N° d'ordre NNT : 2016LYSEC34

THESE de DOCTORAT de L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de l'Ecole Centrale de Lyon

Ecole Doctorale N°ED 034
(Ecole Doctorale des Matériaux de Lyon)

Spécialité de Doctorat : Matériaux

Soutenue publiquement le 10/11/2016, par :

Julie LAPORTE

Ingénieur Matériaux, Traitements et Revêtements de Surface, ENSIL

Etude et modélisation de l'endurance électrique de micro-contacts soumis à des sollicitations de fretting-usure: caractérisation de nouveaux dépôts base Argent

Devant le jury composé de :

P. KAPSA, Directeur de Recherche – Ecole Centrale de Lyon	*Président*
A. RAMALHO, Professeur – Université de Coimbra, Portugal	*Rapporteur*
F. ROBBE-VALLOIRE, Professeur – SUPMECA	*Rapporteur*
S. DESCARTES, Ingénieur de recherche – INSA	*Examinateur*
S. FOUVRY, Directeur de Recherche – Ecole Centrale de Lyon	*Directeur de Thèse*
O.ALQUIER, Ingénieur – PSA	*Invité*
J. SAUTEL, Ingénieur – RADIALL	*Invité*

A Simon,
A ma famille,

Le succès n'est pas final, l'échec n'est pas fatal :
c'est le courage de continuer qui compte.

Winston Churchill

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes sur le site de l'Ecole Centrale de Lyon dans le cadre d'un projet FUI Plug In Nano encadré par la société RADIALL. Ces travaux de recherches ont pu être réalisés grâce à de nombreuses personnes que je tiens fortement à remercier.

Pour leur accueil, je tiens tout d'abord à remercier M. Denis Mazuyer et M. Fabrice Thouverez, les directeurs successifs du LTDS. Mes remerciements vont également à M. Franck Debouck, directeur de l'Ecole Centrale de Lyon ainsi qu'à M. Jean-Yves Buffière, directeur de l'Ecole Doctorale des Matériaux de Lyon.

Je remercie également M. Philippe Kapsa qui a accepté le rôle de président de jury, ainsi que M. François Robbe-Valloire et M. Amilcar Ramalho pour avoir accepté d'évaluer ces travaux. Je remercie également Mme Sylvie Descartes, M. Olivier Alquier ainsi que M. Jérémy Sautel d'avoir accepté d'être membre du jury. Merci donc à l'ensemble du jury pour vos remarques constructives.

Mes remerciements s'adressent également à M. Siegfried Fouvry, directeur de thèse, pour m'avoir donné l'opportunité de travailler sur ce sujet. Je le remercie pour ses conseils scientifiques et techniques mais également pour l'autonomie qu'il a su me laisser dans mon travail et la confiance qu'il a su m'accorder.

La réalisation de cette thèse a pu être possible grâce à la collaboration des différents laboratoires de recherche et les entreprises industrielles collaborant dans le projet Plug In Nano. Merci à tous pour votre bonne humeur, votre enthousiasme et d'avoir pris le temps de me faire partager vos connaissances et votre expérience. Plus précisément, je tiens donc à remercier :

- Jérémy Sautel, Cécile Chaissac-Jammes et Pierre Defaye de l'entreprise RADIALL à Voreppe pour la bonne coordination du projet et la réalisation d'une partie des dépôts étudiés dans cette thèse.
- Anthony Chavanne de IREIS, filiale de l'entreprise HEF, pour l'autre partie des dépôts étudiés.
- Olivier Alquier de la société PSA Peugeot Citroën pour son écoute et sa collaboration dans le cadre des études réalisées en partenariat avec le LTDS.
- Bilal Benarabi et son directeur de thèse Bernard Bayard du Laboratoire Hubert Curien de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne, pour leur aide et leur savoir-faire dans le domaine de l'Hyper-fréquence.
- Jacques Stolarz et Max Boudes de SMS-ARMINES, l'École des Mines de Saint-Etienne.

Même si la thèse est un travail personnel, celle-ci n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide de nombreuses personnes au sein du laboratoire. Je tiens donc à remercier Jean-Michel Vernet pour son soutien technique mais aussi pour sa bonne humeur et ses jeux de mots que je ne parviens pas toujours à comprendre. Un grand merci à Guillaume Blondy, le geek de la « frettingteam », qui durant de nombreuses années a volé à notre secours. Merci à Olivier Graton qui maintenant est notre nouveau sauveteur quand les ordinateurs n'en font qu'à leur tête. Merci également aux ingénieurs d'études ou conception que j'ai eu la chance de côtoyer, Richard Blot, Lionel Imbs, Xavier Pichot, Anna Mignot, Simon Garcin et Benjamin Proux qui partage aujourd'hui mon bureau. Au cours de ces années passées au LTDS, j'ai également pu faire la connaissance de nombreux doctorants qui pour certains d'entre eux sont devenus de véritables amis. En essayant de citer tout le monde, je remercie Olivier, Benjamin, Réda, Geoffrey, Jérémy, Camille F, Abdel, Mounia, Fathia, Alix, Camille G, Richard,

Sana Estelle, Odin, Nora, Alixe, Julien S et bien sûr du H10, Modestino et Médard. Je remercie chaleureusement Laura, Ariane, Pierre, Florent et Julien pour les bons moments passés ensemble au bureau et en dehors du laboratoire, les nombreux fous-rires et les journées pas toujours studieuses.

Je remercie également les nombreuses personnes que j'ai eu la chance de côtoyer au sein du laboratoire : Didier Roux pour son support technique et bien sûr Dominique Vincentelli et Hélène Schoch, les petites fées de l'administration sans qui rien ne serait possible. Je remercie également toutes les personnes que j'aurais malencontreusement oubliées.

Un immense merci à mes parents qui m'ont toujours soutenue, quels que soient les choix que j'ai pu faire, merci à mon frère et à sa compagne, à mes beaux-parents et aux amis. Merci surtout à Simon, d'être resté à mes côtés et de me supporter tous les jours. Merci à tous !

Sommaire Général

NOMENCLATURE 1

INTRODUCTION GENERALE 5

CHAPITRE 1. ETAT DE L'ART 7

1.1. INTRODUCTION 9

1.2. CONTEXTE INDUSTRIEL 9

1.2.1. Introduction 9

1.2.2. Les connecteurs électriques 9

1.2.3. Environnement et sollicitations 11

1.2.4. Enjeu économique 12

1.3. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DES CONTACTS 12

1.3.1. Géométries de contact 12

1.3.2. Sollicitations mécaniques 15

1.4. LE CONTACT ELECTRIQUE 32

1.4.1. Résistance électrique de contact 32

1.4.2. Dégradation de la conduction électrique 35

1.5. CONCLUSION 41

CHAPITRE 2. MATERIAUX ET DEMARCHES EXPERIMENTALES 43

2.1. INTRODUCTION 45

2.2. PROCEDES DE DEPOTS 45

2.2.1. Introduction 45

2.2.2. Préparation de surface 46

2.2.3. Dépôts électrolytiques 46

2.2.4. Dépôts sous vide 48

2.3. MATERIAUX USUELS ET INNOVANTS 50

2.3.1. Les matériaux couramment utilisés en connectique 50

2.3.2. Les matériaux innovants 55

2.3.3. Caractérisations des revêtements 59

2.4. DEMARCHE EXPERIMENTALE 66

2.4.1. Moyens expérimentaux 66

2.4.2. Configuration des échantillons 72

2.4.3. Définition de la durée de vie d'un contact et mesure de la résistance 73

2.4.4. Caractérisations des endommagements 75

2.5. CONCLUSION 78

CHAPITRE 3. ETUDES COMPLEXES D'UN DEPOT AG 79

3.1. INTRODUCTION 81

3.2. CARACTERISATIONS DE LA DEGRADATION ELECTRIQUE DE CONTACT 81

3.2.1. Quantification de l'usure à la rupture électrique 83

3.2.2. Critère de concentration à la rupture électrique 85

3.2.3. Composition chimique de la trace de fretting à la rupture électrique 87

3.3. PREDICTION DE LA RUPTURE ELECTRIQUE PAR UNE APPROCHE ENERGETIQUE 89

3.3.1. Introduction à l'approche énergétique de frottement 89

3.3.2. Mise en place d'une approche énergétique 90

3.3.3. Développement d'une expression explicite 95

3.4. EFFET DES PETITS CYCLES/GRANDS CYCLES SUR L'ENDURANCE DU CONTACT 97

3.4.1. Modèle analytique d'un contact soumis à des petits cycles/grands cycles 98
3.4.2. Variation des paramètres de clipsage/déclipsage 100
3.4.3. Modélisation de l'endurance du contact électrique 106
3.5. ETUDE D'UN CONTACT SOUMIS A UNE ATMOSPHERE CORROSIVE 114
3.5.1. Influence de l'humidité relative 114
3.5.2. Influence d'un environnement pollué 117
3.6. CONCLUSION 121
CHAPITRE 4. ETUDE DES MATERIAUX INNOVANTS EN CONTACT HOMOGENE….. 123
4.1. INTRODUCTION 125
4.2. COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE DES COUPLES HOMOGENES 125
4.2.1. Influence du déplacement sur un contact électrique 125
4.2.2. Influence de l'épaisseur sur un contact électrique 139
4.3. IDENTIFICATION DES MECANISMES DE DEGRADATION 142
4.3.1. Procédure expérimentale 142
4.3.2. Etude de la dégradation de l'interface 142
4.3.3. Comportement en usure des contacts électriques 159
4.4. INFLUENCE D'UN ENVIRONNEMENT HUMIDE 173
4.4.1. Procédure expérimentale 173
4.4.2. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts 173
4.4.3. Caractérisations des mécanismes de dégradation 179
4.5. CONCLUSION 181
CHAPITRE 5. ETUDE DES MATERIAUX INNOVANTS EN CONTACT HETEROGENE……. 185
5.1. INTRODUCTION 187
5.2. INFLUENCE DU DEPLACEMENT 188
5.2.1. Régimes de glissement des contacts 188
5.2.2. Réponse en frottement des contacts hétérogènes 189
5.2.3. Réponse électrique des contacts hétérogènes 193
5.3. IDENTIFICATION DES MECANISMES DE DEGRADATION 196
5.3.1. Etude de la dégradation de l'interface 196
5.3.2. Comportement en usure des contacts électriques 198
5.4. INFLUENCE D'UN ENVIRONNEMENT HUMIDE 200
5.4.1. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts 200
5.4.2. Caractérisations des contacts soumis à un environnement humide 202
5.5. CONCLUSION 204
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 209
REFERENCES…… 213
ANNEXE I : COMPLAISANCE DU MONTAGE I
ANNEXE II : LOI DES MELANGES POUR LE CALCUL DE LA RESISTIVITE III
II.1. CAS D'UNE LOI LINEAIRE III
II.2. CAS D'UNE SIMPLE PERCOLATION III
II.3. CAS D'UNE DOUBLE PERCOLATION V

Nomenclature

Lettres latines

a	Rayon de contact (µm)
a_f	Rayon de contact final (µm)
a_H	Rayon de contact Hertzien (µm)
A	Aire de contact (µm²)
A_f	Aire de contact finale (μm^2)
A_H	Aire de contact Hertzien (µm²)
A_m	Aire de contact moyenne (µm²)
$A_{f,Nc}$	Aire de contact « finale » à la rupture électrique (µm²)
d	Diamètre d'analyse de la sonde EDX (µm)
D	Amplitude des grands cycles (µm)
D_l	Amplitude limite des grands cycles (µm)
D_c	Amplitude critique des grands cycles (µm)
e	Epaisseur du dépôt (µm)
E	Module d'Young (MPa)
E_d	Energie dissipée par cycle (J/cycle)
f	Fréquence (Hz)
G	Module élastique de cisaillement (MPa)
GP	Glissement partiel
GT	Glissement total
h	Profondeur d'usure (µm)
HR	Humidité Relative (%)
I	Courant (A)
K	Coefficient d'usure d'Archard (μm^3/(N.m))
$K_{f,V}$	Coefficient d'usure par cycle en fretting simple (μm^3/cycle)
$K_{f,GC,V}$	Coefficient d'usure par cycle en fretting simple+reciprocating (μm^3/cycle)
K_N	Coefficient d'usure par cycle (μm^3/cycle)
K_{Nc}	Coefficient d'usure par cycle déterminé à la rupture électrique (Nc)(μm^3/cycle)
N	Nombre de cycles de fretting (cycles)
Nc	Nombre de cycles de fretting appliqués pour atteindre la rupture électrique (cycles)
N_{BF}	Nombre de cycles de fretting entre deux grands cycles (cycles)
$\overline{Nc}$	Endurance moyenne (cycles)
$Nc_{f,GC}$	Nombre de cycles de fretting total appliqués pour atteindre la rupture électrique = somme des cycles de fretting entre deux grands cycles ($\sum N_{BF}$)
Nc_f	Endurance d'un contact en fretting simple (cycles)
N_{GC}	Nombre de grands cycles appliqués
P	Charge normale (N)
P_0	Pression de contact maximale (MPa)
P_m	Pression de contact moyenne (MPa)

Q	Force tangentielle (N)
Q^*	Amplitude de la force tangentielle (N)
R	Résistance électrique (Ω)
REC	Résistance Electrique de Contact (Ω)
T	Température (°C)
v_{GC}	Vitesse des grands cycles (µm/s)
V	Volume d'usure total (μm^3)
$V_{(-)}$	Volume négatif (μm^3)
$V_{(+)}$	Volume positif (μm^3)
V_i	Volume usé de l'échantillon inférieur (μm^3)
V_s	Volume usé de l'échantillon supérieur (μm^3)
V_{Nc}	Volume d'usure seuil déterminé à la rupture électrique (μm^3)
V_{th}	Volume usé théorique (μm^3)
V_{f_th}	Volume usé théorique d'un contact soumis à du fretting simple (μm^3)
V_{f,GC_th}	Volume usé théorique d'un contact soumis à des sollicitations complexes fretting/grand cycle (μm^3)
V_{f,GC_exp}	Volume usé expérimental d'un contact soumis à des sollicitations complexes fretting/grand cycle (μm^3)
W	Travail d'Archard (N.m)
[X]	Concentration atomique de l'élément X (at.%)

Lettres grecques

α	Coefficient énergétique d'usure (μm^3/J)
δ	Déplacement (µm)
δ^*	Amplitude de débattement (µm)
δ^*_g	Amplitude de glissement (µm)
δ_0	Ouverture de cycle (µm)
δ^*_t	Amplitude de déplacement à la transition entre GP/GT (µm)
ΔR	Variation de la REC depuis la résistance électrique minimal R_{min} (Ω)
ΔRc	Variation de la REC seuil déterminant la rupture électrique (Ω)
ΣE_d	Energie dissipée cumulée (J)
ΣE_{ds}	Energie dissipée cumulée réduite (J)
φ	Densité d'énergie de frottement dissipée par cycle (J/m²/cycle)
∑φ	Densité d'énergie de frottement dissipée (J/m²)
$\varphi_{f,Nc}$	Densité d'énergie « finale » de frottement dissipée par cycle à la rupture électrique (J/m²/cycle)
$\varphi_{f,Nc_{f,GC}}$	Densité d'énergie « finale » de frottement dissipée par cycle à la rupture électrique (J/m²/cycle) d'un contact soumis à des sollicitations complexes de fretting/grand cycle
φ_H	Densité d'énergie « Hertzienne » de frottement dissipée par cycle (J/m²/cycle)
φ_m	Densité d'énergie « moyenne » de frottement dissipée par cycle (J/m²/cycle)
µ	Coefficient de frottement (µ=Q*/P)
$\bar{\mu}$	Coefficient de frottement moyen

μ_e	Coefficient de frottement énergétique (J/(N.m))
μ_t	Coefficient de frottement à la transition entre GP/GT
ρ	Résistivité électrique (µΩ.cm)
σ	Conductivité électrique ($\mu S.cm^{-1}$)
υ	Coefficient de Poisson
$\emptyset_f$	Diamètre final de la trace d'usure d'un contact soumis à du fretting simple (µm)
$\emptyset_{f,GC}$	Diamètre final de la trace d'usure d'un contact soumis à des sollicitations complexes fretting/grand cycle (µm)

Introduction générale

L'instrumentation de plus en plus poussée des systèmes mécaniques (aéronautique, automobile, défense, …) impose d'utiliser de façon massive des connectiques soit pour transmettre de la puissance, soit pour transmettre du signal. Soumis à des sollicitations chimiques et vibratoires, ces connectiques peuvent être dégradées limitant ainsi le passage du courant. Ce phénomène est particulièrement critique pour les connecteurs de « signal » où les faibles courants imposés ne permettent pas d'éliminer les couches d'oxydes isolantes. Les connecteurs sont généralement constitués d'alliages cuivreux (laiton ou bronze) qui offrent une excellente conduction électrique. Cependant, de tels alliages sont sensibles à un certain nombre d'agents corrosifs présents dans l'atmosphère ainsi qu'aux sollicitations de son environnement.

Afin de limiter ces processus de dégradation et garantir une stabilité des connexions, des revêtements présentant une faible résistance électrique sont appliqués à la surface de ces pièces. Ces traitements de surface vont apporter aux connecteurs une stabilité dans le temps tout en lui conférant les propriétés électriques et mécaniques exigées par les différentes spécifications. En effet, les problèmes rencontrés sont liés à l'augmentation de la résistance électrique de contacts, au niveau des connexions. Les vibrations couramment observées engendrent l'usure des dépôts par micro-déplacements alternés (fretting) et modifient les propriétés conductrices de ces dépôts. Lorsque cette résistance atteint des valeurs inacceptables, le signal transportant l'information est affaibli et déformé, engendrant des microcoupures ou des discontinuités du signal. Les conséquences de cette augmentation de la résistance sont, par exemple, la non reconnaissance du signal par le système électrique concerné.

Depuis plus de 40 ans, les candidats les plus performants sont des dépôts à base d'or. Cette base est utilisée comme revêtement pour les connecteurs exposés aux environnements les plus sévères. Pour cela, une première couche de nickel de 1 à 2 µm d'épaisseur servant de barrière de diffusion entre l'alliage de cuivre et le métal noble est appliquée, puis une couche d'or allié avec du nickel ou du cobalt pour augmenter sa dureté. Néanmoins, l'utilisation de l'or pose plusieurs problèmes et notamment son coût. En effet, le cours de l'or a plus que doublé en 5 ans pour atteindre des sommets à 44 000 €/kg en 2011. De plus, son utilisation dans les procédés d'électrodéposition n'est pas sans conséquence d'un point de vue écologique avec notamment des bains de traitement cyanurés. Pour certaines applications, il est aujourd'hui possible de remplacer les revêtements en or par des revêtements d'argent. Il présente de bonnes propriétés tribologiques et son cours est nettement inférieur à celui de l'or avec un coût moyen au kilogramme en 2011 d'environ 800 euros.

L'objectif de ces travaux de thèse qui s'inscrit dans un programme de recherche FUI (PLUG IN NANO) est donc de tester et d'étudier le comportement d'un dépôt d'argent pur et de divers revêtements à base d'argent pour des applications de contacts électriques associés à des faibles courants propres aux connectiques de signal. Ces dépôts ont été développés dans le but, à long terme, de remplacer le dépôt d'or actuellement utilisé. Pour cela, le manuscrit est composé de cinq chapitres distincts.

Dans le **chapitre 1,** une étude bibliographique présente les différentes notions abordées au cours de ce travail de recherche. Ainsi, une description du contexte industriel a permis d'identifier les enjeux industriels liés au domaine de la connectique. Il permet également d'introduire les définitions, les sollicitations mécaniques et les endommagements couramment observés dans le domaine du fretting. Il introduit également les notions essentielles à la compréhension des contacts électriques. Enfin, il permet de mieux cerner les conséquences des sollicitations mécaniques sur le comportement des connecteurs électriques et donc l'endommagement de leurs performances électriques.

Le **chapitre 2** décrit quant à lui les outils expérimentaux utilisés, les procédés d'élaboration ainsi que les propriétés des différents matériaux testés. Ces propriétés ont été déterminées soit à partir de recherches bibliographiques, soit à partir de caractérisations réalisées au sein du laboratoire. Une

présentation du dispositif d'essai (banc d'essai, échantillon,..) ainsi que des protocoles expérimentaux sont également développés. Enfin, un descriptif des outils d'analyse utilisés pour caractériser et quantifier l'endommagement des contacts électriques soumis aux sollicitations de fretting sera aussi présenté.

Le **chapitre 3** porte sur une étude complète d'une interface homogène en argent pur. Cette étude a permis d'identifier les critères de concentration en éléments nobles et en oxygène caractérisant la rupture électrique du contact. En plus d'une analyse chimique de l'interface, une formalisation de l'endurance électrique à partir d'une approche énergétique globale intégrant l'effet du frottement, de l'amplitude de glissement et de l'effort normal a été menée. Pour cela, un concept de densité d'énergie dissipée locale par cycle de fretting a été considéré en intégrant l'extension de la zone de contact induite par les déformations plastiques et le processus d'usure. Une équation globale a alors été mise en place permettant ainsi de prédire la durée de vie électrique des contacts au travers d'un large spectre de conditions de glissement, de pressions de contact et d'épaisseur des dépôts. En plus des vibrations que les connecteurs subissent en phase de fonctionnement, des dégradations peuvent aussi apparaitre en phase de maintenance au cours des opérations de connexion/déconnexion. Plusieurs protocoles ont ainsi été développés combinant des grands cycles et des sollicitations de fretting pour différentes amplitudes et vitesses de glissement. L'étude a montré un effet bénéfique des grands cycles sur les performances électriques. Il a également été mis en évidence une expression globale permettant de prédire la durée de vie de ces contacts complexes. Enfin, une dernière étude a permis d'étudier les contacts en argent pur soumis à des sollicitations de fretting couplées à un environnement corrosif (humidité, soufre).

Dans le **chapitre 4**, les nouveaux dépôts élaborés dans le cadre du projet PLUG IN NANO dans le but de remplacer l'or ont été étudiés. Ces matériaux AgCrN, AgaC, AgSn et AgSnIn ont alors été soumis à des sollicitations de fretting et comparés aux contacts de référence (AuNi et Ag). L'ensemble des essais, menés en configuration homogène (c.à.d. échantillons supérieur et inférieur identiques) ont permis de caractériser les performances de ces contacts mais aussi de mettre en évidence leurs mécanismes de dégradation et de quantifier les processus d'usure. Ces contacts ont ensuite été soumis à un environnement humide afin d'identifier l'influence de l'environnement sur les performances de ces nouveaux matériaux.

Dans le **chapitre 5**, une étude a été réalisée en considérant les alliages d'argent ainsi développés mais testés pour des configurations hétérogènes (c.à.d. échantillons supérieur et inférieur différents). L'intérêt de cette étude est d'identifier quelles seraient les performances de ces contacts lorsque des dépôts avec des performances similaires ou au contraire opposées sont accouplés. Leurs performances sont ainsi comparées avec celle des contacts homogènes afin d'identifier l'impact du couplage hétérogène sur les contacts électriques.

- Chapitre 1 -

ETAT DE L'ART

Sommaire

1.1. INTRODUCTION 9
1.2. CONTEXTE INDUSTRIEL 9
1.2.1. Introduction 9
1.2.2. Les connecteurs électriques 9
1.2.2.1. Définitions 9
1.2.2.2. Catégories et fonctionnalités 9
1.2.3. Environnement et sollicitations 11
1.2.4. Enjeu économique 12
1.3. MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DES CONTACTS 12
1.3.1. Géométries de contact 12
1.3.1.1. Configurations 12
1.3.1.2. Théorie de Hertz 13
1.3.1.3. Aire de contact 14
1.3.2. Sollicitations mécaniques 15
1.3.2.1. Le fretting 16
1.3.2.2. Les mécanismes d'usure 24
1.3.2.3. Quantification de l'usure 27
1.3.2.4. Le troisième corps 30
1.3.2.5. Synthèse sur les modèles d'usure 32
1.4. LE CONTACT ELECTRIQUE 32
1.4.1. Résistance électrique de contact 32
1.4.1.1. Résistance de constriction 32
1.4.1.2. Présence d'un film d'oxyde 35
1.4.2. Dégradation de la conduction électrique 35
1.4.2.1. Effet du passage du courant 36
1.4.2.2. Corrosion et oxydation 37
1.4.2.3. Sollicitations mécaniques 40
1.5. CONCLUSION 41

1.1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif d'introduire les différents concepts abordés au cours de ce mémoire tels que le contact industriel, les mécanismes d'endommagement ou encore le contact électrique. Pour cela, il sera divisé en trois parties.

La première partie de ce chapitre permet de décrire le contexte industriel lié à cette étude. Il présentera les domaines d'application de cette étude, le type d'équipement étudié mais également les contraintes rencontrées par les industriels sur leurs produits.

Dans une seconde partie, l'ensemble des paramètres et variables pouvant caractériser et définir les mécanismes d'endommagement observés sur les systèmes étudiés seront définis. Ainsi, les notions de fretting-usure, de régimes de glissement, ou encore d'usure seront abordées et présentées.

Enfin, puisque l'objectif de ce mémoire est de travailler sur la compréhension des mécanismes engendrant des défaillances électriques, il est primordial de bien définir et d'identifier les bases liées au contact électrique. Pour cela, la troisième partie de ce chapitre décrira la notion de résistance électrique de contact ainsi que les facteurs qui peuvent la dégrader.

1.2. Contexte industriel

1.2.1. Introduction

La multiplication des systèmes électriques et électroniques embarqués (automobile, aéronautique, défense…) engendre une augmentation considérable du nombre de connecteurs utilisés pour transmettre les signaux d'informations et cela dans des environnements chimiques et mécaniques souvent très hostiles. Situés à proximité de sources vibratoires intenses (moteur, turbine, etc.), les contacts électriques sont alors soumis à des sollicitations de fretting usure (glissements alternés de très faibles amplitudes) qui vont user l'interface et dégrader la conduction électrique. D'autre part, ces connectiques peuvent être soumises à des environnements chimiques très agressifs (humidité, température, gaz soufrés SO_2, H_2S, …) pouvant favoriser la corrosion des interfaces dégradant ainsi la conduction électrique. Pour toutes ces raisons, il est important d'identifier, de comprendre et de palier tous les phénomènes pouvant entrainer une dégradation du contact électrique.

1.2.2. Les connecteurs électriques

1.2.2.1. Définitions

Tout d'abord, il est important de bien comprendre les différents termes utilisés pour désigner les contacts électriques. Ainsi le terme **connectique** désigne l'ensemble des technologies utilisées en électronique et en microélectronique pour établir des liaisons fonctionnelles entre composants [1]. Le **métier de la connectique** se définit comme l'ensemble des technologies et processus nécessaires à la conception et la fabrication de **composants passifs** (élément de circuit ne comportant pas de sources d'énergie). En ce qui concerne le **connecteur**, il est défini comme un appareil ou composant passif relié à l'extrémité d'un ou plusieurs conducteurs afin de permettre de les relier électriquement à un autre appareil ou composant. Une **connexion** est une liaison électrique entre deux ou plusieurs systèmes conducteurs. Et enfin, le terme **interconnexion** est utilisé pour désigner une association par connexion, de réseaux distincts, pour assurer la continuité du service en cas de défaut, la mise en commun des réserves et une production plus économique.

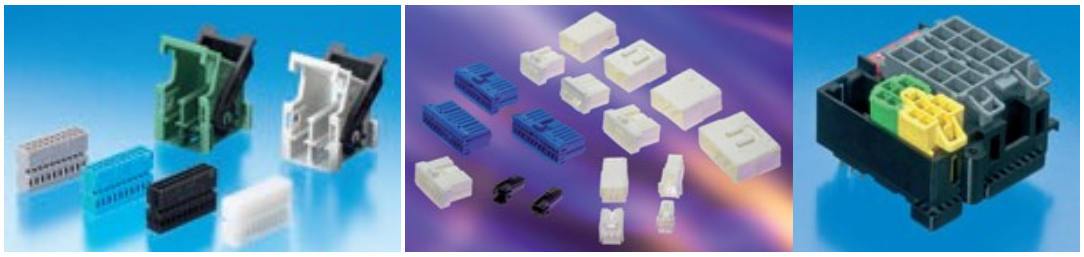
1.2.2.2. Catégories et fonctionnalités

Ensuite, il est important de remarquer qu'avec l'augmentation de l'utilisation des systèmes électriques, toute une diversité de connecteurs est maintenant disponible avec des spécificités et des

domaines d'application propres à chacun. Aujourd'hui, il est donc possible de trouver des connecteurs aussi bien pour des applications automobiles (Figure 1.1) que pour l'aérospatial, la défense, les télécommunications ou encore l'instrumentation et le médical (Figure 1.2).



Connectique de sécurité passive et active



Connectique de commodité et d'information



Connectique moteur

Figure 1.1: Grandes familles de connecteurs couramment utilisés dans le domaine automobile.



Figure 1.2: Connecteurs RADIALL utilisés dans différents domaines d'application (aérospatial, télécommunication, défense, …).

Il est donc possible de classer tous ces connecteurs en deux grandes catégories :

✓ Les **connecteurs à contacts de coupure** (disjoncteurs, commutateurs,…) sont utilisés pour alimenter un circuit par intermittence ou pour le couper impérativement en cas de nécessité. Ils peuvent être commandés manuellement ou électriquement.

✓ Les **connecteurs à contacts permanents** ne sont pas supposés s'ouvrir en fonctionnement normal. Ils ne subissent donc pas en général d'érosion de contact associée aux arcs électriques. Au sein de cette catégorie, il faut encore distinguer les raccordements démontables (par exemple vissés)

qui ne sont ouverts qu'en de rares occasions et avec un outillage adapté, et les raccordements séparables à lames élastiques qui composent les connecteurs et qui peuvent être démontés sans outillage particulier.

Pour l'ensemble de ces connecteurs, leur **fonction principale** est de permettre et d'assurer la continuité électrique entre deux sources, une émettrice et une réceptrice. Cette continuité se traduit par une distorsion minimale du signal pour les connecteurs d'information et une perte d'énergie minimale pour les connecteurs de puissance. Cette continuité doit être assurée à trois niveaux du connecteur (Figure 1.3) : les zones de raccordement entre le câble électrique et une des deux parties du connecteur (sertissage, soudure,..), le corps du connecteur et la ou les zones actives du contact.

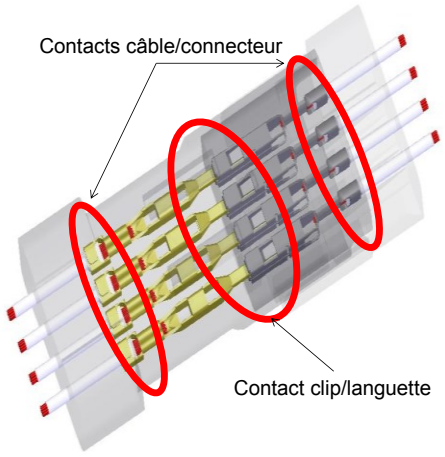


Figure 1.3: Les différents points de contact.

Dans le cadre de cette thèse, des contacts séparables types clip/languettes seront étudiés. L'étude portera donc sur des connecteurs d'information dont la fonction est de transmettre le signal pour des faibles courants. Il est aussi important de noter que la continuité électrique sera étudiée au niveau des zones actives, i.e., au niveau du contact entre deux connecteurs. Des défaillances peuvent aussi apparaitre aux niveaux des zones de raccordement (sertissage, soudure, …). D'une toute aussi grande importance du point de vue industrielle, ce point ne sera néanmoins pas abordé car il a déjà fait l'objet de multiples études [2]–[4].

1.2.3. Environnement et sollicitations

La grande diversité des domaines d'application a pour conséquence de soumettre les connecteurs à un grand nombre de sollicitations aussi bien mécaniques qu'environnementales [5]. Ces sollicitations peuvent être :

✓ **La température** : Les connecteurs sont soumis à une grande plage de température pouvant parfois atteindre des valeurs extrêmes. Ces températures peuvent aller de -50°C à +150°C passant par des phases de fonctionnement à température ambiante (25°C). Dans tous les cas, la connexion subit des cyclages thermiques variant de la température de l'environnement à l'arrêt, la période de chauffe, la température de fonctionnement et le retour à la température à l'arrêt après utilisation.

✓ **Le courant** : Celui-ci traverse de part en part au niveau du point de contact et varie, selon l'application, entre quelques microampères et quelques ampères mais reste inférieur à 20A (sauf pour les connecteurs de puissance). Néanmoins, il n'y a pas de surintensité brutale, ce qui évite les phénomènes de dégradation par arc électrique.

✓ **L'environnement** : Selon leur application, les connecteurs peuvent être soumis à des conditions très sévères (humidité, brouillards salins, gaz,…).

- **L'humidité** : La présence d'eau (H_2O) dans l'environnement de fonctionnement des connecteurs peut favoriser et accélérer les phénomènes de corrosion. Néanmoins, il arrive que cette humidité joue un rôle inverse, comme agent lubrifiant, ce qui permet d'améliorer le comportement tribologique de l'interface.

- **Les gaz corrosifs** : Outre le dioxygène de l'air pouvant entrainer des phénomènes de corrosion, les connecteurs peuvent être soumis à des gaz corrosifs tels que le SO_2, NO_2, Cl_2 et le H_2S. Ces gaz sont couramment présents dans les gaz d'échappement ou dans l'environnement moteur qui couplés à l'humidité peuvent accélérer les phénomènes de corrosion.

✓ **Les sollicitations mécaniques** : Ces sollicitations peuvent apparaitre sous différentes formes (vibrations, impacts,…). Les plus courantes sont la force normale et les vibrations.

- **Les vibrations** : Elles sont dues à l'environnement mécanique comme par exemple pour le domaine automobile, le moteur, la transmission, les suspensions,…. Ces vibrations sont comprises entre 1 et 5000Hz avec une accélération variant de 1 à 50g. Elles induisent des micro-déplacements au niveau des contacts.
- **La force normale** : La force normale au niveau du contact peut varier entre 0.5 et 5N, ce qui se traduit par des pressions Hertzienne de l'ordre de 500-1500MPa.

1.2.4. Enjeu économique

En raison du prix élevé de l'or, les industriels tendent à remettre en cause l'utilisation de revêtements dorés dans certaines applications. Pour cela, l'utilisation de métaux moins nobles et surtout moins coûteux est envisagée. En effet, l'argent est tout aussi bon conducteur et pourrait donc remplacer l'or. Cependant, sa sensibilité vis-à-vis du soufre limite son application dans de multiples secteurs industriels. L'objectif de ce travail de thèse sera d'étudier la réponse des dépôts argent et alliages associés pour justement faciliter sa diffusion dans le domaine industriel.

1.3. Mécanismes d'endommagement des contacts

Dans cette partie, il sera abordé l'ensemble des notions propres à une étude tribologique : les conditions de contact ainsi que les mécanismes pouvant intervenir et dégrader la surface.

1.3.1. Géométries de contact

1.3.1.1. Configurations

D'un point de vue macroscopique, une surface est caractérisée par sa géométrie. Pour simplifier la modélisation des dégradations, les chercheurs ont choisi des géométries plus simples et plus faciles à mettre en œuvre. La Figure 1.4 représente les principales configurations existantes.

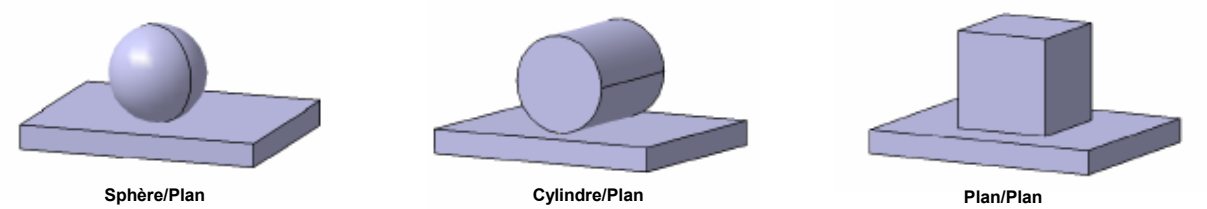


Figure 1.4: Configurations et géométries de contacts simplifiés.

✓ La configuration **Sphère/Plan** reproduit un contact ponctuel. Cette configuration est très souvent utilisée car elle n'engendre pas de problème d'alignement.

✓ La configuration **Cylindre/Plan** reproduit un contact linéaire. Cette configuration est très souvent utilisée pour l'analyse de la fissuration car elle permet de considérer une approche bidimensionnelle plus facile à modéliser.

✓ La configuration **Plan/Plan** met en contact deux surfaces. L'analyse mécanique montre que les distributions de pression et surtout de cisaillement sont caractérisées par une discontinuité en bordure de contact.

Pour l'ensemble de cette étude, seule la configuration sphère/plan sera utilisée. Elle peut être formalisée par la Théorie de Hertz pour des conditions élastiques et des massifs semi-infinis.

1.3.1.2. Théorie de Hertz

Comme mentionné précédemment, la configuration utilisée tout au long de cette étude correspond à un contact ponctuel sphère/plan. Les deux corps solides élastiques mis en contact sont définis par leurs modules d'Young E_1 et E_2, par leurs coefficients de poisson υ_1 et υ_2 et par leurs rayons R_1 et R_2.

Afin de caractériser le contact, il est nécessaire de définir un rayon (R) et un module d'Young (E^*) équivalents. Ces données sont obtenues par :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \tag{1-1}$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\upsilon_1^2}{E_1} + \frac{1-\upsilon_2^2}{E_2} \tag{1-2}$$

La mise en contact des deux corps permet de définir les paramètres caractérisant le contact, à savoir:

- ✓ Le rayon de contact (a) :

$$a = \left(\frac{3.P.R}{4.E^*}\right)^{1/3} \tag{1-3}$$

- ✓ La pression de contact maximale (P_0) :

$$P_0 = \frac{3.P}{2.\pi.a^2} = \left(\frac{6.P.E^{*2}}{\pi^3.R^2}\right)^{1/3} \tag{1-4}$$

- ✓ La pression à une distance r du centre (P(r)) :

$$P(r) = \frac{3.P}{2.\pi.a^2}\left(1-\frac{r^2}{a^2}\right)^{1/2} \tag{1-5}$$

- ✓ La pression de contact moyenne (P_m) :

$$P_m = \frac{2}{3}.P_0 = \frac{2}{3}.\left(\frac{6.P.E^{*2}}{\pi^3.R^2}\right)^{1/3} \tag{1-6}$$

- ✓ La profondeur d'indentation (δ) :

$$\delta = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9.P^2}{16.R.E^{*2}}\right)^{1/3} \tag{1-7}$$

Ce modèle de contact suppose toutefois que les matériaux se déforment de façon purement élastique. Ceci est vérifié tant que la pression P_m reste inférieure à la limite élastique en compression *Y (*P_m <Y), caractéristique du matériau le plus mou.

Dans le cas contraire, une partie de la déformation de la sphère est irréversible : le mode de déformation est alors élastoplastique. Johnson [6] a calculé la force exacte F_Y à partir de laquelle le régime de déformation devient élastoplastique :

$$F_Y = 23.\frac{R^2.Y^3}{E^{*2}} \qquad (1\text{-}8)$$

A partir d'une valeur limite de P_m (Figure 1.5), le matériau accommode entièrement la contrainte, de façon irréversible : la déformation est purement plastique. Ceci est obtenu pour $P_m > 3Y$.

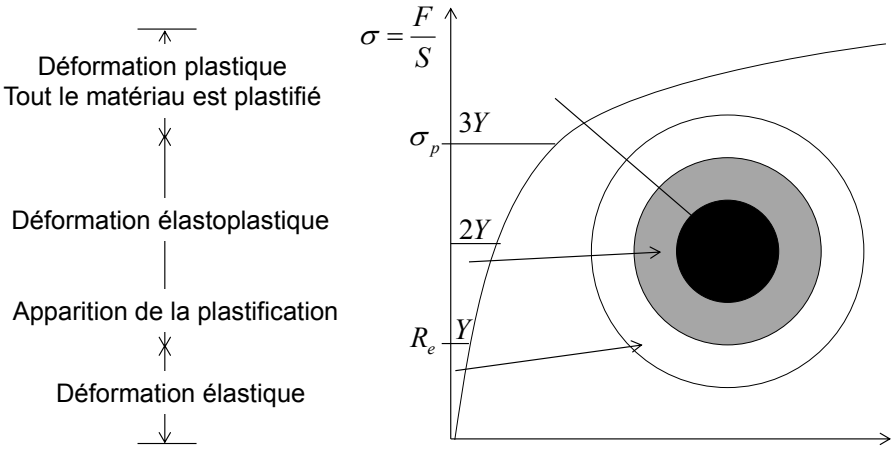


Figure 1.5: Aire de contact apparente sous forte charge [7].

1.3.1.3. Aire de contact

Lors de la mise en contact de deux corps, il y a création d'une zone de contact. Le modèle le plus simple pour quantifier cette aire de contact est de considérer deux surfaces lisses en contact comme utilisé dans la Théorie de Hertz (Figure 1.6).

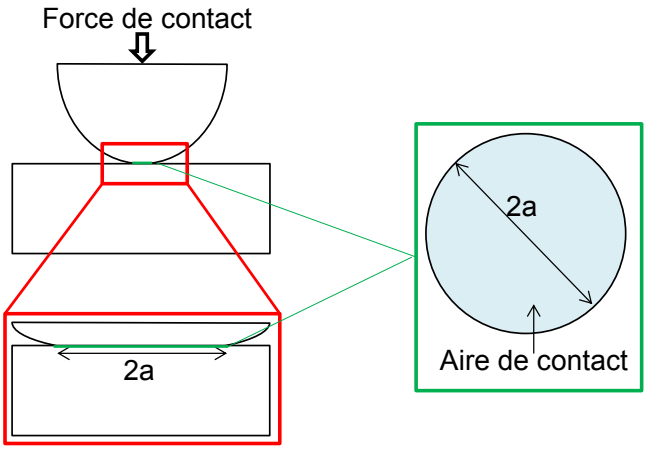


Figure 1.6: Définition classique de l'aire de contact.

Or cette hypothèse n'est valable qu'à une échelle macroscopique. Dans la réalité, les surfaces possèdent une rugosité non négligeable : si à l'œil nu, les deux surfaces semblent constituer une interface ininterrompue, seuls des spots d'une aire limitée assurent le contact entre les deux objets comme illustré sur la Figure 1.7.

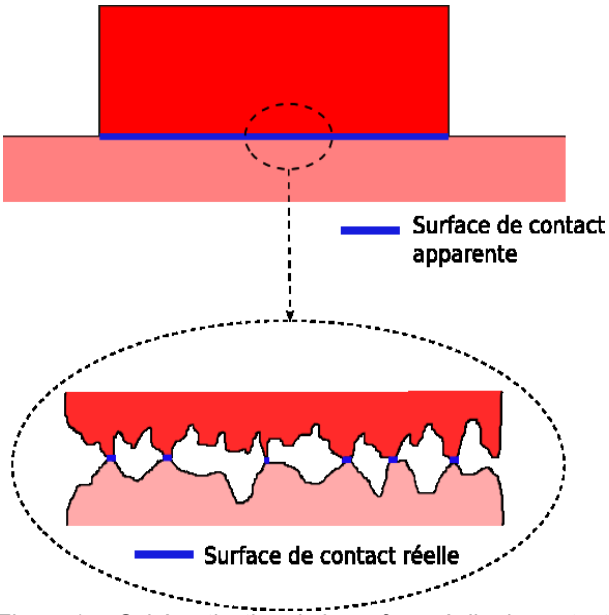


Figure 1.7: Schématisation de la surface réelle de contact.

Dans le domaine des contacts électriques, cette notion d'aire de contact est très importante puisque le courant circule au niveau des zones en contact. Le phénomène du passage du courant au point de contact est très complexe : il dépend de la nature des matériaux, de la topologie des surfaces, de l'état physico-chimique à l'interface. Il faut donc distinguer trois types d'aires de contact :

- ✓ l'aire apparente
- ✓ l'aire de contact mécanique
- ✓ l'aire de contact électrique

L'**aire de contact apparente** est constituée par l'ensemble de la matière en contact. L'**aire de contact mécanique** est caractérisée par la rugosité, la structure physico-chimique et ne peut s'établir qu'aux endroits où la pression de contact locale est suffisante. La rugosité dépend surtout de la nature de la surface et du procédé mis en œuvre pour l'obtenir. Quant à la structure physico-chimique, elle dépend de la nature du matériau utilisé en surface, et notamment de sa sensibilité à la corrosion et à l'encrassement. Il arrive que ces zones de contact soient constituées en partie de matière peu ou pas conductrice (un oxyde par exemple), et par conséquent, l'**aire de contact électrique** est souvent plus petite que l'aire de contact mécanique. Ces trois différentes aires sont récapitulées sur la Figure 1.8.

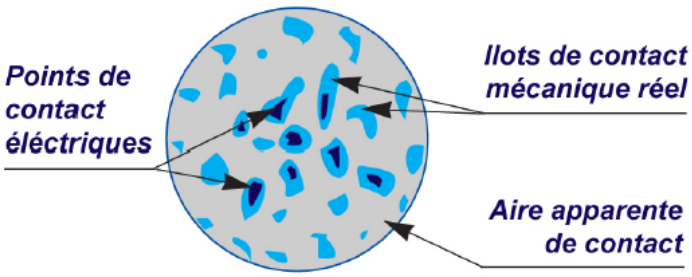


Figure 1.8: Définition des différentes aires observables dans un contact sphère/plan.

1.3.2. Sollicitations mécaniques

Lors de leur fonctionnement, les connecteurs électriques sont soumis à des sollicitations mécaniques non négligeables entrainant une détérioration des connecteurs au contact et donc une dégradation de la conductivité. Dans le cas des systèmes mécaniques soumis à des vibrations, deux cas de sollicitations sont observables : du fretting (frottement avec de faibles amplitudes) et du

« glissement alterné » (frottement avec de grandes amplitudes). De nombreux mécanismes existent pour brider ces phénomènes, mais comme l'a montré Velinsky [8]–[10], ils ne peuvent être entièrement évités.

Il est possible de différencier ces deux sollicitations en utilisant le ratio « e » entre l'amplitude de débattement (δ^*) et le rayon de contact (ou la demi-largeur de contact pour une configuration sphère/plan) :

$$e = \frac{\delta^*}{a} \tag{1-9}$$

Compte tenu de ce ratio, il a été défini que la condition de fretting est assurée pour une valeur de « e » inférieure à 1 [11]. Ainsi, la zone au centre n'est jamais exposée à l'atmosphère ambiante alors que les zones en bords de contact sont de façon périodique soit à l'air, soit sous le contact. Puisque la variable « a » est dépendante de la charge imposée, il est possible de tracer cette frontière en fonction de la force normale (P) et de l'amplitude de débattement δ^* comme illustré sur la Figure 1.9.

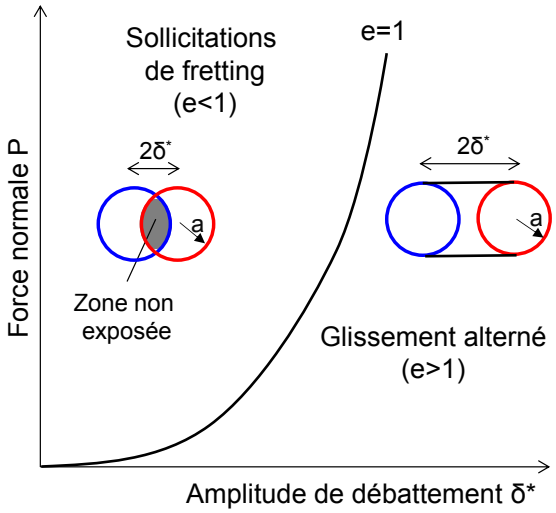


Figure 1.9: Définition de la frontière entre fretting et glissement alterné.

1.3.2.1. Le fretting

1.3.2.1.1. Définition

En général, le terme fretting se réfère à des petites amplitudes de débattement qui sont induites par le mouvement oscillatoire de glissement entre deux surfaces solides soumises à des charges normales comprises entre 0,5 et 30 000 N. L'échelle des amplitudes est comprise alors entre 1µm et 100µm.

Lors des sollicitations en fretting, un certain nombre de paramètres rentrent en jeu pour décrire les conditions de chargement imposées. Beaucoup de ces paramètres sont définis à l'aide du cycle de fretting (Figure 1.10) qui est la représentation du chargement tangentiel (Q) en fonction du déplacement (δ).

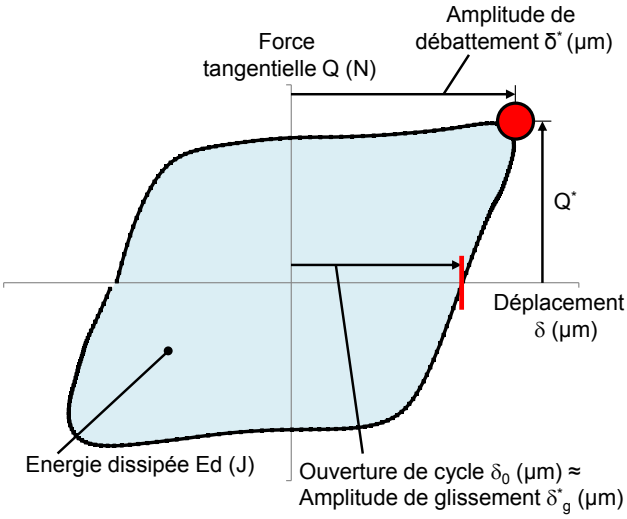


Figure 1.10: Cycle de fretting en glissement total.

Parmi les paramètres pouvant être extraits du cycle de fretting, il est possible de citer:

✓ **L'amplitude de débattement maximale δ*** asservie par le système de pilotage, correspond à la demi-amplitude imposée. Cependant, cette valeur ne correspond pas exactement au déplacement relatif des deux corps en contact, car il faut prendre en compte la déformation élastique du montage et des échantillons.

✓ **L'ouverture de cycle δ_0** est définie comme la demi-amplitude de déplacement pour une force tangentielle nulle. Elle décrit la demi-amplitude de glissement réel entre les deux corps en contact. Cette grandeur est indépendante de la souplesse du montage car elle est mesurée lorsque Q=0.

✓ **L'amplitude maximale de la force tangentielle Q*** représente l'effort tangentiel maximal transmis par le contact. Ce paramètre est utilisé pour définir le coefficient de frottement µ, dit conventionnellement, dans le cas du glissement total (µ=Q*/P).

✓ **La raideur tangentielle** en N/µm est déterminée par la pente du cycle de fretting après le changement de sens de glissement. Cette valeur est représentative de la complaisance mécanique du montage et du contact.

✓ **L'énergie E_d dissipée** par frottement pendant un cycle correspond à l'aire du cycle. Elle intègre différents phénomènes dissipatifs tels que la déformation plastique et élastique des massifs en contact, la création et l'éjection de débris, la thermodynamique du contact, etc. Cette énergie dissipée E_d est définie par l'aire d'un cycle de fretting :

$$E_d(i) = \int_{-\delta^*}^{\delta^*} Q(\delta).d\delta \tag{1-10}$$

où i est le numéro de cycle intégré.

Grâce à cette valeur, il est possible d'obtenir l'énergie dissipée cumulée totale pour l'ensemble des cycles de fretting (N) réalisés au cours d'un essai :

$$\sum E_d = \sum_{i=1}^{N} E_d(i) = \sum_{i=1}^{N} \int_{-\delta^*}^{\delta^*} Q(\delta).d\delta \tag{1-11}$$

Cette grandeur peut être obtenue plus facilement. Pour cela, il faut considérer le cycle de fretting avec une forme quadratique. L'énergie dissipée s'exprime alors par :

$$\sum E_d \approx 4.\mu.P.\delta_0.N \tag{1-12}$$

De la même manière, il est possible d'exprimer un coefficient de frottement énergétique qui représente l'évolution moyenne du coefficient de frottement tel que :

$$\mu_e = \frac{E_d}{4.\delta_0.P} \tag{1-13}$$

Le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux mais dépend de nombreux paramètres du système tribologique (corps, environnement, …), des caractéristiques tribologiques (coefficient de frottement, taux d'usure, …) ainsi que des variables opératoires (charge, vitesse, température, …).

Le coefficient de frottement μ est donné comme le rapport de la force tangentielle maximale (Q*) et de la force normale (P) appliquée lors du frottement. Il faut distinguer le coefficient de frottement statique (μ_s), qu'il faut dépasser pour mettre en mouvement un corps et le coefficient de frottement dynamique (μ_d) utilisé lorsque le mouvement est déjà initié. μ est très variable et dépend de nombreux paramètres matériaux, géométriques (rugosité), tribologiques et environnementaux. Le coefficient de frottement est donc un élément clé des systèmes mécaniques puisque dans de nombreuses situations, il permet la mise en marche ou non du système mécanique.

Pour des raisons techniques, l'amplitude de débattement (δ^*) est mesurée en dehors de l'interface. Il y a donc une contribution du système de fixation et de la configuration de la machine sur le déplacement total, ce qui peut causer une dispersion dans l'analyse des résultats [11]. Une alternative consiste à étudier les sollicitations en fretting avec l'ouverture de cycle (δ_0), qui est presque équivalente à l'amplitude de glissement ($\delta^*_g=\delta_0$) (Figure 1.10) [12], [13]. L'utilisation de cette variable permet donc de comparer entre eux les résultats provenant de différents systèmes mécaniques sans nécessiter une correction liée à la complaisance du montage.

1.3.2.1.2. Conditions de glissement

En fonction de l'amplitude de débattement imposée, il existe deux régimes de glissement en fretting : le glissement partiel et le glissement total. Ces deux régimes sont dus à l'évolution de la force tangentielle comme illustré sur la Figure 1.11.

- ***Régimes de glissement***

Les différents régimes sont obtenus pour une force normale et un couple de matériaux donnés. Deux réponses sont alors observées:

- ✓ Le **glissement partiel (G.P)** est établi lorsque l'amplitude de débattement (δ^*) est inférieure à une amplitude seuil, dite de transition (δ^*_t). Le contact est alors caractérisé par une zone collée entourée d'une zone de glissement plus ou moins importante. Plus l'amplitude est élevée, plus les zones collées sont restreintes. Dans le cas d'un contact élastique, le cycle de fretting présente une forme elliptique. Pour de très faibles déplacements relatifs, la réponse mécanique tend à être linéaire, conduisant à des cycles très fermés. En régime de glissement partiel, le ratio Q*/P ne peut pas être défini comme le coefficient de frottement. En effet, le chargement tangentiel correspond aux phénomènes de frottement dans les zones en glissement, mais aussi à l'accommodation élastique au niveau des zones collées. De plus, la présence d'une zone collée souvent formée de liaisons métalliques permet d'avoir une bonne conduction du courant. Ainsi, l'application de petits déplacements induisant une condition de glissement partiel, limite la dégradation du contact aux zones latérales du contact. Cela se traduit donc par une résistance de contact faible et stable tout au long des cycles de fretting. La notion d'**endurance infinie** est alors employée (Figure 1.11).

✓ Le **glissement total (G.T)** est observé lorsque l'amplitude de débattement (δ^*) est supérieure à l'amplitude de transition (δ^*_t). Le glissement est alors généralisé dans la totalité de l'interface. Le cycle de fretting est alors ouvert et l'amplitude de la force tangentielle (Q*) est indépendante de l'amplitude de débattement (δ^*) ce qui permet d'associer le coefficient de frottement (μ) au ratio Q*/P. Dans ce cas-là, des phénomènes d'usure et d'oxydation peuvent apparaitre dans l'interface, ce qui tend à perturber la conductivité du courant. Cela entraine donc une évolution instable de la résistance électrique de contact qui peut atteindre des valeurs élevées parfois au-delà de valeurs seuils d'où la notion d'**endurance finie** (Figure 1.11).

Sous certaines conditions, il existe un troisième régime appelé **glissement mixte**. Celui-ci est associé à une évolution de la condition de glissement en fonction du temps.

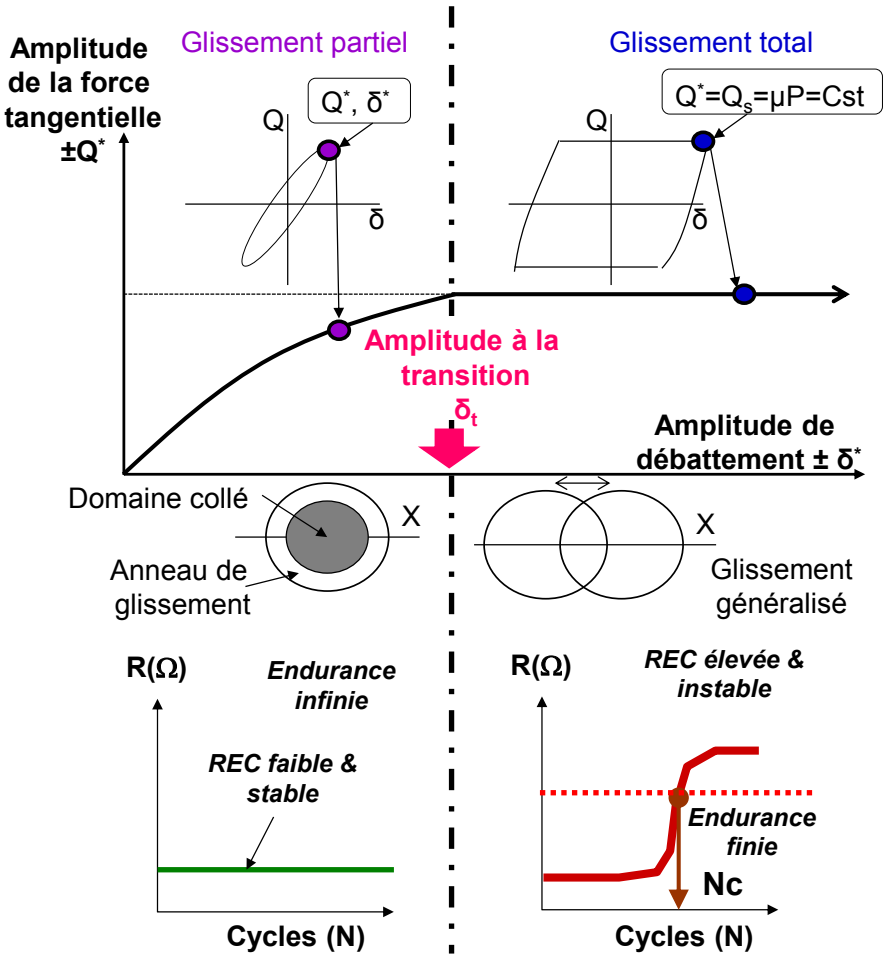


Figure 1.11: Régimes de glissement : glissement partiel et glissement total et évolution de résistance électrique de contact.

➢ ***Critère de transition***

Bien que très différents entre eux, ces deux régimes présentent une certaine ambiguïté au voisinage de la transition. Pour les différencier, plusieurs méthodes existent.

○ Analyse qualitative de la forme de fretting

Cette méthode consiste à observer l'évolution du cycle de fretting en fonction du déplacement imposé pour identifier le déplacement où a lieu la transition entre glissement partiel et glissement total. Néanmoins cette méthode reste très qualitative et ne permet pas d'identifier de façon certaine le régime de glissement. Pour cela, il est nécessaire de définir des critères quantitatifs.

- Critères de transition

La théorie élastique de Mindlin [14], [15] en se basant sur la Théorie de Hertz [16] donne accès à l'amplitude à la transition (δ^*_t) pour une force normale (P) donnée (ou bien à la force normale à la transition (P_t) pour une amplitude de débattement donnée (δ^*). Les paramètres intervenant dans l'expression de la transition sont le rayon de la sphère (R), les propriétés élastiques (module équivalent (E*), module élastique de cisaillement $G = \frac{E}{2.(1+\upsilon)}$ avec E module d'Young et υ coefficient de Poisson), et le coefficient de frottement à la transition (μ_t) :

$$P_t = \left(\frac{\delta^*}{\mu_t}\right)^{\frac{3}{2}} . \left(\frac{3.R}{4.E^* K_1^3}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (1\text{-}14)$$

$$\delta_t^* = \mu_t . P^{\frac{2}{3}} . K_1 . \left(\frac{4.E^*}{3.R}\right)^{\frac{1}{3}} \quad (1\text{-}15)$$

$$\text{Avec } K_1 = \frac{3}{8}\left(\frac{2-\upsilon}{G}\right) \quad (1\text{-}16)$$

Il faut noter que l'amplitude à la transition (δ^*_t) est une fonction linéaire du coefficient de frottement à la transition et une fonction de P à la puissance 2/3.

❖ **Prise en compte de compliances en amont du contact dans le calcul de la transition**

Il faut être prudent lors de la comparaison du calcul théorique à la mesure expérimentale, même si celle-ci est réalisée dans le respect des hypothèses théoriques. En effet, les déformations élastiques du montage se superposent à celles du contact. Elles rendent la courbe de transition plus rectiligne (Figure 1.12) car la compliance du montage est une constante alors que celle du contact diminue avec la force normale (Annexe I).

L'amplitude de transition calculée doit donc être comparée à l'amplitude expérimentale réellement absorbée par le contact après extraction du déplacement tangentiel accommodé par le montage. Ceci suppose la connaissance de la compliance tangentielle du montage. Si la compliance du montage est bien plus faible que celle du contact (ce qui n'est généralement pas le cas), le calcul théorique est vérifié car le déplacement relatif absorbé par le montage est négligeable. Au contraire, si la compliance du montage est bien supérieure ou est du même ordre de grandeur que celle du contact, le calcul du déplacement élastique fournit une valeur très inférieure à la réalité.

Inversement, la connaissance de l'amplitude de transition théorique peut permettre d'accéder à la compliance tangentielle (C_S) du montage par mesure expérimentale de l'amplitude à la transition et comparaison à l'amplitude théorique [17] :

$$\delta^*_{t,mesuré} = \mu_t . \left(P^{\frac{2}{3}} . K_1 . \left(\frac{4.E^*}{3.R}\right)^{\frac{1}{3}} + C_s . P \right) \quad (1\text{-}17)$$

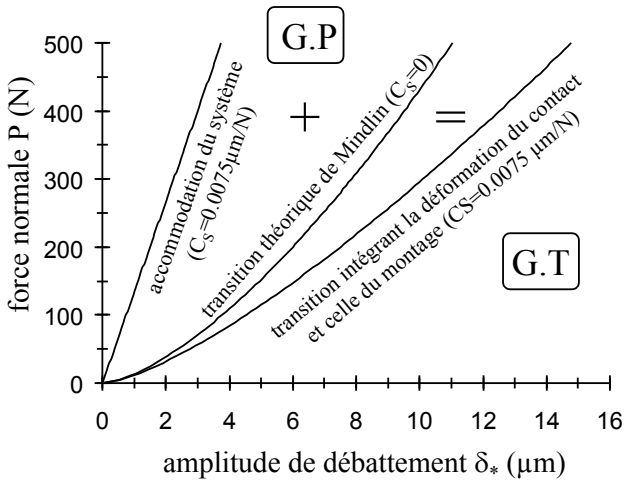


Figure 1.12: Influence de l'accommodation tangentielle du montage sur la transition [17].

❖ **Extension à un système revêtu**

Tant que le revêtement présente une épaisseur négligeable par rapport à la taille du contact, le modèle de Mindlin peut être appliqué en utilisant les propriétés mécaniques du substrat avec un coefficient de frottement modifié par rapport au système non revêtu. Certains auteurs ont validé expérimentalement cette méthode sur de l'acier rapide revêtu de TiN en contact avec lui-même [17] (Figure 1.13). Le rapport de proportionnalité entre l'amplitude de transition et le coefficient de frottement est bien conservé. D'autres auteurs ont abouti à la conclusion qu'un dépôt très fin ne modifie pas la réponse élastique globale du contact [18], [19].

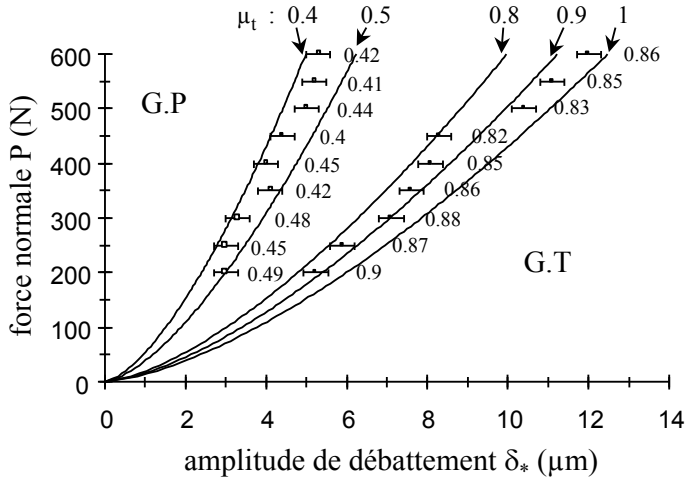


Figure 1.13: Validation du modèle de Mindlin pour un système revêtu en intégrant l'effet du revêtement à travers le coefficient de frottement [11] : ■ Acier rapide/ Acier 100C6 ; □ Acier rapide-TiN/ Acier 100C6.

o Critères énergétiques

Ensuite, Fouvry a proposé trois critères quantitatifs (A, B et C) de transition établis à partir des travaux de Mindlin pour un contact sphère/plan élastique. En effet, la description analytique [17] montre que ces différents critères présentent des valeurs constantes de transition indépendamment des constantes élastiques, de la taille du contact et du coefficient du frottement.

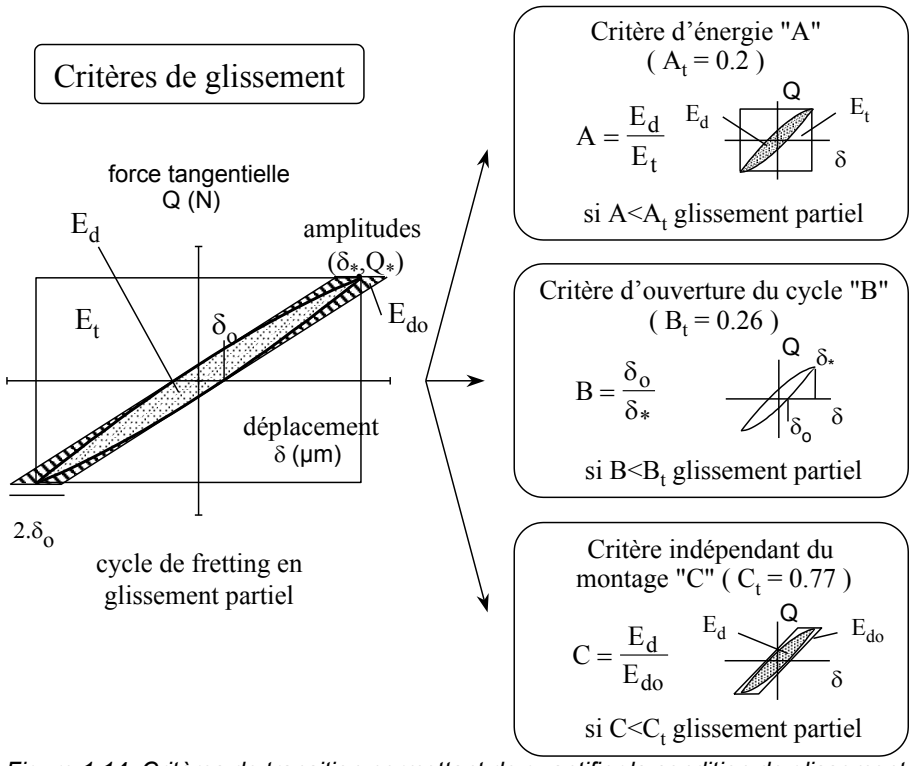


Figure 1.14: Critères de transition permettant de quantifier la condition de glissement à partir d'un cycle de fretting [17].

✓ Le **critère de transition A (ratio énergétique)** est défini comme le rapport entre l'énergie dissipée (E_d) et l'énergie totale (E_t). Il présente une transition à A_t=0,2. Ce critère ne dépend pas des caractéristiques du matériau ni de la dimension du contact, cependant il est influencé par la souplesse de montage.

✓ Le **critère de transition B (ratio de débattement)** est un ratio entre l'ouverture de cycle (δ_0) pour laquelle la force tangentielle est nulle sur l'amplitude de débattement maximale (δ^*). La transition entre glissement partiel et glissement total est définie pour B_t=0,26. Comme le critère A, ce critère est influencé par la souplesse du montage.

✓ Le **critère de transition C** est indépendant du montage mais nécessite un appareillage en fretting très performant en raison de la faible différence entre les valeurs de E_{do} (énergie d'ouverture de cycle) et de E_d (énergie dissipée). La détermination de la transition pour ce critère est un peu difficile car il est sensible aux bruits d'enregistrement. Sa valeur de transition se situe à C_t=0,77.

Les critères présentés au-dessus, ne dépendent pas des caractéristiques du matériau ni de la dimension du contact. Fouvry [17] montre aussi que pour un contact sphère/plan, ces critères ont des valeurs seuils indépendantes du matériau alors que ce n'est pas le cas dans un contact cylindre/plan. Toutefois, dans ce dernier cas, un changement de mode de glissement engendre une discontinuité dans l'évolution de ces critères.

- Approche quantitative

Un autre critère de glissement a été développé par Heredia et al [20]. Il est basé sur le pourcentage de cycles effectués en régime de glissement total pendant l'essai GT% (critère de régime). Cette approche quantitative permet de mieux formaliser dans le temps, l'évolution de la condition de glissement, en particulier, vis-à-vis du régime mixte.

1.3.2.1.3. Carte d'endommagement

Selon le régime de glissement (partiel, mixte ou total) dans lequel ils se trouvent, les matériaux répondent différemment aux sollicitations. Les deux phénomènes majeurs pouvant apparaitre au cours de ces sollicitations sont la fissuration et l'usure. Ces deux phénomènes peuvent être indépendants mais aussi en compétition selon les régimes de glissement étudiés ([17], [21]–[23]). Il a été montré que la fissuration est l'endommagement prédominant en régime de glissement partiel, tandis que l'usure apparaîtra dans le régime de glissement total [24]. Pour mieux visualiser leur répartition, des cartes de sollicitations et de réponses du matériau ont été mises en place (Figure 1.15).

Afin de marquer la transition entre le régime de glissement partiel et le régime de glissement total dans le cas d'un contact sphère/plan, Vingsbo et Söderberg [23] ont introduit le concept de carte de fretting. La première carte dissocie les trois régimes de glissement en fonction de la force normale et de l'amplitude de débattement [25]. La seconde carte correspond à la carte de réponse du matériau dans le même système de coordonnées. Elle définit les endommagements classiquement observés en fretting tels que la fissuration et l'usure. Cette carte est tracée pour un nombre de cycles donné car les limites des domaines peuvent évoluer avec le temps.

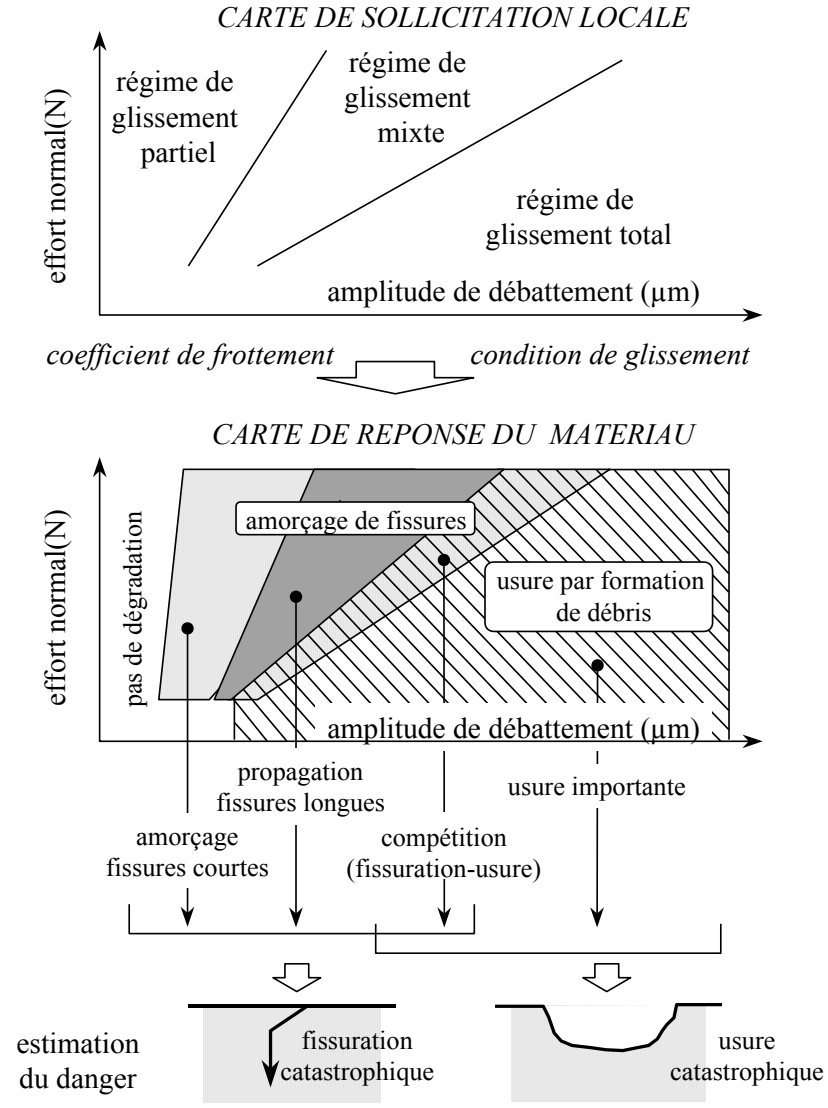


Figure 1.15: Approche cartes de fretting : carte de sollicitations locales et carte de réponse du matériau [17].

