (B) est horizontal (usure très faible), on peut considérer que le volume d'usure obtenu à 10^6 cycles est bien représentatif du volume d'usure associé à la constitution de la glaze layer (V_{seuil_GL}).

Pour identifier la cinétique d'usure dans le régime stabilisé (le plateau), il faudrait coupler à la valeur mesurée à 10^6 cycles, des volumes d'usure mesurés à 10^7 cycles voire 10^8 cycles. Cela n'a pas été possible dans le cadre de cette étude. Dans la suite de ce travail, nous allons examiner l'influence de la fréquence, du débattement et de l'effort normal appliqué vis-à-vis de la constitution de la GL. ($V_{GL} = V_{10^6 \text{ Cycles}}$).

IV. Influence de la fréquence sur le V_{GL} volume d'usure associé à la formation de la GL ($V_{GL} = V_{10^6 \text{ Cycles}}$)

Nos travaux montrent qu'à faible fréquence (25 Hz), la dynamique d'usure du contact Waspaloy/René 125 est très faible. Or, l'expertise des contacts industriels montre des usures significatives. Une hypothèse serait que les fréquences imposées dans les contacts industriels, plus élevées, de l'ordre de 100 Hz, dégradent la tenue de la glaze layer et augmentent la dynamique d'usure du contact René125 /Waspaloy à 700°C. Pour analyser ce point, une campagne d'essais en fonction de la fréquence a été réalisée. Les conditions testées sont $P=67\text{N}$, rayon de sphère du Waspaloy [W] $R=12.7 \text{ mm}$, $\delta g = \pm 100 \mu\text{m}$, $T=700^\circ\text{C}$, $N=10^6$ cycles et $f=25, 40, 50, 60, 75, 90, 100$ et 120 Hz .

La Figure V.15 trace l'évolution du coefficient de frottement moyen calculé sur la durée totale des essais en fonction de la fréquence appliquée.

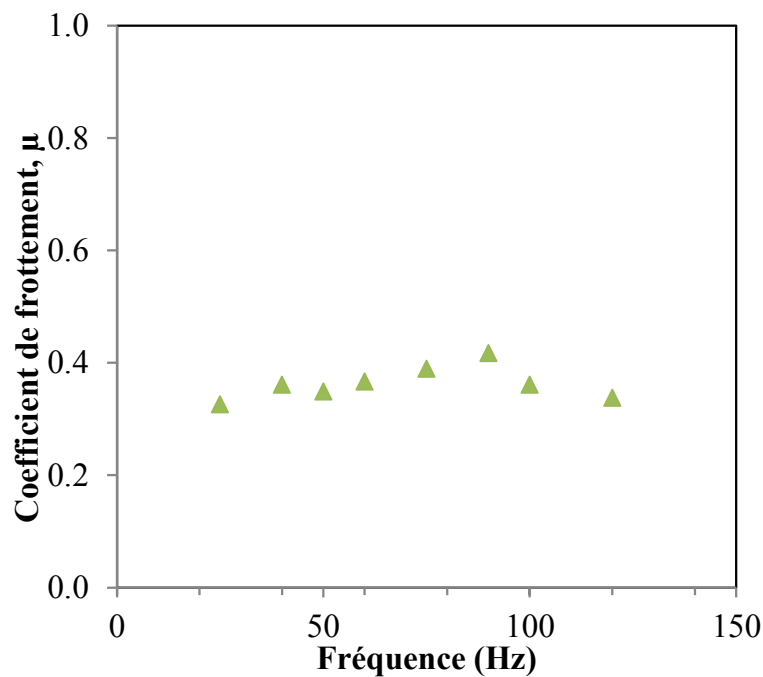


Figure V.15 : Evolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la fréquence. Contact W/R (sphère/plan), $P=67\text{N}$, rayon de sphère $R=12.7 \text{ mm}$, $\delta g = \pm 100 \mu\text{m}$, $T=700^\circ\text{C}$, $N=10^6$ cycles.

Le coefficient de frottement est pratiquement constant, il est de l'ordre de 0,4, ce qui confirme la formation d'une glaze layer limitant le processus d'usure même à très haute fréquence.

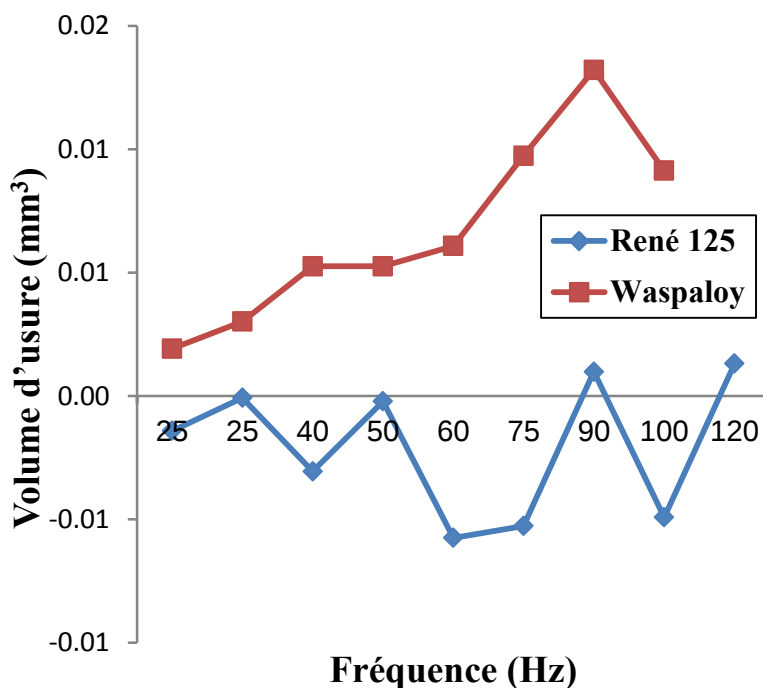


Figure V.16 : Evolution des volumes d'usure mesurés sur le plan René125 V[R] et au niveau des poinçons en Waspaloy $V[W]=V(o)[W]$ (Contact W/R (sphère/plan), $P=67N$, rayon de sphère $R=12.7$ mm, $\delta g = \pm 100$ μm , $T=700^{\circ}C$, $N=10^6$ cycles)

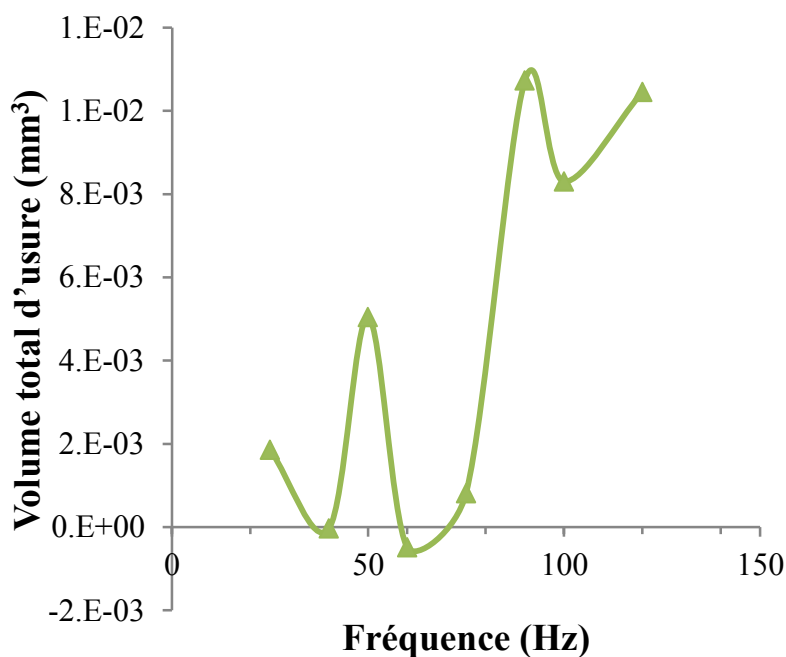


Figure V.17: Evolution des volumes d'usure total du système $V = V[R]+V[W]$ (Contact W/R (sphère/plan), $P=67N$, rayon de sphère $R=12.7$ mm, $\delta g = \pm 100$ μm , $T=700^{\circ}C$, $N=10^6$ cycles).

L'analyse du volume d'usure du poinçon Waspaloy présente une évolution linéaire. En effet l'usure mesurée sur la surface des poinçons augmente linéairement avec la fréquence. On peut donc supposer que l'augmentation de la fréquence accentue l'usure du contre corps en Waspaloy, et que l'usure de ce matériau se traduit certes par une éjection de matière de l'interface, mais aussi par l'augmentation de

la matière transférée sur les plans en René125 (développement de la couche de glaze layer). L'évolution du volume d'usure total est relativement chaotique en raison du caractère aléatoire des processus de transfert du Waspaloy sur le plan René125. Cependant on observe une augmentation globale de l'usure au sens de l'élimination de la matière au sein de l'interface. Ainsi l'usure totale à 100 Hz est quatre fois supérieure à celle mesurée à 25 Hz.

L'effet de la vitesse de glissement ne peut être généralisé, il dépend fortement du mécanisme d'usure et dans notre cas de la présence de la glaze layer. En effet, le fait que la cinétique d'usure augmente avec l'augmentation de la fréquence (figure V.17), laisse déduire que cette dernière fragilise la tenue de la glaze layer et/ou rend plus difficile sa formation.

Cette dernière hypothèse est assez cohérente avec le processus de formation de la glaze layer. En effet, avant d'être formée, un lit de débris plus ou moins pulvérulent est présent entre les surfaces. En augmentant la fréquence (vitesse de glissement), les débris seront plus facilement éjectés. Ainsi, il sera nécessaire d'user plus les surfaces pour accumuler la quantité de débris requise pour générer la glaze layer.

V. Effet de l'effort normal sur le volume d'usure requis pour la constitution de la GL

Pour étudier l'influence de l'effort normal sur le volume $V_{\text{seuil_GL}}$, nous avons conservé les conditions suivantes $\delta g = \pm 100 \mu\text{m}$, $T = 700^\circ\text{C}$, $N = 10^6$ cycles, $f = 100\text{Hz}$.

Pour l'interface S/P de référence, on étudie l'effet de l'effort normal en variant F_N de 30 à 80 N. La figure V.18 trace l'évolution du coefficient de frottement en fonction de l'effort normal. On observe une évolution très stable avec des valeurs du coefficient de frottement allant de 0,25 à 0,38. Ceci montre que la loi de frottement de la glaze layer est indépendante de la pression de contact imposée.

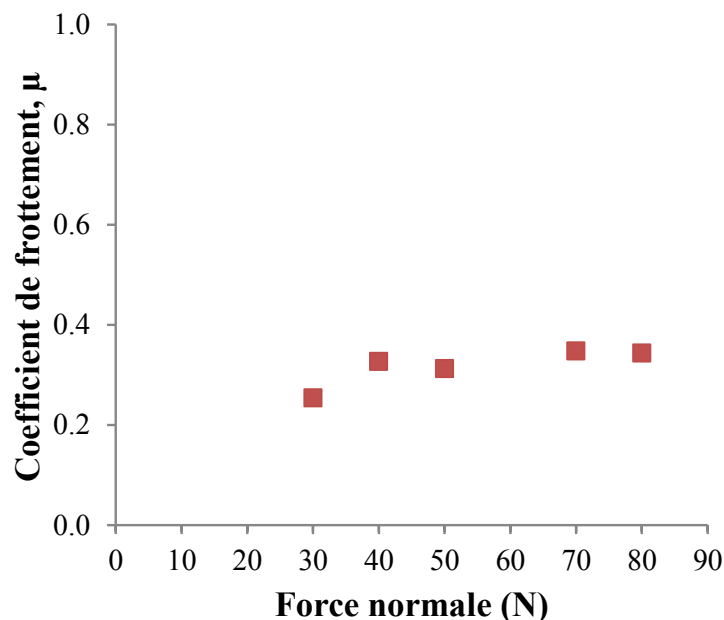


Figure V.18 : Evolution du coefficient de frottement en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu\text{m}$, $T = 700^\circ\text{C}$, $N = 10^6$ cycles, $f = 100 \text{ Hz}$).

L'analyse des volumes d'usure du waspaloy et du René125 montrent une évolution quasi linéaire pour les deux contre-corps (figure V.19). Il y a bien une usure de la surface René125 même si l'usure du waspaloy est très supérieure (facteur 3). L'augmentation quasi linéaire de l'usure du contre-corps montre que des transferts du Waspaloy sur le plan René125 soient activés. Aussi, contrairement aux études précédentes, (effet de la fréquence), on montre qu'une augmentation de l'effort normal engendre une usure non négligeable de la surface du René125.

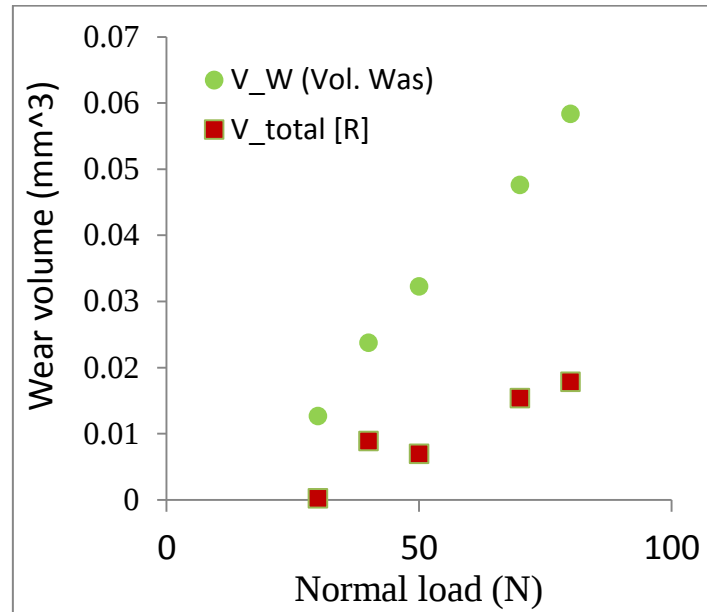


Figure V.19: Evolution du volume d'usure des premiers corps en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100 Hz$).

La dégradation des deux surfaces est confirmée par les observations optiques montrées sur la figure V.20.

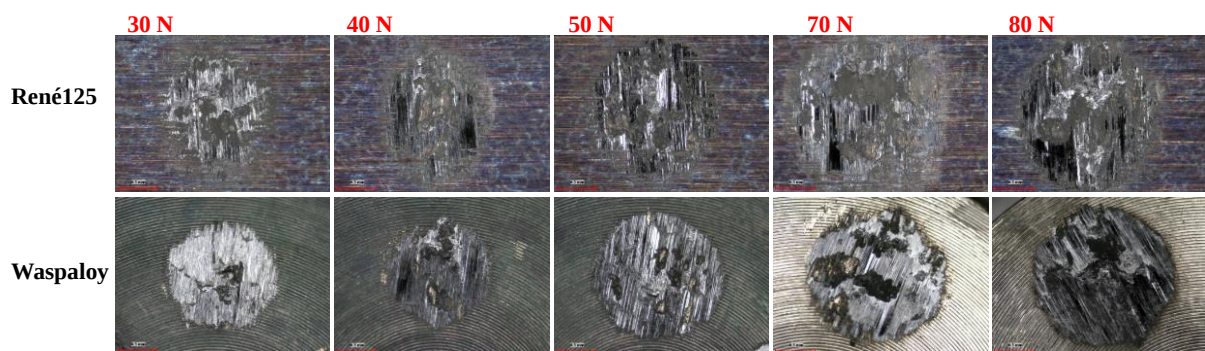


Figure V.20: Observation optique des traces d'usure en fonction de la force normale appliquée.

Le fait que l'augmentation de la force normale favorise l'usure du René125, qui, pour des plus faibles pressions ne semble pas être observée (processus de protection via le transfert sur le René125). Cela s'accorde avec les travaux de Stott et Jordan [91], c.-à-d. l'augmentation de l'effort normal finit par dégrader la surface du René125 même si une couche de glaze layer est formée.

Là encore on peut considérer la réponse transitoire de l'interface avant la constitution d'une glaze layer protectrice, pour expliquer l'usure significative du René125 en appliquant des efforts normaux plus élevés.

Comme précisé, la formation de la glaze layer implique dans un premier temps la formation de débris métalliques, qui vont être broyés, affinés et oxydés avant d'être compactés (frittés), pour former une glaze layer.

A faible pression, l'usure se rapporte essentiellement sur le Waspaloy. Cependant, si les interactions et les contraintes imposées aux surfaces deviennent plus sévères, en augmentant l'effort normal, l'usure du René125 devient effective même si elle reste inférieure à celle du Waspaloy.

La figure V.21 montre une évolution linéaire de l'usure totale en fonction de la force normale avec une très faible dispersion.

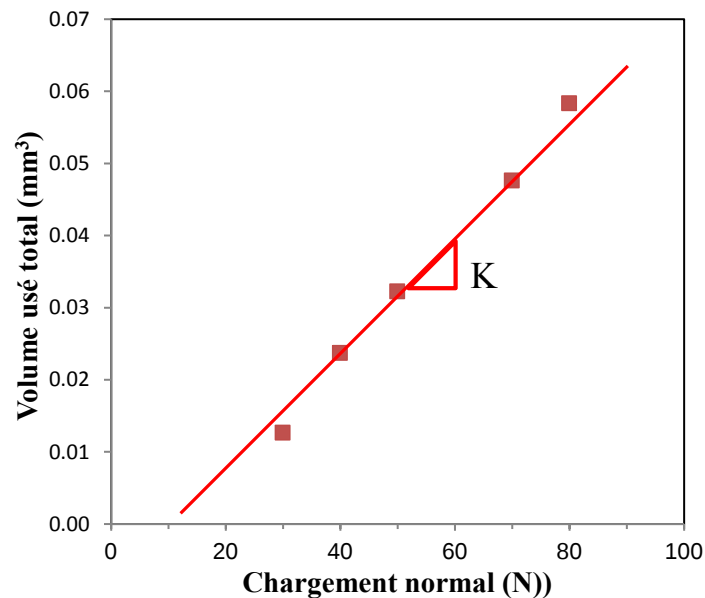


Figure V.21 : Evolution du volume d'usure total en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^{\circ}C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100Hz$).

En conclusion, plus l'effort normal imposé sera important plus l'usure requise pour générer la glaze layer sera significative. On peut aussi souligner que l'augmentation de l'effort normal en augmentant l'aire de contact implique un volume V_{GL} plus important avant d'atteindre la phase de stabilisation B.

Ce point est d'ailleurs confirmé par la figure V.22 qui présente une évolution asymptotique du rayon de la trace de frottement avec l'effort normal.

Cependant, il faut relativiser cette corrélation, car en réalité l'extension très rapide de l'aire de contact induite par l'usure des surfaces ne permet pas de considérer une description hertzienne de l'interface. L'hypothèse la plus probable est que plus les chargements sont sévères plus l'usure des surfaces avant la formation de la glaze layer est significative.

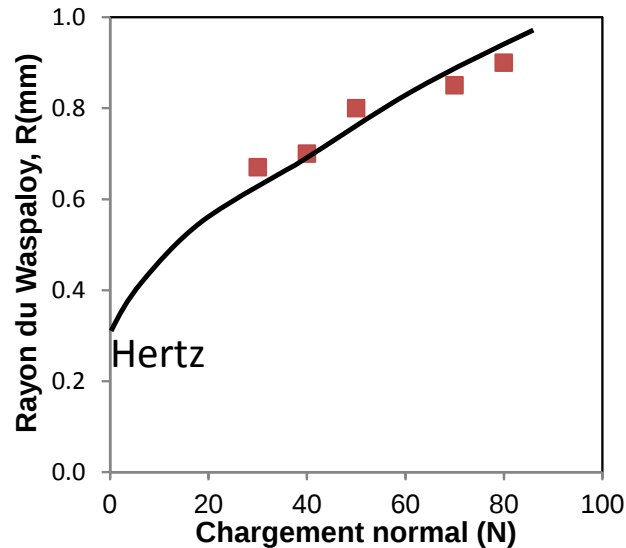


Figure V.22: Evolution de la taille des traces en fonction de la force normale appliquée ($\delta g = \pm 100 \mu m$, $T=700^\circ C$, $N=10^6$ cycles, $f = 100 Hz$).

VI. Effet de l'amplitude de glissement

La figure V.23 montre très clairement que pour un même effort normal ($P = 67 N$) et pour une même fréquence ($100 Hz$), l'augmentation de l'amplitude de glissement induit une augmentation de l'usure V_{GL} associée à la constitution de la Glaze Layer.

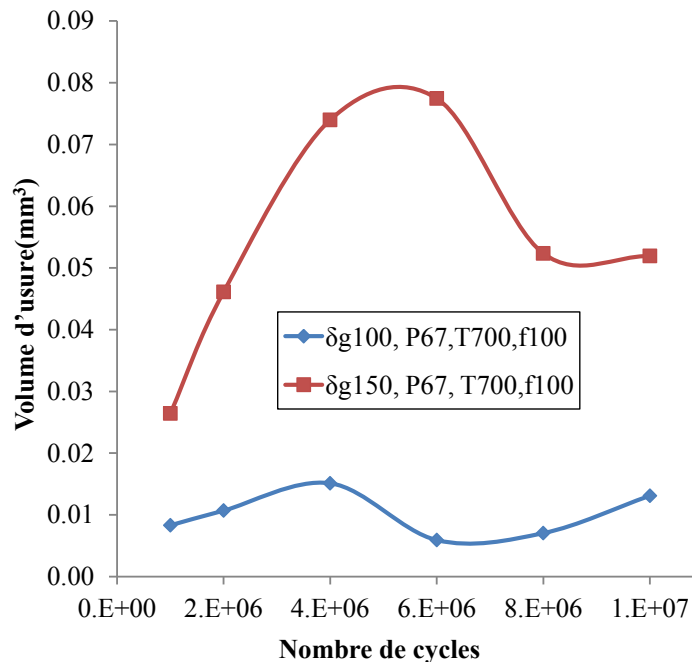


Figure V.23 : Evolution de l'usure en fonction du nombre de cycles pour $\delta g = \pm 100 \mu m$ et $\delta g = \pm 150 \mu m$.

Ainsi, on note un facteur 6 au niveau du plateau d'usure du régime stabilisé alors que l'amplitude de glissement n'a été augmentée que de $50 \mu m$.

Pour mieux étudier cet aspect, on complète l'analyse en conservant $P = 67\text{N}$, $f = 100\text{ Hz}$, $T = 700\text{ °C}$, $N_c = 10^6$ cycles et en faisant varier l'amplitude de glissement.

La figure V.24 compare les coefficients de frottement moyens obtenus en fonction de l'amplitude de glissement imposée. Les valeurs sont toutes stabilisées autour de 0,4

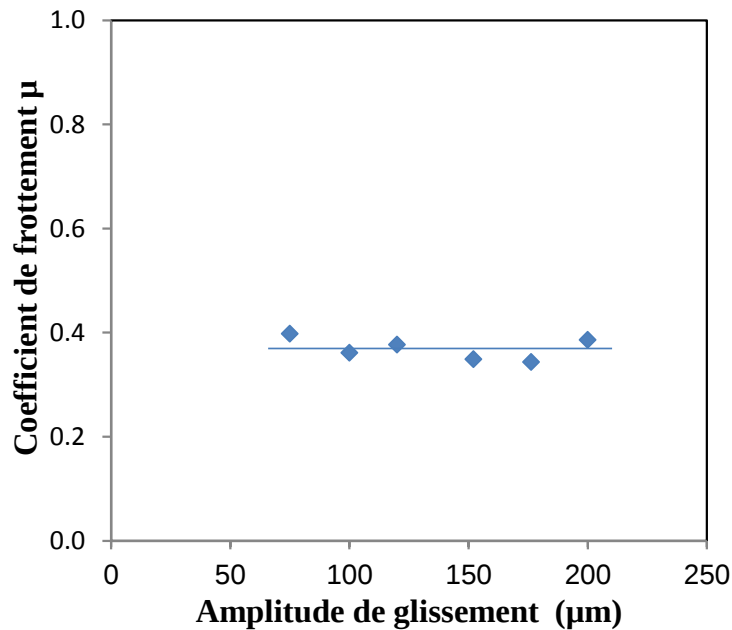


Figure V.24. Evolution du coefficient de frottement en fonction de l'amplitude de glissement appliquée [$P = 67\text{N}$, $f = 100\text{Hz}$, $T = 700\text{°C}$, et $N_c = 10^6$ cycles].

La figure V.25 compare l'évolution du volume d'usure en fonction de l'amplitude glissement imposée.

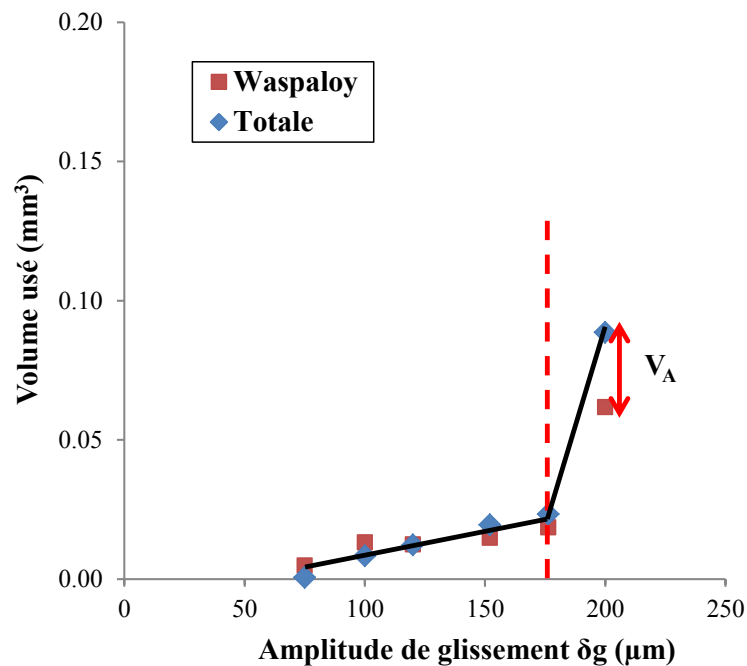


Figure V.25 : Evolution de l'usure du Waspaloy et de l'usure totale du système [$P = 67\text{N}$, $f = 100\text{Hz}$, $T = 700\text{°C}$, et $N_c = 10^6$ cycles].

On observe une évolution bilinéaire avec deux régimes I et II. La transition est observée pour une amplitude $\delta g_T = \pm 175 \mu m$. Pour $\delta g < \delta g_T$ on identifie une augmentation linéaire assez faible du volume V_{GL} , telle que $\alpha_{I(VG)} = K \cdot \delta g$

Au-delà de δg_T on note une augmentation très rapide du volume V_{GL} . La figure V.26 compare les volumes d'usure relatifs du Waspaloy et du René125.

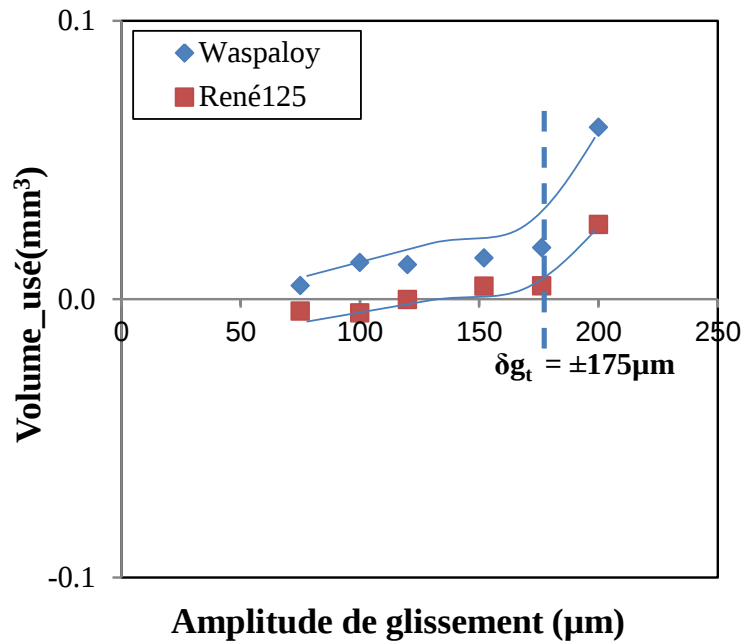


Figure V.26 : Evolution de l'usure du Waspaloy et du René125 [$P = 67N$, $f = 100Hz$, $T = 700^{\circ}C$, et $N_c = 10^6$ cycles].

On remarque que dans le régime I, l'essentiel de l'usure provient essentiellement du Waspaloy. A partir de δg_T l'usure du Waspaloy et surtout celle du René125 deviennent significatives. Cela permet d'expliquer la discontinuité de l'usure associée au régime II ($\delta g > \delta g_T$).

Pour mieux interpréter ces évolutions on observe les traces d'usure obtenues. (Figures V.27 et V.28).

Les profils 3D montrent que jusqu'à $\delta g = \pm 120 \mu m$, il n'y a pas d'usure du plan René125, et on note d'important transfert (glaze layer) en provenance du Waspaloy. A partir de $\delta g = \pm 135 \mu m$ on note la présence d'une usure au centre de la trace du plan avec toujours d'important transferts en couronne. A partir de $\delta g = \pm 150 \mu m$ les transferts deviennent négligeables et on note une usure du plan qui devient significative après $\delta g = \pm 200 \mu m$.

L'analyse de ces résultats nous permet de formuler l'hypothèse suivante :

$\delta g < \delta g_T$: la constitution de la Glaze Layer à partir des transferts et de la composition des oxydes issus des débris d'usure du Waspaloy est stable et rapide. Ainsi, on note une légère augmentation du volume V_{GL} d'usure associée en raison de l'extension de l'aire de frottement induite par l'augmentation de l'amplitude de glissement.

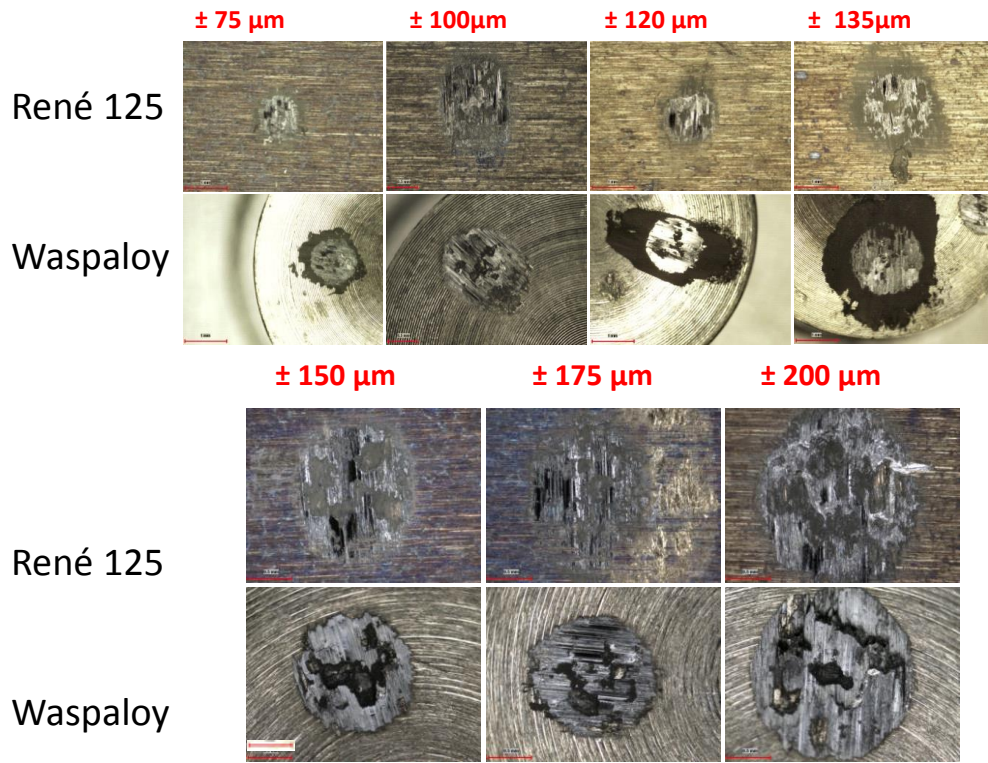


Figure V.27 : Observation microscopique des traces d'usure sur le René125

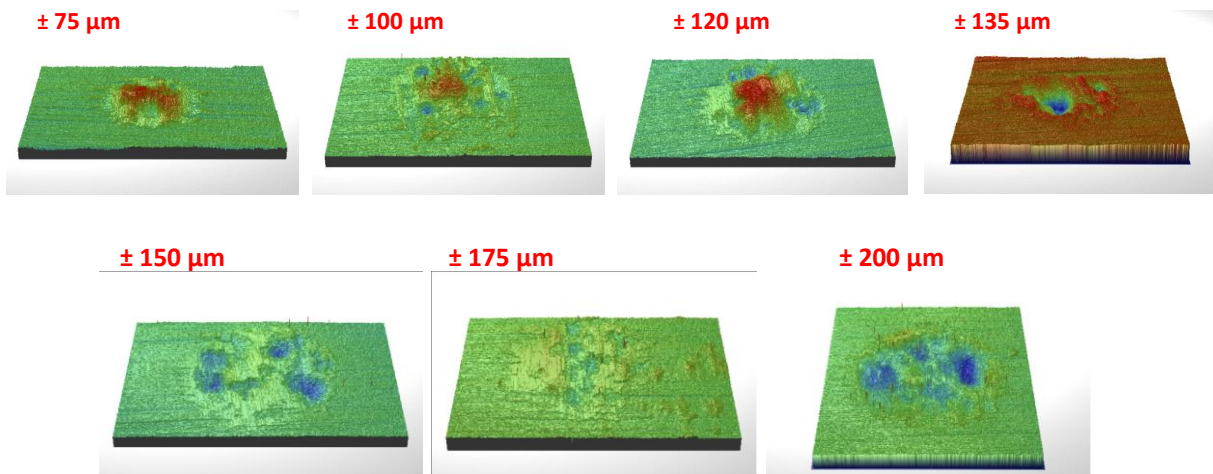


Figure V.28 : Observation 3D des traces d'usure sur le René125 [$P = 67N$, $f = 100Hz$, $T = 700^{\circ}C$, et $N_c = 10^6$ cycles].