1.3.2.2. Les mécanismes d'usure

Au cours des sollicitations en fretting, des phénomènes d'usure peuvent apparaitre entrainant une dégradation de l'interface, et donc une dégradation de la résistance électrique de contact. Néanmoins, ces phénomènes d'usure ne sont pas si simples à étudier. En effet, l'usure est généralement un ensemble complexe de phénomènes ([41], [42]) qui entraîne la dégradation d'un solide par émission de débris, perte de masse, de forme, de côte et s'accompagne éventuellement de transformations physiques ou chimiques en surface. Cependant, certains sont prépondérants à d'autres selon les conditions de test imposées.

Un matériau soumis à l'usure pendant son fonctionnement subit dans la plupart des cas trois étapes d'usure.

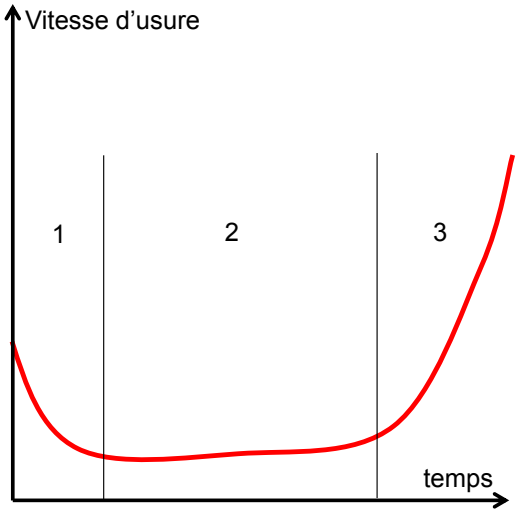


Figure 1.16: Evolution générale de la vitesse d'usure d'une pièce en fonctionnement en fonction du temps.

1. Le rodage : les actions sur les grosses aspérités diminuent avec le temps, les pics sont arasés progressivement tandis que les « vallées » restent intactes. Le taux d'usure et le coefficient de frottement baissent et en régime lubrifié les films d'huile s'amincissent.

2. L'étape de vie utile : correspond au régime d'usure douce. La couche superficielle très dure est éliminée peu à peu sous forme de petites écailles. Lors de cette étape la vitesse d'usure est approximativement constante et faible.

3. Le vieillissement : se caractérise par une usure sévère qui aboutit très rapidement à la mise hors d'usage de la pièce. La vitesse d'usure augmente de façon exponentielle.

Les phénomènes d'usure [7] sont variés mais peuvent être regroupés en trois catégories différentes:

- ✓ Usure mécanique (abrasion, adhésion, érosion, fatigue et frottement).
- ✓ Usure chimique (corrosion).
- ✓ Usure thermique (ramollissement-fusion-évaporation, choc thermique et diffusion d'atomes).

1.3.2.2.1. Usure abrasive

L'**usure abrasive** correspond à une dégradation mécanique entrainant l'endommagement des surfaces par des aspérités ou des particules « dures ». Ces particules dures peuvent se trouver entre les deux surfaces en mouvement relatif ou bien être encastrées dans l'une des surfaces. Une aspérité de la surface la plus dure raye la surface la plus tendre ce qui amène la création de stries et de rayures. Elle apparaît sous deux formes :

- ✓ **Abrasion "à deux corps"** causée par les aspérités de la surface la plus dure sur la plus tendre.

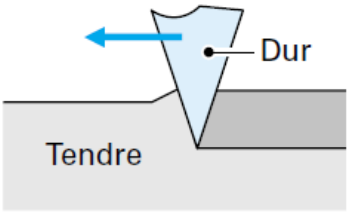


Figure 1.17: Usure abrasive à deux corps [26].

✓ **Abrasion "à trois corps"** provoquée par des particules dures véhiculées entre deux pièces en contact plus molles. Ces particules peuvent être étrangères aux matériaux, ou bien des particules d'usure fortement écrouies et oxydées.

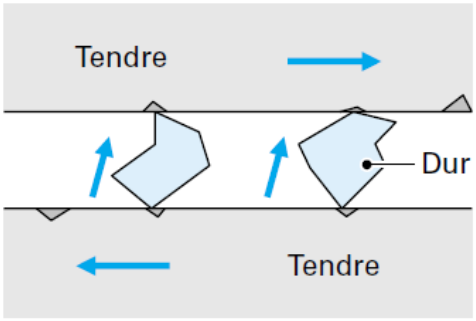


Figure 1.18: Usure abrasive à trois corps [26].

L'usure abrasive a largement été étudiée par Hutchings ([27]–[29]). Il faut différencier l'abrasion par coupe (enlèvement de matière par « usinage ») particulièrement visible sur les matériaux fragiles, et l'abrasion par déformation (déplacement de matière et formation de bourrelets), prédominante pour les matériaux ductiles (Figure 1.19).



Abrasion par coupe Abrasion par déformation

Figure 1.19: Différents procédés d'abrasion.

1.3.2.2.2. Usure adhésive

L'**usure adhésive** se caractérise par le transfert du matériau d'une des pièces frottantes sur la surface du corps antagoniste. L'explication la plus cohérente a été proposée par Bowden [30], [31]. Le contact de deux corps s'établit par l'intermédiaire des aspérités, et l'aire réelle de contact n'est donc qu'une faible partie de l'aire apparente. Le rapprochement des corps est suffisant pour donner naissance à des jonctions interfaciales qui peuvent constituer de véritables soudures à froid. L'usure adhésive fait donc appel à des notions de physico-chimie puisqu'il y a formation de liaisons (intermoléculaires, interatomiques) à l'interface. Selon les propriétés mécaniques (résistance à la rupture) de la jonction, deux types d'usure apparaissent :

✓ L'**usure douce** lorsque la jonction est plus faible que l'un ou l'autre corps métallique. Le glissement provoquera la rupture à l'interface. La quantité de métal enlevé de l'une et l'autre surface sera négligeable, même si la résistance au déplacement est relativement élevée.

✓ L'**usure sévère** apparaît lorsqu'il y a fissuration puis arrachement de matière de l'une des surfaces (Figure 1.20). La jonction est alors plus résistante que l'un des métaux. La rupture aura lieu dans la masse du métal le plus faible et des fragments du matériau le plus mou vont adhérer à la surface la plus dure.

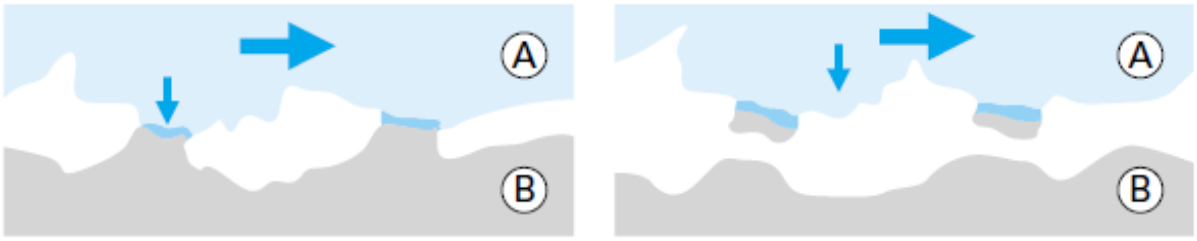


Figure 1.20: Phénomènes élémentaires de l'usure adhésive : formation de transfert [26]

L'adhésion entre deux solides est souvent caractérisée par l'énergie nécessaire pour séparer une unité de surface. Rabinowicz [32] mesure l'adhésion par le rapport :

$$K_a = \frac{F_t}{F_c} \tag{1-18}$$

où F_t est le module de la force de traction nécessaire pour séparer les surfaces et F_c est le module de la force normale de contact,

Des travaux [33] mettent en évidence les relations entre adhésion et propriétés des matériaux (température de fusion, structure atomique, ...); en particulier, ils montrent que l'adhésion décroît lorsque la dureté relative croît. De plus, l'effet des contaminants de surface joue un rôle important sur l'adhésion [34]. Ainsi, les films stables (oxydes), formés après une longue exposition à l'atmosphère, constituent un véritable obstacle à l'adhésion.

1.3.2.2.3. Usure corrosive ou tribochimique

L'**usure corrosive** est un processus d'usure dominé par une réaction chimique ou électrochimique avec le milieu environnant [26]. Bien que modérée, elle peut être critique en présence d'un environnement réactif (humidité, température, lubrifiant,…) pour les matériaux en présence [35]–[37]. Cette réaction chimique est initiée par l'énergie dissipée par frottement dans l'interface qui conduit à la formation d'une couche superficielle (film réactionnel) solide, non soluble dans l'environnement. Elle est généralement de faible épaisseur, adhère aux surfaces et protège les surfaces de l'usure adhésive. De plus, selon la nature de la couche superficielle, sa destruction peut être différente :

✓ Si le **film est fragile**, comme cela est souvent observé pour les couches d'oxydes, sa destruction se fait par l'enlèvement de plaques dès que son épaisseur devient critique. Dans ce cas-là, une usure importante est observée.

✓ Si le **film est ductile**, comme pour certains sulfures, un phénomène de cisaillement aura lieu dans l'épaisseur du film d'où un taux d'usure faible.



Figure 1.21: Schéma de principe de l'usure corrosive

Cette usure est un processus évolutif dans lequel l'état des surfaces varie à tout moment, rendant difficile la modélisation du phénomène et la prévision du comportement.

1.3.2.2.4. Usure par fatigue ou fissuration

Les contraintes mécaniques générées par le frottement peuvent entraîner la création et la propagation de fissures. Ce mécanisme est le plus souvent observé en régime de glissement partiel. Sous l'effet de gradients de contraintes cycliques, les fissurent se forment puis se propagent jusqu'à ce que certains morceaux se détachent (Figure 1.22). Il existe plusieurs sortes d'enlèvement de matière : « égrènement » lorsqu'il y a formation de trous correspondant à la microstructure initiale du matériau, « déchaussement » au niveau des joints de grains et « délamination » lorsque la répétition des sollicitations entraine des déformations plastiques et donc l'apparition de fissures en sous-couche qui se propagent parallèlement à la surface [38], [39].

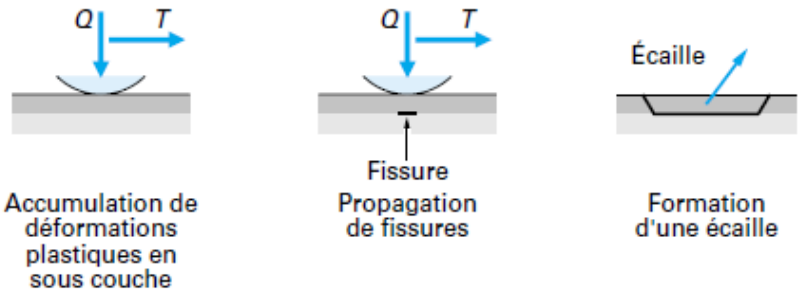


Figure 1.22: Schéma du processus d'usure par fissuration [26]

1.3.2.3. Quantification de l'usure

L'usure est un processus d'endommagement, faisant intervenir de multiples phénomènes physiques, qui ne peut être associée à une propriété matériau. Les paramètres à prendre en compte pour étudier l'usure sont complexes et nombreux. Il faut donc tenir compte d'un grand nombre d'aspects tels que :

- ✓ La modification importante de l'interface et de la géométrie du contact due à l'usure.
- ✓ La présence d'un troisième corps.
- ✓ Le flux de débris.
- ✓ Les mécanismes de transferts.
- ✓ L'influence de l'environnement.
- ✓ Le couplage des aspects mécaniques, thermodynamiques et physico-chimiques.

Il faut attendre le milieu du XX^{e} siècle pour avoir une première loi quantifiant l'usure : la loi Preston-Archard [40], [41] qui montre que le volume d'usure (V) de la pièce A est proportionnel à la force normale (P) et à la longueur de glissement (L) de la pièce B sur A avec une vitesse de glissement (Δv), supposée uniforme sur la surface de contact (Figure 1.23):

$$V = K.L.P \tag{1-19}$$

où K est le taux d'usure (mm^3/(N.m)). Cette grandeur est homogène à l'inverse d'une contrainte.

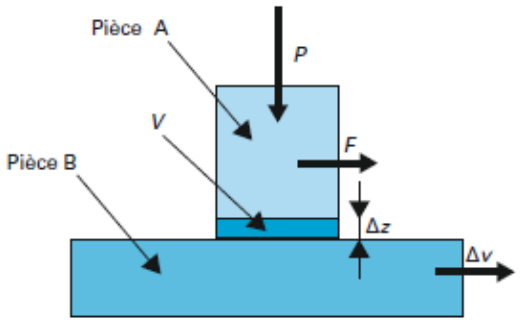


Figure 1.23: Définitions des grandeurs mascroscopiques impliquéees dans l'usure d'une pièce A appliquée contre une autre pièce B le long d'une interface plane [42].

S'il est considéré que les microcontacts se déforment le plus souvent plastiquement, avec une pression réelle de contact (P_r) de l'ordre de la dureté (HV) du corps le plus mou en contact, il est donc logique de supposer que l'usure des matériaux dépend de la dureté. Considérant cette hypothèse, il est possible d'exprimer la cinétique d'usure par :

$$K = \frac{K^*}{HV} \tag{1-20}$$

Le volume usé peut alors être exprimé par :

$$V = K^* \times \frac{P.L}{HV} \tag{1-21}$$

où K^* est une grandeur sans dimension et est appelé le facteur d'usure d'Archard.

Cet aspect a largement été étudié et utilisé pour comparer différents revêtements soumis à des sollicitations en fretting et/ou en glissement alterné. Cependant, le formalisme d'Archard n'intègre pas le coefficient de frottement ; or il a été montré que l'usure est d'autant plus importante que ce facteur est élevé [26].

Par la suite Mohrbacher et al. [43] propose de relier le volume usé non pas suivant le travail de l'effort normal mais, suivant le concept d'énergie dissipée totale dans l'interface :

$$V = \alpha \times \sum E_d \tag{1-22}$$

où E_d est l'énergie dissipée par cycle calculée à partir de l'aire du cycle de fretting et α est le coefficient énergétique de l'usure.

$$E_d = 4.\mu.P.\delta_g^* \tag{1-23}$$

L'intérêt de cette méthode repose sur le fait que l'énergie dissipée tient à la fois compte du chargement normal, de l'évolution du coefficient de frottement, de l'amplitude du débattement et de la durée de l'essai (Eq.(1-12)). L'énergie dissipée apparaît comme l'activateur principal des processus de dégradation du système tribologique (Figure 1.24).

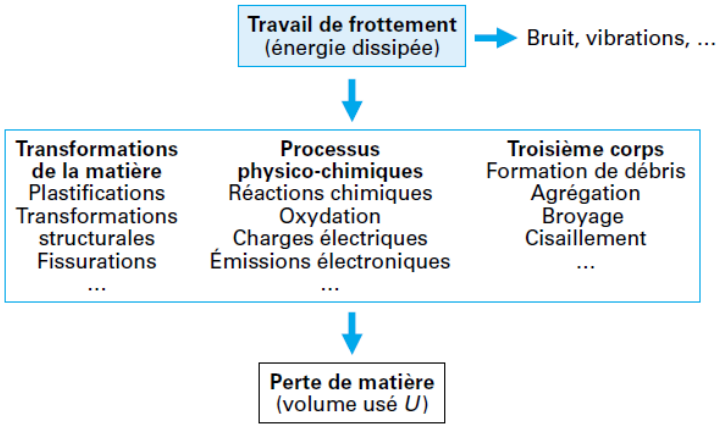


Figure 1.24: Dissipation d'énergie en frottement conduisant à la perte de matière [26].

Les travaux de Prakash et al. [44], de Fouvry [45], et plus récemment de Ramalho & Miranda [46], [47] ont confirmé ce résultat. Il a été aussi mis en évidence que le processus de dégradation passait par différentes étapes (Figure 1.25) : une phase incubatrice (phase d'activation) et une phase

stabilisée [26]. La phase d'incubation génère fréquemment des transformations superficielles (TTS) sous l'effet du frottement. Sauger [48]–[50] a expliqué que la transformation tribologique est associée à une certaine quantité d'énergie pouvant correspondre à l'activation de l'oxydation des surfaces. Par la suite, l'énergie supplémentaire dissipée va permettre la création des premiers débris et activer la progression en sous couche de la structure modifiée.

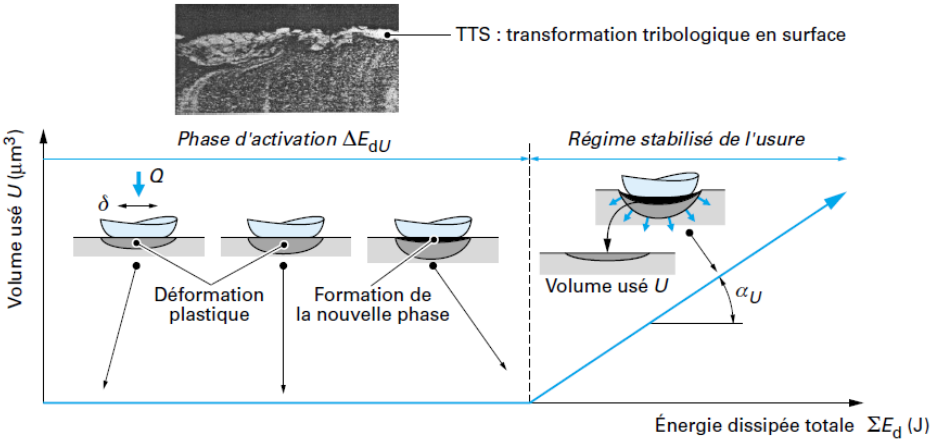


Figure 1.25: Illustration de l'activation du processus de dégradation des matériaux [26].

Fridrici [51] montre que le formalisme développé par Mohrbacher [43] ne peut être généralisé dans le cas des matériaux adhérents. En effet, une part non négligeable de l'énergie dissipée est alors consommée dans le processus d'éjections des débris. De plus l'énergie dissipée est responsable de la création du troisième corps (couche interfaciale formée) et l'amplitude de débattement conditionne son flux d'éjection à l'interface de frottement. Fouvry [52], [53] puis Paulin [54] proposent alors une formulation modifiée de l'énergie dissipée pour les contacts adhérents (contacts titane/titane) et une loi énergétique réduite d'usure. Cette approche permet notamment de prédire avec précision des cinétiques d'usure observées pour des sollicitations variables (cas de blocs de chargements variables).

$$\sum E^*_{d_s} = \frac{\bar{\delta}^*_g}{\delta^*_{g_{ref}}} . \sum E_d \tag{1-24}$$

$$V = \alpha_s \times \sum E^*_{d_s} \tag{1-25}$$

Compte tenu de l'hétérogénéité de l'interface (débris d'usure, adhésion,...), il est parfois plus intéressant d'introduire une formulation locale de l'approche énergétique [45], de façon à prédire la cinétique d'usure et d'évaluer la durée de vie du système. Dans le cas des dépôts minces, Fouvry et Paulin [55] ont montré que la rupture du dépôt (Nc) avait lieu lorsque la profondeur d'usure maximale (h) était de l'ordre de l'épaisseur du dépôt (e) (h ≈ e). Comme illustré sur la Figure 1.26, la rupture du dépôt a lieu quand la densité d'énergie de frottement dissipée cumulée maximale est supérieure à une densité d'énergie seuil appelée la capacité d'énergie de frottement (χ) [56]. La profondeur d'usure maximale peut ainsi être exprimée par :

$$h(x) = \alpha . \sum_{i=1}^{N} \varphi(x)_i \tag{1-26}$$

avec h(x) la profondeur d'usure à la position x, $\varphi(x)_i$ la densité d'énergie de frottement dissipée par cycle à la position x pour le cycle i, N le nombre de cycle de fretting et α le coefficient énergétique d'usure.

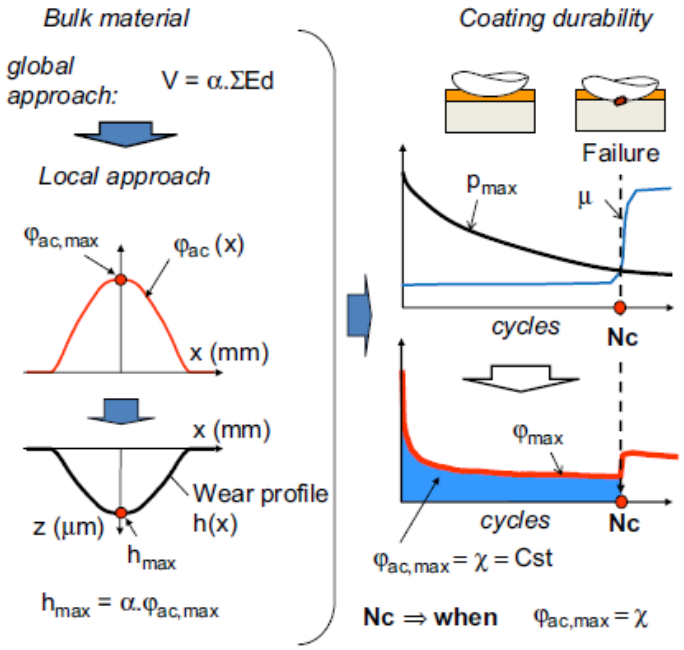


Figure 1.26: Illustration de l'approche locale de frottement utilisée pour prédire l'extension de la profondeur d'usure et la durée de vie d'un dépôt [55] .

1.3.2.4. Le troisième corps

Le concept du troisième corps en tribologie a été introduit par Godet [57]–[59] pour étudier les contacts secs non plus par les notions de volume et de surface mais pas la notion d'interface. Le troisième corps est un "opérateur" séparant les deux premiers corps. Il transmet l'effort entre les deux corps en accommodant la plus grande partie de leur différence en vitesse. L'approche du troisième corps réunit les théories de la lubrification et les problèmes de frottement parfois difficiles à modéliser en frottement sec. Le concept du troisième corps a été étendu progressivement à la notion de cinétique des mécanismes d'accommodation [60], [61]. En parallèle, la notion du circuit tribologique a été introduite afin de définir les différents écoulements que peut activer le troisième corps. Pour résumer, le troisième corps (fluide ou solide) a essentiellement trois fonctions :

- ✓ Transmettre la charge appliquée au contact.
- ✓ Participer à l'accommodation des vitesses entre les deux premiers corps.
- ✓ Séparer les corps en contact, et réduire leurs interactions.

De plus, les particules détachées formant le troisième corps ainsi que les surfaces mises en évidence par les phénomènes de dégradations, peuvent réagir avec le milieu ambiant. La lubrification solide est donc extrêmement sensible aux aspects d'oxydation ou d'humidité.

1.3.2.4.1. Le triplet tribologique

Le triplet tribologique est constitué par le mécanisme, les deux premiers corps et le troisième corps. Il permet de décrire les interactions entre les différents éléments qui entourent le contact, c'est-à-dire la "boucle" (ou circuit) qui représente l'équilibre des forces extérieures au contact :

- ✓ Le mécanisme : c'est l'ensemble du système mécanique qui impose les conditions de fonctionnement via l'équilibre de forces internes (aspect mécanique) et via l'environnement ambiant (aspect physicochimique).
- ✓ Les premiers corps : ce sont les matériaux délimitant le contact et à travers lesquels les efforts sont transmis. Ils interviennent par leurs structures et leurs propriétés thermomécaniques, en induisant des déformations qui à leur tour définissent la zone de contact élémentaire [60], [62], [63].
- ✓ Le troisième corps : c'est le volume de matière séparant les premiers corps. Des "particules élémentaires" sont détachées d'un ou des deux premiers corps et s'agglomèrent. Cet agglomérat de

particules constitue le troisième corps. Ces particules peuvent être piégées ou refoulées du contact. Berthier [64] a défini le troisième corps selon deux aspects :

✓ Au sens matériaux, comme étant la zone qui marque une nette discontinuité de composition très près de la surface. Cette zone comprend des "écrans" de faible épaisseur ainsi que des particules solides circulant dans le contact pour former un film continu ou discontinu.

✓ Au sens cinématique, comme étant l'épaisseur au travers de laquelle la différence de vitesse entre les deux premiers corps est accommodée. Le troisième corps est dit "naturel" lorsqu'il est formé par l'un ou les deux premiers corps.

1.3.2.4.2. Dynamique du contact

En suivant cette logique d'un système tribologique représenté par un contact à trois corps, Berthier [60], [64], [65], considère que l'étude du frottement et de l'usure passe par l'identification des mécanismes d'accommodation de vitesse activés dans le contact ou aux interfaces. Ces mécanismes d'accommodation sont définis par des sites S_i et des modes M_j qui indiquent respectivement le lieu d'accommodation de vitesse et la manière dont celle-ci s'effectue (Figure 1.27).

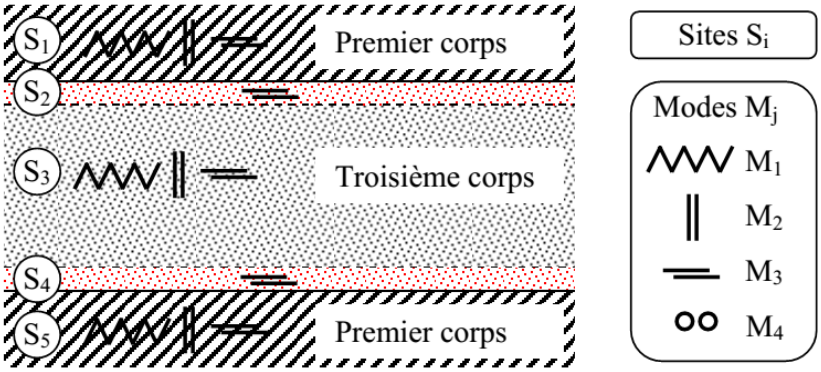


Figure 1.27: Sites et modes d'accommodation [4] [6].

Les premiers corps sont notés S_1 et S_5, alors que la partie volumique du troisième corps constitue le site S_3. Cette identification introduit également la notion d'écrans notés S_2 et S_4 qui constituent la frontière entre premiers corps et troisième corps. Les modes élémentaires d'accommodation sont répertoriés selon quatre types de comportements mécaniques : la déformation élastique M_1, la fissuration ou rupture normale M_2, le cisaillement M_3 et le roulement M_4. Si un mécanisme d'accommodation est défini comme étant l'association d'un site et d'un mode d'accommodation, il est possible de dénombrer vingt mécanismes pouvant être activés en différents points de contact. Néanmoins, ils ne sont pas clairement identifiables et n'aboutissent pas toujours à la formation de débris et ne contribuent donc pas tous à un taux d'usure correspondant à l'évacuation définitive de particules issues des débris hors du contact.

1.3.2.4.3. Le circuit tribologique

Par définition, l'usure est caractérisée par une détérioration de la surface et la perte de matière. Ce processus est le résultat d'un enchainement d'évènements liés pour la plupart à la présence d'un troisième corps: détachement des particules, piégeage et formation de débris pour aboutir à l'établissement d'un régime stationnaire traduisant l'équilibre entre détachement et élimination des particules. Cette approche, très similaire à la lubrification, permet de considérer un ensemble de particules comme un fluide jouant le rôle d'un troisième corps, lequel conduit à corréler les changements dans le frottement, à la rhéologie de l'écoulement des particules du troisième corps circulant dans le contact (Figure 1.28). L'expérimentation a confirmé le fondement des notions de la rhéologie et d'écoulement du troisième corps dans, ou en dehors du contact [62], [63], [66].

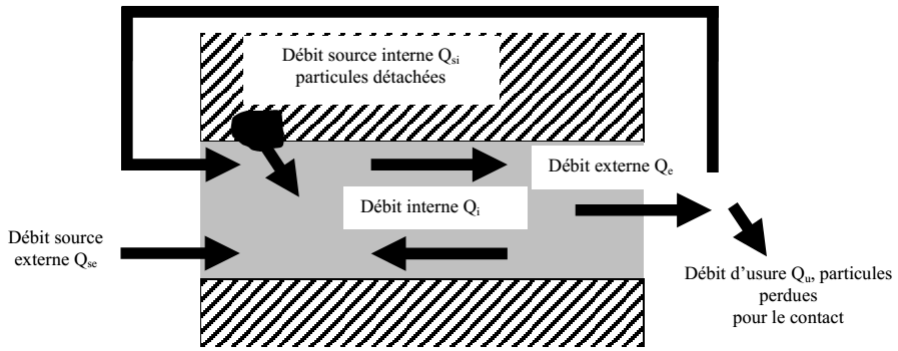


Figure 1.28: Circuit tribologique de Berhier [63].

Le détachement de particules ou débit source interne (Q_{si}) alimente le contact en troisième corps dont le mouvement se traduit par le débit interne (Q_i). Les particules éjectées du contact constituent le débit externe (Q_e) qui se partage à son tour en un débit de recyclage (Q_r) qui permet la réalimentation du contact et un débit d'usure (Q_u) qui concerne les particules définitivement perdues par le système tribologique. Dans le cas de la lubrification liquide ou solide, il faut tenir compte de l'élément artificiel apporté au système tribologique qui est traduit par le débit source externe (Q_{se}). Il apparaît ainsi, qu'en aucun cas la mesure du volume de dégradation des premiers corps n'est représentative de l'usure du couple tribologique testé [63]. Si aucun lubrifiant n'est apporté au contact, ce qui se traduit par Q_{se}=0, le terme de débit source (Q_s) ne représente que le débit source interne.

1.3.2.5. Synthèse sur les modèles d'usure

Cette analyse montre deux types d'approches pour formaliser la cinétique d'usure. Les approches Archard et énergie dissipée permettent une analyse quantitative de la cinétique d'usure mais ne tiennent pas compte du 3ème corps du moins directement. L'approche « 3ème corps» permet une description plus physique de l'usure mais reste qualitative, au mieux, semi-quantitative. Dans le cas de cette recherche, une approche quantitative (énergie dissipée) sera considérée mais en intégrant l'effet du 3ème corps pour interpréter l'évolution du rendement énergétique de l'usure autrement dit, le coefficient α.

1.4. Le contact électrique

1.4.1. Résistance électrique de contact

D'un point de vue macroscopique, il est souvent considéré que la résistance est définie par le passage du courant au travers d'une surface apparente. Or il a plutôt lieu à travers un ensemble de petites surfaces de contact électrique. En effet, les irrégularités de surface peuvent fortement modifier l'aire de contact réelle comme vu précédemment (§1.3.1.3). Ainsi la résistance de contact comporte un terme de constriction lié à l'étranglement des lignes de courant au passage des contacts élémentaires, et un terme de film lié aux couches d'oxydes ou de pollution à l'interface.

1.4.1.1. Résistance de constriction

1.4.1.1.1. Modélisation à un seul passage

La première hypothèse à faire pour exprimer la résistance électrique de constriction est de considérer que les deux conducteurs communiquent par un seul passage. Cette configuration a été étudiée par Holm [67] en considérant un rayon de passage du courant « a » selon l'axe Oz. La résistance électrique correspondante est :

$$R_c(Z_0) = \frac{\rho}{2.\pi.a}.\arctan\left[\frac{Z_0}{a}\right] \quad (1\text{-}27)$$

Il a aussi été montré [67]–[70] que la résistance d'un contact pouvait être exprimée avec plusieurs formules qui dépendent du nombre de Knudsen :

$$K = \frac{l}{a} \quad (1\text{-}28)$$

avec *l* le libre parcours moyen des électrons et a le rayon du passage de courant.

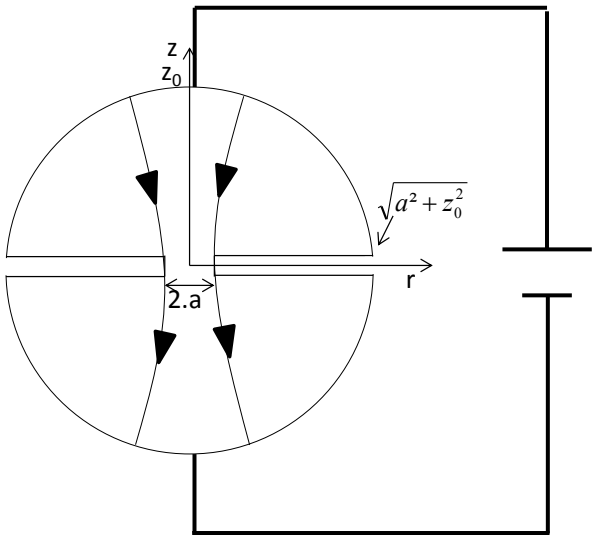


Figure 1.29: Constriction limitée par deux électrodes hémi-ellipsoïdales.

✓ Si a>>l, le régime est localement ohmique, ce qui veut dire que la forme locale de la loi d'Ohm s'applique partout. La résistance de contact vaut alors :

$$R_c = \frac{\rho}{2.a} \quad (1\text{-}29)$$

avec ρ la résistivité du matériau.

✓ Si a<<l, la forme locale de la loi d'Ohm ne s'applique plus. Le régime de conduction est gouverné par les lois de la thermodynamique statique. Les deux conducteurs sont alors considérés comme un réservoir d'électrons, dont la distribution énergétique obéit à la loi de Fermi Dirac. La résistance électrique s'exprime alors :

$$R_c = \frac{4.\rho.l}{3.\pi.a^2} \quad (1\text{-}30)$$

1.4.1.1.2. Modélisation à plusieurs points de contact

Les irrégularités de surface sur les matériaux font qu'il n'existe pas un unique point de contact mais plusieurs points de passage du courant. Si les interactions entre les spots de contacts sont négligés, la résistance globale de contact R_c peut être assimilée à un ensemble de résistances de constrictions R_p en parallèle, telle que :

$$\frac{1}{R_c} = \sum_p \frac{1}{R_p} \quad (1\text{-}31)$$

Cependant, s'il y a une interaction entre les passages, le problème n'est pas soluble analytiquement. Il existe néanmoins des solutions approchées.

- Le modèle de Holm

Holm a calculé dès 1929 [71] que dans le cas simple d'une jonction en bout de deux barres conductrices cylindriques (Figure 1.30), la résistance pour un ensemble de n spots de même rayon a, uniformément répartis sur une aire apparente de rayon b, pouvait être formulée par :

$$R_H(n,a,b) = \frac{\rho}{2.n.a} + \frac{\rho}{2b} \tag{1-32}$$

où le terme $\frac{\rho}{2b}$ correspond à un terme d'interaction.

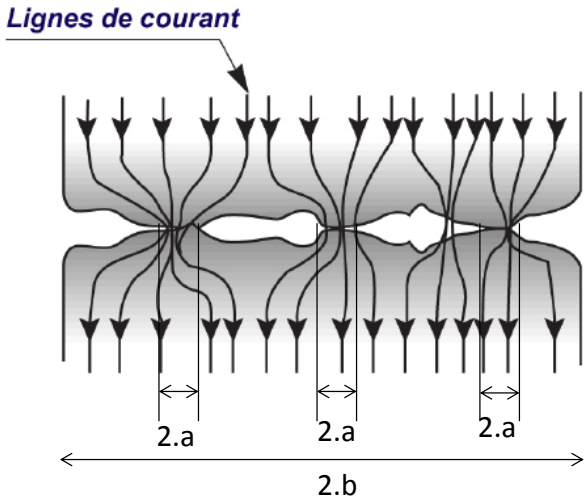


Figure 1.30: Données géométriques dans une modélisation à contacts multiples : a= rayon moyen de contact élémentaire ; b=rayon de l'aire apparente.

- Le modèle de Greenwood

La formulation de Greenwood [72], valable dans le cas plus général, prend en compte la géométrie, le nombre des zones conductrices et la distance qui les séparent les unes des autres. Cette formule est valable s'il n'y a pas d'interaction entre les spots.

$$R_G = \frac{\rho}{2.n.a} + \frac{\rho}{\pi.n^2}.\sum_{i\neq j}\sum\frac{1}{d_{ij}} \tag{1-33}$$

où a est la moyenne des rayons des contacts élémentaires, et d_{ij} la distance inter-centres des contacts i et j.

- Le modèle de Boyer

Si le nombre de contacts élémentaires tend vers 1, les expressions de Holm et Greenwood deviennent imprécises et il faut alors utiliser la correction de Boyer [73] qui permet de retrouver la valeur classique de Holm $\frac{\rho}{2.a}$ quand le nombre de contacts tend vers 1 :

$$R_B = \rho\left\{\frac{1}{2.n.a} + \frac{1}{2b}\left[1 - \frac{1}{\sqrt{n}}\left(n\frac{a^2}{d^2}\right)^{\frac{\sqrt{n}-1}{2}}\right]\right\} \tag{1-34}$$

Les trois modèles ci-dessus prennent en compte des contacts circulaires. D'autres modèles, prenant en compte des spots carrés peuvent également être utilisés. Ils permettent en particulier un maillage plus facile de la zone de contact [74].

1.4.1.2. Présence d'un film d'oxyde

En plus des irrégularités de surface pouvant fortement influencer la valeur et l'expression de la résistance électrique de contact, il faut tenir compte de la présence d'une couche d'impuretés parfois isolantes provenant de nombreuses sources (graisses, oxydes, sulfures,…). Il est donc important de déterminer la résistance liée à ce film car la résistance de contact est alors définie par la somme de la résistance de constriction (§1.4.1.1) et la résistance de la couche.

Dans le cas général, le passage du courant est caractérisé par la résistivité du film (ρ_f (Ω.m)) qui dépend de la nature de l'oxyde et de son épaisseur (e) :

✓ Si la conduction électrique est de type ohmique à travers le film, la résistance du film peut être exprimée par :

$$R_f = \frac{\rho_f . e}{\pi . a^2} \tag{1-35}$$

Remarque: Dans le cas de n contacts élémentaires de rayon a, R_f s'exprime comme :

$$R_f = \frac{\rho_f . e}{n . \pi . a^2} \tag{1-36}$$

✓ Si la conduction n'est pas ohmique mais de type « effet tunnel » (cas d'un oxyde, d'un polluant hydrocarboné ou d'un lubrifiant volontairement déposé), la résistance peut être formulée par :

$$R_f = \frac{1}{\pi . a^2} . f(e) \tag{1-37}$$

où f(e) est une fonction à variation exponentielle qui varie rapidement pour des faibles variations d'épaisseurs au voisinage de la distance interatomique.

1.4.2. Dégradation de la conduction électrique

Par leur milieu de fonctionnement et leur utilisation, les connecteurs électriques peuvent se dégrader. Cette dégradation a essentiellement lieu au niveau du contact et se traduit souvent par une dégradation de la conduction électrique. Il est donc important de bien identifier les facteurs responsables de cette dégradation.

Après de nombreuses études, il en est ressorti qu'il existait trois principaux facteurs pouvant engendrer une dégradation du contact et donc de la conduction électrique. Ces trois facteurs sont :

- ✓ L'effet du passage du courant.
- ✓ Les interactions physico-chimiques.
- ✓ Les sollicitations mécaniques.

L'ensemble de ces facteurs peuvent intervenir séparément ou interagir entre eux, ce qui forme un système multi-physique complexe (Figure 1.31).

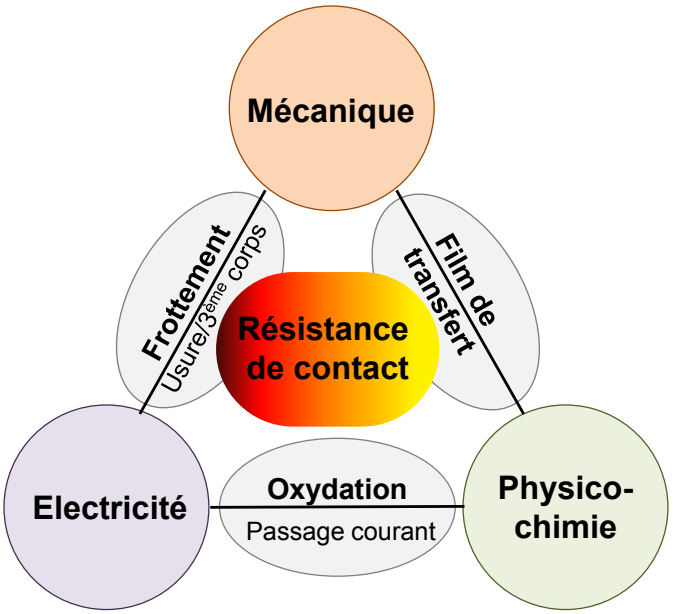


Figure 1.31: Représentation du système multi-physique de la résistance de contact

1.4.2.1. Effet du passage du courant

Le passage du courant et notamment son intensité peut jouer sur la résistance de contact à plusieurs niveaux [75]. Tout d'abord, il est possible d'observer une augmentation de la température au niveau du point de contact par Effet Joule. Ainsi l'énergie dissipée sous forme de chaleur sera fonction de l'intensité du courant (I), de la résistance (R) du milieu et du temps (t) de passage du courant :

$$E_{d,J} = R.I^2.t \tag{1-38}$$

Son impact sur les connecteurs électriques est encore peu connu. Cependant, dans les cas des métaux non nobles tels que l'étain ou le cuivre, la température peut accélérer les processus d'oxydation ou encore d'interdiffusion propices à la formation d'intermétalliques, ce qui provoquerait un vieillissement des matériaux et donc une modification du comportement du connecteur. Bordignon [76] a néanmoins montré que malgré l'apparition d'un échauffement au contact en fonction du courant appliqué, cette élévation de température reste minime (entre 10°C et 15°C), ce qui est négligeable face à l'échauffement dû au bloc moteur (100°C).Dans de rares cas, si l'augmentation de température est trop importante, une fusion du matériau peut avoir lieu [77].

Ensuite, pour les contacts de puissance, il est parfois possible d'observer des arcs électriques dus à un apport important d'énergie qui ionise le gaz présent entre les surfaces. Ce phénomène intervient souvent pour les systèmes de coupure (fermeture/ouverture du contact) [78]–[80]. De nombreuses études [81]–[84] portent également sur les phénomènes d'arcs électriques au niveau des caténaires (Figure 1.32). Les dégradations observées après un arc électrique peuvent être une érosion du matériau ou même une soudure.



Figure 1.32: Arc électrique entre une caténaire et un pantographe.

1.4.2.2. Corrosion et oxydation

Les phénomènes de corrosion et d'oxydation peuvent être très néfastes pour les contacts électriques. Ils sont plus ou moins importants selon les conditions de fonctionnement des connecteurs et des matériaux utilisés. En effet, les matériaux tels que l'étain ou le cuivre sont très sensibles à l'oxydation alors que l'or ou l'argent sont plus inertes chimiquement [85]. Les oxydes ainsi formés constituent une isolation électrique, ce qui tend à accroitre la résistance électrique de contact. De plus, contrairement à l'oxydation sèche, les films d'oxyde et autres produits de corrosion formés sont en général non compacts et leur présence à la surface métallique n'arrête pas la corrosion.

Au cours des cycles de fretting, la résistance électrique de contact des métaux varie lors de la corrosion du contact avec l'air. Fairweather [86] a montré, selon des conditions d'essais spécifiques (amplitude du déplacement de 10µm à 150µm ; force de contact 1N ; surfaces métalliques dégraissées) qu'il était possible de distinguer deux phases principales (Figure 1.33).

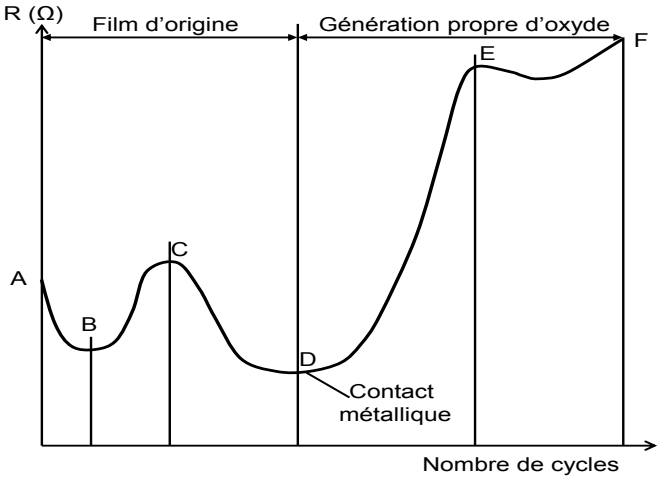


Figure 1.33: Représentation schématique pour les métaux de l'évolution de la résistance en fonction du nombre de cycles [86].

La première phase est avant tout constituée d'un film d'oxydes natifs présent à la surface. Elle se caractérise par :

- ✓ Un nettoyage préliminaire du film (zone AB).
- ✓ Une fragmentation du film (zone BC).
- ✓ Une destruction et dispersion du film (zone CD).

La seconde phase débute après la destruction du film d'oxyde initial et la mise en place d'un contact métallique. Elle est marquée sous l'action du frottement par la création propre d'un oxyde qui se forme en deux stades :

- ✓ La croissance de l'oxydation (zone DE).
- ✓ L'affaiblissement puis reprise de l'oxydation (zone EF).

Cette caractéristique est assez représentative des phénomènes observés lors de la corrosion de contact, mais elle se limite plutôt à un aspect qualitatif sur l'évolution de la résistance.

1.4.2.2.1. Effet de l'humidité

Malgré le fait que beaucoup de connecteurs soient dans des boitiers étanches, ceux-ci sont tout de même en contact avec de l'humidité relative au cours de leur fonctionnement. Il est donc important d'identifier l'impact de l'humidité sur les contacts exposés et par conséquent sur la résistance électrique de contact.

L'humidité relative (HR) correspond au rapport de la pression partielle de la vapeur d'eau contenue dans l'air sur la pression de vapeur saturante (ou tension de vapeur) à la même température. Elle est donc une mesure du rapport entre le contenu en vapeur d'eau de l'air et sa capacité maximale à en contenir. Elle se caractérise par des gouttelettes ou un film mince d'eau qui se forme sur les surfaces exposées.

Un certain nombre d'études menées par Park [87] et Van Dijk [88] ont montré une influence bénéfique de l'humidité relative. Ceci peut néanmoins paraitre paradoxal puisque l'humidité est souvent considérée comme un facteur accélérateur de l'oxydation. L'hypothèse considérée est que la condensation en vapeur d'eau agit comme un film lubrifiant grâce aux molécules d'eau adsorbées qui facilitent un étalement rapide des débris et réduisent la cinétique d'usure par une diminution de la dissipation par frottement. Il semble donc qu'une atmosphère sèche accélère la dégradation et la destruction des films de surface (en particulier pour les métaux nobles et semi-nobles), alors qu'une atmosphère humide en retarde le processus. De plus, il a été établi que la teneur en vapeur d'eau joue, en présence d'agents polluants, un rôle important dans le processus de corrosion des métaux et accélère la plupart des dégradations à une température donnée. Cela se traduit par l'existence d'une couche d'eau adsorbée à la surface du métal qui favorise le processus de corrosion électrochimique. Thomas et Sharma [89] ont montré que pour une humidité relative donnée, la quantité d'eau adsorbée varie peu avec la température dans l'intervalle de 22°C à 60°C. Des études ([90], [91]), menées sur différents types de métaux, ont montré que la quantité d'eau adsorbée variait avec le taux d'humidité relative et la nature du métal. La Figure 1.34 représente le nombre de monocouches d'eau adsorbées à la surface d'un dépôt argent en fonction de l'humidité relative [92].

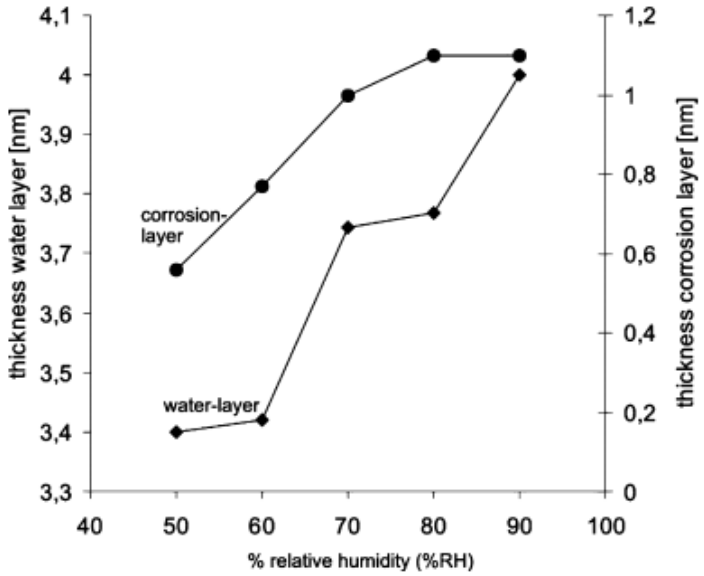


Figure 1.34: Variation de la quantité d'eau adsorbée en fonction de l'humidité relative [92] .

Au cours d'études réalisées avec différents taux d'humidité relative [93], (10% < HR < 90%), il a été montré l'existence d'une humidité critique primaire, souvent évoquée en corrosion atmosphérique, et pouvant s'expliquer par l'adsorption de l'eau à la surface des métaux. Elle correspondrait pour chaque métal au taux d'humidité conduisant à l'existence d'une couche d'eau suffisamment épaisse pour permettre des réactions électrochimiques entre les gaz polluants dissous et le métal [94]. A faible humidité quand l'épaisseur du film formé est inférieure à la monocouche ou discontinue, la corrosion est une corrosion sèche semblable à une oxydation. Pour une humidité plus élevée, l'épaisseur du film augmente, formant une couche continue et assurant le rôle d'électrolyte ; Phipps [90] estime ce phénomène à partir de 3 monocouches adsorbées. Dans la gamme de température de 10 à 20°C, environ 8 monocouches d'eau sont présentes à un taux d'humidité relative de 90% [95]. Plus il y a d'humidité, plus la corrosion est importante [96]–[98]. Il est à noter que l'eau (ou l'humidité) joue un rôle facilitateur pour la dissolution des gaz corrosifs de l'atmosphère et fournit un milieu pour la dissolution de l'argent [95].

1.4.2.2.2. Atmosphère corrosive

En plus de l'humidité, les connecteurs électriques sont soumis aux agressions de l'air ambiant. En effet, en plus du diazote et du dioxygène, l'air peut contenir des polluants (SO_2, du H_2S, des NOx, des ions Cl^- et des poussières) en quantité variable. L'ensemble de ces polluants peuvent se combiner entre eux ou séparément, et avoir un impact non-négligeable sur le comportement et la longévité des connecteurs électriques. En effet, la corrosion des composants électroniques est critique puisqu'elle affecte surtout des propriétés intrinsèques du matériau telles que la conductivité ou la résistance, conduisant à une diminution de la performance, voire à une panne du dispositif électronique.

Ces polluants passent par une étape de mise en solution dans le film d'eau, ce qui nécessite qu'un seuil du taux d'humidité soit atteint. En présence de polluants, il est donc possible de distinguer deux types de corrosion :

- ✓ S'il n'y a pas d'électrolyte à la surface, seule une attaque directe du métal par les polluants qui s'adsorbent est observée. Mais dans ce cas-là, les vitesses de réactions sont lentes.
- ✓ Au contraire, si un électrolyte est présente à la surface, les polluants vont se dissoudre dans le film d'eau, ce qui va entrainer soit une modification de la conductivité (accélération de la corrosion), soit une modification du pH (détérioration des couches passivantes), soit enfin apporter des espèces chimiques capables de réagir avec les ions métalliques.

En connectique, selon l'application et les sollicitations, les matériaux utilisés diffèrent et ne réagissent pas de la même manière en présence d'une atmosphère corrosive. Kassman-Rudolphi [99] a montré qu'un dépôt épais et dense permettait de protéger le substrat aux attaques corrosives. Les métaux tels que le cuivre et l'argent sont connus pour avoir une bonne affinité avec les sulfures. En présence de H_2S, il va alors se former des éléments tels que du Cu_2S, CuS et Ag_2S. Si en plus le milieu est humide, et en présence d'oxygène, le dioxyde de soufre (SO_2), très soluble dans l'eau, va alors former des acides sulfuriques, très agressifs pour les métaux [100], [101] et vont entrainer la formation d'éléments tels que des hydroxy-sulfates ($Cu(SO_4)_x(OH)_y$) ou encore du Ag_2SO_4. Au contraire, l'or est peu réactif avec les agents corrosifs, ce qui en fait un bon candidat pour les environnements agressifs. Néanmoins, en présence de dopants tels que le cobalt ou le nickel, sa résistance à la corrosion est diminuée [102].

1.4.2.3. Sollicitations mécaniques

1.4.2.3.1. Force de contact

La force appliquée au niveau du contact peut aussi jouer sur la dégradation de la résistance électrique de contact. En effet, Lee et al. [103] ont montré que l'application de force plus élevée permettrait d'allonger la durée de vie du contact. L'hypothèse pouvant expliquer cette observation est que la force normale intervient dans le calcul de l'aire de contact et du taux d'usure [104]. Ainsi la présence d'une force de contact élevée permet d'augmenter l'aire de contact et ainsi de multiplier les îlots et les spots conducteurs [105] favorables au passage du courant, ce qui diminue la résistance de contact. Néanmoins l'application d'une force de contact plus élevée peut accroitre l'usure au point de contact puisque les contraintes mécaniques sont plus agressives. D'autres études ont montré [106] que l'application d'une force normale faible permet de limiter le taux d'usure mais est insuffisante pour rompre la couche d'oxyde et les particules déjà formées en surface. Ceci se traduit donc par de fortes variations de la résistance tout au long de la durée de vie du contact. En revanche, une force normale importante va permettre de pénétrer la couche d'oxyde superficielle, ce qui va accroitre les performances électriques [107]. Toutefois, en cas de plastification du contact, le revêtement passera d'une usure faible à une usure importante [104]. En fonction du matériau de contact, un compromis doit être trouvé entre une force de contact suffisamment élevée pour favoriser une bonne stabilité de la résistance et assez faible pour ne pas accélérer l'usure.

1.4.2.3.2. Sollicitations vibratoires

Comme présenté précédemment, la présence d'un 3ème corps permet parfois de limiter l'usure. Dans ces cas-là, il faut donc éviter les fortes vibrations, c'est-à-dire les grandes fréquences et les grandes amplitudes de vibration pouvant éjecter ces débris. Dans ces travaux, Waterhouse [35] a montré l'existence d'une amplitude de vibration minimale en deçà de laquelle aucun endommagement n'est observé à la surface. Ce seuil est de l'ordre de quelques µm et dépend des matériaux utilisés. Les études d'Antler [77] ont, quant à elles, montré qu'il est préférable de choisir des matériaux peu oxydables, afin de réduire les particules oxydées. Il a montré que l'application de grandes amplitudes entraine une plus grande surface exposée à l'oxygène, ce qui peut réduire la durée de vie du connecteur. En ce qui concerne la fréquence, les études ont montré que l'utilisation de faibles fréquences de vibration peut accélérer l'augmentation de la résistance électrique de contact. En effet, à faible amplitude, l'oxydation de l'interface est plus facile entre deux passages successifs. Park et al. [108] ont aussi travaillé sur l'influence de l'amplitude et de la fréquence de vibration sur l'oxydation d'un contact et donc sur la résistance de contact. Ils en ont déduit que le débattement engendre une éjection des débris de l'interface. Cette analyse n'est toutefois valable que pour des essais peu sévères au niveau électrique car le débattement génère une usure prématurée du revêtement jusqu'au substrat.

L'application de micro-déplacements tels que du fretting engendre également une forte détérioration de la résistance électrique de contact. Les premières recherches couplant fretting et contact électrique ont été menées par Antler [109], [110]. Ces travaux ont montré l'intérêt d'appliquer

des revêtements sur les contacts électriques pour réduire l'endommagement et augmenter les performances. Par la suite, de nombreux travaux ont été réalisés dans ce domaine. Ainsi, Hannel [111] a mis en évidence que la réponse électrique d'un contact dépend fortement de l'amplitude de déplacement appliquée. Pour de très faibles déplacements ($\delta^* < \delta^*_t$), le contact est constitué d'un zone collée entrainant une durée de vie infinie. Au contraire, au-delà d'un déplacement seuil ($\delta^* > \delta^*_t$), les deux surfaces en contact glissent l'une par rapport à l'autre entrainant une dégradation de l'interface et donc une perte des propriétés électriques de contact. Pour diminuer cette dégradation, Noël a travaillé sur l'utilisation de lubrifiant dans le contact. Ces travaux [112], [113] ont montré que l'efficacité d'un lubrifiant dépend fortement de sa composition, ce qui va jouer sur la protection contre la corrosion, sur l'énergie de surface et sur les interactions entre le lubrifiant et la surface (accrochage). Plus récemment, les travaux de Jedrzejczyk [114] et Perrinet [115] ont montré l'existence d'une loi exponentielle puis puissance permettant de modéliser l'évolution des performances électriques en fonction des déplacements de contacts nobles (Ag, Au) et non-nobles (Sn). Couplé à un environnement plus sévère (humidité, température,…), l'impact des micro-déplacements sur les connecteurs électriques peut également être modifié. Ainsi, Park [116] a montré que l'application de temps de pause au cours des sollicitations en fretting peut modifier le type d'endommagement du contact permettant dans certains cas d'augmenter les durées de vie.

1.5. Conclusion

Dans ce chapitre, les différentes thématiques abordées ont été présentées afin de permettre une meilleure compréhension des domaines d'étude de la thèse. Ainsi dans un premier temps, un rapide descriptif du contexte industriel a été réalisé afin de mieux comprendre les enjeux du projet. Ensuite, les différents concepts liés aux mécanismes de dégradation tels que les sollicitations en fretting, les conditions de glissement ou encore les différents types d'usure ont été introduits. Enfin, étant donné que l'application de cette étude porte sur les connecteurs électriques, la dernière partie de ce chapitre a permis de présenter l'ensemble des notions et paramètres liés à un contact électrique et aux phénomènes pouvant engendrer sa dégradation.

- Chapitre 2 -

MATERIAUX ET DEMARCHES EXPERIMETALES

Sommaire

2.1. INTRODUCTION 45
2.2. PROCEDES DE DEPOTS 45
2.2.1. Introduction 45
2.2.2. Préparation de surface 46
2.2.3. Dépôts électrolytiques 46
2.2.3.1. Principe 46
2.2.3.2. Paramètres contrôlant l'électrolyse 47
2.2.4. Dépôts sous vide 48
2.2.4.1. Procédé de pulvérisation cathodique magnétron 48
2.2.4.2. Configurations particulières 49
2.2.4.3. Paramètres de dépôt 50
2.3. MATERIAUX USUELS ET INNOVANTS 50
2.3.1. Les matériaux couramment utilisés en connectique 50
2.3.1.1. Substrat : laiton CuZn37 50
2.3.1.2. Les matériaux usuels 51
2.3.2. Les matériaux innovants 55
2.3.2.1. Les composites 55
2.3.2.2. Les alliages 57
2.3.3. Caractérisations des revêtements 59
2.3.3.1. Propriétés mécaniques 59
2.3.3.2. Rugosité 63
2.3.3.3. Epaisseur 65
2.4. DEMARCHE EXPERIMENTALE 66
2.4.1. Moyens expérimentaux 66
2.4.1.1. Principe de fonctionnement des bancs d'essai 66
2.4.1.2. Protocoles expérimentaux 68
2.4.2. Configuration des échantillons 72
2.4.3. Définition de la durée de vie d'un contact et mesure de la résistance 73
2.4.3.1. Mesure de la Résistance Electrique de Contact (REC) 73
2.4.3.2. Définition de la durée de vie 73
2.4.4. Caractérisations des endommagements 75
2.4.4.1. Observations optiques 75
2.4.4.2. Analyses chimiques 76
2.4.4.3. Analyse de l'usure 77
2.5. CONCLUSION 78

2.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter les éléments liés à cette étude, c'est-à-dire les matériaux utilisés, leurs élaborations, leurs propriétés, les techniques expérimentales ainsi que les caractérisations réalisées sur les interfaces endommagées. Ce chapitre est donc divisé en trois parties.

Dans une première partie, les différents procédés spéciaux utilisés pour réaliser les revêtements seront présentés. Pour cela, une description des techniques de dépôts PVD et électrolytiques sera réalisée et présentera le principe et les paramètres de chaque technique.

La seconde partie de ce chapitre présentera les différentes propriétés des matériaux testés. Celles-ci seront obtenues soit grâce à des recherches bibliographiques, soit par l'intermédiaire de caractérisations réalisées au sein du laboratoire. Dans ce dernier cas, les moyens de caractérisations et les protocoles utilisés seront décrits.

Enfin dans une troisième partie, l'ensemble du dispositif expérimental sera présenté ainsi qu'une description des différents protocoles d'essais utilisés dans cette étude. Il sera également énuméré les différentes techniques d'analyse utilisées pour caractériser l'endommagement des faciès d'usure permettant notamment de décrire la cinétique d'usure ou encore les types d'endommagements rencontrés.

2.2. Procédés de dépôts

2.2.1. Introduction

L'utilisation de revêtement est aujourd'hui chose courante pour lutter contre l'endommagement des pièces. Néanmoins, le choix du revêtement et la méthode utilisée pour l'appliquer dépendent fortement de la géométrie des pièces, du domaine d'application et des sollicitations (Figure 2.1). Ainsi la nature du revêtement est généralement définie en fonction de l'environnement contre lequel il doit assurer la protection du substrat.

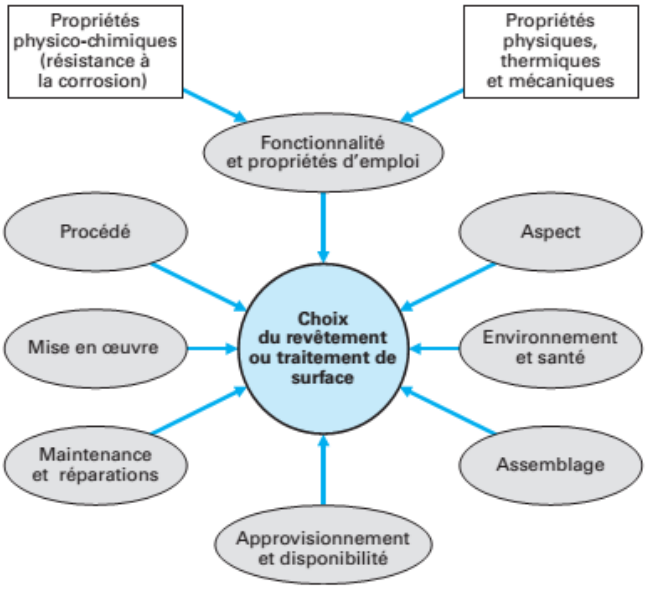


Figure 2.1: Approche multicritères du choix des revêtements et traitements de surface pour un emploi donné [117].

Les procédés de revêtement sont nombreux : certains dépôts sont obtenus par voie humide (électrodéposition ou dépôt chimique) ou par voie sèche (dépôt sous vide (PVD, CVD) ou projection

thermique (plasma, HVOF, cold spray)). Dans le domaine des traitements de surface, le point le plus important est la préparation de surface des substrats, elle conditionne largement la qualité du revêtement. Au cours de cette étude, les principaux dépôts ont été réalisés par voie électrolytique et par PVD.

2.2.2. Préparation de surface

Pour éviter tout problème lors du processus de dépôt, tout traitement ou revêtement de surface doit être précédé d'une préparation qui doit permettre la mise à nu du matériau et la création d'une surface dite active. Pour que ce contact soit correct, il faut donc éliminer de la surface graisse, eau, couche passivée, oxydes, sels résiduels, particules solides, …. Outre l'adhérence, la préparation des surfaces peut agir sur la rugosité, la mouillabilité, la dureté, les contraintes résiduelles ou encore la nature des composés superficiels. Pour cela, les opérations les plus souvent usitées sont le dégraissage et le décapage.

- ***Le dégraissage***

L'objectif de cette opération est d'éliminer les graisses animales, végétales ou minérales ainsi que tous les résidus qu'elles retiennent. La présence de ces contaminants peut empêcher la mouillabilité du dépôt et donc entrainer une mauvaise adhérence. Le dégraissage s'effectue soit par dissolution dans un solvant organique, soit par saponification (donc en milieu alcalin), ou soit par émulsification à l'aide d'un tensioactif. Dans la plupart des cas, le processus aura recours à une élévation de température suffisante pour ramollir la souillure grasse. De même un effet mécanique (jets, brosses, ultrasons, bulles de gaz émises par électrolyse) est souvent nécessaire.

- ***Le décapage***

Avec une forte oxydation des surfaces, le dégraissage n'est pas suffisant pour éliminer les produits solides adhérents au métal (oxydes). Il est donc nécessaire d'appliquer un procédé de décapage. Les méthodes utilisées sont chimiques, électrochimiques, mécaniques ou thermiques. Les méthodes chimiques et électrochimiques utilisent des solutions agressives acides ou alcalines, ou encore des oxydants forts.

2.2.3. Dépôts électrolytiques

2.2.3.1. Principe

L'électrodéposition est un procédé couramment utilisé car il présente de nombreux avantages : dépôts minces ou épais, grande capacité de production, géométrie complexe, …. Les conditions expérimentales (température, pression, vitesse de dépôt, ...) peuvent influer sur la pureté, la stœchiométrie des matériaux déposés, mais également sur la cristallisation, l'homogénéité, l'uniformité et l'adhérence des dépôts. De basses températures favorisent donc une fine cristallisation tandis que les températures élevées prédisposent à la formation de gros cristaux [118]. La microstructure de ces revêtements conduit généralement à des structures fortement colonnaires et à facettes [119].

La pièce à protéger est placée à la cathode, dans un électrolyte contenant, sous forme de sels simples ou complexes, les ions du métal à déposer (Figure 2.2). La réaction de réduction est assurée grâce à la présence d'un générateur de courant continu ([120], [121]). Ainsi, un courant électrique (I) réduit le métal d'apport (sous forme ionique M^+ en solution) situé à l'anode qui viendra se déposer sur l'échantillon à revêtir positionné à la cathode :

$$M^{n+} + ne^- \rightarrow M \qquad (2\text{-}1)$$

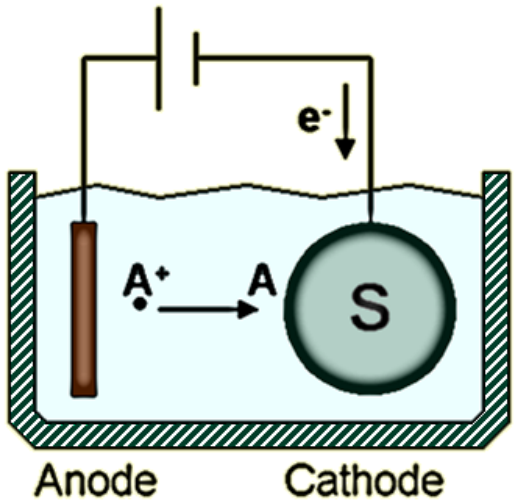


Figure 2.2: Schéma de principe de l'électrodéposition.

Le dépôt métallique se forme donc à la cathode et la masse de métal déposé (m en g) obéit à la loi de Faraday :

$$m = \frac{\eta.Q.M}{n.F} \tag{2-2}$$

avec Q=I.t (I étant l'intensité du courant (A) et t est de temps (s) de l'électrolyse), M est la masse molaire du métal ($g.mol^{-1}$), n est le nombre de moles d'électrons échangés pour réduire une mole d'ions métalliques, F est la constante de Faraday valant 96 500C et η est le rendement de l'électrolyse.

Connaissant la densité du métal à déposer, il est alors possible de déterminer l'épaisseur du dépôt réalisé en fonction des paramètres contrôlant l'électrolyse :

$$e = \frac{J.M.\eta}{d.n.F}.t \tag{2-3}$$

avec d étant la densité du métal, J étant la densité de courant ($A.m^{-2}$) et e étant l'épaisseur du dépôt (m).

2.2.3.2. Paramètres contrôlant l'électrolyse

L'aspect, l'épaisseur et les propriétés d'un revêtement électrolytique dépendent de nombreux paramètres :

- ✓ **La densité de courant** (J) moyenne est la valeur prise en compte pour déterminer l'intensité du courant d'une électrolyse, en fonction de la surface des pièces à traiter. Si la densité de courant est trop faible, les phénomènes de croissance ont tendance à être favorisés au détriment de la germination ce qui conduit à la formation d'un dépôt peu couvrant. Au contraire, si la densité de courant est trop forte, la réaction parasite de réduction de l'eau conduit à la formation d'un dépôt métallique poreux et incohérent.
- ✓ **La température** permet d'augmenter la plage utile de densités de courant. Ce phénomène est dû à l'activation thermique du transfert de charge. Par ailleurs, la température a également un effet positif sur le transport des espèces et favorise le renouvellement en cations de l'électrolyte au voisinage de la cathode.
- ✓ **L'agitation** permet le renouvellement des espèces électro-actives à la surface des électrodes. Une bonne agitation permet également d'augmenter la plage utile de densités de courant.
- ✓ **La conductivité électrique** doit être la plus importante possible de façon à minimiser la quantité d'énergie nécessaire pour déposer le métal. Par ailleurs, elle a également un effet sur la

distribution du métal sur l'électrode (la distribution est d'autant plus homogène que la conductivité est élevée).

✓ **Les agents d'addition** sont, dans la majorité des cas, des espèces chimiques ajoutées en faible concentration (quelques mg/L à quelques g/L) dans le milieu et qui ont une très forte influence sur les phénomènes de germination et de croissance des dépôts électrolytiques.

Remarque : Les épaisseurs de dépôts électrolytiques sont rarement uniformes. En effet, la distribution des lignes de champ autour de la cathode n'est pas uniforme. Les parties pointues, ou aspérités, de l'objet concentrent les lignes de champ et se trouveront donc mieux recouvertes (dépôts plus épais que les autres). Inversement, les parties creuses seront moins bien recouvertes, et, à la limite, le fond d'une cavité ne sera pas du tout recouvert au-delà d'un certain rapport profondeur/diamètre.

2.2.4. Dépôts sous vide

Le procédé de dépôt physique en phase vapeur (PVD Physical Vapor Deposition) regroupe plusieurs techniques qui peuvent être classées en trois grandes catégories selon le mode d'obtention de la vapeur métallique [122]: par effet thermique, dans ce cas, il s'agit d'**évaporation**, tandis que par effet mécanique, il s'agit de **pulvérisation**. Le cas de l'arc cathodique sous basse pression allie les deux effets pour la génération de la vapeur métallique. D'un point de vue général, les revêtements sont réalisés sous atmosphère raréfiée (< 10 Pa) suivant trois étapes : la création d'une vapeur métallique à partir d'une source (ou **cible**), son transport au sein d'un réacteur et sa condensation à la surface d'un **substrat à revêtir**. Dans cette étude, le procédé utilisé pour réaliser les dépôts est un procédé de pulvérisation cathodique magnétron.

2.2.4.1. Procédé de pulvérisation cathodique magnétron

2.2.4.1.1. La pulvérisation cathodique

La particularité de ce procédé est qu'il est possible de réaliser le dépôt d'un matériau hors équilibre thermodynamique, ce qui permet d'obtenir des dépôts de films minces, denses et isolants à des températures proches de l'ambiante, typiquement inférieures à 100 °C. L'autre avantage de cette technique est qu'elle permet la fabrication de couches minces de matériaux complexes, tels que les alliages, puisque les cibles utilisées peuvent être directement constituées des matériaux alliés et permettent de reproduire au niveau de la couche une composition chimique quasi identique. Elle offre aussi la possibilité de pouvoir déposer des films dont la composition, la structure, l'adhérence, l'épaisseur ou encore l'homogénéité sont contrôlables.

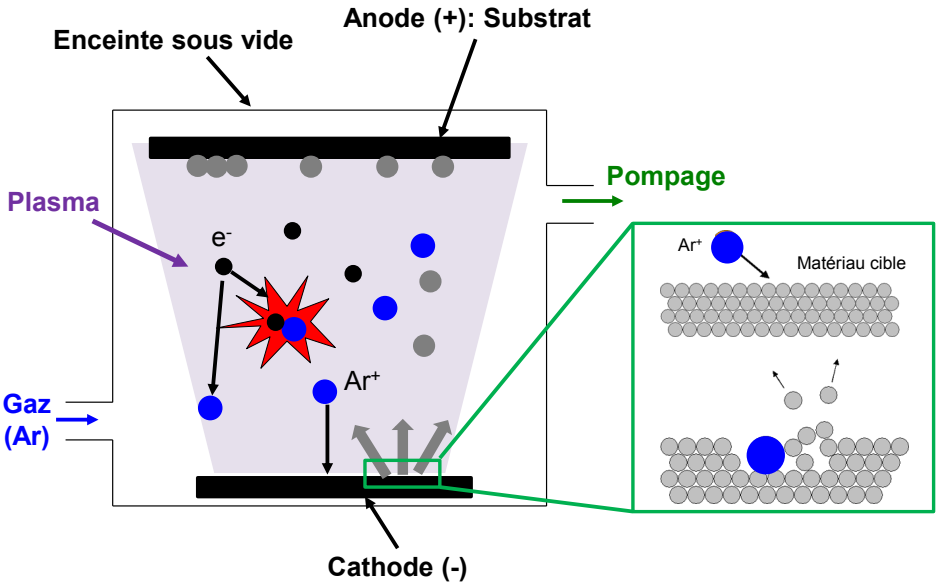


Figure 2.3: Schéma de principe d'une pulvérisation cathodique.

Le principe [123] est basé sur un procédé diode classique au cours duquel le matériau à déposer est éjecté de la surface d'un solide suite à son bombardement par des particules énergétiques (en général des ions) comme illustré sur la Figure 2.3. Le matériau à déposer se présente sous la forme d'une cible reliée à une alimentation continue ou alternative selon le type de matériau à déposer. Un gaz neutre (argon) avec ou sans gaz réactif (azote, oxygène, acétylène...) est ensuite introduit dans l'enceinte. L'application d'une différence de potentiel génère une décharge entre les électrodes conduisant à l'ionisation des atomes du gaz neutre. Les ions Ar^+ créés dans la décharge sont alors accélérés et acquièrent de l'énergie qu'ils libèrent lors de leur impact à la surface de la cible. Cela peut entraîner l'éjection d'un atome par transfert de quantité de mouvement, l'implantation ou la réflexion de l'ion incident et l'émission d'électrons qui serviront à entretenir la décharge.

2.2.4.1.2. Le magnétron

Afin d'augmenter la densité ionique au voisinage de la cible, celle-ci est équipée d'un dispositif magnétron, qui est constitué de deux aimants permanents de polarité inverse situés sous la cible (Figure 2.4). Ils créent un champ magnétique parallèle à la surface de la cible et orthogonal au champ électrique. La combinaison de ces deux effets permet de piéger les électrons par les lignes de champ magnétique. La force de Lorentz induite provoque un mouvement hélicoïdal des électrons augmentant ainsi leur distance parcourue et, de ce fait, leur probabilité d'entrer en collision avec des atomes d'argon au voisinage de la cible, ce qui conduit à une augmentation du taux d'ionisation de la décharge. Dans ce type de système, le champ magnétique augmente la densité du plasma, ce qui a pour conséquence une augmentation de la densité de courant sur la cathode et donc, de la vitesse de pulvérisation. Ainsi, en plus d'augmenter la vitesse de croissance des films, le magnétron permet d'entretenir la décharge pour de plus faibles pressions de travail, améliorant par conséquent la qualité des revêtements.

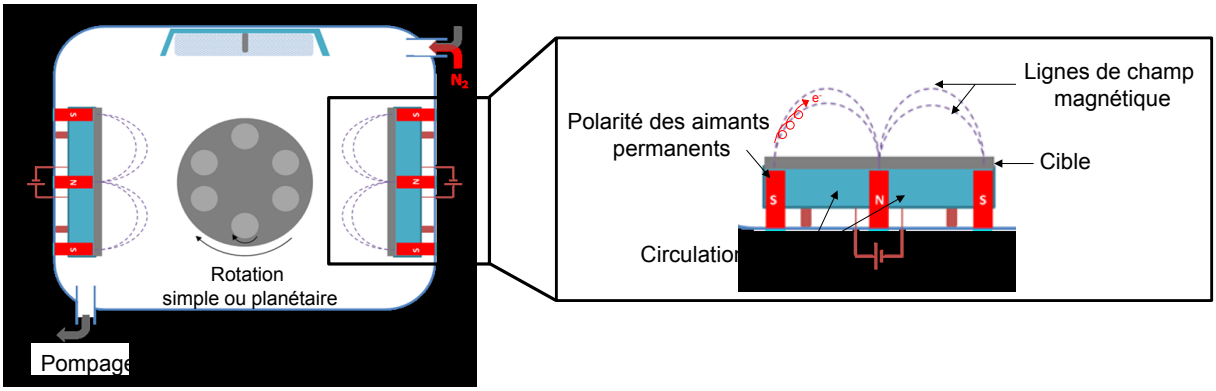


Figure 2.4: Configuration du réacteur à pulvérisation cathodique magnétron utilisé par IREIS et présentation d'un dispositif magnétron utilisé à la cathode.

2.2.4.2. Configurations particulières

2.2.4.2.1. La pulvérisation réactive

En pulvérisation cathodique, deux types d'atmosphère sont possibles [124] : la pulvérisation en atmosphère neutre et la pulvérisation en atmosphère réactive. Dans le cas de l'atmosphère neutre, de l'argon pur est injecté pour créer le plasma et seul le matériau provenant de la cible est déposé. Dans le cas d'une atmosphère réactive, un certain pourcentage de gaz réactif dans l'argon est injecté. De cette façon, il est possible de synthétiser des couches minces dérivées du matériau en utilisant le gaz adapté, par exemple de l'azote N_2 (pour les nitrures) [57,58]. Dans chacun de ces cas, la cible peut être constituée d'un élément simple ou bien d'un composé. Par contre, la stœchiométrie des couches est en relation directe avec la pression partielle du gaz réactif introduit.

2.2.4.2.2. La pulvérisation cathodique triode

Pour faciliter l'alimentation du plasma en électrons additionnels, il est possible d'ajouter un filament chaud jouant le rôle d'une cathode (3^{e} électrode pour le plasma). En appliquant une polarisation négative au fil par rapport au plasma, les électrons émis thermiquement par celui-ci sont éjectés. Enfin, dans le système triode, la décharge peut être entretenue à une pression plus faible que dans le montage DC diode (de l'ordre de 10^{-3} à 10^{-4} torr), ce qui est un avantage du point de vue de la contamination des couches par le gaz utilisé pour former le plasma.

2.2.4.3. Paramètres de dépôt

L'énergie des espèces pulvérisées est un facteur prédominant dans la croissance et la qualité d'une couche mince [125]. En fonction de cette énergie, la qualité des films synthétisés peut être tout à fait différente puisqu'elle est la cause principale de la diffusivité superficielle des espèces adsorbées. Avec une énergie trop faible, la diffusivité est réduite ce qui peut entrainer de la porosité au sein des couches. Afin de contrôler au mieux cette énergie, il est possible de jouer sur différents paramètres à commencer par la source de courant. En effet, il est évident que plus la densité de courant au niveau de la cible est élevée, plus la proportion d'atomes métalliques pulvérisés sera accrue à son tour. Les caractéristiques courant/tension de la source seront donc déterminantes. Par contre, la variation de la tension conduit à des variations d'intensité bien plus importantes que l'effet réciproque, c'est pourquoi il est préconisé de réguler la décharge en intensité ou en puissance, plutôt qu'en tension. La vitesse de dépôt dépend également des mécanismes de transport des éléments métalliques au sein de la phase gazeuse et de la réaction de condensation qui s'en suit à la surface des substrats.

2.3. Matériaux usuels et innovants

Avec le développement de la connectique dans de nombreux domaines et pour des applications différentes, la gamme de matériaux utilisés pour améliorer ou limiter la dégradation des propriétés des contacts électriques s'est fortement étoffée. Dans cette partie, il sera donc présenté les matériaux couramment utilisés dans le domaine de la connectique. Une description des nouveaux matériaux élaborés dans le cadre de cette étude sera également réalisée.

2.3.1. Les matériaux couramment utilisés en connectique

2.3.1.1. Substrat : laiton CuZn37

En plus des propriétés électriques, les matériaux utilisés dans les contacts électriques doivent satisfaire d'autres fonctions intrinsèques: bonne résistance mécanique et bonne stabilité thermique (adoucissement et relaxation). En général, le cuivre pur étant trop malléable, il faut donc renforcer ses propriétés mécaniques par des écrouissages et des ajouts adéquats. En revanche, le gain de la résistance mécanique se fait au détriment de la conductivité électrique. Le Tableau 2.1 montre quelques propriétés des principaux alliages de cuivre.

Propriétés	Cuivre	Laiton	Bronze
Résistivité électrique, ρ (μΩ.cm)	1,72	6,4	5-10
Conductivité thermique, λ (W.m^{-1}.K^{-1})	401	121	90
Dureté Vickers (Hv), Etat recuit	35	68-80	80-110
Dureté Vickers (Hv), Etat écroui	110	105-150	165-195
Module d'Young, E (GPa)	115	100-115	111-124

Tableau 2.1: Propriétés du Cu et de ses alliages.

Le substrat utilisé au cours de cette étude est le laiton **CuZn37**. Il présente principalement une structure homogène monophasée α (structure CFC), avec une solution solide de zinc dans le cuivre comme illustré sur la Figure 2.5. Il peut cependant, en fonction des conditions de refroidissement lors des procédés de fabrication, contenir des traces de phase β (structure CC). La phase α est très malléable à froid, ce qui permet des déformations importantes par laminage ou emboutissage profond. Par contre la phase β (ou la phase ordonnée β′) est dure et fragile à froid mais se déforme très facilement à chaud.

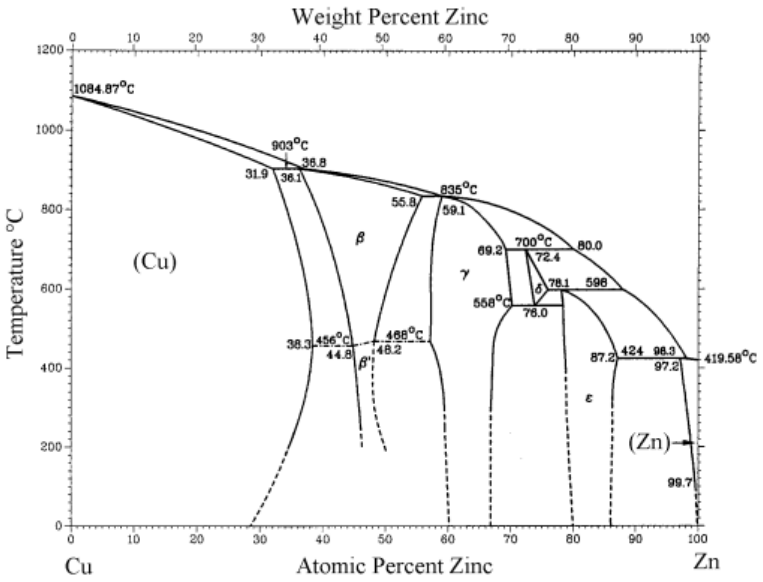


Figure 2.5: Diagramme d'équilibre des laitons [126].

L'aptitude au polissage du **CuZn37** est l'une des meilleures parmi les laitons. Le brasage mou ou dur du **CuZn37** est facile, par contre l'aptitude au soudage de cet alliage et des laitons en général n'est pas excellente à cause de la faible pression de vapeur du zinc (906°C). Les principales caractéristiques physiques du laiton testé sont données dans le Tableau 2.2 et sont comparées à celle du cuivre.

Propriétés	Cu-al recuit (Cu-ETP)	CuZn37
Module d'Young, E (GPa)	120	117
Coefficient de poisson, υ	0,33	0,34
Limite d'élasticité, $\sigma_{Y\_0,2\%}$ (MPa)	60	226
Charge à la rupture (MPa)	230	404
Allongement à la rupture, A10 (%)	45	42
Dureté Vickers (Hv)	50	126
Résistance électrique, ρ (μΩ.cm)	1,724	6,67
Conductivité thermique, λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	401	120
Température de fusion, T_f (°C)	1084	902

Tableau 2.2: Propriétés mécaniques et physico-chimiques du CuZn37 [127].

2.3.1.2. Les matériaux usuels

Due à la forte réactivité du cuivre en présence d'oxygène, il est préconisé d'apposer sur le substrat des revêtements protecteurs conducteurs afin de diminuer l'usure induite par les frottements et d'améliorer la conduction électrique des contacts. Néanmoins, les revêtements utilisés ont des propriétés spécifiques et sont donc appliqués selon les contraintes auxquelles les connecteurs sont soumis. L'ensemble de ces dépôts et leurs propriétés sont énumérés dans les paragraphes suivants.

2.3.1.2.1. Le dépôt de Nickel (Ni)

L'utilisation de substrat cuivreux peut poser problème car des phénomènes de diffusion apparaissent. Pour lutter contre cela, une sous-couche de nickel est appliquée et sert de barrière de diffusion entre le revêtement supérieur et le substrat. Cela empêche la diffusion du cuivre à travers le dépôt, et permet de ralentir l'apparition des oxydes, mauvais conducteurs. Cette sous-couche de nickel permet également de limiter l'oxydation du substrat en cas de dépôt supérieur poreux ou de sa dégradation. Une deuxième fonction moins connue du nickel tient à sa dureté qui est généralement plus importante que celles du dépôt supérieur et du substrat cuivreux. Ainsi, si un système dépôt/nickel/substrat est comparé avec un système dépôt/substrat, les rhéologies (sous contrainte) et les usures (sous frottement) du métal supérieur peuvent être différentes à l'avantage du premier [104]. L'épaisseur typique de la sous-couche de nickel est comprise entre 0,5 et 2,5 µm.

Le nickel le plus couramment utilisé est un nickel sulfamate ($Ni(NH_2SO_3)_2$, $4H_2O$). Il a l'avantage d'être moins dur, plus ductile avec des contraintes internes plus basses qu'un nickel de Watts ($NiSO_4$, $6H_2O$). De plus, ce dépôt n'abaisse pas la résistance à la fatigue du métal support. Le Tableau 2.3 récapitule les principales propriétés mécaniques et physico-chimiques du nickel.

Propriétés	Module d'Young, E (GPa)	Coefficient de poisson, υ	Résistivité électrique, ρ (µΩ.cm)	Densité, d ($g.cm^{-3}$)	Conductivité thermique, λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Température de fusion, T_f (°C)
Nickel	177	0,312	8	8,9	91	1453

Tableau 2.3: Propriétés mécaniques et physico-chimiques *du nickel* [128].

Au cours de l'oxydation, le nickel se recouvre d'une couche compacte de protoxyde de nickel (NiO) pouvant être à l'état anhydre ou à l'état d'hydrate. Cet oxyde est brun-noirâtre ; à l'état d'hydrate il est vert-pomme. Selon les cas, il est aussi possible d'obtenir des sesquioxydes de nickel (Ni_2O_3). Le nickel peut également réagir en présence de soufre pour former plusieurs sulfures de nickel tels que NiS, Ni_2S ou encore Ni_2S_4. Le sulfure de nickel présente un aspect jaune pâle, à demi-fondu, cassant, d'aspect métallique, brillant, magnétique. Le sulfure de nickel anhydre (NiS) varie du jaune bronze au gris noir. Il est relativement peu fusible, cassant, non magnétique. Le composé hydraté (NiS, nH_2O) est, quant à lui, noir et en présence d'humidité, il s'oxyde partiellement à l'air, en donnant du sulfate basique. Des sulfates de nickel (SO_4), jaune clair devenant vert à l'air humide, peuvent également se former.

2.3.1.2.2. Le dépôt d'Or (Au)

Dans le cas des contacts à bas niveau de courant, l'or est le matériau idéal puisqu'il est inerte chimiquement. Il réagit donc très difficilement avec d'autres substances et ne s'oxyde pas. L'or permet également un bon passage du courant même pour de faibles forces de contact, ce qui est très intéressant lorsqu'un nombre important de contacts doit être engagé simultanément. Le Tableau 2.4 présente quelques propriétés du dépôt.

Propriétés	Module d'Young, E (GPa)	Coefficient de poisson, υ	Résistivité électrique, ρ (µΩ.cm)	Densité, d ($g.cm^{-3}$)	Conductivité thermique, λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Température de fusion, T_f (°C)
Or	171	0,42	2,3	19,2	310	1064

Tableau 2.4: Propriétés mécaniques et physico-chimiques de l'or [129].

L'épaisseur déposée diffère selon l'utilisation : elle varie de 0,08 µm (dépôts "flash") à 1,3 µm (norme automobile). Pour la connectique, les dépôts d'or les plus utilisés sont des revêtements électrolytiques contenant une faible quantité de nickel ou de cobalt. L'insertion de cobalt ou de nickel (de l'ordre de 0,3wt% : norme connectique) permet d'améliorer la dureté du dépôt et par conséquent

sa résistance à l'usure en diminuant notamment les phénomènes d'adhésion. Cependant, l'ajout de nickel peut entrainer une augmentation de la résistivité électrique (3,8 µΩ.cm).

2.3.1.2.3. Le dépôt d'Argent (Ag)

L'argent a des propriétés similaires à celles de l'or. Actuellement, il est utilisé dans des applications à plus forts courants où des arcs mineurs peuvent se produire. Il peut aussi être utilisé pour des applications où la température atteint 200 °C. De plus, l'énergie de Gibbs pour former l'oxyde Ag_2O est faible (-11.2 kJ.mol-1), ce qui signifie qu'il s'oxyde lentement au contact de l'air ambiant. Cependant, il se corrode rapidement dans les atmosphères contenant de l'hydrogène sulfuré (H_2S), de l'anhydride sulfureux (SO_2) ou du chlore en milieu humide, ce qui peut couramment être observé dans un environnement moteur.

L'interaction directe de SO_2 gazeux avec l'argent n'indique aucune réactivité de la molécule avec ce métal [130], [131]. Cependant, le SO_2 est soluble dans l'eau avec une solubilité de 85 $mL.L^{-1}$ à 25°C selon les réactions suivantes :

$$H_2O + SO_2 \rightarrow H_2SO_3 \text{ (acide sulfureux)} \quad (2\text{-}4)$$

$$H_2SO_3 \rightarrow H^+ + HSO_3^- \rightarrow 2H^+ + SO_3^{2-} \quad (2\text{-}5)$$

L'anion SO_3^{2-} peut être oxydé en sulfate (SO_4^{2-}), en présence d'agents oxydants tels que H_2O_2, NO_2 ou O_3 dissous. Selon les conditions de pH, du HSO_4^- ou SO_4^{2-} peut se former et la réaction de formation d'Ag_2SO_4 est thermodynamiquement favorable (ΔrG = -17 kJ.mol-1). Celle-ci est cependant peu ou pas observée [95].

Rice et al. [130] indiquent que la corrosion atmosphérique, à température ambiante, par H_2S est à la fois plus significative et plus rapide que celle avec SO_2 (avec l'argent, une concentration en H_2S de 0,2 ppb est suffisante pour sulfurer le métal [132]). La réaction entre l'Ag et H_2S a été l'une des plus étudiées [96], [130], [131], [133] : la présence d'oxygène gazeux et d'humidité [92] la favorise, à température ambiante et pression normale. La réaction suivante a été proposée [134] pour la formation d'Ag_2S :

$$2Ag + H_2S + ½\ O_2 \rightarrow Ag_2S + H_2O \quad (2\text{-}6)$$

Il a par ailleurs été remarqué par plusieurs auteurs que l'humidité accélérait la sulfuration de l'argent [95], [130], [132], [133], [135]. Dans ce cas, il peut être supposé une dissolution d'H_2S dans le film liquide en surface du métal (la dissolution de H_2S à 20°C est de 5 $g.L^{-1}$), et un acide faible se forme. HS^- est la forme principale (la plus stable) des sulfures provenant de H_2S dissous en milieu quasi-neutre [95]. HS^- peut aussi réagir directement avec les atomes d'argent ou être adsorbé sur la surface et réagir avec Ag.

La Figure 2.6 présente un résumé schématique des réactions potentielles dans la corrosion atmosphérique de l'argent en présence de dérivés du soufre. Ce schéma regroupe les réactions correspondant aux hypothèses citées ci-dessus. Une remarque importante est que ces réactions peuvent avoir lieu vraisemblablement en présence d'humidité, où les espèces soufrées peuvent se dissoudre et réagir avec Ag pour donner Ag^+ et former les produits de corrosion Ag_2S et Ag_2SO_4.

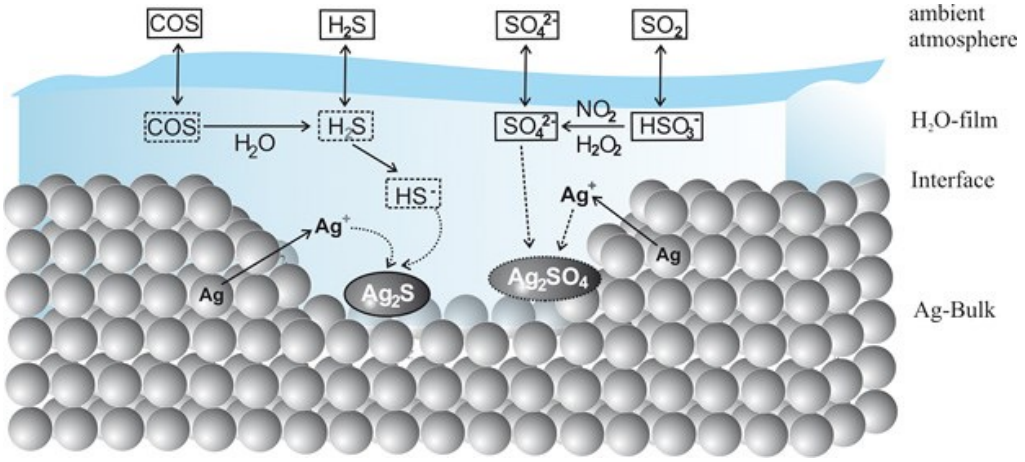


Figure 2.6: Représentation schématique des réactions potentielles dans la corrosion atmosphérique de l'argent.

Comme expliqué précédemment, la corrosion atmosphérique de l'argent ne se produit qu'en présence d'humidité en surface [95], [98], [132]. En présence d'eau, la solubilité est un facteur déterminant lors de la corrosion. Avec les agents corrosifs présentés ci-dessus, les produits de la corrosion atmosphérique susceptibles de se former avec l'argent sont Ag_2SO_4, Ag_2S, AgCl, et Ag_2O. Le Tableau 2.5 présente, pour ces produits de corrosion, les solubilités dans les conditions atmosphériques.

Produits de corrosion	Solubilités ($g.L^{-1}$)
Ag_2S	$8{,}4.10^{-14}$ (eau froide)
AgCl	$8{,}9.10^{-4}$ (10°C)
Ag_2O	$1{,}3.10^{-2}$ (20°C)
Ag_2SO_4	5,7 (0°C)

Tableau 2.5: Quelques solubilités de produits de corrosion atmosphérique de l'argent [136].

Les produits de corrosion possédant une grande solubilité peuvent être dissous lors du cycle humidité-séchage, au contraire des produits de corrosion, tels que le sulfure d'argent qui vont s'accumuler en surface. Lors des premières étapes de la sulfuration de l'argent, les premiers cristaux d'Ag_2S formés servent de centre de germination dans la croissance de la couche de sulfure [97].

Enfin, malgré le nombre limité de publications sur le comportement de l'argent en connectique, Kassman et Jacobson [137] ont montré que l'adhésion joue un rôle déterminant dans l'usure des surfaces. Le Tableau 2.6 récapitule certaines des propriétés de l'argent et souligne la résistivité électrique très faible de ce métal.

Propriétés	Module d'Young, E (GPa)	Coefficient de poisson, υ	Résistivité électrique, ρ (μΩ.cm)	Densité, d ($g.cm^{-3}$)	Conductivité thermique, λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Température de fusion, T_f (°C)
Argent	104	0,367	1,65	10,5	418	962

Tableau 2.6: Propriétés mécaniques et physico-chimiques de l'argent [138].

2.3.1.2.4. Le dépôt d'Etain (Sn)

Dans les cas où les dépôts nobles ne sont pas essentiels au bon fonctionnement des connecteurs, des dépôts d'étain sont alors appliqués. Sur des métaux cuivreux recouverts d'étain, la rhéologie et le nettoyage superficiel du métal mou sont fortement influencés par la grande dureté relative du métal de base [139]. De plus, l'étain a tendance à former un intermétallique fragile avec le cuivre. Il est donc recommandé d'appliquer une sous-couche de nickel entre le substrat et le dépôt car des études [76],

[87], [103], [140]–[144] ont montré que les intermétalliques formés avaient une influence sur les propriétés électriques et mécaniques du contact.

De plus, la forte affinité chimique de l'étain avec l'oxygène permet la création d'une fine couche de passivation dure et fragile à la surface. Ainsi la pression locale imposée lors de l'insertion est suffisante pour provoquer un écoulement d'étain par fluage, ce qui va permettre d'arracher l'oxyde d'étain et de nettoyer l'interface de contact. Ceci permet d'un coté de protéger le substrat, et de l'autre de laisser passer le courant aux points de contact, même avec une faible force de contact. La situation est schématisée sur la Figure 2.7.

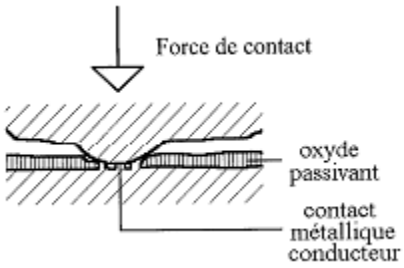


Figure 2.7: Contact métallique à travers une couche d'oxyde d'étain.

En présence d'humidité, la croissance d'une couche d'oxyde d'étain peut être élevée. S. Cho [145] a montré qu'un étain pur développe principalement un oxyde SnO en présence d'humidité (85°C, 85% HR), avec une couche de SnO_2 en extrême surface, d'épaisseur très fine (<10Å). De plus, en présence d'humidité, de SO_2 ou en atmosphère chlorée, l'étain subit une forte attaque chimique. Par contre, en présence d'autres gaz agressifs tels que H_2S, NH_3 et NO_2, une faible attaque chimique est observée [146]. Le Tableau 2.7 récapitule certaines propriétés mécaniques et physico-chimiques de l'étain pouvant intervenir dans le comportement du dépôt lorsqu'il est soumis à des sollicitations mécaniques ou environnementales.

Propriétés	Module d'Young, E (GPa)	Coefficient de poisson, υ	Résistivité électrique, ρ (μΩ.cm)	Densité, d ($g.cm^{-3}$)	Conductivité thermique, λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	Température de fusion, T_f (°C)
Etain	58	0,357	12	7,28	64	232

Tableau 2.7: Propriétés mécaniques et physico-chimiques de l'étain [147].

2.3.2. Les matériaux innovants

Les nouveaux matériaux élaborés au cours de ce projet peuvent être classés en deux catégories : des matériaux composites (AgCrN et AgaC) et des alliages (AgSn et AgSnIn). La particularité de ces dépôts est qu'ils ne sont pas ou peu utilisés pour des applications telles que la connectique. Il n'existe donc que très peu de données concernant leurs propriétés mécaniques ou encore leurs résistances à la corrosion. L'objectif de cette partie est donc de faire une synthèse des éléments connus de ces nouveaux matériaux.

2.3.2.1. Les composites

2.3.2.1.1. Le composite AgCrN

L'utilisation d'un composite AgCrN en connectique est peu courante. Néanmoins, ce type de matériau a déjà fait l'objet d'études dans le cas des matériaux biomédicaux. En effet, les travaux de Mulligan [148], [149] ont porté sur l'effet de l'incorporation de nanoparticules d'argent dans une matrice CrN. Les résultats ont montré que plus la proportion en argent était élevée, plus le coefficient de frottement diminuait et plus la résistance à l'usure augmentait par rapport à un dépôt CrN. Cela est dû aux propriétés lubrifiantes très intéressantes de l'argent [150], [151] qui semblent compenser la diminution de la dureté du matériau CrN. Le composite développé pour ce mémoire a l'objectif

inverse : incorporer des particules dures conductrices (CrN) afin de durcir le dépôt d'argent par une méthode de co-pulvérisation pour augmenter la résistance à l'usure et dans le même temps garantir une bonne conductivité électrique.

Afin d'éviter des effets de délamination, l'architecture de la couche est composée d'une sous-couche d'argent de 0,1µm avec un gradient de concentration puis de la couche d'AgCrN de 2µm comme présenté sur la Figure 2.8.

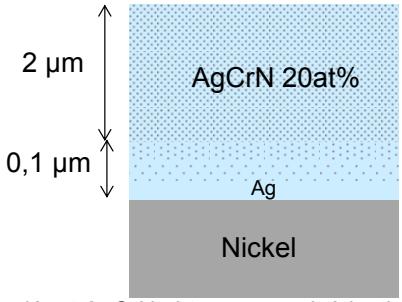


Figure 2.8: Composition du dépôt AgCrN obtenu par pulvérisation cathodique magnétron.

A partir d'une loi de mélange (Annexe II), il est possible de remonter à la résistivité du matériau. Pour cela, trois configurations sont possibles :

- ✓ Une loi linaire.
- ✓ Une percolation de CrN dans une matrice d'Ag.
- ✓ Une percolation d'Ag dans une matrice de CrN.

La Figure 2.9 compare les mesures de résistivité réalisées sur des dépôts AgCrN, aux lois théoriques. Les résultats permettent de conclure que le dépôt élaboré par pulvérisation cathodique correspond à une percolation d'Ag dans une matrice de CrN avec une résistivité de ρ_{AgCrN}=9,35µΩ.cm supérieure à celle de l'argent (ρ_{Ag}=1,65µΩ.cm). Cette structure a déjà été observée dans des études portant sur l'incorporation de nanoparticules d'argent dans une matrice CrN [152].

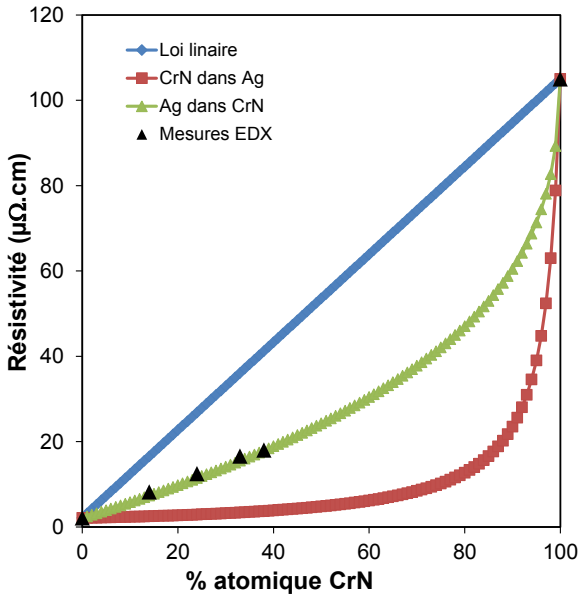


Figure 2.9 : Evolution de la résistivité d'une couche d'AgCrN en fonction du % atomique de CrN en comparaison avec l'évolution théorique calculée de la résistivité.

2.3.2.1.2. Le composite AgaC

Un autre type de dépôt composite a également été développé dans le cadre de cette recherche, dans le but de limiter les coefficients de frottements tout en durcissant le revêtement. Pour cela, du

carbone a été incorporé dans la matrice d'argent à l'aide d'un dépôt de co-pulvérisation Ag/Graphite possible grâce à une cible de carbone vitreux.

Comme précédemment, pour limiter les problèmes de délamination, la structure de la couche est constituée d'une sous-couche d'argent accompagnée d'un gradient de 0.1µm. Pour finaliser la couche, il a été ajouté également un gradient et une surcouche d'argent de 0.1µm afin de limiter la formation de carbone pulvérulent en surface (Figure 2.10).

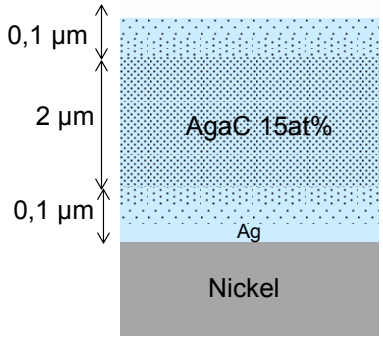


Figure 2.10 : Composition du dépôt AgaC obtenu par pulvérisation cathodique magnétron.

Avec le même procédé que précédemment, des mesures de résistivités ont été comparées aux lois de mélanges sur la Figure 2.11. Dans un premier temps, les résultats ne permettent pas de bien identifier quel type de percolation est présent. En revanche, en regardant l'évolution des résistivités sur une plage 0-20at%, il est possible de conclure que le dépôt élaboré est constitué par du carbone dans une matrice d'argent avec une résistivité de ρ_{AgaC}=2,22µΩ.cm (>ρ_{Ag}=1,65µΩ.cm).

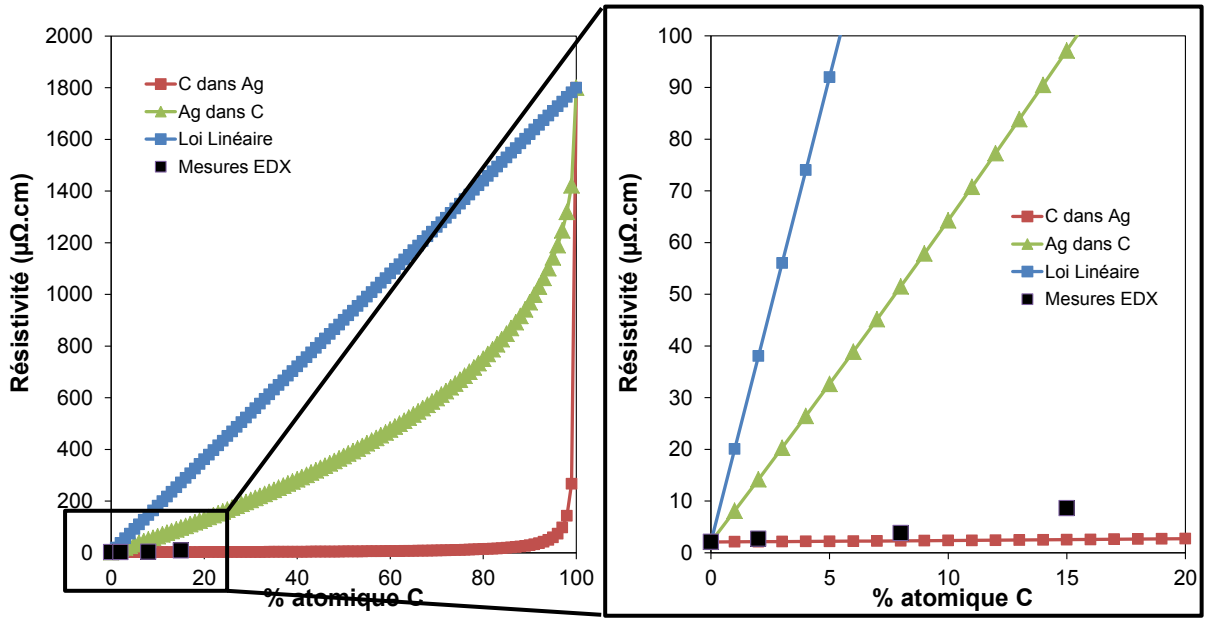


Figure 2.11 : Evolution de la résistivité d'une couche d'AgaC en fonction du % atomique de C en comparaison avec l'évolution théorique calculée de la résistivité.

2.3.2.2. Les alliages

2.3.2.2.1. L'alliage AgSn

Parmi les nouveaux matériaux testés dans cette étude, l'alliage AgSn est le seul à être réalisé par électrodéposition. Ce dépôt a été élaboré car il a été montré qu'en présence d'étain, même en petite quantité, la résistance à la corrosion de l'argent en présence d'une atmosphère corrosive peut être augmentée. Il est aussi supposé que l'étain tend à diffuser à la surface afin de former une couche protectrice [153].

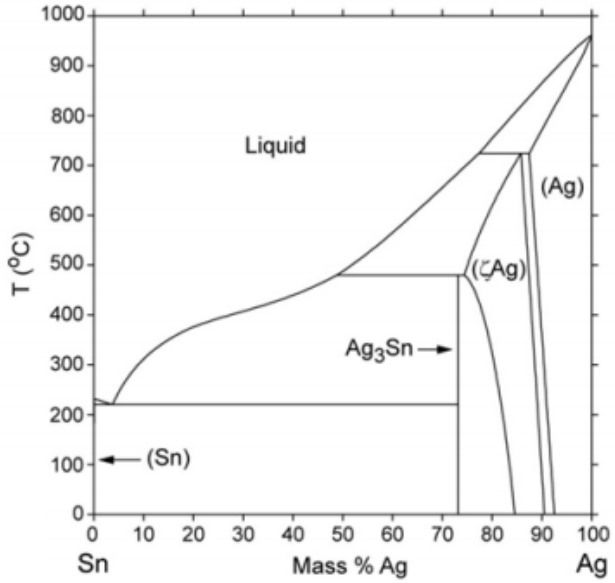


Figure 2.12: Diagramme de phase d'un système Ag-Sn.

Le diagramme de phase [154] présenté sur la Figure 2.12 montre que quand l'alliage a une composition en Sn inférieur à 10 wt%, celui-ci contient de l'étain en solution solide. Au contraire, pour une concentration en étain supérieure à 10 wt%, une phase constituée d'intermétalliques se forme, ce qui implique une modification des propriétés physico-chimiques du matériau [153]. La composition théorique de l'alliage utilisé est présentée dans le Tableau 2.8. Il est donc en théorie, constitué d'un intermétallique Ag_3Sn.

	Ag	**Sn**
at%	78,4	21,6
wt%	80	20

Tableau 2.8: Composition théorique du ternaire AgSn élaboré par RADIALL.

Par rapport à de l'argent, ce dépôt présente des propriétés mécaniques supérieures mais semble moins bon conducteur (ρ_{AgSn}=7,2µΩ.cm>ρ_{Ag}=1,65µΩ.cm). Néanmoins, sa résistance au soudage (adhésion) permet de réduire les phénomènes de transfert, ce qui en fait un bon candidat pour les applications automobiles.

2.3.2.2.2. L'alliage AgSnIn

En plus de l'alliage AgSn, un deuxième alliage soumis à des sollicitations de fretting a été étudié : le ternaire AgSnIn. Contrairement aux autres matériaux innovants, celui-ci n'a pas été élaboré au cours du projet pour une application de connectique. En effet, ce matériau a été développé dans le cadre d'un programme européen visant à développer des matériaux inertes à la sulfuration. La composition théorique de ce matériau est présentée dans le Tableau 2.9.

	Ag	**Sn**	**In**
at%	91,2	3,8	5,00
wt%	90,56	4,15	5,28

Tableau 2.9: Composition théorique du ternaire AgSnIn élaboré par IREIS.

Compte tenu des concentrations des différents éléments, le diagramme de phase du système Ag-Sn-In de la Figure 2.13 permet de déduire que la phase principale du ternaire est la phase α(Ag) (solution solide CFC) [155]. Cependant, malgré l'amélioration de certaines propriétés, ce type d'alliage

a tout de même une résistivité plus élevée que celle d'un argent pur (ρ_{AgSnIn}=3,72µΩ.cm >ρ_{Ag}=1,65µΩ.cm).

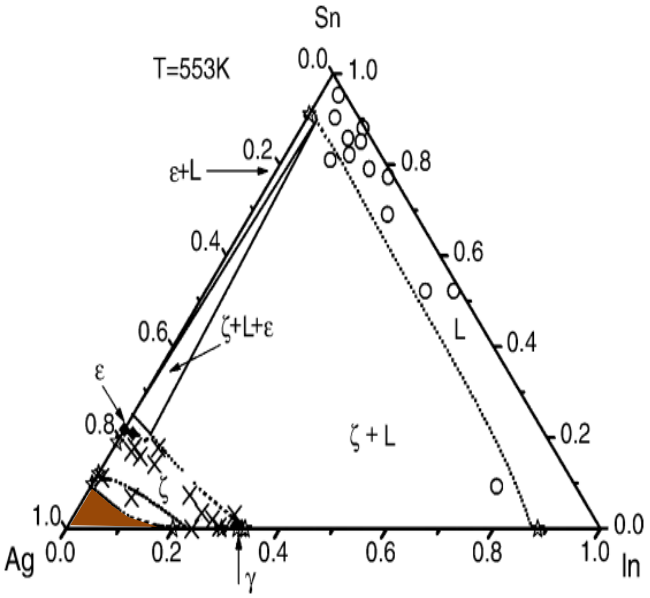


Figure 2.13 : Diagramme ternaire d'un système Ag-Sn-In à iso-température (280°C) : (o) liquide (L), (x) phase (Ag_4Sn, Ag_3In), (■) α phase (Ag), (⧫) ε phase (Ag_3Sn) [155].

Afin d'augmenter les propriétés mécaniques et l'inertie chimique, des études ont montré l'intérêt de disperser des particules d'oxydes dans une matrice de métal noble tel que l'argent. Pour cela, des alliages ont été élaborés, mais il a été établi que pour les alliages d'AgSn, une concentration en étain supérieure à 4wt% n'est pas recommandée pour l'oxydation interne puisque les oxydes d'étain forment une couche imperméable, bloquant la diffusion de l'oxygène [156]. Pour contrer ce phénomène, des études ont prouvé que l'utilisation d'indium favorisait l'oxydation interne. En effet, l'indium forme un oxyde plus stable que celui de l'étain avec un taux d'oxygène plus faible. Les analyses chimiques ont aussi montré que les oxydes ainsi formés sont sous la forme SnO_2 et In_2O_3 [157].

Ce type d'oxydes combinés induisant des composés appelés « ITO » (indium tin oxides) est couramment utilisé dans des applications telles que des revêtements anti-statiques, des cellules solaires, appareils électroluminescents, …. En effet, ces composés ont des propriétés intéressantes telles qu'une bonne conductivité, une bonne adhérence au substrat, une stabilité chimique et une mise en forme facile [158]–[160].

2.3.3. Caractérisations des revêtements

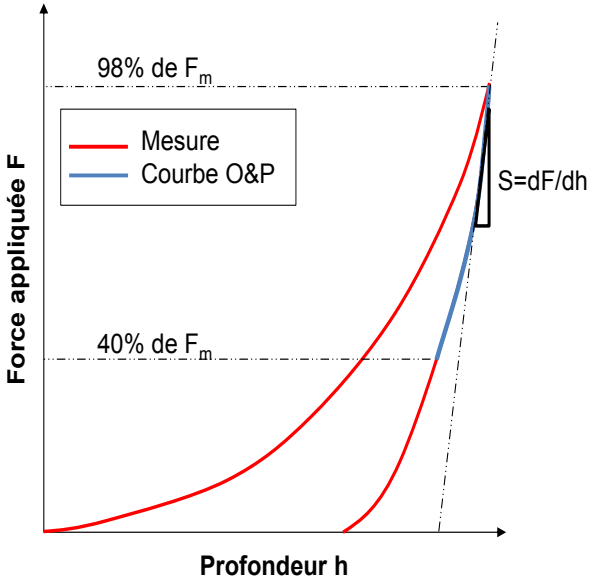
Les dépôts utilisés lors de cette étude sont différents les uns des autres de par leur conception et de par leurs propriétés. Ces différences doivent donc être identifiées et quantifiées car elles peuvent être un paramètre expliquant le comportement du dépôt lors des sollicitations en fretting. Les paragraphes suivants présentent donc les outils de caractérisations utilisés pour déterminer les caractéristiques des dépôts.

2.3.3.1. Propriétés mécaniques

2.3.3.1.1. Nanoindentation

Afin de déterminer rapidement les propriétés mécaniques des matériaux étudiés, les caractérisations ont été menées sur un nanoindenteur CSM Instruments. Au cours d'un cycle de charge/décharge (Figure 2.14), la force appliquée $\mathbf{F_m}$ et la profondeur **h** sont mesurées

dynamiquement permettant par le biais du modèle d'Oliver-Pharr (**O&P**) de déterminer la dureté et le module d'élasticité [161].



$$H = \frac{F_m}{A} \tag{2-7}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}} \tag{2-8}$$

avec A l'aire de contact projetée et S la raideur de contact.

Figure 2.14: Courbe de charge-décharge obtenue après indentation.

Il est à noter que le module E_r correspond au module réduit du système, il tient donc compte du module du matériau indenté (E_m) et du module de l'indenteur (E_i) :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\upsilon_i^2}{E_i} + \frac{1-\upsilon_m^2}{E_m} \tag{2-9}$$

L'identification des propriétés mécaniques est possible à partir des courbes d'indentation charge-déplacement et du modèle micromécanique développé par Oliver & Pharr (O&P). Cependant, l'analyse O&P est développée pour un contact mécanique purement élastique (sink-in), elle est donc limitée par l'effet pile-up. L'aire de contact est donc plus grande que la surface théorique déterminée pour un contact élastique, ce qui entraine une surestimation de 60 % de la dureté (H) et de 30% du module d'Young (E) en fonction de l'étendue de l'effet pile-up [162], [163]. De plus, dans le cas des films minces, l'influence du substrat n'est pas négligeable. Pour des films durs sur des substrats plus mous, il est reconnu que la mesure par indentation est modifiée dès que la profondeur de l'empreinte dépasse 10 % de l'épaisseur du film pour la mesure de dureté [164], [165], ce chiffre étant ramené à 1-2 % lors de la détermination du module d'élasticité [166], [167].

Les dépôts caractérisés ont été déposés sur des pions en acier M2 (Z38CDV) sur lesquels une sous-couche de Ni de 2µm est déposée puis le dépôt de 4µm (Figure 2.15).

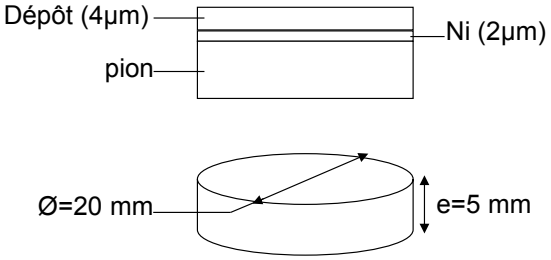


Figure 2.15: Pion en acier M2(Z85CDV) et configuration des dépôts utilisée pour les essais de nanoindentation.

La procédure de nanoindentation consiste à appliquer une force normale de F_m=2mN avec un temps de pause de Tp=20s sur l'ensemble des échantillons. La pointe utilisée est un indenteur

Berkovich dont la pointe très plate, permet un champ de contrainte plus étendu en surface et moins profond que celui de la Coin-Cube. Le Tableau 2.10 fait une synthèse des données récoltées.

	AgSn	AgSnIn	AgCrN	AgaC	AuNi	Ag	Ni	Laiton
Dureté (HV)	233 ± 24,4	217 ± 13,7	430 ± 48,8	179 ± 4,6	225 ± 18,8	124,5 ± 6,4	407,9 ± 25,3	125 ± 33,8
E (Mpa)	106,6 ± 14,2	96,4 ± 15,4	120 ± 17,8	99,5 ± 11,4	87 ± 10,9	104 ± 20,5	199,3 ± 10,8	117 ± 5,74

Tableau 2.10: Tableau récapitulatif des duretés (HV) et des modules d'Young (MPa) déterminés par nanoindentation Fm=2mN, Tp=20s.

2.3.3.1.2. Scratch test

Lors de l'utilisation de dépôt dans une application, il est important de caractériser l'adhérence de celui-ci sur le substrat. En effet, une mauvaise adhérence du dépôt peut entrainer une dégradation prématurée du contact. Il existe plusieurs tests pour caractériser l'adhésion d'un revêtement (plots collés, quadrillage,…). Dans cette étude, l'adhérence des dépôts sera étudiée à l'aide d'un test de rayure, appelé aussi « scratch test ». Le principe de ce test consiste à déplacer une pointe diamant (Rockwell) à la surface du dépôt à analyser tout en augmentant progressivement la force normale appliquée jusqu'à ce que l'endommagement du dépôt soit constaté (Figure 2.16). Cette charge définit alors un paramètre noté usuellement L_C « critical load » [168].

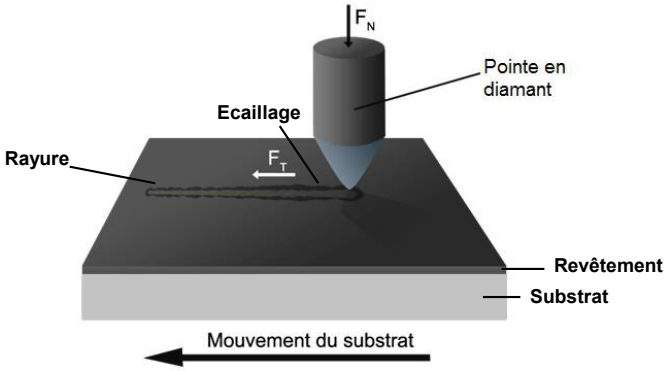


Figure 2.16 : Schéma de principe du test de la rayure ou scratch-test.

Au cours de l'évolution de la charge appliquée et du déplacement de la pointe pendant la rayure, des modes d'endommagements plus ou moins importants apparaissent progressivement (Figure 2.17). Il est possible de les classer en trois modes [169] : fissuration, écaillage, délaminage. Ces types d'endommagement dépendent essentiellement des propriétés du substrat et du dépôt, en particulier de leurs duretés [170]. Ainsi pour des couches déposées sur des substrats plus mous, la déformation plastique qu'impose la pointe sur le revêtement est partagée avec le substrat, ce qui retarde l'endommagement et mène à une charge critique plus élevée que celle où les duretés du substrat et du dépôt sont proches [171]. L'influence de l'épaisseur du dépôt peut aussi jouer sur son adhérence [172], [173]. La rugosité du substrat ou de la surface du dépôt peut influencer sur l'adhérence en entrainant une concentration de contrainte, ce qui facilite l'amorçage des fissures et donc une réduction considérable de la charge critique [174], [175].

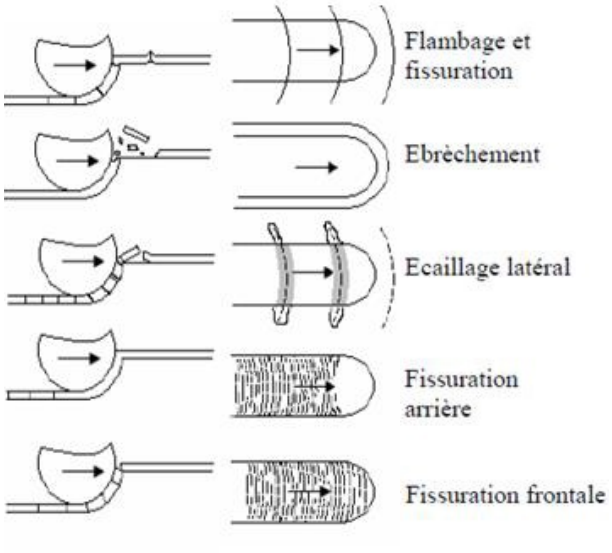


Figure 2.17: Représentation schématique des modes de rupture des revêtements par micro rayage, vue de côté et de dessus.

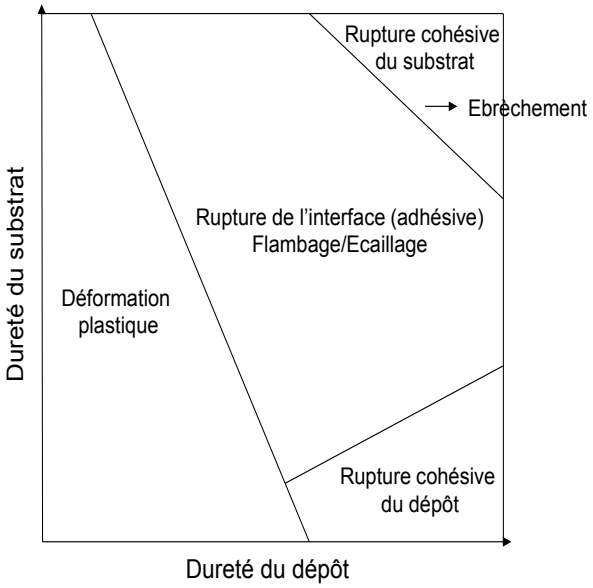


Figure 2.18 : Cartes des modes de rupture en termes de dureté du substrat et du revêtement [40].

Les essais de scratch test ont été réalisés sur le même appareil que les essais d'indentation mais avec un module adapté. Les dépôts testés ont la même configuration que ceux utilisés sur cylindre croisé mais ils ont été déposés sur des plaquettes (Figure 2.19) en laiton pour ne pas être influencés par le creux du cylindre.

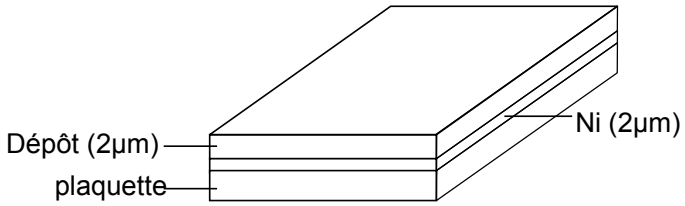


Figure 2.19: Plaquette laiton et configuration des dépôts utilisée pour les essais de scratch test.

La procédure de scratch utilisée consiste à appliquer une force normale croissante de 0.03 N à 23.5N, sur une distance de 5 mm avec une pointe Rockwell AA-207 dont le rayon est de 200µm. La Figure 2.20 montre le sillon obtenu pour un dépôt d'argent.

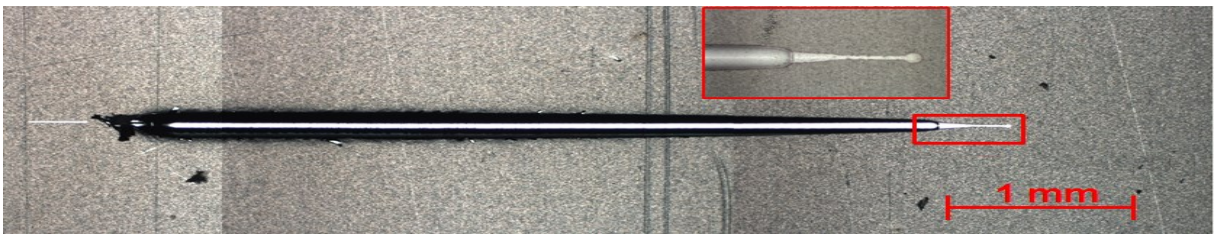


Figure 2.20 : Scratch test du revêtement Ag jusqu'à 23,5N.

Malgré les faibles épaisseurs de dépôts et la forte charge appliquée, aucun mode de rupture n'est vraiment visible. Seul un enfoncement brutal jusqu'à 30µm est observé très rapidement dès les premiers newtons appliqués. Afin d'être plus précis, un autre essai a été mené en appliquant une charge de 0,03N à 3N sur 5mm. Le sillon obtenu ne montre toujours pas d'endommagement caractéristique lié à l'adhérence du dépôt. En grossissant le sillon, il est même possible de voir un lissage de la surface testée.

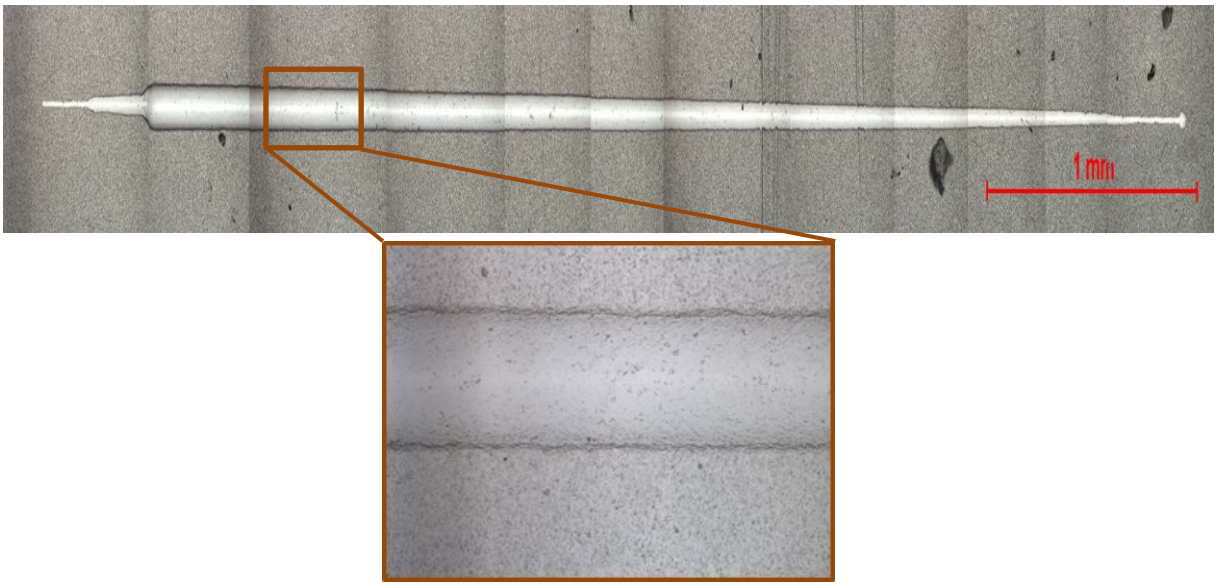


Figure 2.21 : Scratch test du revêtement Ag jusqu'à 3N.

Cette observation a été constatée sur l'ensemble des dépôts testés. Il n'est donc pas possible de déterminer par cette technique la charge critique entrainant la rupture d'adhérence du dépôt. En effet, pour les revêtements et les substrats de faible dureté [40], comme cela est le cas dans cette étude, la déformation plastique et la formation de sillons sont les principaux phénomènes activés. Il n'y a peu ou pas de fissures, excepté aux charges très élevées. De plus, ces résultats montrent que l'essai de rayage se comporte plus comme un essai d'abrasion que comme un essai d'adhérence avec l'apparition de charges critiques précises et nettes.

2.3.3.2. Rugosité

La rugosité est une caractéristique de l'état de surface d'un matériau et peut fortement influencer le contact aussi bien d'un point de vue mécanique qu'électrique. Elle est quantifiée en comparant les irrégularités par rapport à une ligne moyenne mais cela reste délicat car il s'agit d'un paramètre statistique qui ne peut être défini par une seule mesure. Pour caractériser la rugosité d'une surface, plusieurs variables peuvent être utilisées :

- ✓ **R_a : la rugosité moyenne arithmétique,** elle correspond à la moyenne arithmétique des valeurs absolues des ordonnées Z(x) à l'intérieur d'une longueur de base :

$$R_a = \frac{1}{L}\int_0^L |Z(x)|.dx \qquad (2\text{-}10)$$

- ✓ **R_v : la profondeur maximale des vallées,** elle est égale à la plus grande des profondeurs de creux du profil, Z_v, à l'intérieur d'une longueur de base
- ✓ **R_p : la hauteur maximale des pics,** elle correspond à la plus grande des hauteurs de saillie du profil, Z_p, à l'intérieur d'une longueur de base.
- ✓ **R_z : la hauteur maximale du profil,** elle est égale à la somme de la plus grande des hauteurs de saillie du profil, Z_p, et de la plus grande profondeur de creux du profil, Z_v, à l'intérieur d'une longueur de base :

$$R_z = R_p + R_v \qquad (2\text{-}11)$$

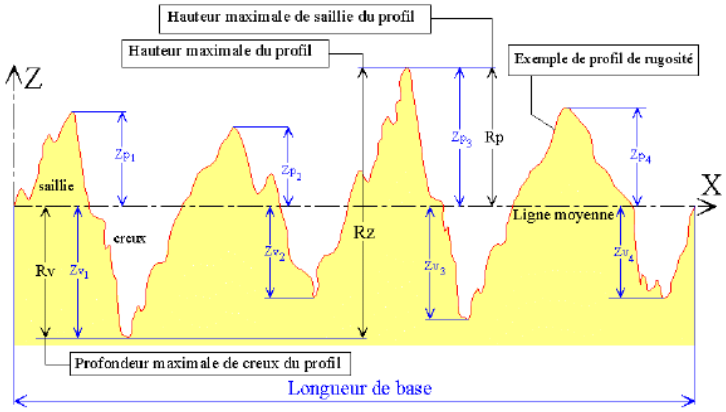


Figure 2.22: Définition des différents paramètres permettant de quantifier la rugosité.

La rugosité d'une surface est donc un paramètre très important à prendre en compte car pour une même surface "apparente" et une rugosité différente, la surface "réelle" de contact sera différente. L'influence de la rugosité a été étudiée par Greenwood et Williamson [176] dans le cas de deux contacts plans rugueux. Greenwood et Tripp [177] ont aussi étudié le cas d'un contact bille lisse/plan rugueux. Leur modèle suppose que la taille des aspérités soit très inférieure à celle du rayon *R* de la bille et que leurs hauteurs répondent à une loi statistique de hauteur quadratique moyenne R_q :

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L}\int_0^L \left|Z^2(x)\right|.dx} \tag{2-12}$$

Si R_q n'est pas trop élevée, le rayon a^* de cette aire de contact apparente est défini par :

$$a^* = a.(1+\alpha) \tag{2-13}$$

$$\text{avec } \alpha = \frac{R.R_q}{a^2} \tag{2-14}$$

Les mesures de rugosité ont été réalisées à l'aide d'un profilomètre interférométrique 2D/3D VEECO. Cet instrument fournit une image de la surface en 2D et/ou en 3D (Figure 2.23) qui permet de quantifier la rugosité d'un échantillon et de visualiser la topographie. A partir de cette image, le logiciel Wyko Vision 4 détermine la rugosité de la surface analysée.

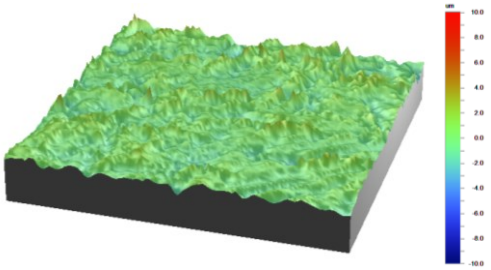


Figure 2.23: Image 3D de la surface d'un dépôt AgSn.

Les mesures de rugosité ont directement été réalisées sur les cylindres croisés revêtus afin de caractériser la surface réellement en contact lors des essais de fretting-usure. La surface d'analyse est de 100 x 100 μm^2 et la résolution latérale de l'objectif utilisé est de l'ordre du µm. Pour chaque dépôt, quatre mesures ont été réalisées afin de déterminer la dispersion des résultats obtenus. Une moyenne et un écart-type ont ainsi pu être extraits et sont récapitulés dans le Tableau 2.11.

	AgSn	AgSnIn	AgCrN	AgaC	AuNi	Ag	Laiton
R_a (µm)	0,66 ± 0,03	0,70 ± 0,07	0,63 ± 0,03	0,71 ± 0,08	0,56 ± 0,08	0,54 ± 0,04	0,71 ± 0,06
R_q (µm)	0,85 ± 0,04	0,91 ± 0,08	0,82 ± 0,05	0,91 ± 0,09	0,73 ± 0,12	0,68 ± 0,04	0,91 ± 0,08

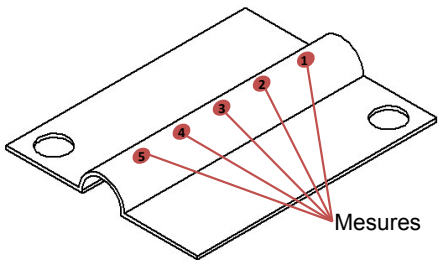
Tableau 2.11: Tableau récapitulatif des rugosités R_a (µm) et R_q (µm) déterminées pour l'ensemble des dépôts étudiés.

Les résultats montrent que l'ensemble des revêtements testés dans ce projet présentent des rugosités relativement faibles (<1µm). Lors de l'élaboration de couche mince, le dépôt épouse les aspérités du substrat. Ainsi, pour obtenir des revêtements à faibles rugosités, il est nécessaire d'utiliser un substrat ayant une rugosité de surface faible. Dans cette étude, les dépôts ont été réalisés sur des substrats en laiton ayant subi un polissage avant la mise en forme. Cette préparation de surface a permis d'obtenir un substrat avec un état de surface fin. De plus, l'influence de la rugosité est d'autant plus importante à déterminer que la dureté du dépôt est élevée. En effet, en raison de la dureté du revêtement, l'application d'une charge normale ne permet pas de niveler les surfaces par déformations plastiques. En revanche, si l'interface est soumise à des sollicitations tangentielles, des déformations plastiques vont alors effacer les rugosités initiales de la surface [178].

2.3.3.3. Epaisseur

En tribologie, l'utilisation de revêtements est très courante et leurs conditions d'élaboration peuvent grandement influencer les épaisseurs selon le procédé de dépôt utilisé. Il est donc primordial de contrôler les épaisseurs utilisées afin de réaliser une étude solide. Pour le contrôle des épaisseurs après fabrication, plusieurs techniques ont été utilisées : la fluorescence X ou une mesure de marche par profilométrie.

Les épaisseurs des dépôts électrolytiques (Ag, AuNi, AgSn) peuvent fortement varier le long de l'échantillon dû notamment à des effets de bord. Pour cette raison, il est important de contrôler l'épaisseur du dépôt en plusieurs points comme illustré sur la Figure 2.24. Pour cela, la technique fluorescence X non destructive a été préférée.



Point de mesure	Ag (µm)	Ni (µm)
1	2,0	2,7
2	1,8	2,6
3	1,9	2,6
4	1,9	2,6
5	2	2,7
Moyenne	**1,92**	**2,64**
Ecart-type	**0,08**	**0,05**

Figure 2.24: Présentation du protocole de contrôle des épaisseurs par fluorescence X.

En ce qui concerne les dépôts réalisés sous vide (AgCrN, AgSnIn et AgaC), les épaisseurs sont relativement plus stables. Le protocole de mesure est donc plus simple. En effet, un masque est mis sur les cylindres croisés lors de la fabrication. En sortie de réacteur, le masque est retiré et l'échantillon est analysé à l'aide d'un profilomètre comme illustré sur la Figure 2.25. La différence de hauteur entre la base (substrat) et le plateau (dépôt) permet de déterminer l'épaisseur du dépôt.

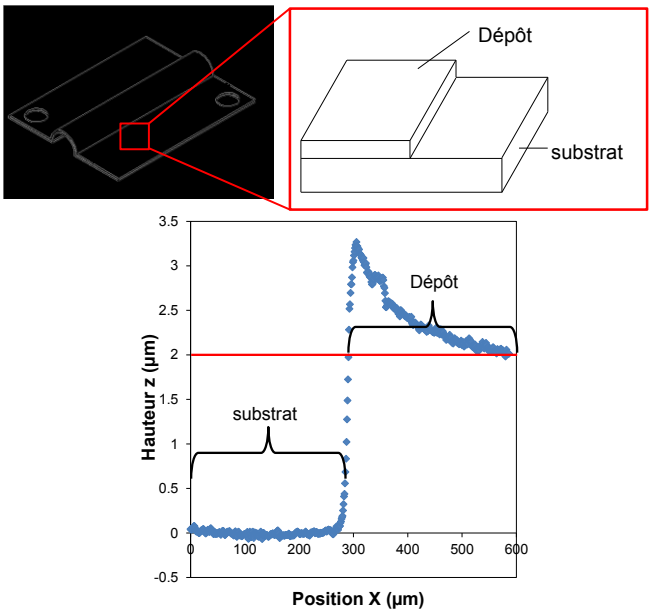


Figure 2.25: Présentation du protocole de contrôle des épaisseurs par mesure de marche.

Pour l'ensemble de ce mémoire, les dépôts utilisés ont une épaisseur de 2µm avec une sous-couche de nickel d'au moins 2µm. Seul le dépôt d'or dopé nickel présente une épaisseur de 1,3µm qui correspond à la configuration industrielle. Le Tableau 2.12 récapitule les épaisseurs de dépôt étudiées.

	AgSn	AgSnIn	AgCrN	AgaC	AuNi	Ag	Ni
e (µm)	2	2	2	2	1,3	2	>2µm

Tableau 2.12: Tableau récapitulatif des épaisseurs e (µm) pour l'ensemble des dépôts étudiés.

Remarque : Pour certains cas, des essais de fretting ont été réalisés avec des dépôts de différentes épaisseurs afin de déterminer l'influence de celle-ci sur la durée de vie du contact. Dans tous les cas, des mesures d'épaisseur ont également été réalisées en sortie de réacteur ou d'électrolyse.

2.4. Démarche expérimentale

2.4.1. Moyens expérimentaux

Les connecteurs étant soumis à un grand nombre de sollicitations, il a été nécessaire de mettre en place un dispositif expérimental capable de simuler ces sollicitations. La principale difficulté a été de concevoir un dispositif capable d'imposer des vibrations de faibles amplitudes et de faibles efforts normaux. Les essais ainsi réalisés sont des essais de « fretting-usure ». Au cours de cette étude, plusieurs protocoles expérimentaux ont été utilisés et seront détaillés plus précisément par la suite. Le pôle connectique est également constitué de plusieurs bancs d'essai de fretting connectique dont le principe de fonctionnement est semblable d'un dispositif à l'autre.

2.4.1.1. Principe de fonctionnement des bancs d'essai

2.4.1.1.1. Fonctionnement général

Les bancs d'essai (Figure 2.26) sont constitués d'un pot électromagnétique vibrant permettant d'appliquer une vibration sinusoïdale dans une direction. Le système mécanique supportant le porte échantillon supérieur est fixé au pot vibrant par le biais de lames flexibles. Ce dispositif permet un léger déplacement vertical nécessaire pour mettre en contact les deux échantillons. L'échantillon

inférieur est quant à lui maintenu immobile et repose sur un mécanisme sur lequel est fixé le capteur de force tangentielle.

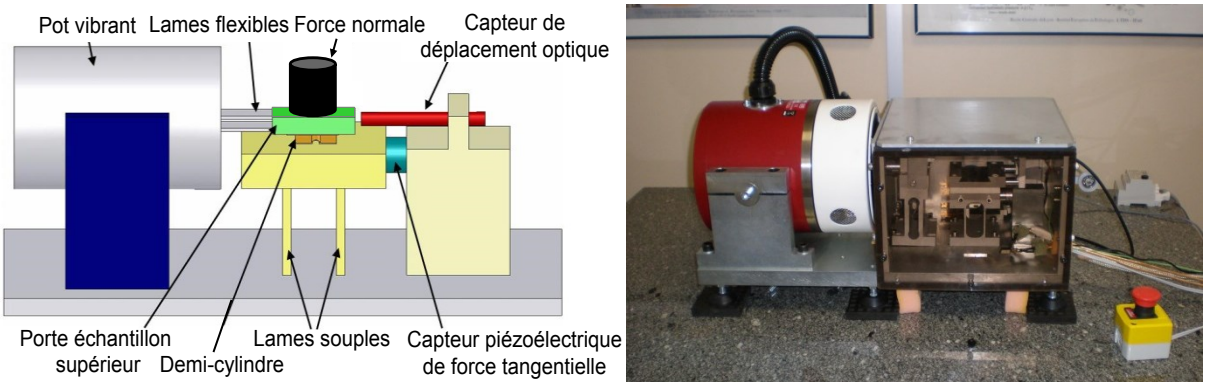


Figure 2.26: Représentation du banc d'essais de fretting connectique.

Celle-ci est donc mesurée pendant l'essai à l'aide d'un capteur de force piézoélectrique. Le déplacement de l'échantillon supérieur est contrôlé à l'aide d'un capteur de déplacement laser avec une précision de l'ordre de 0.1µm. Les effets de compliances parasites en amont du contact sont pratiquement limités à ceux induits par la forme des échantillons. L'application de la charge se fait par le biais d'une masse morte placée sur le porte-échantillon supérieur.

Lors de la mise en place des échantillons, ceux-ci sont nettoyés à l'éthanol afin d'éliminer toute trace de graisse à la surface. Pour le contrôle de l'humidité, celui-ci est possible par l'utilisation d'une enceinte et par la saturation de l'air en présence de sels spécifiques à une humidité relative donnée.

L'asservissement des paramètres de chargement et l'acquisition des données se font grâce à un programme conçu et réalisé sous Labview appelé **Tribofretting**. L'enregistrement des paramètres d'essai est réalisé avec le même échantillonnage. Le taux d'échantillonnage est indépendant de la fréquence de vibration appliquée lors d'un test. Ainsi le programme permet l'acquisition de 200 points pour chaque donnée au cours d'un cycle (Figure 2.27). Une valeur moyenne de chaque variable est ensuite calculée.

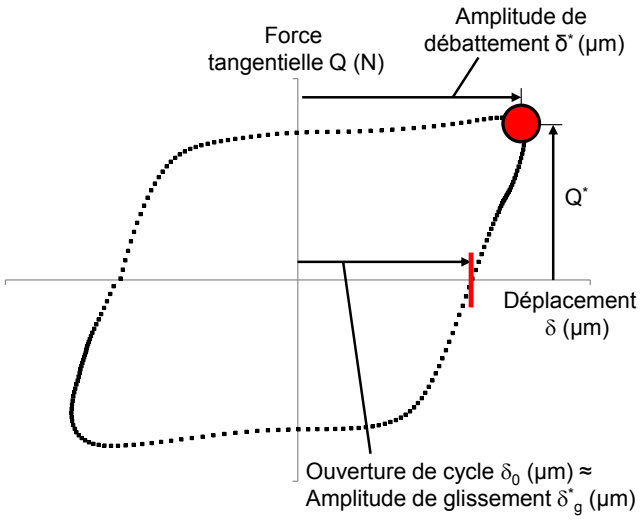


Figure 2.27 : Présentation des données acquises au cours d'un cycle de fretting.