Si on considère que l'épaisseur de la glaze layer est constante h_{GL} , alors on peut exprimer l'évolution du volume d'usure illustrée par la figure V.29 en fonction de l'amplitude de glissement

$$V = V_0 + H_{\delta g} \times (\delta g - \delta_{g-a}) = V_{\phi} + H_{\delta g} \times \delta_{g.ref} \quad (V.3)$$

Avec V_ϕ aire initiale, et δ_{g-a} l'amplitude dite d'activation qui va induire le processus d'usure et de formation de la Glaze Layer. Le coefficient $H_{\delta g}$ dépendra alors du rayon de la trace de fretting.

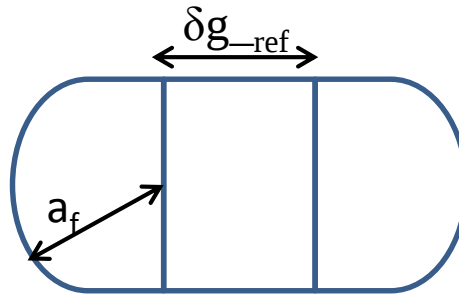


Figure V.29 : Illustration de l'évolution du volume d'usure en fonction de l'amplitude de glissement

Soit $H_{\delta g} = 2.a \times h_{GL}$

On calcule une pente $H_{\delta g} = 2,46.10^5 \mu m^2$

On déduit $h_{GL(th)} = \frac{H_{\delta g}}{2a_f} = 6,91 \mu m$

Cette valeur est cohérente avec les épaisseurs observées en profilométrie 3D.

$h_{GL_exp} = 5,95 \mu m$

Le tableau V.3 montre l'évolution du rayon des traces obtenues en fonction de l'amplitude de glissement.

$\delta g (\pm \mu m)$	R (Trace Wasp.-mm)
75	0,53
100	0,68
120	0,67
135	0,9
150	0,7
175	0,74
200	1

Tableau V.3 : Evolution des rayons des traces d'usure obtenues en fonction de l'amplitude de glissement.

Pour les amplitudes supérieures à $\delta g_t = \pm 175 \mu m$, la formation et le maintien des glaze layers deviennent instables. La surface du René15 est moins bien protégée et on observe une usure significative qui traduit une extension importante du volume d'usure V_{GL} . Ainsi, pour des amplitudes de glissement telle que $\delta g_t > 175 \mu m$, la glaze layer finit par se dégrader et donne lieu à une rupture de la couche protectrice. Ceci va alors induire une augmentation plus rapide de la cinétique d'usure.

Un deuxième effet de l'augmentation de l'amplitude de glissement est de faciliter l'éjection des premiers débris métalliques formés dans l'interface. Aussi, il sera nécessaire d'user plus les surfaces pour accumuler un volume suffisant des débris dans l'interface permettant la constitution d'une glaze layer. On peut supposer que l'évolution rapide du volume d'usure V_{GL} après $\pm 175 \mu m$ soit liée à cet effet.

VII. Effet couplé de la force normale et de l'amplitude de glissement :

Dans cette partie de notre étude, nous avons cherché à étudier l'effet combiné de l'amplitude de glissement et de la force normale appliquée. Pour une charge normale fixée, on fait varier l'amplitude de glissement avec une gamme allant de 75 μm jusqu'à 200 μm . Le but est donc de voir l'évolution de l'usure en fonction de la variation de ces deux paramètres, tout en fixant la fréquence, la température et la durée de l'essai (10^6 cycles). Le récapitulatif des conditions opératoires est donné dans le tableau V.4:

T (°C)	700
f (Hz)	100
F (N)	34- 67- 100
N (cycles)	1.10^6
δg ($\pm \mu\text{m}$)	75 --> 200
R (Wasp- mm)	12,7

Tableau V.4 .Données opératoires.

L'évolution de l'usure totale du système est illustrée dans la figure V.30 :

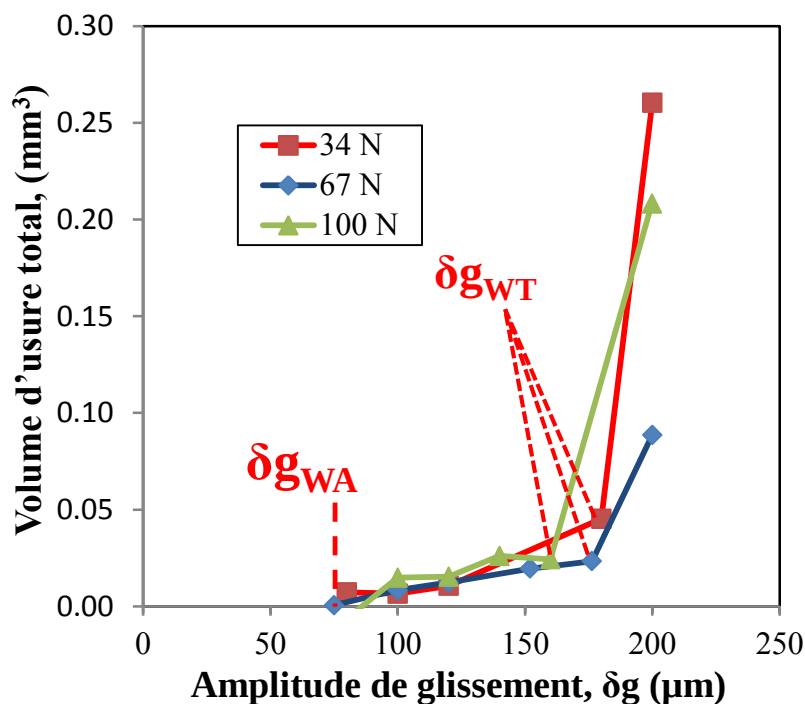


Figure V.30. Evolution de l'usure totale du système en fonction de l'effet combiné de la charge normale et de l'amplitude de glissement [$f = 100\text{Hz}$, $T = 700^\circ\text{C}$, et $N_c = 10^6$ cycles].

L'étude couplée de l'effort normal et de l'amplitude de glissement confirme la discontinuité à $\delta g_{WT} = \pm 175 \mu\text{m}$ (amplitude de glissement associée au **Wear Transition**), qui semble indépendante de l'effort normal : on confirme une évolution bilinéaire avec une évolution lente relative à l'extension de la surface frottée pour $\delta g < \delta g_{WT}$, puis une augmentation très rapide pour $\delta g > \delta g_{WT}$. L'hypothèse la plus probable est qu'au-dessus de δg_{WT} le processus d'éjection du 3^{ème} corps est accéléré, la cinétique

de formation de la glaze layer est ralentie, en conséquence l'usure requise pour générer cette dernière est augmentée.

On montre aussi qu'en dessous de $\delta g_{WA} = \pm 75 \mu m$ (amplitude de glissement associée au **Wear Activation**), l'usure est négligeable. Le seuil d'activation de l'usure δg_{WA} semble indépendant de l'effort normal appliqué et dépend uniquement de l'amplitude de glissement.

L'amplitude $\delta g_{WT} \approx 175 \mu m$ semble elle aussi indépendante de l'effort normal. On note cependant que l'augmentation de l'effort normal tend à diminuer légèrement δg_{WT} . L'amplitude de transition la plus importante est observée pour 34N. cela veut dire qu'une pression plus importante, en compactant mieux le lit de débris, favorise le maintien du 3^{ème} corps et la glaze layer dans l'interface.

Cette conclusion est confirmée par l'extension de l'usure maximale. En effet, il est surprenant d'observer que pour $\delta g > \delta g_{WT}$ l'usure maximale est alors observée pour le chargement le plus faible. En reprenant l'hypothèse d'un processus d'éjection accentué des débris d'usure avant formation de la glaze layer, on peut supposer qu'une réduction de la pression de contact réduit le compactage des débris sous l'interface, qui, de ce fait, pourront plus facilement être éjectés. Ainsi, l'éjection des débris est facilitée par l'augmentation de l'amplitude de glissement mais aussi par la réduction de la pression de contact. La cinétique de formation de la glaze layer est ralentie et l'usure totale est fortement augmentée.

Une autre hypothèse pour expliquer cette remontée de l'usure pour $P = 100N$ pourrait être attribuée à l'augmentation des « flash-temperature » au sein de l'interface comme évoqué par Rabinowicz [84]. L'augmentation de la pression pourrait augmenter la température dans l'interface qui faciliterai la formation de la glaze layer induisant une réduction de δg_{WT} .

Globalement, les valeurs trouvées de δg_{WT} sont très proches et nous pouvons conclure que l'effet de la force normale est un second ordre comparé à celui de l'amplitude de glissement.

VIII. Analyse en fonction de la vitesse de glissement :

La figure V.31 trace l'évolution de l'usure en fonction de la vitesse de glissement en combinant l'ensemble des résultats obtenus à 700°C. On met clairement en évidence une courbe maîtresse caractérisée par une faible vitesse d'usure pour $V < V_{th} = 72 \text{ mm/s}$ et une augmentation significative de la cinétique d'usure pour $V > V_{th} = 72 \text{ mm/s}$.

La combinaison des résultats obtenus à fréquence constante pour différentes amplitudes de glissement et à amplitude constante pour différentes fréquences suggère que le facteur clef qui contrôle la cinétique d'usure est bien la vitesse de glissement. Pour confirmer ce résultat, il serait intéressant d'étudier des fréquences plus élevées combinées à des amplitudes plus importantes de façon à conforter cette courbe maîtresse de constitution de la glaze layer en fonction de la vitesse de glissement pour des vitesses supérieures à V_{th} .

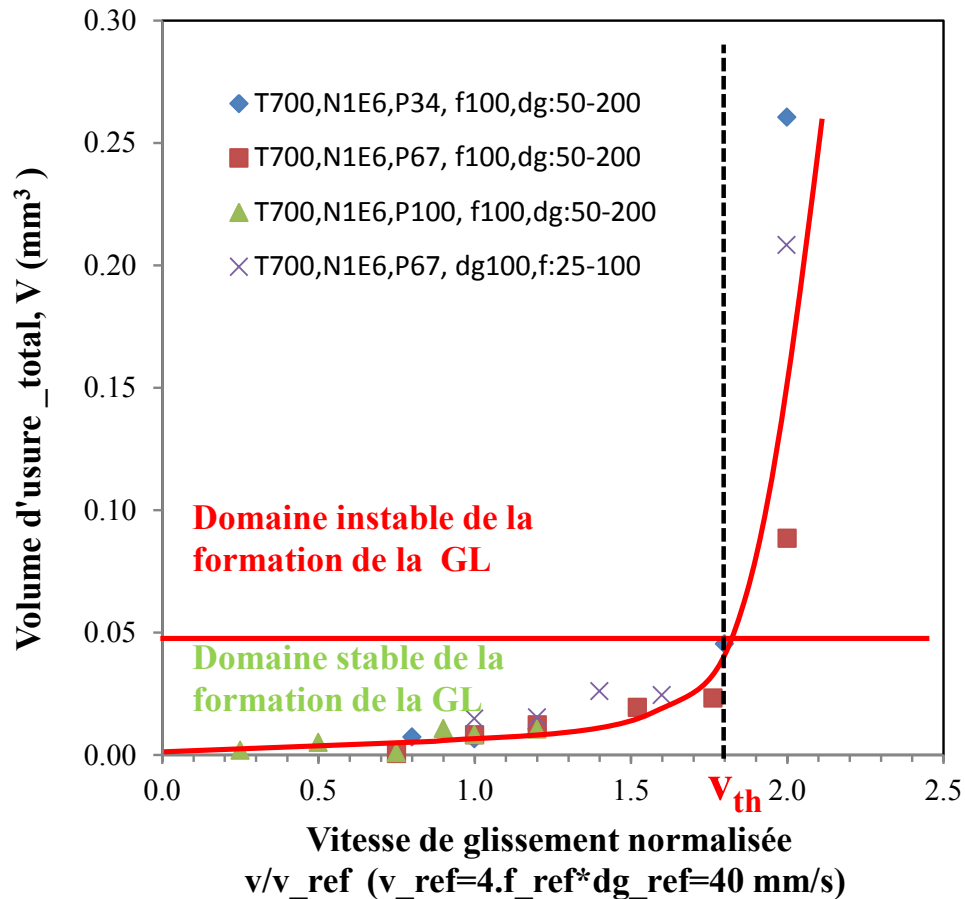


Figure V.31 : Evolution du volume d'usure du couple Waspaloy/René 125 en fonction de la vitesse de glissement normalisée.

Ce résultat montre que la constitution de la glaze layer devient plus difficile lorsque la vitesse de glissement imposée dans l'interface devient supérieure à un certain seuil $V_{th} = 1.8 \times 40 = 72 \text{ mm/s}$. Une hypothèse pour $V > V_{th}$, serait que l'énergie cinétique apportée aux débris d'usure devient suffisante pour les éjecter de l'interface. La quantité des débris maintenue dans l'interface devenant trop faible, la formation de la glaze layer devient plus difficile. Ainsi, l'usure associée à la formation de la glaze layer V_g augmente d'une façon critique.

✓ Approche énergétique :

L'objectif de cette analyse est de formaliser l'usure associée à la formation de la glaze layer dans le domaine stable $V < V_{th}$. De façon à corréler les différentes conditions de chargement étudiées. On relie l'évolution du volume d'usure à l'énergie de frottement dissipée dans l'interface (Figure V.32). On met en évidence une évolution linéaire avec un très bon coefficient de régression, soit :

$$V = \alpha_A \cdot \sum E d + V_\phi \quad \text{Avec } \alpha_A = 1,02 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3 / J \quad \text{et} \quad V_\phi = 4,4 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3.$$

Cette corrélation n'est vérifiée que parce que le nombre de cycle considéré $1 \cdot 10^6$ est en fait très proche de N_{GL} . En effet, si on avait considéré des nombres de cycles plus importants dans le régime II, alors la linéarité n'allait plus être respectée car le volume d'usure serait resté constant alors que l'énergie dissipée aurait augmenté de façon significative. La linéarité observée pour des essais à $1 \cdot 10^6$ cycles traduit bien la phase transitoire I de formation de la glaze layer.

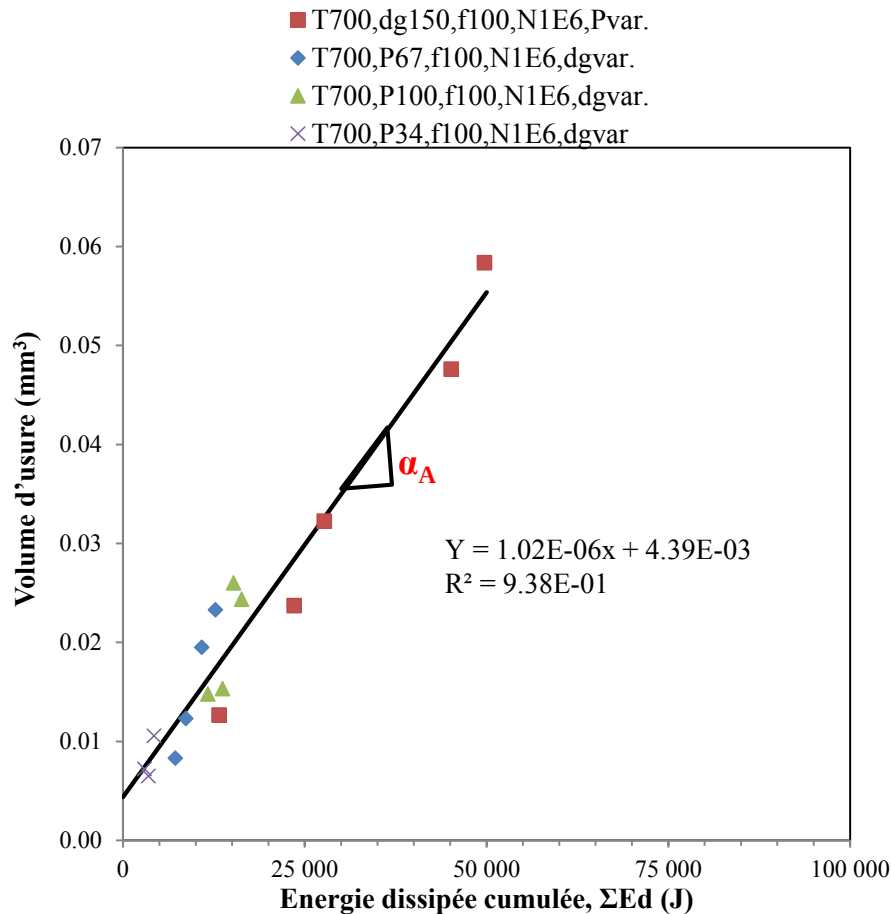


Figure V.32. Evolution de l'usure en fonction de l'énergie dissipée ($\delta g < \delta g_{wt}$).

Ainsi, on montre que la formation de la glaze layer dans le régime stable tel que $V < V_{th}$ peut être quantifiée au travers d'une dépendance de l'énergie de frottement dissipée dans l'interface.

IX. Effet couplé de la température (700°C/500°C) et de l'amplitude de glissement :

Pour étudier la stabilité de la glaze layer dans le domaine dit d'activation ($T > 400^\circ\text{C}$), on compare l'évolution du volume d'usure en fonction de l'amplitude de glissement pour deux conditions de température : la référence 700°C (III) et une température plus basse, plus proche du domaine d'instabilité (II), soit 500 °C. L'analyse montre qu'en diminuant la température, on observe une augmentation significative de l'usure (figure V.33).

On retrouve bien une évolution bilinéaire avec un maintien de glissement induisant une faible extension du V_{GL} , puis une transition telle que $\delta g > \delta g_{wt}$, caractérisée par une forte augmentation de V_{GL} . Cependant, l'amplitude de transition de l'ordre de $\pm 175\mu\text{m}$ pour 700°C est réduite à $\delta g_{wth} = \pm 125\mu\text{m}$ pour $T = 500^\circ\text{C}$.

Le volume d'activation de l'usure commence comme pour 700°C à $dg_{wa} = \pm 75\mu\text{m}$. On peut donc déduire qu'une réduction de la température dans le domaine III a tendance à réduire la cinétique de formation de la glaze layer. Il faut plus d'usure pour arriver à constituer une glaze layer stable.

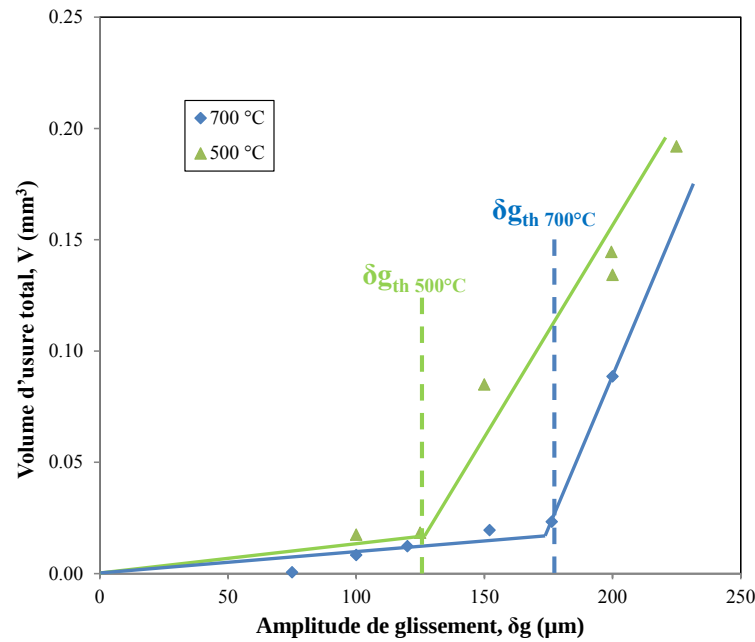


Figure V.33. Evolution de l'usure en fonction de l'effet combiné : Température (500°C/700°C) et amplitude de glissement.

Aussi la réduction de la température dans le domaine (III) rend moins stable la formation de la glaze layer et réduit le rendement énergétique de la formation de la glaze layer.

X. Synthèse :

L'analyse du contact René125/Waspaloy à 700°C montre que l'usure associée à la constitution de la glaze layer V_{GL} dépend des conditions de sollicitation.

Ainsi, pour des interfaces soumises à des vitesses de glissement inférieur à un seuil $V_{th} = 72$ mm/s, les débris d'usure restent plus facilement dans l'interface. La formation de la glaze layer est facilitée et l'usure requise pour constituer la glaze layer reste relativement faible. On montre que l'évolution du volume d'usure associée à la constitution de cette dernière est proportionnelle à l'énergie de frottement dissipée dans l'interface. En revanche, si la vitesse de glissement est supérieure à $V_{th} = 72$ mm/s, l'énergie cinétique apportée aux débris d'usure initiaux facilite leur éjection du contact, la constitution de la glaze layer est plus difficile ce qui fait que l'usure V_g associée à la constitution de la glaze layer augmente très fortement.

Outre l'effet de la vitesse de glissement sur l'établissement de la glaze layer, nous avons étudié l'influence de la température dans le domaine III ($T > T_{tr} = 400^\circ C$).

L'étude de l'évolution du V_g en fonction de l'amplitude de glissement δg à 500°C confirme une évolution bilinéaire similaire à celle observée à 700°C. Cependant, la transition associée à l'augmentation rapide de la cinétique d'usure qui était de l'ordre de $\pm 175 \mu m$ à 700°C est réduite à $\delta g = \pm 125 \mu m$ à 500°C.

Ainsi, même dans le domaine III on montre qu'une réduction de la température ralentit la formation de la glaze layer, ce qui a pour conséquence de diminuer la vitesse seuil de glissement (c.-à-d. l'amplitude de débattement à fréquence constante) au-dessus de laquelle la formation de la glaze layer est plus instable.

Indirectement ce résultat souligne l'effet de la température sur la vitesse de formation et potentiellement sur le comportement cohésif de la glaze layer. En diminuant la température, les débris

d'usure sont potentiellement moins adhésifs à l'interface, de sorte qu'ils seront plus facilement éjectés. Ceci explique la réduction de δg_{th} et potentiellement le V_{th} . Ainsi, on comprend mieux qu'un volume d'usure V_{GL} plus important est requis afin de pouvoir former une glaze layer au-dessus de ces seuils à 500°C.

*Chapitre VI : Analyse du processus de
formation des Glaze Layers : essais
interrompus*

I. Introduction:

Lorsque les alliages sont utilisés dans des conditions de hautes températures, dans un milieu oxydant, il est préférable qu'ils puissent développer leur propre « protection » leur permettant de s'auto-lubrifier. C'est la caractéristique des glaze layers. En plus de la protection contre l'usure et l'abrasion, elles peuvent assurer une protection contre le fretting fatigue [63, 92].

La réduction du fretting usure des alliages à haute température, dépend de la formation de la couche d'oxydes, qui dépend à son tour de ces conditions:

- Compactage des oxydes pour former une couche lisse brillante.
- Oxydes avec une structure type spinelle comme les alliages de nickel, chrome et fer.
- Dégradation de la sous-surface du métal pour assurer une réserve pour la formation du film.
- Un substrat résistant au fluage qui va être l'appui de la couche d'oxydes protectrice.

Comme d'autres études l'ont montré, le taux d'usure à haute température, peut ou bien diminuer ou bien augmenter, selon la nature des oxydes formés et les conditions opératoires du contact considéré. Les « forces motrices » thermodynamiques qui activent les réactions, la cinétique de ces réactions, et la microstructure, sont les facteurs qui peuvent influencer la réponse en usure de l'interface [93].

Korachi [94] a réalisé une étude sur les composants de la chambre de combustion, traitant des matériaux à base de cobalt, en faisant une comparaison en se basant sur la littérature, entre différents types de matériaux utilisés à haute température, il a étudié la température seuil au-delà de laquelle les glaze layers pouvaient être formées. Le Tableau VI.1 récapitule cette comparaison des différents matériaux étudiés.

Article	Matériaux utilisés	Température de formation de la glaze layer (GL)	Effet sur l'usure et le frottement
[95]	<i>Ti-Al/Ni based super alloys</i>	Transfert (RT à 200°C)	Diminution d'usure et du frottement
		Dégradation de GL (200°C à 550°C)	Augmentation d'usure et du frottement
[96]	Hastelloy Cpin/Cerium fluoride CeF_3	500°C → 700°C	Effet néfaste sur l'usure et le frottement
		T > 700°C	Couche protectrice de GL (oxydes CeO_2)
[97]	Ti-6Al-4V	De RT → 200°C	formation des débris
		200°C → 600°C	Couche protectrice
	Inconel 718	T > 600°C	Dégradation de la GL
		280°C	Formation de GL qd $\delta_g > 20\mu m$
[98]	Co-Ni alliages Hayens [25, 188 et 215]	540°C	Formation de la GL pour toutes les δ_g
			Formation de la GL protectrice à T > 540°C

Tableau VI.1 : comparaison entre différents matériaux utilisés à haute température en termes de la formation de la glaze layer et son influence sur le contact.

D'après ces données, on peut conclure que la formation de la couche protectrice dépend essentiellement des matériaux en étude. Il faut aussi noter que l'effet bénin ou néfaste de la glaze layer est directement lié à la nature des oxydes formés, qui sont à leur tour, dépendant des matériaux en question et des conditions opératoires.

II. Essais interrompus :

1. Conditions opératoires :

Le but de ce chapitre est de montrer les étapes de la formation de notre couche protectrice, résultat du fretting usure du René125 (substrat) contre le Waspaloy (contre-corps) à 700°C. Pour cela, la démarche suivie est de faire des essais interrompus d'une durée très courte et d'expertiser les traces de fretting obtenues. Comme on l'a déjà vu, la glaze layer se forme très rapidement à cette température. Le tableau VI.2 récapitule les conditions opératoires imposées pour chaque essai.

La figure VI.1 compare les faciès d'usure observés sur le plan en fonction de la durée de l'essai et du coefficient du frottement.

Colonne1	N (cycles)	durée	μ	F (N)	$\delta g (\pm \mu m)$	f (Hz)	T (°C)
essai 1	120	3 s	0,82	67	100	40	700
essai 2	400	10 s	0,88	67	100	40	700
essai 3	2120	53 s	0,92	67	100	40	700
essai 4	10 000	4 min	0,47	67	100	40	700
essai 5	100 000	40 min	0,39	67	100	40	700
essai 6	500 000	210 min	0,39	67	100	40	700

Tableau VI.2 : Récapitulatif des conditions opératoires des essais interrompus.

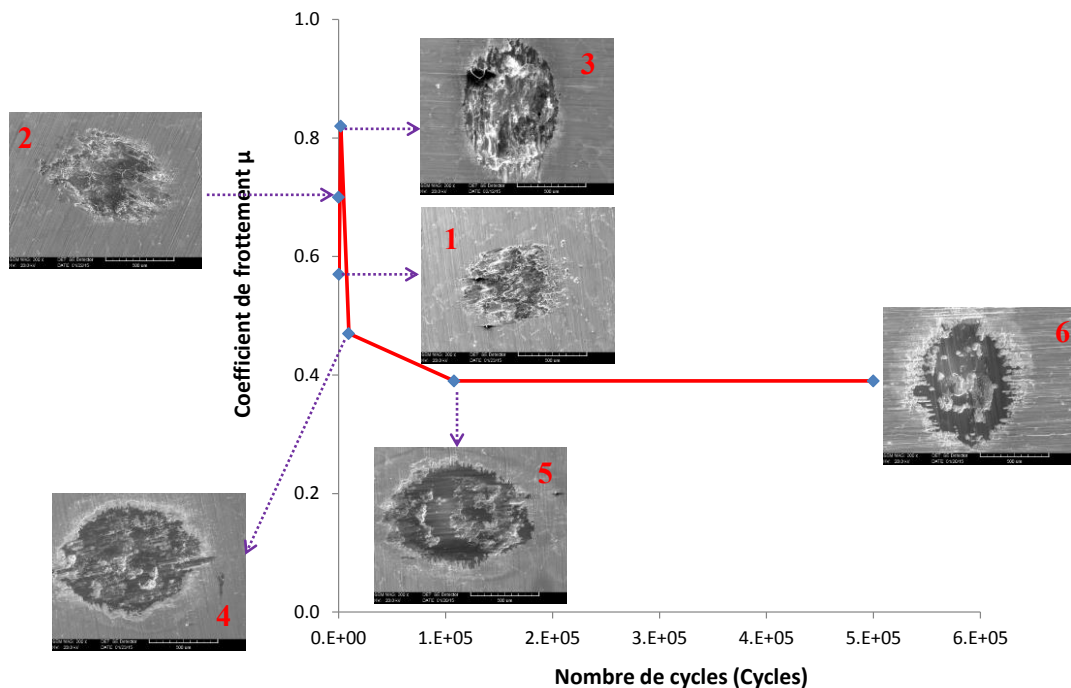


Figure VI.1 : Illustration des essais interrompus en fonction du nombre de cycles imposé ($f = 40 \text{ Hz}$, $T = 700 \text{ °C}$, $P = 67 \text{ N}$, $\delta g = 100 \mu m$).

L'expertise des traces est complétée par la figure VI.2 qui compare ces mêmes traces d'usure au travers d'observations optiques et au MEB, pour les plans René 125 et les surfaces sphériques du Waspaloy.

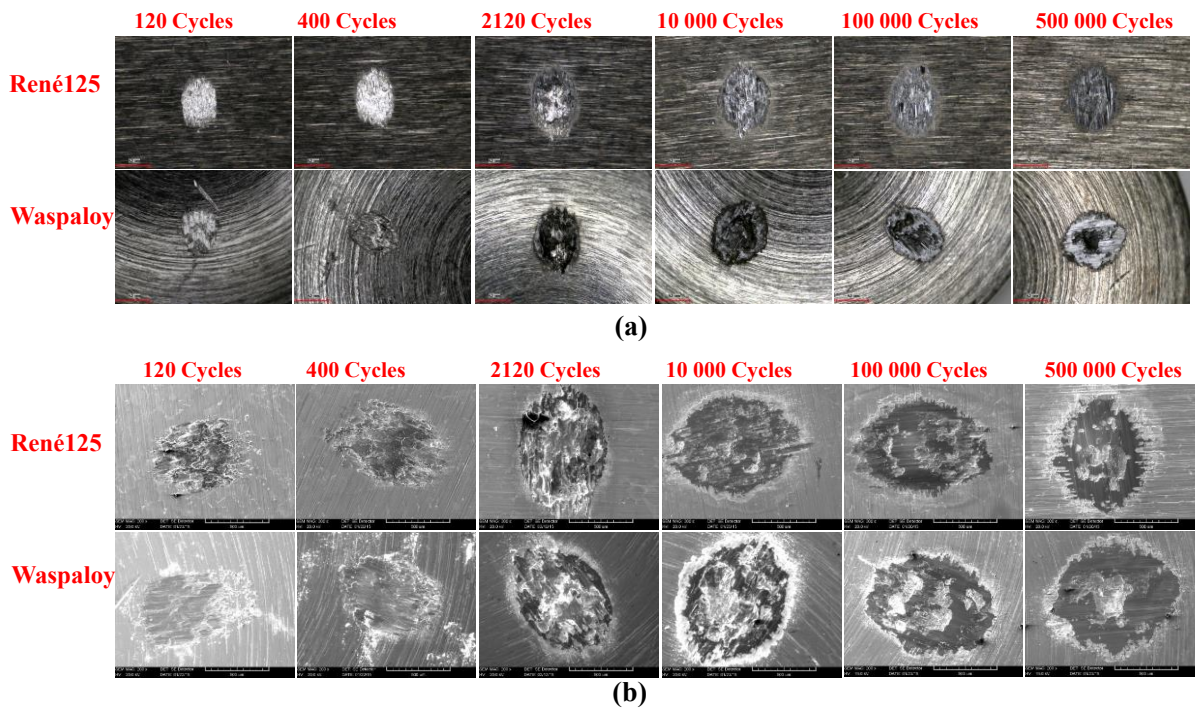
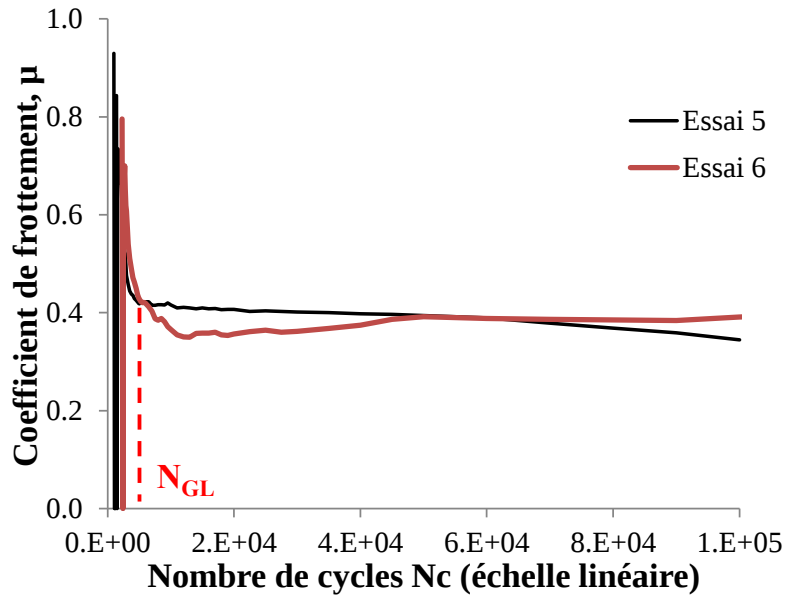
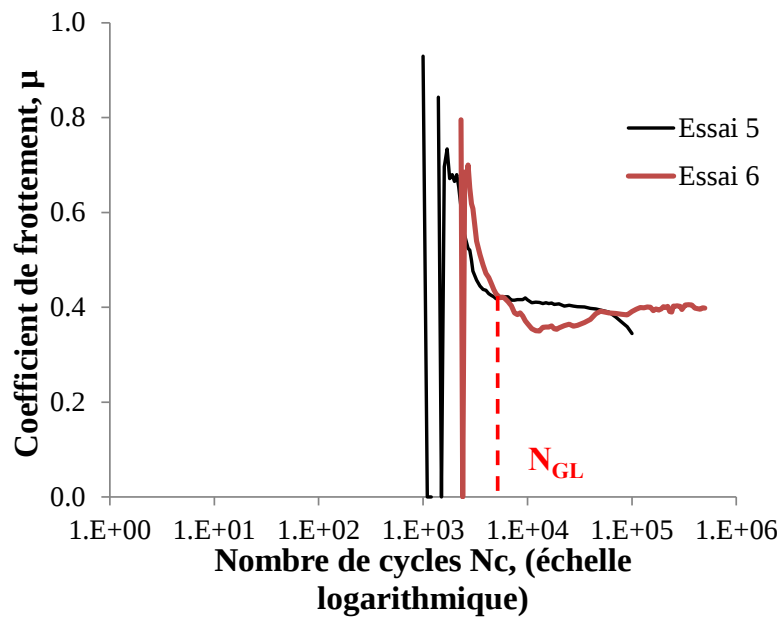


Figure VI.2 : Observations optiques (a) et MEB (b) des traces en fonctions du nombre de cycles.

Le coefficient augmente rapidement d'une valeur initiale de l'ordre 0,5 à une valeur maximale de l'ordre de 0,8 en moins de 2000 cycles (séquence 3). L'observation optique des trois premières séquences montre des traces brillantes (blanches) qui indiquent la présence d'interaction métal-métal. L'observation au MEB confirme la formation des premiers débris et d'importantes déformations plastiques de l'interface. Puis, juste après avoir atteint un maximum, on observe une rapide diminution du coefficient de frottement avec l'apparition dans les traces de fretting d'un lit de débris compacté. Ainsi, à la séquence (4), $N_c = 10\,000$ cycles, le coefficient de frottement est réduit à 0,45. Le lit de débris est plus compacté et présente un comportement plus lubrifiant. Cependant, ce n'est qu'à la séquence (5) qu'on observe véritablement la glaze layer compactée, caractérisée par un comportement lubrifiant avec une valeur de 0,4 du coefficient de frottement. Il est probable que la formation de la glaze layer soit effective avant 10^5 cycles, des essais interrompus entre 10^4 et 10^5 cycles auraient été nécessaires pour cadrer cette transition. Il est possible de mieux situer cette transition en traçant l'évolution du coefficient de frottement des essais 5 et 6.



(a)



(b)

Figure VI.3 : Evolution du coefficient de frottement René125/Waspaloy en fonction du nombre de cycles, $P = 67N$, $f = 40Hz$, $\delta g = \pm 100\mu m$, $T = 700^\circ C$

Cette analyse montre que le coefficient de frottement atteint la valeur seuil de glaze layer $\mu = 0,4$ pour $N_{GL} = 5\,000$ cycles. Pour la suite nous allons chercher à mieux caractériser la composition chimique de l'interface en fonction de la durée de l'essai.

2. Analyses microscopiques

Dans ce qui suit, une analyse microscopique approfondie, accompagnée par la microanalyse par Energie Dispersive de rayons X (EDX) est proposée afin de comprendre le scénario de la formation de la couche d'oxydes protectrice (Glaze layer).

a) Essai 120 cycles (3 s)

L'essai très court de 120 cycles (3s) montre l'état initial du processus d'usure. L'observation en électrons secondaires (SE) et rétrodiffusés (BSE) nous donnent respectivement des informations sur la nature (poids atomique) et la topographie de la surface frottée.

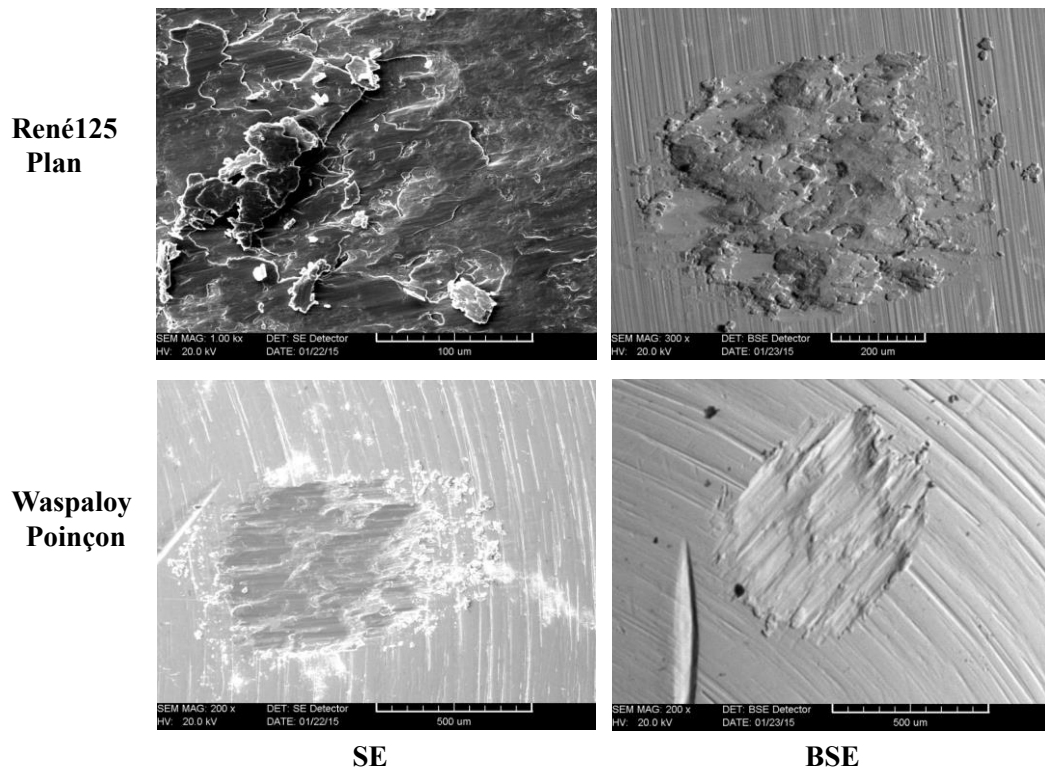


Figure VI.4 : Observation microscopique avec électrons secondaires (SE) et rétrodiffusés (BSE).

On observe d'importantes déformations plastiques et l'activation de transferts du Waspaloy sur le plan René 125. Il est surprenant de noter que même après un temps très court (3s) des débris sont déjà formés et éjectés de l'interface.

De façon à mieux décrire le processus d'usure, on réalise les analyses EDX des deux matériaux en dehors des traces frottées (figure VI.5).

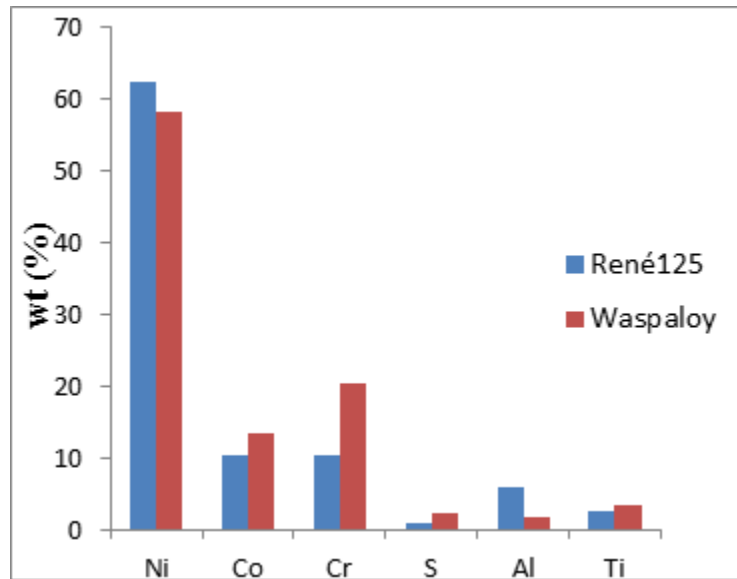
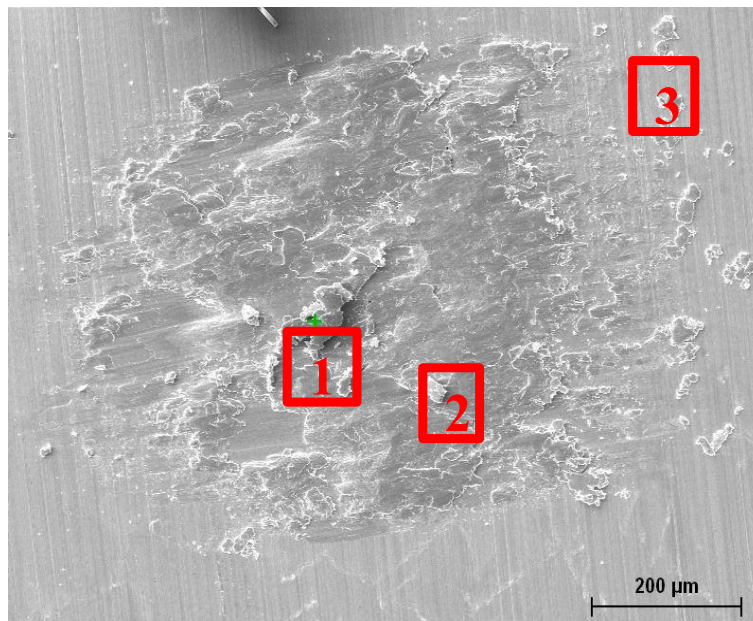
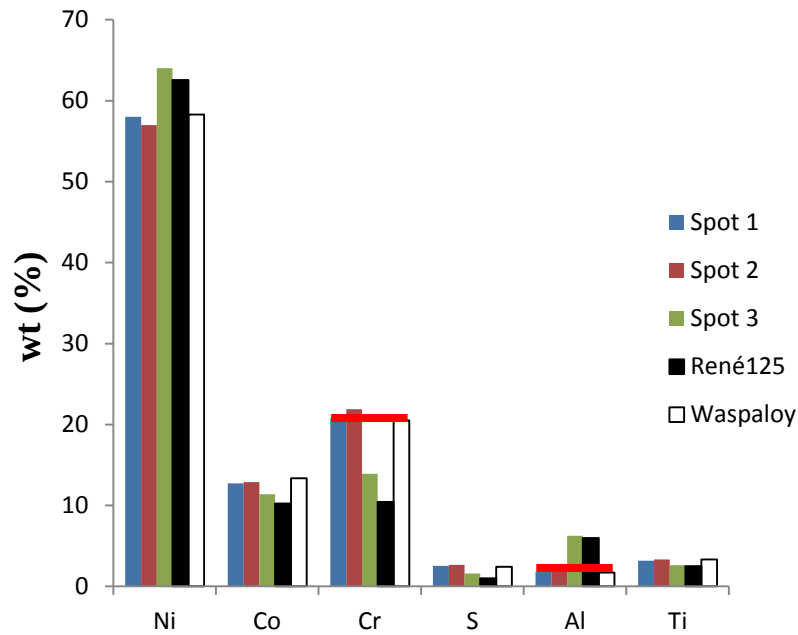


Figure VI.5 : Comparaison de la composition chimique des deux corps.

En se concentrant sur les éléments principaux des deux matériaux, on remarque que le René125 est plus riche en aluminium, tandis que le Waspaloy est plus riche en cobalt et chrome. L'analyse du faciès d'usure du plan René 125 est présentée dans la figure VI.6.



(a)



(b)

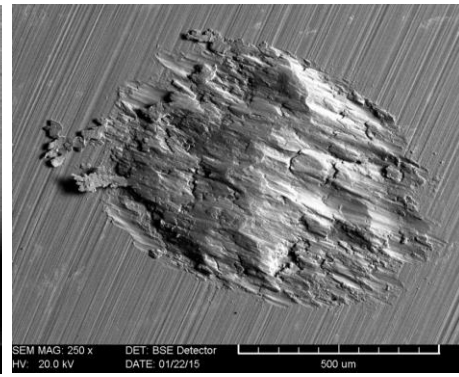
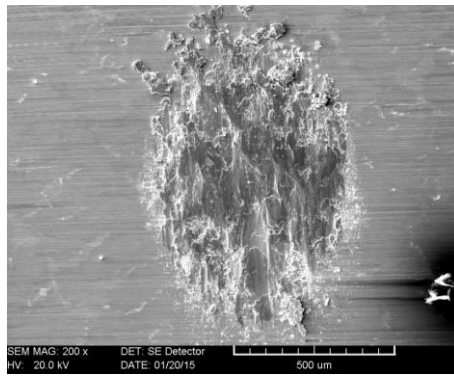
La figure VI.6 : Composition chimique de la trace (plan) en fonction de la position du spot

Très rapidement la mise en contact des deux surfaces génère une interface déformée plastiquement. Cependant, en comparant les valeurs relatives des teneurs en nickel, chrome et aluminium, il est possible de distinguer une différence entre les spectres. Ainsi, les spots 1 et 2 au centre de la trace correspondent principalement à la composition chimique du Waspaloy (vu les teneurs en chrome et aluminium). Confirmant les observations MEB, cela suggère un processus important de transfert du Waspaloy (poinçon) sur le plan René 125. Ce transfert est plus important au centre du contact où se trouvent les pressions du contact les plus importantes. Les spots 3 et 4 correspondent au substrat du René 125. Le spot 3 suggère une composition se rapprochant du Waspaloy. En fait, le spot 3 intègre l'analyse du substrat du René 125 et quelques débris d'usure du Waspaloy. L'essai étant très court, on ne met pas en évidence de débris oxydés.

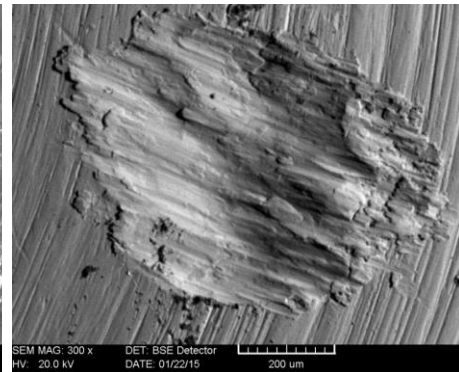
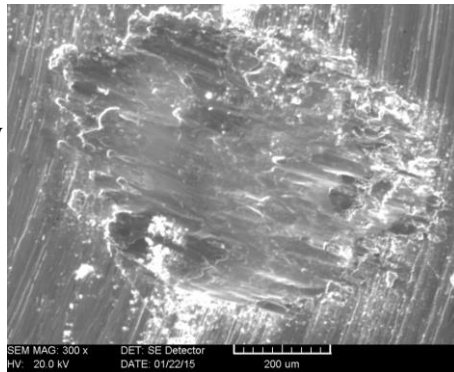
b) Essai à 400 cycles (10 s)

La figure VI.7 montre la trace de fretting obtenue après 400 cycles (10s). On observe d'importantes déformations plastiques sur l'alliage Waspaloy avec un enlèvement important de matière qui est transféré sur le plan René 125.

René125



Waspaloy

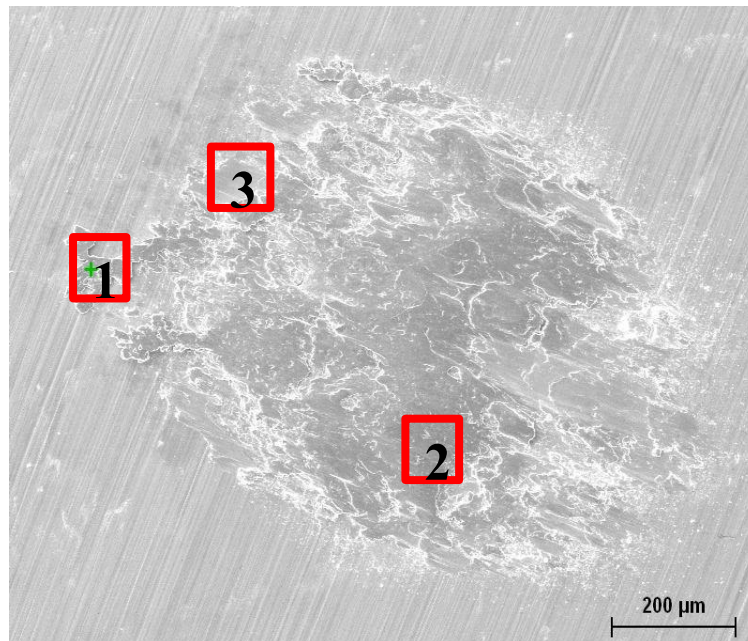


SE

BSE

Figure VI.7 : Observations microscopiques sur le René125 et le Waspaloy

Ce phénomène de transfert du Waspaloy sur le René 125 est confirmé par la figure VI.8, qui montre très clairement qu'au centre du faciès d'usure sur le plan René 125, on observe essentiellement du Waspaloy (plus sombre) transféré. En effet, les spots 1 et 2 correspondent à la composition du Waspaloy.



(a)

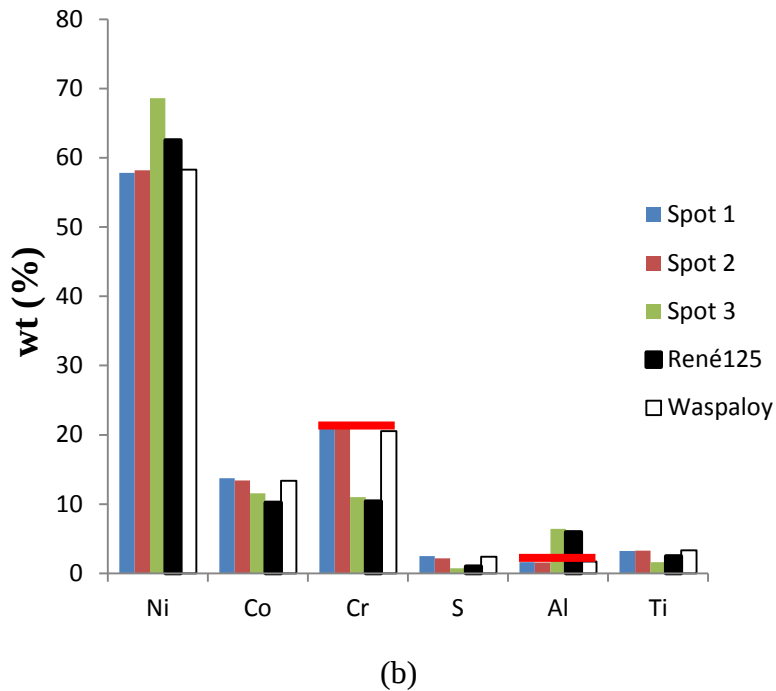


Figure VI.8 : Analyse chimique de la trace à 400 cycles (10s).

Le spot 3, comme on peut le voir sur la figure VI.8 a la même composition chimique que le René125, on voit qu'il n'est pas trop frotté par rapport aux autres régions de la trace, ce qui peut signifier qu'il reflète la première couche frottée après le début du glissement. Les deux spots 2 et 3 ont la même composition chimique qui reste comparable avec celle du Waspaloy. Le spot 3 et le spot 4 en dehors de la trace correspondent à l'alliage René 125. Le spot 1 est lui associé un débris d'usure du Waspaloy éjecté de l'interface.

Le débris pouvant soit venir directement de la dégradation du poinçon, soit plus probablement, de la dégradation de la couche transférée du Waspaloy sur le plan René 125. Là encore les essais très courts ne mettent pas en évidence des débris oxydés. La concentration en oxygène n'est pas mesurable.

c) Essai 2120 cycles (53 s)

A 2120 cycles, le coefficient de frottement atteint la valeur maximale $\mu = 0,92$ (figure VI.1). L'observation des faciès d'usure au MEB confirme des transferts importants du Waspaloy sur le René 125.

On remarque cependant l'apparition de débris pulvérulents très fins. Qui sont plus facilement éjectés de l'interface. L'observation en SE du Waspaloy avant nettoyage met en évidence l'éjection d'une couronne de débris pulvérulents fortement oxydés (saturation de l'observation au MEB en raison du comportement non conducteur des débris oxydés éjectés du contact).

Outre l'observation d'un lit de débris pulvérulents, on observe le phénomène de compactage de ces derniers donnant lieu à des amas dits « platelets » présentant une structure de « copeaux ». Ces structures sont observées dans la trace de fretting mais aussi en dehors du contact.

La forme de ces platelets éjectés laisse penser à un processus d'« extrusion » en sortie du contact oscillant d'amas compactés de nanoparticules oxydées.

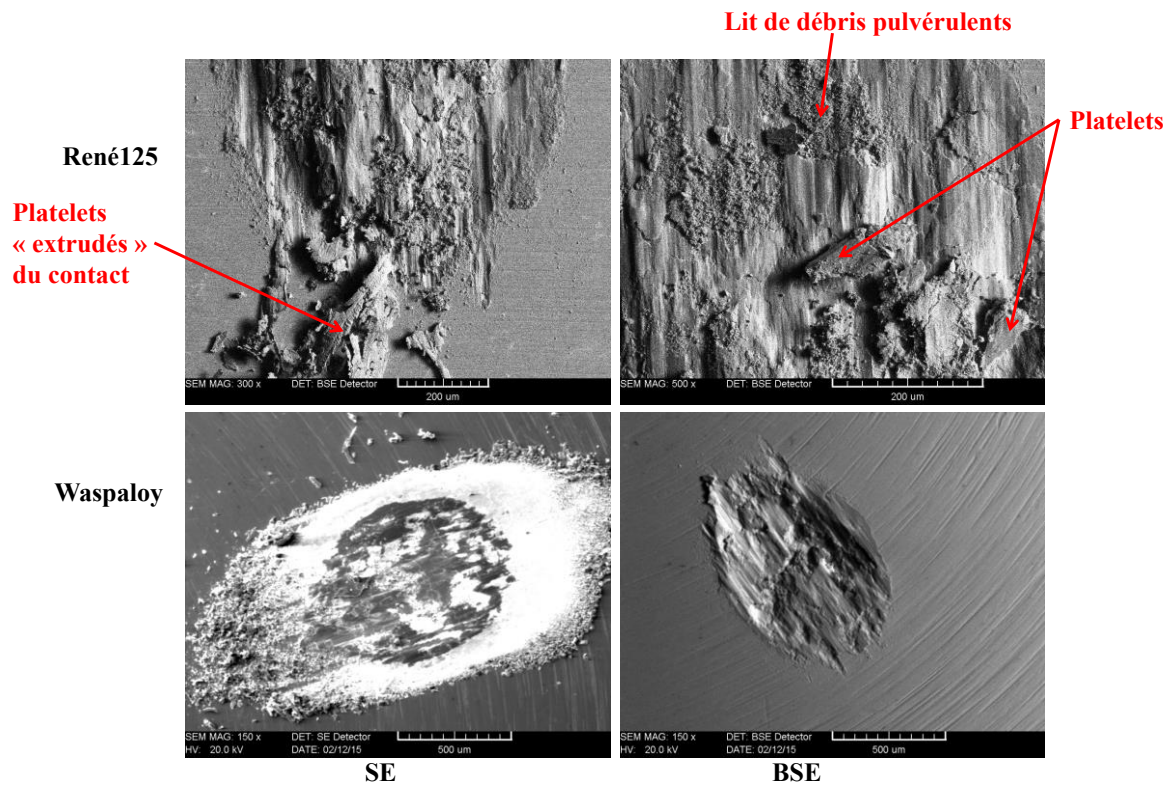


Figure VI.9 : Observations microscopiques de l'essai à 2120 cycles (53s).

Des observations plus fines (Figure VI.10) sont réalisées sur le plan René 125. On observe que les transferts du Waspaloy sur le René 125 sont fragmentés et « laminés » sous l'effet des très fortes pressions et cisaillement générées dans l'interface.

Des micro-débris pulvérulents sont formés suite à la fragmentation des transferts sous l'effet du taux de déformation considérable. On observe aussi des débris qui sembleraient être générés par le laminage des transferts du Waspaloy.

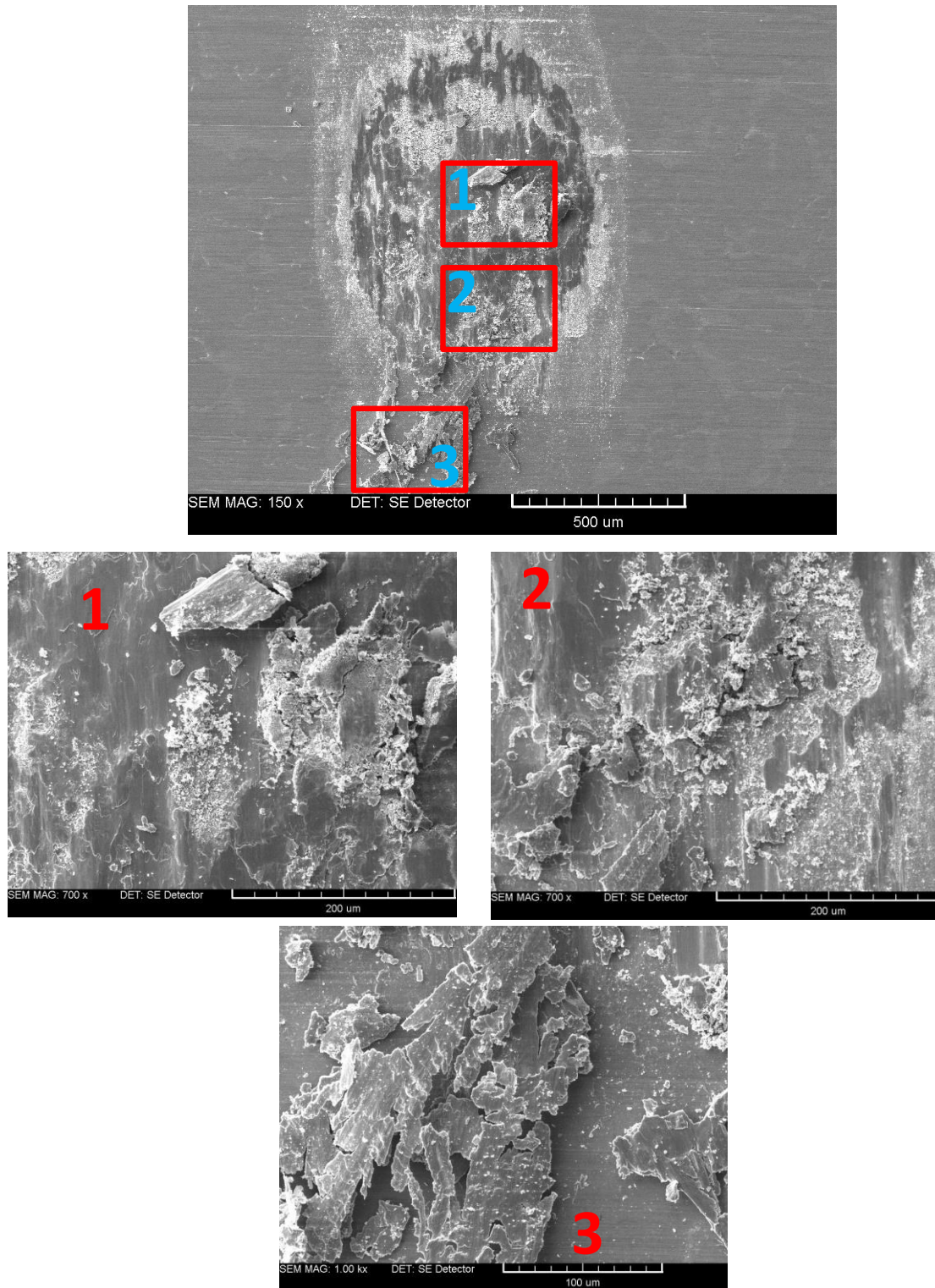


Figure VI.10 : Observation microscopique de la trace sur le René125 et grossissement de différentes zones (2120 cycles, 53s).