2.4.1.1.2. Cas de Fretting Connectique II

La machine d'essai « Fretting Connectique II » permet le couplage de sollicitations de fretting et de grand glissement. La Figure 2.28 montre un schéma de la machine.

Le banc d'essai FCII utilise un vérin électromagnétique pour reproduire les mouvements de vibrations et non un pot vibrant. Le déplacement dans le contact est donc appliqué par l'échantillon du bas qui est monté sur le moteur linéaire électromagnétique. L'avantage de l'utilisation d'un moteur linéaire est qu'il permet d'appliquer aussi bien de grands déplacements ($\pm$250µm<D<$\pm$1 500µm) que des petits déplacements en fretting ($\pm$2µm<δ^*<$\pm$25µm). L'échantillon du haut est quant à lui fixé sur un support bridé mécaniquement. La mesure du déplacement appliqué est menée à partir de la règle du moteur linéaire (compteur de coups). Comme pour les bancs de fretting classique, la force tangentielle est mesurée par un capteur de charge piézoélectrique et la force normale est assurée par une masse morte. L'asservissement et l'acquisition sont réalisés à partir du logiciel **Tribofretting** également.

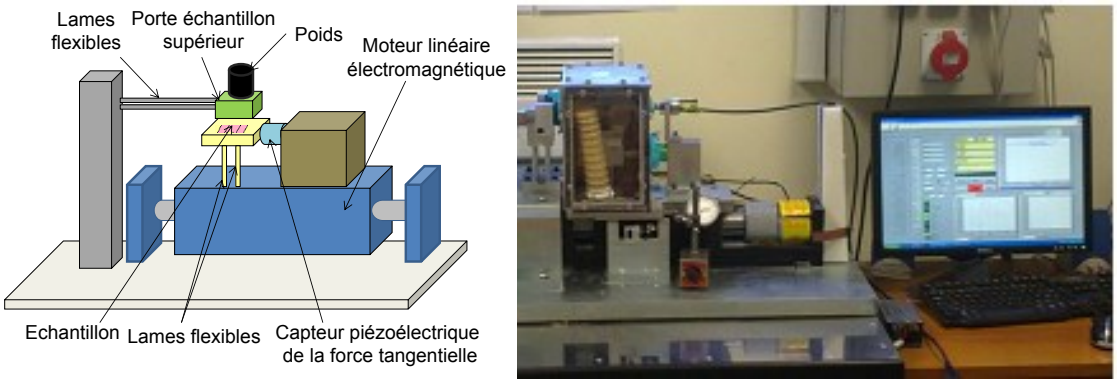


Figure 2.28: Schéma du banc d'essai fretting connectique II (FCII) couplant fretting et grand glissement.

2.4.1.2. Protocoles expérimentaux

A partir des bancs d'essai précédemment présentés, il est possible d'élaborer des protocoles d'essais variés. Les paragraphes suivants présentent dont les différents protocoles appliqués au cours de cette étude.

2.4.1.2.1. Débattement constant en amplitude (CDA)

Pour ce protocole, une seule valeur d'amplitude de déplacement ou d'amplitude de glissement (Figure 2.29) est appliquée jusqu'à la fin de vie du contact électrique (**Nc**) dont la notion sera explicitée plus loin.

Les essais à amplitude de glissement constant sont effectués pour construire les courbes d'endurances d'un revêtement. Elles permettent également de comparer l'influence sur la durée de vie du contact d'autres paramètres tels que la charge, l'humidité ou bien un environnement pollué.

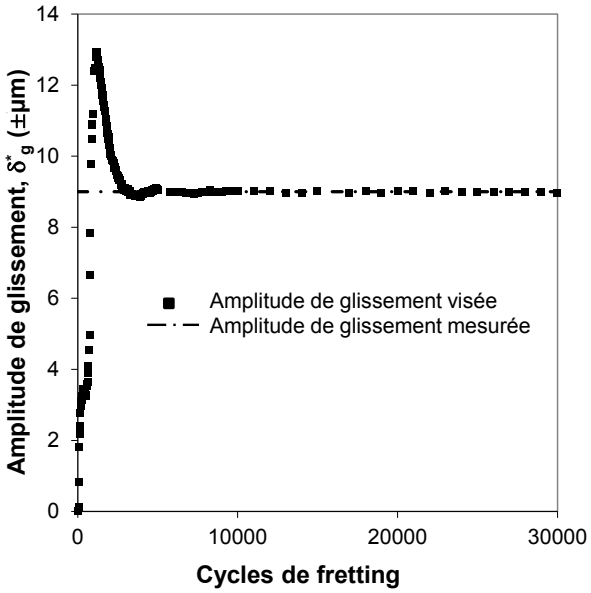


Figure 2.29: Evolution de l'amplitude de glissement au cours d'un essai de fretting en fonction de l'amplitude de glissement visée.

Effet de la charge : des essais de fretting simple sont réalisés avec les paramètres de chargement couramment utilisés (f=30Hz, T=25°C) mais des masses mortes différentes sont utilisées afin de réaliser des tests à 1N, 2N, 3N, 4N, 5N et 6N.

Effet de l'humidité : afin d'identifier le comportement des dépôts soumis à de l'humidité, des essais de fretting ont été réalisés à différentes humidités relatives 10%, 50% et 85%. Pour obtenir une humidité relative de 10%, des gels de silice sont utilisés pour absorber l'humidité de l'enceinte. En ce qui concerne les humidités à 50% et 85%, des sels spécifiques sont utilisés. Le principe des solutions salines saturées, c'est-à-dire pour lesquelles une phase solide co-existe avec la phase liquide, est basé sur l'état d'équilibre des phases solide, liquide et gazeuse. Ceci se traduit par le fait que la pression de la vapeur d'eau au-dessus de la surface liquide ne dépend que de la température (Figure 2.30).

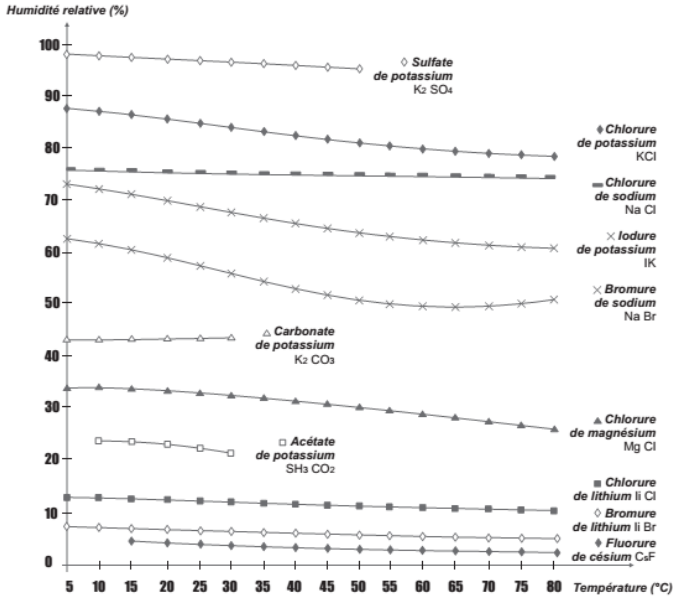


Figure 2.30: Courbes des valeurs de l'humidité relative au-dessus de solutions salines saturées en fonction de la température.

Effet d'un environnement pollué : afin de voir l'influence d'un milieu pollué sur la durée de vie des contacts électriques et surtout l'influence du soufre sur l'argent, des essais ont été menés en atmosphère contrôlée. Pour cela des bouteilles d'azote dopé SO_2 et H_2S ont été utilisées. Les gaz sont ensuite injectés dans une boite d'humidité (dans laquelle se trouve une solution saline saturée) afin de charger l'air pollué en humidité (10%, 50% et 75%) avant qu'il soit injecté dans l'enceinte de test (Figure 2.31). Un analyseur MST Satellite est placé de manière à contrôler les concentrations de gaz dans l'enceinte de test. Les concentrations en H_2S (0,5ppm) et SO_2 (1,2ppm) sont mesurées à l'aide de cellules électrochimiques d'une précision de 0.1ppm. Les débits de gaz sont contrôlés à l'aide d'électrovannes de manière à maintenir les concentrations voulues dans l'enceinte.

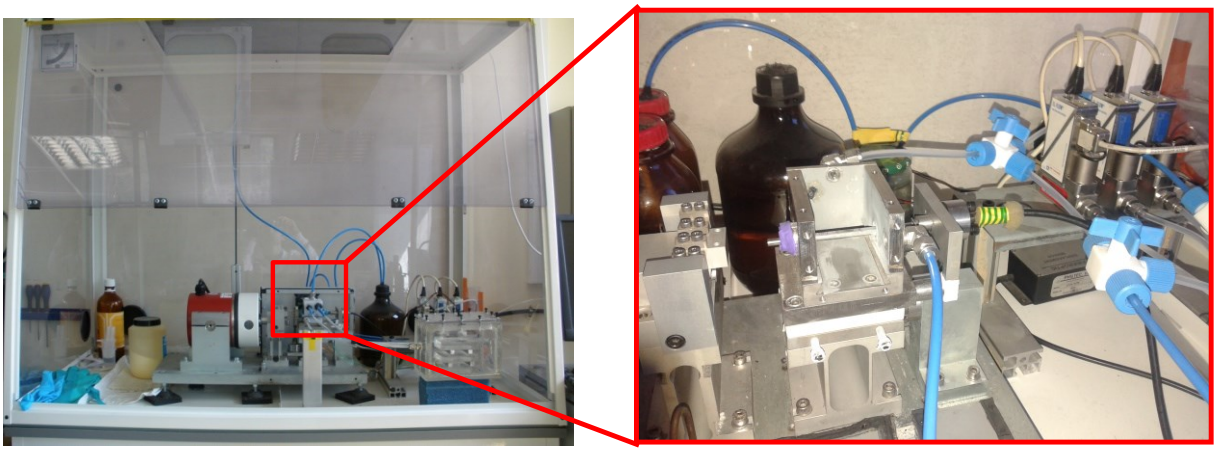


Figure 2.31: Banc d'essai fretting connectique soufre (FCS) couplant fretting et atmosphère pollué (humidité et soufre).

2.4.1.2.2. Débattement variable en amplitude (VDA)

Comme vu dans le Chapitre 1, il est important d'identifier la transition entre glissement partiel et glissement total car comme démontré par Hannel [179], le régime de glissement est un facteur clé dans l'usure du contact électrique. Pour établir la valeur d'une manière rapide, un essai à amplitude de déplacement variable (VDA) développé par Voisin et al. [180] est appliqué. Cette méthode permet la détermination de la frontière entre le glissement partiel (PS) et le glissement total (GT) en un seul test. Le principe de la méthode est présenté dans la Figure 2.32.

Au début de l'essai, une petite amplitude de déplacement (δ^*=0.5µm) est appliquée afin de s'assurer d'être en glissement partiel. L'amplitude de déplacement est augmentée progressivement par petits incréments ($\Delta\delta^*$=0.5µm). Chaque amplitude de déplacement est maintenue pendant un laps de temps suffisant (ΔN =15 000 cycles), de sorte que les conditions dynamiques dans le contact soient stabilisées. L'augmentation progressive de l'amplitude de déplacement est répétée jusqu'à ce que la valeur de l'amplitude de transition soit atteinte.

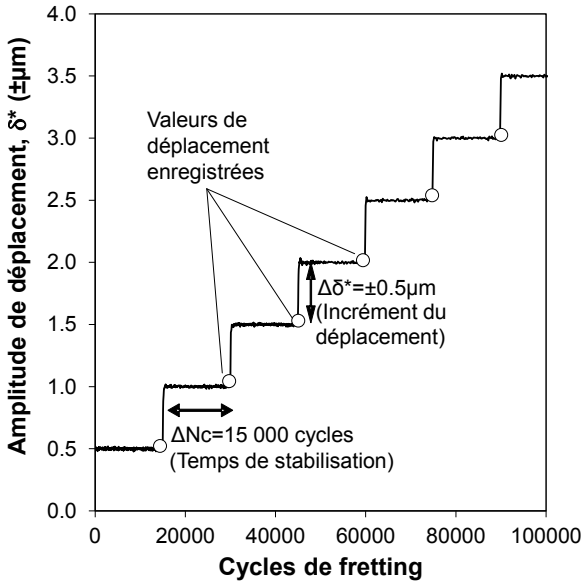


Figure 2.32: Principe de la détermination de l'amplitude de transition au-delà de laquelle une dégradation des propriétés électriques du contact est observée.

Cette valeur de transition peut être déterminée à l'aide du critère énergétique A, déterminé par Fouvry [181], qui identifie le changement de régime quand $A>A_t=0,2$. Ainsi au cours de cette étude, l'évolution du critère A est tracée en fonction du déplacement imposé comme illustré sur la Figure 2.33. Au cours de l'augmentation du déplacement, le ratio f (Q*/P) présente également une variation : dans un premier temps, il augmente linéairement, puis une discontinuité est observée à la transition caractérisant le glissement dans le contact.

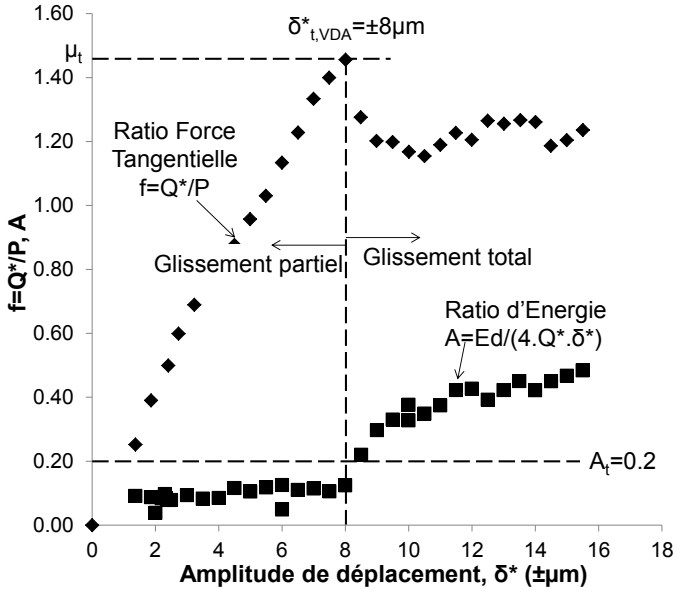


Figure 2.33: Evolution du ratio énergétique A, et de la force tangentielle en fonction du déplacement : détermination de la transition entre glissement partiel et glissement total.

Cependant, le test VDA n'intègre pas l'historique de chargement, ce qui tend à surestimer la valeur de l'amplitude de transition. Aussi, il a été montré [182] que la valeur de l'amplitude à la transition peut être définie en utilisant un terme correctif tel que:

$$\delta^*_{ilt} = \delta^*_{t,VDA} - \delta^*_{res} \quad \text{avec } \delta^*_{res} \approx 1\mu m \tag{2-15}$$

2.4.1.2.3. Couplage grand cycle/petit cycle

Afin de simuler l'impact d'un clipsage/déclipsage sur l'intégrité d'un connecteur, une étude [183] a été réalisée et a montré que l'application de grands cycles couplés à des cycles de fretting permettait d'augmenter la durée de vie d'un contact homogène Ag/Ag. Cette étude a été réalisée selon le protocole présenté sur la Figure 2.34 : un grand cycle est appliqué dès le début pour simuler le montage initial des connecteurs, puis des cycles de fretting sont appliqués selon une amplitude de glissement δ^*_g=±9µm à f=30Hz, le tout à température ambiante et avec une humidité relative de 10%. L'amplitude des grands cycles appliqués peut varier de D=±250µm à ±1 500µm avec des vitesses allant de v_{GC} =8,3µm/s à 124,5µm/s. Ensuite ces grands cycles d'amplitude D sont appliqués tous les N_{BF} (de 5 000 à 60 000 cycles de fretting) jusqu'à la rupture électrique du contact (ΔR>ΔRc=4mΩ), ce qui permet de déterminer la durée de vie du contact comme la somme des blocs de fretting appliqués, soit :

$$Nc_{f,GC} = \sum N_{BF} \tag{2-16}$$

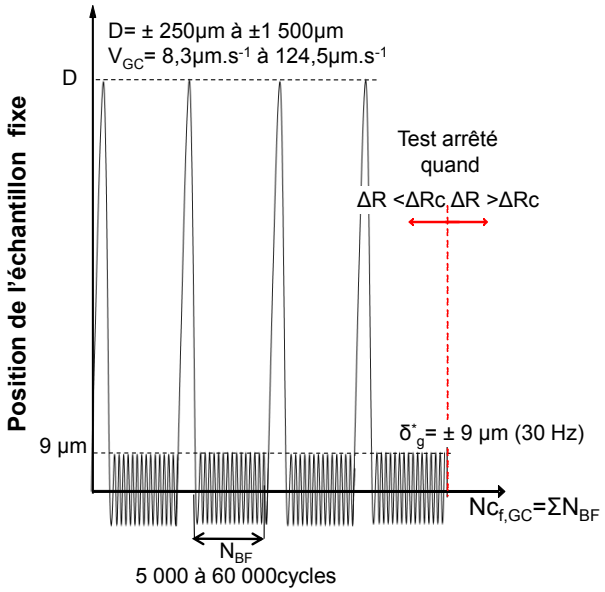


Figure 2.34: Illustration du protocole de test utilisé pour étudier l'effet des grands cycles en intermittence avec les cycles de fretting sur l'endurance du contact électrique [183].

2.4.2. Configuration des échantillons

Il existe un grand nombre de connecteurs électriques utilisés dans plusieurs domaines. De ce fait, les connecteurs ont des géométries variées et des contacts différents. Pour cela, il a été décidé de travailler sur une configuration se rapprochant de la géométrie des contacts industriels. Le contact retenu est un contact sphère/plan qui présente aussi l'avantage de s'affranchir des problèmes d'alignement dans le contact. La Figure 2.35 représente le demi-cylindre utilisé dans cette étude. De plus, afin d'obtenir un contact ponctuel caractéristique d'une configuration sphère/plan, les deux demi-cylindres sont positionnés à 90° l'un par rapport à l'autre comme illustré sur la Figure 2.35.

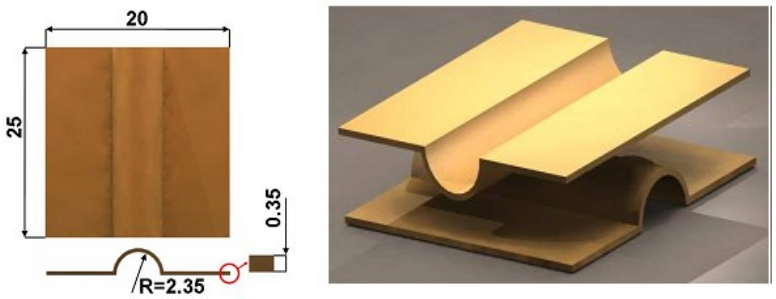


Figure 2.35: Dimensions d'un demi-cylindre et configuration du contact.

Les échantillons utilisés sont donc des demi-cylindres dont les géométries ont été optimisées pour avoir des contraintes mécaniques (aire de contact, pression maximale,…) proches du contact réel. Outre sa simplicité de mise en plan, cette configuration permet la réalisation de plusieurs essais sur un couple de barreaux croisés (≈ 30) en les décalant au fur et à mesure, longitudinalement ou transversalement. Les barreaux croisés sont en laiton **CuZn37**. Ils sont emboutis et poinçonnés à nu avant dépôt par matriçage pour éviter le processus de fissuration des revêtements lors de la mise en forme comme observé par Bordignon [76] lorsque le poinçonnage est réalisé à l'étape ultime du processus.

2.4.3. Définition de la durée de vie d'un contact et mesure de la résistance

2.4.3.1. Mesure de la Résistance Electrique de Contact (REC)

La résistance de contact est obtenue en mesurant la différence de potentiel aux bornes du contact, à courant imposé (Figure 2.36). La tension peut aussi permettre d'enregistrer les micro-coupures du circuit, ce qui est très intéressant, en particulier pour étudier la connectique embarquée. La technique généralement utilisée est la méthode dite "à quatre fils" ou "quatre points". Les fils les plus éloignés sont utilisés pour amener le courant, et les deux autres fils servent à mesurer la tension et doivent être placés le plus près possible du point de contact. La résistance électrique de la portion de circuit comprise entre les deux fils de prise de tension est obtenue en divisant la différence de potentiel mesurée par la valeur du courant. Cette méthode permet de s'affranchir de la résistance des fils de mesure. Le courant de mesure est choisi en fonction de l'application et du dispositif testé. En effet, dans le cas des mesures de bas niveau, un niveau de courant trop important peut générer des tensions élevées et conduire au perçage d'éventuels oxydes d'interface, ce qui a comme effet de modifier le système mesuré et donc les résultats.

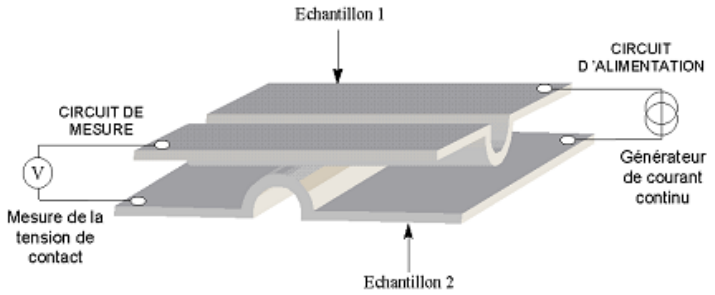


Figure 2.36: Méthode des quetre fils pour la mesure de la résistance électrique de contact.

Pour l'application de faibles courants étudiés, les échantillons sont soumis à un courant continu stabilisé **I=5 mA ± 0,2%**. La tension U est mesurée (10 V en circuit ouvert), ce qui permet de mesurer la résistance R du contact entre les deux cylindres croisés (U=RI). Le dispositif de mesure de la résistance constitué d'un amplificateur de tension et d'un microvoltmètre numérique permet d'évaluer, au travers de la carte d'acquisition numérique du poste de contrôle, une résistance électrique de l'ordre de 10^{-6} à $10^{3}\Omega$ avec une précision de ± 5%.

2.4.3.2. Définition de la durée de vie

Afin de comparer les performances entre deux contacts, constitués de revêtements différents ou soumis à des chargements différents, il est nécessaire de définir une variable de rupture. Dans le domaine de la connectique, le critère le plus pertinent est de considérer l'évolution de la résistance électrique de contact (REC). Ainsi un seuil limite de résistance correspondant à la rupture du contact électrique a été établi à **ΔRc = 4mΩ**. Cette méthode permet de déterminer la durée de vie du contact électrique Nc en fonction des chargements de fretting imposés (glissement, effort normal …). Le seuil **ΔRc=4mΩ** est associé à un seuil d'activation des micro-coupures [184]. Cette valeur seuil a été définie en partenariat avec PSA Peugeot-Citroën en fonction de la norme B217050 en vigueur. Par conséquent, une variable quantitative **Nc** d'endurance a été introduite et représente le nombre de

cycles réalisés avant que le seuil limite de résistance **ΔRc** soit atteint comme illustré sur la Figure 2.37. Après avoir atteint une valeur minimale, la résistance électrique commence à augmenter lentement au fur et à mesure que le test se poursuit. De fait, le critère de dégradation de la résistance électrique, **ΔRc=4mΩ** est une valeur relative par rapport à la valeur minimale de la résistance électrique (Figure 2.37).

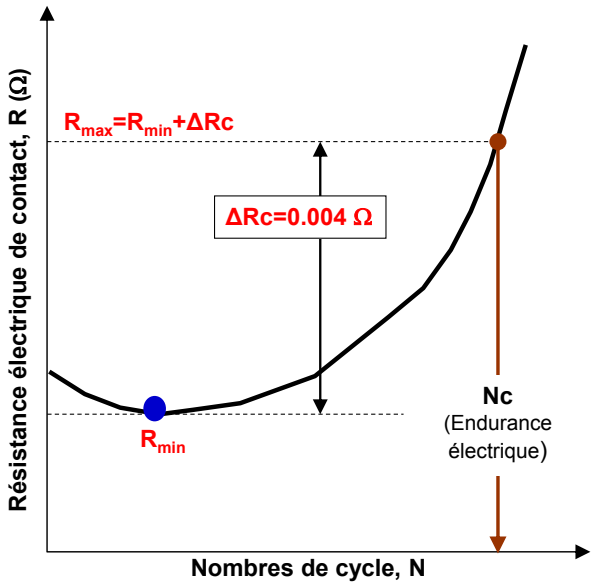


Figure 2.37: Définition de la durée de vie électrique de contact (Nc).

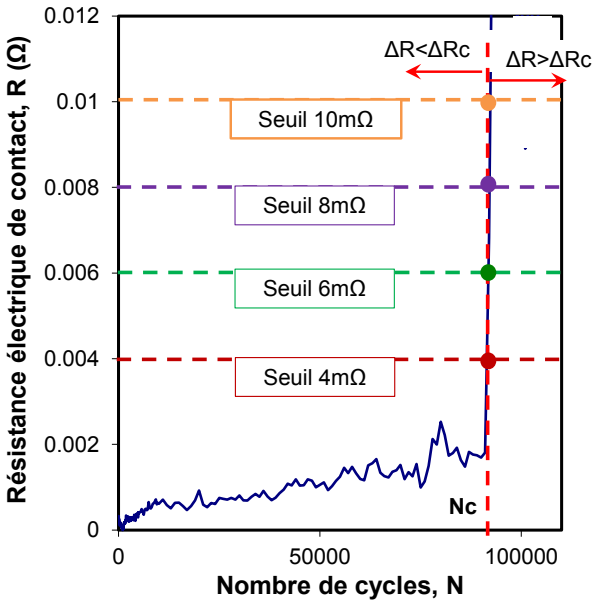


Figure 2.38: Evolution de la Résistance Electrique de Contact en fonction du nombre de cycles de fretting et des valeurs seuils de rupture électrique (ΔRc=4mΩ, 6mΩ, 8mΩ et 10mΩ).

Ce critère correspond donc à une variation seuil de la REC (ΔRc): au début d'un essai, la REC atteint une valeur minimale (R_{min}) due notamment à l'élimination des oxydes natifs présents à la surface. Les sollicitations de fretting engendrent ensuite une dégradation du contact, ce qui se traduit par une augmentation progressive de la REC. La durée de vie du contact est donc reliée à la variation relative de la REC. Cependant, il y a un intérêt non négligeable à évaluer comment la valeur de la résistance seuil ΔRc peut influencer sur la performance d'un contact électrique. Dans une étude, Laporte et al. [185] ont montré que pour le cas d'un métal noble argent, le choix de la valeur seuil de rupture électrique ne modifie pas la durée de vie du contact. Cela peut peut-être s'expliquer par l'évolution de la REC au cours d'un test (Figure 2.38) : au moment de la rupture électrique, la REC augmente brutalement ce qui diminue les écarts de durées de vie liés à la variation des critères de rupture ΔRc du moins pour un revêtement tel que l'argent pur.

Cette tendance est spécifique à un contact Ag/Ag. Dans le cas d'un contact Sn/Sn, la valeur du critère de rupture électrique va engendrer une fluctuation plus importante de la durée de vie (Nc) du contact. En effet, dans cette dernière configuration, l'évolution de la REC est progressive jusqu'à atteindre la valeur seuil de rupture électrique, et non brutale.

2.4.4. Caractérisations des endommagements

Au cours des essais de fretting-usure, l'endommagement du contact est essentiellement une dégradation de l'interface. Ainsi pour caractériser cette dégradation, plusieurs méthodes sont possibles : des méthodes visuelles, chimiques ou encore quantitatives.

2.4.4.1. Observations optiques

2.4.4.1.1. Microscope optique

Cet outil de caractérisation permet de réaliser une première observation des faciès à une macro-échelle. L'appareil utilisé est un microscope Axio Scope A.1 de la marque ZEISS équipé avec des objectifs allant du x5 au x100. L'observation de l'échantillon peut se faire au microscope, sur l'ordinateur ou les deux. A l'aide d'un logiciel adapté (AxioVision 4.8), il est possible de réaliser un certain nombre de mesures (longueur, diamètre, ...) des traces de fretting afin de calculer par la suite les aires finales de contact comme illustré sur la Figure 2.39.

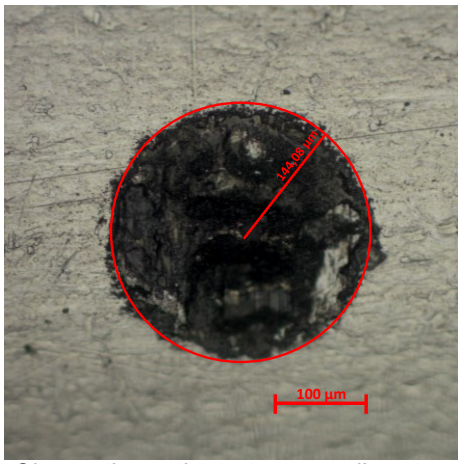


Figure 2.39: Observation optique et mesure d'une trace de fretting.

2.4.4.1.2. Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Afin de réaliser des observations plus précises des faciès d'usure, les traces de fretting sont ensuite observées à l'aide d'un MEB. L'appareil utilisé au LTDS est un MEB Tescan Vega TS 5136 XM. Cet outil de caractérisations permet d'observer les faciès d'usure à une échelle microscopique et ainsi d'obtenir une description détaillée de la trace (Figure 2.40) afin notamment de définir le type d'endommagement (abrasion, adhésion, corrosion,...) responsable de la rupture du contact électrique.

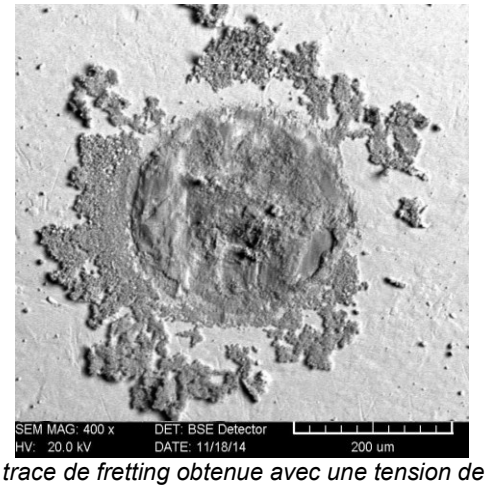


Figure 2.40: Image MEB d'une trace de fretting obtenue avec une tension de 20kV et en mode BSED (Back Scattering Electron Detector).

2.4.4.2. Analyses chimiques

En plus d'une dégradation physique, les interfaces testés peuvent être soumises à des phénomènes chimiques pouvant avoir une incidence sur la dégradation du contact et donc sur la performance de la résistance électrique de contact. Afin de caractériser cet aspect, des analyses chimiques ont été réalisées.

2.4.4.2.1. Analyse EDX

Le MEB Tescan est aussi équipé d'une sonde EDX, ce qui permet de réaliser des analyses chimiques des traces de fretting. Les analyses sont obtenues à l'aide du logiciel Esprit 1.8.7. Le dispositif permet d'obtenir plusieurs types d'analyses : des cartographies chimiques, des profils de concentrations ou encore des quantifications. L'analyse des faciès d'usure par EDX permet avant tout d'identifier les éléments présents dans l'interface avec une profondeur d'analyse d'environ 1µm.

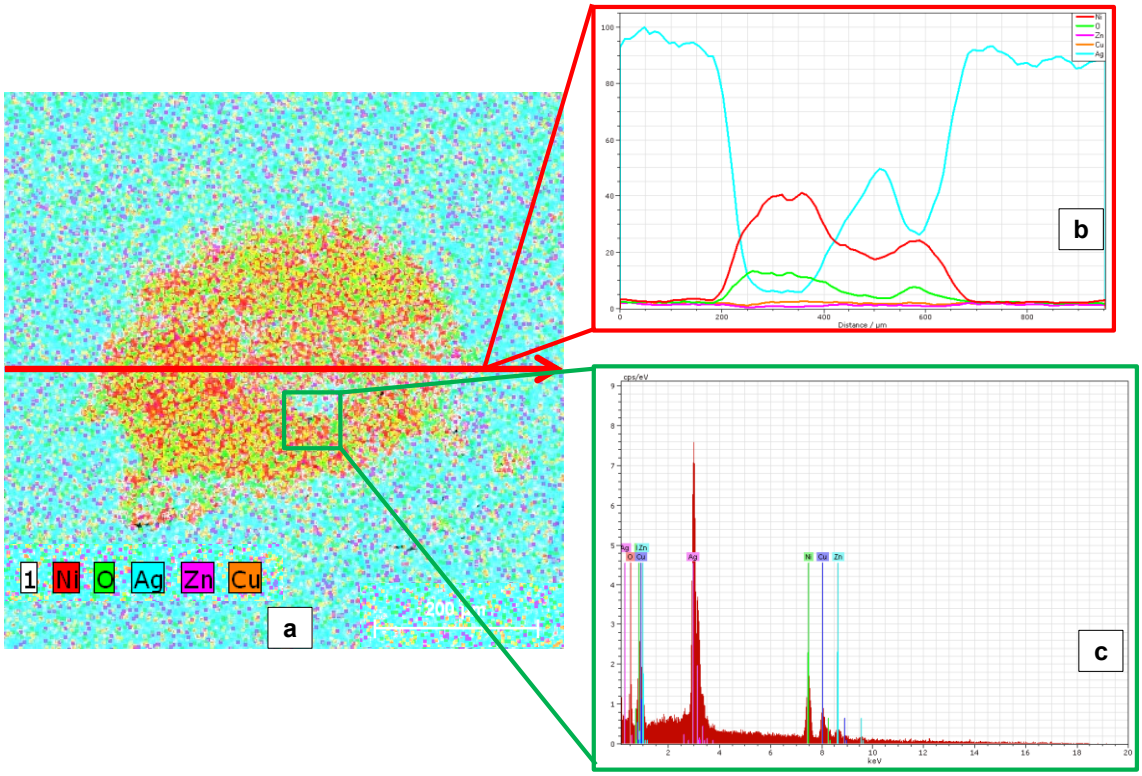


Figure 2.41: Analyses chimiques réalisées à l'aide de la sonde EDX installée sur le MEB TESCAN :a) cartographie du faciès d'usure ; b) profil de concentrations de la trace de fretting et c) quantification d'une zone analysée.

2.4.4.2.2. Analyse RAMAN

L'inconvénient des analyses EDX est qu'elles permettent seulement d'identifier les éléments chimiques présents dans l'interface et non les composés formés. Or ces composés (oxydes,…) peuvent être responsables de la dégradation de la résistance électrique ou au contraire avoir des propriétés lubrifiantes. Afin de les identifier, un autre outil de caractérisations a été utilisé : un micro-raman HORIBA équipé du logiciel LabSpec 5 qui constitue une technique d'analyse non destructive en général et qui va renseigner sur la nature chimique de la molécule. En ce qui concerne la profondeur d'analyse, elle dépend de la pénétration du laser dans l'échantillon. En effet, plus la longueur d'onde du laser est grande, plus le laser va pénétrer dans l'échantillon.

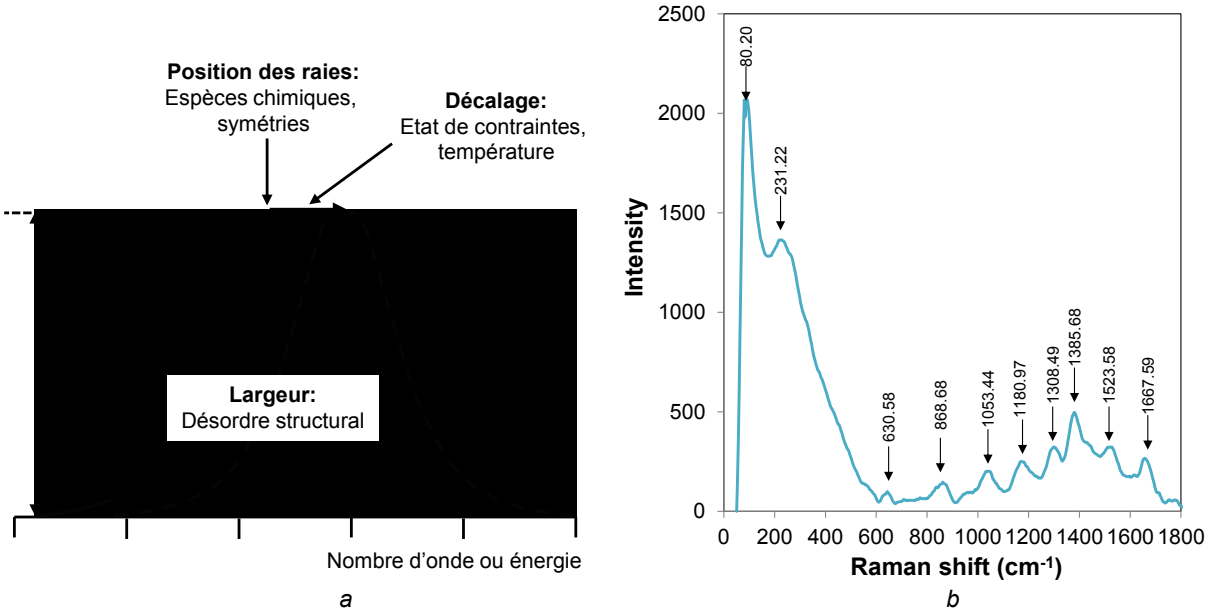


Figure 2.42: Informations qualitatives et quantitatives fournies par : a) une raie RAMAN et b) un spectre RAMAN.

Comme illustré sur la Figure 2.42, de nombreuses informations peuvent être extraites d'un spectre Raman :

- ✓ La position des raies renseigne sur les espèces chimiques en présence dans l'échantillon.
- ✓ La largeur des pics à mi-hauteur fournit des informations sur la structure de l'échantillon.
- ✓ L'intensité d'un pic peut être reliée à la concentration de l'espèce.
- ✓ Le déplacement des pics est fonction de l'état de contrainte et/ou de la température.

2.4.4.3. Analyse de l'usure

Les endommagements causés par les sollicitations de fretting sont le plus souvent assimilés à de l'usure. Aussi, il est intéressant de quantifier cette usure en déterminant les profondeurs d'usure ou encore les volumes usés. Pour cela, les traces de fretting ont été scannées à l'aide d'un profilomètre interférométrique 3D (VEECO) et analysées par le logiciel Wyko Vision 4 qui permet par le biais de filtre d'analyse de calculer les profils d'usure. Les mesures ont été réalisées après un nettoyage à l'éthanol aux ultrasons (15 minutes) afin d'éliminer tous les débris formés.

Ainsi, le volume usé total d'une trace de fretting est calculé en faisant la somme des volumes usés obtenus sur l'échantillon supérieur (V_s) et sur l'échantillon inférieur (V_i):

$$V = V_s + V_i \tag{2-17}$$

Néanmoins, comme illustré sur la Figure 2.43, les analyses montrent l'existence aussi bien de volume négatif ($V_{(-)}$), caractérisant l'enlèvement de matière, que de volume positif ($V_{(+)}$), pouvant être dû à des déformations plastiques, du collage de débris ou à un transfert de matière. Ainsi, le volume usé d'un échantillon peut être estimé en tenant compte de ces volumes par la formule suivante :

$$V_s \text{ ou } V_i = V_{(-)} - V_{(+)} \tag{2-18}$$

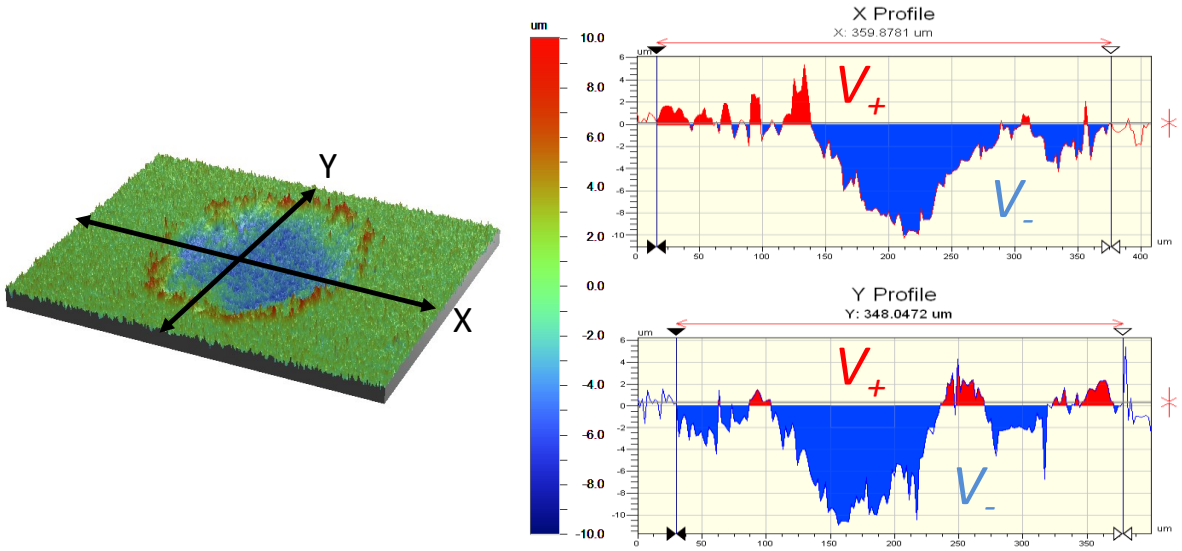


Figure 2.43: Présentation d'un profil 3D ainsi que des volumes positif ($V_{(+)}$) et négatif ($V_{(-)}$) [186].

2.5. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter les éléments essentiels utilisés dans cette étude aussi bien dans l'élaboration que dans la caractérisation des matériaux ou encore dans les méthodes expérimentales.

Dans la première partie, les procédés de dépôt utilisés pour réaliser les matériaux testés ont été présentés afin de mieux comprendre la complexité de l'élaboration de revêtements. Dans cette étude, deux techniques ont été utilisées : l'électrodéposition et le dépôt sous vide.

Dans une deuxième partie, une description complète des matériaux a été réalisée. Cette partie a donc permis de présenter les propriétés des matériaux couramment utilisés en connectique à l'heure actuelle mais aussi celles des matériaux spécialement élaborés pour le projet. Ces propriétés ont pu être identifiées à l'aide de recherches bibliographiques ou suite à des analyses de caractérisations. Pour cela, plusieurs techniques d'analyses ont été utilisées : le profilomètre 2D/3D à interférométrie afin de déterminer la rugosité des surfaces et l'épaisseur des dépôts PVD, des analyses fluorescence X pour déterminer l'épaisseur des dépôts électrolytiques et un nanoindenteur pour caractériser les propriétés mécaniques.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre décrit l'ensemble du dispositif expérimental utilisé ainsi que les techniques d'analyse utilisées pour caractériser l'endommagement dans les contacts. En ce qui concerne le post-traitement, plusieurs analyses ont été utilisées pour caractériser les faciès d'endommagement : optique, chimique et profilomètrique.

- Chapitre 3 -

ETUDES COMPLEXES D'UN DEPOT AG

Sommaire

3.1. INTRODUCTION 81
3.2. CARACTERISATIONS DE LA DEGRADATION ELECTRIQUE DE CONTACT 81
3.2.1. Quantification de l'usure à la rupture électrique 83
3.2.2. Critère de concentration à la rupture électrique 85
3.2.3. Composition chimique de la trace de fretting à la rupture électrique 87
3.3. PREDICTION DE LA RUPTURE ELECTRIQUE PAR UNE APPROCHE ENERGETIQUE 89
3.3.1. Introduction à l'approche énergétique de frottement 89
3.3.2. Mise en place d'une approche énergétique 90
3.3.2.1. Intégration de l'extension de la surface usée 90
3.3.2.2. Influence de la force normale sur l'aire de contact 93
3.3.3. Développement d'une expression explicite 95
3.3.3.1. Les paramètres de chargement 95
3.3.3.2. Influence de l'épaisseur de dépôt 95
3.4. EFFET DES PETITS CYCLES/GRANDS CYCLES SUR L'ENDURANCE DU CONTACT 97
3.4.1. Modèle analytique d'un contact soumis à des petits cycles/grands cycles 98
3.4.2. Variation des paramètres de clipsage/déclipsage 100
3.4.2.1. Influence de la vitesse des grands cycles 100
3.4.2.2. Influence de l'amplitude des grands cycles 103
3.4.3. Modélisation de l'endurance du contact électrique 106
3.4.3.1. Estimation du volume d'argent impliqué dans l'endommagement du contact 106
3.4.3.2. Prédiction de l'endurance d'un contact mixte fretting/grand glissement 109
3.5. ETUDE D'UN CONTACT SOUMIS A UNE ATMOSPHERE CORROSIVE 114
3.5.1. Influence de l'humidité relative 114
3.5.2. Influence d'un environnement pollué 117
3.5.2.1. Impact d'une atmosphère soufrée 117
3.5.2.2. Influence de l'humidité sur une atmosphère soufrée 119
3.6. CONCLUSION 121

3.1. Introduction

L'utilisation de l'argent dans les connecteurs électriques s'est peu à peu généralisée comme alternative au dépôt d'or. Cette utilisation de l'argent par les industriels a été possible suite à de nombreuses études [111], [182], [187] qui ont permis de caractériser le dépôt d'argent en sollicitations simples de fretting-usure. Perrinet et al. [188] ont introduit les notions d'approche énergétique et de grands glissements pour caractériser la rupture électrique d'un contact homogène argent. Dans ce chapitre, le comportement tribologique du dépôt argent sera étudié de manière plus approfondie. Pour cela, des essais et des caractérisations plus poussées ont été réalisés.

Dans une première partie, des critères seront développés pour caractériser et prédire la rupture de la résistance électrique de contact. Ces critères seront établis grâce à l'étude de l'usure du contact et de l'évolution des concentrations chimiques dans le contact.

Dans une deuxième partie, le comportement du dépôt argent soumis à des sollicitations plus complexes sera étudié afin d'identifier une loi maitresse permettant de prédire la rupture de la résistance électrique de contact quelles que soient les combinaisons de chargement de fretting imposées. Pour cela, une corrélation entre la densité d'énergie dissipée totale, l'extension de l'aire de contact, la charge normale ou encore l'épaisseur de dépôt sera établie.

Dans une troisième partie, l'influence de l'application de grands cycles sur un dépôt argent durant une sollicitation en fretting sera étudiée. L'objectif de cette partie est de permettre d'identifier l'impact de l'amplitude du grand cycle sur la performance de la résistance électrique de contact. Les notions de vitesse et d'énergie dissipée seront également abordées pour mieux comprendre le comportement du dépôt argent.

Enfin les dépôts argent étant sensibles aux éléments soufrés, la quatrième partie de ce chapitre porte sur une étude couplant sollicitations en fretting-usure et atmosphère corrosive. Pour cela, des gaz dopés en H_2S et SO_2 ont été injectés au cours d'un essai de fretting en faisant varier l'humidité relative (10%, 50% et 75%) du milieu. Cette étude a permis de voir l'effet d'une atmosphère polluée et saturée en humidité.

3.2. Caractérisations de la dégradation électrique de contact

Avant de développer l'analyse de la réponse d'un contact électrique soumis à des sollicitations de fretting une présentation détaillée de la méthodologie mise en œuvre au sein du LTDS sera réalisée. Le paramètre le plus important contrôlant la résistance électrique de contact est l'amplitude de débattement générée au niveau du contact. Les approches classiques consistent à imposer une amplitude de débattement mesurée à l'aide d'un capteur situé à une certaine distance (δ^*). Cependant, en raison de la complaisance tangentielle du montage, l'amplitude de débattement ainsi mesurée est très différente de celle effective au sein du contact (δ^*_c). En effet, une partie importante du débattement est accommodée par la déformation du montage (δ^*_s). Ainsi, il est possible de poser :

$$\delta^* = \delta_c^* + \delta_s^* \tag{3-1}$$

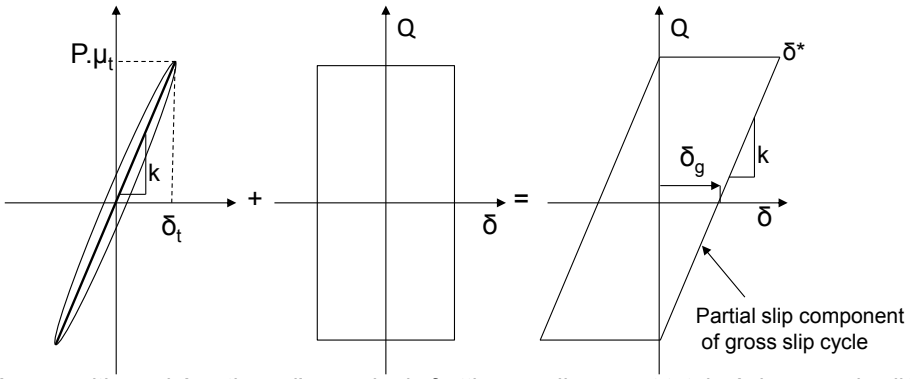


Figure 3.1 : Décomposition schématique d'un cycle de fretting en glissement total: régime quasi collé et cycle de fretting en glissement, définition du paramètre k (mesure la compléance du sytème) et δ_t (déplacement à la transition entre GS et GT).

Pour limiter cet effet, l'ouverture de cycle de fretting mesurée lorsque la force tangentielle est nulle est considérée. En effet, lorsque la force tangentielle transmise dans le contact est nulle, il n'y a plus de déformation du montage. Ainsi, en considérant δ_g (Q=0), il est possible de comparer les résultats entre les différents essais mécaniques. Ainsi, une première approximation donne :

$$\delta_c^* = \delta_g^* \tag{3-2}$$

La détermination de δ^*_g est plus compliquée que la mesure directe de l'amplitude de débattement (δ^*). Il est cependant possible de la déterminer de façon simple en soustrayant à la valeur δ^*, l'amplitude mesurée à la transition entre glissement partiel et glissement total :

$$\delta_g^* = \delta^* - \delta_t^* \tag{3-3}$$

Cependant, il est observé que le coefficient de frottement en régime de glissement total est sensiblement différent de celui mesuré à la transition. Pour tenir compte de cette fluctuation, la valeur δ_t est corrigée du ratio μ/μ_t, soit :

$$\delta_g^* = \delta^* - \frac{\mu}{\mu_t}.\delta_t^* \tag{3-4}$$

avec μ le coefficient de frottement mesuré en glissement total et μ_t la valeur du coefficient de frottement établi à la transition.

Pour quantifier la réponse du contact électrique en fonction de l'amplitude de glissement imposée, l'évolution du nombre de cycles associé à l'endurance électrique Nc (ΔR>ΔRc=4mΩ) est tracée en fonction de δ^*_g.

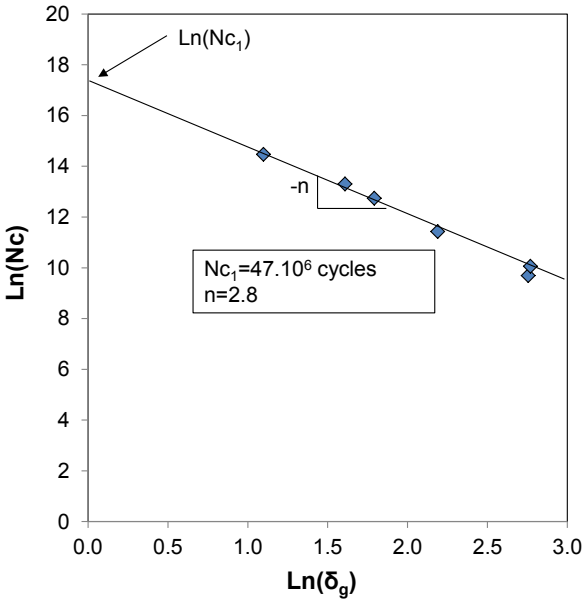


Figure 3.2 : Analyse ln-ln de la performance électrique en fonction de l'amplitude de glissement (Ag/Ag, e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et HR=10%).

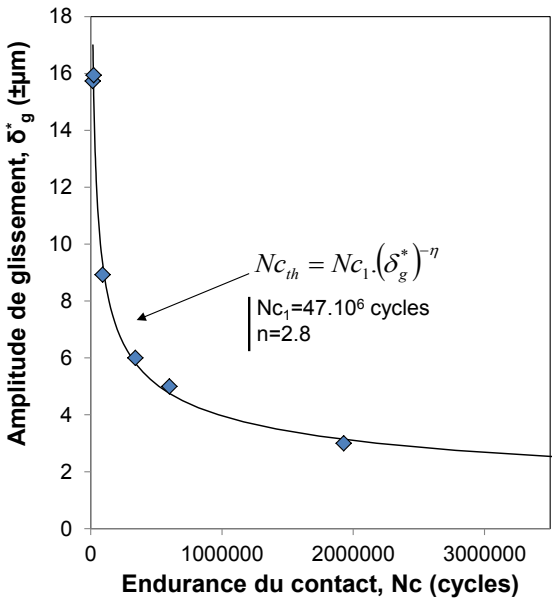


Figure 3.3 : Courbe d'endurance du contact Ag/Ag soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et HR=10%) : Endurance du contact (Nc) en fonction de l'amplitude de glissement (δ^*_g).

Différents travaux ont montré une décroissance asymptotique de la durée de vie avec l'amplitude de glissement imposée [12], [114], [182]. Ainsi, il a été montré que la durée de vie électrique peut être exprimée par une fonction puissance telle que :

$$Nc = Nc_1 \times \left(\delta_g^*\right)^{-\eta} \tag{3-5}$$

avec Nc_1 la durée de vie pour δ^*_g=±1µm et η l'exposant décrivant la réduction de la durée de vie électrique avec l'amplitude de glissement imposée.

L'objectif de cette partie sera donc de suivre et de quantifier l'évolution de la dégradation de la résistance électrique, d'une part, grâce aux volumes usés de l'interface et d'autre part, à travers l'évolution des concentrations des éléments chimiques dans la zone de fretting. Dans ses travaux de recherche, Laporte et al. [185] ont montré que, quelle que soit l'amplitude de glissement (δ^*_g) imposée, les traces de fretting à la rupture électrique avaient les mêmes compositions chimiques. Il a donc été décidé d'étudier de manière plus approfondie une unique amplitude de glissement (δ^*_g=±9µm) pour caractériser la dégradation de la résistance électrique. Au cours de cette étude, l'ensemble des essais ont été réalisés par test CDA (constant displacement amplitude) avec pour paramètres de chargement (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, δ^*_g=±9µm).

3.2.1. Quantification de l'usure à la rupture électrique

En faisant l'hypothèse que la performance d'un contact Ag/Ag est contrôlée par la cinétique d'usure de la couche superficielle d'argent, des essais interrompus ont été réalisés pour déterminer cette vitesse d'usure. Le principe consiste à réaliser plusieurs tests avec les mêmes paramètres de chargement (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, δ^*_g=±9µm) mais en faisant varier les cycles de fretting imposés comme illustré sur la Figure 3.4.

Pour quantifier l'extension de l'usure par fretting, des profils 3D ont été réalisés afin de déterminer le volume total usé (V) du contact suivant le protocole présenté dans le paragraphe 2.4.4.3. Le volume d'usure total a été déterminé pour chaque essai interrompu afin de suivre l'évolution de l'extension du volume usé jusqu'à la rupture électrique. La Figure 3.5 montre une évolution linéaire, ce qui permet de

quantifier la cinétique d'usure et d'établir un taux d'usure valant K_N=2,49µm^3/cycle et un volume d'usure seuil à la rupture électrique valant V_{Nc}=230 000µm^3.

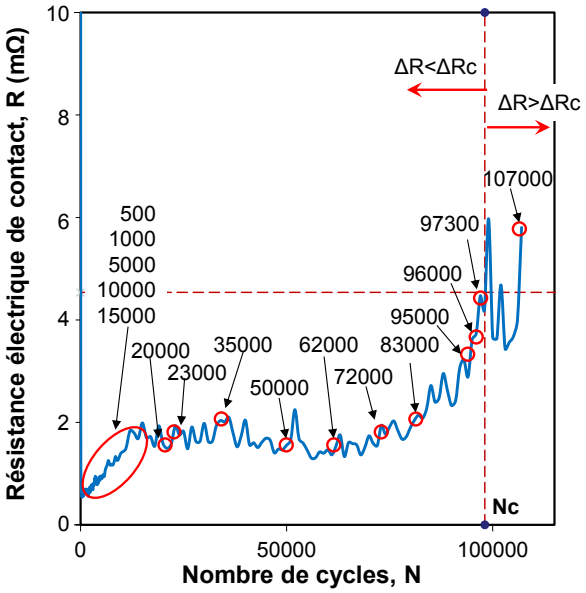


Figure 3.4: Evolution de la résistance (R) en fonction des cycles de fretting (N) et cycles de fretting imposés pour les essais interrompus (e_{Ag}=2µm, δ^*_g= ± 9 µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

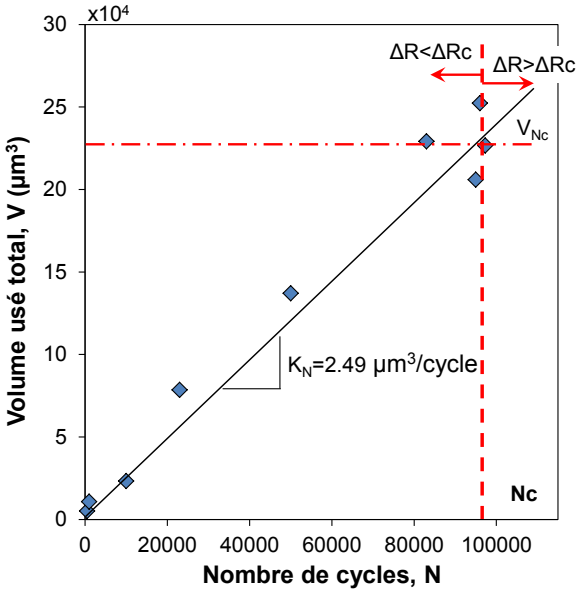


Figure 3.5: Evolution du volume d'usure total (V) du contact Ag/Ag (e_{Ag} =2µm, δ^*_g= ± 9 µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz) en fonction du nombre de cycles (N) (W=2,29µm^3/cycle and V_{Nc} =230 000µm^3).

Puisqu'il a été fait l'hypothèse que la rupture électrique se produit quand tout le métal noble est éliminé de la trace de fretting, il est alors possible de déterminer un volume d'usure théorique (Figure 3.6) représentant la quantité d'argent consommée:

$$V_{th} = 2.A_f.e_{Ag} \tag{3-6}$$

où A_f est l'aire de contact finale et e_{Ag} l'épaisseur du dépôt argent.

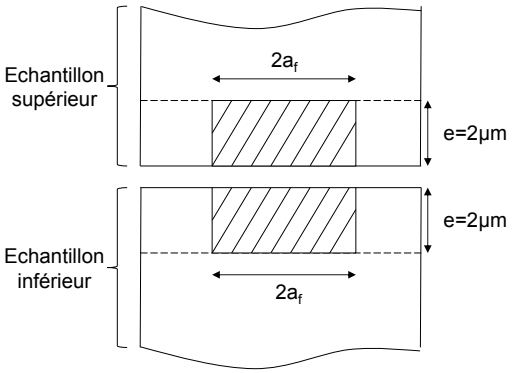


Figure 3.6: Représentation schématique de la zone de fretting permettant de définir le volume théorique d'argent consommé à la rupture électrique en fonction de l'aire de contact finale (A_f =π.a_f²) et de l'épaisseur de dépôt (e_{Ag}).

En considérant un essai dont la rupture électrique a lieu à Nc=97 500 cycles avec des conditions de test fixes (P=3N, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, δ^*_g=±9µm et e_{Ag}=2µm), l'analyse de la trace a permis d'obtenir une aire de contact finale de A_f = 97 200 µm² (A_f =π.a_f² avec a_f =176µm), ce qui implique un volume d'usure théorique V_{th}= 389 000 µm^3. Si le volume usé théorique (V_{th}) est comparé au volume usé obtenu expérimentalement (V_{Nc}), le résultat montre qu'à la rupture électrique (ΔR>ΔRc),

$$V_{Nc} < V_{th} \text{ avec } V_{Nc} \approx 0{,}6.V_{th} \tag{3-7}$$

Ce résultat suggère que la rupture électrique est atteinte avant que tout l'argent disponible dans le contact soit consommé. Ainsi, l'affirmation courante, selon laquelle la rupture électrique a lieu seulement quand tout l'élément noble de l'interface est usé, doit être considéré avec précaution. Après cette analyse, la rupture électrique semble avoir lieu quand moins de 60% du volume total d'argent disponible dans le contact est éliminé. Cependant, cette analyse est basée sur des mesures de volume usé très perturbées par des phénomènes de transferts. Pour obtenir une description plus fiable, cette analyse a été complétée par une étude plus poussée : analyse chimique EDX.

3.2.2. Critère de concentration à la rupture électrique

Afin de mieux interpréter l'analyse précédente du volume usé à la rupture électrique, des analyses chimiques EDX ont été réalisées sur les traces de fretting. Pour cela, un diamètre d'analyse (d) a été fixé et correspond à 20% du diamètre final de la trace de fretting, tel que d=0,2x$Ø_f$. Ces analyses chimiques ont été réalisées sur les deux échantillons en contact (l'échantillon supérieur et l'échantillon inférieur) puis une moyenne des concentrations a été considérée.

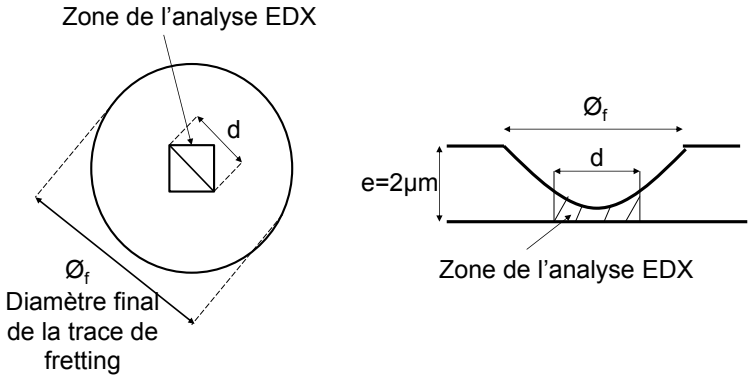


Figure 3.7: Représentation schématique de l'analyse EDX d'une trace de fretting; définition du diamètre (d) d'analyse EDX [185].

Cette méthode a été appliquée pour chaque essai interrompu (Figure 3.4, e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C, HR=10% et δ^*_g=±9µm) dans le but de suivre l'évolution de la composition chimique du contact en fonction du nombre de cycles appliqués et en fonction de la résistance électrique de contact (Figure 3.8).

Cette étude a montré que la concentration en argent décroit asymptotiquement vers zéro. Au contraire, les concentrations en oxygène et en cuivre augmentent au cours de l'essai tout comme la résistance électrique de contact. Enfin, une évolution non-monotone a été observée pour la concentration en nickel. En effet, celle-ci augmente au début des sollicitations, due à l'élimination de la couche d'argent, ce qui permet d'exposer la sous-couche de nickel. Ensuite la concentration en nickel diminue puisque la sous-couche est ensuite usée.

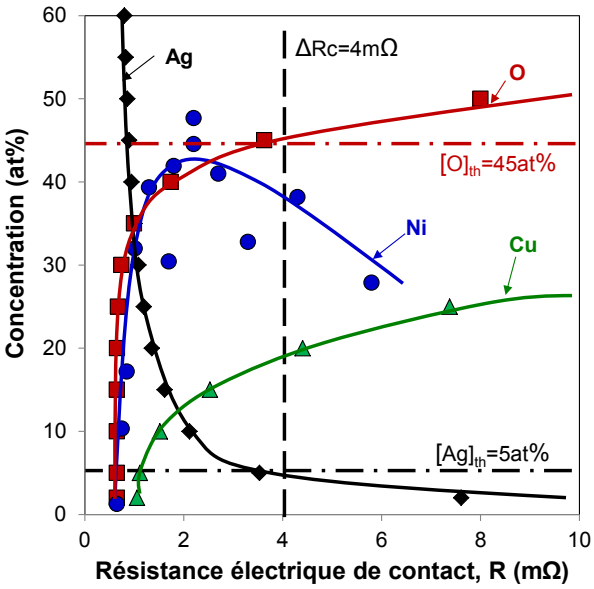


Figure 3.8: Evolution de la résistance électrique de contact (REC) en fonction des concentrations en Ag, O, Cu et Ni dans le contact jusqu'à la rupture électrique (e_{Ag} =2µm, δ^*_g= ±9 µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C et f=30Hz).

A l'exception de l'élément nickel, il est possible de quantifier l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction de l'évolution des concentrations dans le contact, en utilisant des expressions simples. Ainsi, la variation de la résistance électrique de contact peut être simplement reliée à une loi puissance fonction de la concentration atomique (at%) en argent [185]:

$$R = R_{0,[Ag]}.[Ag]^{m_{[Ag]}} \tag{3-8}$$

avec $R_{0,[Ag]}$=8,43mΩ et $m_{[Ag]}$=-0,584.

Des expressions équivalentes peuvent être déterminées pour quantifier l'influence des concentrations en cuivre et en oxygène sur la résistance électrique de contact [185]:

$$R = R_{0,[O]}.[O]^{m_{[O]}} + R_{res,[O]} \tag{3-9}$$

$$R = R_{0,[Cu]}.[Cu]^{m_{[Cu]}} + R_{res,[Cu]} \tag{3-10}$$

avec $R_{0,[O]}=2.10^{-14}$mΩ, $R_{res,[O]}$=0,65mΩ, $m_{[O]}$=8,6 et $R_{0,[Cu]}=6,7.10^{-4}$mΩ, $R_{res,[Cu]}$=0,65mΩ, $m_{[Cu]}$=2,84

L'évolution progressive des concentrations en oxygène et en cuivre suggère que la rupture électrique n'est pas seulement contrôlée par l'usure de la couche d'argent, mais aussi par la formation et l'emprisonnement d'oxydes isolants dans le troisième corps. Cela confirme l'hypothèse émise lors de l'analyse des volumes usés à la rupture électrique (V_{Nc} ≈ 0,6xV_{th}) selon laquelle la rupture électrique a lieu bien avant que tout l'argent disponible dans l'interface ne soit éliminé. Cela suggère donc que la rupture électrique aura lieu quand la majorité de l'interface sera constituée par des oxydes de cuivre et de nickel, ce qui implique aussi une valeur seuil en oxygène déterminée à 45at%. De plus, quelle que soit l'amplitude de glissement (δ^*_g), les analyses à la rupture électrique (Nc) ont montré que la rupture électrique se produisait systématiquement quand la concentration en oxygène atteignait 45±5at% et que la concentration en argent décroissait en dessous de 5±3,5at%. Cela permet donc de compléter le critère caractérisant la rupture électrique [185]:

$$\text{Nc } (\Delta R>4m\Omega) \text{ quand } [Ag]_{d=0.2\emptyset f} < [Ag]_{th} \approx 5at\% \tag{3-11}$$

$$\text{et } [O]_{d=0.2\emptyset f} > [O]_{th} \approx 45at\% \tag{3-12}$$

3.2.3. Composition chimique de la trace de fretting à la rupture électrique

L'étude précédente a démontré une corrélation entre la composition chimique de l'interface et l'évolution de la résistance électrique de contact. Maintenant, il est intéressant de se demander si cette corrélation est dépendante ou non du diamètre d'analyse EDX. Pour répondre à cette question, plusieurs analyses ont été réalisées à la rupture électrique (ΔRc=4mΩ), pour différentes amplitudes de glissement (δ^*_g=±5µm, ±9µm et ±14,64µm) tout en maintenant constants les autres paramètres de chargement (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et HR=10%). Chaque trace de fretting, aussi bien de l'échantillon supérieur que de l'échantillon inférieur, a été analysée en faisant varier le diamètre d'analyse EDX de d/$Ø_f$=0 (analyse ponctuelle) à d/$Ø_f$=1 (analyse de la trace entière). La Figure 3.9 trace la concentration chimique des éléments en fonction du diamètre d'analyse chimique.

Les concentrations en argent et en nickel affichent une croissance quasi linéaire avec d, alors que la concentration en cuivre montre une décroissance symétrique. Ces résultats suggèrent que l'élimination de l'argent et du nickel est maximale au centre du contact, alors qu'elle reste plus faible sur les bords de la trace de fretting. En ce qui concerne la concentration en cuivre, celle-ci est maximale au centre où le processus d'usure est plus important, ce qui permet d'atteindre le substrat. Les bords latéraux de la trace étant moins usés, les concentrations en cuivre sur les parties extérieures du contact sont plus faibles.

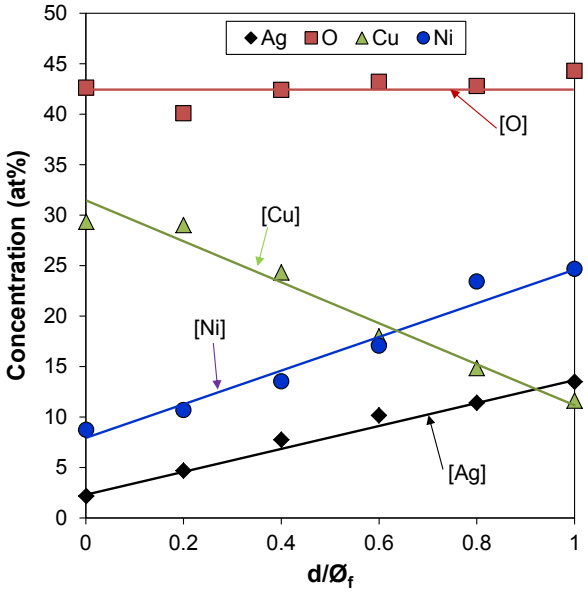


Figure 3.9: Evolution des concentrations en Ag, O, Cu et Ni (at%) en fonction du diamètre relatif d'analyse EDX (d/$Ø_f$).

Dans cette analyse, seule la concentration en oxygène présente une évolution particulière. En effet, celle-ci reste presque constante et ne semble pas être affectée par le diamètre d'analyse EDX (d). Ainsi, l'utilisation de concentration seuil pour caractériser la rupture électrique doit être bien définie puisqu'au contraire de la concentration seuil en oxygène $[O]_{th}$ qui reste constante, la concentration seuil en argent $[Ag]_{th}$ dépend fortement du domaine de l'analyse chimique considéré (d/$Ø_f$).

Cette étude montre que l'utilisation d'un seuil en oxygène pour décrire la rupture électrique est probablement plus pertinente et stable que le précédent critère tenant compte du seuil en argent. Cela suggère que, comme pour les dépôts non nobles tels que l'étain [13], la rupture électrique a lieu quand une couche homogène de débris oxydés est piégée dans le contact. Il est donc possible de redéfinir un critère plus pertinent pour caractériser la rupture électrique, tel que :

$$\text{Pour tout } d \leqslant Ø_f, \text{ Nc } (\Delta R>4m\Omega) \text{ quand } [O]>[O]_{th}\approx 43at\% \qquad (3\text{-}13)$$

L'existence d'une couche homogène de débris oxydés peut être observée si les profils de concentrations en argent, nickel, oxygène et cuivre sont tracés le long de l'axe médian de glissement pour un essai arrêté juste avant la rupture électrique (Figure 3.10). Les profils de concentrations obtenues suivent bien l'évolution définie précédemment (Figure 3.9). Pour ce qui est du profil de concentration en oxygène, celui-ci reste constant dans toute la trace entre 40at% and 30at%. Le profil d'usure peut donc être reconstitué à partir de l'évolution des profils de concentration précédents. Cependant, il est à noter que la profondeur d'analyse de l'EDX, d'environ 1µm, tend à décaler la résolution du profil.

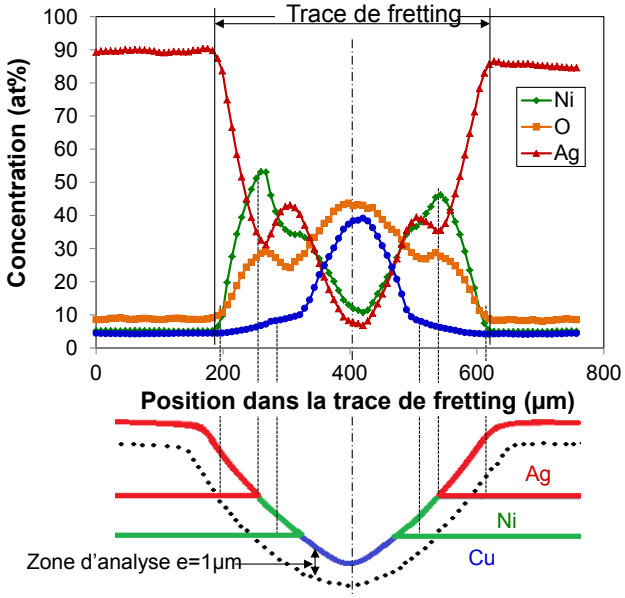


Figure 3.10: Profils de concentration (at%) en Ag, O, Ni et Cu dans une trace de fretting (e_{Ag} =2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, δ^*_g=±9µm et Nc=97 500 cycles).