Ces différentes structures feuilletées associées aux transferts du Waspaloy « laminés » qui tendent à se fracturer en micro-débris pulvérulents, sont plus clairement observés dans la figure VI.11

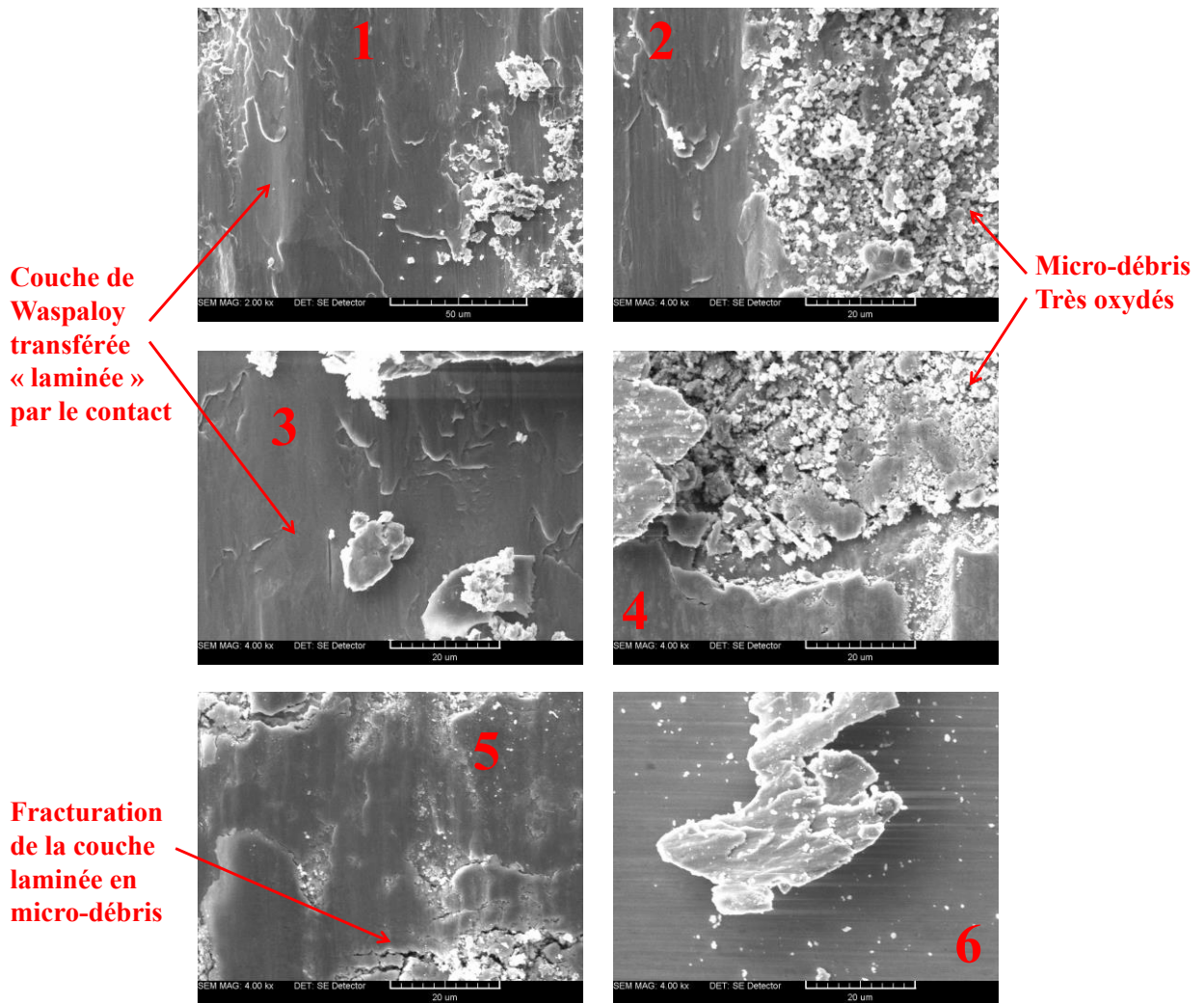
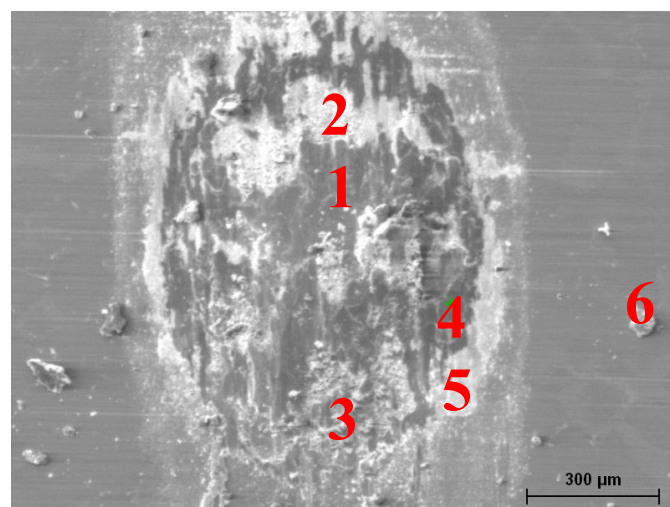


Figure VI.11 : Observation microscopique de la trace sur le René125 et grossissement de différentes zones (2120 cycles, 53s).

On complète les observations MEB par des analyses EDX (Figure VI.12).



(a)

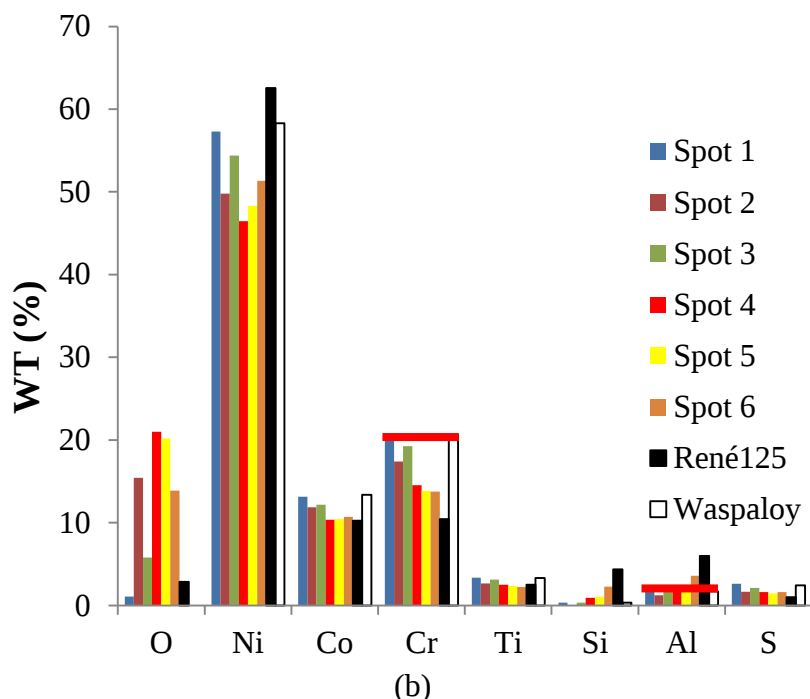


Figure VI.12 : Analyse chimique de la trace

On met clairement en évidence, une augmentation de la teneur en oxygène. Les faibles teneurs en aluminium et au silicium des spots 1 à 5 suggèrent que les couches extrudées, et les débris pulvérulents générés proviennent essentiellement du Waspaloy transféré sur le plan René 125.

Il est intéressant de noter que le spot 1 réalisé au niveau d'un transfert Waspaloy laminé au centre du contact (zone sombre) est assez pauvre en oxygène.

En revanche, les débris plus clairs observés sur les zones externes du contact (spots 2, 3, 4 et 5) ainsi que les zones fracturées sont beaucoup plus riches en oxygène. Ceci tend à confirmer le scénario suivant :

- 1) Transferts métalliques du Waspaloy sur le plan René 125,
- 2) Laminage de ces transferts en feuilles extrudées très fortement écrouies sous l'effet des sollicitations de fretting (la composition de ces structures est très proche de celle de l'alliage de base),
- 3) Fracturation des feuilles dans les zones latérales du contact, domaine où les pressions hydrostatiques sont plus faibles, le matériau de transfert ainsi extrudé est trop fragile pour accommoder les déformations plastiques,
- 4) Réaction avec l'oxygène. En raison de la proximité des bords latéraux, la pression partielle d'oxygène est plus élevée et permet l'oxydation des débris pulvérulents formés par fracturation,
- 5) Création de lits de débris pulvérulents oxydés sur la partie dégradée de l'interface déformée plastiquement, pouvant être compactés pour générer des « paltelets » de nano-débris oxydés compactés facilement éjectés du contact.

Ce scénario est cohérent avec les faciès de débris observés et les analyses chimiques en particulier avec le fait que les structures laminées initiales (spot 1) sont bien associées à du métal laminé et non aux débris (oxydés) recomposés.

d) Essai 10 000 cycles (4 min)

Après 10 000 cycles, le coefficient de frottement est redescendu à 0,5. L'observation des traces (avant nettoyage) montre une usure significative du Waspaloy avec la présence de débris transféré sur le René 125, mais aussi et surtout d'importantes quantités de débris pulvérulents fortement oxydés en grande partie éjectés du contact.

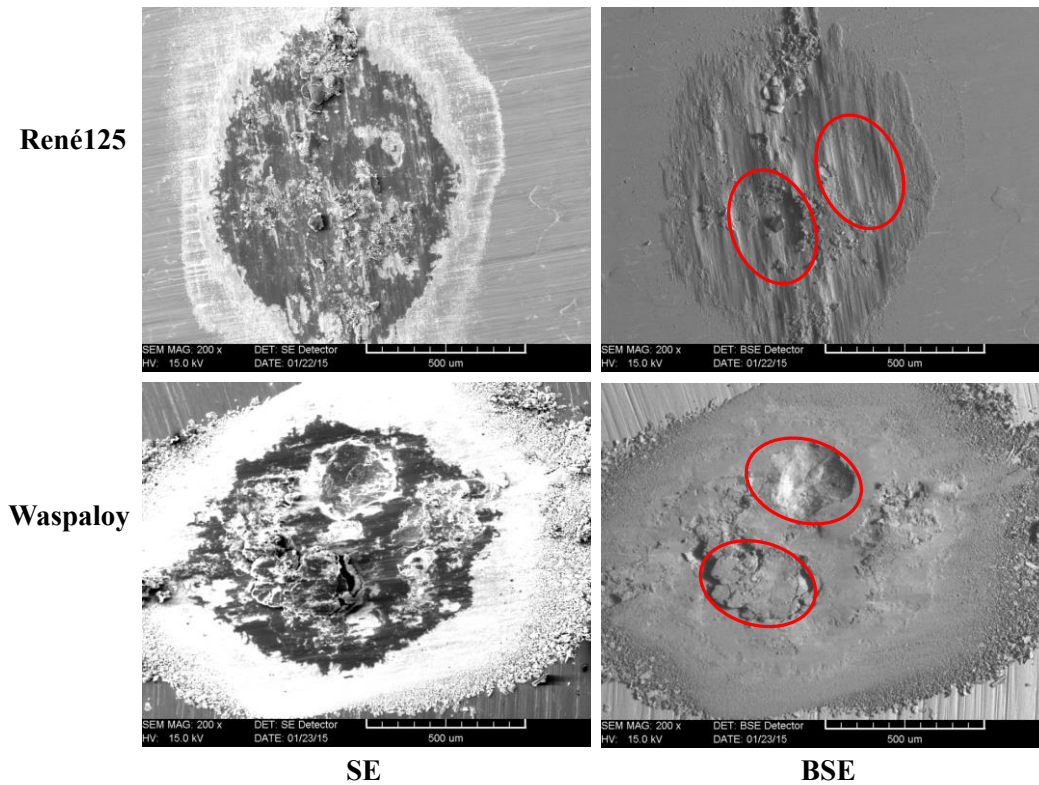


Figure VI.13 : Observation microscopique de la trace (10 000 cycles, 4 min).

On montre aussi au centre de la trace du Waspaloy d'importants amas de débris. Le détail des structures maintenues dans l'interface après nettoyage est montré dans la figure VI.14.

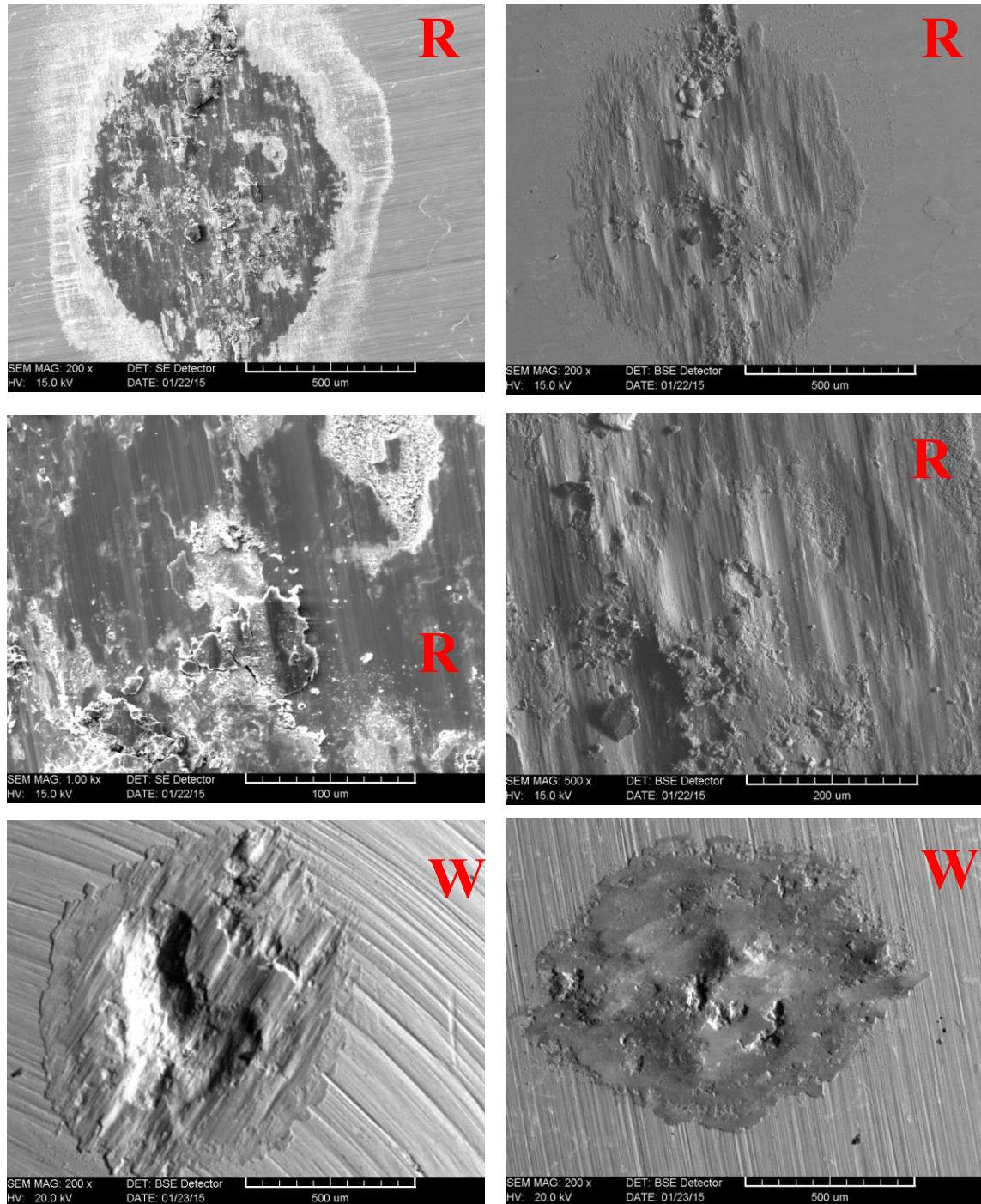
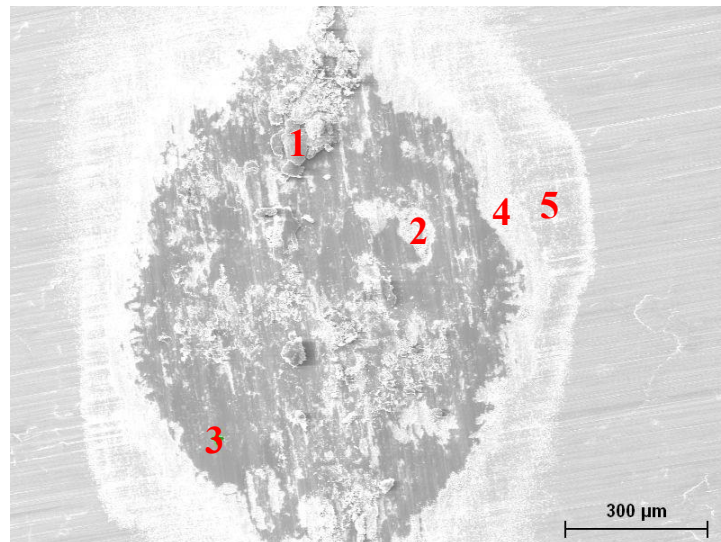
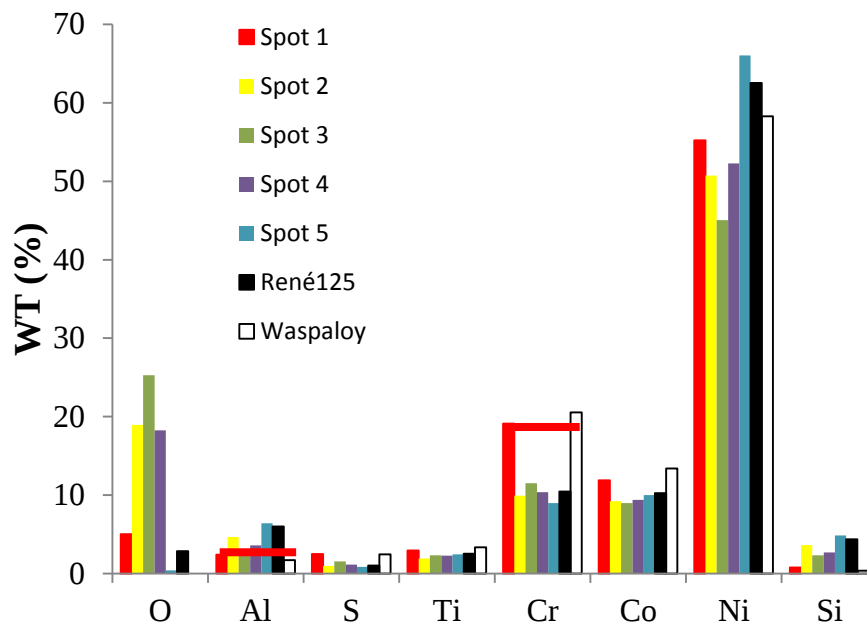


Figure VI.14 : Grossissement de quelques zones des traces sur les deux corps (10 000 cycles, 4 min).



(a)



(b)

Figure VI.15 : Composition chimique des différents spots sur le René 125 (10 000 cycles, 4 min).

On complète l'analyse de ces faciès (Figure VI.14) par des analyses EDX (Figure VI.15).

Pour différencier les zones riches en Waspaloy de celles riches en René 125, on compare les teneurs en aluminium. Ainsi, on note que les zones sombres (spots 1 et 3) sont constituées de Waspaloy alors que les zones plus claires (spots 2, 4 et 5) correspondent plus à l'alliage René 125.

Globalement le faciès de la trace d'usure obtenue à 10 000 cycles est assez ressemblant à celui observé à 2120 cycles. Simplement on note une quantité beaucoup plus importante de débris pulvérulents oxydés de Waspaloy qui en accommodant mieux l'interface réduisent le coefficient de frottement. On observe aussi la formation d'un lit de débris pulvérulent compact (figure VI.14) qui semble être la prémisse à la formation d'une glaze layer protectrice et lubrifiante.

On note que cette structure résultante de la compaction des micro-débris de Waspaloy oxydés et recompressés, apparaît sur le plan (René 125) mais aussi sur le poinçon de façon plus ou moins étendue.

e) Essai 100 000 cycles (45 min)

L'analyse tribologique (figure VI.1) indique que l'interface a atteint le palier de lubrification avec $\mu = 0,4$. L'expertise au MEB (figure VI.16) indique une extension des glaze layers (couche compacte et homogène) sur le plan René 125 mais aussi et surtout dans la trace du Waspaloy.

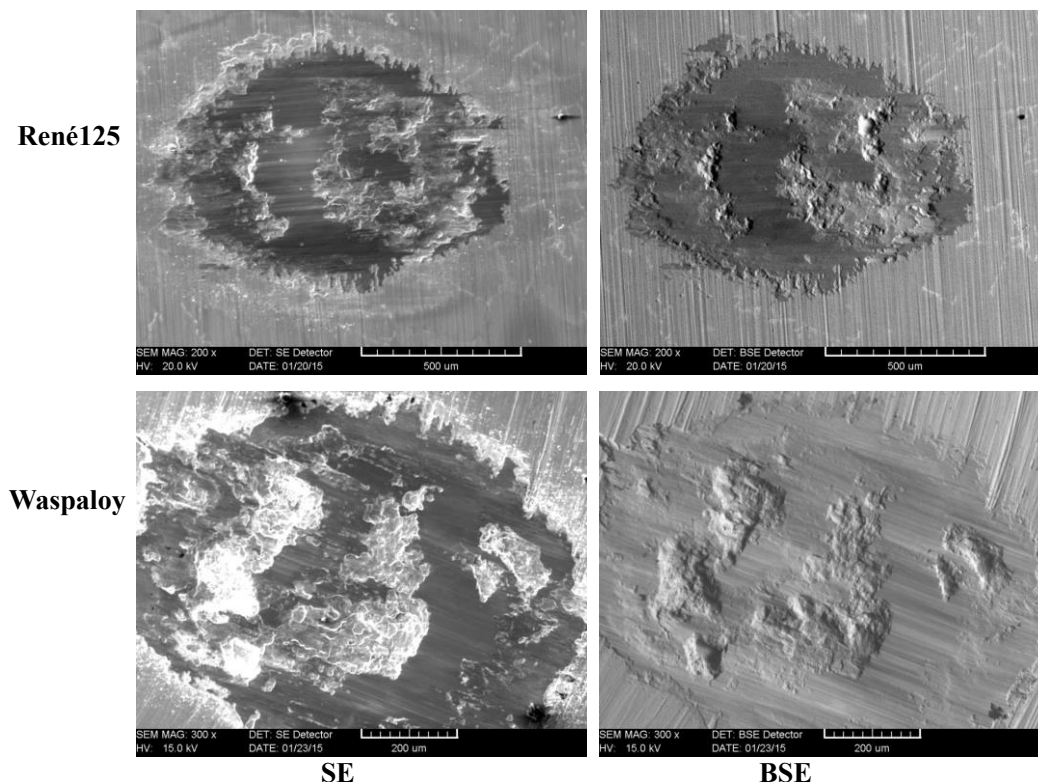
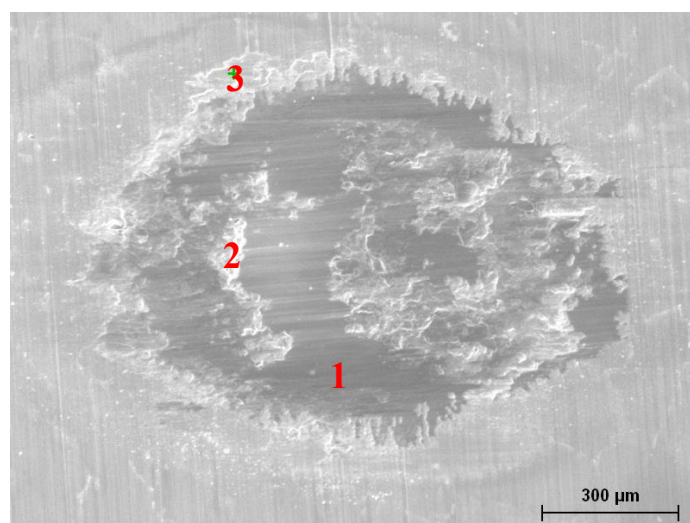


Figure VI.16 : Observations microscopiques des traces de 10^5 cycles (45min).

L'analyse chimique EDX (Figure VI.17) confirme que ces structures de glaze layers sont relativement riches en oxygène donc constituées de débris oxydés et en considérant la teneur en aluminium principalement issus du Waspaloy.



(a)

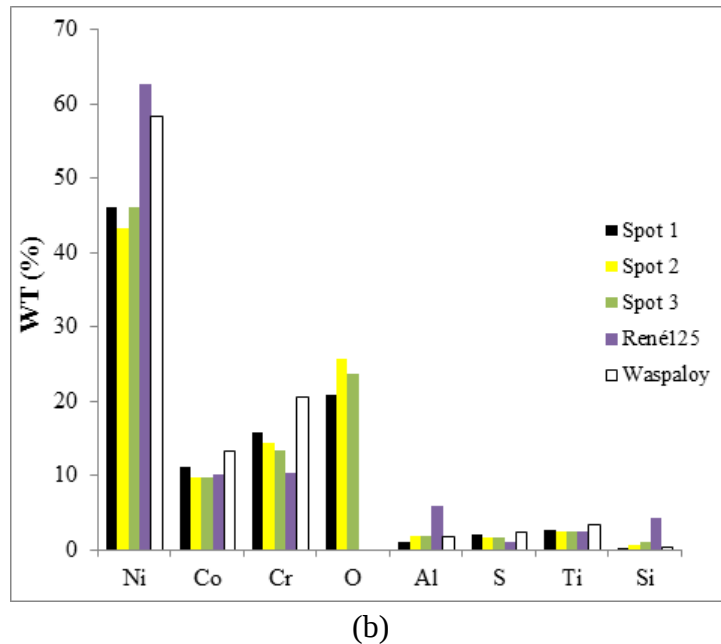


Figure VI.17 : Analyse chimique de l'interface sur le René 125, 10^5 cycles (45 min).

On peut supposer que cette couche de glaze layer « agglomérée » de micro-débris oxydés est issue de l'usure (déformation plastique puis fracturation) des transferts initiaux de Waspaloy sur le plan René 125. On peut aussi conclure que cette couche est présente sur le plan mais aussi désormais sur le Waspaloy. Pour valider ce point, il aurait été nécessaire de conduire des analyses EDX sur le Waspaloy, ce qui techniquement n'a pas été possible.

Ainsi, on peut conclure qu'à 10^5 cycles, les glaze layers initialement observées sur le plan après 10^4 cycles recouvrent désormais l'essentiel de la trace sur le plan mais aussi sur le poinçon.

Il n'y a plus d'interaction entre les métaux. Les déplacements de fretting et donc d'énergie dissipée sont intégralement accommodés par la glaze layer qui sépare les surfaces en contact. Ainsi, le coefficient de frottement atteint une valeur minimale de lubrification et surtout l'usure des surfaces est stoppée (cf. figure IV.13, page 78).

En effet, la glaze layer présente un comportement très cohésif, elle n'est pas dégradée et reste dans le contact. Le processus d'éjection des débris étant arrêté, l'extension de l'usure de l'interface est lui aussi arrêté. Ceci est confirmé par le fait que le diamètre de la trace d'usure est désormais inchangé.

f) Essai 500 000 cycles (3h30)

La figure VI.18 illustre la structure de l'interface après $5 \cdot 10^5$ cycles. La couche de glaze layer est homogène et recouvre la totalité de la zone du contact. La comparaison entre le faciès du plan René 125 et du poinçon Waspaloy indique une structure annulaire. En effet, les observations BSE du Waspaloy montrent au centre du contact une interface de frottement située au-dessous du niveau de la zone de frottement observé sur les pourtours. L'observation de la trace du René 125 montre une image symétrique avec une zone surélevée au centre.

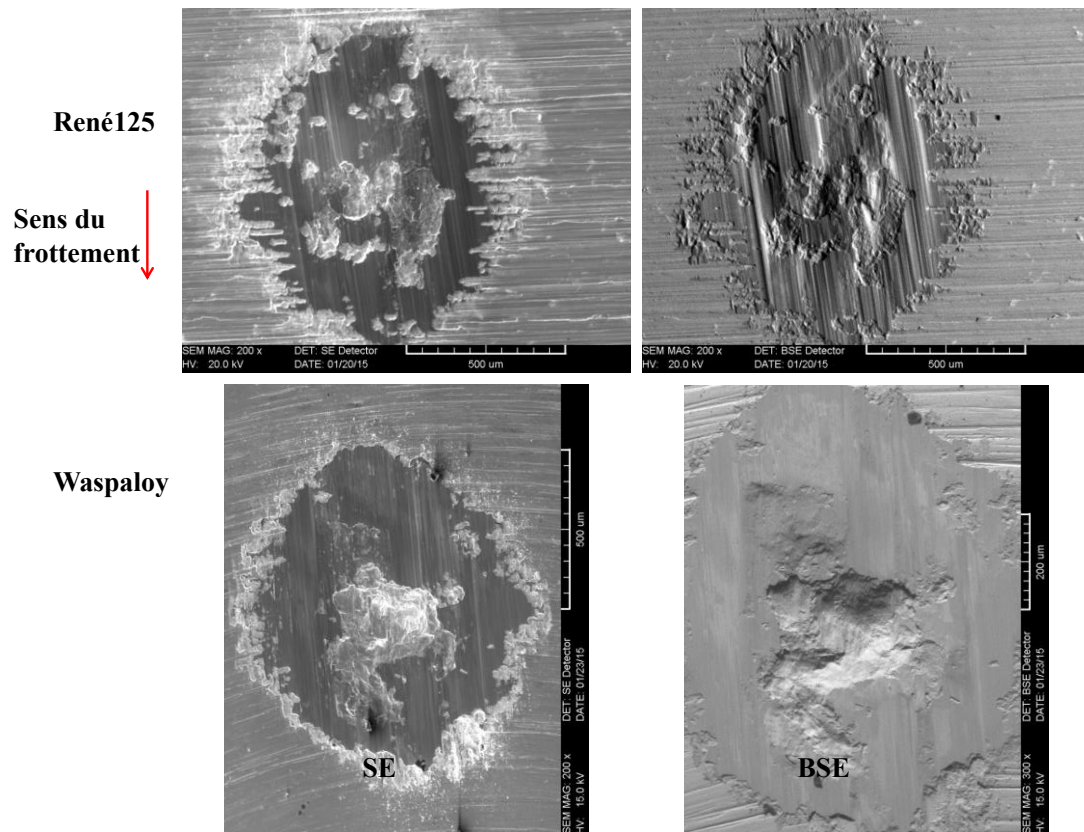
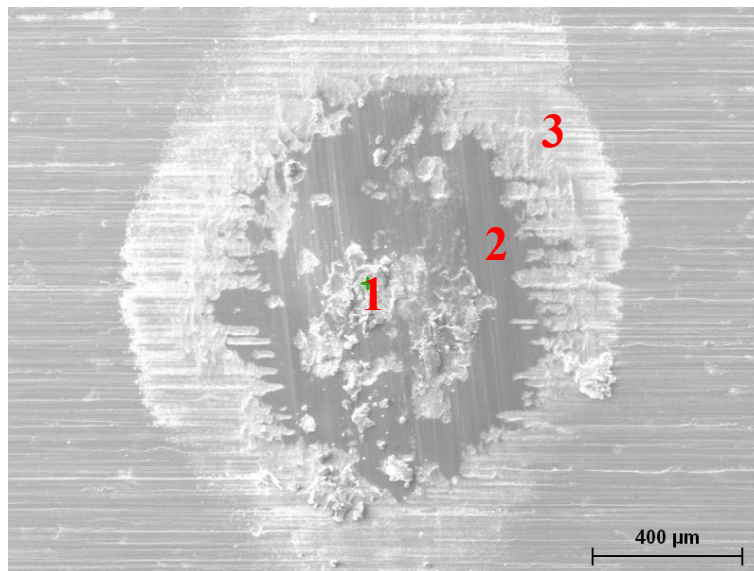


Figure VI.18 : Observations microscopiques des traces 5.10^5 cycles (3h30).



(a)

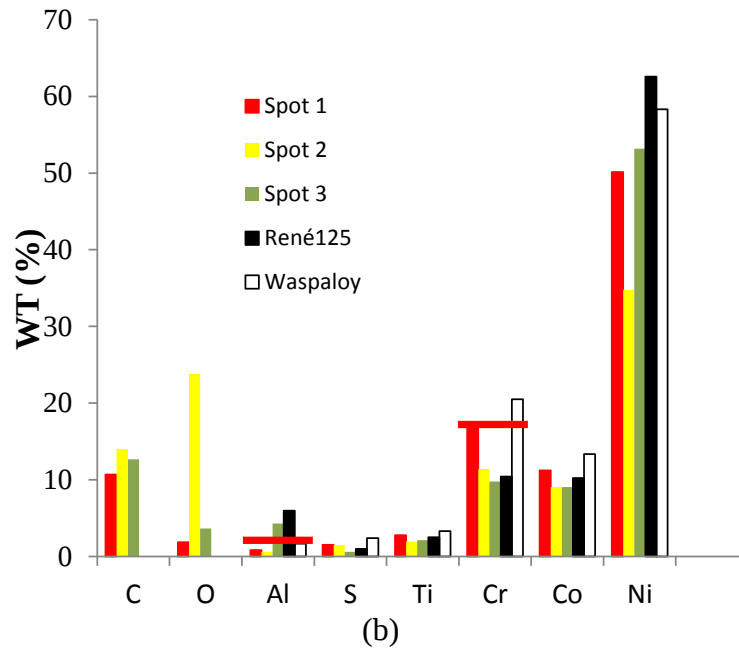


Figure VI.19 : Analyse chimique de la trace 5.10^5 cycles (3h30).

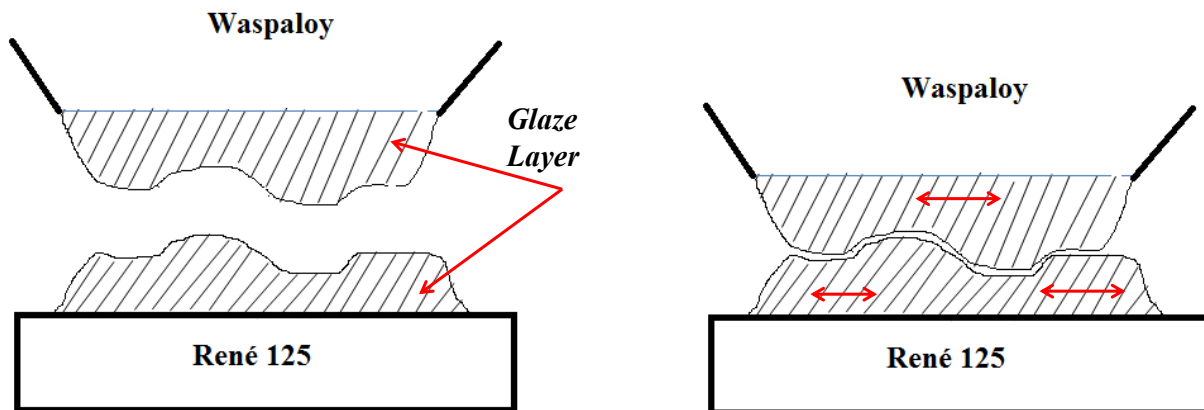


Figure VI.20 : Illustration du mécanisme de formation de la Glaze Layer.

Ainsi, on peut supposer que l'interface de frottement n'est pas accommodée sur le même plan de glissement. L'analyse EDX confirme que la glaze layer recouvrant la zone de contact est principalement constituée des débris du Waspaloy oxydés compactés (spots 1 et 2). Les zones extérieures 3 et 4 correspondent au plan René 125.

Comme pour l'essai à 100 000 cycles, la glaze layer ainsi constituée stabilise le coefficient de frottement à 0,4 et surtout élimine totalement l'usure. En effet, la glaze layer accomode totalement le cisaillement imposé dans l'interface. D'autre part, la glaze layer très cohésive reste dans le contact et donc le processus d'usure est stoppé.

3. Mapping EDX

De façon à formaliser l'évolution de la structure du troisième corps, on compare la mapping EDX des traces de fretting en fonction de la durée des essais. Cette analyse se limite aux éléments O, Ni, Cr, Co et Al. Les traces sur le plan René 125 et le poinçon Waspaloy sont analysées (Figure VI.21).

On observe que la concentration en oxygène et donc la formation d'oxydes devient significative après 2120 cycles. Ceci est cohérent avec les analyses MEB et EDX précédentes qui montrent qu'en dessous de 2120 cycles l'interface est encore de nature métallique.

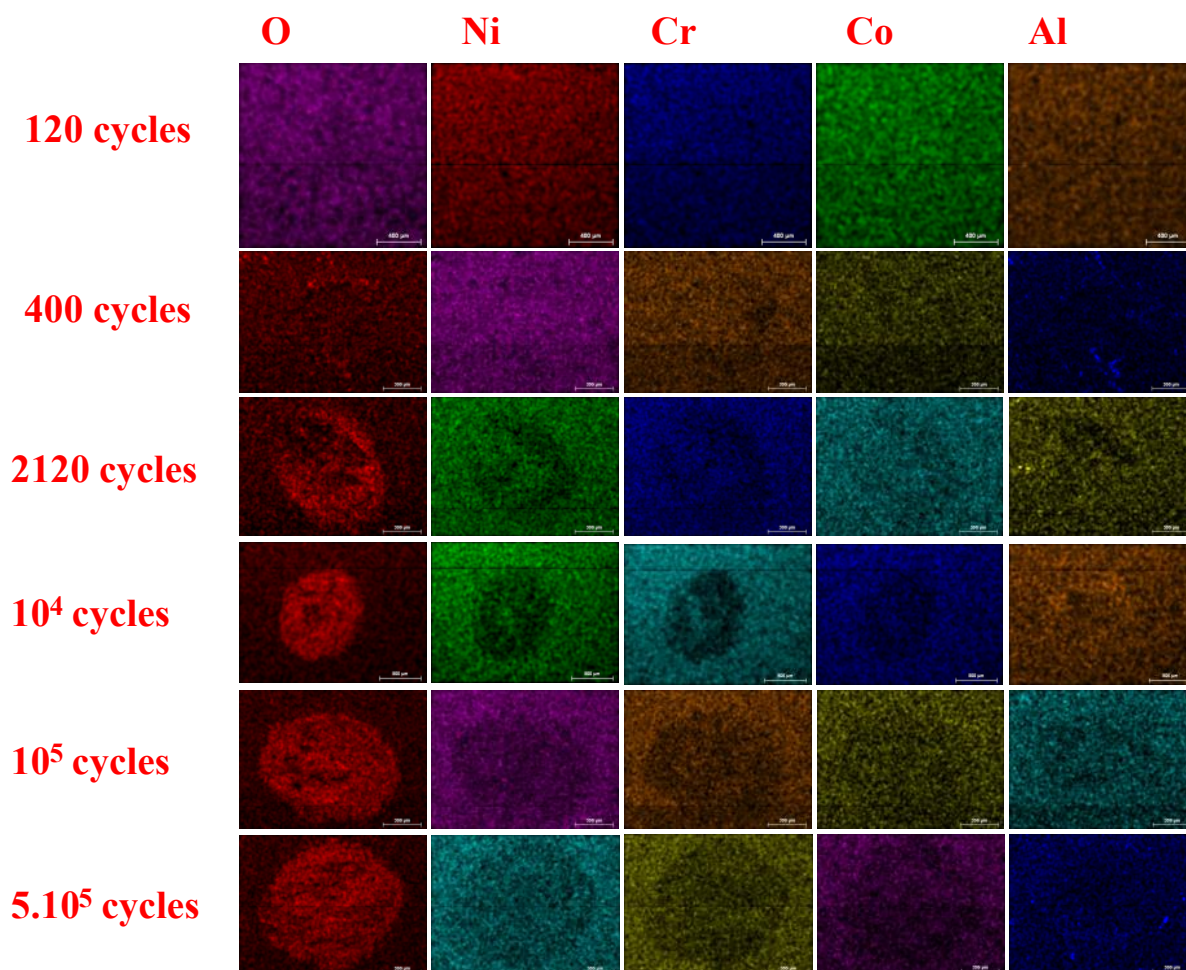
L'analyse du mapping de l'aluminium est intéressante car cet élément se trouve majoritairement dans l'alliage René 125. En effet, on constate un important contraste de cet élément entre les zones intérieures et extérieures des traces observées sur le plan René 125 figure VI.21. Les teneurs en Al sont plus faibles dans le contact, cela s'explique par un transfert du Waspaloy (plus pauvre en Al) sur le plan René 125. Le substrat René 125 est caché par le transfert en provenance du poinçon Waspaloy. On remarque que ce processus est très rapide car déjà observé après 120 cycles.

L'analyse de la distribution de chrome confirme ce point. On met en évidence une évolution symétrique. En effet, le Waspaloy est plus riche en chrome que le René 125. Ainsi, l'observation des faciès sur le plan René 125 met en évidence des teneurs plus élevées de chrome dans la trace du fretting par rapport aux zones extérieures au contact. Cette « sur-concentration » de chrome est liée aux transferts du Waspaloy sur le plan René 125.

Les teneurs en nickel et cobalt des deux alliages sont assez proches, il est difficile d'établir des processus de transfert par l'analyse de leurs distributions.

Ce mapping confirme les analyses précédentes et souligne la nécessité de mieux analyser la nature des oxydes générés dans l'interface.

L'analyse chimique EDX ne permet pas d'identifier la nature des oxydes formés. On complète cette expertise par des analyses au micro-Raman.



(a)

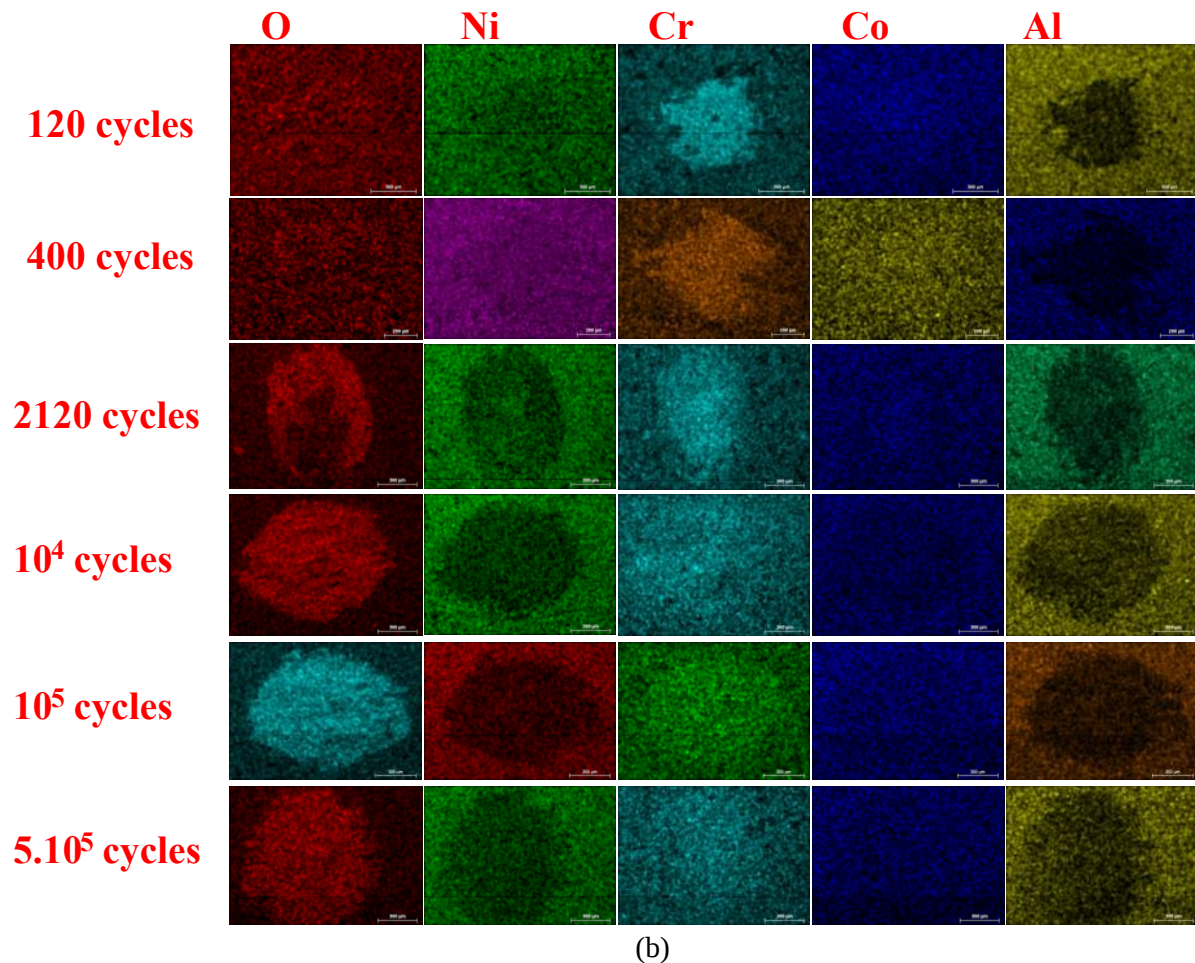


Figure VI.21 : Mapping EDX des éléments présents dans les traces de fretting usure en fonction de la durée de vie. a) Waspaloy, b) René 125.

4. Analyse spectroscopique

Un premier spectre Raman a été réalisé en dehors des traces de fretting pour des essais à 700°C. Les spectres obtenus après 100 000 ou 500 000 cycles sont similaires. On ne met pas en évidence des pics d'oxydes clairement identifiés en dehors de la trace d'usure. On peut supposer que les couches d'oxydes issues du traitement thermique sont trop faibles pour être mesurées (Figure VI.22).

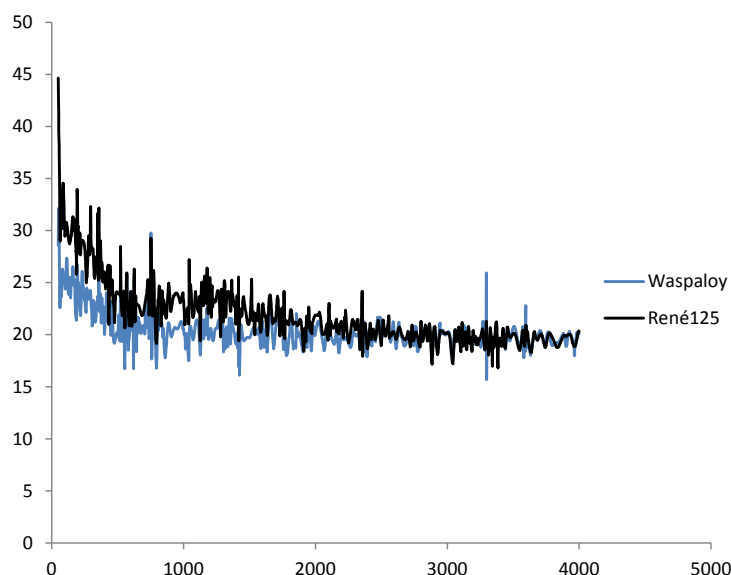


Figure VI.22 : Analyse Raman effectuée en dehors de la trace d'usure sur les deux corps.

Les figures VI.23 à VI.30 montrent les spectres Raman obtenus en différents points des traces de fretting sur le plan René 125 et poinçon Waspaloy après 2120 cycles. On observe sur le plan René 125 des oxydes de types NiO , Co_3O_4 , et des combinés NiCo_2O_4 (spinelles). L'analyse sur le poinçon met plus en évidence des structures spinelles d'oxydes NiCr_2O_4 et des oxydes de type NiCr_3O_4 et Cr_3O_4 .

Au centre de la trace du poinçon on met en évidence une zone métallique (figure VI.24 spot C) qui présente un spectre plat. L'analyse des faciès à 10 000 cycles (figures VI.25 et VI.26) met en évidence une forte augmentation des oxydes de type Co_3O_4 , et d'autres de structures corindons Ni_2O_3 , ainsi que l'oxyde NiO en particulier sur le plan du René 125.

Comparé à l'essai arrêté après 2120 cycles, la proportion des structures corindons B_2O_3 (Cr_2O_3 et Ni_2O_3) tend à augmenter vis-à-vis des structures spinelles AB_2O_4 (NiCr_2O_4 et NiCo_2O_4). Cela est cohérent avec la réduction du coefficient de frottement. A 2120 cycles, le coefficient de frottement est relativement élevé ($\mu = 0,9$) et chute à environ 0,45 à 10 000 cycles.

La littérature confirme que les structures corindons sont généralement plus lubrifiants que les structures de type spinelle.

L'analyse des traces à 100 000 (figures VI.27 et VI.28) et 500 000 cycles (figures VI.29 et VI.30) montre des spectres assez proches avec une prédominance des oxydes Co_3O_4 , et potentiellement NiCo_2O_4 . Les deux pics de ces deux oxydes étant très proches, il est difficile de préciser lequel est dominant. En revanche, on note une augmentation significative des oxydes Cr_2O_3 qui caractérisent la constitution de la glaze layer. Différents travaux [53, 54, 58] soulignent le comportement lubrifiant de cet oxyde à haute température.

Cette analyse tend à montrer que le comportement lubrifiant de la glaze layer serait lié à l'augmentation de la teneur en oxydes de types Co_3O_4 , NiCr_2O_4 et NiCo_2O_4 et surtout Cr_2O_3 . Cependant, la composition des deux alliages et la proximité des pics associés à ces différents oxydes rend difficile l'analyse.

Pour clarifier cette structure il aurait été intéressant de tester des alliages modèles voire des matériaux purs de Ni, Cr et Co. Tester à haute température des couples homogènes voire hétérogènes. Ainsi, en comparant les coefficients de frottement obtenus aux oxydes formés, il aurait été possible de

clairement identifier la nature des oxydes qui apporte aux glaze layers observées leur très bon comportement tribologique.

De la même manière, différents travaux tendent à montrer que le facteur dominant du bon comportement tribologique des glaze layers est moins dépendant de la nature des oxydes que de la rhéologie de la glaze layer formée et en particulier de l'activation d'un processus de « frittage » des débris à haute température (Rybiak [65], Kato [77]).

Cette hypothèse est assez cohérente avec l'évolution temporelle du coefficient de frottement et de la composition des couches de débris. En effet, les analyses Raman ne souligne pas une évolution spectaculaire de la composition des oxydes entre 10^4 et 5.10^5 cycles. En revanche, on observe très clairement qu'à 5.10^5 cycles la couche de glaze layer « frittée » est plus importante et plus homogène dans la trace. L'analyse quantitative de l'usure a aussi souligné qu'après 10^4 cycles, l'incrément d'usure devient négligeable dans la mesure où l'on a atteint le palier V_{GL} .

a) Essai 2120 cycles :

René 125 :

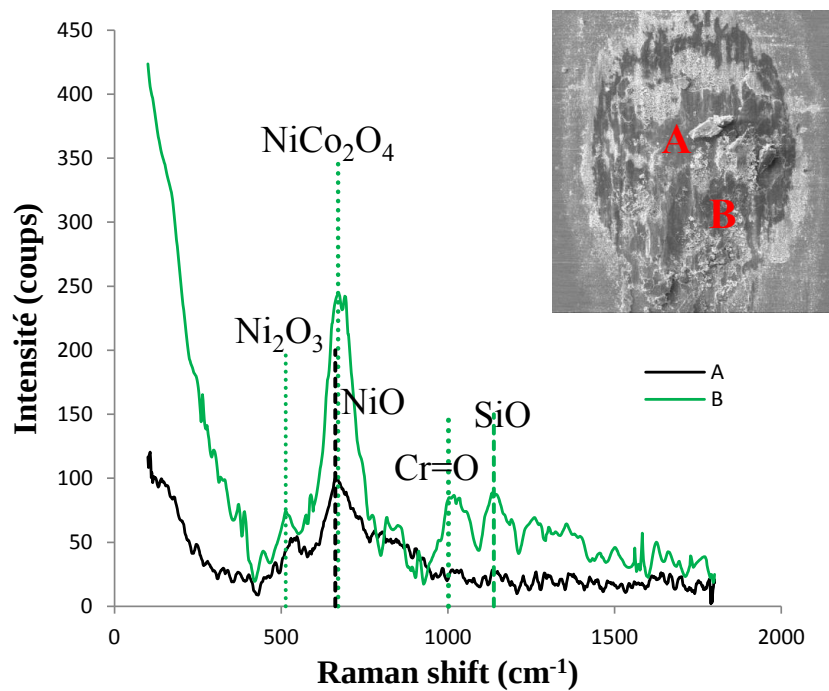


Figure VI.23 : Analyse Raman du plan René 125.

Waspaloy

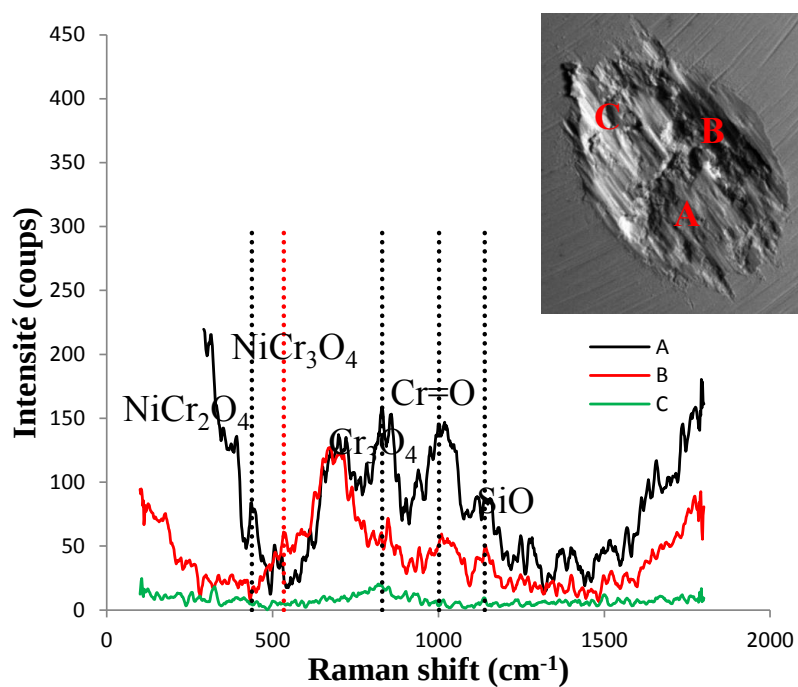


Figure VI.24 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.

b) Essai 10 000 cycles :

René 125 :

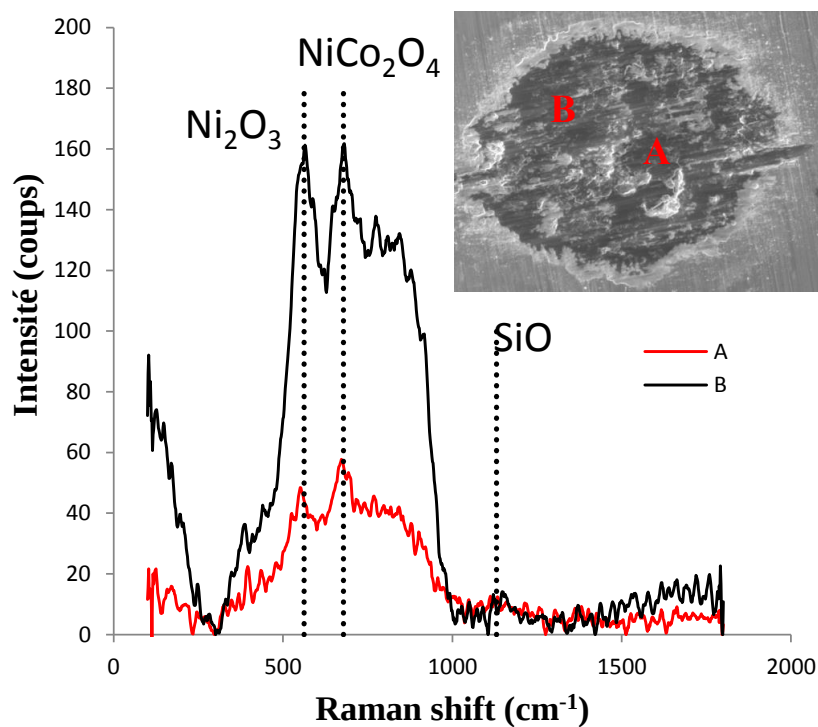


Figure VI.25 : Analyse Raman du plan René 125.

Waspaloy :

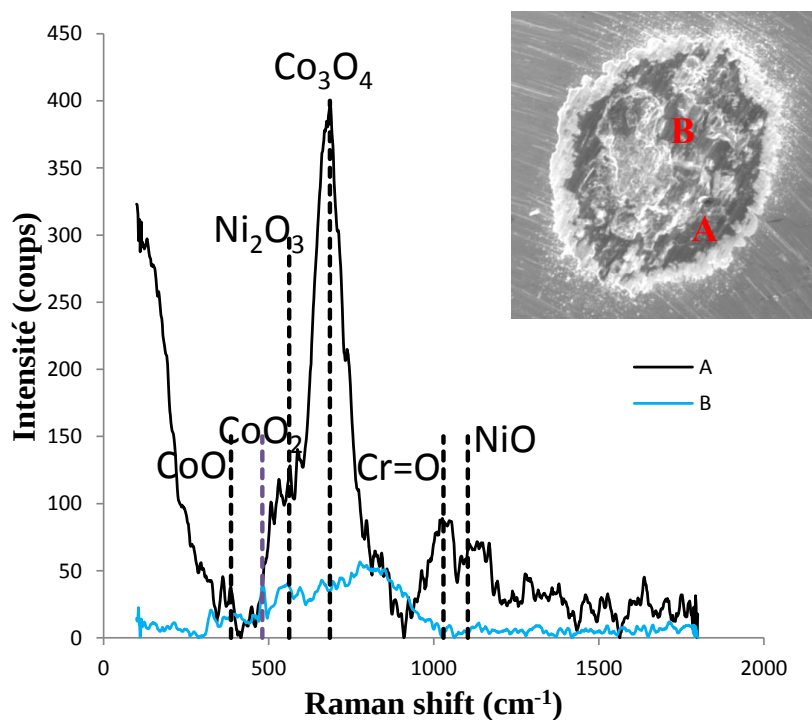


Figure VI.26 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.

c) Essai 100 000 cycles :

René 125 :

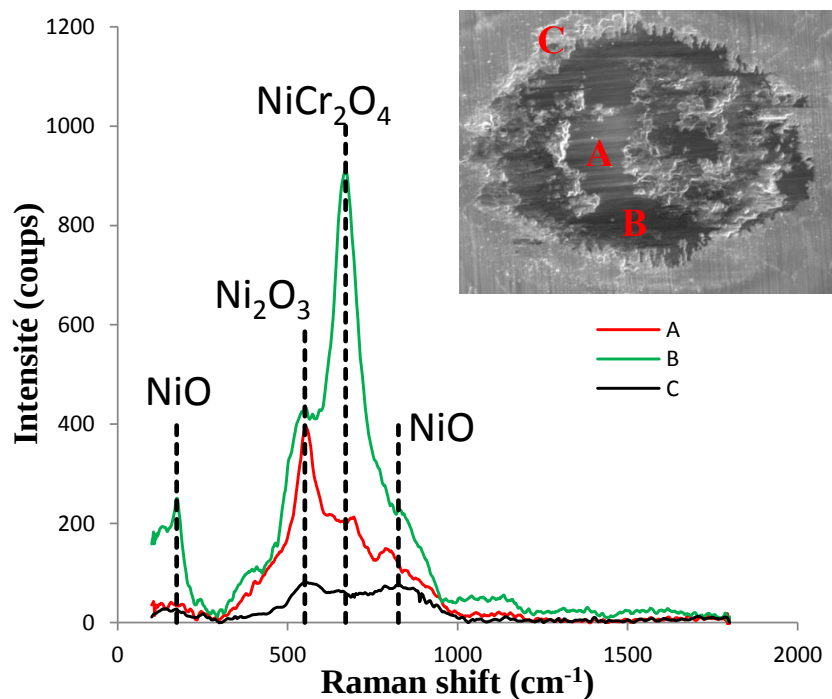


Figure VI.27 : Analyse Raman du plan René 125.

Waspaloy

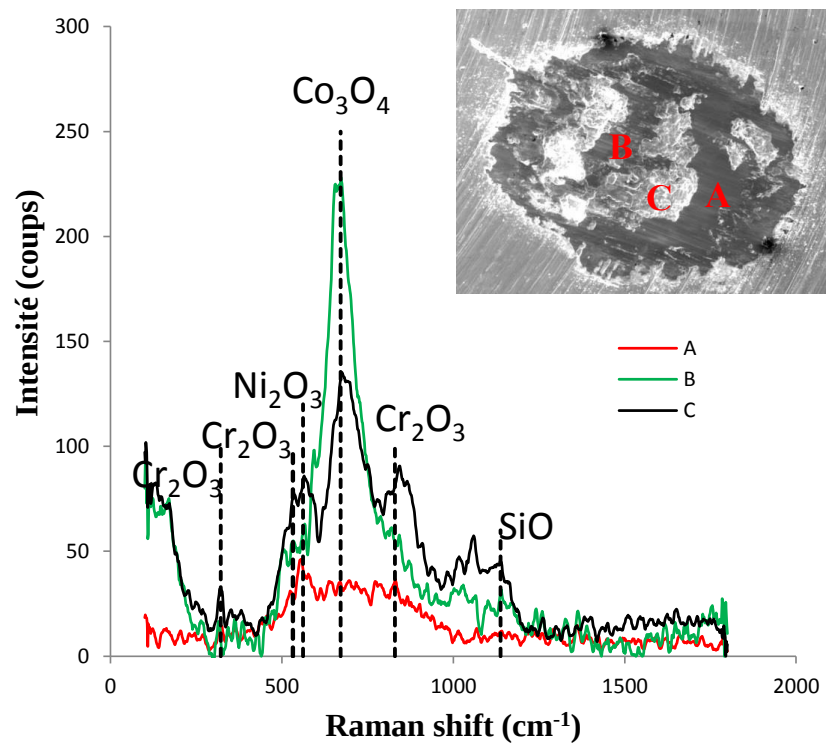


Figure VI.28 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.

d) Essai 500 000 cycles

René 125 :

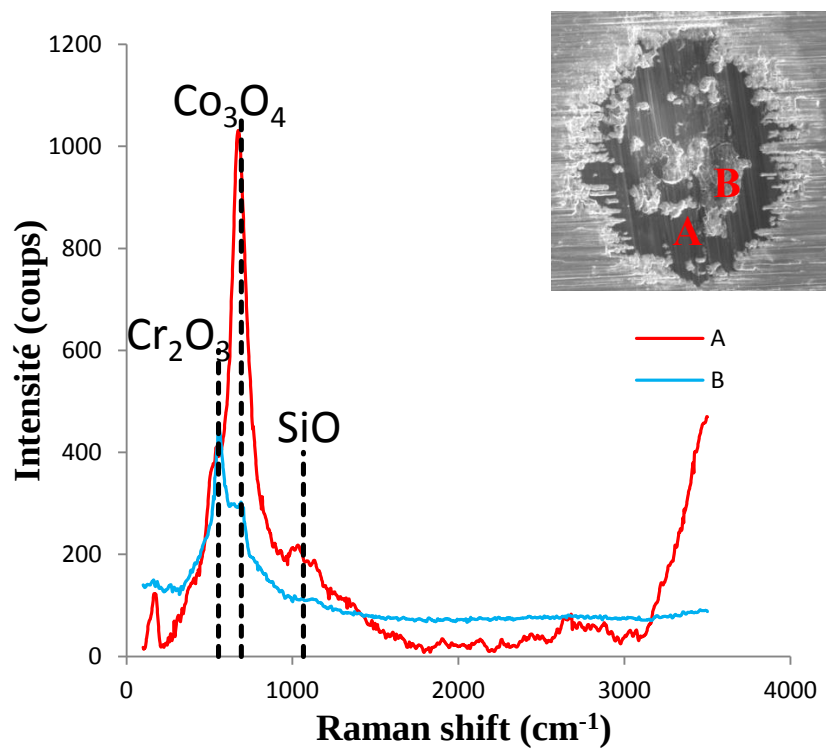


Figure VI.29 : Analyse Raman du plan René 125.