La Figure 3.11 reprend le profil de concentration de l'argent et montre une évolution surprenante en « vague » du profil de concentration en argent dans la trace, alors qu'une courbe en « U » serait attendue. Cette différence peut être expliquée par le fait que le contact Ag/Ag forme une interface plus douce (moins dure), ce qui induit des transferts métalliques et un 3ème corps constitué d'éléments mixés qui recouvre la trace de fretting.

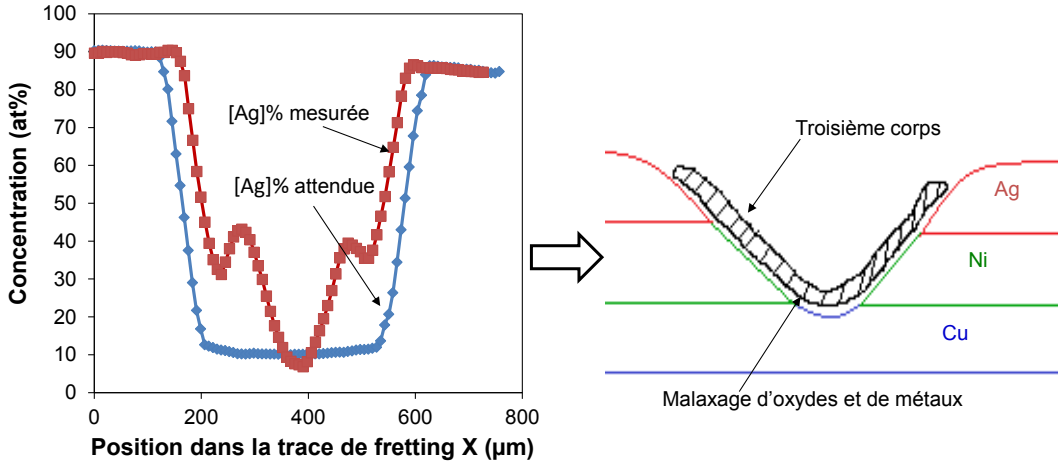


Figure 3.11: Profils de concentration en argent attendu et mesuré: composition chimique du contact.

3.3. Prédiction de la rupture électrique par une approche énergétique

Dans la précédente partie, l'étude des volumes usés et des concentrations des éléments dans l'interface ont montré que la rupture du contact électrique d'un contact argent était liée à l'élimination du métal noble conducteur mais aussi à la formation d'un lit d'oxydes homogène dans l'interface. Comme évoqué dans le paragraphe 1.3.2.3, au cours du frottement, l'énergie de frottement générée dans l'interface va se dissiper et va être consommée dans différents processus tels que la formation d'un troisième corps (usure, formation de débris), les réactions physico-chimiques (oxydation) ou encore les transformations de la matière (plastification). L'énergie dissipée étant une variable quantifiable, il parait donc plus facile de travailler avec cette grandeur pour caractériser la rupture électrique d'un contact argent. L'objectif de cette partie est donc d'utiliser une approche énergique pour caractériser mais surtout établir une loi générale permettant de prédire la rupture électrique du contact en fonction des paramètres de chargement imposés. La mise en place de cette équation a été réalisée par étape en tenant compte de l'ensemble des paramètres (amplitudes en glissement total ($\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16 µm), forces normales (1N$\leqslant$P$\leqslant$6N) et épaisseur (1,7$\leqslant e_{Ag} \leqslant$4,8µm)) et des phénomènes pouvant entrainer et caractériser une dégradation de la résistance électrique de contact. Pour formaliser ces conditions de chargement complexes, une approche sur la densité d'énergie locale est appliquée.

3.3.1. Introduction à l'approche énergétique de frottement

Dans ces travaux, Perrinet [188] a montré qu'à une amplitude de glissement constante, l'application d'une charge croissante entraine une augmentation du frottement dissipé, accélérant donc l'usure et réduisant la durée de vie (Figure 3.12). De plus, pour chaque force normale appliquée (P=1N, 2N, 3N, 4N, 5N et 6N), une courbe d'endurance peut être formalisée par une loi puissance introduite par Fouvry et al. [12]. Cependant, pour chaque condition de force normale, il faut considérer différents coefficients Nc_1 et η. Compte tenu de ce résultat, il parait évident que l'utilisation d'une approche énergétique est la solution la plus simple pour obtenir une loi maitresse.

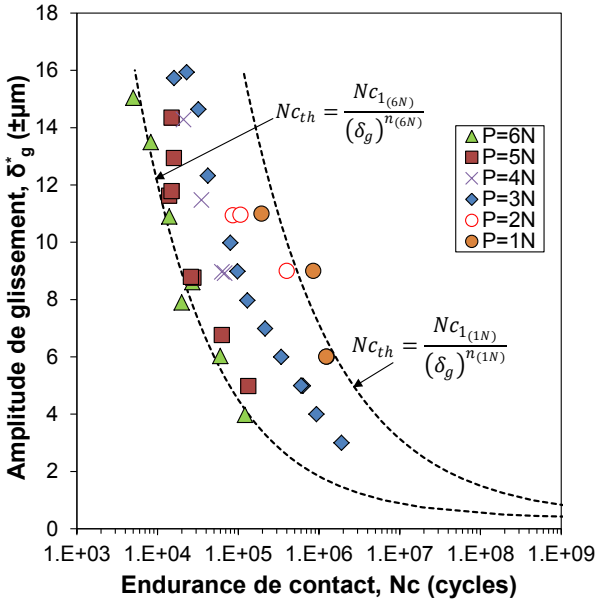


Figure 3.12: Comparaison expérimentale des durées de vie des contacts électriques (Nc) pour 6 forces normales (1N à 6N) en fonction de l'amplitude de glissement δ^*_g (de ±2 à ±16 µm) (e_{Ag}=2µm, f=30Hz, T=25°C, HR=10%) [188] *avec $Nc_{1(6N)}=24.10^5$ cycles, $n_{(6N)}$=-2,22 ; $Nc_{1(1N)}=14.10^7$ cycles et $n_{(1N)}$=-2,58.*

De précédents travaux [17], [189] sur l'usure par fretting ont conclu que le processus d'usure peut être lié à l'énergie dissipée cumulée de frottement (ΣE_d) dans le contact, ce qui correspond au travail de cisaillement tangentiel dissipé dans l'interface. Compte tenu de l'hétérogénéité de l'interface, une

approche plus locale de l'énergie dissipée est préférable. En effet, Fouvry et Paulin [56] ont montré que la rupture d'un dépôt pouvait être associée à une densité d'énergie de frottement dissipée cumulée maximale (∑φ) supérieure à une densité seuil (capacité d'énergie de frottement (χ)).

Pour la suite de ces travaux, il est d'abord important de définir certaines grandeurs essentielles à la démarche. Tout d'abord, il faut définir l'énergie dissipée moyenne de frottement par cycle de fretting, qui correspond à l'énergie dissipée durant un cycle de fretting. Elle peut être estimée en faisant le ratio entre l'énergie dissipée cumulée et le nombre de cycles appliqués (Nc), telle que:

$$E_d = \frac{\sum E_d}{Nc} \tag{3-14}$$

Connaissant l'énergie dissipée obtenue durant un cycle de fretting, il est alors possible de définir la densité moyenne d'énergie dissipée de frottement par cycle, qui est le ratio entre l'énergie dissipée (E_d) et l'aire de contact (A), soit :

$$\varphi = \frac{E_d}{A} \tag{3-15}$$

3.3.2. Mise en place d'une approche énergétique

Le premier point critique de cette approche est la détermination de l'aire de contact. Une première approche consiste à considérer un contact élastique pour définir la densité moyenne d'énergie de frottement "Hertzienne" tel que:

$$\varphi_H = \frac{E_d}{A_H} \tag{3-16}$$

avec $A_H = \pi.a_H^2$ et a_H le rayon hertzien obtenu à partir de la Théorie de Hertz.

Cependant, cette approche, bien que pertinente engendre une dispersion non négligeable des résultats [185], ce qui suggère que les hypothèses de contact précédemment considérées, ne sont pas représentatives du contact réel.

3.3.2.1. Intégration de l'extension de la surface usée

La grande dispersion observée en utilisant l'hypothèse de Hertz peut être expliquée par le fait que l'aire de contact réelle augmente fortement durant le test de fretting, induisant une importante modification des distributions de pression et de contraintes (Figure 3.13).

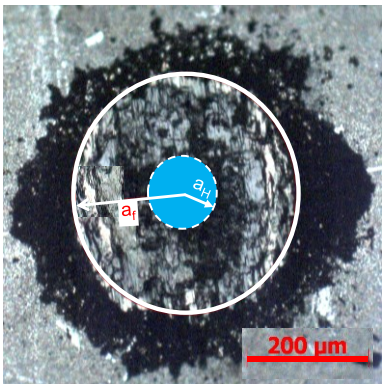


Figure 3.13: Comparaison entre l'aire de contact Hertzienne calculée (bleu) et l'aire de contact réelle à la fin de l'essai (blanc) [188].

Par exemple, le rayon de contact final (a_f) mesuré à la rupture électrique (Nc) sur la Figure 3.13 est environ trois fois plus large que le rayon de contact Hertzien estimé, ce qui implique une aire de contact presque dix fois plus grande que l'aire attendue. Ainsi, l'hypothèse de Hertz sous-estime grandement l'extension de l'aire de contact au cours d'un essai, provoquant des résultats fortement dispersés et peu fiables. Des simulations FEM [190] ont montré que, soumise à de l'usure, l'aire de contact augmente intensivement alors que les profils de pression Hertziens convergent vers une distribution plane (Figure 3.14).

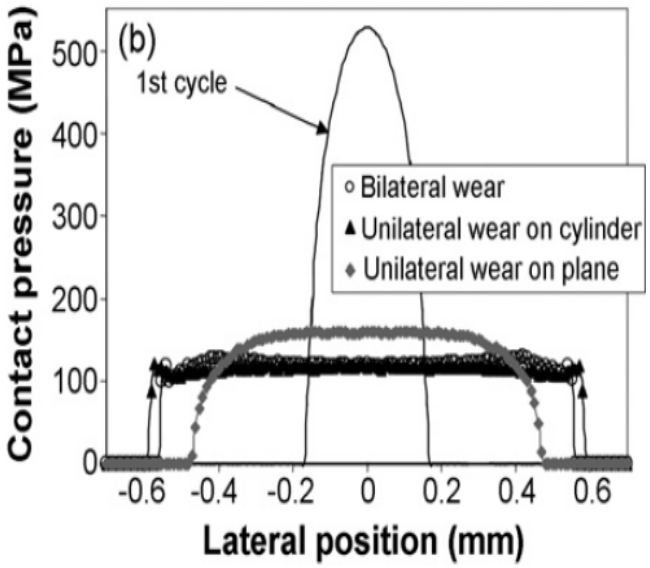


Figure 3.14: Modélisation des profils de pression d'un contact cylindre/plan en fonction de l'extension de la surface usée [45], [190].

Pour quantifier l'extension de l'aire de contact d'un dépôt argent soumis à des sollicitations de fretting, des mesures optiques ont été réalisées sur les traces de fretting obtenues lors de l'étude précédente (P=3N, f=30Hz, HR=10%, T=25°C et δ^*_g=±9µm). En traçant l'évolution des aires mesurées en fonction des cycles de fretting appliqués, jusqu'à la rupture électrique, il est ainsi possible de quantifier la dégradation du contact. Les données obtenues sont illustrées sur la Figure 3.15.

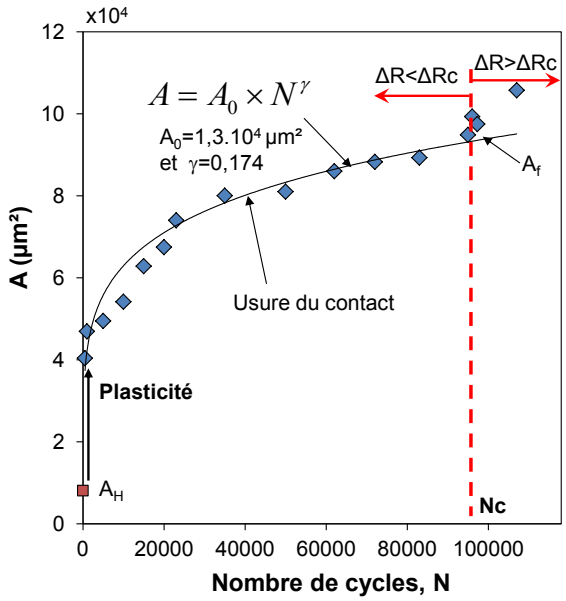


Figure 3.15: Evolution de l'aire de contact en fonction du nombre de cycles jusqu'à la rupture électrique (e_{Ag}=2µm, HR=10%, f=30Hz, T=25°C, δ^*_g =± 9µm, P = 3N et Nc=97 500 cycles) (A_o=1,3.10⁴ µm² et γ=0,174).

Les résultats confirment une importante déformation plastique dès le début du test : ainsi, à N=500 cycles, $A \approx 4.A_H$. Par la suite, la surface de contact augmente asymptotiquement jusqu'à une aire de contact finale ($A_{f,Nc}$) à la rupture électrique (Nc), comme attendu dans le cas d'un processus d'usure continu. Enfin, l'extension de l'aire de contact peut être formalisée en utilisant une simple loi puissance telle que :

$$A = A_0 \times N^{\gamma} \tag{3-17}$$

avec $A_0=1,3.10^4$ µm² et γ=0,174.

L'usure successive de la surface induit une extension de surface non négligeable. Ainsi, une estimation optimale du paramètre φ consisterait à tenir compte d'une surface de contact moyennée (A_m) permettant de définir la densité d'énergie de frottement « moyenne », telle que:

$$\varphi_m = \frac{E_d}{A_m} \tag{3-18}$$

$$\text{avec} \quad A_m = \frac{1}{Nc}.\sum_{i=1}^{Nc} A(i) \tag{3-19}$$

En moyennant l'évolution de l'aire de contact comme illustrée sur la Figure 3.15, le calcul donne une extension de surface moyenne de A_m= 76 000µm². Cette valeur est environ treize fois plus grande que l'approximation de Hertz (A_H) mais légèrement plus petite que l'aire de contact finale ($A_{f,Nc}$) mesurée à la rupture électrique:

$$A_m = H \times A_{f,Nc} \text{ avec } H=0,72 \tag{3-20}$$

Une détermination du paramètre A_m pour chaque configuration de contact serait trop longue. Une alternative plus facile consiste à prendre en compte l'aire de contact finale $A_{f,Nc}$, qui peut facilement être mesurée à la fin d'un essai de fretting quand la rupture électrique est atteinte. Ainsi, la variable φ peut être approximée en tenant compte de la densité d'énergie «finale» de frottement :

$$\varphi_{f,Nc} = \frac{E_d}{A_{f,Nc}} \tag{3-21}$$

avec $A_{f,Nc}$ l'aire de contact finale mesurée à la rupture électrique.

En appliquant cette stratégie, les densités d'énergie finales ($\varphi_{f,Nc}$) calculées pour différentes charges (1N⩽P⩽ 6N) et différentes amplitudes de glissement variables (±2µm< δ^*_g<±16 µm) ont été tracées en fonction de la durée de vie (Nc) du contact sur la Figure 3.16.

Les résultats montrent une tendance dans la répartition des points obtenus. En effet, il apparait que l'évolution de la durée de vie (Nc) soit fonction de la densité d'énergie dissipée dans l'interface et suive une loi puissance telle que :

$$Nc = Nc_0 \times \varphi_{f,Nc}^{\beta} \tag{3-22}$$

avec $Nc_0=8.10^{12}$ cycles et β=-2,58.

En examinant la répartition des points expérimentaux par rapport à la loi extrapolée, il est possible de noter une très bonne corrélation et une faible dispersion des résultats. Ainsi, à l'aide d'une formulation très simple exprimée à partir de la densité d'énergie de frottement dissipée dans l'interface, il est possible de formaliser la durée de vie d'un contact électrique noble Ag/Ag soumis à un très large spectre de chargements.

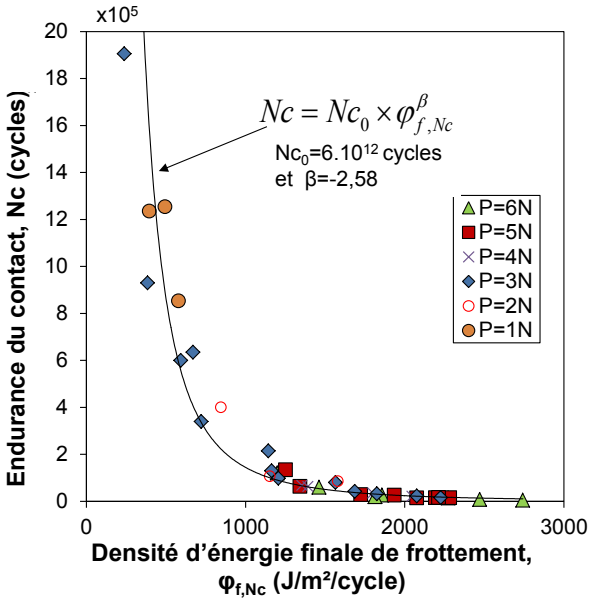


Figure 3.16: Evolution de la durée de vie de contact (Nc) en fonction de la densité d'énergie dissipée «finale» de frottement par cycle ($\varphi_{f,Nc}$) (e_{Ag}=2µm, 1N⩽P⩽6N et ±2µm<δ^*_g<±16 µm, f=30Hz, T=25°C et HR=10% Nc_o=6.10^{12} cycles et β=-2,58) [188].

3.3.2.2. Influence de la force normale sur l'aire de contact

La précédente partie a permis de mettre en évidence l'importance de travailler sur une approche énergétique en tenant compte de l'aire de contact finale. Néanmoins la détermination systématique des aires de contact finales pour chaque configuration reste compliquée. Il est donc nécessaire d'avoir une approche plus simple.

Comme attendu de la Théorie de Hertz, une augmentation de la charge entraine une augmentation de l'aire de contact de façon asymptotique. Cependant, l'interface étudiée fait intervenir des déformations plastiques et une usure de la surface, ce qui rend le contact réel plus complexe que le modèle élastique de Hertz. Ainsi, pour estimer l'influence de la force normale sur l'extension de l'aire de contact finale, les valeurs expérimentales A_f obtenues pour l'ensemble des essais réalisés (1N⩽P⩽ 6N et ±2µm<δ^*_g<±16µm, f=30Hz, HR=10%, T=25°C et e_{Ag}=2µm) ont été tracées en fonction du chargement appliqué sur la Figure 3.17 [185].

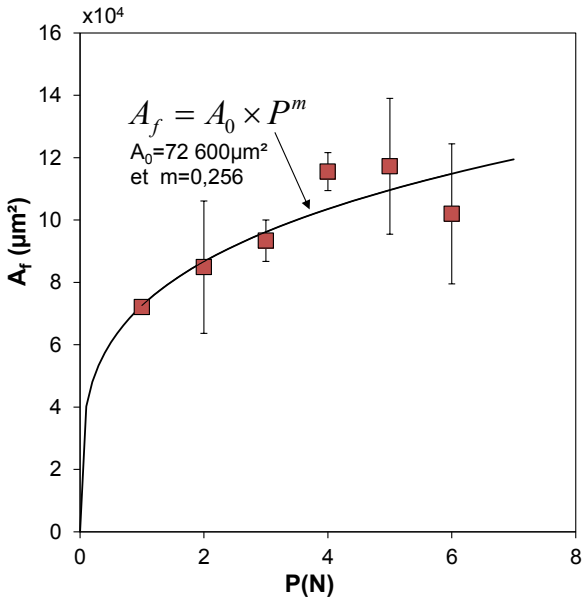


Figure 3.17: Aire de contact finale obtenue à la rupture électrique (Nc) en fonction de la force normale appliquée (HR=10%, f=30Hz, T=25°C et ±2µm<δ^*_g< ±16µm) (A_0=72 600 µm² et m=0,256).

Les résultats montrent encore une évolution asymptotique de l'aire de contact finale en fonction de la charge appliquée. Ainsi, plus la charge appliquée sera élevée, plus la surface de contact sera grande. Celle-ci peut donc être formalisée par une loi puissance pour décrire le contact étudié [185] :

$$A_f = A_0 \times P^m \tag{3-23}$$

avec A_0=72 600 µm² et m=0,256.

En combinant les équations (3-21), (3-22) et (3-23), une expression globale exprimant l'endurance du contact peut être exprimée:

$$Nc_{th} = Nc_0 . \left(\frac{E_d}{A_0 . P^m} \right)^{\beta} \tag{3-24}$$

avec Nc_0=8.10^{12} cycles, β=-2,58, A_0=72 600 µm² et m=0,256.

La stabilité de cette approche est confirmée par la Figure 3.18, où les durées de vie expérimentales (Nc_{exp}) sont comparées aux durées de vie prédites (Nc_{th}) définies par l'équation (3-24) [185].

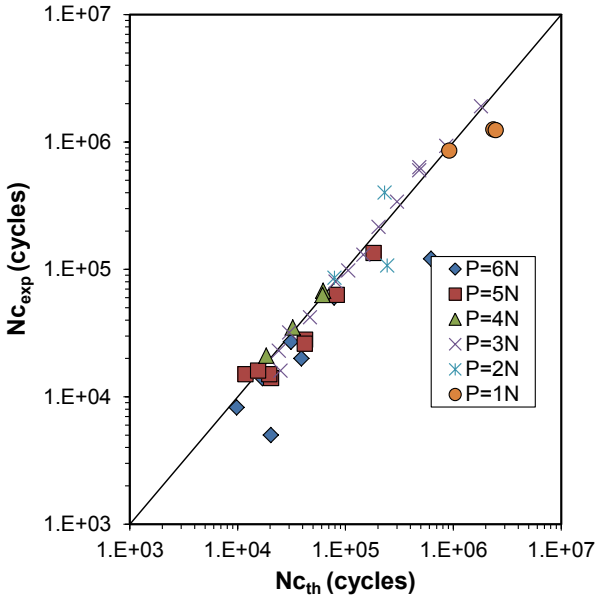


Figure 3.18: Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{exp}) et théoriques (Nc_{th}) déterminées par l'équation (3-24) (e_{Ag}=2µm, 1N⩽P⩽6N et ±2µm<δ^*_g<±16 µm, f=30Hz, T=25°C et HR=10%) (N_{c0}=8.10^{12} cycles, β=-2,58, A_0=72 600 µm² et m=0,256).

Tous les résultats sont alignés selon la courbe y=x avec une faible dispersion. La déviation est d'environ σ=287 565 cycles, ce qui, comparé à la durée de vie maximale obtenue Nc_{max}= 1 905 000 cycles, donne une dispersion relative de σ%=σ/Nc_{max}=15,09%. Néanmoins, la détermination de cette courbe maitresse est limitée par le fait qu'il est nécessaire d'intégrer l'aire sous la boucle de fretting pour déterminer l'énergie de frottement E_d.

3.3.3. Développement d'une expression explicite

La précédente partie a permis d'extrapoler une première loi permettant de prédire la durée de vie du contact. L'objectif de cette section est donc d'obtenir une expression explicite plus complète faisant intervenir directement les paramètres de chargement tels que la force normale P, l'amplitude de glissement δ^*_g, le coefficient de frottement μ ou encore l'épaisseur du dépôt.

3.3.3.1. Les paramètres de chargement

En considérant une forme quadratique pour décrire la boucle de fretting (Figure 1.10), il est possible d'exprimer l'énergie dissipée E_d par une simple expression telle que :

$$E_d = 4.\mu.\delta^*_g.P \tag{3-25}$$

En réinjectant cette équation dans l'équation (3-24), cela permet d'obtenir une nouvelle expression prenant en compte l'amplitude de glissement, la charge appliquée et le coefficient de frottement:

$$Nc_{th} = Nc_0.\left(\frac{4.\mu.\delta^*_g}{A_0}\right)^{\beta}.P^{\beta(1-m)} \tag{3-26}$$

avec μ=1,2 et δ^*_g, P imposés (A_0, Nc_0, β et m sont des paramètres fixes caractérisant le matériau).

Cette approximation est à son tour comparée aux valeurs expérimentales dans la Figure 3.19. Encore une fois, les résultats montrent la stabilité de la formule proposée. Les analyses statistiques ont permis de déterminer un écart-type de σ=198 340 cycles, soit une erreur relative de σ%=10,41%. Il est également surprenant de voir que la dispersion est même plus faible qu'en utilisant la variable E_d mesurée à l'aide des aires des cycles de fretting (Figure 3.18). Cela est dû au fait que la détermination des variables Q^* and δ^*_g est moins affectée par les hypothétiques erreurs de calcul, au contraire de la variable E_d.

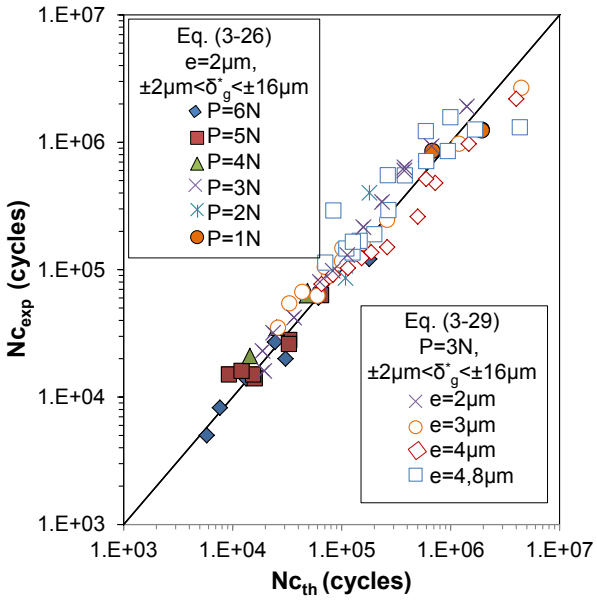


Figure 3.19: Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{exp}) et théoriques (Nc_{th}) déterminées par les équations (3-26) *et (3-29) (e_{Ag} =2µm, 1N⩽P⩽6N et ±2µm<δ^*_g<±16 µm, f=30Hz, T=25°C et HR=10%) ($Nc_0=8.10^{12}$ cycles, β=-2,58, A_0=72 600µm² et m=0,256).*

3.3.3.2. Influence de l'épaisseur de dépôt

L'analyse précédente a permis de mettre en évidence une loi permettant de prédire l'endurance du contact pour une configuration donnée, tenant compte de l'amplitude de glissement et de la force

normale. Cependant, l'épaisseur d'un dépôt est une question essentielle pour les utilisateurs de connecteurs, puisque pour des questions de coûts et d'efficacité, elle détermine l'épaisseur optimale à appliquer pour les durées de vie voulues. Or, l'ensemble de cette étude a été réalisée sur un dépôt argent ayant une épaisseur de référence $e_{réf}$=2µm. Il est donc important de bien comprendre quelle est l'influence de l'épaisseur d'un dépôt sur l'endurance d'un contact. Pour cela, différents essais ont été menés en appliquant des conditions de tests représentatifs (δ^*_g=±9µm, P=3N, f=30Hz et T=25°C), sur des dépôts argent ayant plusieurs épaisseurs.

L'hypothèse la plus probable consiste à penser que l'utilisation d'un dépôt plus épais entraine une augmentation de la durée de vie du contact puisqu'il y a un apport plus important d'éléments conducteurs et qu'il est plus difficile et long d'atteindre la sous-couche et le substrat qui sont susceptibles de former des oxydes.

Comme attendu, les données obtenues montrent bien une augmentation de la durée de vie (Nc) du contact avec l'épaisseur (e) du dépôt. En revanche, ce qui est plus surprenant, c'est l'évolution de cette augmentation. En effet, il serait probable de penser qu'une augmentation de l'épaisseur du dépôt entrainerait une augmentation linéaire de la durée de vie (Nc). Or les résultats obtenus sur la Figure 3.20 montrent un accroissement exponentiel de la durée de vie (Nc) en fonction de l'épaisseur (e). En augmentant les épaisseurs de dépôt, l'extension de l'aire de contact devient de plus en plus importante, ce qui permet de mobiliser une plus grande quantité d'argent. Or cette extension n'est pas linéaire, d'où une augmentation non linéaire de l'endurance (Nc).

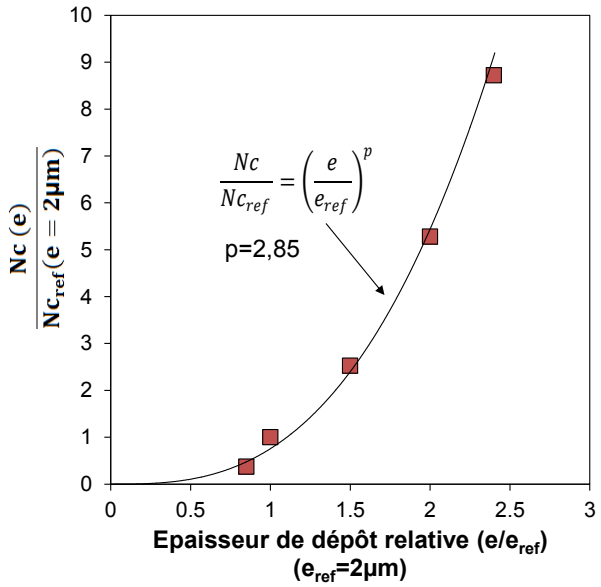


Figure 3.20: Evolution de la durée de vie relative en fonction de l'épaisseur de dépôt relative (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Puisqu'une épaisseur de référence (e_{ref} =2µm) a été considérée tout au long de l'étude précédente, cette Nc-e évolution peut donc être exprimée par une expression normalisée telle que:

$$\frac{Nc}{Nc_{ref}} = \left(\frac{e}{e_{ref}}\right)^p \tag{3-27}$$

avec e_{ref} =2µm, p=2,85 et Nc_{ref}=Nc(e=2µm)=97 500 cycles, la durée de vie référence obtenue pour une épaisseur de référence e_{ref}.

Négligeant les probables interactions entre e, δ^*_g et P, une expression générale peut donc être exprimée tenant compte des paramètres δ^*_g et P mais aussi de l'épaisseur e:

$$Nc_{th} = Nc_0 \cdot \left(\frac{E_d}{A_0 . P^m} \right)^{\beta} \cdot \left(\frac{e}{e_{réf}} \right)^{p} \quad (3\text{-}28)$$

$$Nc_{th} = Nc_0 \cdot \left(\frac{4.\mu.\delta_g^*}{A_0} \right)^{\beta} . P^{\beta(1-m)} \cdot \left(\frac{e}{e_{réf}} \right)^{p} \quad (3\text{-}29)$$

L'approximation donnée par l'équation (3-29) est aussi comparée avec les valeurs expérimentales dans la Figure 3.19, dans le cas de P=3N. Encore une fois, les résultats montrent une bonne corrélation entre les valeurs expérimentales (Nc_{exp}) et les valeurs théoriques (Nc_{th}) déduite de la formulation proposée, ce qui confirme la stabilité de la méthode proposée.

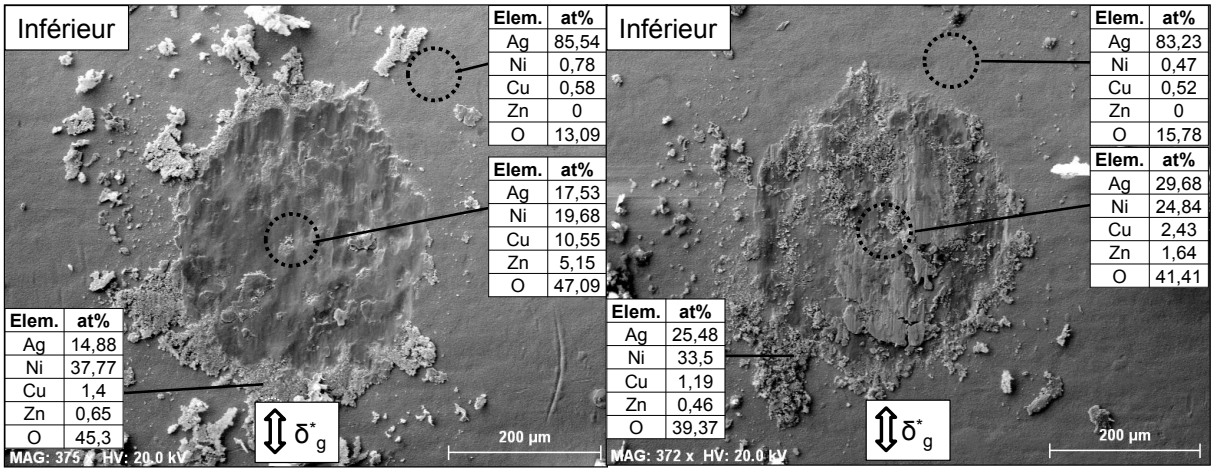
3.4. Effet des petits cycles/grands cycles sur l'endurance du contact

L'ensemble des travaux précédents ont permis d'identifier et de prédire la dégradation d'un contact électrique au cours de sa phase de fonctionnement (sollicitations en fretting). Or, il existe une autre phase de vie où un connecteur peut être soumis à des dégradations générées par des grands glissements liés aux phases d'insertion et de désinsertion durant les phases de montage et de démontage. Cette phase est appliquée dans un premier temps pour le montage initial, puis pour des opérations de maintenance au cours de sa phase de fonctionnement. Pour simuler ces opérations d'insertions et de désinsertions des essais couplant des grands cycles/petits cycles ont été menés par Perrinet [186]. Les premiers travaux ont montré que l'application de plusieurs insertions/désinsertions dès le début de l'essai entrainait une dégradation plus rapide du contact lors de la phase de fretting suivante. L'analyse des traces d'usure a montré que l'application de grands cycles initiaux avait pour conséquence de réduire la quantité d'argent disponible dans la zone de fretting, d'où une diminution de la durée de vie lorsque le contact est soumis par la suite à des sollicitations de fretting. Il a été aussi observé qu'à la rupture électrique, les concentrations en oxygène et en argent avaient atteint les mêmes seuils critiques définis précédemment pour le cas du fretting simple:

$$Nc\ (\Delta R > 4m\Omega) \text{ quand } [Ag]_{d=0.2Øf} < [Ag]_{th} \approx 5at\% \quad (3\text{-}30)$$

$$\text{et } [O]_{d=0.2Øf} > [O]_{th} \approx 45at\%. \quad (3\text{-}31)$$

Afin d'étudier plus précisément cette effet de clipsage/déclipsage en cas réel, un autre type d'essai a été mené simulant le montage initial puis une phase de fonctionnement (fretting) interrompue par des opérations de maintenance (clipsage/déclipsage). Les résultats ont montré que l'application de grands cycles par intermittence entre deux blocs de petits cycles de fretting pouvait augmenter la durée de vie du contact jusqu'à deux fois celle obtenue pour un contact soumis seulement à du fretting simple. Afin de mieux comprendre le processus permettant cette amélioration de l'endurance, une analyse des traces d'usure a été menée avant puis après l'application d'un grand cycle comme illustrée sur la Figure 3.21. Les résultats ont montré que l'application d'un grand cycle permettait de transférer de l'argent depuis la zone de grand glissement vers la zone de fretting. Ainsi, la réalimentation périodique du contact en élément conducteur permet de maintenir la conduction électrique plus longtemps et donc de retarder la rupture électrique.



a *b*

Figure 3.21: BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX des traces de fretting des échantillons inférieurs : a) Essai de fretting simple après 60 000 cycles (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz et δ^*_g=± 9 µm); b) Même essai que (a) suivi par un grand cycle (v_{GC}=8,3µm/s et D=±1mm) [183].

L'objectif de cette partie est de compléter les travaux réalisés par Perrinet [186]. Tout d'abord, un modèle analytique a été introduit pour modéliser le gain obtenu lors de l'application de grands cycles en intermittence avec des petits cycles. Ensuite, les systèmes ont été progressivement complexifiés afin de déterminer l'influence de la vitesse de glissement ou encore de l'amplitude des grands cycles sur l'endurance du contact. Enfin, la dernière partie de cette étude a permis de quantifier et de modéliser la dégradation d'un contact électrique soumis à des sollicitations de fretting périodiquement interrompues par l'application de grands cycles.

3.4.1. Modèle analytique d'un contact soumis à des petits cycles/grands cycles

L'influence des grands cycles au cours des sollicitations en fretting a été étudiée selon la procédure présentée dans le paragraphe 2.4.1.2.3 avec pour paramètres de test : P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9 µm, v_{GC}=8.3µm/s et D=±1mm. Les grands cycles ont été appliqués à différentes fréquences (N_{BF}) allant d'un grand cycle tous les 5 000 cycles de fretting jusqu'à un grand cycle tous les 60 000 cycles de fretting. Pour ces essais couplant fretting et grands cycles, une durée de vie notée $Nc_{f,GC}$ est déterminée pour chaque configuration. Il est à noter qu'il est possible de déterminer le nombre total de grands cycles appliqué au cours d'un test en faisant le ratio entre la durée de vie du contact exprimée par le nombre total de cycles de fretting appliqués ($Nc_{f,GC}$) et la durée des blocs de fretting (N_{BF}) appliqués, soit :

$$N_{GC} = \frac{Nc_{f,GC}}{N_{BF}} \tag{3-32}$$

Les durées de vie ($Nc_{f,GC}$) obtenues ont été tracées en fonction de la fréquence d'application d'un grand cycle (N_{BF}) (Figure 3.22(a)). La courbe montre qu'une augmentation de N_{BF} conduit à une diminution asymptotique de la durée de vie jusqu'à atteindre une endurance proche de celle d'un essai de fretting simple (Nc_f=100 000 cycles). La Figure 3.22(a) souligne aussi que la réduction de l'intervalle entre deux grands cycles tend à augmenter la durée de vie en fretting jusqu'à une valeur maximale Nc_{f,GC_max}=200 000 fretting cycles. Cet optimum est obtenu pour des blocs de fretting inférieurs à 2.10^4 cycles. Cette tendance est aussi montrée par la Figure 3.22(b) où la durée de vie du contact ($Nc_{f,GC}$) est tracée en fonction du nombre de grands cycles appliqués au cours de l'essai (N_{GC}).

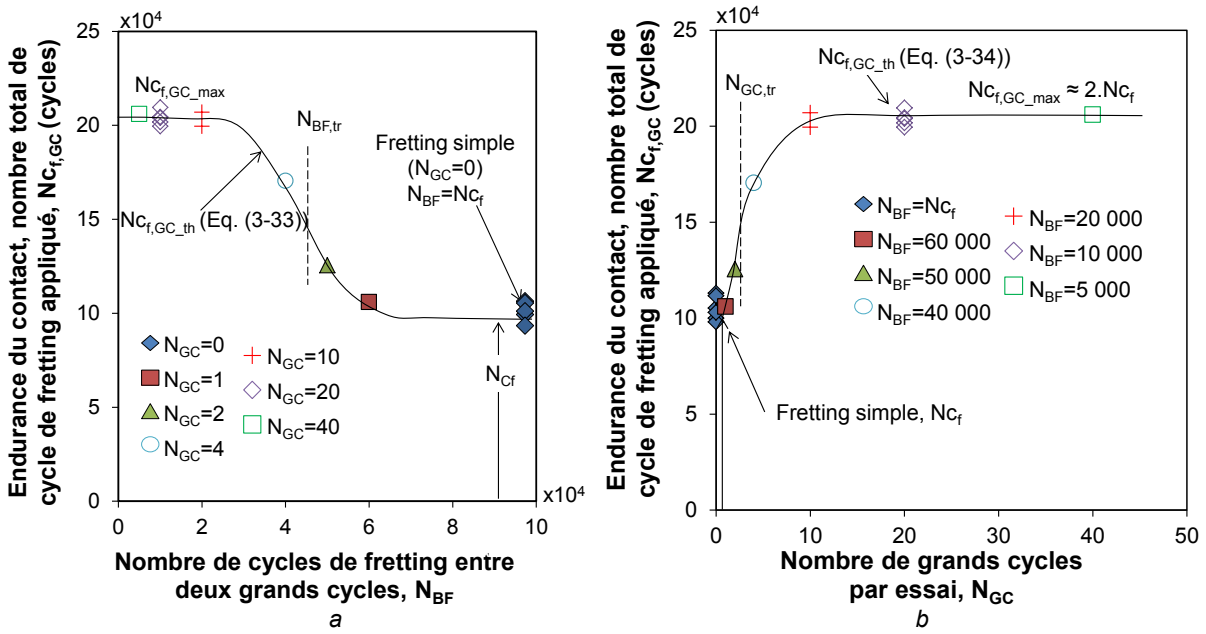


Figure 3.22: Evolution de la durée de vie d'un contact soumis à des sollicitations de fretting/grands cycles ($Nc_{f,GC}$) (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm, v_{GC}=8,3µm/s et D=±1mm) en fonction : a) du nombre de cycle imposé par blocs (N_{BF}) ; b) du nombre total de grands glissements imposé (N_{GC}) [183].

Compte tenu des courbes de la Figure 3.22, il est possible de déterminer un modèle analytique permettant de modéliser leur évolution. Pour les deux configurations, une équation modélisant l'augmentation asymptotique de la durée de vie ($Nc_{f,GC}$) en fonction de l'application de grands glissements (N_{BF} ou N_{GC}) a pu être déterminée. Cette relation peut être exprimée par les expressions suivantes:

- Pour le couple $Nc_{f,GC}$-N_{BF} (Figure 3.22(a)):

$$Nc_{f,GC\_th} = Nc_f + \left(\frac{1}{1 + \left(\frac{N_{BF}}{N_{BF,tr}} \right)^{\alpha}} \right) . \left(Nc_{f,GC\_\max} - Nc_f \right) \quad (3\text{-}33)$$

- Pour le couple Nc_M-N_{GC} (Figure 3.22(b)):

$$Nc_{f,GC\_th} = Nc_{f,GC\_\max} + \left(\frac{1}{1 + \left(\frac{N_{GC}}{N_{GC,tr}} \right)^{\beta}} \right) . \left(Nc_f - Nc_{f,GC\_\max} \right) \quad (3\text{-}34)$$

où Nc_f=100 000 cycles, $Nc_{f,GC\_mac} \approx 2.Nc_f$=200 000 cycles, α=3,53, $N_{BF,tr}$ =43 000 cycles, β=2,29, $N_{GC,tr}$ =3 grands glissements. $N_{BF,tr}$ et $N_{GC,tr}$ correspondent aux points d'inflexion observés sur les courbes.

3.4.2. Variation des paramètres de clipsage/déclipsage

Les travaux précédents ont montré que la durée de vie maximale Nc_{f,GC_max} d'un contact soumis à des petits cycles/grands cycles est approxivativement deux fois supérieure à celle obtenue pour un chargement de fretting simple équivalent (i.e., $Nc_{f,GC\_max} \approx 2.Nc$). En revanche, si la période de fretting entre l'application de deux grands cycles est trop longue, (N_{BF} > 20 000 cycles), le bénéfice apporté par l'application de grand cycle est réduit. Ainsi, après un certain nombre de grands glissements (N_{GC}>10 grands cycles), tout l'argent disponible dans la zone latérale (zone de grand cycle) est transféré dans la zone de fretting et est consommé par le processus de fretting usure. Quand tout l'argent est transféré, l'application de grands cycles suplémentaires n'a plus d'effet sur la durée de vie du contact ($Nc_{f,GC}$), ce qui ce traduit par l'apparition d'un « plateau ». Dans cette partie, une étude a été réalisée sur deux paramètres pouvant modifier la cinétique de transfert de l'argent vers la zone de fretting et donc influencer les performances d'un contact argent soumis à des sollicitations de fretting couplées à l'application périodique de grand cycle. Des analyses ont donc été réalisées sur l'impact de la vitesse de glissement des grands cycles et sur l'impact de l'amplitude des grands cycles vis-à-vis de la durée de vie « fretting » du contact.

3.4.2.1. Influence de la vitesse des grands cycles

Comme cela a été montré, l'application de grand cycle en intermittence aux cours des cycles de fretting permet d'augmenter la durée de vie d'un contact argent. Or tous les grands cycles ont été appliqués avec la même vitesse de glissement. Dans cette partie, des grands cycles ont été appliqués avec les mêmes paramètres (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9 µm, D=±1mm) que précédemment, mais avec des vitesses de glissement différentes. Les grands cycles ont été appliqués tous les N_{BF}=10 000 cycles avec des vitesses allant de deux fois à quinze fois la vitesse de référence ($v_{GC,ref}$=8,3µm/s soit 0,004Hz).

La Figure 3.23 montre l'évolution de l'endurance du contact en fonction de la vitesse de glissement des grands cycles par rapport à une vitesse de référence. Il est intéressant de noter une réduction asymptotique de la durée de vie qu'il est possible de modéliser à l'aide d'une loi puissance telle que :

$$Nc_{f,GC} = Nc_{f,GC\_ref} \cdot \left(\frac{v_{GC}}{v_{GC,ref}} \right)^{\gamma} \tag{3-35}$$

avec Nc_{f,GC_ref}= $Nc_{f,GC}(v_{GC,ref})$=2.10^5 cycles et γ =-0,24 pour N_{BF}=10 000 cycles.

Les précédentes études ont montré que l'application de grand cycle permet une réalimentation en argent de la zone de fretting. Or il semblerait que la vitesse des grands glissements joue un rôle aussi sur la quantité d'argent réinjectée dans la trace de fretting. L'hypothèse la plus probable est qu'une plus grande vitesse entraine un transfert plus important et plus rapide de l'argent dans la zone de fretting. Ceci permet de réalimenter de façon plus importante la trace de fretting mais en revanche, cela appauvrit plus rapidement la trace de grand glissement en argent. Très rapidement, cette dernière se retrouve dépourvue en argent, de sorte que les grands cycles suivants ne peuvent plus réalimenter l'interface de fretting en argent, et, in fine, la durée de vie en fretting est réduite. Pour valider cette hypothèse, des analyses profilométriques ont été réalisées sur l'ensemble des traces d'usure.

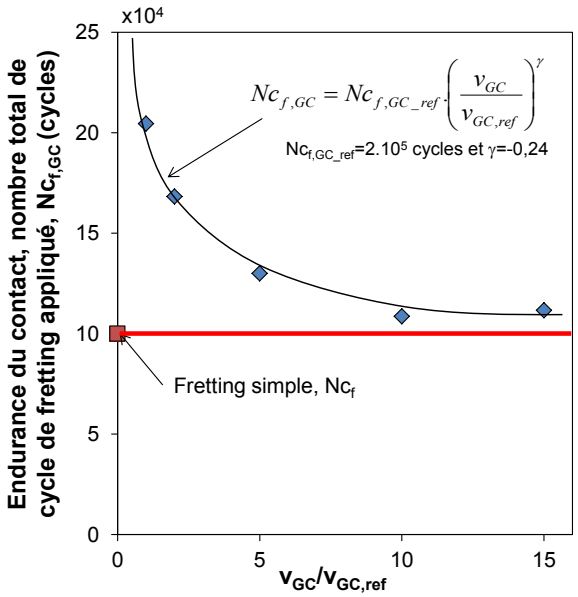


Figure 3.23: Endurance ($Nc_{f,GC}$) d'un contact Ag/Ag soumis à des sollicitations mixtes en fonction de la vitesse relative des grands cycles.

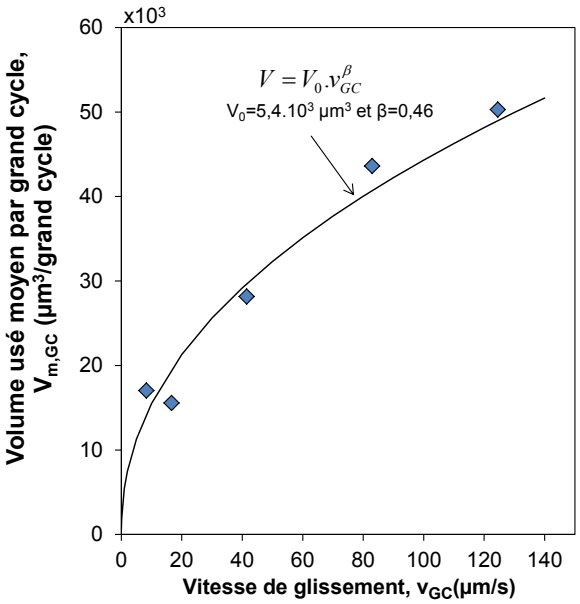


Figure 3.24: Volume usé moyen par grand cycle $V_{m,GC}$ (μm^3/grand cycle) en fonction de la vitesse de glissement v_{GC} (µm/s) des grands cycles.

L'étude de l'usure des zones où les grands cycles ont été appliqués a montré une dégradation de plus en plus importante de cette zone lorsque la vitesse de glissement augmente. En effet, comme le montre la Figure 3.24, le volume moyen d'argent transféré par grand cycle appliqué augmente avec la vitesse de glissement. De plus, la courbe montre une augmentation asymptotique de la quantité d'argent transférée par grand cycle en fonction de la vitesse de glissement, ce qui semble logique compte tenu de la convergence de la durée de vie observée précédemment. Cette évolution peut donc être quantifiée par :

$$V = V_0 . v_{GC}^{\beta} \tag{3-36}$$

avec V_0=v(v_{GC}=1µm/s)=5,4.10^3 µm^3/grand cycle et β=0,46 pour N_{BF}=10 000 cycles.

Cette augmentation de l'usure avec la vitesse de glissement peut être expliquée par une augmentation locale de la température due aux frottements, engendrant une adhésion plus importante sur le contre-corps (création de liaisons métalliques). Chowdhury [191] [192], Rajeev[193] et Rai [194] ont observé des résultats similaires lors de l'étude de l'influence de la vitesse de glissement sur des matériaux métalliques. Ils ont montré que la vitesse de glissement peut jouer sur le taux de cisaillement et donc influencer les propriétés mécaniques du matériau. Les analyses des faciès d'usure de ces études ont également montré une dégradation de plus en plus importante (adhésion, délamination, labourage voire fissuration) des interfaces avec la vitesse de glissement.

Pour confirmer cette hypothèse, des observations microscopiques ont été réalisées sur des essais interrompus réalisés pour différentes vitesses de glissement. Ces essais consistent à appliquer 60 000 cycles de fretting (P=3N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C) suivis d'un grand cycle (D=±1 000µm, v_{GC}=2.$v_{GC,ref}$, v_{GC}=5.$v_{GC,ref}$, v_{GC}=10.$v_{GC,ref}$ et v_{GC}=15.$v_{GC,ref}$). Les faciès d'usure obtenus (Figure 3.25) montrent bien une dégradation de plus en plus importante de la zone de grand glissement avec l'augmentation de la vitesse de glissement.

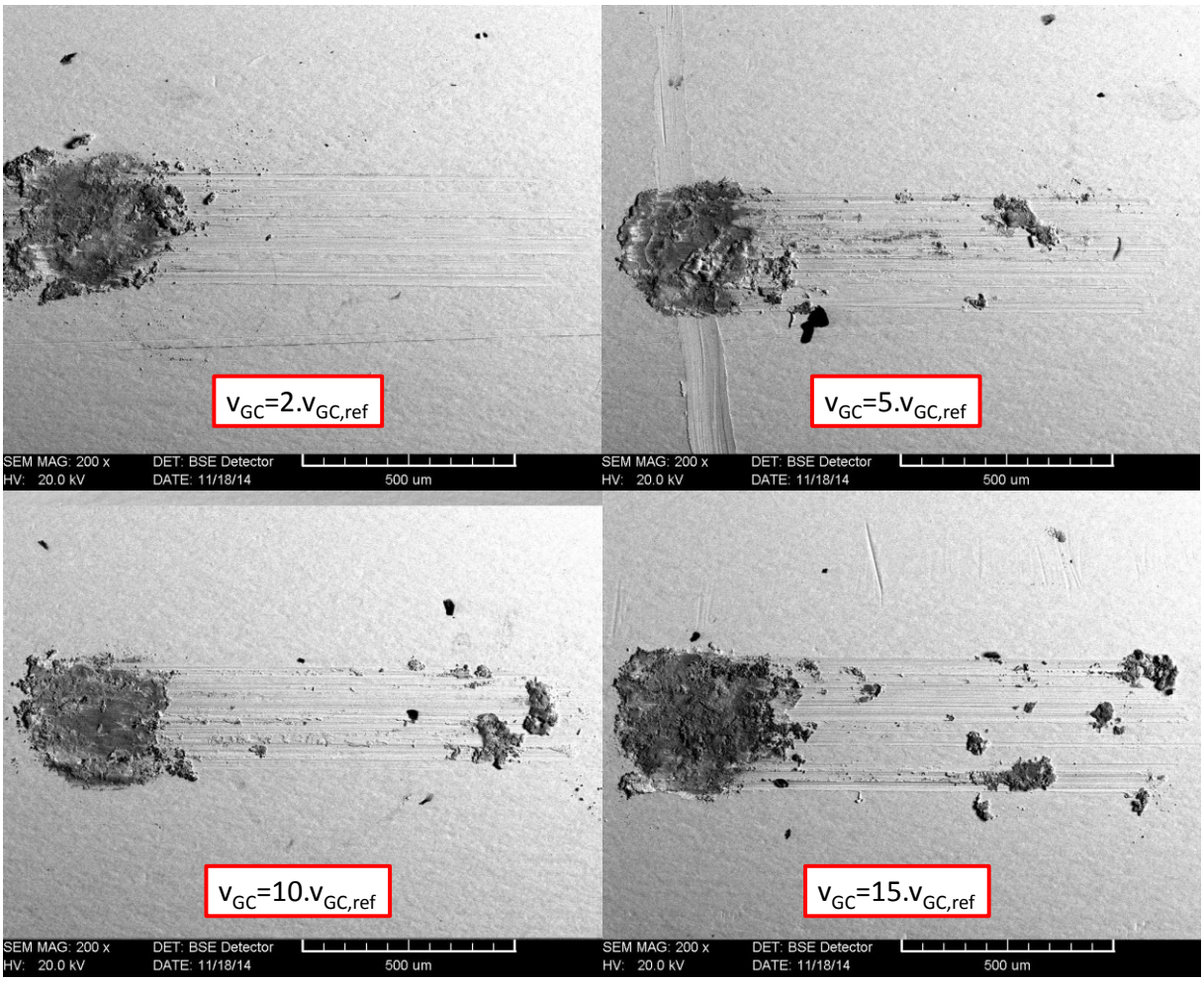


Figure 3.25: BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs après 60 000 cycles de fretting suivi d'un grand cycle (D=±1 000µm) pour différentes vitesses de glissement v_{GC} avec $v_{GC,ref}$=8,3µm/s (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz et δ^*_g=± 9 µm).

Ce résultat est important car il suggère une interaction entre la vitesse de glissement durant le grand cycle et la durée des blocs de fretting. Dans la mesure où la vitesse de glissement tend à augmenter le volume d'argent transféré dans la trace de fretting, il est possible de supposer que la durée de vie sera augmentée en augmentant l'interface « fretting » autrement dit «N_{BF} » entre deux grands glissements. Une évolution non monotone de $Nc_{f,GC}$ en fonction de N_{BF} peut alors être attendue si v_{GC} augmente telle que décrite par la Figure 3.26. Ainsi, il existerait une durée de bloc de fretting optimale ($N_{BF,opt}$) ni trop longue, ni trop courte, fonction de la vitesse de glissement des grands cycles imposés.

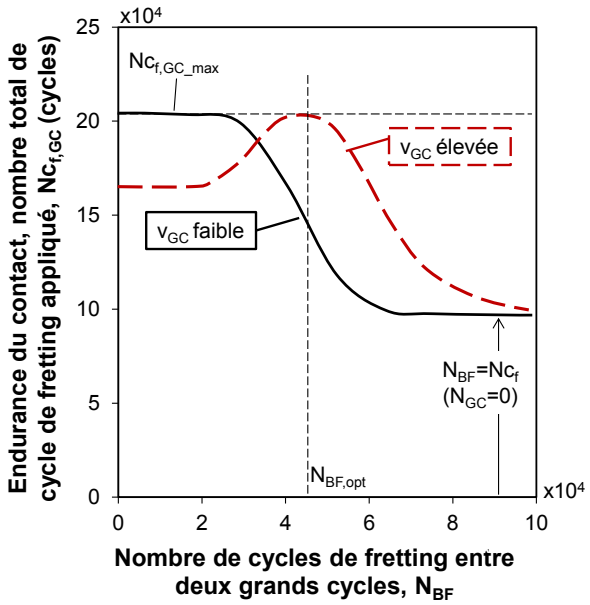


Figure 3.26 : Schéma explicatif de l'influence de la vitesse des grands cycles (v_{GC}) sur la performance du contact ($Nc_{f,GC}$) en fonction du nombre de cycles de fretting entre deux grands cycles (N_{BF}).

3.4.2.2. Influence de l'amplitude des grands cycles

Dans la précédente partie, il a été vu que la vitesse de glissement d'un grand cycle peut jouer sur la performance d'un contact électrique. L'étude a aussi montré que cette variation de performance est elle aussi liée à la quantité d'argent transférée depuis la zone de grand glissement vers la zone de fretting. Il peut donc être supposé que l'amplitude du grand cycle appliquée peut elle aussi fortement influencer la durée de vie du contact ($Nc_{f,GC}$). En effet, il est logique de penser que pour des conditions de chargement en fretting données, plus l'amplitude des grands cycles est importante, plus la quantité d'argent pouvant être transférée dans la zone de fretting sera significative et donc plus longue sera la durée de vie du contact. En supposant que le volume d'argent disponible est proportionnel à l'amplitude des grands cycles imposés, l'hypothèse est que la durée de vie en fretting du contact sera proportionnelle à l'amplitude des grands cycles.

Afin de confirmer cette affirmation, des essais de petits cycles/grands cycles ont été réalisés en faisant varier l'amplitude du grand cycle de D=±250µm à D=±1 500µm. Cette étude a été réalisée en maintenant constante la vitesse de glissement à $v_{GC,ref}$ =8,3µm/s, ainsi que les autres paramètres de chargement (P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz et δ^*_g =±9µm). Le nombre de cycles entre chaque grand cycle a été fixé à N_{BF}=10 000 cycles afin de satisfaire la condition de transfert complet de l'argent depuis la zone latérale, telle que $Nc_{f,GC} = Nc_{f,GC\_max}$.

L'ensemble des résultats ont été reportés et comparés sur un même graphique. La Figure 3.28 trace donc l'évolution de la durée de vie ($Nc_{f,GC}$) en fonction de l'amplitude du grand cycle D imposée. Les données montrent une augmentation linéaire de la durée de vie, ce qui justifie l'hypothèse précédente concernant le transfert d'argent. De plus, il est étonnant de noter que l'évolution linéaire ne converge pas vers la durée de vie obtenue dans le cas d'un essai de fretting simple mais vers une durée de vie bien inférieure.

Avec les conditions étudiées, la plus petite durée de vie obtenue est Nc_{f,GC_l}=33 000 cycles pour une amplitude limite de D_l≈±250µm. Ainsi, deux domaines d'endurance peuvent être considérés :

✓ En dessous une amplitude limite fixée à D_l≈±250µm, l'endurance du contact diminue fortement comparée à celle obtenue pour le cas d'un essai de fretting simple. En effet, plus l'amplitude de grand cycle (D) sera petite, plus le contact se rapprochera d'un régime de fretting (e<1, §1.3.2). Or il a été vu que dans le cas d'une sollicitation en fretting, l'endurance d'un contact peut être modélisée par une courbe de Wöhler dont l'évolution est quantifiée par une loi puissance telle que plus le déplacement en fretting est élevé, plus la durée de vie du contact est faible.

✓ Ensuite, au-dessus de D_I, la durée de vie ($Nc_{f,GC}$) du contact augmente linéairement en fonction de l'amplitude (D) des grands cycles appliquée au cours des sollicitations de fretting.

Compte tenu de l'évolution non monotone de la durée de vie du contact, il est possible de formaliser l'endurance par une évolution bilinéaire ayant pour expression :

$$\text{pour } D<D_I \text{ (I)}, \quad Nc_{f,GC} = Nc_f - K_I.D \tag{3-37}$$

$$\text{et pour } D>D_I \text{ (II)}, \quad Nc_{f,GC} = K_{II}.(D - D_I) + Nc_{f,GC\_I} \tag{3-38}$$

avec Nc_f=100 000 cycles, K_I=272,44 cycles/µm, Nc_{f,GC_I}= $Nc_{f,GC}$ (D_I=±250µm)=33 000 cycles et K_{II}= 214,87 cycles/µm.

Il est intéressant de noter que la durée de vie d'un contact mixant petits cycles/grands cycles est équivalent à celle d'un contact en fretting simple (i.e., $Nc_{f,GC}$ =Nc_f) quand l'amplitude de grand cycle est d'environ D_c=±500µm.

Comme illustrée sur la Figure 3.27, la durée de vie du contact ($Nc_{f,GC}$) est proportionnelle à l'amplitude des grands cycles. Néanmoins, elle dépend aussi du diamètre de la trace de fretting puisqu'elle est dépendante du volume d'argent consommé. Ainsi, une approche non dimensionnelle peut être considérée en normalisant l'amplitude du grand cycle (D) par le diamètre de la trace de fretting $Ø_f$ (i.e. mesure du contact après la rupture électrique) et en considérant une description normalisée de la durée de vie en faisant le ratio entre l'endurance d'un contact petits cycles/grands cycles et l'endurance d'un contact en fretting simple. Cela permet d'introduire les variables suivantes :

$$D^* = D/Ø_f \tag{3-39}$$

$$N^*c_{f,GC} = Nc_{f,GC}/Nc_f \tag{3-40}$$

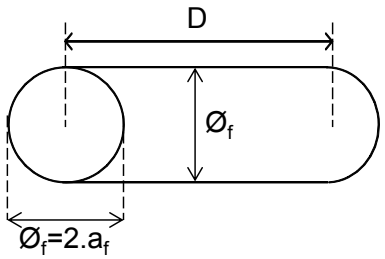


Figure 3.27: Représentation schématique d'une trace d'usure d'un contact petits cycles/grands cycles ($Ø_f$: diamètre de la trace de fretting mesurée à l'ouverture du contact après la rupture électrique; D : amplitude d'un grand cycle [µm]).

Lorsque la durée de vie normalisée ($N^*c_{f,GC}$) est tracée en fonction de l'amplitude normalisée des grands cycles (D^*), une évolution bilinéaire est toujours observée (Figure 3.29). Le fait de normaliser l'amplitude des grands cycles permet de constater que la transition séparant la dégradation et l'amélioration de l'endurance d'un contact soumis à des grands cycles périodiques a lieu pour une amplitude de grand glissement proche du diamètre de la trace de fretting, i.e. quand :

$$D \approx Ø_f \tag{3-41}$$

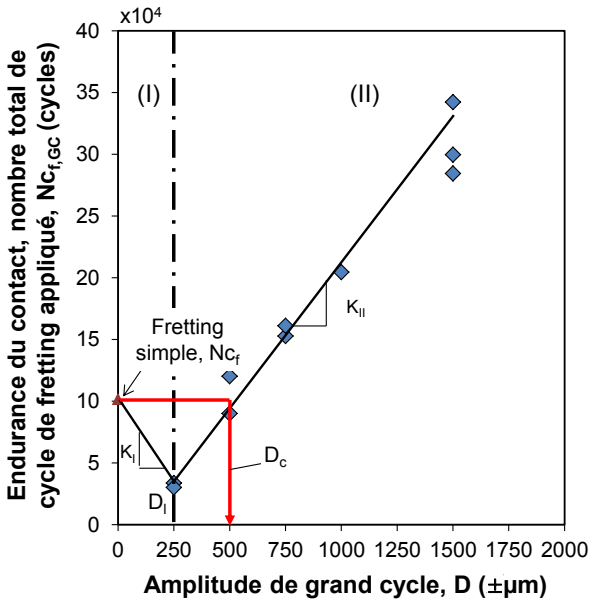


Figure 3.28: Endurance d'un contact soumis à des sollicitations complexes ($Nc_{f,GC}$) en fonction de l'amplitude de grand cycle (±250µm⩽D⩽±1 500µm) (P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s et N_{BF}=10 000 cycles).

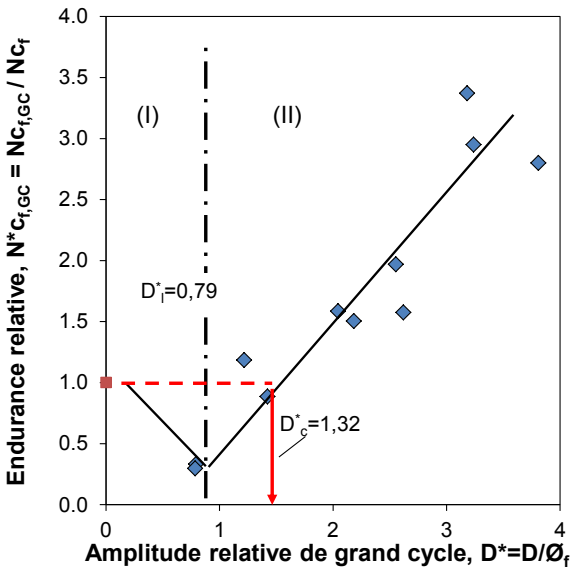
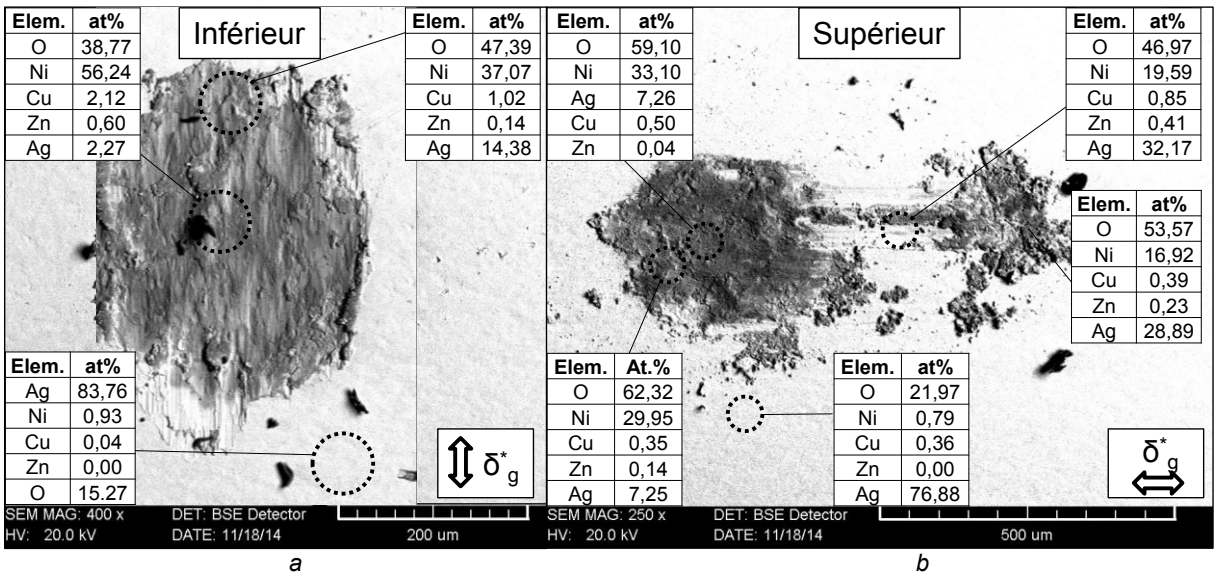


Figure 3.29: Endurance relative d'un contact petits cycles/grands cycles ($N^*c_{f,GC}$= $Nc_{f,GC}/Nc_f$) en fonction de l'amplitude relative de grand cycle ($D^*=D/Ø_f$) (P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s et N_{BF}=10 000 cycles).

Cette transition est importante car selon l'amplitude de grand cycle considérée, il existe deux mécanismes de dégradation possibles pour décrire l'évolution de la durée de vie d'un contact soumis à des sollicitations mixtes petits cycles/ grands cycles :

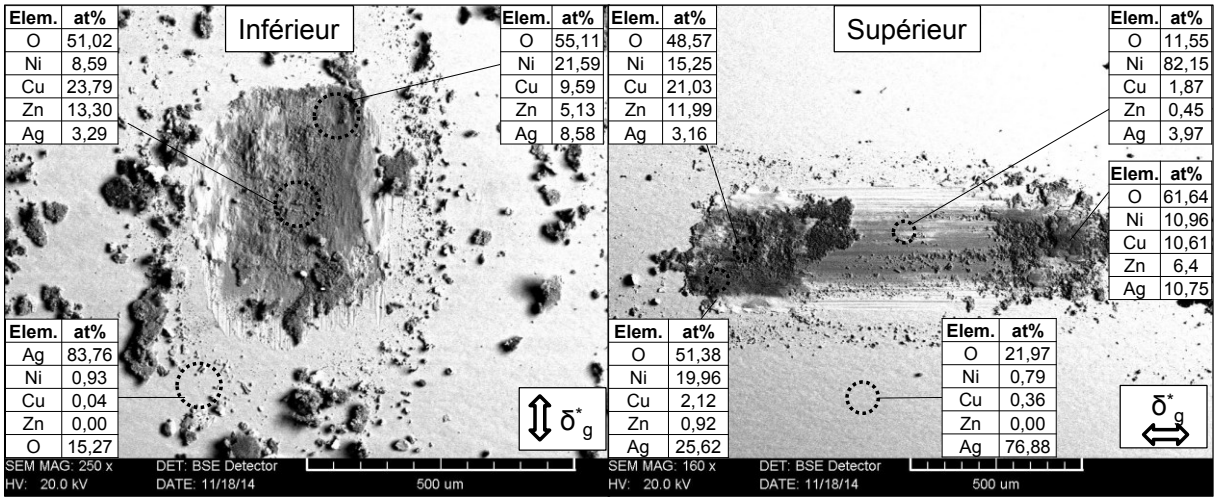
✓ Ainsi quand D<D_c=±500µm, il est possible de supposer que l'application d'un grand cycle tend à éjecter le troisième corps du contact et donc à réduire de façon significative la teneur en argent de l'interface et donc à réduire la durée de vie en fretting de l'interface. Puisque l'amplitude des grands cycles est petite, le processus de transfert de l'argent des zones frottées ne parvient pas à compenser l'élimination de l'argent dans la zone de fretting hors trace de fretting, ce qui entraine une réduction significative de l'endurance $Nc_{f,GC}$.



a *b*

Figure 3.30: BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX des traces d'usure à la rupture électrique ($Nc_{f,GC}$=33 000 cycles) d'un essai soumis à des petits cycles/grands cycles pour D=±250µm (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s et N_{BF}=10 000 cycles): a) Trace d'usure de l'échantillon inférieur; b) Trace d'usure de l'échantillon supérieur.

✓ En revanche, quand $D>D_c=\pm500\mu m$, la zone frottée hors trace de fretting est plus étendue, comme cela est montré sur la Figure 3.31, ce qui a pour conséquence d'augmenter la quantité d'argent transférée et ainsi d'augmenter l'endurance $Nc_{f,GC}$ du contact comparé au chargement de fretting simple. L'augmentation de la durée de vie dépend alors de l'amplitude de grand cycle et donc du volume d'argent transféré.



Elem.	at%
O	51,02
Ni	8,59
Cu	23,79
Zn	13,30
Ag	3,29

Elem.	at%
O	55,11
Ni	21,59
Cu	9,59
Zn	5,13
Ag	8,58

Elem.	at%
Ag	83,76
Ni	0,93
Cu	0,04
Zn	0,00
O	15,27

Elem.	at%
O	48,57
Ni	15,25
Cu	21,03
Zn	11,99
Ag	3,16

Elem.	at%
O	11,55
Ni	82,15
Cu	1,87
Zn	0,45
Ag	3,97

Elem.	at%
O	61,64
Ni	10,96
Cu	10,61
Zn	6,4
Ag	10,75

Elem.	at%
O	51,38
Ni	19,96
Cu	2,12
Zn	0,92
Ag	25,62

Elem.	at%
O	21,97
Ni	0,79
Cu	0,36
Zn	0,00
Ag	76,88

a *b*

Figure 3.31: BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX des traces d'usure à la rupture électrique ($Nc_{f,GC}$=152 700 cycles) d'un essai soumis à des petits cycles/grands cycles pour D=±750µm (e_{Ag}=2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s et N_{BF}=10 000 cycles): a) Trace d'usure de l'échantillon inférieur; b) Trace d'usure de l'échantillon supérieur.

3.4.3. Modélisation de l'endurance du contact électrique

3.4.3.1. Estimation du volume d'argent impliqué dans l'endommagement du contact

Comme précédemment développé dans [2] et [10], l'endurance d'un contact électrique constitué de matériaux nobles tels que l'argent peut être reliée à un processus d'usure progressive de la couche supérieure. Ainsi, l'endurance d'un contact électrique peut être estimée en comparant la quantité totale de métal noble (i.e. Ag) impliquée dans la trace de fretting et la cinétique d'usure de l'argent pour un chargement de fretting simple ou pour un contact mixte petits cycles/grands cycles. Ainsi, un aspect clé est l'estimation de la quantité d'argent qui peut être considérée pour prédire la rupture électrique. En considérant le cas d'un contact soumis à du fretting simple, la quantité d'argent attendue est estimée en sommant le volume d'argent présent dans les traces de fretting des échantillons inférieurs et supérieurs. L'amplitude de glissement est supposée négligeable par rapport au rayon de contact, ainsi :

$$V_{f\_th} = V_{s\_th} + V_{i\_th} \tag{3-42}$$

$$\text{avec } V_{s\_th} = V_{i\_th} = \pi.e.\frac{\phi_f^2}{4} \tag{3-43}$$

où e est l'épaisseur de dépôt et $Ø_f$ correspond au diamètre final de la trace de fretting mesuré à la rupture électrique. Cela amène à une expression simple:

$$V_{f\_th} = \pi.e.\frac{\phi_f^2}{2} \tag{3-44}$$

Pour le cas d'un essai mixant petits cycles et grands cycles, il est nécessaire de prendre en compte la contribution de la trace d'usure engendrée par les grands glissements. Considérant la description schématique du contact (Figure 3.27), cela permet de déduire:

$$V_{i\_th} = \pi.e.\frac{\phi_{f,GC}^2}{4} \tag{3-45}$$

$$V_{s\_th} = \pi.e.\frac{\phi_{f,GC}^2}{4} + D.e.\phi_{f,GC} \quad (3\text{-}46)$$

Ainsi, le volume d'argent théorique disponible est:

$$V_{f,GC\_th} = \pi.e.\frac{\phi_{f,GC}^2}{2} + D.e.\phi_{f,GC} \quad (3\text{-}47)$$

où $Ø_{f,GC}$ est le diamètre de la trace de fretting mesuré à la rupture électrique pour un test couplant fretting et grands glissements.

Quand D=0µm, c'est-à-dire quand $Ø_{f,GC} = Ø_f$, cette expression est équivalente à celle d'un fretting simple donné par l'équation (3-44). Le volume usé total à la rupture électrique peut aussi être obtenu par des mesures expérimentales à l'aide de profils 3D des surfaces comme présenté dans le paragraphe 2.4.4.3. Les volumes d'usure analysés sont restreints aux zones frottées (i.e. traces de fretting et de grand glissement) et ne tiennent pas compte des débris accumulés et agglomérés près de l'interface frottée qui peuvent altérer l'estimation des volumes usés. La Figure 3.32 trace l'évolution du volume usé obtenu expérimentalement et le diamètre mesuré de la trace de fretting en fonction de l'amplitude de grand cycle appliquée.

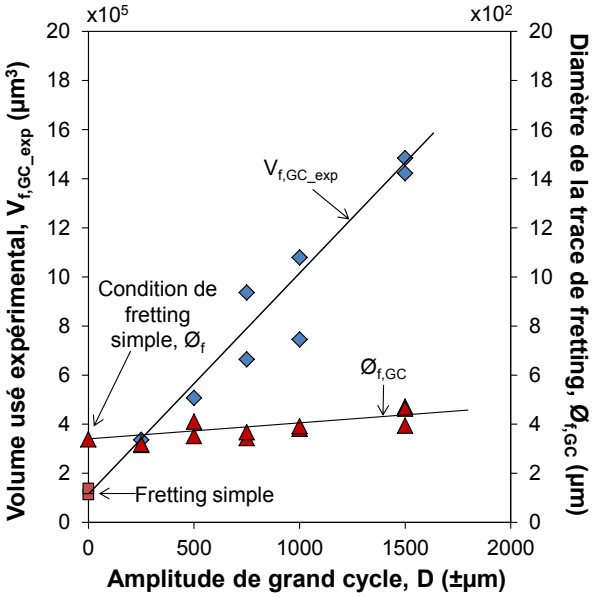


Figure 3.32: Evolution du volume d'usure total V_{f,GC_exp} et du diamètre de la trace de fretting à la ruture électrique en fonction l'amplitude de grand glissement appliquée D (P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s, N_{BF}=10 000 cycles).

Comme attendu, le volume usé total augmente linéairement avec l'amplitude D. De plus, l'évolution linéaire rejoint bien la valeur de volume usé déterminée pour du fretting simple. Il est cependant surprenant que l'évolution du diamètre de la trace de fretting reste quasi constante quelle que soit l'amplitude D considérée. Cela suggère que l'augmentation de la durée de vie d'un contact électrique n'est pas due à l'extension de l'aire de contact en fretting mais bien à la quantité d'argent introduite dans le contact depuis la zone de grand glissement. Cette évolution constante permet de considérer un diamètre constant quelle que soit l'amplitude D telle que:

$$Ø_{f,GC} = Ø_f \quad (3\text{-}48)$$

En considérant cette approximation, le volume d'argent potentiellement consommé à la rupture électrique peut être simplifié par:

$$V_{f,GC\_th} = \pi.e.\frac{\phi_f^2}{2} + D.e.\phi_f \qquad (3\text{-}49)$$

La Figure 3.33 compare le volume d'argent théorique impliqué dans l'interface frottée définie par l'équation (3-49) et le volume usé expérimental obtenu à l'aide des profils 3D des traces à la rupture électrique.

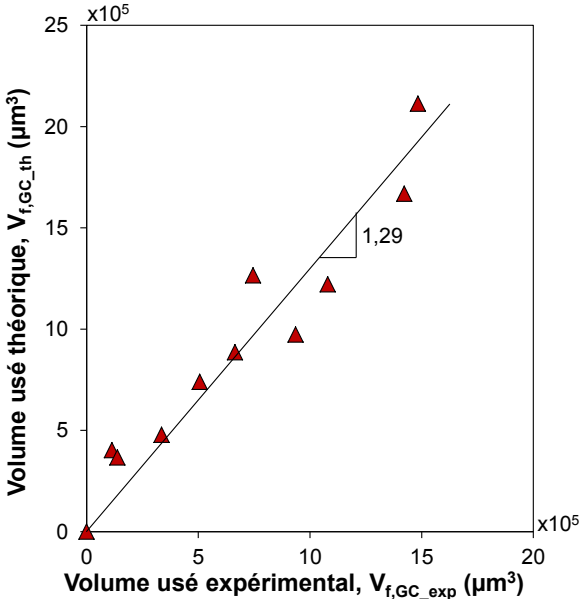


Figure 3.33: Evolution du volume d'argent théoriquement consommé dans le contact frotté (V_{f,GC_th}, Eq.(3-49)) en fonction du volume usé mesuré à la rupture électrique (V_{f,GC_exp}).

Une évolution linéaire est observée ce qui confirme encore une fois l'hypothèse concernant le transfert d'argent. Cependant, la pente n'est pas égale à 1 mais affiche une valeur supérieure d'environ 1,3. Ainsi, il est possible d'établir un coefficient de proportionnalité entre le volume usé théorique et le volume usé expérimental déterminé à la rupture électrique, tel que :

$$V_{f,GC\_\exp} = \beta.V_{f,GC\_th} \quad \text{avec } \beta = 0{,}76 \qquad (3\text{-}50)$$

Cela suggère que la rupture électrique est atteinte avant que tout l'argent disponible ne soit éliminé. Cette analyse montre que la rupture électrique d'un contact soumis à des sollicitations mixtes petits cycles/grands cycles est atteinte quand 76% de l'argent disponible est usé. Ce résultat est cohérent avec les études précédentes. En effet, les études en fretting simple ont montré que la rupture électrique était atteinte quand 60% de l'argent disponible était éliminé de la trace de fretting (cf. § 3.2.1, [185]). Cette étude a aussi montré que la rupture électrique était atteinte quand une couche homogène de débris oxydés recouvre entièrement la trace de fretting, ce qui peut se produire avant l'élimination de tout l'argent. Considérant l'évolution linéaire entre V_{f,GC_exp} et V_{f,GC_th}, le volume théorique V_{f,GC_th} sera utilisé pour définir le taux de volume usé et finalement pour prédire la durée de vie de la Résistance Electrique de Contact (REC). Des formules équivalentes peuvent évidemment être adoptées en utilisant le volume usé expérimental (V_{f,GC_exp}) et le coefficient de proportionnalité précédemment défini. Cependant, l'utilisation de la variable V_{f,GC_th} apparait plus simple à utiliser pour prédire la durée de vie du contact.

3.4.3.2. Prédiction de l'endurance d'un contact mixte fretting/grand glissement

3.4.3.2.1. Prédiction de l'endurance en fonction du taux d'usure

Dans le cas du fretting simple, le taux d'usure volumétrique peut être exprimé comme le ratio du volume usé théorique à la rupture électrique (V_{f_th}) et de la durée de vie du contact (Nc) tel que:

$$K_{f,V} = \frac{V_{f\_th}}{Nc} = \frac{\pi.\phi_f^2}{2}.e.\frac{1}{Nc} \tag{3-51}$$

Pour le cas d'un contact mixte petits cycles/grands cycles, le taux d'usure volumétrique est estimé en considérant l'amplitude limite de grand glissement D_l=±250 µm et en supposant $Ø_{f,GC} = Ø_f$. Cela conduit à:

$$K_{f,GC,V} = \frac{V_{f,GC\_th}(D_l)}{Nc_{f,GC}(D_l)} = \frac{\phi_f.e}{Nc_{f,GC}(D_l)}.\left[\frac{\pi.\phi_f}{2} + D_l\right] \tag{3-52}$$

Le calcul de ces deux expressions conduit à $K_{f,V}$=3,96µm^3/cycle et $K_{f,GC,V}$=6,47µm^3/cycle. Comme attendu, le taux d'usure du contact mixte petits cycles/grands cycles est significativement plus élevé que celui trouvé pour la condition de fretting simple:

$$\frac{K_{f,GC,V}}{K_{f,V}} = 1.63 \tag{3-53}$$

Le coefficient $K_{f,GC,V}$ illustre le taux d'usure quand un grand glissement est imposé tous les N_{BF}=10 000 cycles de fretting. Pour cette amplitude de grand glissement (D_l), seulement quatre grands cycles ont été réalisés avant la rupture électrique. Il est surprenant de voir comment un si petit nombre de grand cycle peut augmenter le taux d'usure en fretting (i.e. +63%). Cela peut s'expliquer par une élimination très rapide du 3ème corps sous l'effet des grands glissements, cohérente avec la théorie de flux du 3ème corps développé par Berthier et al. [195].

Dans la suite de cette étude, il sera supposé que l'amplitude de grand glissement (D) n'influence pas la valeur du taux d'usure $K_{f,GC,V}$. Cette supposition peut être expliquée par le fait qu'un grand glissement n'augmente pas le taux d'usure puisque le 3ème corps présent dans la zone de fretting est éjecté. Ainsi quelle que soit la distance d'éjection des débris depuis la trace de fretting, ces derniers ne peuvent pas être réinjectés dans le tribo-système. En considérant cette hypothèse, la durée de vie d'un contact soumis à des sollicitations de fretting couplées à des grands glissements peut être exprimée en appliquant l'expression suivante :

$$Nc_{f,GC\_th} = \frac{V_{f,GC\_th}}{K_{f,GC,V}} = \frac{1}{K_{f,GC,V}}.\left[\pi.e.\frac{\phi_f^2}{2} + D.e.\phi_f\right] \tag{3-54}$$

où $K_{f,GC,V}$ est le taux d'usure obtenu pour un contact mixte petits cycles/grands cycles précédemment établi pour D=D_l=±250µm.

Pour la condition de fretting simple, cela conduit bien évidemment à :

$$Nc_{f\_th} = \frac{V_{f\_th}}{K_{f,V}} = \frac{\pi.e.\phi_f^2}{2.K_{f,V}} \tag{3-55}$$

La Figure 3.34 compare les durées de vie théoriques et expérimentales. Une bonne corrélation est observée malgré l'hypothèse d'un taux d'usure $K_{f,GC,V}$ constant et indépendant de l'amplitude des grands cycles appliquée (i.e. $D \geq D_l$).

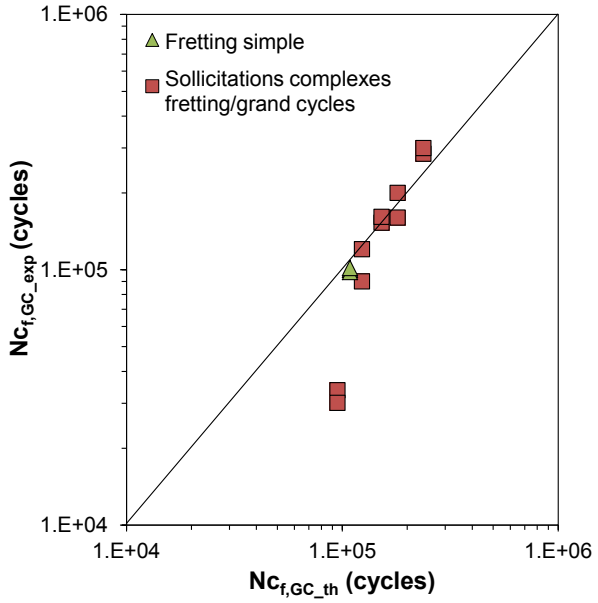


Figure 3.34: Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{f,GC_exp}) et théoriques (Nc_{f,GC_th}) (e_{Ag} =2µm, P=3N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s, N_{BF}=10 000 cycles, ±250µm⩽D⩽±1 500µm).

Il est à noter que cette équation théorique requiert seulement l'analyse d'un essai de fretting pour obtenir $Ø_f$ et un essai couplant petits cycles/grands cycles à $D=D_l$ pour déterminer $Nc_{f,GC}$ et donc $K_{f,GC,V}$. Ainsi en appliquant des conditions de fretting données δ^*_g, P, f et pour une certaine épaisseur de dépôt e, la durée de vie du contact peut être estimée analytiquement.

Des études plus approfondies doivent encore être réalisées afin de clarifier certains aspects tels que la variable D_l. De plus, la présente analyse n'étudie pas l'effet de l'amplitude sur une plage intermédiaire $\delta^*_g < D < \pm 250\mu m$, puisque il peut être supposé que la valeur seuil D_l est probablement plus petite que celle étudiée (D_l=±250µm). Enfin des études plus approfondies devraient être conduites pour mieux formaliser la cinétique sous l'effet de chargements complexes de fretting et de grands glissements.

3.4.3.2.1. Prédiction de l'endurance par une approche énergétique

L'expression précédente, bien que pertinente a été établie pour N_{BF}=10 000 cycles et ne tient pas compte des autres paramètres de chargement tel que l'effort normal appliqué. Il est donc nécessaire de mettre en place une expression générale permettant de prédire l'endurance d'un contact soumis à des sollicitations complexes de fretting et de grands glissements. Pour cela, des travaux ont été réalisés en considérant une approche énergétique ce qui permettra de relier au mieux les différentes variables possibles à travers une simple variable énergétique.

- ***Relation entre l'endurance et la densité d'énergie dissipée***

Afin d'introduire une notion énergétique, des essais complémentaires couplant petits cycles/ grands cycles ont été réalisés en appliquant le protocole présenté dans le paragraphe 2.4.1.2.3 avec des charges de P=3N et P=1,5N pour différents N_{BF}. Suite aux essais, les traces de fretting ont été expertisées afin de déterminer l'aire de contact finale (A_f) et la densité d'énergie dissipée ($\varphi_{f,Nc_{f,GC}}$) à la rupture électrique ($Nc_{f,GC}$) définie selon l'équation (3-56).

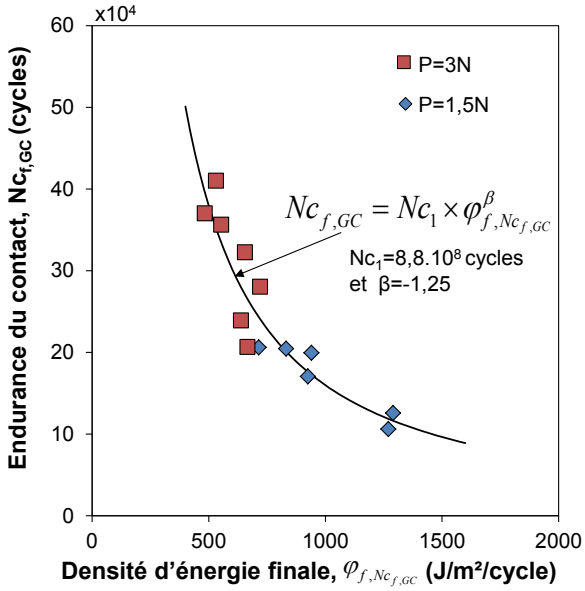


Figure 3.35 : Evolution de la durée de vie de contact (Nc$_{f,GC}$) en fonction de la densité d'énergie dissipée «finale» de frottement par cycle ($\varphi_{f,Nc_{f,GC}}$), (e$_{Ag}$=2µm, P=1,5N et P=3N, δ^*_g=±9µm, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, v$_{GC,ref}$=8,3µm/s, D=±1mm et 5 000 cycles⩽N$_{BF}$⩽60 000 cycles).

Comme présenté sur la Figure 3.35, il est possible de modéliser l'endurance du contact électrique par une fonction puissance de la densité d'énergie dissipée de frottement par l'équation :

$$Nc_{f,GC} = Nc_1 \times \varphi^{\beta}_{f,Nc_{f,GC}} \quad (3\text{-}56)$$

avec Nc$_1$=8,8.10^8 cycles et β=-1,25.

Cette équation permet donc de quantifier l'endurance du contact pour des charges et pour des fréquences d'application de grand cycle (N$_{BF}$) différentes. Néanmoins une seule amplitude de grand cycle (D=±1mm) a pu être étudiée et l'équation obtenue ne permet pas d'incorporer directement l'amplitude D imposée, ni la durée des blocs de fretting N$_{BF}$. Pour cela, il est nécessaire d'établir une expression plus complète.

➢ ***Influence de la fréquence des grands cycles sur l'aire de contact***

Afin d'intégrer les paramètres de chargement dans l'équation (3-56), il est d'abord nécessaire de trouver un lien entre les différentes variables. Pour cela, une analyse de l'aire de contact finale en fonction de la fréquence d'application des grands cycles (N$_{BF}$) a été réalisée pour les deux charges étudiées (P=1,5N et P=3N).

L'étude de l'aire de contact sur la Figure 3.36 permet de voir qu'il existe un lien entre l'usure du contact et donc son extension et le nombre de cycles appliqué entre chaque grand cycle (N$_{BF}$).

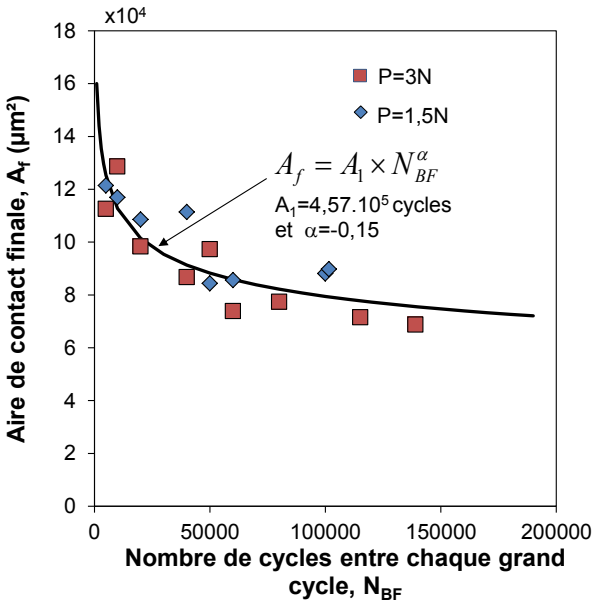


Figure 3.36 : Evolution de l'aire de contact finale A_f (µm²) à la rupture électrique en fonction de la fréquence d'application des grands cycles (N_{BF}) (e_{Ag}=2µm, P=1,5N et P=3N, δ^*_g=±9µm, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s, D=±1mm).

En effet, comme cela a été démontré précédemment, la diminution de N_{BF} permet une augmentation de la durée de vie du contact ($Nc_{f,GC}$), ce qui entraine une sollicitation en fretting plus longue dans l'interface, ce qui va donc déboucher sur une usure plus importante caractérisée par l'extension de l'aire de contact. Cette relation peut être formulée à l'aide d'une équation simple, telle que :

$$A_f = A_1 \times N_{BF}^{\alpha} \tag{3-57}$$

avec A_1=4,57.10^{5}µm² et α=-0,15.

Il est alors possible de déterminer l'endurance ($Nc_{f,GC}$) telle que :

$$Nc_{f,GC} = Nc_1 . \left(\frac{E_d}{A_1 . N_{BF}^{\alpha}} \right)^{\beta} \tag{3-58}$$

sachant que

$$\varphi_{f,Nc_{f,GC}} = \frac{E_d}{A_f} \tag{3-59}$$

➢ ***Relation entre l'endurance et l'amplitude d'un grand cycle***

Enfin, le dernier paramètre nécessaire pour avoir une équation complète consiste à intégrer l'amplitude du grand cycle (D). Lors de l'étude précédente, ce paramètre a été étudié pour une fréquence d'application de grand cycle fixé à N_{BF}=10 000 cycles et une charge P=3N. En traçant l'évolution sur la Figure 3.37 de l'endurance ($Nc_{f,GC}$) normalisée par une valeur référence (Nc_{f,GC_ref}) en fonction de l'amplitude de grand cycle (D) normalisée par une valeur de référence (D_{ref}), il est possible d'établir une relation linéaire telle que :

$$Nc_{f,GC} = N_{f,GC\_ref} . \frac{D}{D_{ref}} \tag{3-60}$$

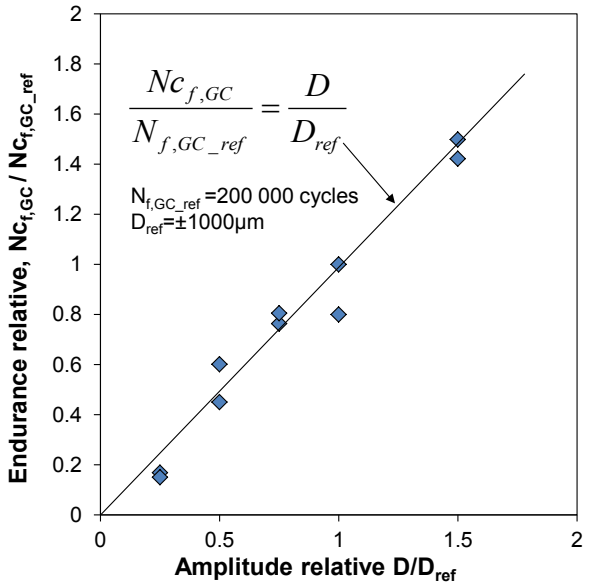


Figure 3.37 : Evolution de l'endurance relative ($Nc_{f,GC}$ /Nc_{f,GC_ref}) en fonction de l'amplitude de grand cycle relative (D/D_{ref}) déterminé en normalisant par des données de référence (Nc_{f,GC_ref}=200 000 cycles et D_{ref}=±1000µm) (e_{Ag}=2µm, P=3N, δ^*_g=±9µm, f=30Hz, T=25°C, HR=10%, $v_{GC,ref}$=8,3µm/s).

En combinant les équations (3-35), (3-58) et (3-60), une équation globale, tenant compte de l'amplitude de grand cycle (D), de la vitesse du grand cycle (v_{GC}) et de la fréquence d'application de ces grands cycles (N_{BF}) peut être exprimée :

$$Nc_{f,GC} = Nc_1.\left(\frac{E_d}{A_1.N_{BF}^{\alpha}}\right)^{\beta}.\left(\frac{D}{D_{ref}}\right).\left(\frac{v_{GC}}{v_{GC,ref}}\right)^{\gamma} \quad (3\text{-}61)$$

avec N_{c1}=8,8.10^8 cycles; β=-1,25; A_1=4,57.10^5µm²; α=-0,15; D_{ref}=±1000µm; $v_{GC,ref}$=8,3µm/s et γ =-0,24.

La Figure 3.38 compare les durées de vie théoriques obtenues par l'équation (3-61) et les durées de vies expérimentales obtenues pour différentes configurations de test (P=3N et P=1,5N, 5 000 cycles⩽N_{BF}⩽60 000 cycles et ±250µm⩽D⩽±1 500µm). Les résultats montrent une bonne répartition des points autour de la droite y=x. Les analyses statistiques ont permis de déterminer un écart-type de σ=56 322 cycles, soit une erreur relative de σ%=13,74%.

Néanmoins, l'ensemble des données a été obtenu pour une amplitude de glissement en fretting fixée à δ^*_g =±9µm. De plus, l'étude de l'influence de la vitesse de glissement des grands cycles (v_{GC}) a été menée en fixant à N_{BF}=10 000 cycles le nombre de cycles de fretting entre deux grands glissements. Or comme supposé dans le paragraphe 3.4.2.1, l'évolution de la durée de vie du contact en fonction du nombre de cycles de fretting entre deux grands glissements peut probablement être différente en considérant une vitesse de glissement des grands cycles plus élevée. Il serait donc intéressant de mener une étude plus approfondie afin d'étendre l'équation théorique (3-61) à tous les paramètres de chargement du contact.

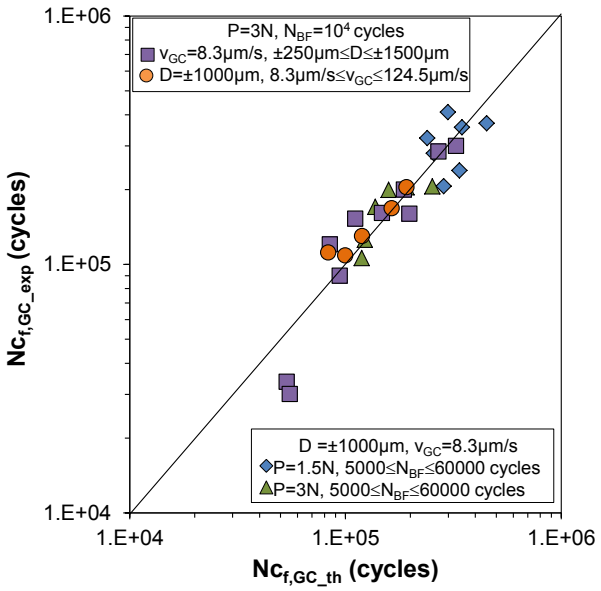


Figure 3.38: Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{f,GC_exp}) et théoriques (Nc_{f,GC_th}) (e_{Ag}=2µm, P=3N et P=1,5N, HR=10%, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm, 8,3µm/s⩽v_{GC}⩽124,5µm/s, 5 000 cycles⩽N_{BF}⩽60 000 cycles, ±250µm⩽D⩽±1 500µm).

3.5. Etude d'un contact soumis à une atmosphère corrosive

Au cours des précédentes études, l'humidité relative a toujours été maintenue à HR=10%. Néanmoins, des travaux [116], [196], [197] ont montré que l'humidité pouvait jouer sur la durée de vie d'un contact électrique. De plus dans certaines conditions, les connecteurs peuvent être soumis en stockage ou en fonctionnement à des environnements polluants pouvant eux aussi affecter les performances électriques des connecteurs. L'objectif de cette partie est donc de soumettre des contacts électriques à une atmosphère corrosive et de déterminer son impact sur la performance électrique et sur l'usure du contact. De plus, l'intérêt de cette étude dans ce chapitre est important car l'argent est un des dépôts utilisés en connectique ayant la plus forte réactivité chimique avec les milieux soufrés.

3.5.1. Influence de l'humidité relative

Dans cette partie, une étude a été réalisée afin de déterminer l'évolution de la durée de vie d'un contact argent en présence d'humidité. Pour cela des essais classiques de fretting simple ont été réalisés (P=3N, f=33Hz, T=25°C et δ^*_g=± 9 µm) avec des humidités relatives de 10%, 50% et 75%.

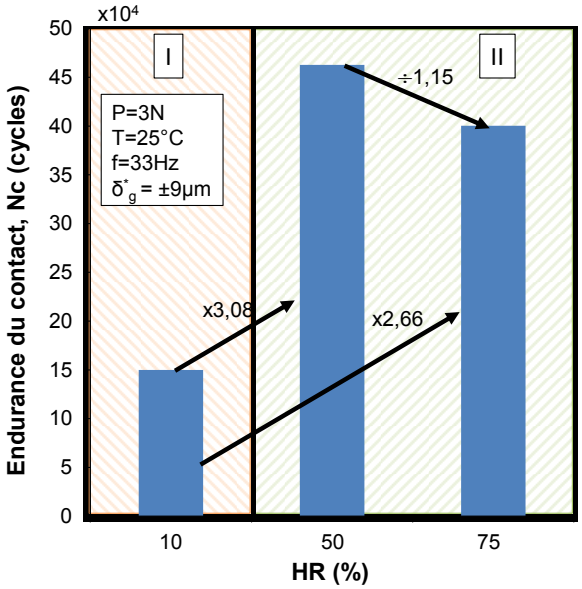


Figure 3.39: Evolution de la durée de vie d'un contact argent soumis à des sollicitations de fretting usure (P=3N, f=33Hz, T=25°C, δ^*_g=± 9 µm) en fonction de l'humidité relative du système.

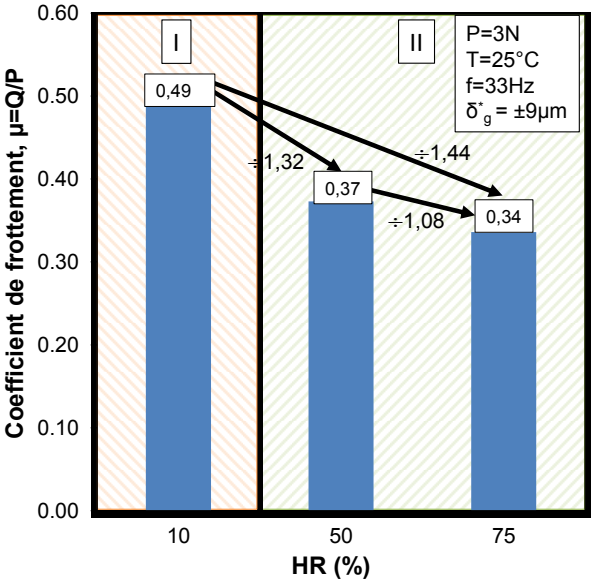


Figure 3.40: Evolution du coefficient de frottement d'un contact argent soumis à des sollicitations de fretting usure (P=3N, f=33Hz, T=25°C, δ^*_g=± 9 µm) en fonction de l'humidité relative du système.

Les premiers résultats (Figure 3.39) montrent qu'une augmentation de l'humidité relative permet une augmentation de la durée de vie du contact par rapport à une humidité relative de référence de 10% avec un facteur multiplicateur d'environ 3. En revanche, il est surprenant de constater que cette augmentation n'est pas continue. En effet, entre HR=50% et HR=75%, il est possible d'observer des durées de vie quasi similaires avec une légère diminution d'un facteur 1,15. Il semblerait donc que la dégradation de l'endurance du contact soit liée à deux mécanismes d'endommagement distincts.

Pour valider cette hypothèse, une étude rapide du coefficient de frottement a été réalisée (Figure 3.40) aux ruptures électriques. Les résultats de la Figure 3.40 montrent bien que plus l'humidité relative est importante, plus le coefficient de frottement diminue par rapport à une humidité relative référence de HR=10%. En revanche, entre HR=50% et HR=75%, les coefficients de frottement sont proches. Ces résultats montrent l'apparition de deux mécanismes régissant la rupture électrique du contact en fonction de l'humidité relative imposée.

Afin d'identifier ces mécanismes, des analyses MEB et EDX ont été réalisées sur les traces de fretting obtenues aux ruptures électriques de deux configurations (HR=10% ($Nc_{10\%}$=150 000 cycles) et HR=50% ($Nc_{50\%}$= 462 780 cycles)). La Figure 3.41 permet donc d'identifier les éléments et leurs concentrations présents dans l'interface au moment de la rupture électrique. En observant, les faciès d'usure, il est possible d'observer une différence de morphologie. En effet, pour la trace obtenue à HR=50%, des sillons orientés dans le sens du déplacement sont observables dans tout le contact alors que pour la trace obtenue à HR=10%, l'interface semble plus lisse avec la présence de plaques. Les débris autour des traces montrent également une différence de mécanisme, ils sont petits et pulvérulents pour les humidités élevées et plus gros pour un contact sec.

La première hypothèse serait donc que pour une humidité relative faible, le processus d'usure soit lié à des phénomènes adhésifs. En effet, dans les contacts argent, des mécanismes de cold-welding ont été observés [186] générant aussi une forte déformation plastique de l'interface. Pour les humidités plus élevées, il est possible de supposer la formation d'un film d'eau mince à la surface permettant de limiter les processus d'adhésion en faveur de l'abrasion du contact.

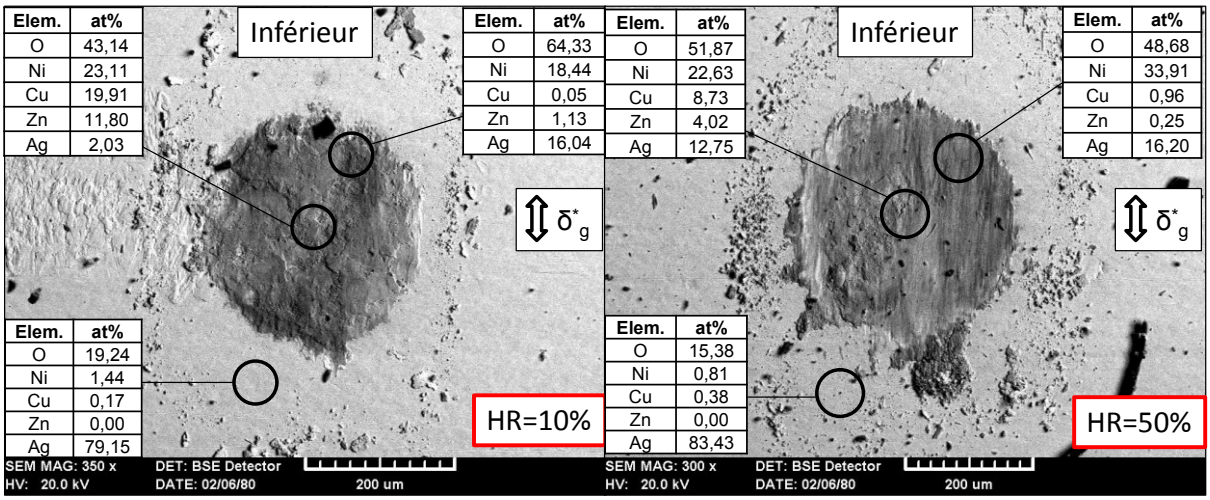


Figure 3.41 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX des traces d'usure des échantillons inférieurs aux ruptures électriques ($Nc_{10\%}$=150 000 cycles et $Nc_{50\%}$= 462 780 cycles, e_{Ag}=2µm, P=3N, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm) d'un contact Ag/Ag pour différentes humidités relatives (HR=10% et HR=50%).

Néanmoins, les analyses EDX ne permettent pas d'identifier précisément les mécanismes activés en présence d'une forte humidité relative. Pour répondre à cette question, des analyses Raman (λ=532nm) ont été réalisées sur les faciès d'usure pour un contact sec (HR=10%) et pour un contact humide (HR=50%) aux ruptures électriques ($Nc_{10\%}$=150 000 cycles et $Nc_{50\%}$= 462 780 cycles). La Figure 3.42 permet donc de mettre en évidence la présence d'oxydes dans le contact, quelle que soit l'humidité relative appliquée. En ce qui concerne les oxydes de cuivre, de nickel et de zinc, les spectres confirment leur présence comme cela a pu être déterminé lors des analyses EDX. Ils permettent également de constater qu'ils sont de nature similaire. Il est cependant intéressant de noter un pic caractérisant le composé Ag_2O plus important dans le contact soumis à une humidité relative de 50% ainsi que la présence d'hydrates ($Ni(OH)_2$).

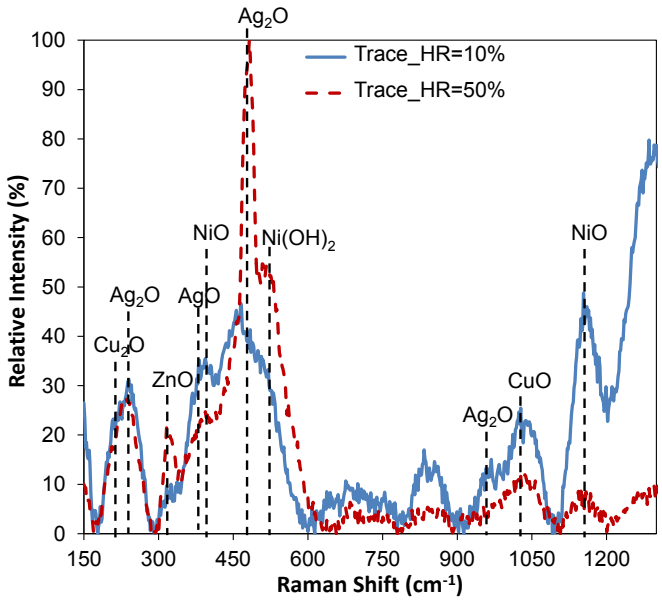


Figure 3.42 : Spectres Raman (λ=532nm) des faciès d'usure (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=33Hz, T=25°C, δ^*_g=± 9 µm) d'un contact argent exposé à deux humidités relatives différentes : HR=10% et HR=50%.

Dans le cas d'une humidité relative élevée, l'apparition d'un film lubrifiant dans le système, en réduisant le travail dissipé dans le contact, va permettre de ralentir l'usure de l'interface et donc d'approvisionner le système en nickel, et bien plus tard en cuivre et en zinc. Dans certains cas, les oxydes et hydrates formés peuvent s'agglomérer et ainsi former un 3ème corps adhérant dans

l'interface. Il sera alors nécessaire d'appliquer plus de cycles de fretting pour éliminer ce 3ème corps, ce qui va avoir tendance à diminuer aussi la cinétique d'usure. En revanche, l'argent piégé dans le contact va subir une oxydation plus importante que dans un contact sec [92], [198]. A la rupture électrique, le contact va donc être essentiellement constitué d'oxydes (CuO, Cu_2O, ZnO et NiO), d'hydrates ($Ni(OH)_2$) mais aussi d'oxydes d'argent (Ag_2O). Cela explique la concentration plus élevée en argent dans la trace analysée à HR=50% (Figure 3.43) par rapport à un contact sec où il a été montré que la rupture électrique avait lieu quand la concentration en argent passait en dessous d'un seuil critique $[Ag]_{th}$=5at% [185]. En effet, l'argent reste piégé dans le contact mais étant oxydé, il perd ces propriétés conductrices. Ces résultats confirment également que le critère de concentration en oxygène $[O]_{th}$ est plus pertinent pour caractériser la rupture électrique d'un contact.

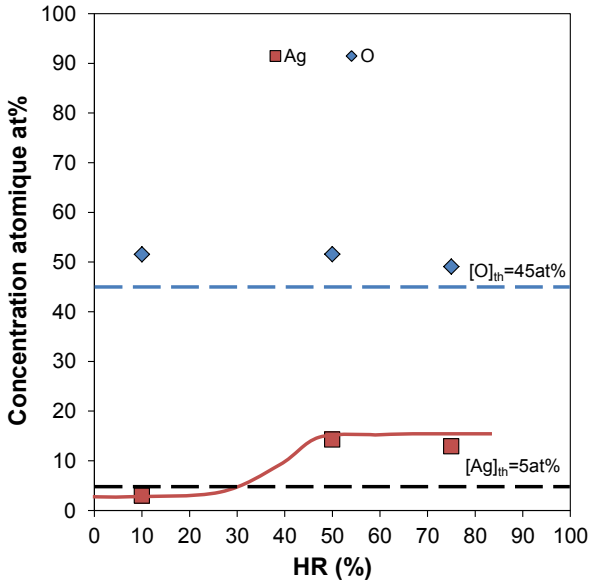


Figure 3.43 : Evolution des concentrations atomiques (at%) moyennes en argent et en oxygène des contacts aux ruptures électrique (Nc) en fonction des humidités relatives (10%, 50% et 75%).

3.5.2. Influence d'un environnement pollué

En plus d'un environnement humide, les connecteurs peuvent être soumis à des agressions corrosives dues aux gaz pollués pouvant se trouver en atmosphère ou près des moteurs. Les principaux gaz pouvant intervenir sont le SO_2 et le H_2S. Dans le cas d'un contact argent, les réactions peuvent être rapidement dramatiques car il est très sensible à la sulfuration. Cette sulfuration peut donc générer une dégradation de la résistance électrique. L'objectif de cette partie est donc d'étudier le comportement en fretting d'un contact argent soumis à une atmosphère corrosive afin d'évaluer l'impact sur la performance du contact électrique.

3.5.2.1. Impact d'une atmosphère soufrée

Afin d'identifier si une atmosphère corrosive peut impacter l'endurance d'un contact électrique, des essais de fretting (P=3N, f=33Hz, T=25°C, HR=10%) ont été réalisés en atmosphère ambiante et en atmosphère contrôlée. Pour les essais en milieu soufré, des gaz d'azote dopé H_2S et SO_2 ont été injectés dans l'enceinte d'essai de manière à fixer une concentration en SO_2 de 1,2ppm et en H_2S de 0,5ppm. La Figure 3.44 trace les courbes d'endurance des contacts obtenus à partir de plusieurs amplitudes de glissement testées, afin de pouvoir réaliser une comparaison sur une plus grande plage de données.

Les résultats montrent qu'un contact électrique argent soumis à des sollicitations de fretting en atmosphère soufrée ne semble pas être dégradé plus rapidement. Au contraire, en observant les

courbes d'endurance de la Figure 3.44, l'application d'un environnement pollué semble augmenter la performance du contact argent en moyenne d'un facteur 10.

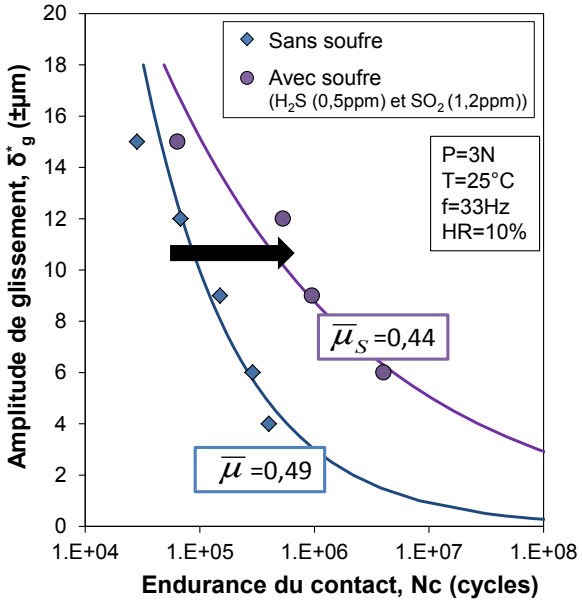


Figure 3.44 : Comparaison des courbes d'endurance de contact argent soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag} =2µm, P=3N, T=25°C, f=30Hz, HR=10%, ±4µm<δ^*_g<±15µm) pour différentes atmosphères : ambiante et soufrée ([SO_2]=1,2 ppm et [H_2S]=0,5 ppm)

L'hypothèse pouvant expliquer cette amélioration serait que les composés chimiques créés en présence de soufre, et piégés par la suite dans le contact, ont des propriétés lubrifiantes [199]–[202]. En effet, en calculant le coefficient de frottement moyen ($\overline{\mu}$) des deux conditions, il est possible d'observer une diminution de celui-ci dans le cas d'une atmosphère soufrée ($\overline{\mu}$ = 0,49 > $\overline{\mu}_S$ = 0,44), ce qui confirmerait le processus de lubrification. Cependant l'écart reste faible de l'ordre de 10%. Il est difficile d'expliquer une augmentation de la durée de vie électrique d'un facteur 10 avec une simple réduction du coefficient de frottement de l'ordre de 10%. Cette augmentation significative de la durée de vie du contact électrique peut être attribuée aux propriétés lubrifiantes des composants soufrés générés dans l'interface [200]–[202]. Les analyses EDX présentées sur la Figure 3.45 montrent bien la présence de soufre dans l'interface, mais cela ne permet pas d'identifier les composés formés au cours des sollicitations mécaniques.

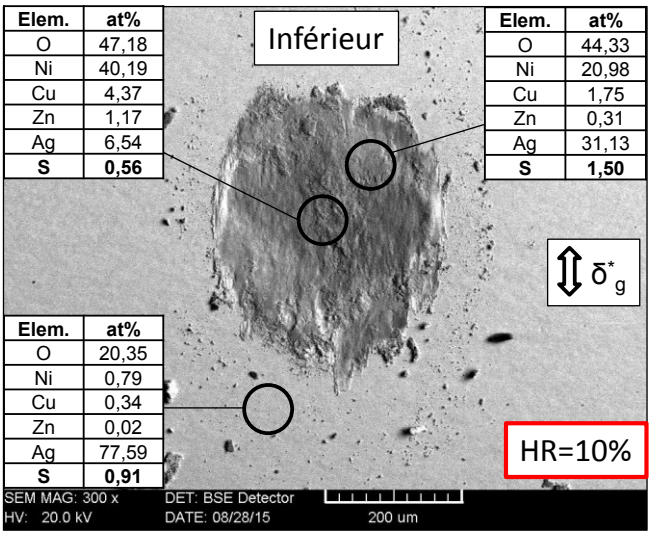


Figure 3.45 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX d'une trace de fretting-usure (e_{Ag} =2µm, HR=10%, P=3N, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=± 9 µm) d'un contact Ag/Ag en atmosphère soufrée.

Pour cela, des analyses Raman (λ=532nm) ont été réalisées sur les essais précédents. Les spectres de la Figure 3.46 ont été réalisés en dehors de la trace alors que la Figure 3.47 présente les spectres obtenus dans les faciès d'usure aux ruptures électriques.

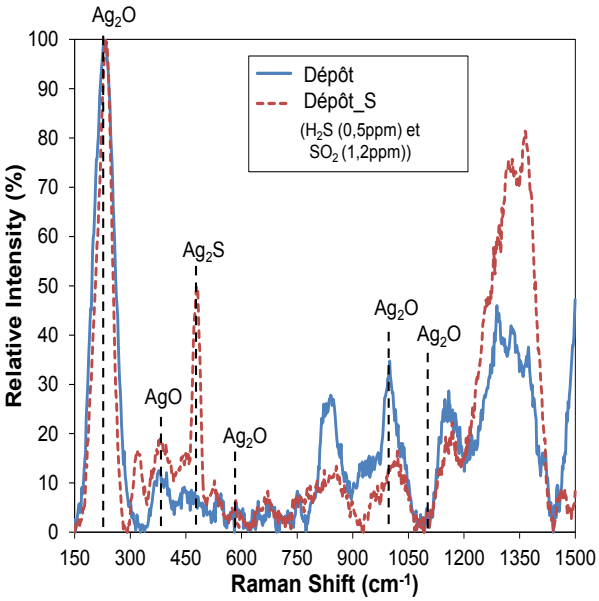


Figure 3.46 : Spectres Raman (λ=532nm) de dépôts argent exposés à différentes atmosphères : ambiante et soufrée (H_2S (0,5ppm) et SO_2 (1,2ppm)).

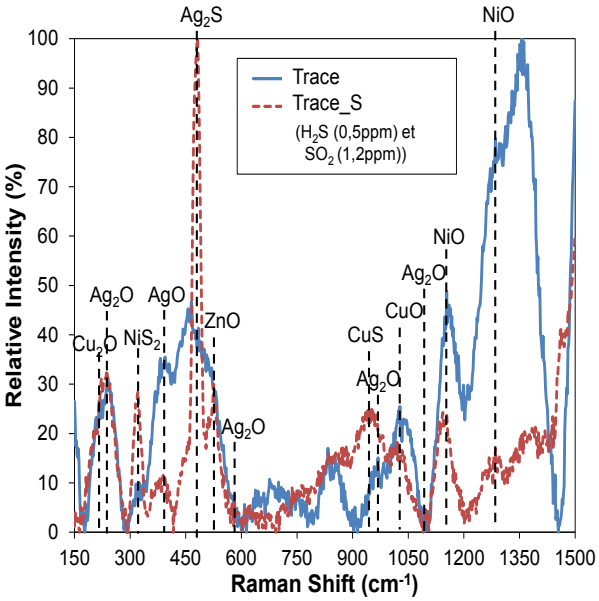


Figure 3.47 : Spectres Raman (λ=532nm) de faciès d'usure (e_{Ag} =2µm, P=3N, f=33Hz, T=25°C, δ^*_g=±9µm) d'un contact argent exposé à différentes atmosphères : ambiante et soufrée (H_2S (0,5ppm) et SO_2 (1,2ppm)).

Les spectres de la Figure 3.46 permettent donc de mettre en évidence la réaction de l'argent avec le soufre. En effet, le spectre montre un pic caractéristique du sulfure d'argent (Ag_2S) [203]. Ceux de la Figure 3.47 montrent bien la présence de pics caractérisant les sulfures [203]–[206] formés dans le contact soumis à une atmosphère soufrée. Ainsi, les différents éléments tels que le cuivre, le nickel et l'argent vont réagir avec le soufre pénétrant dans l'interface. Ceci confirme donc que les sulfures génèrent une lubrification dans le contact, diminuant ainsi son usure ce qui retarde la rupture électrique, mais permet aussi la formation de composés Ag_2S qui potentiellement pourraient améliorer les propriétés conductrices de l'interface. Une autre hypothèse pour expliquer ces meilleures performances dans un milieu soufré serait liée aux propriétés rhéologiques du 3ème corps formé. Il est donc possible de supposer que le 3ème corps formé présente des propriétés rhéologiques différentes. Plus cohésif, le 3ème corps est moins facilement éjecté de l'interface [207]. Il est plus difficile d'éjecter le 3ème corps riche en élément argent et donc la durée de vie électrique du contact est fortement augmentée même si le coefficient de frottement est faiblement diminué. Malheureusement, il est difficile de quantifier la rhéologie d'un 3ème corps et de formaliser cet aspect.

3.5.2.2. Influence de l'humidité sur une atmosphère soufrée

La précédente partie a permis de mettre en évidence que l'exposition d'un contact argent à une atmosphère soufrée ne dégrade pas la résistance électrique de contact. Au contraire, la présence de soufre dans le contact semble améliorer l'endurance par le bais d'une lubrification du contact et une modification de la rhéologie du 3ème corps qui va permettre de ralentir l'usure du dépôt argent. Cependant, la précédente étude a été réalisée pour une humidité relative de HR=10%. Il est donc intéressant d'étudier le comportement d'un même contact soumis à la fois à une atmosphère soufrée et à une humidité élevée. Pour cela, des essais de fretting simple (e_{Ag}=2µm, P=3N, f=33Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) ont été réalisés avec des humidités relatives de 10%, 50% et 75% en environnement contrôlé (SO_2 (1,2ppm) et H_2S (0,5ppm)).

Les durées de vie obtenues ont été reportées sur la Figure 3.48 et comparées à celles obtenues sans soufre. Les résultats confirment que quelle que soit l'humidité relative considérée, la présence d'une atmosphère soufrée augmente l'endurance du contact argent. Il est également possible de voir une variation de la durée de vie en fonction de l'humidité comme cela a déjà été observé. En effet, entre HR=10% et HR=50%, l'amélioration de la performance est d'un facteur 3,5. En revanche, cette amélioration n'est pas continue puisque la durée de vie obtenue à HR=75% est inférieure à celle obtenue à HR=50% mais reste supérieure à celle déterminée à HR=10%.

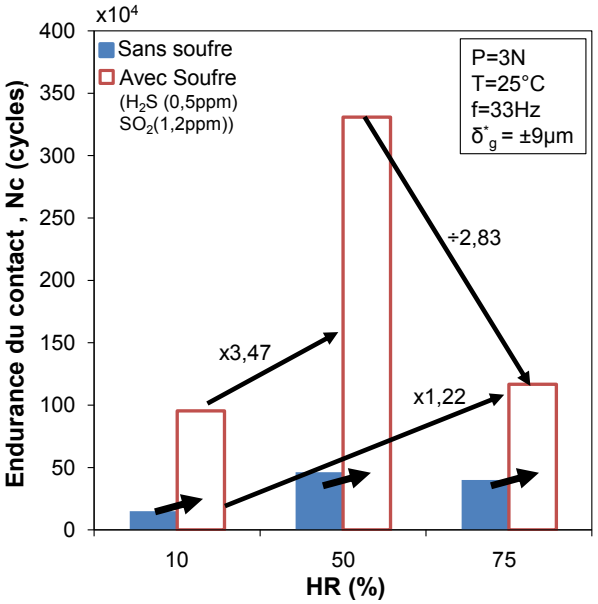


Figure 3.48 : Comparaison des durées de vie d'un contact argent soumis à des sollicitations de fretting-usure (e_{Ag} =2µm, P=3N, f=33Hz, T=25°C, δ^*_g=± 9 µm) en atmosphère ambiante et soufré (H_2S (0,5ppm) et SO_2 (1,2ppm)) en fonction de l'humidité relative du système.

Pour expliquer cette amélioration, il faut considérer les composés à base de soufre formés au cours de l'essai puisqu'il y a été montré que les sulfures ont de fortes propriétés lubrifiantes. L'hypothèse possible est que ces composés sont formés en plus grande quantité dans un contact soumis à une humidité relative de HR=50% par rapport à un contact à HR=75%. En observant les concentrations obtenues par analyses EDX (Figure 3.49), il est possible de voir que la concentration en soufre est la plus élevée dans la trace d'usure obtenue à HR=50%, ce qui confirmerait la précédente hypothèse.

De plus, Kleber [92] a montré la formation d'un film d'eau à la surface du contact qui croit linéairement avec l'humidité relative. Or plus le film est épais, plus la diffusion d'éléments polluants à travers cette couche pour atteindre la surface de l'interface est difficile [92]. Ainsi, à HR=75%, la quantité de soufre pouvant réagir pour former des sulfures est moins importante. En revanche, la présence d'humidité accélère aussi la sulfuration de l'argent [95], [98], [132], d'où une faible concentration en soufre dans le contact sec (HR=10%) comparée à celle mesurée à HR=75%.

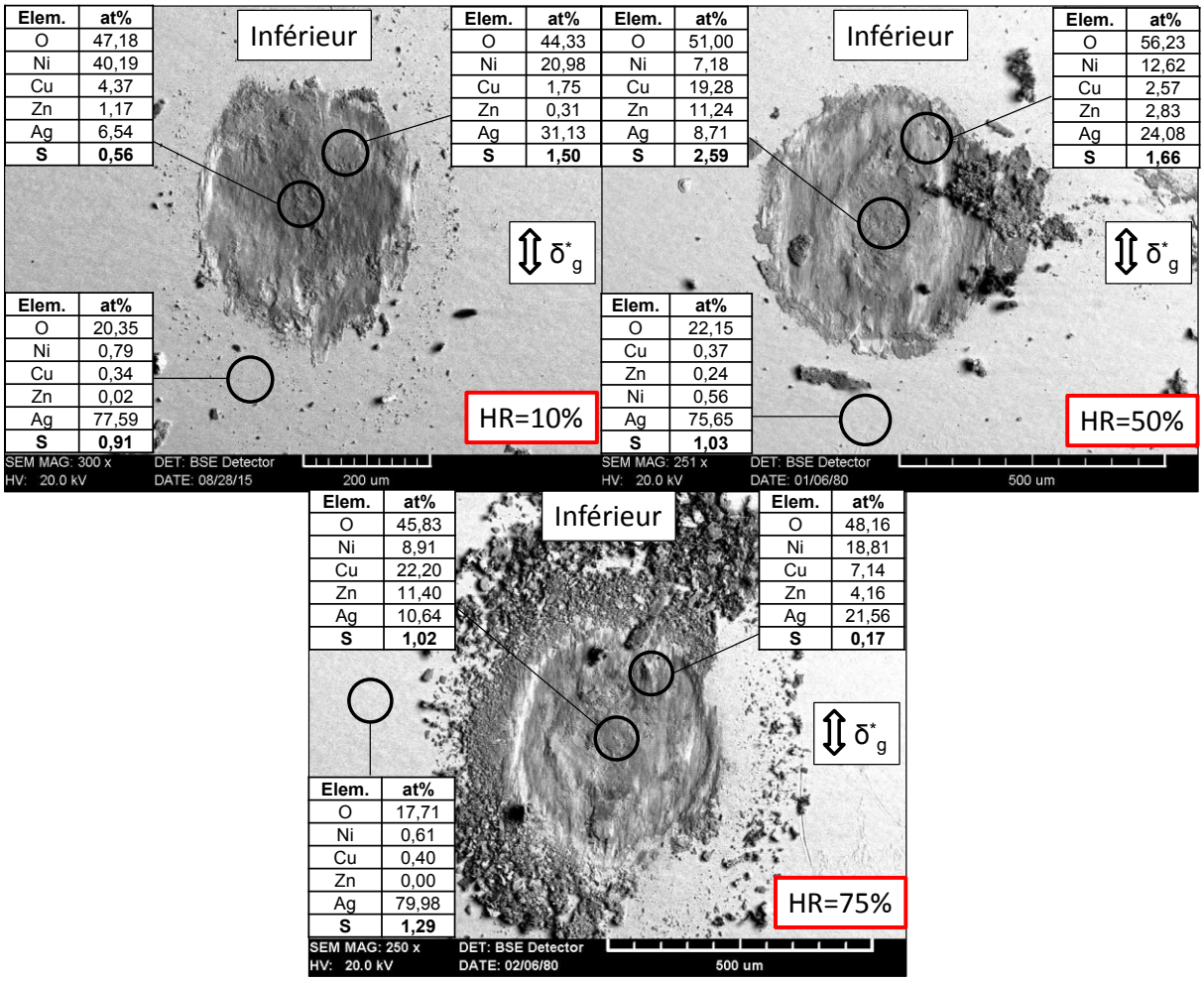


Figure 3.49 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) et analyses EDX de faciès d'usure aux ruptures électriques des échantillons inférieurs d'un contact Ag/Ag soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag}=2µm, P=3N, T=25°C, f=30Hz, δ^*_g=±9µm) en atmosphère soufrée (H_2S (0,5ppm) et SO_2 (1,2ppm)) pour différentes humidités relatives (HR=10%, 50% et 75%).

3.6. Conclusion

Dans ce chapitre, plusieurs études ont été menées sur un contact homogène en argent. Elles ont permis de mettre en évidence certains comportements du dépôt soumis à des sollicitations de fretting-usure. Elles ont également permis de mettre en place des méthodes fiables afin de prédire l'endurance du contact.

L'étude de l'interface a montré que la dégradation de la résistance électrique était liée à un processus d'usure dans le contact. Cependant, les données ont aussi démontré que la rupture électrique n'a pas lieu quand tout l'argent disponible dans le contact est éliminé : seul 60% semble consommé. Cela a démontré l'existence d'un facteur supplémentaire dans la détérioration de la résistance électrique de contact.

Des analyses chimiques ont été réalisées sur différents faciès d'usure obtenus au cours des cycles. Elles ont permis de suivre l'évolution de la résistance électrique de contact en fonction des concentrations présentes dans l'interface selon des lois puissances simples. Les analyses ont aussi permis de confirmer que l'oxydation du contact était aussi un facteur important, en plus de l'usure du dépôt argent, dans le mécanisme de dégradation de la résistance électrique de contact. A partir des valeurs de concentration obtenues à la rupture électrique, des critères de concentration ont été déterminés pour des conditions de faible humidité (HR=10%) :

Nc ($\Delta R>4m\Omega$) quand $[Ag]_{d=0.2\emptyset f}<[Ag]_{th}\approx 5at\%$
et $[O]_{d=0.2\emptyset f}>[O]_{th}\approx 45at\%$

Les analyses chimiques de l'interface ont aussi montré que les concentrations des éléments dépendaient fortement de la taille de la zone d'analyse EDX et ont confirmé une usure plus importante au centre du contact. Cependant, elles ont mis en évidence que l'oxygène présent dans l'interface se répartissait de façon homogène et constante quel que soit le diamètre d'analyse considéré. Il est donc plus pertinent de considérer un critère de rupture lié à la concentration en oxygène :

pour tout $d \leqslant \emptyset_f$, Nc ($\Delta R>4m\Omega$) quand $[O]>[O]_{th}\approx 43at\%$

Un autre objectif de ce chapitre est de mettre en place des outils pour prédire l'endurance du contact en fonction des différents paramètres de chargement imposés. Pour cela, une approche énergétique a été considérée. Une première approche considérant un contact hertzien a permis de mettre en évidence une tendance intéressante de la durée de vie en fonction de la densité d'énergie. Cependant, la dispersion est bien trop importante pour établir une loi fiable. En considérant l'aire de contact réelle, il a été possible de constater que cette dispersion est due, d'une part à la plasticité du contact et d'autre part à une extension non négligeable de l'aire de contact au cours des cycles de fretting. En tenant compte de cette extension, une première loi puissance a pu être établie afin de prédire l'endurance du contact en fonction de la densité d'énergie dissipée. Cependant, cette loi ne prend pas en compte directement l'effet de la charge ou encore du déplacement imposé. Pour cela, il a fallu considérer l'effet de la charge sur la surface usée et les variables permettant de définir l'énergie dissipée. En ce qui concerne l'influence de l'épaisseur du dépôt, il a été montré que celle-ci engendre une augmentation exponentielle de l'endurance. En tenant compte de toutes ces variables, une formulation globale a été établie pour prédire l'endurance électrique de contact quels ques soient les paramètres de chargement imposés pour des chargements de fretting simple pour des conditions de faible humidité (HR=10%) :

$$Nc_{th} = Nc_0 \cdot \left(\frac{4.\mu.\delta_g^*}{A_0} \right)^{\beta} . P^{\beta(1-m)} . \left(\frac{e}{e_{réf}} \right)^{p}$$

En plus du fretting, les connecteurs électriques peuvent subir des dégradations lors des opérations de montages/démontages. Pour étudier cette sollicitation, des essais couplant fretting et grands glissements ont été réalisés. Les premiers résultats ont montré que l'application de grand cycle en alternance au cours de sollicitations en fretting permettait en fait de réalimenter le contact en argent, ce qui a pour conséquence de prolonger la durée de vie du contact. Cependant, ce bénéfice est fortement dépendant de la fréquence d'application, de la vitesse de glissement ou encore de l'amplitude de ces grands cycles. Les différentes évolutions observées peuvent donc être quantifiées par des lois simples, qui combinées permettent d'estimer l'endurance d'un contact argent soumis à des sollicitations alternées de fretting et de grands glissements :

$$Nc_{f,GC} = Nc_1 \cdot \left(\frac{E_d}{A_1 . N_{BF}^{\alpha}} \right)^{\beta} \cdot \left(\frac{D}{D_{ref}} \right) \cdot \left(\frac{v_{GC}}{v_{GC,ref}} \right)^{\gamma}$$

Enfin, une dernière étude a permis d'étudier l'impact d'une atmosphère corrosive sur un contact argent. Les résultats ont montré un effet bénéfique d'une humidité relative élevée sur l'endurance du contact avec cependant un effet limitant aux fortes humidités relatives. Cette amélioration peut être attribuée à la formation d'un film lubrifiant permettant de réduire l'usure du contact. L'exposition à une atmosphère soufrée au cours des sollicitations en fretting semble aussi être bénéfique pour la performance du contact dû à la formation de composés sulfurés lubrifiants et à la présence d'un film d'eau dans le cas des fortes humidités relatives.

- Chapitre 4 -

ETUDE DES MATERIAUX INNOVANTS EN CONTACT HOMOGENE

Sommaire

4.1. INTRODUCTION 125
4.2. COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE DES COUPLES HOMOGENES 125
4.2.1. Influence du déplacement sur un contact électrique 125
4.2.1.1. Procédure expérimentale 126
4.2.1.2. Régimes de glissement des contacts 126
4.2.1.3. Réponse en frottement des contacts en condition de glissement total 130
4.2.1.4. Réponse électrique des contacts 135
4.2.2. Influence de l'épaisseur sur un contact électrique 139
4.2.2.1. Procédure expérimentale 139
4.2.2.2. Réponse électrique des contacts selon l'épaisseur du dépôt 140
4.3. IDENTIFICATION DES MECANISMES DE DEGRADATION 142
4.3.1. Procédure expérimentale 142
4.3.2. Etude de la dégradation de l'interface 142
4.3.2.1. Dégradation des couples composés d'un dépôt allié 143
4.3.2.2. Dégradation des couples composés d'un dépôt composite 153
4.3.3. Comportement en usure des contacts électriques 159
4.3.3.1. Détermination de la cinétique d'usure des contacts 159
4.3.3.2. Lois d'usure pertinentes des dépôts étudiés 165
4.3.3.3. Prédiction de la durée de vie en fonction de l'approche de densité d'énergie 171
4.4. INFLUENCE D'UN ENVIRONNEMENT HUMIDE 173
4.4.1. Procédure expérimentale 173
4.4.2. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts 173
4.4.2.1. Réponses tribologiques des contacts 173
4.4.2.2. Prédiction des durées de vie en humidité 178
4.4.3. Caractérisations des mécanismes de dégradation 179
4.5. CONCLUSION 181

4.1. Introduction

Avec la hausse et surtout les fluctuations du prix de l'or ces dernières années, les utilisateurs et les fabricants de connecteurs cherchent de plus en plus des solutions alternatives. Ces alternatives doivent donc avoir des propriétés équivalentes voire supérieures à celles de l'or. A l'heure actuelle, seul l'argent peut constituer une solution. Néanmoins, ces propriétés sont légèrement inférieures à celles de l'or. Pour compenser cette différence, il a été décidé d'étudier des dépôts à base d'argent mais constitué d'éléments supplémentaires pour améliorer leurs propriétés. Ces nouveaux revêtements sont sous formes d'alliages ou de composites.

Dans ce chapitre, une étude poussée sera réalisée sur ces nouveaux alliages (AgSn et AgSnIn) et ces nouveaux composites (AgCrN et AgaC) puis ils seront comparés aux dépôts AuNi et Ag qui constituent les revêtements de référence dans cette étude. En ce qui concerne le dépôt Ag, l'ensemble des données utilisées pour les comparaisons sont issues des travaux précédemment réalisés au sein de laboratoire [12], [13], [114], [115], [182], [183], [185], [187], [188], [208], [209]. Les nouveaux dépôts seront, quant à eux, testés selon différents paramètres tels que la pression, l'amplitude de glissement ou l'humidité relative afin d'identifier leurs performances, leurs mécanismes de dégradations et la prédiction de leurs durées de vie. De plus, dans ce chapitre, l'ensemble des contacts ont été étudiés dans une configuration homogène (i.e., même dépôt sur l'échantillon supérieur et l'échantillon inférieur).

La première partie de ce chapitre a permis d'étudier l'endurance des différents couples soumis à des sollicitations de fretting. Il a donc été possible de décrire le comportement tribologique des contacts et de réaliser un premier classement en fonction de leurs performances.

Dans la deuxième partie, des caractérisations poussées ont été réalisées afin d'identifier les mécanismes responsables de la rupture électrique dans le contact. Les matériaux étant différents, plusieurs mécanismes ont pu être identifiés et quantifiés à l'aide d'une analyse des faciès endommagés.

La troisième partie a permis d'étudier ces mêmes couples dans des conditions plus sévères : influence de l'humidité. Il a donc été mis en évidence que selon la nature des matériaux, l'humidité dans un contact a un impact différent. Pour comprendre les mécanismes activés, des caractérisations optiques et chimiques des faciès ont été menées.

4.2. Comportement tribologique des couples homogènes

Les dépôts testés dans cette partie ont été élaborés spécialement pour une application de connectique. Il n'y a donc pas ou peu de données concernant leur comportement tribologique vis-à-vis des sollicitations de fretting et encore moins quand elles sont couplées à une application électrique. Une première étude sera donc conduite afin d'identifier le comportement tribologique de ces nouveaux dépôts pour des couples homogènes, c'est-à-dire, en mettant en contact des échantillons similaires.

4.2.1. Influence du déplacement sur un contact électrique

Comme cela a été montré lors de précédents travaux [179], [210], [211], le déplacement imposé dans le contact a un rôle important sur la dégradation de l'interface et donc sur la performance du contact. Ils ont aussi montré que les dépôts peuvent se comporter différemment à même déplacement car par leur composition ou leurs propriétés, les mécanismes de dégradation peuvent être différents.

4.2.1.1. Procédure expérimentale

Pour réaliser cette étude, deux protocoles d'essais ont été appliqués. Le premier consiste à appliquer des déplacements variables (VDA, Figure 4.1(a)) de façon à établir la transition glissement partiel/glissement total. Les contacts sont alors soumis à des sollicitations de fretting dont le déplacement augmente par incrément ($\Delta\delta^*$=±0,5µm) tous les ΔN=15 000 cycles à 30Hz pour une humidité relative de 10% et à température ambiante. Au cours de ces essais, plusieurs charges ont été appliquées allant de P=1N à P=6N de façon à établir des cartes de fretting. Le deuxième protocole consiste, à appliquer des amplitudes de glissement constantes (CDA) au cours du test (Figure 4.1(b)). Les contacts sont alors soumis à des sollicitations de fretting (P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) pour des déplacements fixes au cours des cycles de fretting et cela, jusqu'à la rupture électrique (Nc quand ΔR>ΔRc). Pour une étude complète, plusieurs amplitudes de glissement ont été étudiées : $\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm. Cette analyse permettra de caractériser l'endurance électrique en glissement total.

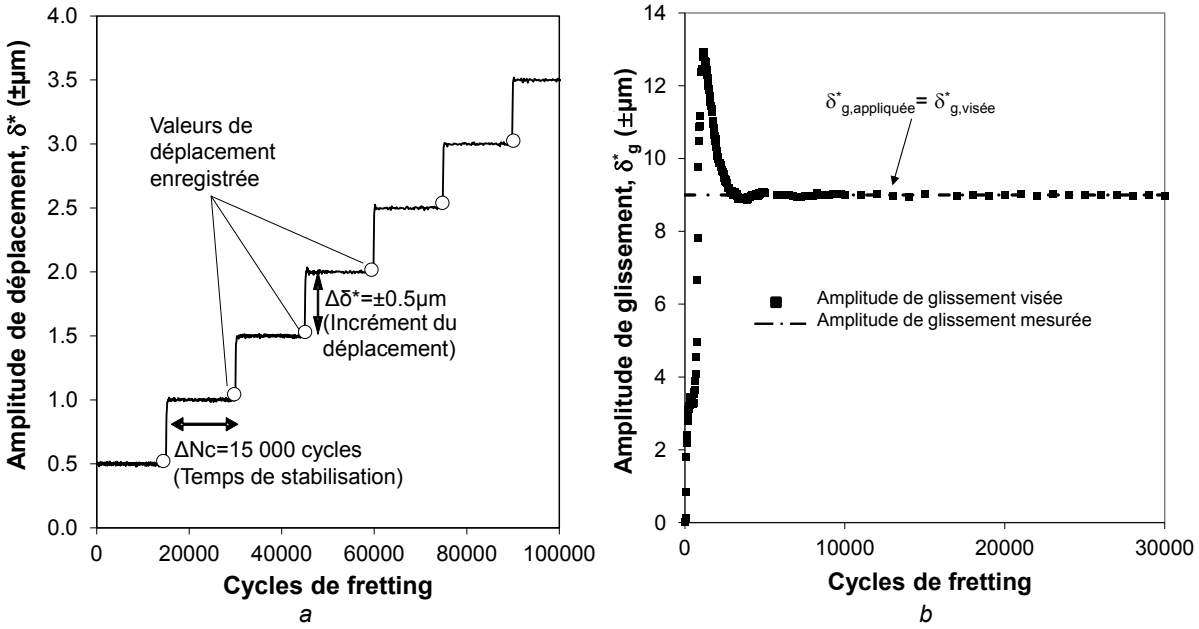


Figure 4.1 : Description rapide des protocoles d'essais utilisés pour cette étude : a) essai de débattement variable (VDA) et b) essai d'amplitude de glissement constante (CDA).

4.2.1.2. Régimes de glissement des contacts

4.2.1.2.1. Mise en place de cartes de fretting

Comme expliqué dans le paragraphe 1.3.2.1.2, les régimes de glissement et donc l'évolution de la résistance électrique dépendent fortement du déplacement imposé (Figure 4.2). Il est donc important d'identifier la frontière (δ^*_t) entre glissement partiel (GP) et glissement total (GT). De plus, d'un couple à l'autre, l'amplitude à la transition (δ^*_t) est différente car elle est influencée par les propriétés mécaniques des matériaux, de la charge appliquée et de la raideur du montage. A cause de ce dernier facteur, l'ensemble des essais ont été réalisés sur la même machine.

Les points expérimentaux obtenus pour le contact homogène AgaC/AgaC (Figure 4.2) montrent une évolution rapide de l'amplitude à la transition (δ^*_t) en fonction de la charge appliquée (P).