Waspaloy :

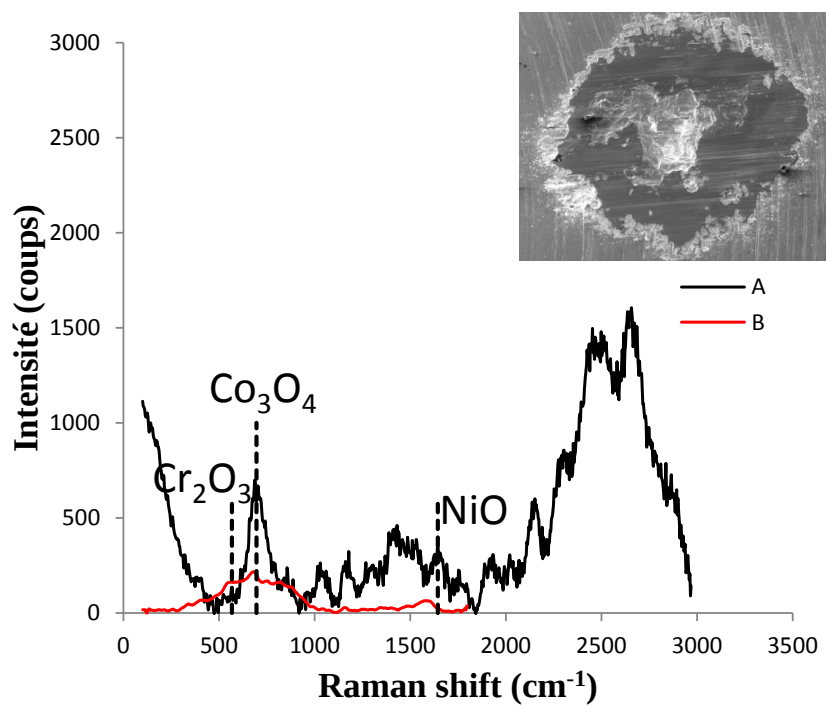


Figure VI.30 : Analyse Raman du poinçon Waspaloy.

Discussion

Le tableau VI.3 synthétise la composition des oxydes générés à l'interface en fonction de la durée des essais.

Etape	René 125	Waspaloy
2120 cycles	NiCo ₂ O ₄ (671cm ⁻¹)[99], NiO(662 cm ⁻¹)[100], Ni ₂ O ₃ (514 cm ⁻¹)[102], Cr=O(1002 cm ⁻¹)[104], SiO(1138 cm ⁻¹)[101]	NiCr ₂ O ₄ (437cm ⁻¹)[99], NiCr ₃ O ₄ (534cm ⁻¹)[103], Co ₃ O ₄ (830 cm ⁻¹)[103], SiO(1140 cm ⁻¹)[101], Cr=O(1002 cm ⁻¹)[104]
10 000 cycles	Ni ₂ O ₃ (562 cm ⁻¹)[102], NiCo ₂ O ₄ (678cm ⁻¹), SiO(1130 cm ⁻¹)[101]	CoO(386 cm ⁻¹)[103], CoO ₂ (481 cm ⁻¹)[107],Ni ₂ O ₃ (562cm ⁻¹)[102], Co ₃ O ₄ (685 cm ⁻¹)[105, 102], SiO(1140 cm ⁻¹)[101], Cr=O(1029 cm ⁻¹)[104]
100 000 cycles	NiO(174cm ⁻¹)[112], Ni ₂ O ₃ (551cm ⁻¹)[102],NiCr ₂ O ₄ (671cm ⁻¹)[99]	Cr ₂ O ₃ (322 cm ⁻¹)[106], Ni ₂ O ₃ (562 cm ⁻¹)[102], Co ₃ O ₄ (671 cm ⁻¹)[102], SiO(1138 cm ⁻¹)[101], Cr ₂ O ₃ (532 cm ⁻¹)[110, 111], Cr ₂ O ₃ (830 cm ⁻¹)[108, 109].
500 000 cycles	Cr ₂ O ₃ (554 cm ⁻¹)[108], SiO(1066 cm ⁻¹)[101], Co ₃ O ₄ (692 cm ⁻¹)[103]	Cr ₂ O ₃ (567 cm ⁻¹)[108], Co ₃ O ₄ (696 cm ⁻¹)[99], NiO(1645 cm ⁻¹)[112]

Tableau VI.3 : Récapitulatif des nombres d'onde des différents oxydes détectés par l'analyse Raman.

Nos observations confirment le processus présenté par Stott (Figure VI.31 [55]), durant les premières secondes de l'essai ($N_c < 53s$). L'interface met en jeu essentiellement une déformation plastique importante des alliages mis en contact. On observe quelques oxydes associés aux oxydes natifs initialement présents en surface. Les matériaux étudiés n'étant pas pré-oxydés, l'impact des oxydes natifs peut être négligé.

Après une courte période ($t = 53s$), les débris métalliques générés par le frottement entre les deux surfaces engendrent la formation d'oxydes de type spinelle (NiCo₂O₄). Ces oxydes ont des propriétés abrasives, qui s'associent à la présence de débris métalliques. Les coefficients de frottement résultant restent relativement élevés. Par la suite la quantité des débris oxydés présents dans l'interface augmente et la structure des oxydes formés évolue progressivement vers des structures corindons de type Cr₂O₃ ainsi que des oxydes de cobalt Co₃O₄ et dans une moindre mesure Ni₂O₃. Ces oxydes plus lubrifiants favorisent la constitution d'une glaze layer compacte et lubrifiante.

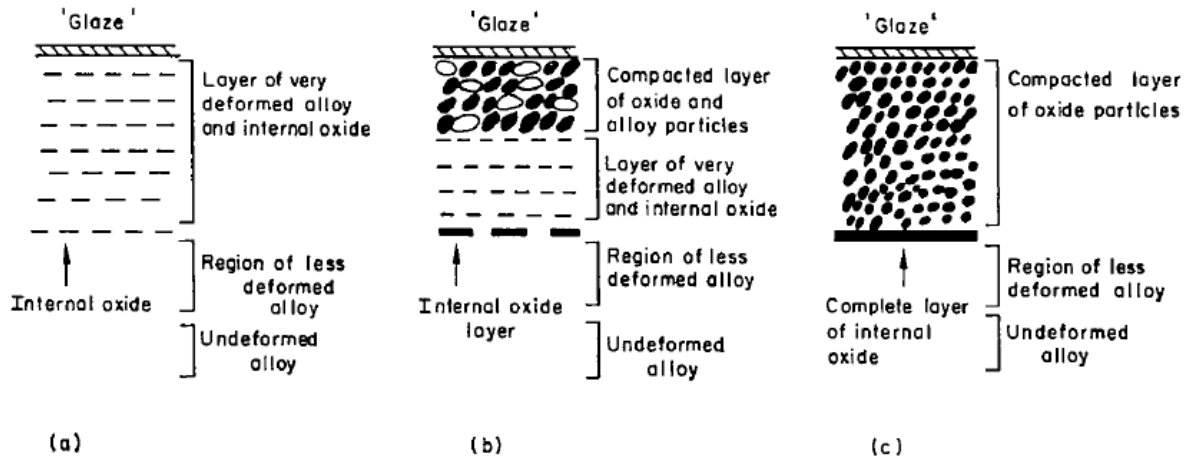


Figure VI.31 : Schématisation du processus de formation de la couche protectrice, a) après un temps court de glissement, b) après un temps intermédiaire de glissement et c) après un long temps de glissement [55].

Cette évolution de la structure des oxydes présents dans l'interface s'accompagne aussi d'un processus de broyage des débris qui deviennent de plus en plus fins et sont progressivement compactés pour générer une glaze layer compacte et lubrifiante.

On retiendra que ce processus est relativement rapide. Ainsi, après seulement 10^4 cycles une couche compacte protectrice lubrifiante est formée.

Ainsi, l'utilisation d'alliages à base de nickel riches en chrome et cobalt, en favorisant la formation de couche de type glaze layer lubrifiante et protectrices à haute température permet un très bon comportement tribologique des alliages pour des températures supérieures à 300°C.

Cependant, on met en évidence une usure initiale (V_{GL}) nécessaire à la formation de la glaze layer protectrice. Pour réduire cette usure initiale, on propose d'étudier différents traitements de surface.

Chapitre VII : Comparaison des solutions palliatives

I. Comparaison des solutions palliatives proposées dans le cadre de cette étude :

Un des objectifs de ce projet de recherche (Projet INNOLUB) est de comparer différentes solutions palliatives permettant de réduire la cinétique d'usure de l'interface Waspaloy/René 125 (700°C), durant la phase de rodage associée à la constitution de la glaze layer. Ainsi, différents dépôts développés dans le cadre du consortium INNOLUB ont été testés.

1. Matériaux utilisés :

Les solutions étudiées dans le cadre de cette étude sont les dépôts NiP, NiCo, Stellite/6, Sol-Gel SG-500°C et Sol-Gel SG-250°C (figures VII.1 et VII.2) déposés sur les plans de René 125. Le contre-corps est une surface en Waspaloy identique à celle étudiée dans les chapitres précédents. Ces différents traitements de surface seront comparés au couple référence du Waspaloy/René 125.

✓ Dépôts APS et MECAPROTEC sur le substrat en René 125 :



Figure VII.1 : Dépôt APS

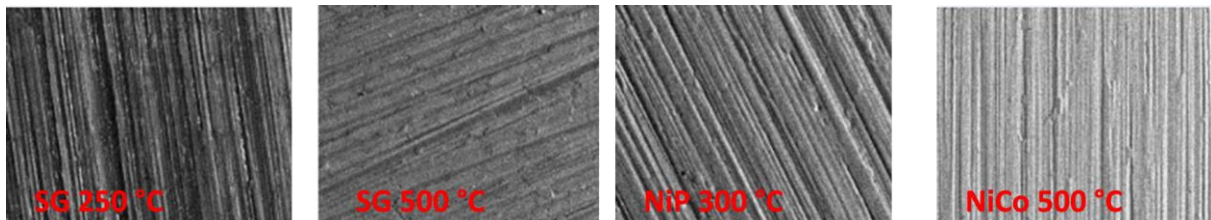


Figure VII.2 : Dépôts MECAPROTEC

Compte tenu de l'état de surface du revêtement APS, une rectification du Stellite 6/Ag a été réalisée de façon à obtenir une rugosité équivalente à celle des dépôts MECAPROTEC.

Ces dépôts ont été déposés avec différentes méthodes, dans différentes conditions expérimentales, quelques-uns ont subi un traitement thermique avant la déposition du film.

✓ Caractéristiques des revêtements SG-250°C et SG-500°C :

Les méthodes de dépôts par sol-gel sont des procédés de synthèse par «Chimie douce» qui reposent sur des réactions chimiques se produisant à basses températures. Après une préparation de la surface du substrat d'acier inoxydable 15-5PH, le sol (phase liquide base époxy) est déposé par trempage retraits dans le cadre de cette étude (immersion du substrat dans le sol et retrait avec une vitesse contrôlée), car il permet de contrôler l'épaisseur déposée.

D'un sol hybride GPTMS-ASB [(γ -Glycidyloxypropyl) triméthoxysilane (GPTMS) et l'aluminium tri-sec butoxide (ASB)], un revêtement composite lubrifiant est ainsi élaboré par la synthèse in situ de

carbone amorphe dans une matrice d'oxyde. Comme le talc est connu pour ses propriétés lubrifiantes, il a été choisi comme renfort mécanique. Il est réfractaire jusqu'à 770°C, ce qui permet d'accroître la stabilité thermique des matrices polymères. Des particules de talc et plus précisément des particules synthétiques de taille submicronique obtenues par synthèse hydrothermale après préparation du sol ont été introduites dans le revêtement. Celui-ci est laissé au repos 24h puis déposé par trempage-retrait sur le substrat. Un post-traitement thermique est appliqué ensuite, qui se décompose de la manière suivante : un séchage de 50°C pendant 24h suivi d'une montée en température à 50K/h jusqu'à 110°C pendant 16h.

Ces revêtements ont été soumis à des traitements thermiques à 250 et 500°C, avec une faible vitesse de montée en température d'1K/min jusqu'à la température de consigne et un refroidissement lent contrôlé par l'inertie du four.

Les revêtements traités dits 250°C et 500°C, résultent d'un même protocole de dépôt. En particulier une viscosité du sol et une vitesse de retrait identique. Il est à noter que ces traitements thermiques influencent l'épaisseur des dépôts. La décomposition thermique du réseau organique, se manifeste par une fissuration des revêtements. En effet, la décomposition thermique du réseau organique associée à l'évaporation et/ou l'oxydation des composés intermédiaires formés au-delà de cette température, conduisent à un état de contrainte suffisant pour générer des fissures dans le revêtement [113].

✓ **Caractéristiques des revêtements NiP :**

les revêtements NiP sont des alliages nickel-phosphore dont la teneur en phosphore conditionne les propriétés mécaniques telles que : la dureté, la rigidité, la résistance à l'usure, le coefficient de frottement.

Les auteurs définissent trois domaines de composition correspondant à trois états structuraux différents:

- ✓ de 0 à 9 % at. P, le dépôt obtenu est cristallisé. Les analyses radio-cristallographiques et les observations par microscopie électronique montrent la présence de nickel cristallisé dans le système cubique à faces centrées.
- ✓ de 9 à 17 % at. P, la matrice NiP est micro cristallisée. Les clichés de diffraction de rayons X, de même que les observations MET, montrent un affinement structural important.
- ✓ de 17 à 22 % at. P, la solution solide de nickel sursaturée en phosphore est amorphe.

La dureté des alliages NiP varie en fonction de leur état de cristallisation et donc de leur teneur en métalloïde. Des études [114, 115] ont mesuré des valeurs de micro-dureté Vickers autour de 300 H_V pour des alliages cristallisés. Cette valeur augmente jusqu'à 650 H_V lorsque les solutions solides sont micro-cristallisées et diminue ensuite pour se stabiliser autour de 400 H_V pour les alliages amorphes.

L'augmentation de la dureté observée est due à la diminution de la taille des grains. Ainsi, l'augmentation du nombre de joints de grains, qui entraîne une augmentation du nombre d'obstacles au déplacement des dislocations se traduit par l'accroissement des propriétés mécaniques. Ainsi, la dureté du nickel chimique, qui lui vaut son succès dans de nombreuses applications industrielles, varie fortement en fonction de la teneur en phosphore lorsque le revêtement n'a pas subi de traitement thermique [116, 117]. Trois familles de revêtements NiP existent donc selon cette teneur en phosphore :

- les « bas-phosphore » (%P at. < 5),
- les « moyens-phosphore » (5 < %P at. < 9),
- les « hauts-phosphore » (%P at. > 9).

Pour un alliage de composition donnée, une augmentation de la micro-dureté peut être obtenue par traitement thermique [118]. L'apparition de germes de phosphures de nickel jouent dans ce cas le rôle

de points d'ancrage des dislocations et évitent leur propagation. Ces traitements thermiques doivent être compatibles avec la pérennité du matériau. Ils ont pour but :

- de réduire la fragilisation des aciers par l'hydrogène.
- d'augmenter la dureté des dépôts (par précipitation de phosphure de nickel dans la matrice) (Tableau VII.1).
- d'améliorer l'adhérence des dépôts. [119].

Teneur en phosphore	Traitement thermique
2 à 5 %	1 heure à 400-425°C
6 à 9 %	1 heure à 375-400°C
10 à 13 %	1 heure à 375-400°C

Tableau VII.1 : Traitement thermique pour obtenir le maximum de dureté.

✓ **Caractéristiques des dépôts Stellite 6 :**

L'alliage à base de cobalt (Stellite 6) est couramment utilisé pour améliorer la résistance à l'usure des pièces mécaniques, en particulier dans des environnements soumis à de hautes températures. Ce sont des mélanges de cobalt et d'autres éléments tels que le nickel, le chrome, le tungstène, le carbone et le fer. Chaque élément secondaire ajouté a son importance. Le chrome est ajouté pour former des carbures et pour construire la matrice (Co-Cr) plus compacte ainsi que pour améliorer la résistance à la corrosion et à l'oxydation. Le tungstène et le molybdène ont de grandes tailles atomiques. Ils donnent la dureté supplémentaire à la matrice en formant des carbures fragiles durs. L'addition de nickel augmente la ductilité.

	Co	Cr	C	W	Mo	Si	Mn	Ni	Fe
Stellite 6	Bal	28	1.2	4.5		1.1	1	<3	<3

Tableau VII.2 : Composition chimique du revêtement Stellite 6.

La poudre de Stellite peut être déposée par les procédés de soudage. Lors du refroidissement, la première phase formée de l'état liquide se décompose en dendrites riches en cobalt et non facettées avec une structure cristalline cubique face centrée (CFC). Le liquide restant se solidifie à la suite en un eutectique dans la zone inter-dendrites. Cette zone a une forme lamellaire. C'est un mélange de la phase (CFC) et de carbures eutectiques M₇C₃. Cet alliage contient une fraction volumique importante de carbures (environ 0,2/0,3). Les carbures prédominants trouvés dans les alliages Stellite sont de type M₇C₃ (M = métal). Ils sont riches en chrome avec une composition typique (Cr_{0.85}Co_{0.14}W_{0.01})₇C₃. Cette composition dépend de la composition de l'alliage et des conditions de refroidissement. La dureté des carbures, de l'ordre de 2200 Hv est responsable de la dureté globale du dépôt (550 Hv) et de la résistance à l'usure du revêtement en Stellite. Dans le cas des alliages ayant une faible teneur en carbone, d'autres carbures tels que M₆C et M₂₃C₆ sont également abondants. Mais, ils sont beaucoup moins durs que les carbures M₇C₃. Ainsi, la microstructure des revêtements de Stellite est un mélange qui comporte des carbures durs et une matrice plus ductile. Les deux phases, matrice et carbure, doivent contenir une teneur suffisante en chrome pour établir une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Comme la matrice perd rapidement sa tenue à haute température, elle doit être renforcée pour augmenter sa tenue à haute température d'où l'ajout de tungstène [120].

✓ **Caractéristiques du dépôt Ni-Co :**

Plusieurs études relient les propriétés magnétiques des revêtements NiCo à leurs compositions chimiques ainsi qu'à leurs structures [121]. Généralement ils sont réputés pour leur stabilité thermique, leur bonne adhésion et leur résistance à la corrosion (pour ceux contenant plus de nickel que du cobalt). Malheureusement peu d'études ont été conduites traitant le comportement en usure et en frottement de ces revêtements en fonction de leurs microstructures et compositions chimiques [122].

Selon le pourcentage du cobalt utilisé, la morphologie de ces revêtements est donnée dans la figure VII.3, on peut mettre en évidence la taille des grains qui est inversement proportionnel au pourcentage du cobalt utilisé, mais il ne faut pas négliger non plus la densité du courant utilisé [123].

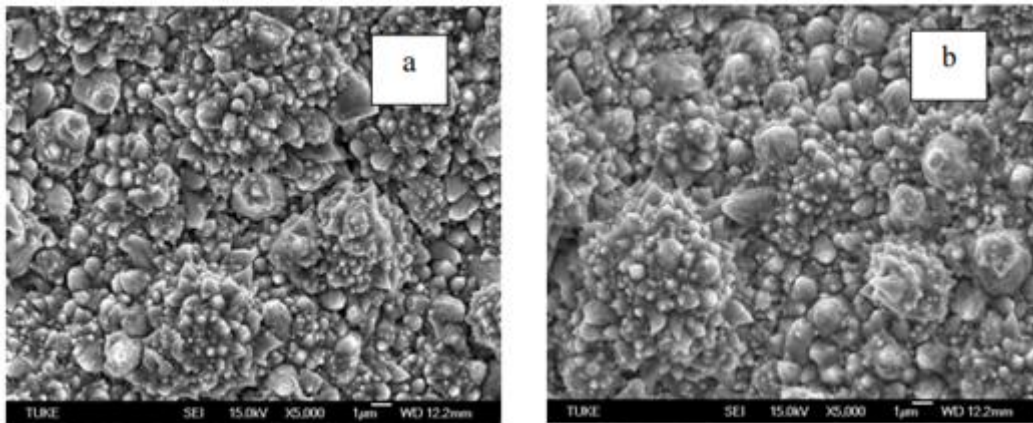


Figure VII.3 : Morphologie du revêtement NiCo, a) avec 33.32 %wt Co déposé avec $1A.dm^{-2}$, b) avec 31.8% wt Co déposé avec $2 A.dm^{-2}$.

2. Conditions expérimentales :

Les conditions de chargement retenues sont celles établies dans le tableau VII.3, qui nous ont permis de générer une usure du contact nu à 700°C, soit l'application de fréquences élevées (100 Hz).

Conditions opératoires Sphère / Plan	
R sphère (mm)	12,7
T °C	700
δg (μm)	± 100
P (N)	67
f (Hz)	100
$p_{moyH(Hertz)}$ (MPa)	667
a_H (Hertz) (mm)	0,18

Tableau VII.3 : Conditions appliquées pour comparer la réponse des différents palliatifs (Projet INNOLUB).

Une première série d'essais a été effectuée à 10^6 cycles sur l'ensemble des dépôts étudiés. Puis tenant compte de différentes recommandations industrielles, d'autres séries d'essais ont été réalisées sur les dépôts NiP, NiCo SG-250°C et Stellite6/Ag. En comparant la réponse en usure à 1, 2, 4, 6, 8 millions

de cycles, il a ainsi été possible d'établir une estimation des cinétiques d'usure dans le régime stabilisé.

3. Réponse en frottement et usure à 10^6 cycles

La figure VII.4 compare les coefficients de frottement des dépôts NiCo, Stellite6/Ag et SG-250°C en échelle linéaire et logarithmique.

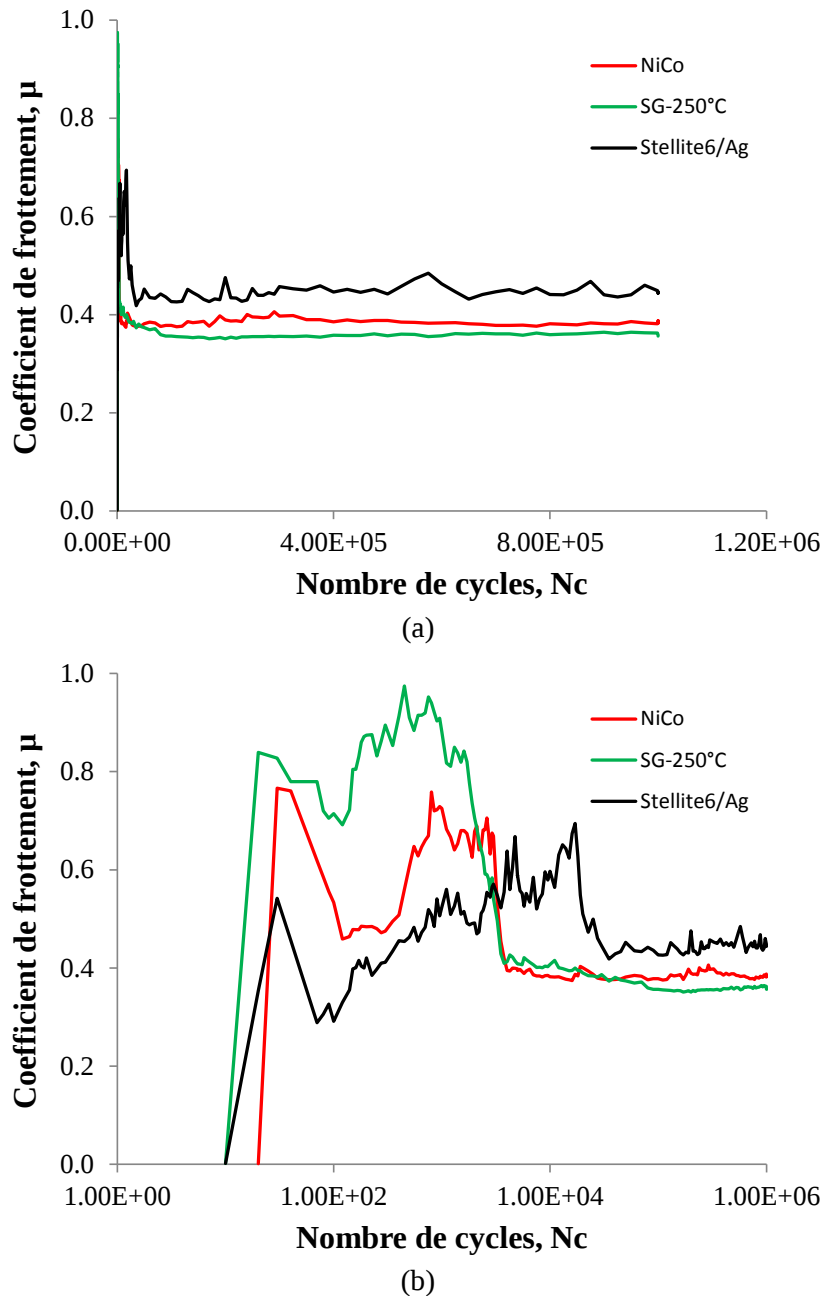


Figure VII.4 : Evolution du coefficient de frottement des dépôts NiCo, Stellite6/Ag et SG-250°C, a) Echelle linéaire, b) Echelle Logarithmique.

Les dépôts NiCo et SG-250°C montrent une période de rodage, avec des coefficients de frottement relativement élevés de l'ordre de 0,8, mais de très courte durée ($\ll 10^4$ cycles). Ensuite le coefficient de frottement se stabilise à 0,4.

Le dépôt Stellite6/Ag présente une phase de rodage moins sévère ($\mu < 0,7$) mais beaucoup plus longue ($N_c \approx 2.10^4$ cycles), et surtout le coefficient de frottement reste supérieur à 0,45 même après 10^6 cycles. Ceci suggère que le dépôt stellite6/Ag n'est pas propice à la formation de la glaze layer.

La figure VII.5 compare le coefficient de frottement moyen calculé sur la totalité de la durée des essais (10^6 cycles), afin de vérifier la reproductibilité des essais, ils ont été dupliqués.

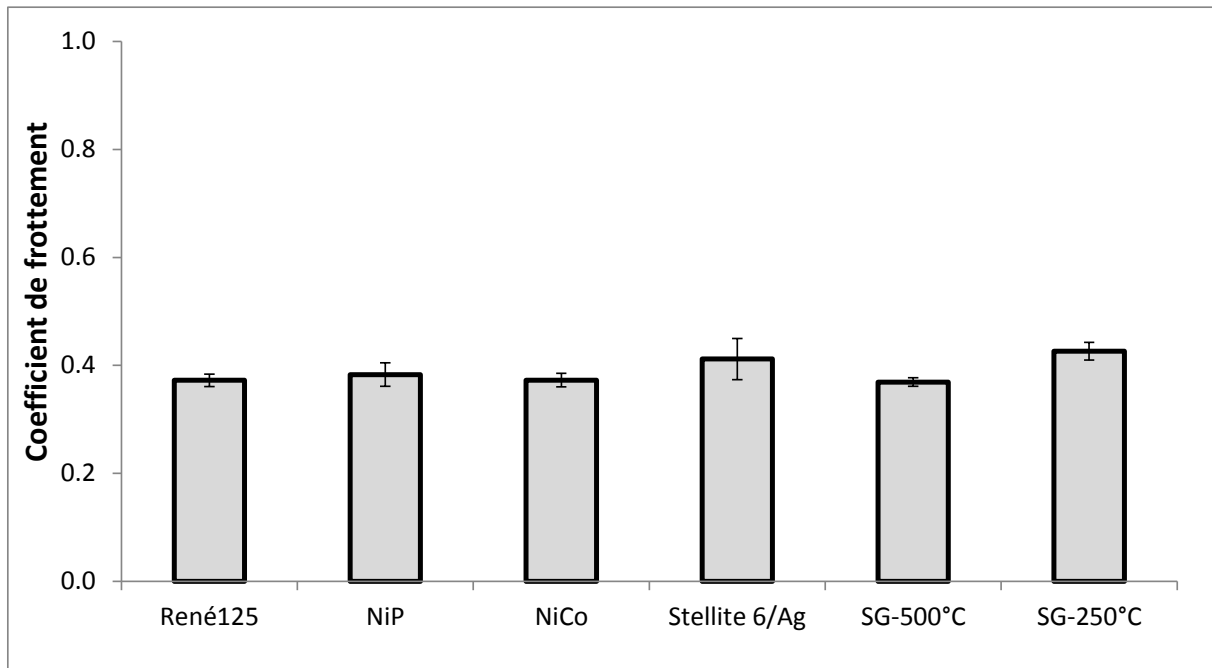
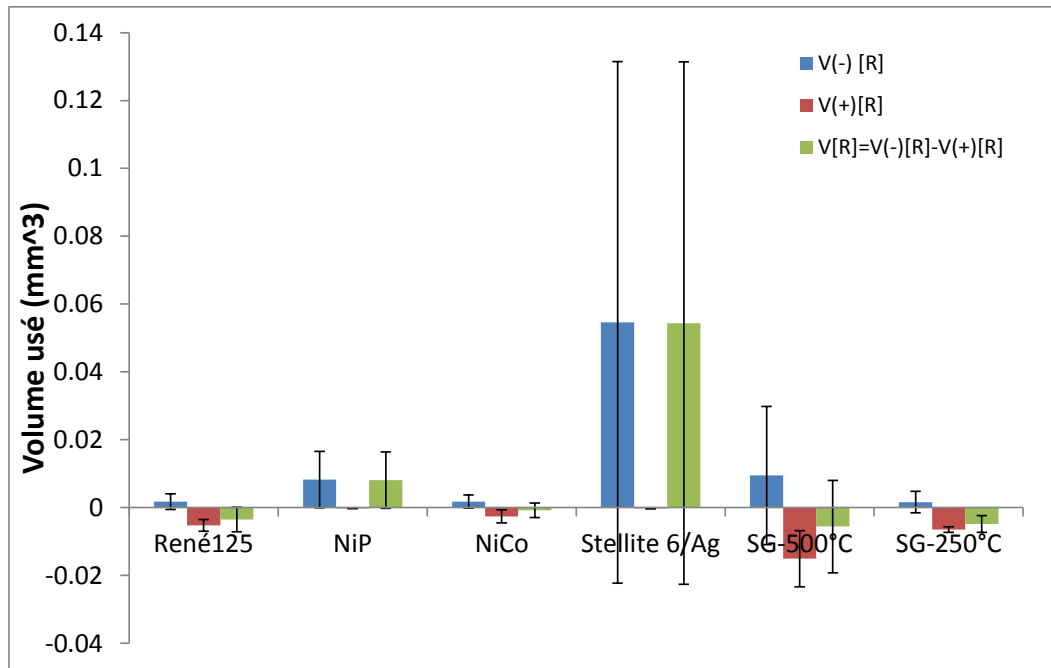


Figure VII.5: Coefficients de frottement moyen obtenus pour les différents couples étudiés (nature du plan) sur 10^6 cycles de fretting (valeur moyenne de deux séries d'essais).