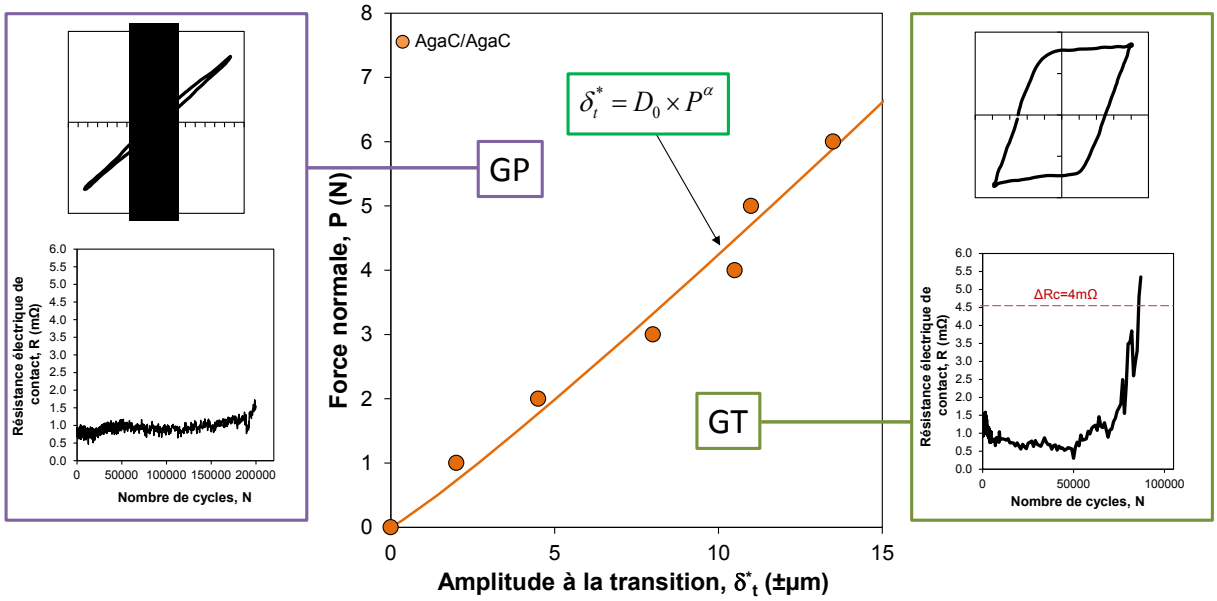


Figure 4.2 : Evolution de l'amplitude à la transition (δ_t^*) en fonction de la charge (P) d'un contact homogène AgaC/AgaC (e_{AgaC}=2µm, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Cette analyse a été étendue pour les autres couples (Figure 4.3). Ainsi, l'amplitude à la transition (δ^*_t) peut être modélisée pour chaque contact par une équation simple, telle que :

$$\delta_t^* = D_0 \times P^\alpha \qquad (4\text{-}1)$$

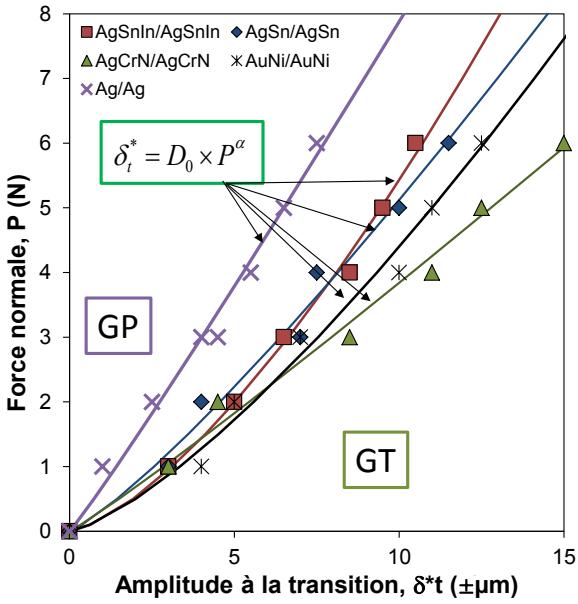


Figure 4.3 : Evolution de l'amplitude à la transition (δ_t^*) en fonction de la charge (P) pour les différents contacts homogènes (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Les coefficients D_0 et α identifiés pour les différents couples étudiés sont synthétisés dans le Tableau 2.11.

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
D_0	3,35	2,67	2,86	2,57	3,11	1,42
α	0,74	0,91	0,93	0,83	0,69	0.95

Tableau 4.1: Tableau récapitulatif des coefficients D_0 et α obtenus pour les différents couples étudiés.

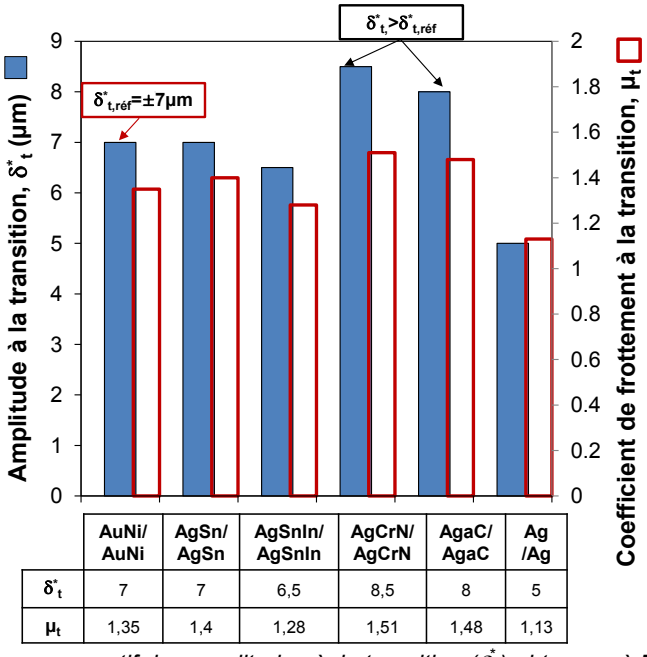
Il est aussi possible de déterminer l'amplitude à la transition (δ^*_t) de manière analytique grâce à la théorie de Mindlin [14], [17] :

$$\delta^*_{t,mesuré} = \mu_t \cdot \left(P^{\frac{2}{3}} \cdot K_1 \cdot \left(\frac{4.E^*}{3.R} \right)^{\frac{1}{3}} + C_s \cdot P \right) \quad (4\text{-}2)$$

Cela suppose donc la connaissance de la compliance tangentielle du montage (C_s) et de considérer un contact élastique. Or, compte tenu des propriétés mécaniques des matériaux étudiés, des fortes déformations plastiques apparaissent dans le contact, ce qui rend difficile une étude théorique. Néanmoins, les droites expérimentales présentent des exposants α compris entre 0,69 et 0,95, ce qui est cohérent avec l'équation (4-2) et l'exposant 2/3 qui est augmenté de la composante C_sxP.

4.2.1.2.2. Comparaison des limites de transition GP/GT

Comme présenté plus tôt, le type de régime et donc la dégradation du contact dépendent fortement de l'amplitude à la transition. L'objectif de cette étude est donc de déterminer quel est le couple ayant l'amplitude à la transition la plus élevée possible. En effet, plus δ^*_t sera élevée, plus les déplacements imposés lors des phases de fonctionnement des connecteurs seront proches du domaine de glissement partiel, et donc plus la dégradation du contact sera atténuée. Afin d'identifier le meilleur dépôt, les amplitudes à la transition (δ^*_t) obtenues pour P=3N ont été comparées sur la Figure 4.4.



	AuNi/ AuNi	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	AgCrN/ AgCrN	AgaC/ AgaC	Ag /Ag
δ^*_t	7	7	6,5	8,5	8	5
μ_t	1,35	1,4	1,28	1,51	1,48	1,13

Figure 4.4: Histogramme comparatif des amplitudes à la transition (δ^*_t) obtenues à P=3N pour les différents couples étudiés (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}= e_{AgaC} =2µm et e_{AuNi}=1,3µm HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Les résultats montrent tout d'abord que tous les contacts ont une amplitude de transition supérieure à celle du contact Ag/Ag. Par rapport à un couple AuNi/AuNi, seuls les couples AgCrN/AgCrN et AgaC/AgaC présentent des amplitudes à la transition supérieures. Le dépôt AgCrN a une dureté (430HV) plus élevée que celle du dépôt or dopé nickel (225HV), ce qui, pour une même géométrie de contact et une même force normale, réduit l'aire de contact et donc augmente la pression de contact locale. La zone collée est donc plus adhésive. La contribution plus élevée de la force tangentielle est donc nécessaire pour décoller le contact et engendrer un glissement. Puisqu'en glissement partiel, le déplacement et la force tangentielle sont proportionnels, cela se traduit par une amplitude de débattement plus élevée au moment de la transition. En ce qui concerne le dépôt AgaC, le processus est inverse. En effet, sa faible dureté (179HV) par rapport au dépôt AuNi entraine, pour une même géométrie et une même charge, une zone collée plus étendue. Ainsi, les liaisons métal-métal sont certes moins intenses mais plus nombreuses. Il est donc nécessaire d'appliquer un déplacement et donc une force tangentielle plus élevée pour rompre la zone collée. Pour ce qui est des dépôts AgSn et AgSnIn, ils ont des duretés (233HV et 217HV) proches du dépôt AuNi, d'où des amplitudes à la transition voisines. A partir de cette analyse et en tenant compte de l'amplitude à la transition d'un contact Ag/Ag, une première comparaison des contacts peut être réalisée en comparant l'amplitude de transition telle que plus cette dernière est grande, plus le contact sera endurant :

AgCrN/AgCrN>AgaC/AgaC>AgSn/AgSn et AuNi/AuNi>AgSnIn/AgSnIn>Ag/Ag (4-3)

Pour mieux interpréter ce résultat, l'évolution de δ^*_t a été tracée en fonction de μ_t (Figure 4.5).

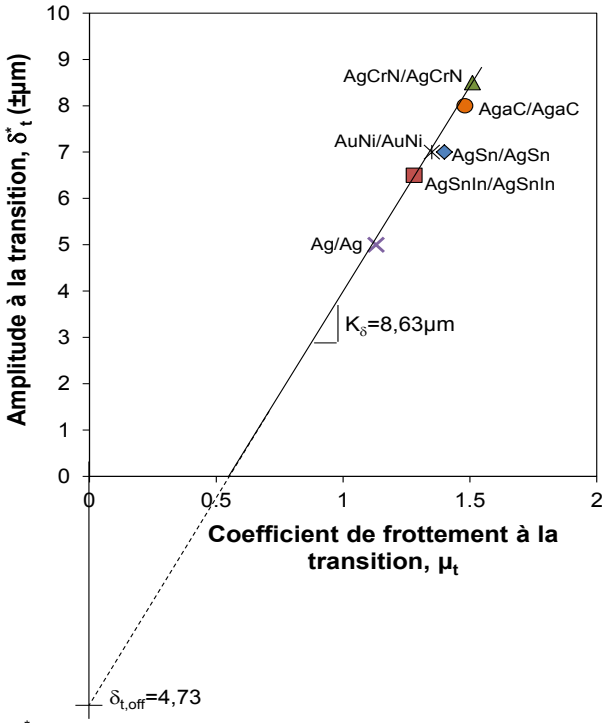


Figure 4.5 : Evolution de δ^*_t en fonction de μ_t ($e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC}=e_{AgCrN}$=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, HR=10%).

Il est alors possible d'observer une bonne corrélation entre μ_t et δ^*_t. Ce résultat est cohérent avec la théorie de Mindlin [14], [17] qui prédit que δ^*_t est proportionnel à μ_t même en considérant la complaisance du montage (équation (4-2)). Cependant, cette analyse expérimentale fait apparaitre un offset. Une loi linéaire est alors déduite telle que:

$$\delta_t^* = K_\delta \times \mu_t - \delta_{t,off}^* \quad (4\text{-}4)$$

avec K_δ=8,63µm et $\delta^*_{t,off}$ = - 4,73µm.

Pour expliquer cette différence, il faut considérer que la théorie de Mindlin n'est valable que pour des contacts élastiques et n'intègre pas les notions de couches minces. Or les contacts étudiés sont fortement soumis à des déformations plastiques dès la mise en contact. Ödfalk et Vingsbo [212] ont montré qu'il était possible de définir le cycle de fretting en intégrant une variable liée à la déformation plastique. L'utilisation d'un terme supplémentaire peut donc expliquer le offset $\delta^*_{t,off}$ déterminé lors de cette étude.

Ainsi, le classement des matériaux vis-à-vis de δ^*_t s'explique donc en considérant celui de la valeur de μ_t, soit :

$$\mu_{t,AgCrN}>\mu_{t,AgaC}>\mu_{t,AgSn} \text{ et } \mu_{t,AuNi}>\mu_{t,AgSnIn}>\mu_{t,Ag} \quad (4\text{-}5)$$

Cette analyse montre que l'écart reste très faible (±1µm sur δ^*_t) entre les différents couples. Ceci suggère qu'il n'est pas opportun de classer les dépôts vis-à-vis de leur réponse en glissement partiel. La comparaison de ces différents couples devra être établie pour des conditions de glissement total.

4.2.1.3. Réponse en frottement des contacts en condition de glissement total

4.2.1.3.1. Evolution du frottement au cours des cycles

Avant d'étudier l'influence du déplacement sur la réponse en usure et vis-à-vis de la résistance électrique, il est nécessaire d'identifier le comportement tribologique d'un contact soumis à des sollicitations de fretting en glissement total. Pour cela, l'étude du coefficient de frottement (Figure 4.6) a été réalisée pour les différents couples homogènes sollicités en fretting pour une même amplitude de glissement (δ^*_g=±9µm).

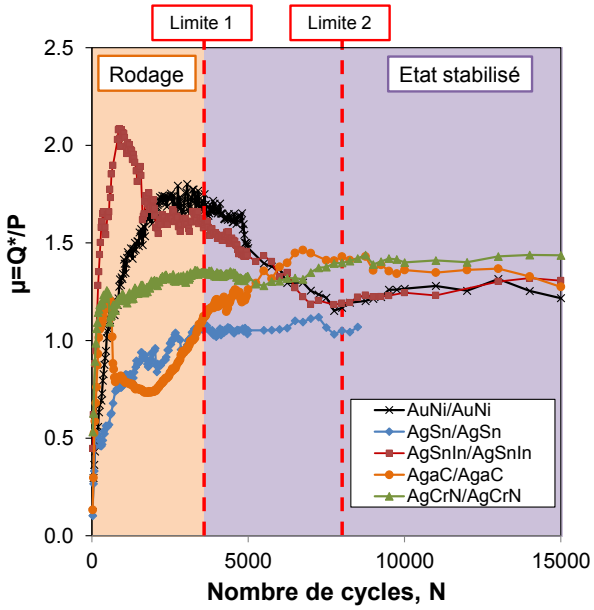


Figure 4.6 : Evolution de µ=Q/P en fonction des cycles de fretting pour les différents couples de matériaux soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC}=e_{AgCrN}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, δ^*_g=±9µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).*

L'analyse des couples AuNi/AuNi, AgaC/AgaC et AgSnIn/AgSnIn montre un pic puis une chute du coefficient de frottement suivie d'une stabilisation à partir de 8 000 cycles (limite 2). Ce pic est dû à un phénomène de collage entre les deux interfaces appelé « cold-welding » ou « soudure à froid ». Après plusieurs cycles, les déformations plastiques et les cisaillements intervenant dans le contact créent une rupture de cette soudure, d'où une chute du coefficient de frottement. La formation progressive de débris plus accommodants va alors diminuer le phénomène d'adhésion, permettre l'activation de phénomènes abrasifs dans le contact et établir un régime de glissement total comme illustré sur la Figure 4.7.

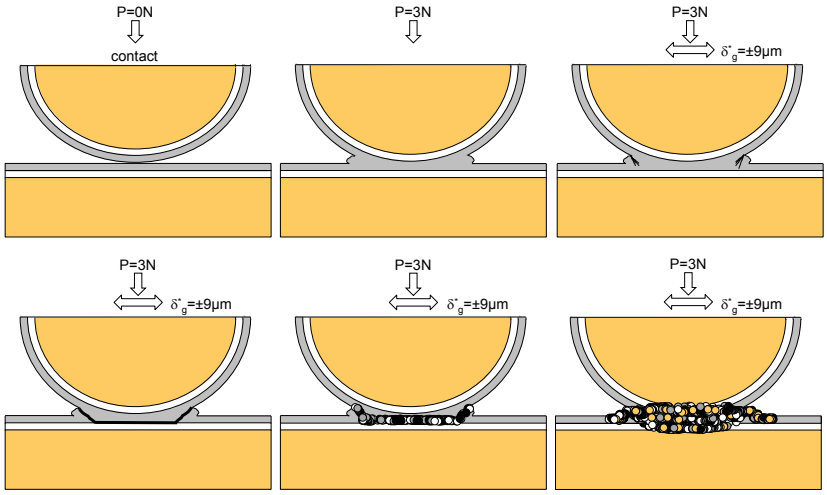


Figure 4.7 : Schéma représentant le processus de «Cold-Welding» d'un contact homogène.

Pour ce qui est des couples AgCrN/AgCrN et AgSn/AgSn, le ratio de la force tangentielle augmente progressivement et se stabilise à partir de 3 500 cycles (limite 1). Les processus d'adhésion sont donc moins importants pour ces couples et le processus d'abrasion est plus rapidement activé (Figure 4.8).

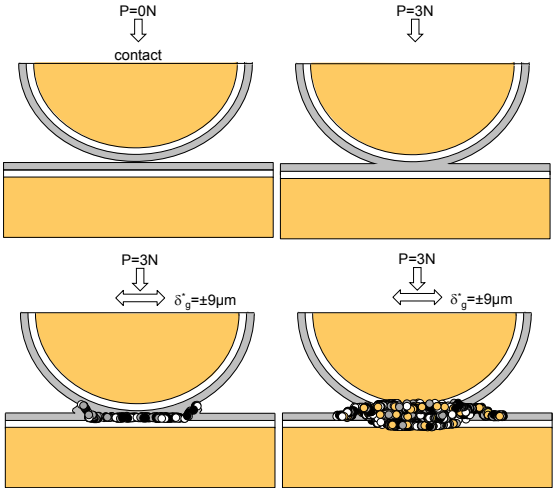


Figure 4.8 : Schéma représentant le processus d'abrasion d'un contact homogène.

Viafara, Hirst et Archard [213]–[215] ont montré que la dureté des matériaux joue un rôle important sur le type d'usure rencontré. En effet, plus un matériau aura une dureté faible, plus il sera soumis à des déformations plastiques, ce qui va aussi augmenter les interactions entre les aspérités de surface et donc accroitre les contacts métalliques. Au contraire, pour les matériaux plus durs, la surface de contact sera plus faible, ce qui va diminuer les contacts métalliques. De plus, dans certains cas, la formation d'une couche d'oxydes à la surface peut servir de barrière à la formation de liaison métal-métal, d'où des phénomènes d'adhésion quasi-inexistants. Cette observation est bien en accord avec les résultats obtenus précédemment puisque les matériaux AuNi, AgSnIn et AgaC sont ceux ayant les duretés les plus faibles (§2.3.3.1) et dont le processus d'adhésion est le plus marqué sur la Figure 4.6 au contraire du dépôt AgCrN qui est plus dur. Pour ce qui est du dépôt AgSn, celui-ci présente une dureté légèrement plus élevée mais il est surtout constitué d'une couche d'oxydes protectrice liée à la présence d'étain qui limite les phénomènes adhésifs [153].

4.2.1.3.2. Influence du déplacement sur le frottement

Après cette première étude pour une amplitude de glissement de « référence » $\delta^*_{g,ref}=\pm 9\mu m$, une analyse de Q*/P a été réalisée pour d'autres amplitudes de glissement allant de $\pm 2\mu m<\delta^*_g<\pm 16\mu m$.

Pour cette étude, deux variables ont été considérées (Figure 4.9) : la valeur maximale du ratio Q*/P durant l'essai, notée μ_{max} et le ratio Q*/P moyen après stabilisation jusqu'à la rupture électrique, noté μ_{moy}.

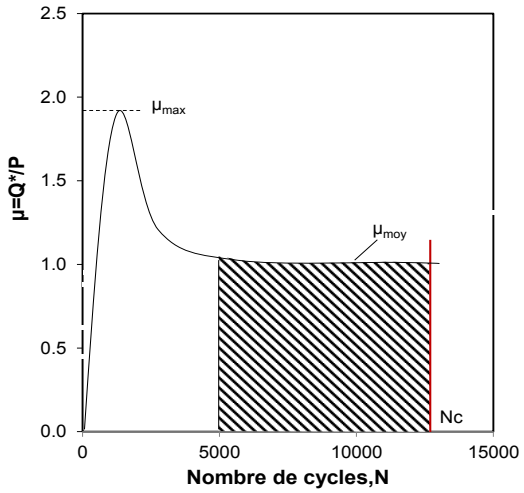


Figure 4.9 : Représentation schématique des valeurs μ_{max} et μ_{moy}.

➢ **Etude de μ_{max}/μ_{moy}**

Afin de déterminer l'influence du déplacement sur la réponse en frottement, le ratio $CW=\mu_{max}/\mu_{moy}$ a été tracé en fonction des amplitudes de glissement (δ^*_g) pour les différents couples homogènes étudiés (Figure 4.10). Les résultats montrent que pour les couples homogènes AgCrN/AgCrN, AgaC/AgaC et AgSn/AgSn, le ratio μ_{max}/μ_{moy} varie peu avec l'amplitude de glissement imposée. En revanche pour les couples AuNi/AuNi et AgSnIn/AgSnIn, ce ratio est très élevé pour δ^*_g<±12µm et diminue pour des amplitudes supérieures.

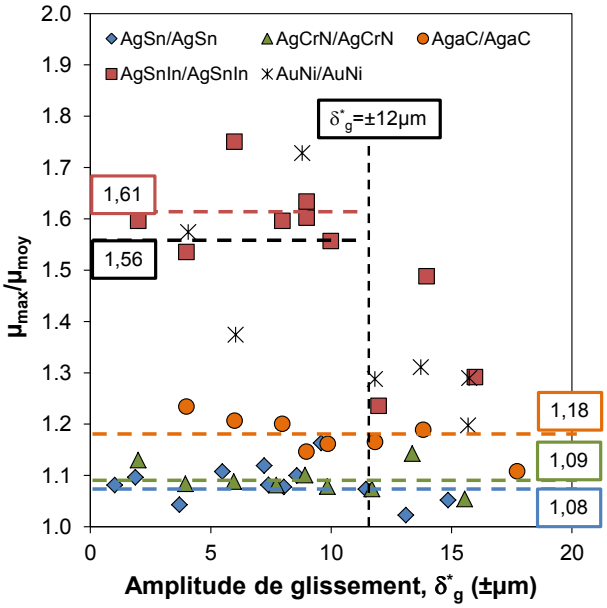


Figure 4.10 : Etude de l'influence du déplacement sur la réponse en frottement des contacts homogènes soumis à des sollicitations de fretting ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC}=e_{AgCrN}$=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, HR=10% et T=25°C) : ratio entre la réponse maximale et la réponse moyenne des contacts (μ_{max}/μ_{moy}).

En étudiant plus précisément la Figure 4.10, il est possible de confirmer que les couples AgCrN/AgCrN et AgSn/AgSn sont peu soumis à des processus adhésifs. En effet, les ratios μ_{max}/μ_{moy} sont compris entre 1 et 1,1 pour les différentes amplitudes de glissement imposées, soit une moyenne de 1,09 pour le couple AgCrN/AgCrN et 1,08 pour le couple AgSn/AgSn. Ces résultats montrent donc que la force tangentielle reste quasi constante tout au long des cycles de fretting. Il y a donc peu

d'interactions métalliques entre les deux contre-corps. Il semblerait donc que les mécanismes d'usure activés soient indépendants du déplacement pour ces contacts.

En ce qui concerne le couple AgaC/AgaC, la valeur du ratio μ_{max}/μ_{moy} est supérieure à 1,1, ce qui indique un processus adhésif plus marqué. Compte tenu de l'évolution du coefficient de frottement précédemment étudiée (Figure 4.6), cette valeur maximale est atteinte durant les premiers cycles due à un collage initial dans le contact. Le fait que le ratio μ_{max}/μ_{moy} soit quasi contant (1,18) montre donc que la réponse en frottement de ce contact est la même quelle que soit l'amplitude de glissement imposée.

Enfin l'étude des couples AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi montre des ratios μ_{max}/μ_{moy} très élevés (1,61 et 1,56) pour les amplitudes de glissement inférieures à δ^*_g=±12µm. Comme observé sur la Figure 4.6, ces deux contacts présentent une très forte adhésion au cours des premiers cycles. Il semblerait donc que les mécanismes d'adhésion soient plus importants pour des déplacements faibles. Au-delà de δ^*_g=±12µm, les ratios μ_{max}/μ_{moy} sont moins élevés mais tout de même supérieurs à 1. Ces valeurs indiquent donc que de l'adhésion est présente dans les contacts mais l'application de déplacements élevés génère des contraintes de cisaillement plus importantes, ce qui va entrainer une rupture plus rapide des liaisons métalliques créées. La force tangentielle nécessaire à rompre la zone collée sera donc moins importante.

Ces comportements tribologiques ont déjà été observés dans les travaux de Perrinet [186] et Jedrzejczyk [216]. En effet, l'étude du contact Ag/Ag a montré un effet de cold-welding qui se traduit par une augmentation rapide du coefficient de frottement avant que celui-ci ne chute pour atteindre une valeur stabilisée maintenue jusqu'à la rupture électrique. Cela se traduit donc par un ratio μ_{max}/μ_{moy} d'environ 1,49. En revanche, le contact Sn/Sn présente une évolution progressive du coefficient de frottement avant d'atteindre une valeur stabilisée. Cela est due à la formation d'oxydes à la surface qui limitent la formation de liaisons métalliques, d'où un ratio μ_{max}/μ_{moy} d'environ 1,17. Cela explique aussi l'intérêt de travailler avec des matériaux non nobles tels que Sn comme dépôt ou élément d'alliage. Il est donc intéressant de considérer le ratio $CW=\mu_{max}/\mu_{moy}$ comme un critère de Cold-Welding. Ainsi, en considérant une amplitude de glissement de référence ($\delta^*_{g,ref}$=±9µm<±12µm), une valeur CW_{ref}=1,1 peut être établie permettant de comparer les différents couples étudiés vis-à-vis de cette problématique (Figure 4.11).

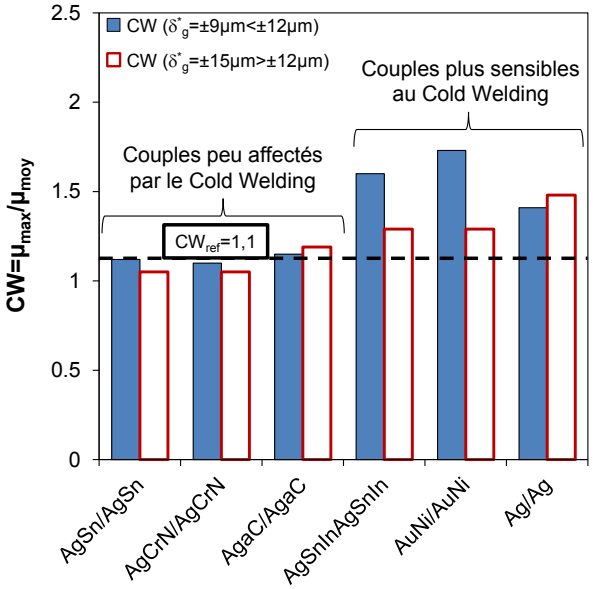


Figure 4.11 : Comparaison des critères CW établis à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm<±12µm et δ^*=±15µm>±12µm des différents couples homogènes soumis à des sollicitations de fretting ($e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgaC}=e_{AgCrN}$=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

L'utilisation de ce critère peut être pertinente pour quantifier l'effet Cold-Welding dont l'analyse reste très qualitative. En revanche, la valeur de CW est très tributaire de l'amplitude de glissement

imposée, ce qui suggère qu'une analyse plus approfondie pour établir une valeur de δ^*_g représentative soit nécessaire.

➢ **Définition d'un coefficient de frottement moyen représentatif**

A partir de cette étude, il est alors possible de déterminer le coefficient de frottement caractérisant le comportement tribologique des couples en moyennant les ratios μ_{moy} obtenus pour les différentes amplitudes étudiées entre ±2µm et ±16µm tel que :

$$\overline{\mu} = \frac{1}{X} \cdot \sum_{i=1}^{X} \mu_{moy}(i) \qquad (4\text{-}6)$$

avec X le nombre total de valeurs moyennées.

La Figure 4.12 et le Tableau 4.2 récapitulent donc les coefficients de frottement moyens et les écart-type obtenus pour chaque couple étudié.

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
Coefficient de frottement moyen, $\overline{\mu}$	1,18	1,22	1,28	0,89	1,29	1,25
Ecart-type, σ	0,18	0,09	0,07	0,13	0,1	0,07

Tableau 4.2: Tableau récapitulatif des coefficients de frottement et des écart-types des différents couples étudiés.

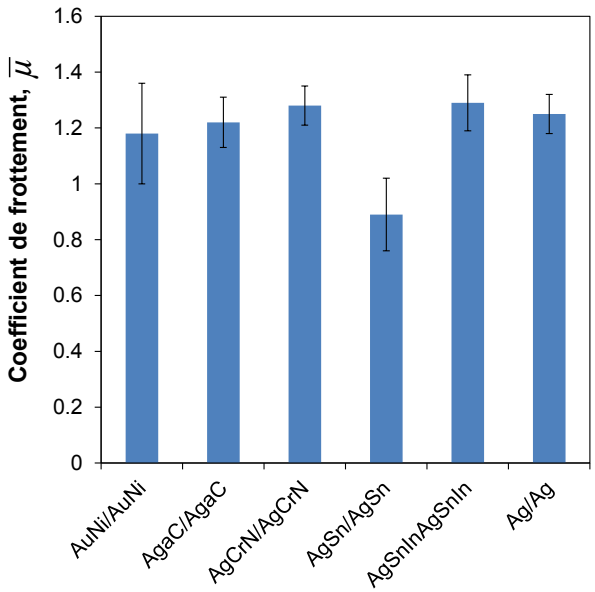


Figure 4.12 : Coefficient de frottement moyen $\overline{\mu}$ des différents couples homogènes soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC}=e_{AgCrN}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, ±2µm <δ^*_g <±16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Les résultats montrent que le couple homogène AgSn/AgSn est celui ayant le coefficient de frottement moyen le plus faible. Les trois autres couples associés aux dépôts innovants (AgSnIn, AgCrN et AgaC) ont quant à eux des coefficients de frottement équivalents. Le couple AuNi/AuNi présente une valeur de coefficient intermédiaire. La faible valeur de $\overline{\mu}$ du couple AgSn/AgSn peut être la conséquence de la composition du dépôt. En effet, celui-ci est composé à 20wt% d'étain ce qui va accentuer la quantité d'oxydes présents dans l'interface entrainant une « lubrification » de l'interface. Cette présence d'oxydes est certes intéressante d'un point de vue « frottement » mais pas

d'un point de vue « électrique » car les oxydes sont de mauvais conducteurs. En ce qui concerne les couples AgSnIn/AgSnIn, AgaC/AgaC et AgCrN/AgCrN, ceux-ci sont essentiellement constitués d'argent (≈80-90at%), et les éléments additionnels ne sont pas aussi réactifs que l'étain, d'où des coefficients de frottement supérieurs à celui de AuNi/AuNi et similaires entre eux et à Ag/Ag. Pour ce qui est du couple AuNi/AuNi, le matériau AuNi constitué essentiellement d'or (>95at%) présente de meilleures propriétés tribologiques que l'argent [217], [218], d'où un coefficient de frottement plus faible.

4.2.1.4. Réponse électrique des contacts

4.2.1.4.1. Quantification de l'endurance électrique

L'étude précédente a permis de décrire qualitativement le comportement tribologique (coefficient de frottement) des différents dépôts étudiés. Cependant, elle ne permet pas de fournir une description quantitative de la dégradation physique des dépôts, ni de de la dégradation de la conduction électrique. Pour établir cette approche analytique, des courbes d'endurance électrique ont été déterminées. Elles permettent de quantifier l'endurance électrique (Nc) des contacts telle que ΔR>ΔRc=4mΩ en fonction des amplitudes de glissement imposées (δ^*_g) en glissement total ($\delta^* > \delta^*_t$).

Comme montré précédemment [12], l'endurance d'un contact peut être modélisée par des lois puissances. Cette évolution est observée sur la Figure 4.13 représentant la courbe d'endurance d'un couple homogène AgaC/AgaC soumis à des sollicitations de fretting. Afin de déterminer les coefficients de l'équation, une régression linéaire du tracé ln-ln est appliqué (Figure 4.13).

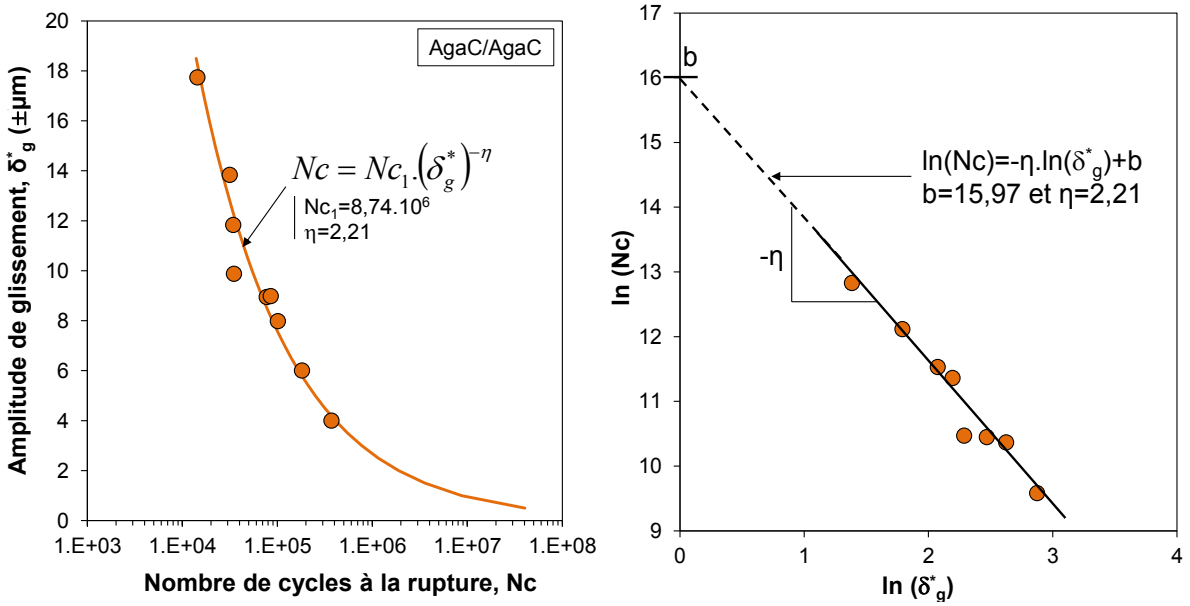


Figure 4.13 : Courbe d'endurance d'un couple homogène AgaC/AgaC soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgaC}=2µm, ±2µm <δ^*_g <±16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) et régression linéaire pour déterminer les coefficients η et b.

Le tracé ln-ln permet d'obtenir les coefficients η (facteur de contrôle définissant le taux de réduction de l'endurance électrique) et b (facteur d'étalonnage constant). Le coefficient b permet également de définir la durée de vie du contact soumis à des sollicitations de fretting pour une amplitude de glissement de δ^*_g =±1µm, tel que :

$$Nc_1 = \exp(b) = Nc(\delta^*_g = \pm 1\mu m) \quad (4\text{-}7)$$

L'utilisation d'une loi puissance pour quantifier l'endurance d'un contact électrique permet d'obtenir une bonne corrélation entre les données expérimentales et une loi décrivant la durée de vie du contact (R^2=0.96 pour le couple AgaC/AgaC). Cette modélisation peut être utilisée aussi bien pour des

contacts nobles que pour des contacts non-nobles et permet de formaliser en fretting les performances d'un contact électrique. Pour l'ensemble des contacts, des courbes d'endurance ont été tracées (Figure 4.14). Les différents graphiques permettent donc de visualiser la durée de vie (Nc) des contacts en fonction des amplitudes de glissement (δ^*_g) imposées et de déterminer les lois puissances modélisant l'endurance électrique des contacts (Tableau 4.3) :

$$Nc = Nc_1 \times \left(\delta^*_g\right)^{-\eta} \tag{4-8}$$

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
Nc_1 (cycles)	$1{,}13.10^6$	$8{,}74.10^6$	$9{,}16.10^5$	$1{,}24.10^4$	$1{,}37.10^7$	$4{,}7.10^7$
η	1,56	2,21	1,62	0,58	1,83	2,8

Tableau 4.3: Tableau récapitulatif des coefficients Nc_1 et η obtenus pour les différents couples étudiés.

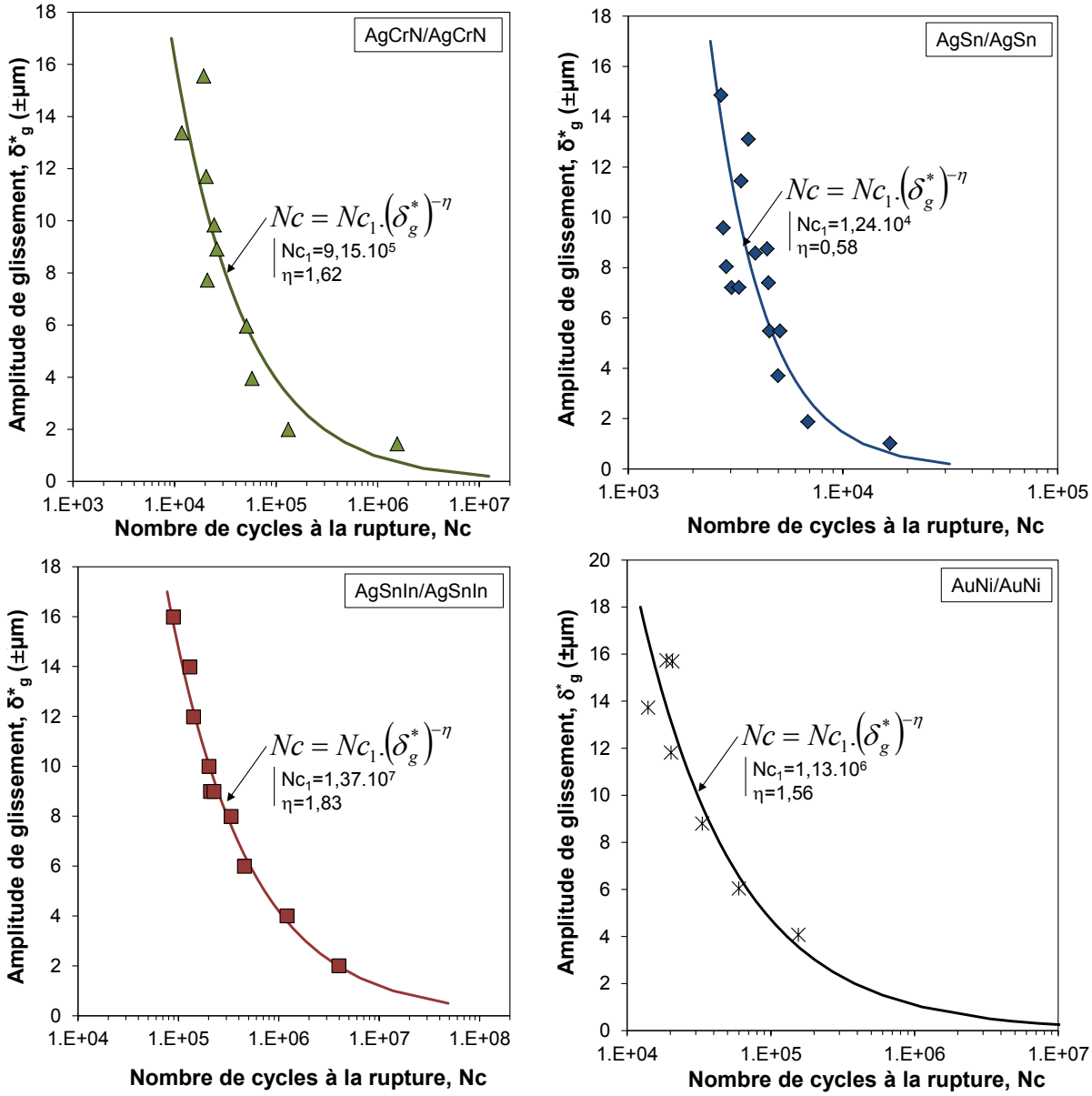


Figure 4.14 : Courbes d'endurance de couples homogènes soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, ±2µm <δ^*_g <±16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Cette approche quantitative permet de formaliser l'endurance électrique d'un contact soumis à des sollicitations de fretting. L'ensemble des courbes obtenues montre bien que l'augmentation de l'amplitude de glissement (δ^*_g) entraine une diminution de la durée de vie du contact. En effet, lorsque les contacts sont soumis à des grands déplacements, l'interface est soumise à une usure plus importante, ce qui peut accélérer l'élimination des éléments conducteurs dans le contact. De plus, ces grands déplacements entrainent une plus grande surface exposée à l'oxygène, ce qui peut aussi accélérer les processus d'oxydation des débris et donc réduire la durée de vie « électrique » du contact [219]–[221].

4.2.1.4.2. Comparaison des performances des différents couples étudiés

Une première façon de comparer les différents couples consiste à comparer sur un même graphe les différentes courbes issues des lois puissances extrapolées à partir des durées de vie expérimentales (Figure 4.13 et Figure 4.14).

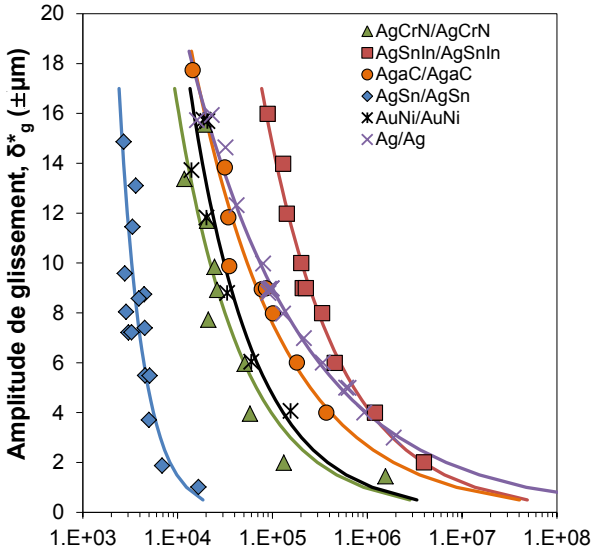


Figure 4.15 : Comparaison des courbes d'endurance des différents couples homogènes étudiés (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}= e_{AgaC}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Cette analyse (Figure 4.15) suggère que le couple AgSnIn/AgSnIn est sensiblement meilleur que les autres dépôts. Le couple AgSn/AgSn présente lui la plus faible endurance. Cependant, cette comparaison reste qualitative et difficile à appréhender. Reprenant les travaux de Jedrzejczyk [114], une approche plus quantitative est considérée. Deux méthodes sont proposées :

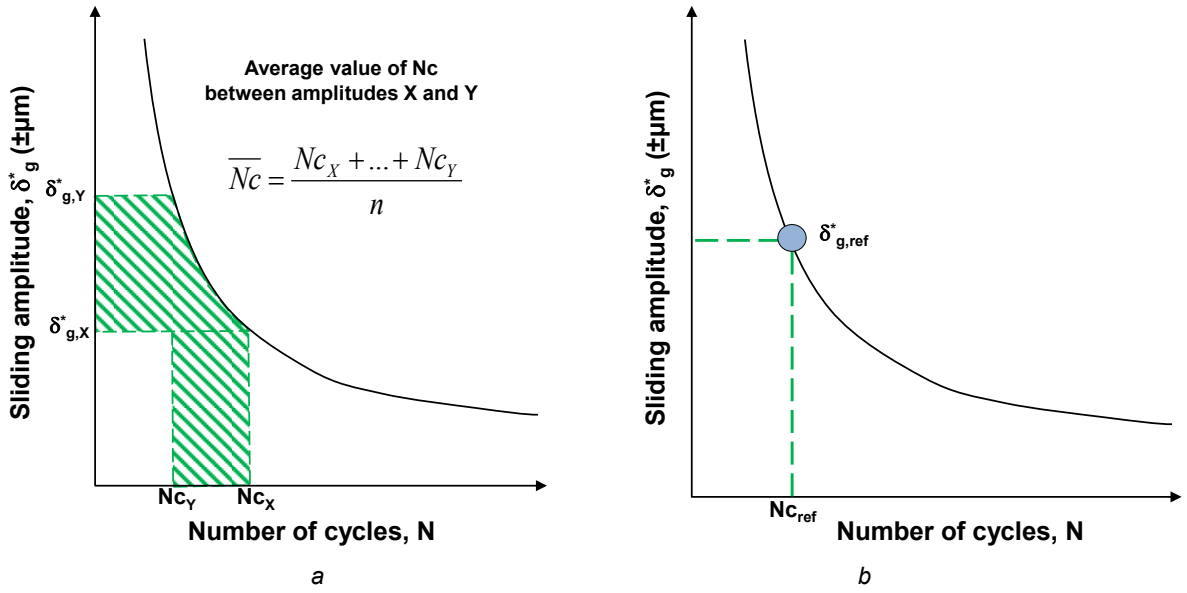
✓ La première méthode consiste à comparer les couples de matériaux étudiés par une approche « moyenne » des endurances calculée sur un intervalle fixé des amplitudes de débattement [114]. La procédure consiste à réaliser une moyenne des durées de vie obtenues sur une plage d'amplitude de déplacement comme illustré sur la Figure 4.16. Pour éliminer l'influence de l'accommodation du montage, ces travaux ont été réalisés en considérant l'amplitude de glissement. Ainsi, la gamme d'amplitude de glissement choisie pour moyenner l'endurance en glissement total est fixée à ±6µm<δ^*_g<±14µm :

$$\overline{Nc} = \frac{Nc_X + \ldots + Nc_Y}{n} = \frac{1}{n}.\sum_{i=1}^{n} Nc_{(i)} \tag{4-9}$$

avec n le nombre d'essais tel que ±6µm<δ^*_g<±14µm.

✓ La deuxième méthode consiste à comparer l'endurance électrique des contacts pour une amplitude de glissement référence ($\delta^*_{g,ref}$=±9µm) en régime de glissement total. Cette approche à l'avantage d'être rapide pour comparer les couples de matériaux entre eux. Les endurances (Nc_{ref}) de

chaque contact correspondant à l'amplitude de référence seront alors extraites et comparées comme illustré sur la Figure 4.16. Pour cette étude, l'amplitude de glissement choisie comme référence est $\delta^*_{g,ref}$=±9µm.



a *b*

Figure 4.16 : Représentation graphique des critères de comparaison des endurances de contact *[114]*: a) méthode des endurances moyennes $\overline{Nc}$ avec X=±6µm et Y=±14µm; b) méthode de l'endurance référence (N_{ref}) à une amplitude de glissement référence ($\delta^*_{g,ref}$=±9µm).

A partir de ces deux méthodes, les durées de vie des différents contacts sont déterminées. Elles sont ensuite récapitulées dans le Tableau 4.4 et présentées dans l'histogramme de la Figure 4.17.

	AuNi/ AuNi	**AgaC/ AgaC**	**AgCrN/ AgCrN**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**	**Ag/ Ag**
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
Nc_{ref} (cycles)	33 380	85 700	26 070	4 434	209 300	99 500
$\overline{Nc}$ (cycles)	31 895	78 304	25 860	3 594	246 000	100 000

Tableau 4.4: Tableau récapitulatif des endurances $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} ($\delta^*_{g,ref}$=±9µm) obtenues pour les différents couples étudiés.

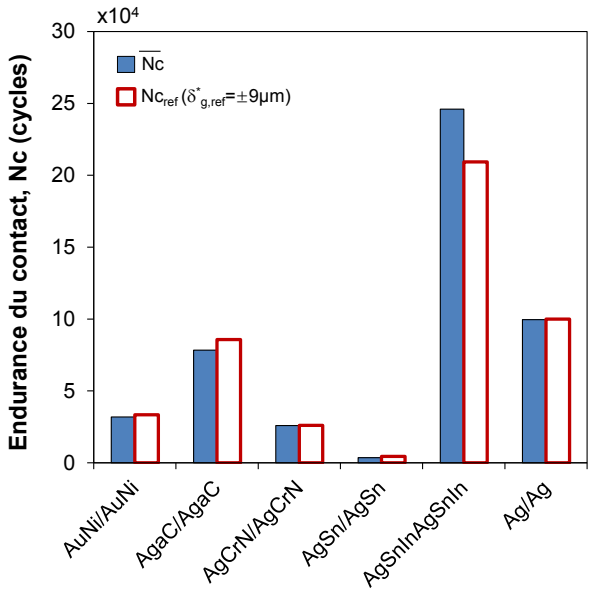


Figure 4.17 : Comparaison directe des endurances des couples de matériaux étudiés soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}= e_{AgaC}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) selon les critères $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} ($\delta^*_{g,ref}$ =±9µm).

Cette analyse quantitative montre que le contact AgSn/AgSn est celui qui présente l'endurance la plus faible. Il est ensuite suivi du contact AgCrN/AgCrN et du contact AuNi/AuNi. Les contacts AgaC/AgaC et AgSnIn/AgSnIn, quant à eux, présentent les endurances les plus élevées. Compte tenu des résultats obtenus et en tenant compte de l'endurance d'un contact Ag/Ag, il est donc possible de réaliser un classement final vis-à-vis de l'endurance électrique en glissement total, soit :

AgSnIn/AgSnIn > Ag/Ag > AgaC/AgaC > AuNi/AuNi > AgCrN/AgCrN >AgSn/AgSn (4-10)

Il faut retenir que tous les dépôts étudiés présentent une même épaisseur (e=2µm) sauf le dépôt AuNi qui est de 1,3µm. Aussi le classement de ce dernier doit être considéré de façon relative. Cette analyse souligne aussi que les deux paramètres $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} donnent des classements très similaires. L'analyse pour une amplitude référence $\delta^*_{g,ref}$ étant beaucoup plus rapide, la suite de ces travaux sera limitée à une analyse de la variable Nc_{ref}.

4.2.2. Influence de l'épaisseur sur un contact électrique

Un élément important qui influence l'endurance d'un contact électrique, est l'épaisseur du dépôt appliquée sur le connecteur en particulier pour les dépôts nobles. Ainsi, l'argent qui présente des propriétés légèrement moins bonnes que l'or est en revanche beaucoup moins cher d'un facteur 70. Ainsi, en augmentant l'épaisseur du dépôt argent, il est possible d'obtenir une durée de vie équivalente à celle d'un dépôt or moins épais tout en restant beaucoup moins cher.

4.2.2.1. Procédure expérimentale

Afin de réaliser cette étude, des essais de fretting (P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) ont été réalisés sur les nouveaux revêtements en appliquant une amplitude de glissement fixe (δ^*_g=±9µm) pour des épaisseurs de dépôt allant de 1,3µm à 5,5µm. Cette étude a été menée pour les quatre nouveaux dépôts élaborés au cours du projet.

4.2.2.2. Réponse électrique des contacts selon l'épaisseur du dépôt

Comme cela a pu être observé pour le cas d'un dépôt d'argent (§3.3.3.2), l'application d'un dépôt plus épais permet d'augmenter l'endurance du contact de façon exponentielle due à l'extension de l'aire de contact, mobilisant ainsi une quantité d'éléments nobles plus importante. Etant donné que l'extension de l'aire de contact n'est pas linéaire, la quantité d'éléments conducteurs mobilisés n'est pas, elle aussi, linéaire, d'où la forte croissance de l'endurance. En traçant l'endurance des contacts en fonction de l'épaisseur des nouveaux dépôts (e) (Figure 4.18), une même évolution exponentielle est observée. Cela confirme que l'évolution de l'endurance Nc suit une loi puissance dont les coefficients identifiés pour chacun des couples étudiés sont résumés dans le Tableau 4.5, soit :

$$Nc = Nc_e \times e^p \tag{4-11}$$

avec e l'épaisseur des dépôts.

	AgaC/AgaC	AgCrN/AgCrN	AgSn/AgSn	AgSnIn/AgSnIn	Ag/Ag
Nc_e (cycles)	11 656	1 484	270	32 290	10 245
p	2,86	3,46	3,19	2,84	2,85

Tableau 4.5: Tableau récapitulatif des coefficients Nc_e et p obtenus pour les différents couples étudiés.

Les courbes tracées sur la Figure 4.18 permettent aussi de conclure que, quelle que soit l'épaisseur du revêtement utilisé, le classement des différents contacts en fonction de leur endurance reste le même que celui déterminé à partir de l'analyse en fonction de $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} en considérant une même épaisseur de référence e_{ref}=2µm et pour différentes amplitudes de glissement (δ^*_g).

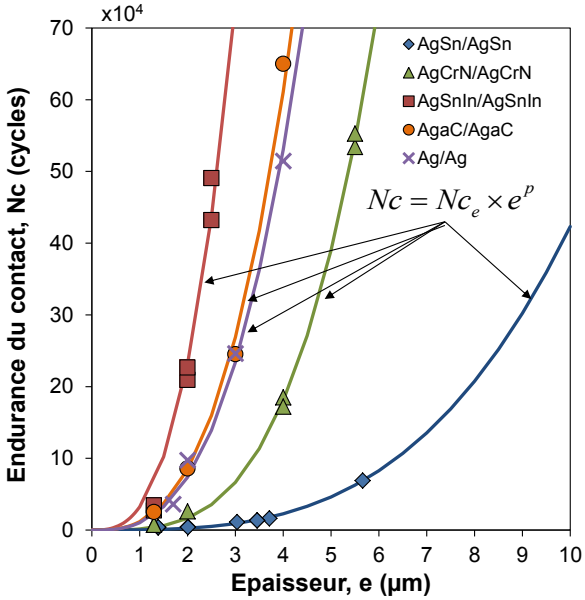


Figure 4.18 : Endurance (Nc) des différents contacts homogènes soumis à des sollicitations de fretting (δ^*_g =±9µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) en fonction de l'épaisseur de dépôt testé (1,3µm<e<5,5µm).

L'évolution parallèle des courbes suggère aussi que l'épaisseur du dépôt engendre un effet similaire sur l'évolution de la durée de vie électrique quelle que soit la nature du dépôt. Ceci conduit à une normalisation du processus. Ainsi pour chaque couple étudié, l'épaisseur de dépôt (e) a été normalisée par l'épaisseur référence e_{ref}=2µm et de la même manière, la durée de vie (Nc) obtenue pour l'épaisseur « e » a aussi été normalisée par la durée de vie associée à l'épaisseur de référence soit Nc_{ref} (e_{ref}=2µm). Ces valeurs de référence sont récapitulées dans le Tableau 4.4. Les durées de vie relatives ont donc été tracées en fonction des épaisseurs de dépôt relatives sur la Figure 4.19.

Il est possible de noter que tous les résultats se superposent suivant une même courbe maîtresse (Figure 4.19) qu'il est possible de formaliser à l'aide d'une loi puissance, soit :

$$\frac{Nc}{Nc_{ref}} = \left(\frac{e}{e_{ref}}\right)^{p} \tag{4-12}$$

avec p=2,76, e_{ref}=2µm et Nc_{ref} =Nc(e_{ref}=2µm) (cf. Figure 4.17).

Cette équation permet donc de déterminer pour n'importe quelle épaisseur, l'endurance d'un contact soumis à des sollicitations de fretting ayant pour paramètres de chargement (δ^*_g=±9µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz), pourvu que soit connue la durée de vie du contact revêtu avec une épaisseur de 2µm.

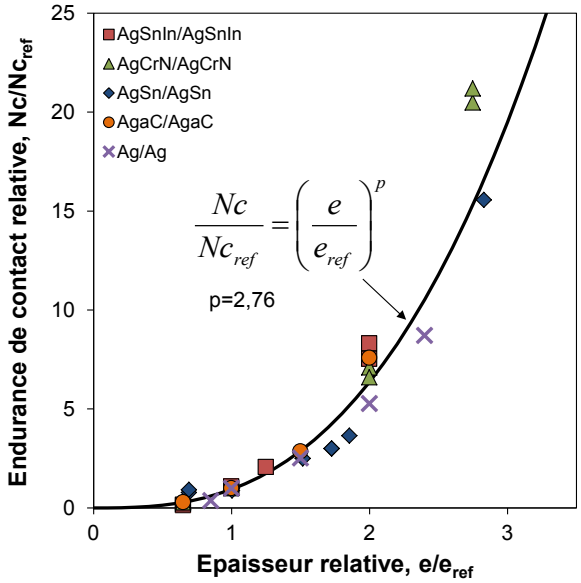


Figure 4.19 : Evolution de la durée de vie relative (Nc/Nc_{ref}) en fonction de l'épaisseur de dépôt relative (e/e_{ref}) (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

De plus, ce résultat permet de conclure que la réponse mécanique des contacts soumis à des sollicitations de fretting est la même quels que soient les matériaux utilisés. L'analyse permet donc de déterminer un exposant p=2,76. Cet exposant est relativement élevé. En effet, une analyse basée sur l'extension de l'aire de contact induite par l'usure des surfaces suggère un exposant inférieur à 1,5 pour la géométrie sphère/plan du contact étudiée. Pour expliquer cette différence, il est possible de supposer que la présence d'un dépôt impacte aussi la sollicitation tribologique. En effet, plus le dépôt est épais, plus ce dernier va accommoder le déplacement par une déformation plastique et plus le glissement relatif réellement généré dans l'interface sera diminué. Cette réduction du glissement va de fait ralentir l'usure du contact et donc augmenter d'autant la durée de vie électrique de l'interface. Ainsi, en considérant l'effet lié à une plus grosse quantité de matériau noble présente dans l'interface et celui lié à la réduction du glissement effectif par l'accommodation plastique du dépôt, il est possible d'expliquer l'exposant p=2,76 qui régit l'augmentation de la durée de vie (Nc) en fonction de l'épaisseur du dépôt (e).

Cette hypothèse suggère aussi que l'exposant « p » devrait évoluer en fonction de l'amplitude de glissement imposée. En effet, la quantité de matériau mobilisée sous le contact sera différente mais aussi et surtout, l'influence relative de l'accommodation plastique de l'interface par rapport à l'amplitude de glissement sera elle aussi impactée. Ainsi en augmentant l'amplitude de glissement, il est possible de s'attendre à une réduction de l'exposant « p ». Ce dernier tendra alors à se rapprocher de la valeur théorique de 1,5. Des travaux sont en cours pour aborder ce point.

4.3. Identification des mécanismes de dégradation

La détermination des précédentes courbes d'endurance a permis de réaliser une comparaison des performances électriques des différents couples de matériaux étudiés mais également de prédire la rupture d'un contact électrique en fonction de l'amplitude de glissement appliquée. Néanmoins, il est important de coupler cette approche quantitative à une description physico-chimique des processus d'endommagement.

4.3.1. Procédure expérimentale

Afin de mieux comprendre les mécanismes de dégradations, des essais interrompus ont été réalisés. Le principe consiste à appliquer pour chaque test, les mêmes paramètres de chargement (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) mais en arrêtant l'essai à différents nombre de cycles (N) jusqu'à atteindre le nombre de cycles à la rupture électrique (Nc) comme présenté sur la Figure 4.20 pour le cas d'un couple homogène AgaC/AgaC. Le même protocole a été appliqué pour les couples AgCrN/AgCrN, AgSn/AgSn, AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi.

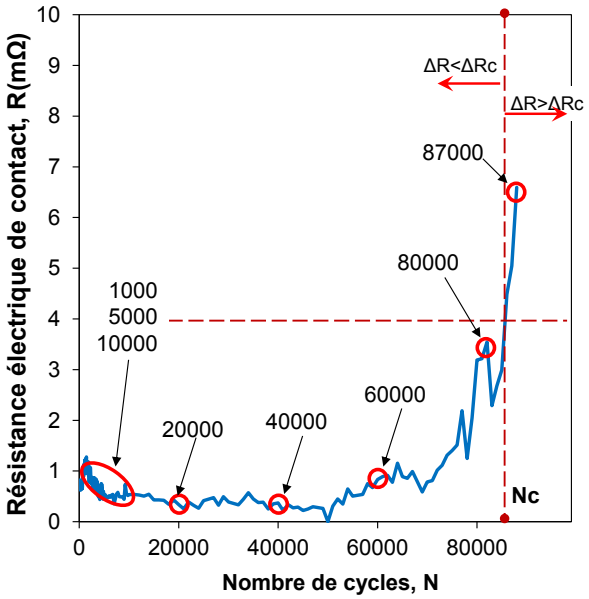


Figure 4.20 : Evolution de la résistance électrique d'un contact AgaC/AgaC soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgaC}=2µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) et choix des cycles de fretting pour les essais interrompus.

4.3.2. Etude de la dégradation de l'interface

Reprenant la démarche développée pour le contact argent (chapitre 3), des analyses ont été réalisées sur les traces d'usure obtenues à partir des essais interrompus. Ainsi, à l'aide d'images MEB et de quantifications EDX, il a été possible de suivre l'évolution de la dégradation du contact au cours des cycles de fretting. Pour compléter ces caractérisations, des analyses Raman ont aussi été effectuées afin d'identifier les éléments présents dans le contact. Grâce à cela, des scénarios ont été établis pour comprendre les processus entrainant la dégradation de la résistance électrique de contact jusqu'à une valeur seuil de rupture (ΔRc=4mΩ). Pour cela, l'étude a été réalisée en examinant tout d'abord les couples homogènes constitués par des dépôts alliés (AuNi, AgSn, AgSnIn) puis ceux constitués par des dépôts composites (AgaC, AgCrN).

4.3.2.1. Dégradation des couples composés d'un dépôt allié

4.3.2.1.1. Couple AuNi/AuNi

Le premier couple de matériaux alliés étudié est constitué de l'alliage AuNi et sert de couple de référence dans cette étude. Comme pour l'étude de l'argent, des essais interrompus ont été analysés afin de caractériser la dégradation de la résistance électrique de contact.

Les analyses MEB (Figure 4.21) montrent la présence d'un processus de collage dès les premiers cycles de fretting (1 000 cycles) avec une symétrie dans les faciès d'usure des échantillons du haut et du bas. Ce collage permet donc de maintenir une résistance électrique de contact très faible (0,064mΩ). Au cours des cycles suivants, des traces de collage sont encore présentes. Cependant, le contact semble progressivement soumis à de l'usure abrasive avec l'apparition de la sous-couche de nickel. Malgré la formation d'oxydes, la quantité d'or semble suffisante pour maintenir une résistance faible (0,47mΩ). Par la suite, l'usure devient de plus en plus importante, renforçant l'apparition de la sous-couche de nickel et du substrat CuZn37. Cela se traduit par une augmentation plus importante de la résistance électrique (≈1,5mΩ). L'éjection des débris (débris fins autour du contact), l'usure de la sous-couche et la formation continue d'oxydes entrainent une augmentation de la résistance jusqu'à atteindre une valeur supérieure à la résistance critique (ΔR=4mΩ).

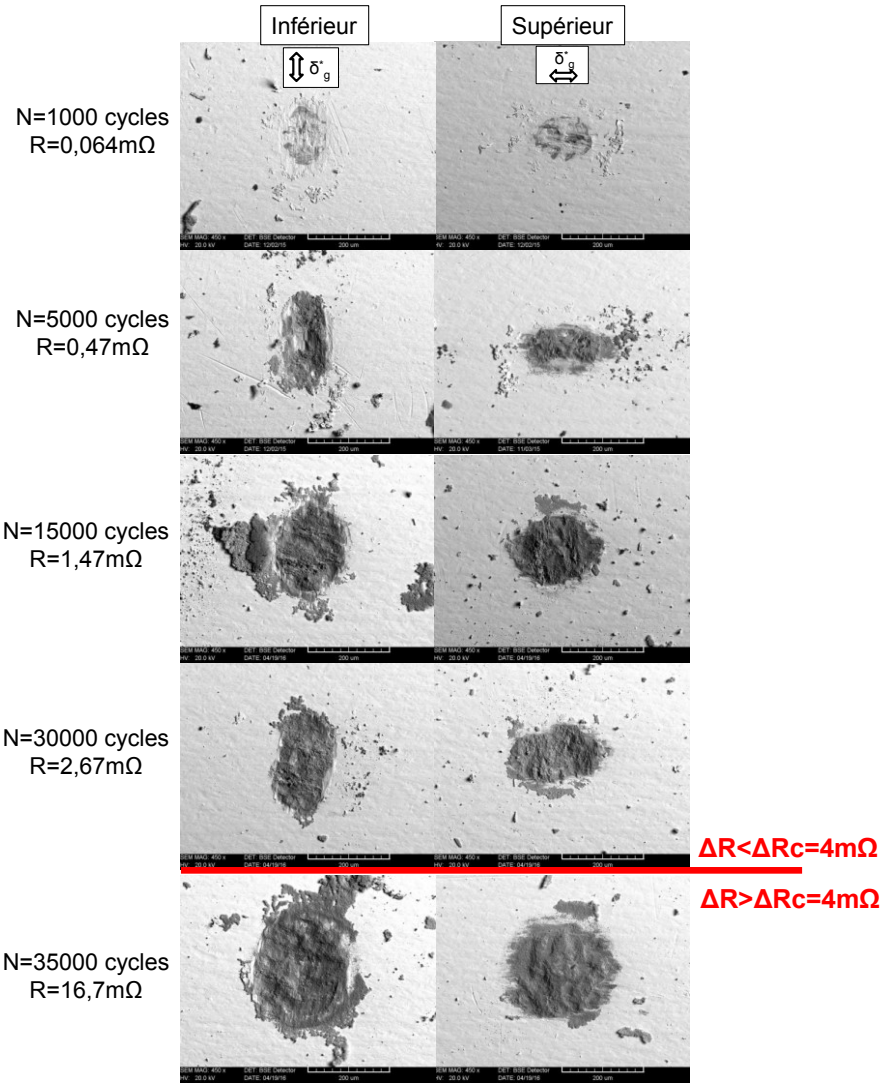


Figure 4.21 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AuNi/AuNi, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Pour confirmer ce scénario, des analyses chimiques semi-quantitatives EDX ont été réalisées sur les différents faciès d'usure des essais interrompus avec la même méthodologie développée dans le paragraphe 3.2.2 : un diamètre d'analyse d=0,2x$Ø_f$ correspondant à 20% du diamètre final de la trace de fretting a été considéré (Figure 3.7). Les concentrations des échantillons supérieurs et inférieurs ont ensuite été moyennées.

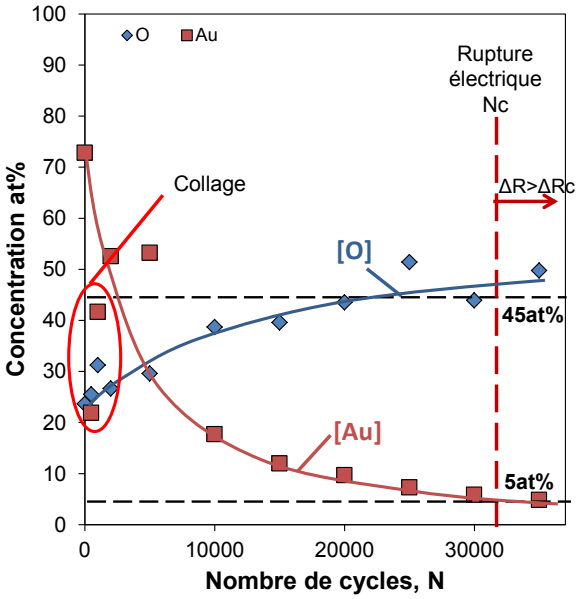


Figure 4.22 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Au et O mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AuNi/AuNi, e_{AuNi}=1,3µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

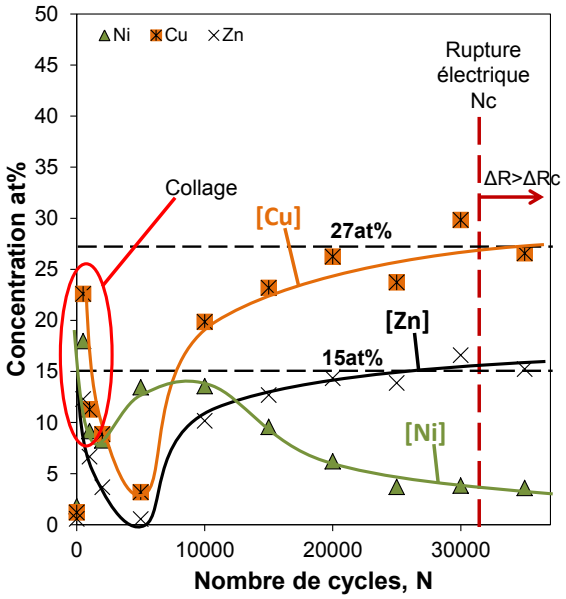


Figure 4.23 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ni, Cu et Zn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AuNi/AuNi, e_{AuNi}=1,3µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

L'analyse de la concentration en or (Figure 4.22) montre une diminution asymptotique jusqu'à atteindre une concentration de 5at% à la rupture électrique. Il est aussi possible de constater quelques points avec des concentrations d'environ 30at% durant les premiers cycles, ce qui confirme le collage initial. En effet, à l'ouverture du contact, cette soudure entraine un arrachement de matière d'un contact sur une autre. En parallèle, la concentration en oxygène augmente avec une concentration de 45at% à la rupture électrique. L'analyse des éléments non nobles (Figure 4.23) montre une concentration en nickel élevée dès les premiers cycles, ce qui confirme le collage initial, puis un processus d'abrasion s'active. Cela se traduit par une augmentation de la concentration en nickel due à l'usure de la couche supérieure. Par la suite, la sous-couche de nickel, précédemment dévoilée, est elle aussi usée laissant apparaitre le substrat, ce qui est confirmé par les concentrations en cuivre et en zinc qui augmentent alors que dans le même temps la concentration en nickel diminue. La Figure 4.24 schématise rapidement le scénario supposé pour décrire la dégradation de ce contact.

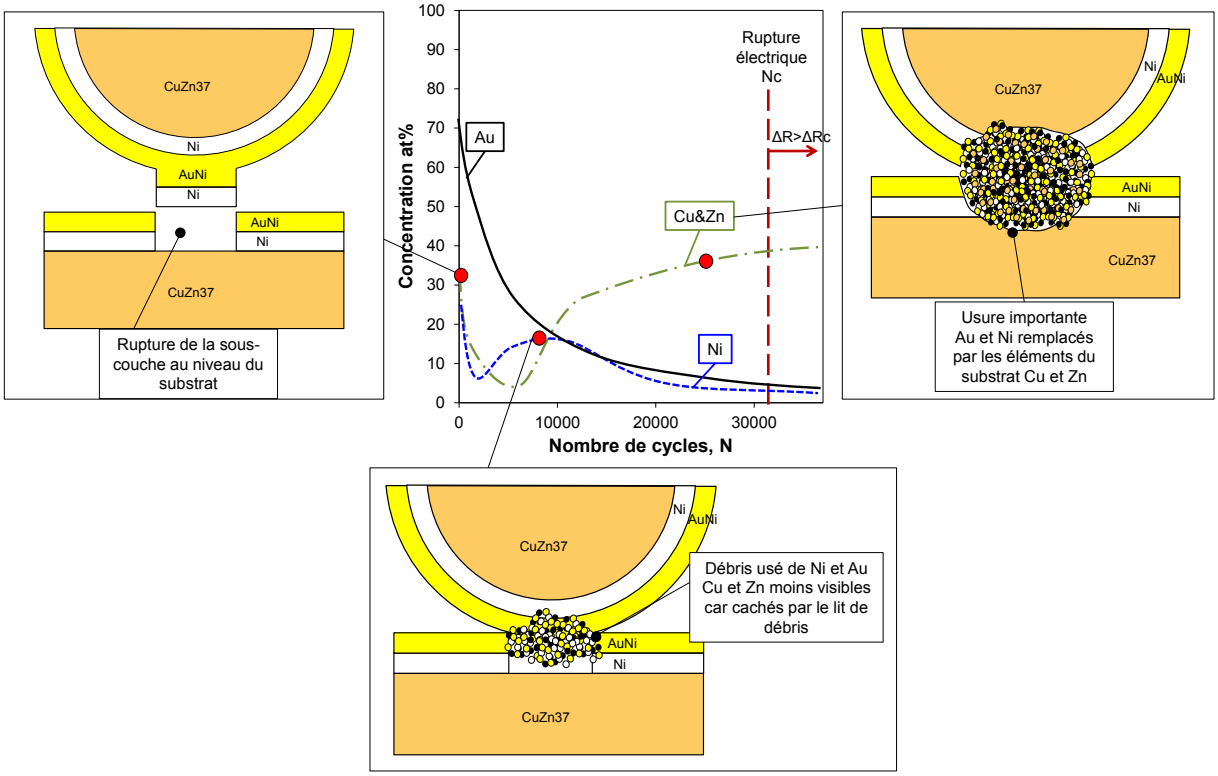


Figure 4.24 : Schéma représentatif du processus d'usure des différentes couches constituant le contact AuNi/AuNi.