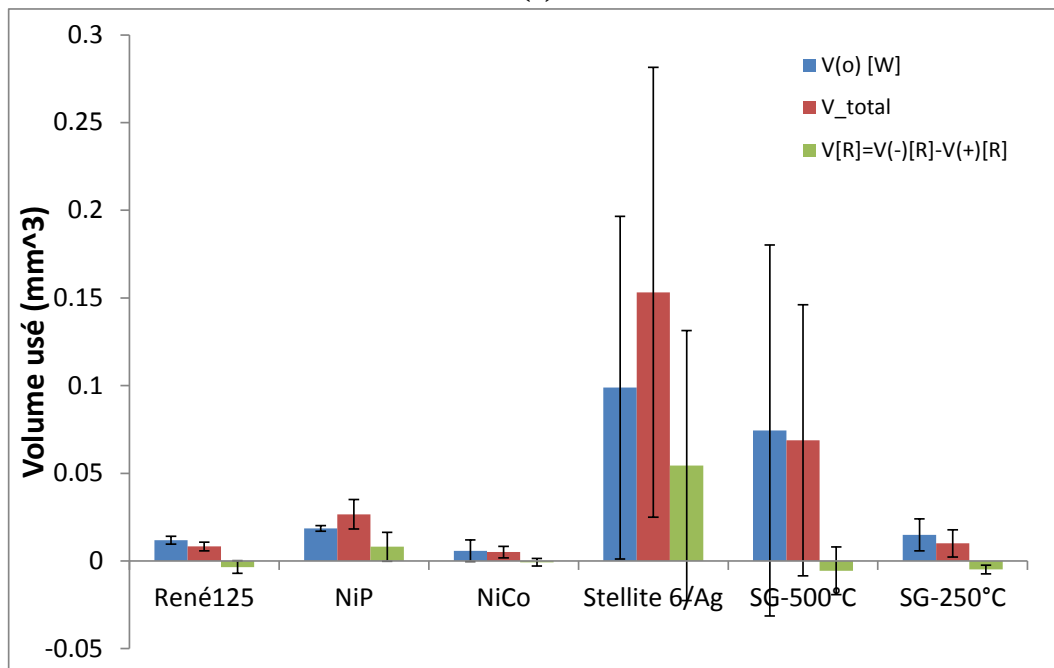
La plupart des traitements de surfaces (NiP, NiCo, SG-250°C et SG-500°C) présentent des coefficients de frottement proches de 0,4, valeurs équivalentes aux valeurs obtenues pour le couple non revêtu Waspaloy/René 125. Le dépôt du Stellite 6/Ag présente un coefficient de frottement légèrement supérieur proche de 0,5.

La figure VII.6-a compare l'évolution des volumes négatifs V(-) (enlèvement de matière) et les volumes positifs V(+) (transferts) mesurés sur le plan René 125. On remarque que le couple non revêtu se comporte relativement bien. Seuls les dépôts NiCo et SG-250°C présentent des usures équivalentes. Ainsi, les usures totales V[R] mesurées sur les plans sont sensiblement plus importantes pour les dépôts NiP et SG-500°C, très supérieures pour le Stellite6/Ag. En effet ce dernier revêtement n'induit pas de transferts protecteurs en provenance du poinçon Waspaloy V(+) mais induit une usure très importante de la surface du plan, autrement dit une usure du dépôt Stellite/6.

La figure VII.6-b) compare l'évolution du volume total du plan V[R], celui du contre-corps Waspaloy mesuré à partir de l'expertise optique des traces V(o)[W] et le volume total du système (V_total). On confirme que seuls les dépôts NiCo et SG-250°C donnent lieu à des usures faibles équivalentes au couple non revêtu. L'usure du couple NiP/W est sensiblement supérieure. En revanche les dépôts SG-500°C, et surtout Stellite6/Ag induisent des usures beaucoup plus importantes.



(a)



(b)

Figure VII.6 : Analyse de la réponse en usure des différents couples (dépôts déposés sur le plan de René 125) : Waspaloy (surface sphérique $R=12,7$ mm), $P=67$ N, $\delta g = \pm 100$ μ m, $T=700^\circ\text{C}$, $f=100$ Hz, $N=10^6$ cycles, (a) Analyse détaillée des plans nus et revêtus; (b) Analyse comparative des plans V[R], poinçon V[W] et du contact total V_total.

Pour le dépôt Stellite6/Ag l'usure très importante observée suggère que le processus protecteur de glaze layer n'est pas réellement activé.

4. Cinétique d'usure des dépôts :

Pour établir la dynamique d'usure sur des durées plus importantes, une seconde série d'essais a été réalisée à [2, 4, 6, 8 et 10]. 10^6 cycles sur le couple non revêtu et les dépôts NiP, NiCo, SG-250°C et Stellite 6/ Ag. La figure VII.7 confirme une stabilité du coefficient de frottement moyen calculé qui reste proche de 0,4 pour les 4 couples.

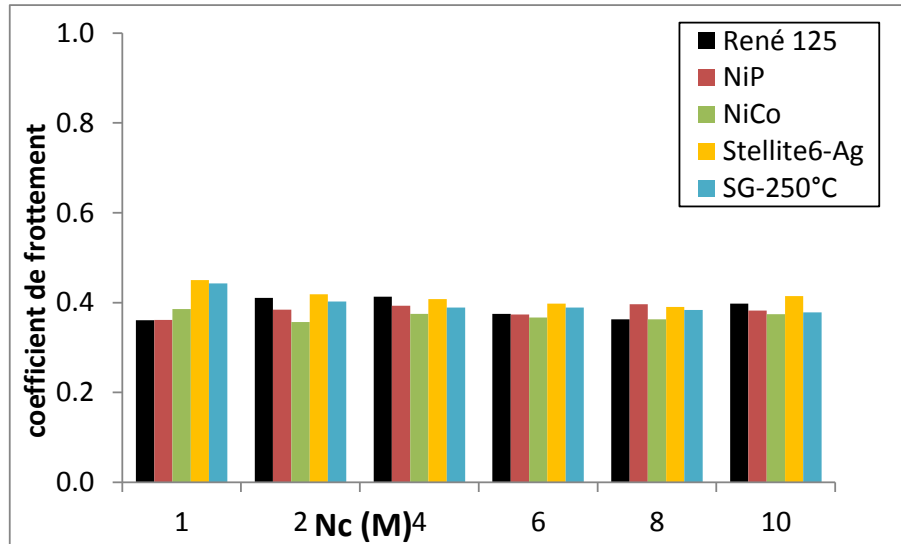
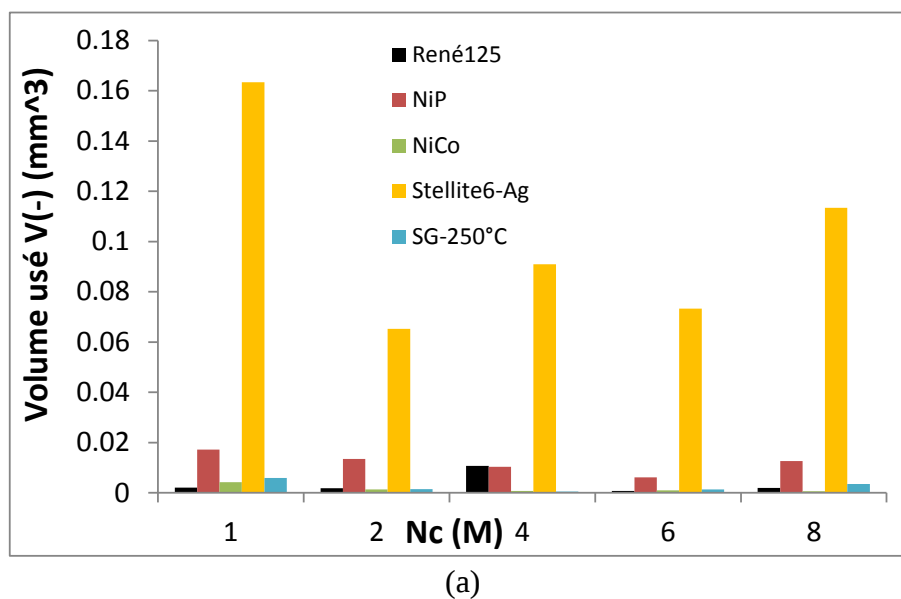
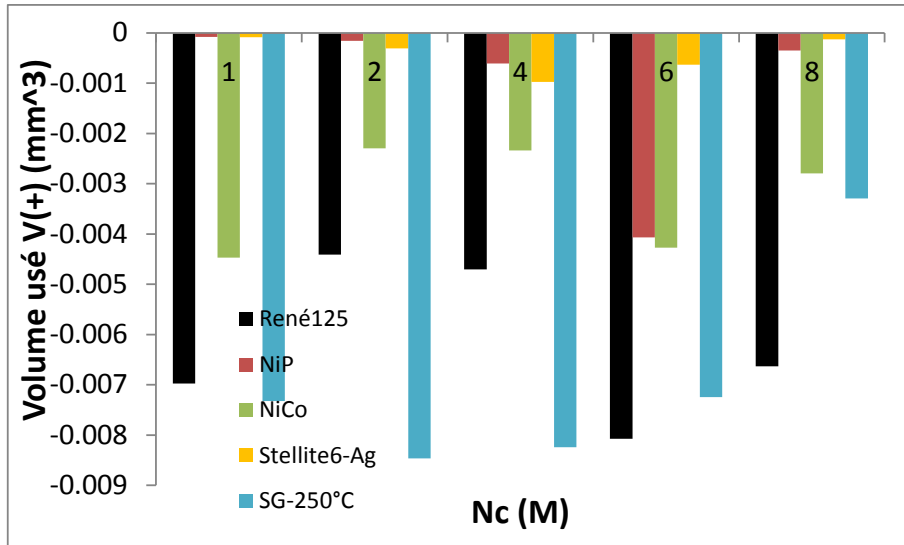


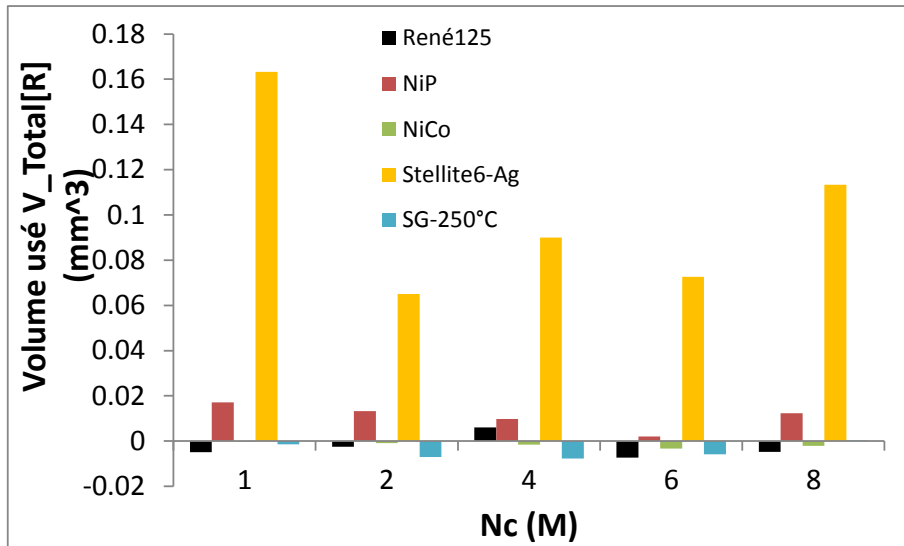
Figure VII.7 : Coefficients de frottement moyen obtenus sur les différents couples étudiés en fonction du nombre de cycles.

La figure VII.8 compare les volumes d'usure obtenus.

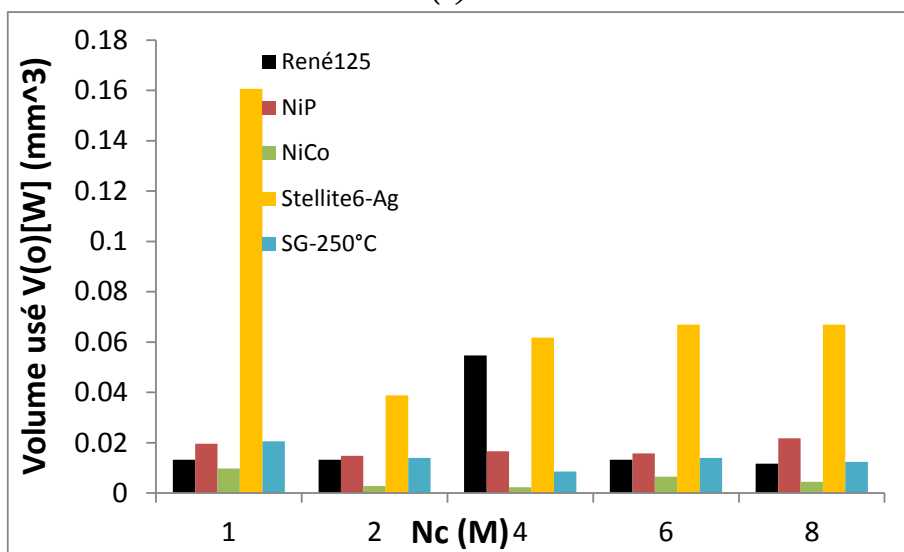




(b)



(c)



(d)

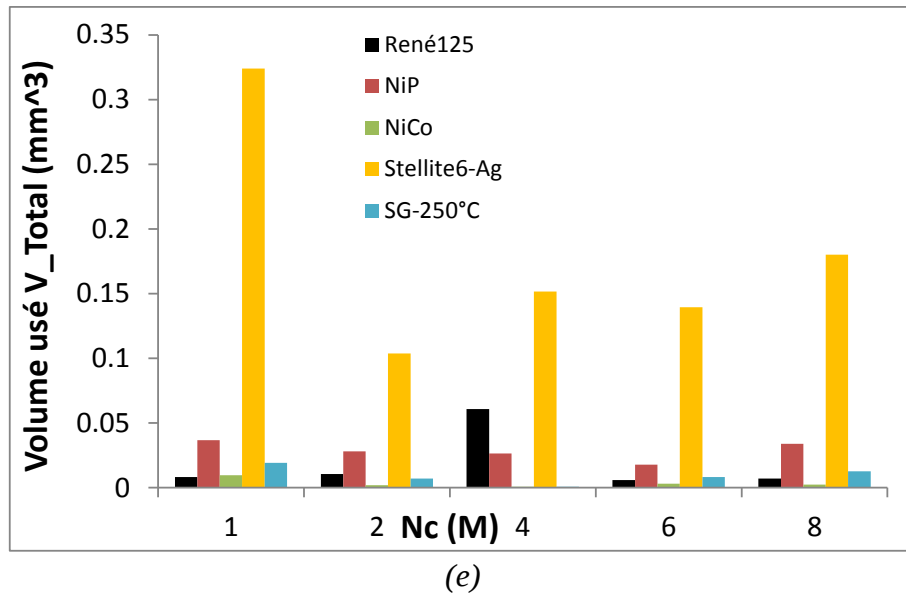


Figure VII.8 : Analyse de la réponse en usure des différents couples (dépôts déposés sur le plan de René 125) : Waspaloy (surface sphérique $R=12,7$ mm), $P= 67$ N, $\delta g = \pm 100$ μ m, $T= 700^{\circ}\text{C}$, $f=100$ Hz, (a) et (b) Analyse détaillée des plans nus et revêtus de René 125 ; (c), (d) et (e) Analyse comparative des plans $V[R]$, poinçon $V[W]$ et du contact total V_{total} .

Dans un premier temps, on compare la réponse en usure des plans en différenciant le volume négatif $V(-)$ et le volume positif $V(+)$ (figure VII.8 b) puis l'usure globale du plan $V[R]$ (figure VII.8 c), celle du poinçon en Waspaloy $V[W]$ (figure VII.8 d) et enfin l'usure totale du système V_{total} (figure VII.8 e).

Cette analyse en fonction du nombre de cycles imposé confirme les tendances observées à 10^6 cycles. Le dépôt stellite6/Ag induit une usure significative du plan et du poinçon Waspaloy comparée au couple nu. Les usures totales obtenues sont très supérieures à celle obtenues pour le couple non revêtu. En revanche, il apparaît que le dépôt NiCo et le dépôt SG-250°C, tout en évitant l'usure du plan, réduisent aussi l'usure du contrecorps Waspaloy. Ainsi l'usure totale du couple NiCo-R/W est plus faible que celle mesurée pour le couple non revêtu R/W. Cette première analyse semble confirmer les bonnes performances du dépôt NiCo.

En comparant les usures totales à différents nombres de cycles, il est aussi possible de dissocier le régime d'usure transitoire initial du régime d'usure stabilisé. En fait, en établissant la cinétique d'usure entre l'usure à 10^6 et 8.10^6 cycles, nous pouvons comparer les cinétiques d'usure sur le long terme des différents couples étudiés.

René125	-0.0008
NiP	-0.0007
NiCo	-0.0006
Stellite6-Ag	0.0091
SG-250°C	-0.0004

Tableau VII.4 : Valeurs des pentes des différents dépôts

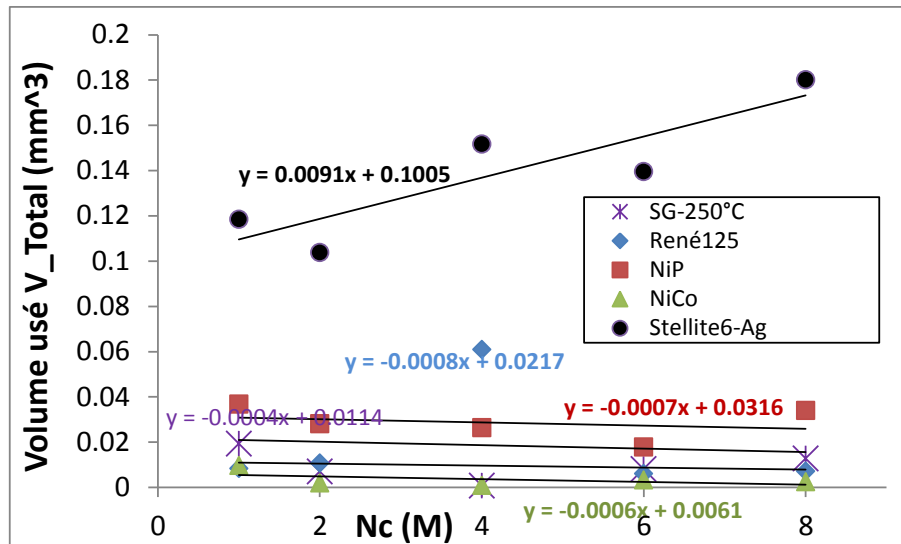


Figure VII.9 : Comparaison de la cinétique d'usure des dépôts : NiCo, NiP, SG-250°C et Stellite6/Ag avec le substrat non revêtu entre 10^6 et 8.10^6 cycles ($P= 67$ N, $\delta g = \pm 100$ μ m, $T= 700^\circ$ C, $f=100$ Hz.

Cette analyse montre en particulier que pour le couple Stellite6/Ag l'usure est remarquablement importante. Finalement on confirme le très bon comportement des deux couples NiCo et SG-250°C qui, outre le fait qu'ils induisent une usure initiale très faible, sont associés à une cinétique d'usure plus faible que celle du couple non revêtu.

5. Synthèse

Cette étude a permis de montrer que les revêtements NiCo, et potentiellement SG-250°C permettent de réduire l'usure initiale de l'interface René 125/Waspaloy. Nous pouvons également conclure que l'application des revêtements NiCo et SG-250°C peut améliorer la résistance de l'interface R/W à 700°C, en limitant la phase de « rodage » relative à la constitution de la glaze layer.

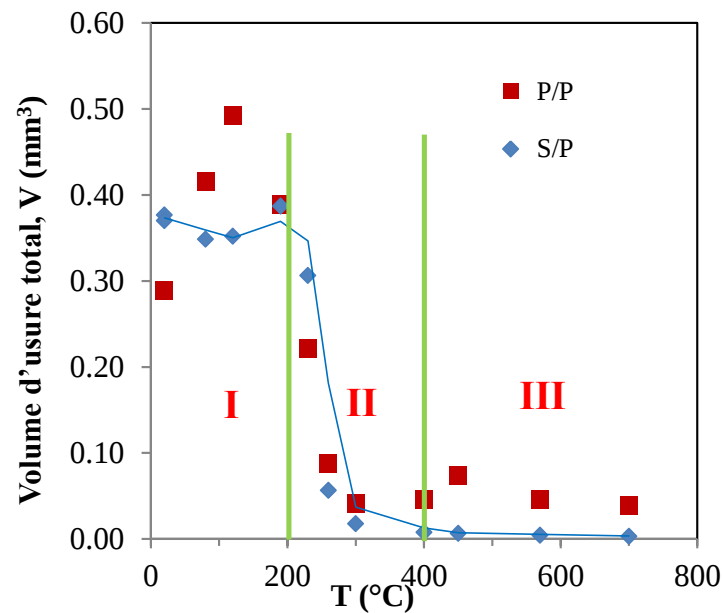
Des études plus approfondies auraient permis de mieux comprendre l'action de ces revêtements (essais interrompus). Malheureusement, en raison de question de temps, il n'a pas été possible d'aborder cet aspect.

Conclusions générales et perspectives

Conclusion générale :

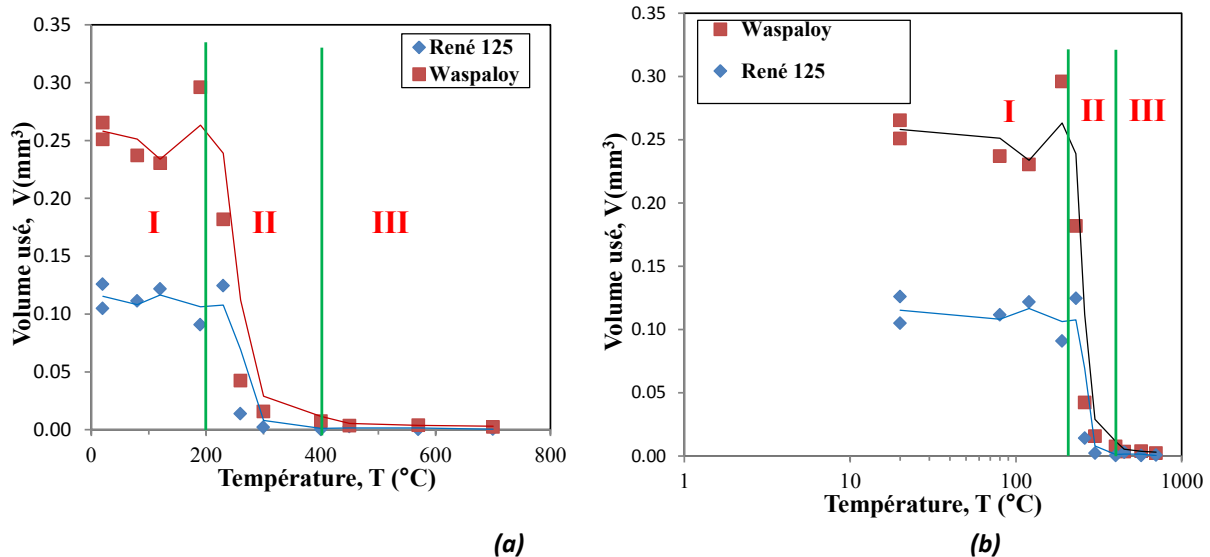
Ces travaux de thèse ont porté sur l'étude en fretting/usure du contact à base de nickel Waspaloy/René 125, en fonction de la température et différentes conditions de glissement, de pression et de fréquence de sollicitation.

L'application visée des carters de turboréacteurs est associée à des pressions de contact relativement faibles de l'ordre de 10 MPa. Pour reproduire ces très faibles pressions, la configuration optimale est le contact plan/plan, qui est cependant très difficile à appliquer expérimentalement. Dans le cadre de ces travaux, nous avons montré que les résultats obtenus à partir du contact sphère/plan, bien qu'induisant des pressions de contact initiales très supérieures, sont cohérents avec ceux obtenus via le contact plan/plan.



Evolution du volume d'usure total : $V = V_R + V_W$ en fonction de la température, comparaison entre le contact S/P et P/P ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

Ainsi, le comportement tribologique de l'interface W/R en fonction de la température semble peu dépendant de la géométrie du contact. La configuration sphère/plan permettant de réduire les dispersions expérimentales, a par la suite été utilisée pour analyser la réponse du contact Waspaloy/rené 125 en fonction de la température.



Evolution du volume d'usure du René 125 et du Waspaloy en fonction de la température, a) : Echelle linéaire, b) : Echelle logarithmique ($P=67N$, $\delta g = \pm 100 \mu m$, $f=25 \text{ Hz}$, $N_c = 5.10^5 \text{ cycles}$).

Nous avons identifié trois domaines de réponse tribologique :

- ✓ Domaine (I : $T < 200^\circ\text{C}$) : pour les faibles températures, l'usure de type abrasive est très importante et est principalement abrasive sur le contre-corps en Waspaloy.
- ✓ Domaine (II : $200^\circ\text{C} < T < 400^\circ\text{C}$) : pour ce domaine intermédiaire de température, l'usure tend à diminuer ainsi que le coefficient de frottement. L'usure de type abrasive est limitée par la constitution d'un lit de débris oxydés qui réduit l'endommagement des surfaces.
- ✓ Domaine (III : $T > 400^\circ\text{C}$) : pour ces hautes températures, le lit de débris évolue vers la formation d'une glaze layer qui réduit le coefficient de frottement à 0,4 et surtout diminue fortement la cinétique d'usure.

Dans tous les cas, l'usure est essentiellement abrasive sur le contre-corps en Waspaloy.

L'étude des cinétiques d'usure montre deux comportements différents. Dans le domaine I ($T < 200^\circ\text{C}$), le volume d'usure augmente linéairement avec l'énergie de frottement dissipée dans l'interface.

En revanche, dans le domaine III, on observe une évolution bilinéaire.

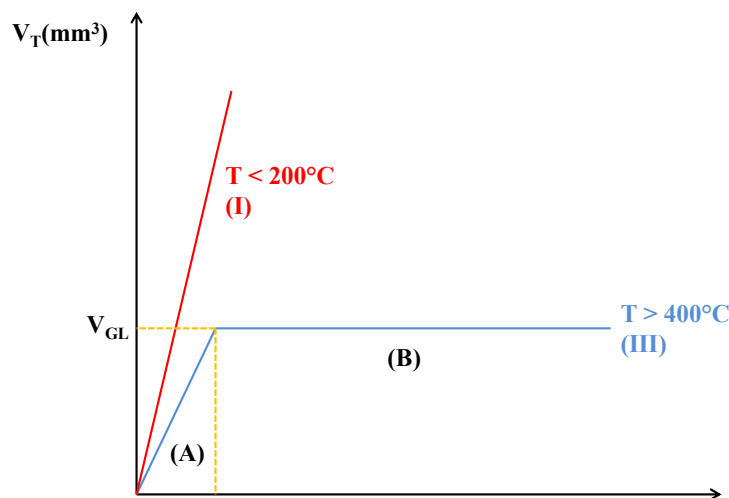


Illustration de l'évolution d'usure dans le domaine I et dans le domaine III.

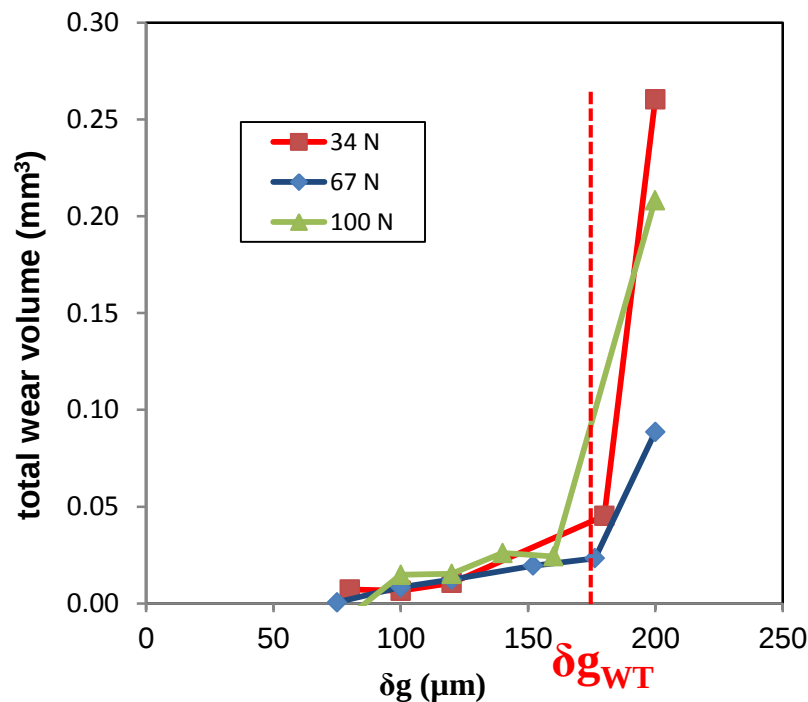
Durant une courte période transitoire, on observe une augmentation de l'usure essentiellement sur le contre-corps en Waspaloy, jusqu'à un volume d'usure seuil associé à la formation d'une glaze layer V_{GL} .

Lorsque la couche dite de glaze layer est formée, l'interface est protégée et on n'observe plus d'augmentation de l'usure (plateau).

Par la suite, on s'est essentiellement intéressé dans un premier temps, à l'étude de la formation de la glaze layer dans le domaine III ($T > 400^{\circ}\text{C}$) en faisant varier un seul paramètre à la fois, tel que la durée des essais, l'amplitude de glissement, la pression normale et la fréquence en fixant la température à 700°C .

L'étude du comportement de la glaze layer en fonction de la durée des essais, a révélé une forte dispersion des volumes d'usure mesurés. Cette dispersion peut être liée à la dispersion des mesures des volumes usés qui sont très faibles. Une seconde hypothèse serait liée à un processus compétitif de formation et de dégradation de la glaze layer. Cependant, la pente du régime stabilisé (B) est très faible, ce qui suggère que si cette hypothèse devait être vérifiée, le processus de dégradation des glaze layers à 700°C serait très lent.

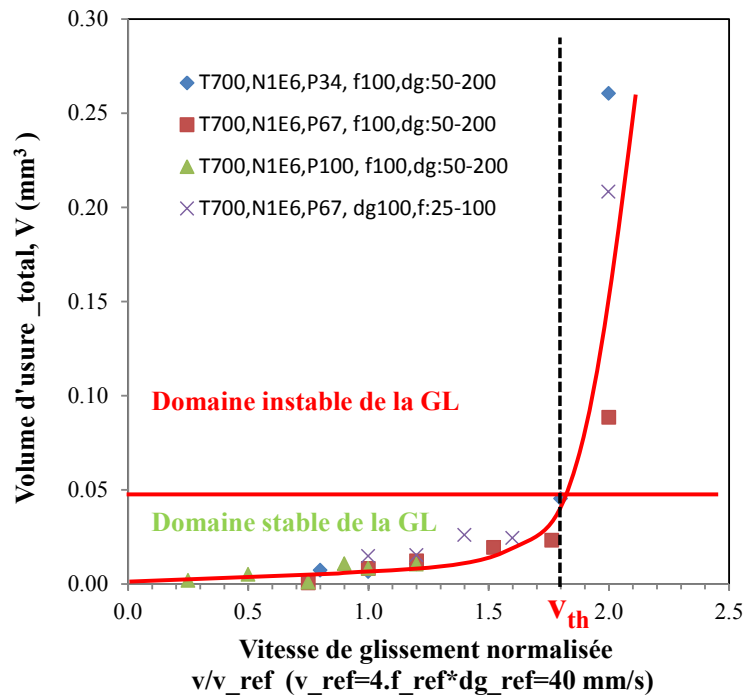
Un second volet a porté sur l'étude de l'évolution du volume d'usure V_{GL} en fonction de l'amplitude de glissement et de la pression de contact.



Evolution de l'usure totale du système en fonction de l'effet combiné de la charge normale et de l'amplitude de glissement.

Nos travaux ont montré qu'il existe une amplitude critique (δg_{WT}) au-dessus de laquelle, le volume stabilisé associé à la formation de la glaze layer augmente fortement. Cette augmentation suggère que pour des glissements trop importants, la formation d'une glaze layer protectrice est ralentie et implique une usure initiale des surfaces plus importante. En revanche, on montre que l'effort normal (pression de contact) influence peu cette évolution.

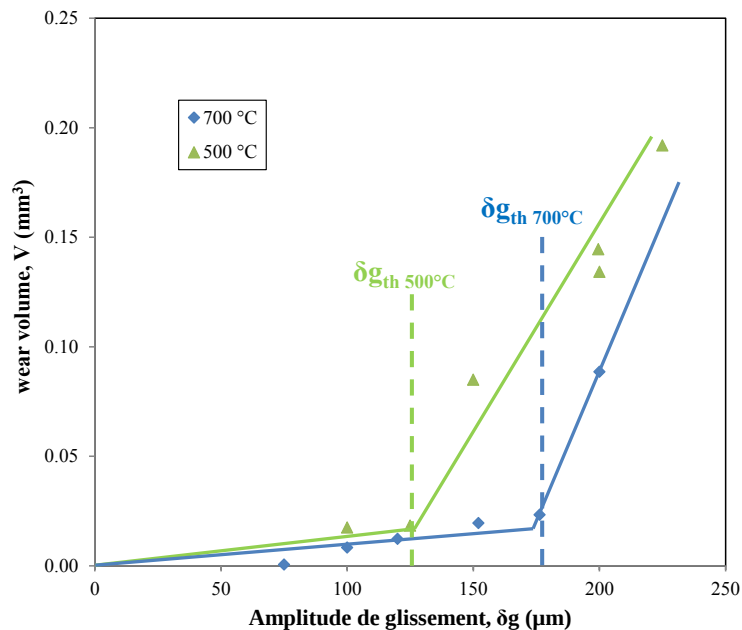
En comparant des essais obtenus pour différentes fréquences, on montre que la dynamique de la formation de la glaze layer protectrice est en fait liée à la vitesse de glissement.



Evolution du volume d'usure du couple Waspaloy/René 125 en fonction de la vitesse de glissement normalisée.

Ainsi, on met en évidence une courbe maîtresse de l'évolution de V_{GL} . Pour $v < v_{th} \approx 72$ mm/s (pour le contact étudié), la glaze layer est rapidement formée, ce qui engendre des volumes V_{GL} relativement faibles. Pour $v > v_{th}$ la formation de la glaze layer est moins facile, ce qui implique une forte augmentation de V_{GL} (usure initiale des surfaces).

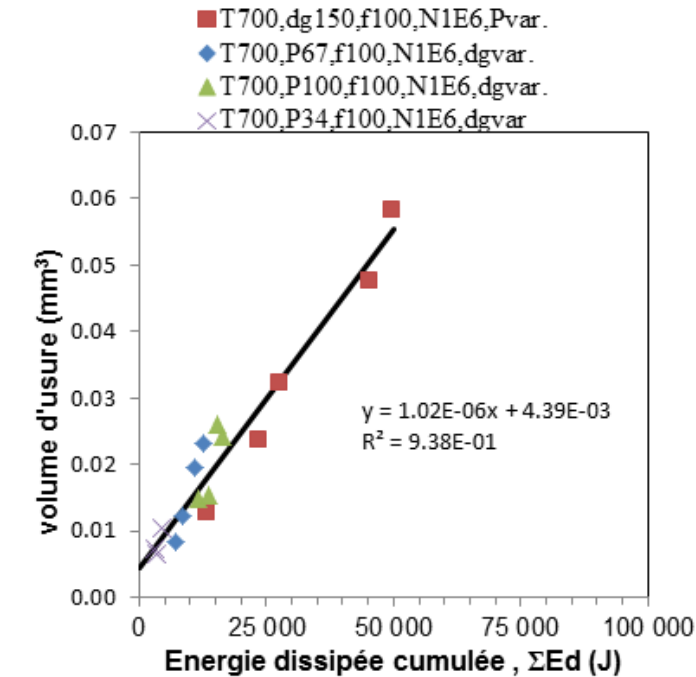
L'analyse de l'effet de la température dans le domaine III, montre qu'une réduction de la température rend moins facile la formation de la glaze layer. En conséquence l'amplitude de transition δg_{th} et donc la vitesse de glissement associée sont diminuées.



Identification de l'amplitude de glissement de transition entre le domaine stable et instable de la formation de la glaze layer en fonction de la température.

En réduisant la température dans le domaine III, on réduit la cinétique de formation de la glaze layer à partir du lit de débris généré dans l'interface.

Enfin, l'étude de la cinétique de formation de la glaze layer dans le domaine stable tel que : $v < v_{th}$ (700°C) montre que l'on peut corrélér le volume V_{GL} à l'énergie de frottement dissipée dans l'interface.



Evolution de l'usure en fonction de l'énergie dissipée ($\delta g < \delta g_{wt}$).

Le résultat est cohérent avec l'idée que la glaze layer est générée à partir d'un lit de débris des surfaces frottées, au travers d'un processus de « frittage » des particules oxydées maintenues dans l'interface.

Avant la constitution de la glaze layer, la cinétique d'usure est proportionnelle au travail du frottement généré dans l'interface. Ainsi, il est possible d'expliquer la relation de proportionnalité de V_{GL} et de l'énergie de frottement associée à la formation de la GL.

Une dernière partie de cette étude a été consacrée aux essais interrompus visant à mettre en évidence les différentes étapes de la formation de la glaze layer. En utilisant à la fois des techniques optiques, microscopiques et spectroscopiques. Ce qui a permis de révéler les phénomènes d'agglomération, de broyage et du frittage des débris étalés sur toute la trace d'usure, ainsi que le phénomène d'écoulement plastique observé dans les premiers instants (de 3 s à 53 s) de formation de cette glaze layer. L'analyse spectroscopique a permis quant à elle de révéler les différents types d'oxydes formés en fonction de la durée des essais, menant des fois à l'augmentation de l'usure et du coefficient de frottement (oxydes abrasifs) et d'autres à la lubrification du contact (oxydes adhésifs lubrifiant). Les oxydes associés à la formation des glazes layers proviennent essentiellement du Waspaloy.

D'après les résultats obtenus, nous avons pu établir le scénario suivant :

La phase initiale met en évidence de fortes déformations plastiques associées à de forts coefficients de frottement. Les premiers débris métalliques sont rapidement oxydés et apparaissent sous forme pulvérulents. Les derniers présentent plutôt une structure spinelle de type $NiCr_2O_4$ et $NiCo_2O_4$ de nature abrasive. Cependant, très rapidement ces débris sont broyés et compactés pour former une couche compacte lubrifiante protectrice dite glaze layer. La forme stabilisée de cette dernière révèle une plus grande teneur en oxydes de type corindon Cr_2O_3 ainsi que des oxydes Cr_3O_4 et NiO . Les

oxydes de type corindon, plus lubrifiants peuvent expliquer le comportement protecteur de la couche. Nos travaux confirment les conclusions de Stott [55].

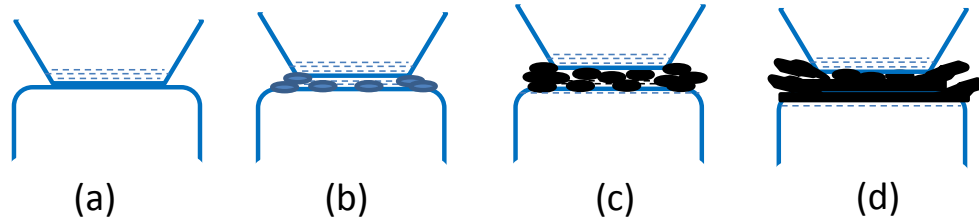


Illustration du processus de formation de la glaze layer, a) mise en contact et début d'usure du contre-corps, b) usure du contre-corps et formation des débris métallique, c) oxydation des débris, d) formation d'une couche protectrice au sein du contact et sur le plan avec éjection des débris non retenue à l'interface.

Ayant décrit et formalisé la formation des glaze layers sous sollicitations de fretting/usure à haute température du contact nu W/R, nous nous sommes intéressés à la sélection de revêtements permettant d'améliorer la réponse tribologique de cette interface à hautes températures. La réponse du contact nu à haute température étant initialement très bonne, nous n'avons pas identifié de traitement de surface présentant des résultats spectaculaires sauf les deux dépôts NiCo et SG-250°C qui restent relativement comparables à notre couple nu.

Perspectives :

Il aurait été intéressant de finaliser cette étude par des coupes après les essais interrompus, afin de pouvoir mesurer l'épaisseur de la couche d'oxydes formée et confirmer par la suite le moment de début de dégradation de cette dernière.

Dans ce manuscrit, nous avons étudié le comportement du couple René 125/Waspaloy, on a vu qu'ils permettent la genèse de la couche de glaze layer, provient de l'usure du Waspaloy et surtout de la transformation de ses débris d'usure. Pour cela, on se demande si c'est favorable d'avoir un contre-corps qui s'use ou plus résistant à l'usure et à l'oxydation à 700°C. autrement dit, si on avait un contact du type René 125/ René 125, on allait avoir un contact moins usé, ou sévèrement dégradé à cause de la dissipation de l'énergie du frottement dans la formation/ éjection des débris d'usure de l'interface. Puisque d'après des études la formation du Cr_2O_3 (oxyde protecteur) ne peut se former que si le pourcentage du chrome dans l'alliage dépasse 18%. Dans le cas contraire, c.-à-d. l'utilisation du couple Waspaloy/Waspaloy, il aurait été plus intéressant en terme de résistance à l'usure ? Le maintien d'une couche de glaze layer avec une épaisseur plus intéressante aurait été possible ?

Références

- [1] E. DISA, « Synthèse de nanolubrifiants à base de carbones fluorés », Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. HAL Id: tel-00824130.
- [2] J. LEROUX, « Modélisation numérique du contact pour matériaux composites », INSA de Lyon, 2013, HAL Id: tel-00961209.
- [3] F. PEYRUSEIGT, « Optimisation mécanique d'un contact conforme : application aux rotules Aéronautiques », l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008
- [4] S. YUAN, « Elaboration de revêtements de Nitrure (*h*-BN et Si₃N₄) par pyrolyse de polymère précéramique. Caractérisation chimiques, structurales, mécaniques et tribologiques », l'Ecole Centrale de Lyon, 2013.
- [5] S. FOUVRY, P. KAPSA & L. VINCENT (1995). Analysis of sliding behaviour for fretting loadings - determination of transition criteria. *Wear*, 185(1-2), 35-46.
- [6] L. GALLEG0, « Fretting et Usure des Contacts Mécaniques : Modélisation Numérique », thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2007, N° d'ordre 2007-ISAL-0053.
- [7] J. GERINGER, « Fretting corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques », thèse de Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 2005, N° d'ordre : 391 SGM
- [8] R. B. WATERHOUSE, « Fretting Wear », *Wear* 100 (1984), pp. 107-118
- [9] Z. R. ZHOU, S. FAYEULLE & L. VINCENT (1992). Cracking behaviour of various aluminium alloys during fretting wear. *Wear*, 155, 317-330.
- [10] M. CIAVARELLA and G. DEMELIO, "A review of analytical aspects of fretting fatigue, with extension to damage parameters, and application to dovetail joints", *International Journal of Solids and Structures*, 38, (2001), 1791-1811.
- [11] O. VINGSBO, « On fretting maps », *Wear*, 126 (1988) 131 – 147.
- [12] J. F. Da Cruz, « Etude combinée de l'amortissement et des endommagements par fretting dans les contacts revêtus ou non, à l'ambiante et à chaud », thèse de l'école Centrale de Paris, 2014.
- [13] R. RYBIAK, " Fretting wear of the stainless steel/stainless steel contact under elevated temperature conditions », thèse de l'école centrale de Lyon/Université polytechnique de lodz 2008.
- [14] K.L. JOHNSON, « Contact Mechanics », Cambridge university press 1985, ISBN 0521347963
- [15] H. HERTZ, "On the contact of elastic solids", *J. reine und angewandte mathematik*, 92, 156 – 171 (1882).
- [16] C. CATTANEO, "Sul Contato di Due Corpo Elastici," *Accademia dei Lincei, Rendiconti*, Series 6, 27, pp.342- 348, 434-436, and 474-478 (1938).
- [17] R. D. MINDLIN, "Compliance of Elastic Bodies in Contact," *J. Applied Mechanics Trans. ASME*, 16, pp. 259- 268 (1949).
- [18] S. FOUVRY, P. KAPSA & L. VINCENT, "Quantification of fretting damage". *Wear*, vol. 200, no. 1-2, pages 186 – 205, 1996.
- [19] S. FOUVRY, P. 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.
- [20] A. G. URAL, « Performances en frottement de composites Alumine-Metal avec ou sans nanotubes de carbone : Identification des conditions de grippage et des mécanismes d'usure », thèse de l'institut national polytechnique de Toulouse, 2011.

- [21] S. FOUVRY, P. KAPSA & L. VINCENT, "Fretting-Wear and Fretting-Fatigue : Relation through Mapping Concept, ASTM STP 1367, 2000, p. 49-64
- [22] Z.R. ZHOU, K. NAKAZAWA, M.H. ZHU, N. MARUYAMA, Ph. KAPSA, L. VINCENT, "Progress in fretting maps", Tribology International 39 (2006) 1068–1073.
- [23] J. HORN, F. KOURIMSKY, K. BADERSCHNEIDER, H. LUTSCH, "Avoiding fretting corrosion by Design", AMP Deutschland GmbH
- [24] K. H. R. WRIGHT, DESIGNING AGAINST WEAR, I-The basic mechanisms of wear, (1969)
- [25] Y. FU, J. WEI, A. W. BATCHELOR, "Some considerations on the mitigation of fretting damage by the application of surface-modification technologies", Journal of Materials Processing Technology, Volume 99, Issues 1–3, 1 March 2000, pp 231–245.
- [26] K. KUBIAK, S. FOUVRY, "Development of a fretting-fatigue mapping concept: The effect of material properties and surface treatments", Wear (2009), 267, 2186–2199
- [27] K. KUBIAK, « Quantification de la fissuration d'un contact soumis à des sollicitations complexes en fretting usure et fretting fatigue », Ecole Centrale de Lyon 2006, N° d'ordre : 2006-30
- [28] D. GAGNON, « Étude de la transition tribologique entre le fretting et le meso-fretting pour des matériaux de contact électrique », thèse de l'école de technologie supérieure, 2005
- [29] W.T. BECKER, R.J. SHIPLEY, "Fretting wear failures", ASM Handbook, Volume 11: Failure Analysis and Prevention, 2002, p922-940.
- [30] P. van DIJK, F. van MEIJL, « Contact Problems Due to Fretting and Their Solutions », AMP Automotive Development Centre
- [31] M. KALIN, "Influence of flash temperatures on the tribological behaviour in low-speed sliding" : a review (2004), Materials Science and Engineering A, Vol. 374, pp. 390-397.
- [32] K. KATO, K. ADACHI, "Wear mechanisms", Tohoku university, 2001
- [33] T. S. EYRE, "Wear characteristics of metals", TRIBOLOGY international 1976, pp: 203-212
- [34] H. CZICHOS, "Vol1. Tribology: a systems approach to the science and technology of friction, lubrication and wear", Tribology series 1. 1978.
- [35] M. SYLVESTRE, "Etude en fretting, sous conditions thermiques et vibratoires sévères, de paliers avec butées en matériaux carbonés imprégnés en contact avec des arbres en acier ou en alliage de titane nitrurés », thèse de la Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées, 2010.
- [36] G. H. XU, M. ZHU, J. LIU, Z. ZHOU, H. LIANG, « The effect of pre-treatment of substrate on fretting tribological behavior of MoS2 coatings", Wear 255 (2003) 246–252.
- [37] N. P. SUH, "An overview of the delamination theory of wear" (1977), Wear, Vol. 44, pp. 1-16.
- [38] R. HOLM, "Electric Contacts". Almquist and Wiksells Akademiska Handböcker, Stockholm, 1946.
- [39] J.F. ARCHARD, "Contact and rubbing of flat surfaces". J. Appl. Phys. 24, 981–988, 1953.
- [40] B. BLANPAIN, J. P. CELIS, J. R. ROOS, J. EBBERINK, J. SMEETS," A comparative study of the fretting wear of hard carbon coatings", Thin Solid Films 223 (1993), p. 65-71.
- [41] D. KLAFFKE, "Tribological behaviour of Me:CH coating on steel against steel in the case of oscillating sliding motion at room temperature", Diamond Films and Technology 3(1994), p. 149-165.
- [42] I.G. GORYACHEVA, P.T. RAJEEV, T.N. FARRIS, "Wear in Partial Slip Contact", Journal of Tribology 123 (2001), p. 848-856.
- [43] T. LISKIEWICZ, "Endurance des dépôts durs sous sollicitations variables de fretting wear », thèse de l'école centrale de Lyon, No d'ordre : 2004 – 27.

- [44] H. MOHRBACHER, B. BLANPAIN, J. P. CELIS, J. R. ROOS, L. STALS, M. Van STAPPEN, "Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting", *Wear* 188 (1995a), p. 130-137.
- [45] S. FOUVRY, P. KAPSA, H. ZAHOUANI & L. VINCENT, "Wear analysis in fretting of Hard coatings through a dissipated energy concept", *Wear* 203-204 (1997), p. 393-403.
- [46] C. MARY, « Simulation expérimentale de l'usure du contact aube/disque de compresseur sous sollicitations de fretting ». Ecole Centrale de Lyon, N° d'ordre : 2009-18, 2009.
- [47] C. PAULIN, S. FOUVRY, S. DEYBER, "Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions", *Wear* 259 (1-6) (2005) 292-299.
- [48] M. GODET, "The third body approach, a mechanical view of wear" *Wear*, 100 (1984) p.437-452.
- [49] O. DALVERNY, « Vie tribologique à chaud et à température interfaciale dans des contacts céramiques », Thèse de l'université Bordeaux 1, 1998, N° d'ordre : 1841
- [50] A. H. haj MOURAD, « Analyse physique de la formation des transformations tribologiques superficielles », thèse de L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon 2005, N° d'ordre : 05-ISAL-00114
- [51] Y. BERTHIER, M. GODET, « Third body, the third body concept ». Elsevier Edition, 1996, pp. 21-30.
- [52] Y. BERTHIER, "Background on friction and wear". *Handbook of materials behavior models*, Academic Press, pp.676-699, 2001.
- [53] P.D. WOOD, "The effect of the counterface on the wear resistance of certain alloys at room temperature and 750 °C", Ph.D. Thesis, University of Northumbria, UK, 1997.
- [54] S. ROSE, "Studies of the high temperature tribological behaviour of some superalloys", Ph.D. Thesis, University of Northumbria, UK, 2000.
- [55] F.H. STOTT, D.S. LIN, G.C. WOOD, "The structure and mechanism of formation of the "glaze" oxide layers produced on nickel-based alloys during wear at high temperatures", *Corrosion Sci.* 13 (1973) 449- 469.
- [56] M. JOHNSON, P. MOORHOUSE, J.R. NICHOLLS, DTI Industry Valve Project, 1990, pp. 61-68.
- [57] F.H. STOTT, J. GLASCOTT, G.C. WOOD, "Factors affecting the progressive development of wear-protective oxides on iron-base alloys during sliding at elevated temperatures", *Wear* 97 (1984) 93-106.
- [58] M.G. GEE, N.M. JENNETT, "High resolution characterisation of tribochemical films on alumina", *Wear* 193 (1995) 133-145.
- [59] C.H. HAGER, J.H. SANDERS, S. SHARMA, " Effect of high temperature on the characterization of fretting wear regimes at Ti6Al4V interfaces", *Wear* 260 (2006) 493-508
- [60] J.C. WALKERA, S. R. SARANU, A. H. KEAN, R. J. K. WOOD, "Fe nano-particle coatings for high temperature wear resistance", *Wear* 271 (2011) 2067- 2079.
- [61] I. A. INMAN , "Compatcted oxide layer formation under conditions of limited debris retention at the wear interface during high temperature sliding wear of super alloys", School of engineering and Technology Northumbria University - November 2003
- [62] I.A. INMAN, S. DATTA, H.L. DU, J.S. BURNELL-GRAYA, Q. LUO, « Microscopy of glazed layers formed during high temperature sliding wear at 750°C", *Wear* 254 (2003) 461-467
- [63] M.M. HAMDY, R.B. WATERHOUSE, "The Fretting-Fatigue Behaviour of a Nickel-Based Alloy (Inconel 718) at Elevated Temperatures", *Wear of Materials* 1979, American Society of Mechanical Engineers, 1979, p 351-355

- [64]: P. LEPESANT, "mécanismes d'accommodation et débits de premiers et de troisième corps à haute température: Etude et modélisation phénoménologique », Université de Toulouse – 19 Avril 2013.
- [65] R. RYBIAK, S. FOUVRY, B. BONNET, "Fretting wear of stainless steels under variable temperature conditions: introduction of a 'composite' wear law", *Wear* 268 (2010) 413–423.
- [66] C. RYNIO, H. HATTENDORF, J. KLOWER, G. EGgeler, "On the physical nature of tribolayers and wear debris after sliding wear in a superalloys/steel tribosystem at 25 and 300°C", *Wear* 317 (2014) 26-38.
- [67] M. MARCIUS, M. RISTIC, M. IYANDA, S. MUSIC, « Formation and microstructure of nickel oxide films", *Journal of Alloys and Compounds* 541 (2012) 238–243
- [68] Nickel institute, High temperature high strength nickel based alloys, N°393
- [69] A. CHAMANFAR, "Evolution of Microstructure and Mechanical Properties in Linear Friction Welded Waspaloy", McGill University, Montreal, Canada 2012.
- [70] R.C. REED, "The Superalloys Fundamentals and Applications", Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
- [71] C.T. SIMS, N.S. STOLOFF, W.C. HAGEL, "Superalloys II", John Wiley & Sons, New York, 1987.
- [72] R.F. DECKER, "Strengthening Mechanisms in Nickel-Base Superalloys", *Steel Strengthening Mechanism Symposium*, Climax Molybdenum Company, Zurich, Switzerland, 1969, pp. 147-170.
- [73] G.P. SABOL, R. STICKLER, "Microstructure of Nickel-Based Superalloys": Review Article, *Physical Status Solidi*, 35 (1969) 11-52.
- [74] specialmetals.com
- [75] C.P. SULLIVAN, M.J. DONACHIE, "Some Effects of Microstructures on the Mechanical Properties of Nickel-Base Superalloys", *Metals Engineering Quarterly*, Feb (1967) 250-259.
- [76] A.K. ABDUL JAWWAD, M. STRANGWOOD, C.L. DAVIS, "The Role of the Slope Out Region on Fatigue Crack Initiation in Electron Beam Welded Waspaloy", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34A (2003) 1673-1645.
- [77] H. KATO, « Severe–mild wear transition by supply of oxide particles on sliding surface", *Wear* 255 (2003) 426–429
- [78] S. R. PEARSON, P. H. SHIPWAY, R. A. A. HEWEITT, "The effect of temperature on wear and friction of a high strength steel in fretting", *Wear* 303 (2013) 622-631.
- [79] P. L. HURRICKS, "fretting wear of mild-steel from room temperature to 200°C", *Wear* 19 (1972) 207 – 229
- [80] P. L. HURRICKS, "fretting wear of mild-steel from 200°C to 500°C", *Wear* 30(1974), 189-212
- [81] J. LI, D. XIONG, "Tribological behavior of graphite-containing nickel-based composite as function of temperature, load and counterface", *Wear* 266 (2009) 360–367
- [82] T.KAYABA, A.IWABUCHI, "The fretting wear of 0.45% C steel and austenitic stainless steel from 20 to 650 °C in air", *Wear* 74 (1981) 229–245.
- [83] R. T. FOLEY, M. B. PETERSON, C.ZAPF, "Frictional characteristics of cobalt, nickel, and iron as influenced by the surface oxide films", *ASLE Transactions* 6 (1963) 29–39.
- [84] E. RABINOWICZ, "Lubrication of metal surfaces by oxide films", *ASLE Trans.*, 10 (1967)
- [85] R. TYAGI, D. S. XIONG, J. LI, J. DAI, « Elevated temperature tribological behavior of Ni based composites containing nano-silver and hBN", *Wear* 269 (2010) 884–890
- [86] J.C.G. MILAN, M.A. CARVALHO, R.R. XAVIER, S.D. FRANCO, J.D.B. De MELLO, "Effect of temperature, normal load and pre-oxidation on the sliding wear of multi-component ferrous alloys", *Wear* 259 (2005) 412–423

- [87] C.H. HAGER, J.SANDERS, S.SHARMA, A.VOEVDIN, A. SEGALL, "The effect of temperature on gross slip fretting wear of cold-sprayed nickel coatings on Ti6Al4V interfaces", *tribology International* 42 (2009) 491–502.
- [88] C.H. HAGER, J. HU, C. MURATORE, A.A. VOEVDIN, R. GRANDHI, "The mechanisms of gross slip fretting wear on nickel oxide/Ti6Al4V mated surfaces", *Wear* 268 (2010) 1195–1204
- [89] W.T. Becker, R.J. Shipley, "Fretting Wear Failures", ASM international, Volume 11: Failure Analysis and Prevention, 2002, p922-940.
- [90] R. C. BILL, « Fretting of Nickel-Chromium-aluminium alloys at temperatures to 816°C », Lewis Research Center and U.S. Army Air Mobility R&D Laboratory Cleveland, Ohio 44135, 'National aeronautics and space administration' Washington, D. C. March 1974
- [91] F.H. STOTT, M.P. JORDAN, "The effects of load and substrate hardness on the development and maintenance of wear-protective layers during sliding at elevated temperatures", *Wear* 250 (2001) 391–400.
- [92] R.B. Waterhouse , "Fretting at high temperatures" , *TRIBOLOGY international* August 1981, 203-207
- [93] P. J. BLAU, « Elevated-temperature tribology of metallic materials », *Tribology International* 43 (2010) 1203–1208.
- [94] A. KORASHY, H. ATTIAN, V. THOMSON, S. OSKOOEI, "Characterization of fretting wear of cobalt-based superalloys at high temperature for aero-engine combustor components", *Wear* 330-331(2015)327–337
- [95] K. MIYOSHI, B. A. LERCH, S. L. DRAPER, "Fretting wear of Ti-48Al-2Cr-2Nb", *Tribology International* 36 (2) (2003) 145–153.
- [96] Q. XUE, J.LU, "Physical and chemical effects of CeF₃ compact in sliding against Hastelloy C in temperature to 700°C", *Wear* 211 (1) (1997) 9–14.
- [97] M.M. HAMDY, R. B. WATERHOUSE, "The fretting wear of Ti-6Al-4v and aged Inconel 718 at elevated temperatures", *Wear* 71 (2) (1981) 237–248.
- [98] M. B. COSKUN, S. AKSOY, M. AKSIT, "Friction and wear characteristics of Haynes25, 188, and 214 superalloys against Hastelloy X up to 540°C", *Tribol. Lett.* 45 (3) (2012) 497–503.
- [99] B. D. HOSTERMAN, "Raman Spectroscopic Study of Solid Solution Spinel Oxides", (2011). UNLV Theses/Dissertations/Professional Papers/Capstones. Paper 1087.
- [100] J. SAFARI, S. GANDOMI-RAVANDI, "Decoration of multi-walled carbon nanotubes with NiO nanoparticles and investigation on their catalytic activity to synthesize pyrimidinone heterocycles", *J IRAN CHEM SOC* (2015) 12:147–154.
- [101] R. L. FROST, B. JAGANNADHA REDDY, M. J. DICKFOS, " Raman spectroscopy of the nickel silicate mineral pecoraite –an analogue of chrysotile (asbestos), *Journal of Raman Spectroscopy*, 39(7). pp. 909-913(2008).
- [102] R. SRNANEK, I. HOTOVY, V. MALCHER, A. VINCZE, D. McPHAIL, S. LITTLEWOOD, "Raman study of NiOx films for gas sensors applications", conference paper, Feb. 2000
- [103] K. C. ZHOU, L. MA, Z. Y. LI, "Oxidation behaviors of electrodeposited nickel-cobalt coatings in air at 960 °C", *trans. And nonferrous met. Soc. China*, 21 (2011), 1052-1060
- [104] J. YANG, W. N. MARTENS, R. L. FROST, "Transition of chromium oxyhydroxide nanomaterials to chromium oxide : a hot stage Raman spectroscopic stud", *Journal of Raman Spectroscopy*, (2010) 42(5), pp. 1142-1146
- [105] C. W. TANG, C. B. WANG, S. H. CHIEN, "Characterization of cobalt oxides studied by FT-IR, Raman, TPR and TG-MS [J]". *Thermochimica Acta*, 2008, 473: 68–72
-

- [106] C. B. WANG, C. C. LEE, J. L. BI, J. Y. SIANG, J. Y. LIU, C. T. YEH, "Study on the steam reforming of ethanol over cobalt oxides [J]". *Catalysis Today*, 2009, 146: 76–81
- [107] R. BADDOUR-HADJEAN, J. P. PEREIRA-RAMOS, "Raman Microspectrometry Applied to the Study of Electrode Materials for Lithium Batteries", *Chem. Rev.* (2010), 110, 1278–1319
- [108] F. ADAR, «Raman Spectra of Metal Oxides », Horiba Scientific, Edison, New Jersey. 2014
- [109] Z. CHENG, H. ABERNATHY, M. LIU, "Raman Spectroscopy of Nickel Sulfide Ni₃S₂", the journal of physical chemistry letters C, 2007, 111, 17997-18000.
- [110] D. THICRRY, D. PERSSON, C. LEYGRAF, D. DELICHERE, S. JOIRET, C. PALLOTTA and A. HUGOT-LEGOFF, "In-Situ Raman Spectroscopy Combined with X-Ray Photoelectron Spectroscopy and Nuclear Microanalysis for Studies of Anodic Corrosion Film Formation on Fe-Cr Single Crystals", *Journal of The Electrochemical Society*, 1988, Vol.135, No.2, page(305-310)
- [111] F. WANG, "In-situ Surface Enhanced Raman Spectroscopy Investigation of the Surface Films on Alloy 600 and Alloy 690 in Pressurized Water Reactor-Primary Water", university of california, Berkeley, 2012
- [112] N. MIRONOVA-ULMANE, A. KUZMIN, I. STEINS, J. GRABIS, I. SILDOS and M. PARS, « Raman scattering in nanosized nickel oxide NiO", *Journal of Physics: Conference Series* 93 (2007).
- [113] S. RAHOUI, « Elaboration et caractérisation de revêtements par voie sol-gel en vue d'applications tribologiques en température », Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2013
- [114] Y. TIRUPATAIAH, G. SUNDARARAJAN, "A comprehensive analysis of the static indentation process", *Materials Science Engineering*, volume 91, (1987), pp.169-180.
- [115] W.C. OLIVER, R. HUTCHINGS, J.B. PETHICA, "Measurement of hardness at indentations depth as low as 20 nanometers", *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, chap 5, BLAU, P.J.&LAWN, B.R. American Society for Testing Metals, Philadelphia, (1986), pp.90-108.
- [116] P. LAVAL, E. FELDER, « Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale », *Matériaux et Techniques*, volumes 1-2-3, (1993), pp.93-105.
- [117] D.B. MARSHALL, B.R. LAWN, "Residual stress effects in sharp contact cracking. Part I: indentation fracture mechanics", *Journal of Materials Science*, (1979), pp.2001-2012.
- [118] A. THOMAS, "Microhardness measurement as a quality control technique for thin, hard coatings", *Surface Engineering*, volume 3, Issue 2, (1987), pp.117-122.
- [119] E. BERNARD, « Adhérence, mécanique et tribologie des revêtements composites NiP – Talc multifonctionnels à empreinte écologique réduite », Institut national polytechnique de Toulouse (2006), N° d'ordre : 2419
- [120] V. De TRAN, « Contribution au remplacement des revêtements durs par traitement de surface non conventionnel dans les réacteurs à neutrons rapides », Ecole Centrale de Paris (2014)
- [121] K. IGNATOVA, G. AVDEEV, "Effect of the electrode position conditions on the morphology and corrosion behavior of Ni-Co alloys". Part 2: phase composition and corrosion behavior of Ni-Co alloys electrodeposited from citrate electrolyte. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 51, 1, 2016, 106-111.
- [122] R. KARSLIOLU, M. UYSAL, A. ALP and H. AKBULUT, "Reciprocating Wear Behavior of Ni₂Co Alloys Produced by Pulse Current Electrodeposition", *ACTA PHYSICA POLONICA A*, N°2, Vol. 123 (2013). 424 – 426.
- [123] M. HAGAROVA, D. JAKUBECZYOVA, J. CERVOVA, "Microstructure and Properties of Electroplated Ni-Co Alloy Coatings", *Int. J. Electrochem. Sci.*, 10 (2015) 9968 – 9974.