Il est donc possible de conclure que pour un contact homogène AuNi/AuNi, la rupture électrique est régie par une élimination de l'or et la formation d'oxydes. Néanmoins, ce contact est fortement impacté par un processus de Cold-Welding lors de la mise en contact. Il est tout de même possible de conclure que les critères de concentrations déterminés pour un contact Ag/Ag [185] peuvent être appliqués pour un contact en or tels que :

$$Nc\ (\Delta R>4m\Omega)\ quand\ [Au]_{d=0.2\emptyset f} < [Au]_{th} \approx 5at\% \quad (4\text{-}13)$$

$$et\ [O]_{d=0.2\emptyset f} > [O]_{th} \approx 45at\% \quad (4\text{-}14)$$

Enfin des analyses Raman ont été réalisées afin d'identifier la structure des éléments présents dans le contact à la rupture électrique (Nc=33 380 cycles). Les spectres de la Figure 4.25 montrent donc les éléments présents dans le dépôt et dans l'interface après sollicitations en fretting. Le spectre caractérisant le dépôt AuNi (en bleu) montre quelques pics caractéristiques d'oxydes de nickel. En plus de sa présence dans l'alliage, ce nickel peut provenir de la sous-couche car les dépôts d'or ont tendance à être poreux. En revanche, due à son inertie chimique, il n'y a pas de pics permettant de caractériser directement l'or du dépôt.

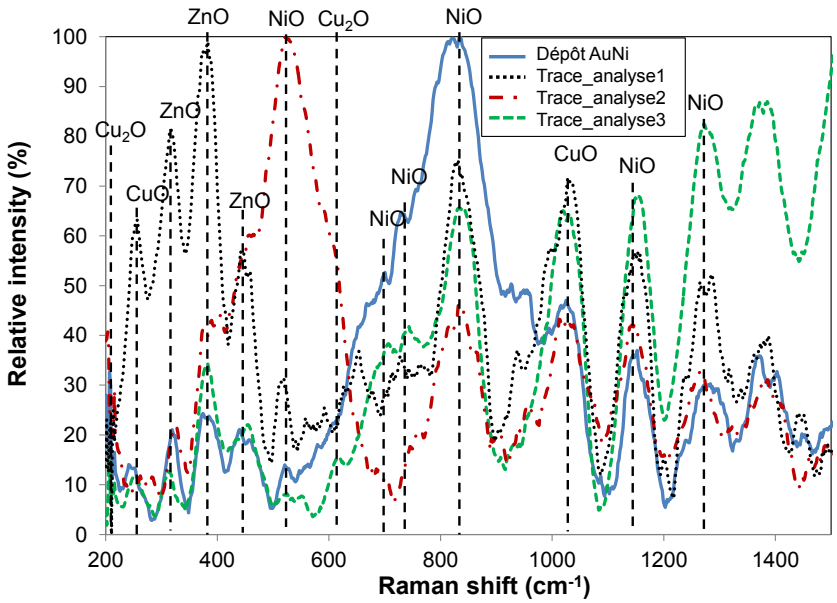


Figure 4.25 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AuNi/AuNi (e_{AuNin}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^*_g=±9µm).

En ce qui concerne les spectres obtenus dans le faciès d'usure, les analyses montrent une très forte présence d'oxydes de nickel, de cuivre et de zinc, ce qui confirme un important endommagement de l'interface. Ces analyses chimiques confirment donc que la dégradation électrique d'un contact AuNi/AuNi est avant tout liée à l'usure de l'interface entrainant l'élimination de l'or et l'usure du contact jusqu'au substrat permettant la formation de débris oxydés.

4.3.2.1.2. Couple AgSn/AgSn

Dans cette partie, l'étude a été réalisée sur un contact homogène AgSn/AgSn. Les analyses ont donc permis de caractériser l'endommagement de l'interface au cours des cycles de fretting.

Les analyses MEB (Figure 4.26) montrent donc qu'après quelques cycles de fretting, un endommagement symétrique est observé dans l'interface. Seules quelques traces d'adhésion sont visibles dues au régime de glissement partiel initialement présent en début d'asservissement. Cependant, la dégradation reste faible, d'où une résistance électrique de contact de 0,06mΩ. Avec l'augmentation de la durée de l'essai, l'endommagement dans le contact se fait de plus en plus visible. Il est possible de supposer que l'étain présent dans le contact s'oxyde pour former des particules abrasives qui vont accélérer l'usure dans l'interface, au point d'atteindre au moins la sous-couche de nickel voire le substrat. Ces oxydes ainsi formés et l'éjection des débris contenant de l'argent vont engendrer une augmentation de la résistance électrique de contact (1,31mΩ). Ces deux processus vont s'intensifier au cours des cycles de fretting, jusqu'à atteindre une dégradation critique du contact. Il n'y a alors plus assez d'éléments conducteurs pour maintenir une résistance de contact inférieure à la valeur seuil de 4 mΩ.

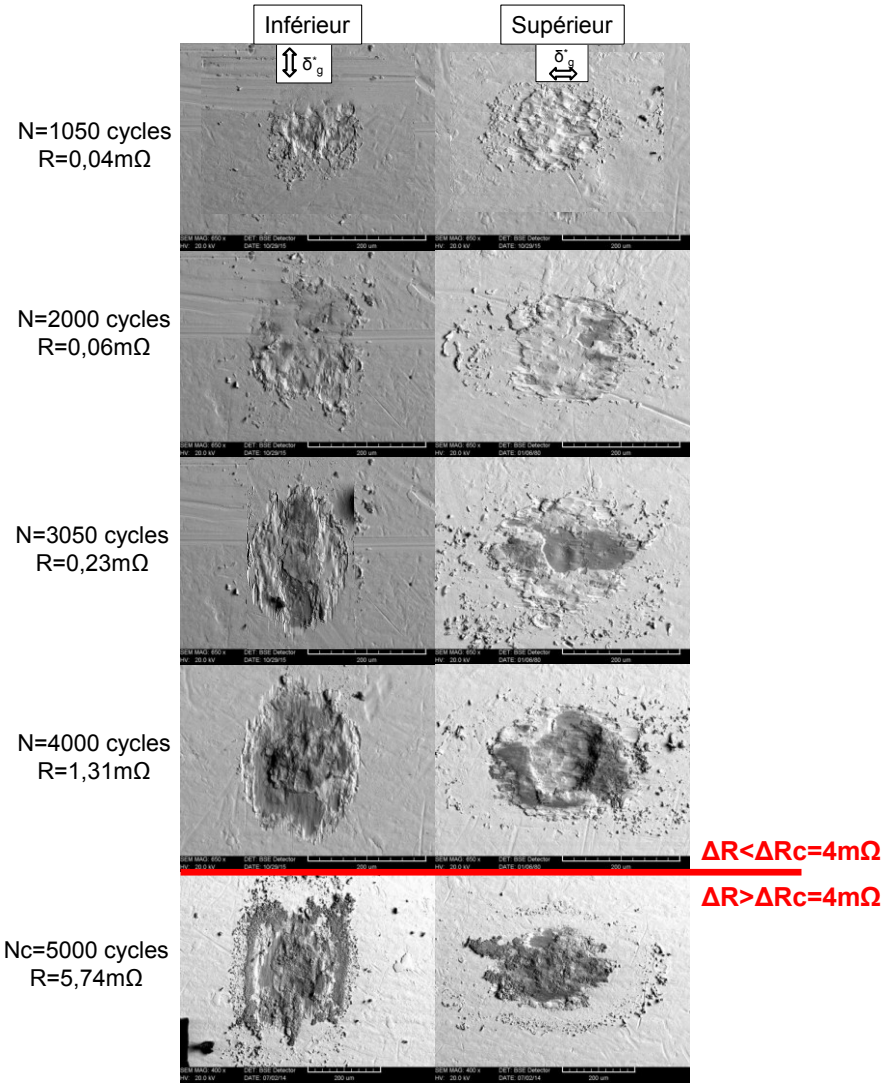


Figure 4.26 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AgSn/AgSn, e_{AgSn}=2µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Pour confirmer cette évolution des éléments dans le contact, des analyses EDX ont été réalisées sur les faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus avec un diamètre d'analyse d=0,2x$Ø_f$. Une moyenne des concentrations a ensuite été réalisée. En observant l'évolution de la concentration en argent sur la Figure 4.27, il est possible de constater une diminution asymptotique du métal noble au point d'atteindre une concentration inférieure à 5at% au moment de la rupture électrique. De la même manière, la concentration en étain diminue au cours des cycles de fretting. Il est intéressant de noter qu'au-delà de 2 000 cycles, quasiment tout l'étain a été éliminé du contact. En ce qui concerne la concentration en oxygène, celle-ci augmente rapidement jusqu'à atteindre une concentration supérieure à 45at%. De plus dès 500 cycles, la concentration en oxygène est de 25at% malgré la concentration élevée en argent. Il est donc possible de supposer qu'un processus d'oxydation s'active rapidement. Le contact étant alors constitué d'étain, les oxydes formés sont probablement des oxydes d'étain très abrasifs qui vont accélérer l'usure du contact et réduire l'adhésion initiale. En ce qui concerne les concentrations en éléments non-nobles (Figure 4.28), les analyses montrent une augmentation continue de la quantité de cuivre et de zinc à partir de 2 000 cycles. A la rupture électrique, les concentrations atteintes sont respectivement au-dessus de 20at% et 8at%. La quantité de nickel reste quant à elle assez constante au cours des cycles. Contrairement au couple AuNi/AuNi qui présentait une évolution non monotone des concentrations de cuivre et de zinc, dans le cas présent, il n'y a plus de phénomène de Cold-Welding. Ainsi, l'apparition

des éléments cuivre et zinc est uniquement liée à l'usure du dépôt AgSn puis à la sous-couche de nickel.

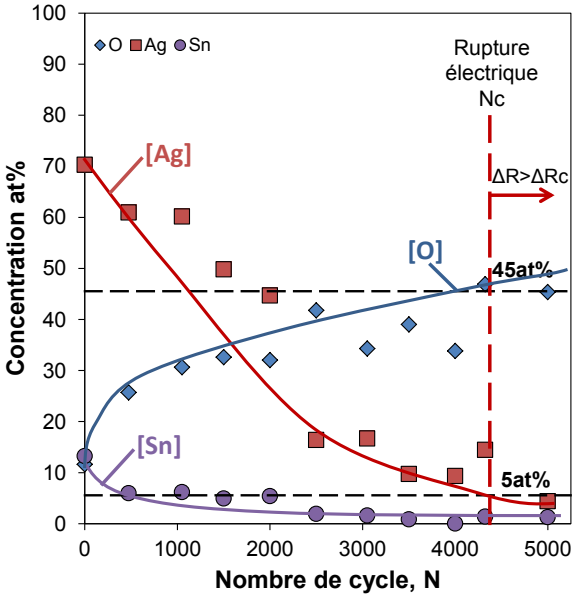


Figure 4.27 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ag, O et Sn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2xØf) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgSn/AgSn, e_{AgSn}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

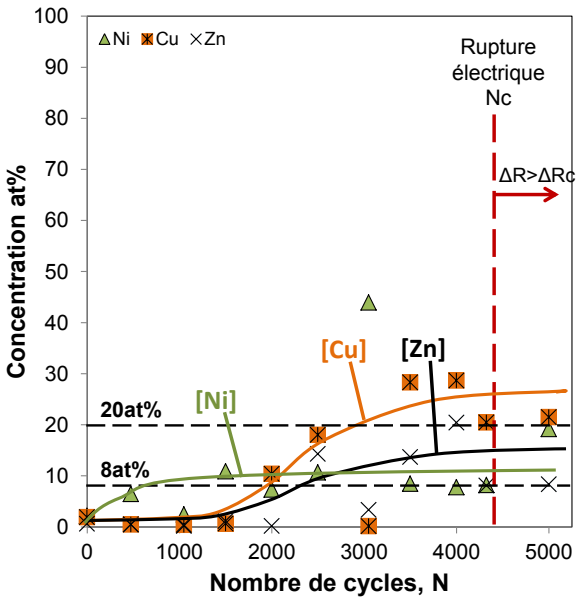


Figure 4.28 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ni, Cu et Zn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2xØf) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgSn/AgSn, e_{AgSn}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

L'ensemble de ces résultats montre donc que la rupture électrique d'un contact AgSn/AgSn est liée à la dégradation de la couche conductrice (Ag) et à la formation d'une couche d'oxydes dans l'interface. Ce type de dégradation a été observé pour le cas d'un contact Ag/Ag [185]. Cette analyse confirme le critère « chimique » associé à la rupture électrique, soit :

$$Nc\ (\Delta R>4m\Omega)\ quand\ [Ag]_{d=0.2\varnothing f}<[Ag]_{th}\approx 5at\% \quad (4\text{-}15)$$

$$et\ [O]_{d=0.2\varnothing f}>[O]_{th}\approx 45at\% \quad (4\text{-}16)$$

En revanche, la faible durée de vie du contact AgSn/AgSn montre l'existence d'un facteur accélérant la dégradation du contact. L'une des hypothèses est que la concentration élevée en étain dans le contact génère une quantité non négligeable d'oxydes d'étain ayant une dureté élevée et accélérant donc le processus d'abrasion.

Cet effet nocif des oxydes d'étain sur le processus d'usure de couples nobles de type Ag a été mis en évidence par les travaux de Perrinet [115] lors de l'étude de couples hétérogènes Ag/Sn. En effet, ces travaux ont montré que bien que les processus d'endommagement entre les couples Ag/Ag et Ag/Sn soient similaires et de type « nobles », c'est-à-dire, associés à une usure progressive des dépôts, les durées de vie des couples Ag/Sn sont presque 30 fois inférieures à celles observées pour le couple homogène Ag/Ag. L'auteur suggère que pour les deux couples, un même processus abrasifs est activé mais la présence de l'étain induit des oxydes d'étain très abrasifs accélérant considérablement l'usure de l'interface. Cette analyse est cohérente avec les précédents résultats (Figure 4.17). En effet, le couple AgSn/AgSn présente la durée de vie électrique la plus faible. En revanche, il est possible de noter que la présence d'oxydes d'étain limite les phénomènes adhésifs et évite l'endommagement catastrophique de Cold-Welding généré dans le cas où le contact est ouvert.

Pour compléter ces caractérisations, des analyses Raman ont été réalisées sur les faciès d'usure d'un contact à la rupture électrique (Nc=4 434 cycles). Les spectres Raman (Figure 4.29) réalisés sur le dépôt AgSn révèle la présence d'oxydes natifs d'argent (Ag_2O) mais surtout d'oxydes d'étain [156]. Ce résultat confirme donc une oxydation initiale du matériau modifiant ainsi l'interaction des

échantillons lors de la mise en contact (pas de collage initial et présence dès les premiers cycles d'oxydes isolants) mais qui évite l'endommagement par Cold-Welding. En ce qui concerne l'analyse de la trace à la rupture électrique, le spectre Raman révèle la présence d'oxydes de cuivre, de zinc et de nickel, en plus des oxydes d'étain initiaux et ceux formés au cours des cycles de fretting. Le spectre montre aussi que les débris d'argent s'oxydent. Ces résultats confirment que la défaillance électrique de ce contact est liée à l'usure de la couche conductrice et à la formation très rapide et plus importante d'oxydes dans l'interface.

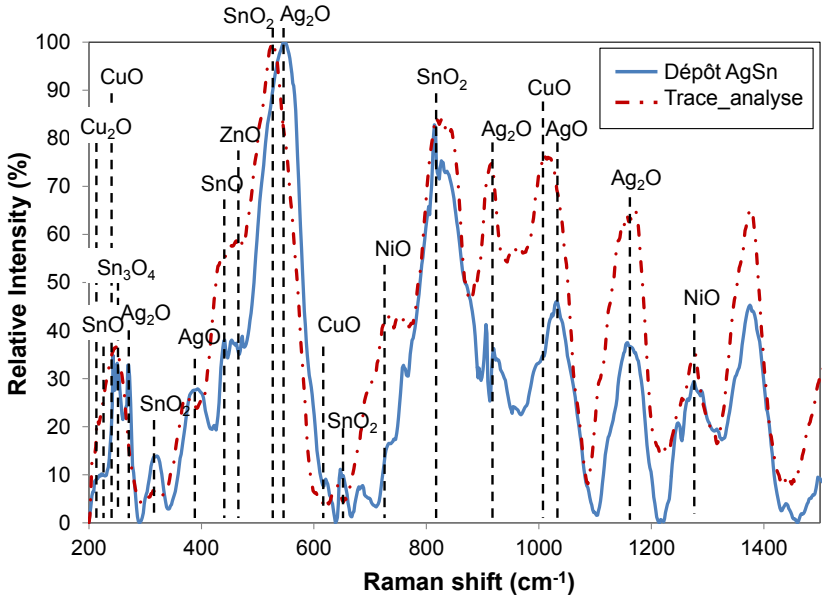


Figure 4.29 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AgSn/AgSn et d'une trace d'usure à la rupture électrique (Nc=4 434 cycles, e_{AgSn}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^*_g=±9µm).

4.3.2.1.3. Couple AgSnIn/AgSnIn

Dans cette partie, le dernier contact étudié est constitué du ternaire AgSnIn. Tout comme précédemment, des analyses MEB ont été réalisées pour suivre la détérioration du contact au cours des cycles de fretting jusqu'à la rupture électrique.

Les observations visuelles (Figure 4.30) montrent une détérioration sur les deux échantillons dès les premiers cycles de fretting (1 000 cycles). Comme déjà observé, des traces d'adhésion sont présentes. La dégradation reste cependant limitée, d'où une résistance électrique de contact faible (0,49mΩ). Par la suite, l'usure s'accélère rapidement (dégradation plus importante des contacts) au point d'atteindre au moins la sous-couche de nickel, voire le substrat, ce qui entraine la formation d'oxydes et augmente légèrement la résistance électrique du contact (1,5mΩ). Au bout de 200 000 cycles, l'usure du dépôt conducteur et la quantité d'oxydes sont trop importantes pour maintenir une résistance électrique faible, ce qui se traduit par une augmentation brutale de la résistance dépassant le seuil critique de 4mΩ.

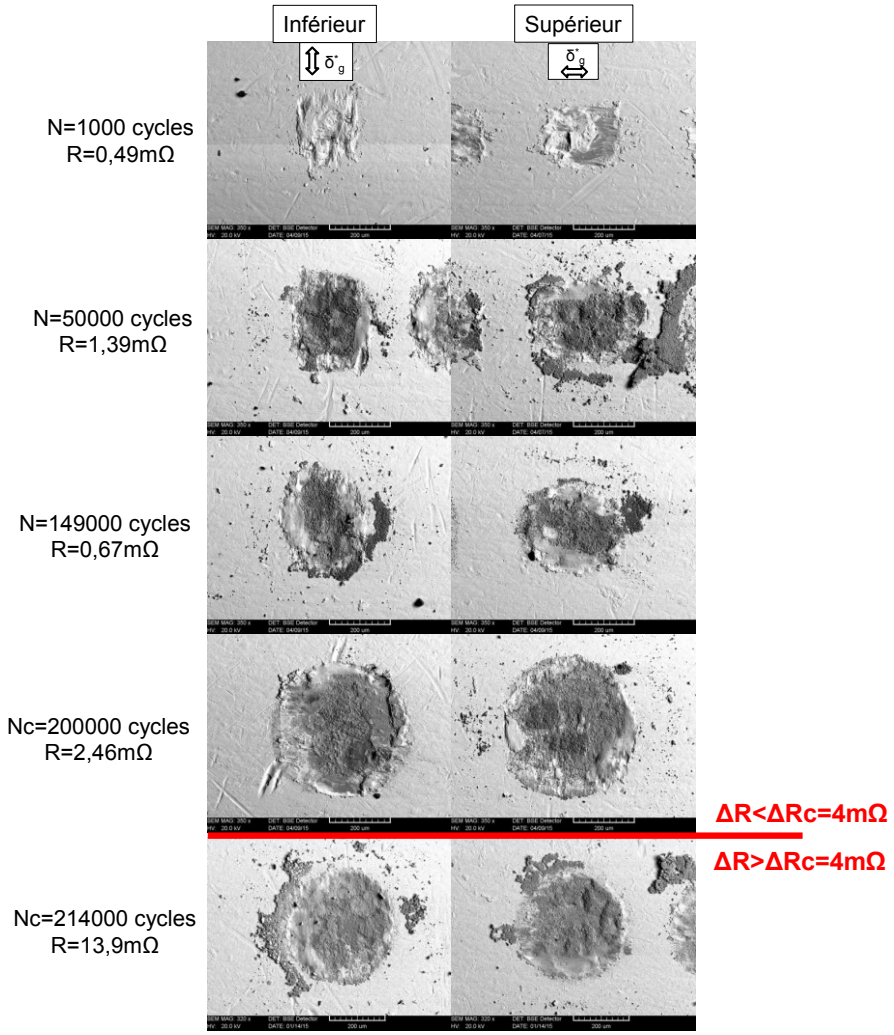


Figure 4.30 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AgSnIn/AgSnIn, e_{AgSnIn}*=2µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et* δ^*_g*=±9µm).*

Pour compléter ces analyses MEB, des analyses EDX ont été réalisées sur les traces d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenues à partir des différents essais interrompus. Les concentrations obtenues sur un diamètre d'analyse d=0,2x$Ø_f$ ont ensuite été moyennées. Les analyses de Figure 4.31 montrent une diminution brutale de la concentration en argent jusqu'à atteindre un palier à 15at% durant plus de 150 000 cycles. Cependant à la rupture électrique, la concentration en argent diminue jusqu'à 5at%. Parallèlement, il est possible d'observer une augmentation rapide de la concentration en oxygène jusqu'à atteindre 45at% dès 30 000 cycles et cela jusqu'à la fin de l'essai. La concentration en indium présente la même évolution que celle de l'argent avec un palier à 0,6at% et une concentration à la rupture électrique inférieure à 0,4at%. En ce qui concerne l'élément Sn, sa concentration reste faible tout au long des cycles.

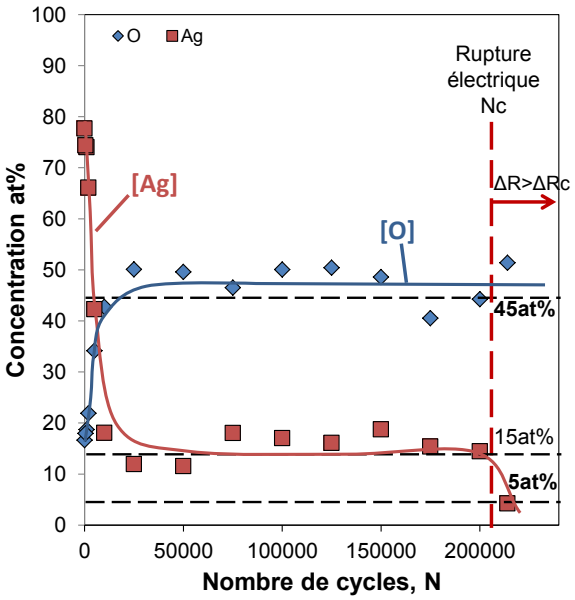


Figure 4.31 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ag et O mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgSnIn/AgSnIn, e_{AgSnIn}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

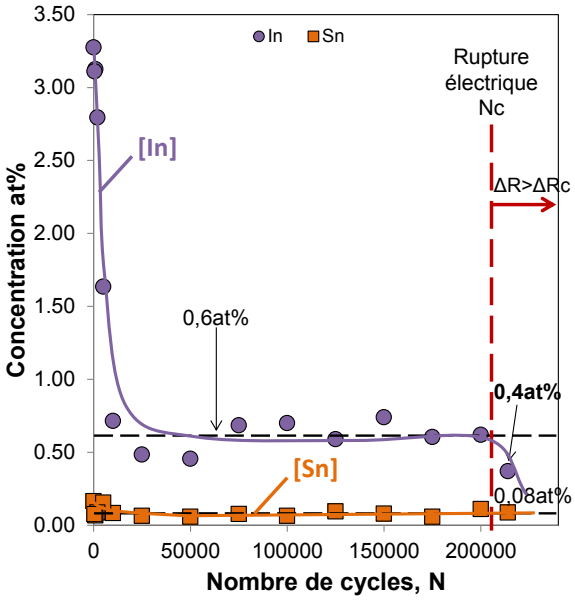


Figure 4.32 : Concentrations atomiques moyennes des éléments In et Sn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgSnIn/AgSnIn, e_{AgSnIn}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

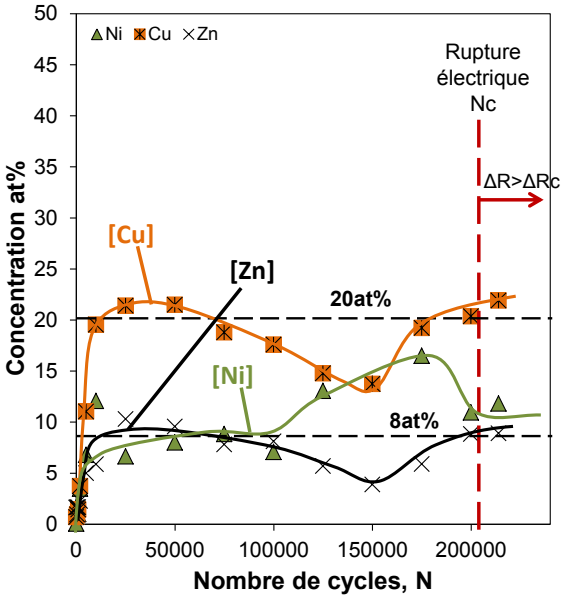


Figure 4.33 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ni, Cu et Zn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgSnIn/AgSnIn, e_{AgSnIn}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

En examinant maintenant les éléments de la Figure 4.33, il est possible d'observer une augmentation très rapide de la concentration en nickel, ce qui confirme une usure de la couche supérieure pour laisser apparaitre la sous-couche (Figure 4.24). De plus, dès 30 000 cycles, la concentration en cuivre atteint une valeur élevée de 20at% tout comme le zinc (8at%). Ceci montre que le substrat est très rapidement atteint, ce qui confirme l'usure importante dans le contact. Les analyses chimiques restent cependant très surprenantes puisque malgré la forte concentration en éléments non nobles et la faible concentration en argent, la résistance électrique de contact conserve une valeur inférieure à 4mΩ pendant plus de 150 000 cycles. Pour expliquer ce maintien, une hypothèse est que parmi les oxydes présents dans le contact, certains sont des oxydes isolants tels que du NiO, CuO et ZnO et d'autres sont des oxydes conducteurs. En effet, il a été montré que des

oxydes d'étain et d'indium peuvent se former et créer des ITO (Indium Tin Oxides) couramment utilisés pour leurs propriétés conductrices [158]–[160]. Ainsi, le contact est constitué d'éléments isolants et conducteurs. Tant que la concentration en éléments conducteurs reste suffisante, la résistance électrique de contact se maintient à une valeur inférieure à la valeur seuil de 4mΩ. Or l'usure de l'interface entraine une augmentation des oxydes isolants (approvisionnement continu en cuivre et zinc) et un appauvrissement des éléments conducteurs (éjection de l'argent, de l'indium et de l'étain). Il n'y a donc plus assez d'éléments conducteurs dans l'interface, ce qui entraine une augmentation de la résistance.

Malgré un processus de dégradation particulier, il est tout de même possible de conclure que la rupture électrique d'un contact AgSnIn/AgSnIn est liée à la formation d'oxydes isolants dans le contact et l'élimination de l'argent [185]. Ainsi, le critère chimique de composition de l'interface reste vérifié, soit:

$$Nc\ (\Delta R>4m\Omega)\ quand\ [Ag]_{d=0.2\emptyset f} < [Ag]_{th} \approx 5at\% \quad (4\text{-}17)$$

$$et\ [O]_{d=0.2\emptyset f} > [O]_{th} \approx 45at\% \quad (4\text{-}18)$$

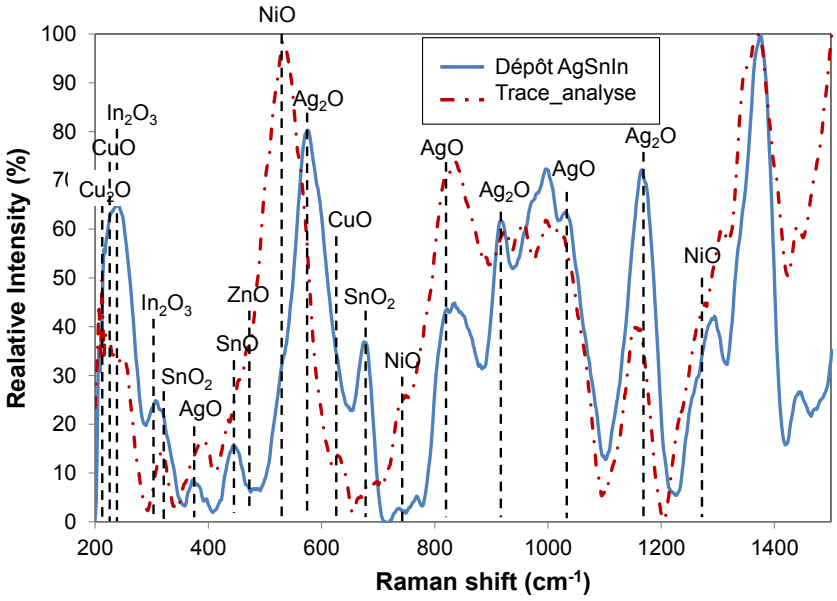


Figure 4.34 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AgSnIn/AgSnIn et d'une trace d'usure à la rupture électrique (Nc=209 300 cycles, e_{AgSnIn}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^{+}_{g}=±9µm).

Pour confirmer les éléments présents dans le contact au moment de la rupture électrique (Nc=209 300 cycles), des analyses Raman ont été réalisées. Comme pour le cas du matériau AgSn, le spectre Raman du matériau AgSnIn (Figure 4.34) montre la présence d'oxydes natifs à l'interface tels que AgO, SnO_2 ou encore In_2O_3. Cependant, l'oxydation de l'étain semble moins importante. Ce résultat est cohérent avec les résultats de Verma [157] qui montre un effet limitant de l'indium dans l'oxydation des alliages constitués d'étain. En ce qui concerne les composés présents dans le contact à la rupture électrique, le spectre Raman confirme la présence d'oxydes de nickel, de zinc et de cuivre apparus suite à l'usure du contact. Il est aussi possible de constater la présence d'oxydes d'étain et d'indium (ITO) dans l'interface. Ces analyses chimiques confirment donc que la dégradation d'un contact homogène AgSnIn/AgSnIn est régie par l'usure du contact permettant l'élimination de l'argent et l'approvisionnement en nickel, cuivre et zinc, créant ainsi des oxydes isolants. Cependant, la présence d'oxydes d'étain et d'indium conducteur dans le contact permet un maintien plus long de la résistance électrique en dessous de la valeur seuil de 4mΩ. La rupture électrique a donc lieu quand les éléments conducteurs présents dans le lit de débris présentent une concentration trop faible par rapport aux oxydes isolants.

4.3.2.2. Dégradation des couples composés d'un dépôt composite

4.3.2.2.1. Couple AgaC/AgaC

Le premier couple de composites étudié est constitué du matériau AgaC. A partir des images MEB (Figure 4.35), il est possible de suivre l'évolution de la dégradation de l'interface au cours des cycles de fretting jusqu'à la rupture électrique (ΔR>ΔRc=4mΩ).

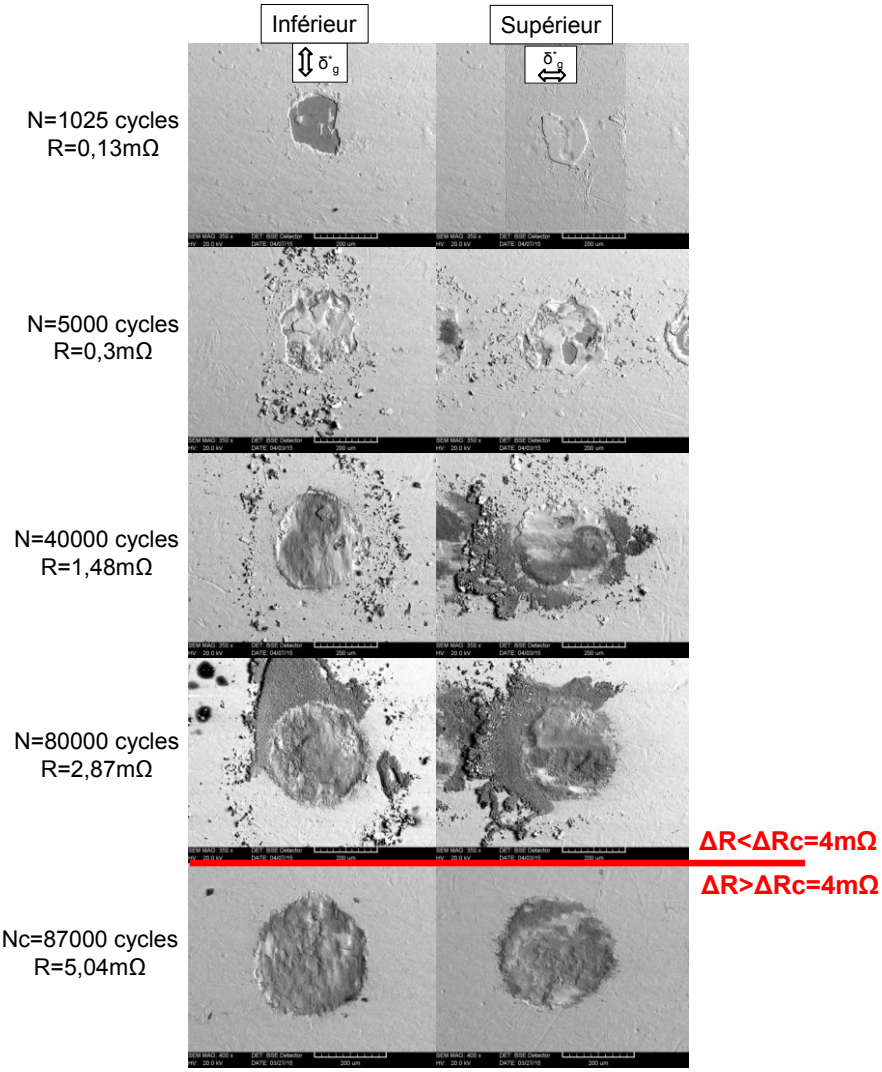


Figure 4.35 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AgaC/AgaC, e_{AgaC}=2µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Tout d'abord, les observations visuelles montrent une forte dégradation de l'échantillon inférieur dès les premiers cycles (N=1 025 cycles). Cependant, cet endommagement n'est pas présent sur l'échantillon supérieur. Au contraire, il est possible d'observer un apport de matière. Cette répartition de matière est caractéristique d'un phénomène de collage. Ce résultat confirme donc le processus de Cold-Welding observé lors de l'étude du coefficient de frottement. La création de liaisons métalliques fortes permet une amélioration de la conduction, ce qui se traduit par une résistance de contact faible (0,13mΩ). Après 5 000 cycles, la dégradation semble similaire sur les deux échantillons. Des traces de collage sont encore présentes (pertes et gains de matière sous forme de plaques). Les analyses MEB montrent également la présence de débris, ce qui montre l'activation d'un processus d'abrasion. La dégradation reste cependant limitée, d'où une résistance de contact faible (0,3mΩ). Au-delà de 5 000 cycles, les faciès d'usure ne montrent plus de traces de collage. Au contraire, le processus d'abrasion s'intensifie avec l'apparition de sillons dans l'interface et de débris pulvérulents autour du contact. L'accélération du processus d'usure entraine l'élimination de l'argent et l'apparition progressive du nickel, ce qui se traduit par une augmentation de la résistance électrique de contact

jusqu'à une stabilisation autour de 1mΩ. Les observations réalisées à N=60 000 cycles et N=80 000 cycles montrent que les débris d'usure sont de plus en plus fins. Elles montrent aussi que les traces de fretting sont de plus en plus dégradées. Compte tenu de la valeur de la résistance électrique (>2,1mΩ), il est possible de supposer que l'usure a atteint la sous-couche de nickel, voire du substrat. Les débris vont alors s'oxyder pour former un lit d'oxydes dans l'interface qui sont certes lubrifiants mais mauvais conducteurs. Cependant, la résistance électrique de contact reste inférieure à la valeur seuil (ΔRc=4mΩ), ce qui laisse penser que l'interface est encore constituée par des éléments conducteurs. Ces processus d'usure et d'oxydation des débris vont se poursuivre jusqu'à la formation d'un lit d'oxydes homogène isolant et l'élimination de l'élément argent. Ainsi, il n'y a plus assez d'éléments conducteurs dans le contact permettant de compenser la perte de conduction induite par la présence d'une grande quantité d'oxydes, ce qui entraine une augmentation rapide de la résistance électrique bien au-delà de la valeur seuil.

Pour confirmer ce scénario de dégradation, des analyses EDX ont été réalisées sur les faciès d'usure des deux contre-corps obtenues suite aux essais interrompus. Les analyses ont été réalisées sur un diamètre d'analyse d=0,2x$Ø_f$ puis les concentrations obtenues ont été moyennées. La Figure 4.36 et la Figure 4.37 tracent donc les concentrations des différents éléments dans la trace au cours des cycles de fretting jusqu'à la rupture électrique.

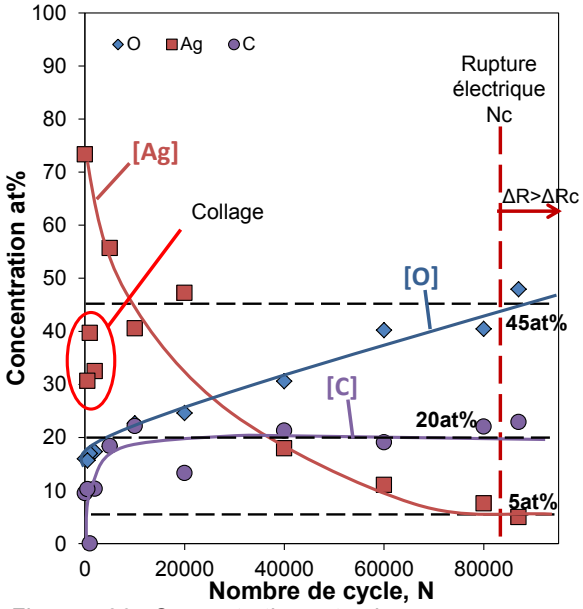


Figure 4.36 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ag, O et C mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgaC/AgaC, e_{AgaC}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

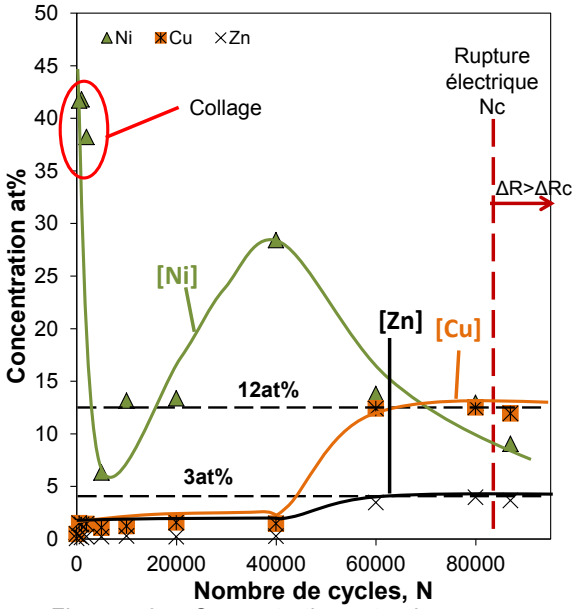


Figure 4.37 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ni, Cu et Zn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgaC/AgaC, e_{AgaC}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

Pour les premiers cycles de fretting, il est possible d'observer une forte concentration en nickel (≈40at%) et une faible concentration en argent (≈35at%). Or lors de l'étude des faciès d'usure, il a été observé que ce contact était soumis à un processus de collage. Il semblerait donc que les analyses chimiques confirment ce phénomène. En effet, le dépôt argent présent sur l'échantillon inférieur se colle sur l'échantillon supérieur, ce qui laisse apparaitre le nickel au moment de l'ouverture du contact. Ainsi, il est possible de déduire que le phénomène de Cold-Welding est associé à la décohésion d'une des couches de AgaC et non au niveau de l'interface entre la sous-couche de nickel et le substrat comme cela avait été observé pour le couple AuNi/AuNi. Ceci est cohérent avec le fait que les concentrations en cuivre et zinc augmentent de façon monotone et non discontinue comme pour l'interface AuNi/AuNi. En ce qui concerne l'évolution générale des concentrations, il est possible de constater une diminution asymptotique de l'argent dans le contact jusqu'à atteindre une valeur en dessous de 5at% au moment de la rupture électrique (Nc). Parallèlement, il est possible de constater une augmentation de l'oxygène. A la rupture électrique, cette concentration atteint des valeurs

supérieures à 45at%. En revanche, la concentration en carbone reste constante au cours des cycles. Néanmoins, il est important de noter que le carbone est un élément très difficile à quantifier en EDX, ce qui a tendance à surestimer les concentrations. Pour l'élément nickel, les analyses montrent une forte augmentation de la concentration jusqu'à 40 000 cycles avant de diminuer. Cette évolution est logique puisque l'usure de la couche supérieure d'argent entraine l'apparition progressive de la sous-couche puis l'usure de celle-ci. Cette évolution est confirmée par l'évolution des concentrations en cuivre et zinc : faibles jusqu'à 40 000 cycles puis qui augmentent rapidement jusqu'à atteindre 12at% pour le cuivre. Ainsi il est possible de déduire le scénario suivant :

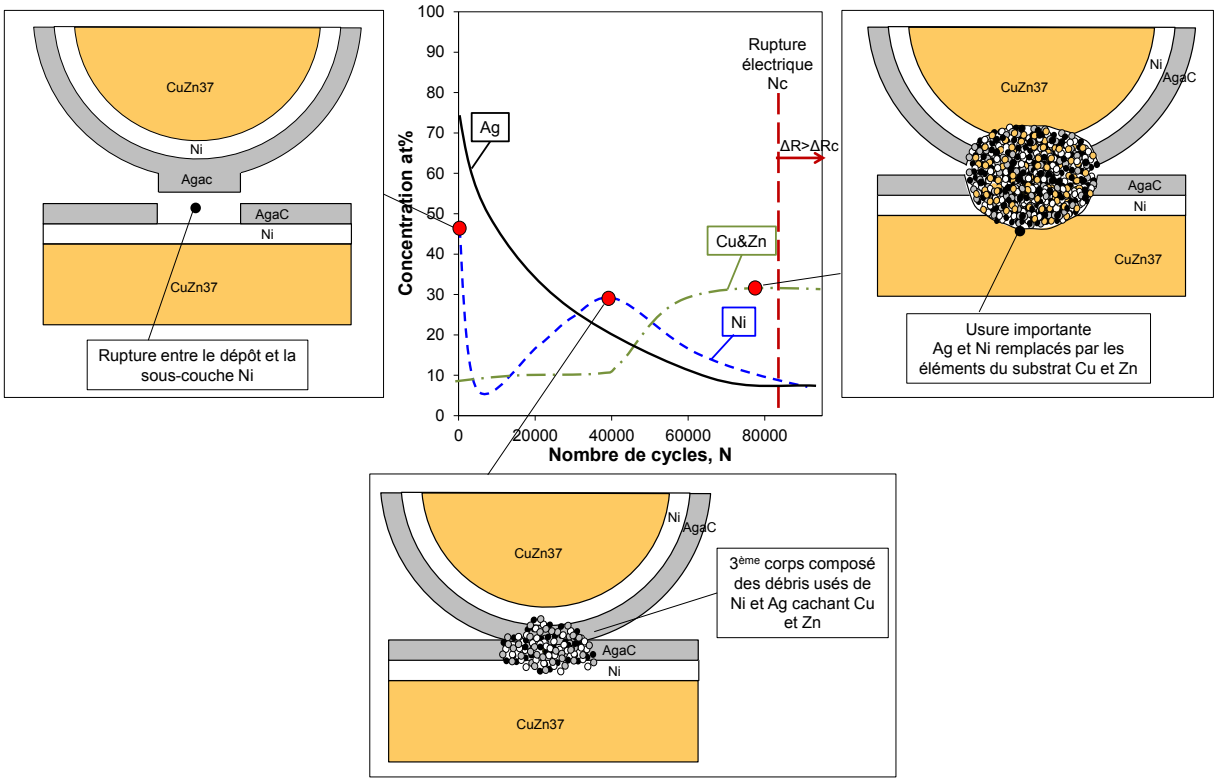


Figure 4.38 : Illustration du scénario d'usure du couple AgaC/AgaC.

Ces analyses chimiques et optiques confirment que pour un contact homogène AgaC/AgaC, la rupture électrique est toujours liée à la formation d'un lit d'oxydes homogène dans l'interface et à la disparition de l'élément noble conducteur. Ce processus de dégradation est similaire à celui observé pour les contacts argent étudiés. Il est donc possible de conclure que les critères de concentrations établis dans le chapitre 3 peuvent s'appliquer pour ce contact :

$$Nc\ (\Delta R>4m\Omega)\ \text{quand}\ [Ag]_{d=0.2\emptyset f} < [Ag]_{th} \approx 5at\% \quad (4\text{-}19)$$

$$\text{et}\ [O]_{d=0.2\emptyset f} > [O]_{th} \approx 45at\% \quad (4\text{-}20)$$

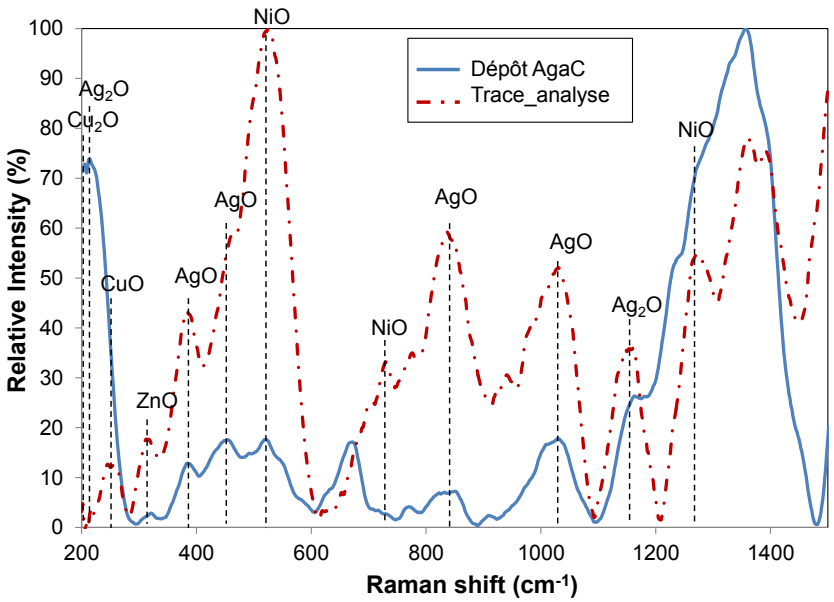


Figure 4.39 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AgaC/AgaC et d'une trace d'usure à la rupture électrique (Nc=87 500 cycles, e_{AgaC}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^*_g=±9µm).

La Figure 4.39 trace les spectres Raman réalisés sur le dépôt AgaC et sur une trace d'usure obtenue à la rupture électrique (Nc=87 500cycles). Les analyses montrent donc une légère oxydation du matériau initial avec la présence d'AgO et d'Ag_2O. A la rupture électrique, ces oxydes semblent plus importants et il est aussi possible d'identifier des oxydes de nickel mais aussi des oxydes de cuivre et de zinc. Ces analyses confirment les conclusions précédentes concernant les mécanismes responsables de la rupture électrique : le contact est soumis à un processus d'usure couplé à l'oxydation des éléments présents dans l'interface suite à cette usure.

4.3.2.2.2. Couple AgCrN/AgCrN

Le dernier composite étudié dans ce chapitre concerne le matériau AgCrN. Les observations MEB présentées sur la Figure 4.40 montrent la dégradation de l'interface au cours des cycles de fretting jusqu'à la rupture électrique (ΔR>ΔRc=4mΩ).

L'observation des faciès d'usure après quelques cycles (N=1 050 cycles) montre une légère adhésion dans le contact. Cependant, la présence de débris est aussi observable, traduisant ainsi la présence d'une usure abrasive. Cette observation va de pair avec l'évolution du coefficient de frottement précédemment étudié : celui-ci augmente progressivement en début de test permettant au contact de passer d'un régime de glissement partiel à un régime de glissement total au déplacement imposé (δ^*_g=±9µm). Ainsi, aucun phénomène de Cold-Welding n'a pu être mis en évidence. La dégradation étant faible, il est possible de supposer que le contact est essentiellement constitué par de l'AgCrN, d'où une résistance électrique de contact faible (0,29mΩ). Au cours des cycles suivants, la dégradation des interfaces devient de plus en plus importante. La résistance électrique de contact augmente alors jusqu'à 1,54mΩ. Il est possible de conclure que la composition du lit de débris s'enrichie progressivement de nickel, voire de cuivre qui vont former les premiers oxydes. Au-delà de 10 000 cycles, le processus abrasif semble fortement accentué, probablement par la présence de CrN dans le contact. La quantité d'argent diminue donc au profit du cuivre, du nickel et du zinc qui vont alimenter la formation d'une couche d'oxydes isolante dans le contact. Cette évolution de la dégradation se traduit par une augmentation de la résistance électrique de contact atteignant une valeur de 3,81mΩ. Il est aussi possible de constater la présence de débris de plus en plus fins qui sont rapidement éjectés du contact, ce qui a pour conséquence d'éliminer les débris d'argent présents dans le contact. Enfin, l'élimination de l'argent et la formation continue d'oxydes entrainent des difficultés pour maintenir la conduction dans le contact. La couche d'oxydes est si importante qu'il n'y

a plus assez de particules conductrices, ce qui entraine la rupture électrique de contact (ΔR=6,29 mΩ >ΔRc) à Nc=26 070 cycles).

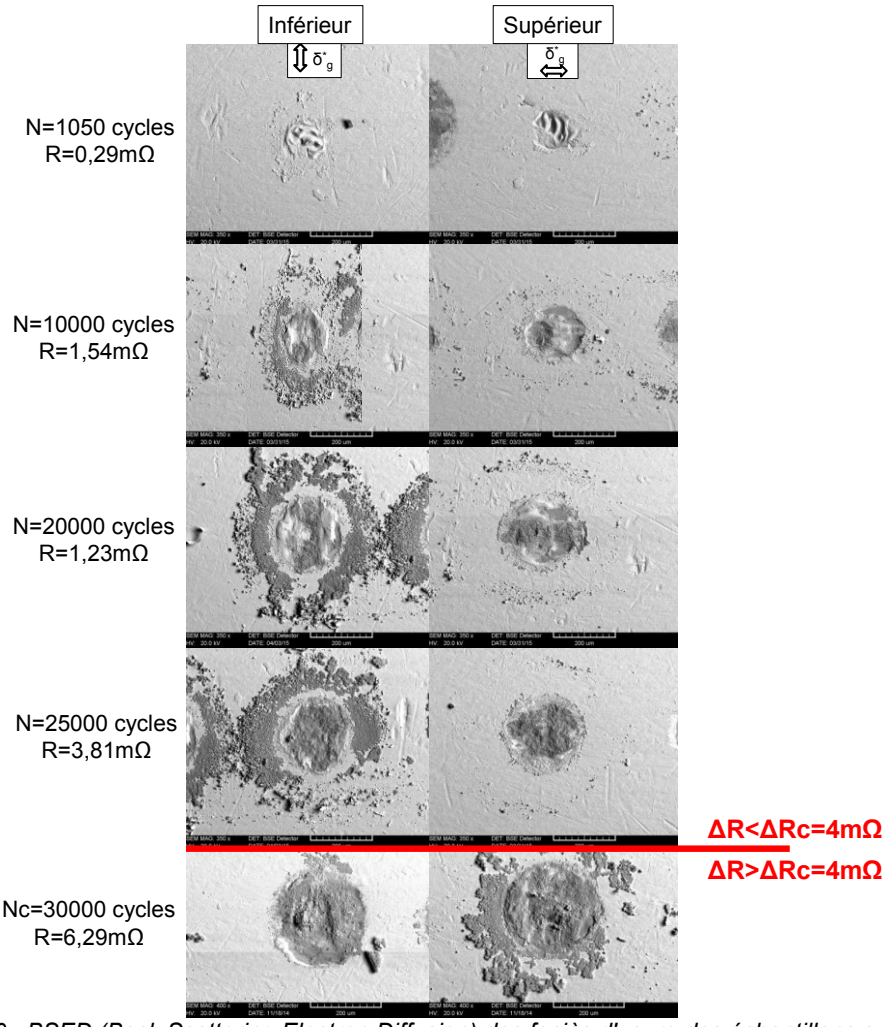


Figure 4.40 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AgCrN/AgCrN, e_{AgCrN}=2µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Pour confirmer ce processus de dégradation, des analyses EDX ont été réalisées sur les mêmes traces de fretting avec un diamètre d'analyse d=0,2x$Ø_f$. Une moyenne des concentrations a ensuite été réalisée puisque les expertises ont été menées sur les échantillons supérieurs et inférieurs. Les résultats (Figure 4.41 et Figure 4.42) montrent bien une diminution non négligeable de l'argent dans le contact. Cependant à la rupture électrique, celle-ci est de 10at%. La quantité de chrome présente aussi une diminution au cours des cycles (2at%). En parallèle, la concentration d'oxygène augmente fortement au cours des cycles de fretting jusqu'à atteindre des valeurs au-dessus de 45at%. La concentration en nickel augmente au cours des premiers cycles et semble de stabiliser. En revanche, la concentration en zinc et surtout en cuivre ne cesse d'augmenter jusqu'à atteindre une valeur de 8at% et 20at% au moment de la rupture électrique.

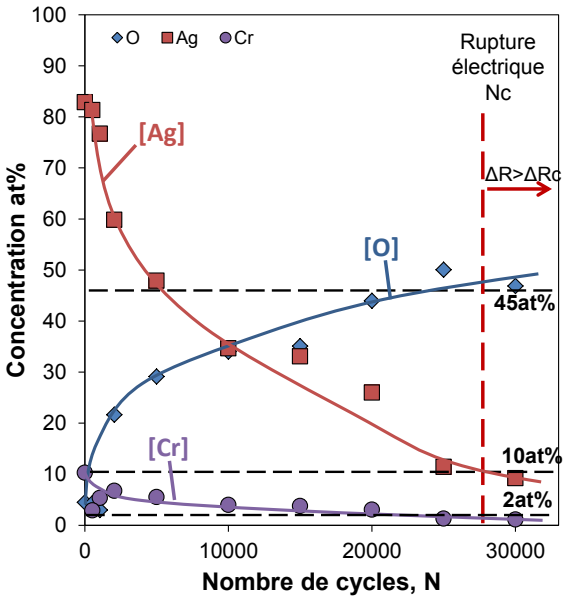


Figure 4.41 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ag, O et Cr mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgCrN/AgCrN, e_{AgCrN}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

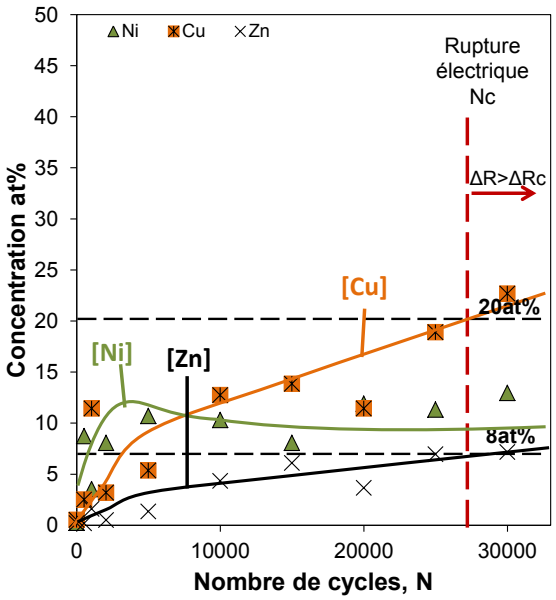


Figure 4.42 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ni, Cu et Zn mesurées au centre des traces d'usure (d=0.2x$Ø_f$) en fonction des cycles de fretting appliqués (AgCrN/AgCrN, e_{AgCrN}=2µm, δ^*_g=±9µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

L'évolution des concentrations en oxygène, en nickel, en zinc et en cuivre confirme donc que la rupture électrique d'un contact homogène AgCrN/AgCrN est liée à la formation d'une couche d'oxydes homogène dans le contact tout comme pour le cas d'un contact argent Ag/Ag [185].

$$[O]_{d=0.2Øf} > [O]_{th} \approx 45at\% \quad (4\text{-}21)$$

En revanche, pour le contact AgCrN/AgCrN, la rupture électrique est associée à une concentration seuil d'argent de 10at%, soit deux fois supérieure au critère $[Ag]_{th}$=5at% couramment utilisé pour caractériser la rupture électrique des dépôts nobles. Ainsi, compte tenu de cette concentration et des travaux antérieurs [185], [12], il semble que le critère $[Ag]_{th}$=5at% n'est pas aussi stable que le critère en concentration d'oxygène $[O]_{th}$=45at%. Pour interpréter cette différence, il est intéressant de comparer la résistivité des composés argent. En effet, il a été montré que le matériau AgCrN a une résistivité électrique de ρ=9,35µΩ.cm soit 5,5 fois plus grande que l'argent pur (1,65 µΩ.cm) ou pour une concentration molaire en argent trois fois plus faible. Ainsi, il est possible de supposer que si une partie de l'argent présent dans l'interface est sous la forme AgCrN, le ratio résistivité/concentration molaire d'argent induira un seuil critique en [Ag] plus élevé. En appliquant une simple « règle de trois », il est possible de définir un coefficient tel que :

$$k = \frac{\rho_{AgCrN}}{[Ag]_{AgCrN}} \approx \frac{5,5}{3} \approx 1,8 \quad (4\text{-}22)$$

A partir de cette relation, un seuil peut être déduit, tel que $[Ag]_{th,AgCrN}$=k.$[Ag]_{pur}$ ≈9,2%. Cette valeur est très proche de la mesure EDX obtenue. Cette démarche qui tient compte de la résistivité des composés argent apparait pertinente et demande à être extrapolée pour d'autres contacts.

Afin de mieux caractériser les éléments présents dans le contact, des analyses Raman ont été réalisées. La Figure 4.43 trace donc des spectres Raman caractérisant le dépôt et une trace d'usure obtenue à la rupture électrique du contact (Nc=26 070 cycles).

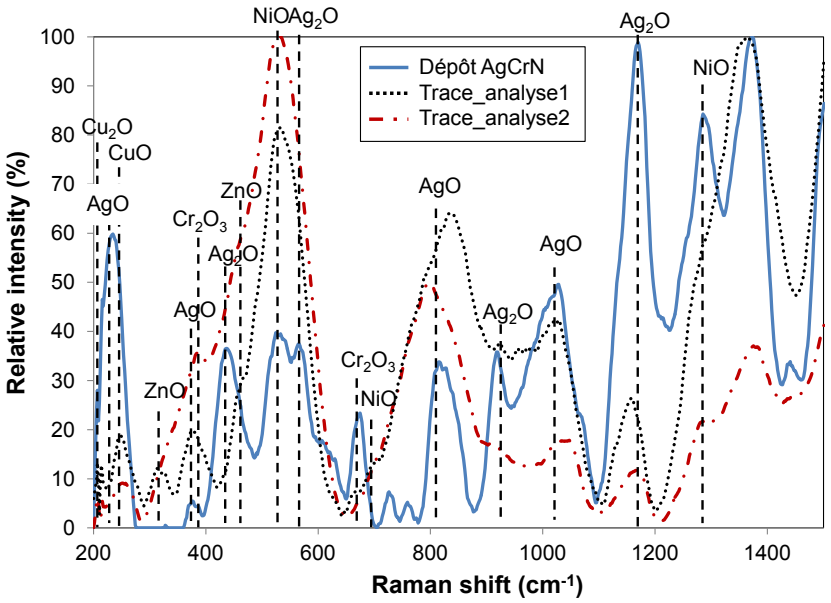


Figure 4.43 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AgCrN/AgCrN et d'une trace d'usure à la rupture électrique (Nc=26 070 cycles, e_{AgCrN}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^*_g=±9µm).

En observant le spectre du matériau AgCrN (en bleu), il est possible d'observer la présence de quelques oxydes d'argent (AgO, Ag_2O), mais aussi d'un peu d'oxydes de chrome (Cr_2O_3). En revanche, il n'est pas possible d'identifier de pics caractéristiques du composite AgCrN. Cependant, l'analyse des spectres de la trace d'usure révèle des pics faisant référence aux oxydes de nickel, de cuivre et de zinc, ce qui confirme une usure abrasive dans le contact. Les pics d'oxydes d'argent et de chrome sont quant à eux plus importants, dus à l'oxydation des débris de la couche supérieure. Ces analyses confirment donc la forte concentration en oxydes dans le contact au moment de la rupture électrique. Cependant, l'hypothèse concernant la présence d'une quantité importante d'AgCrN au moment de la rupture électrique ne peut être vérifiée par cette méthode.

4.3.3. Comportement en usure des contacts électriques

Les expertises réalisées précédemment ont permis de mieux comprendre les mécanismes entrainant la dégradation du contact et donc la détérioration de la résistance électrique de contact au point d'atteindre des valeurs critiques de fonctionnement. Les analyses ont donc mis en évidence l'existence de processus d'oxydation mais aussi d'usure des dépôts voire de « Cold-Welding ». L'objectif de cette partie est de formaliser l'évolution de l'endurance de la résistance électrique à partir d'une description de la cinétique de l'usure physique des dépôts.

4.3.3.1. Détermination de la cinétique d'usure des contacts

Des profils 3D ont été réalisés sur les faciès d'usure des différents essais interrompus. Ils vont permettre de suivre l'évolution des différents volumes ($V_{(-)}$ et $V_{(+)}$) pouvant être observés dans les interfaces. A partir de ces valeurs, et comme cela a été présenté dans le paragraphe 2.4.4.3, il sera possible de déterminer le volume usé (V) pour chaque trace d'usure tel que :

$$V = V_s + V_i$$
$$\text{Avec } V_s \text{ ou } V_i = V_{(-)} - V_{(+)} \qquad (4\text{-}23)$$

En traçant l'évolution du volume usé total (V) des différents contacts homogènes (AgaC/AgaC, AgSn/AgSn, AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi) en fonction des cycles de fretting, il est possible de

constater que la cinétique d'usure des contacts est linéaire et cela jusqu'à la rupture électrique (Figure 4.44). Cette évolution linéaire permet donc de déterminer un coefficient d'usure K_N (μm^3/cycle) tel que :

$$V = K_N \times N \tag{4-24}$$

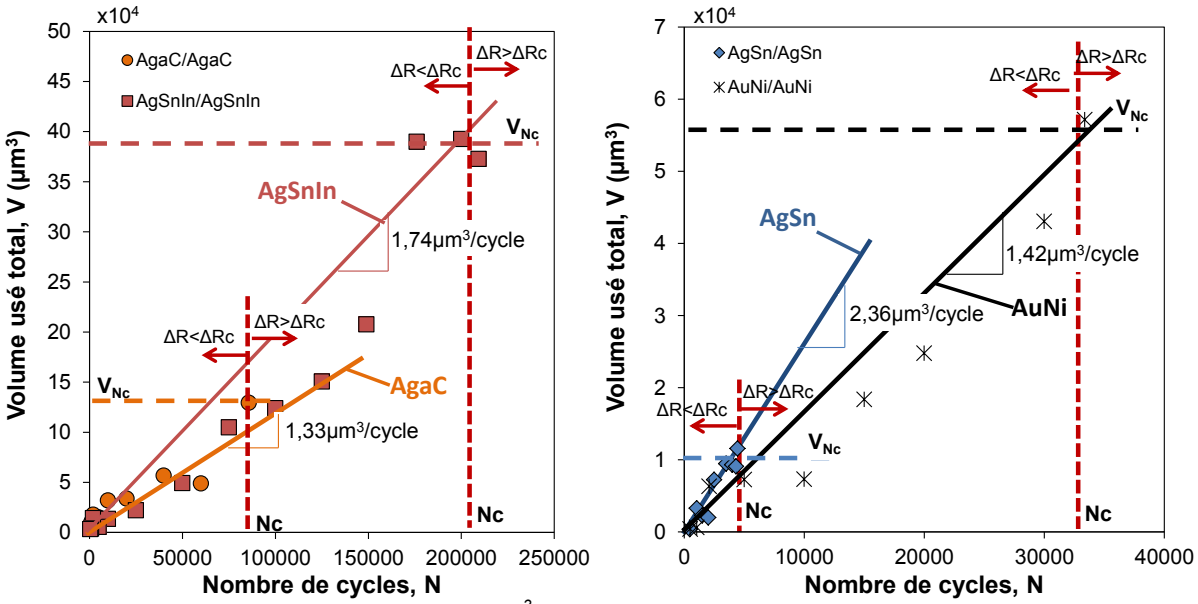


Figure 4.44 : Evolution du volume usé total (μm^3) en fonction des cycles de fretting (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) pour les contacts AgaC/AgaC, AgSnIn/AgSnIn, AgSn/AgSn et AuNi/AuNi (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC} =2µm et e_{AuNi}=1,3µm).

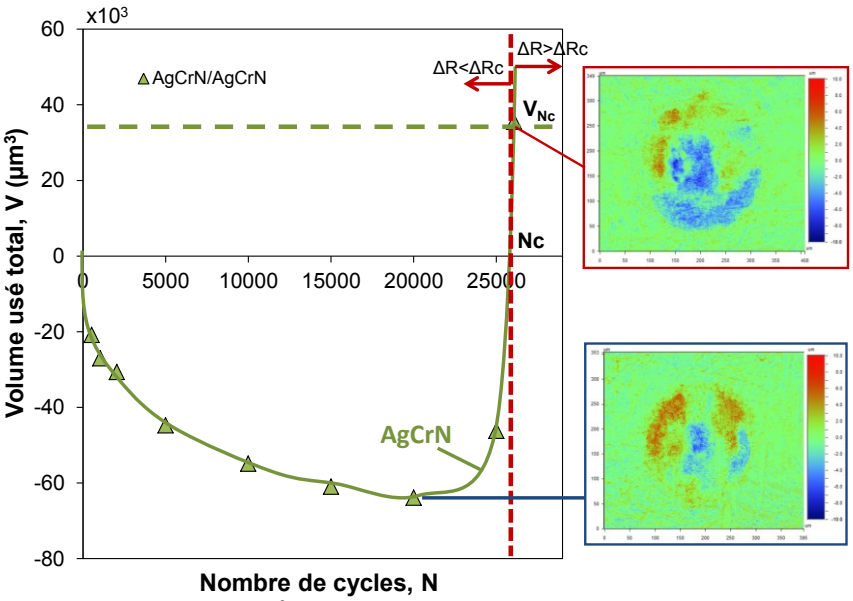


Figure 4.45 : Evolution du volume usé (μm^3) en fonction des cycles de fretting (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) pour le contact AgCrN/AgCrN (e_{AgCrN}=2µm).

En revanche, en ce qui concerne le contact AgCrN/AgCrN (Figure 4.45), l'évolution du volume usé (V) ne permet pas de déterminer un coefficient d'usure. En effet, comme cela a pu être observé lors des analyses chimiques, le contact est constitué d'un 3ème corps compact composé par de nombreuses particules, aussi bien des oxydes que des débris d'argent et de CrN. Cela se traduit par un volume positif ($V_{(+)}$) supérieur au volume négatif ($V_{(-)}$). La présence d'argent permet donc de maintenir une résistance électrique inférieure à la valeur seuil (ΔR<ΔRc). Au cours des cycles de fretting, les débris restent piégés dans le contact entrainant une augmentation du 3ème corps compact.

Même si les observations visuelles ont confirmé une usure abrasive, il est possible de supposer que le 3ème corps piégé dans le contact présente un comportement cohésif qui rend difficile son éjection de l'interface. Cependant, ce 3ème corps est aussi soumis à des déformations et des cisaillements qui progressivement vont augmenter jusqu'à entrainer une rupture. Cela se traduit par une éjection subite du corps compact et d'une élimination rapide des éléments conducteurs de l'interface. La perte soudaine de métaux conducteurs et la présence d'oxydes entrainent donc une augmentation de la résistance électrique de contact jusqu'à la rupture électrique (ΔR>ΔRc).

L'analyse de la cinétique à partir du nombre de cycles n'est pas pertinente car elle ne prend pas en compte le chargement imposé au contact. Il est alors possible de formaliser cette dernière à partir du travail d'Archard qui est le produit du déplacement total parcouru et de la charge appliquée. Etant proportionnel au nombre de cycles de fretting appliqué, il est donc possible de le relier linéairement (Figure 4.46) au volume usé total (V) en considérant K (μm³/(N.m)) comme le coefficient d'usure tel que :

$$V = K \times \sum W \tag{4-25}$$

$$\text{Avec } \sum W = 4.\delta_g^*.N.P \tag{4-26}$$

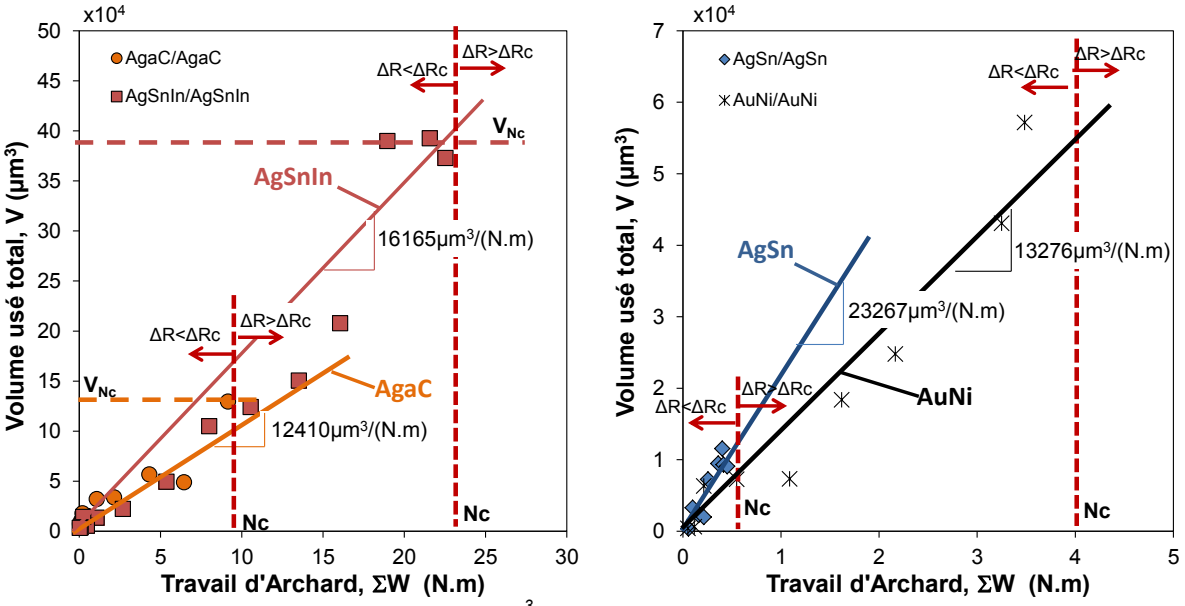


Figure 4.46 : Evolution du volume usé total (μm³) en fonction du travail d'Archard ΣW (N.m) pour les contacts AgaC/AgaC, AgSnIn/AgSnIn, AgSn/AgSn et AuNi/AuNi (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgaC} =2μm et e_{AuNi}=1,3μm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9μm).

Dans tous les cas, l'étude des cinétiques d'usure des différents couples permet également de définir des volumes usés seuils (V_{Nc}) caractérisant la dégradation du contact à la rupture électrique (Nc). L'ensemble des données déterminées sont résumées dans le Tableau 4.6.

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (μm)	1,3	2	2	2	2	2
Dureté (HV)	233	179	430	225	217	124
Conductivité (μS.cm⁻¹)	0,26	0,45	0,11	0,14	0,27	0,61
Nc (cycles)	33 380	87 500	26 070	4 434	209 300	100 000
V_{Nc} (μm³)	57 200	129 500	35 500	11 550	373 000	226 000
K_N (μm³/cycle)	1,42	1,33	/	2,36	1,74	2,49
K (μm³/(N.m))	13 276	12 410	/	23 267	16 165	23 128

Tableau 4.6: Tableau récapitulatif de l'ensemble des variables obtenues lors de l'étude de la cinétique d'usure des contacts.

Compte tenu de l'ensemble des variables déterminées, il est possible de faire une synthèse de l'ensemble des résultats obtenus et d'en extraire des tendances. Pour réaliser une étude complète, les données déterminées au cours du chapitre 3 sur le contact homogène Ag/Ag seront aussi considérées et intégrées dans le Tableau 4.6 afin de caractériser la dégradation de l'interface en fonction de sa composition. Une première analyse consiste à comparer l'évolution des cinétiques d'usure K obtenues en fonction de la dureté des dépôts étudiés.

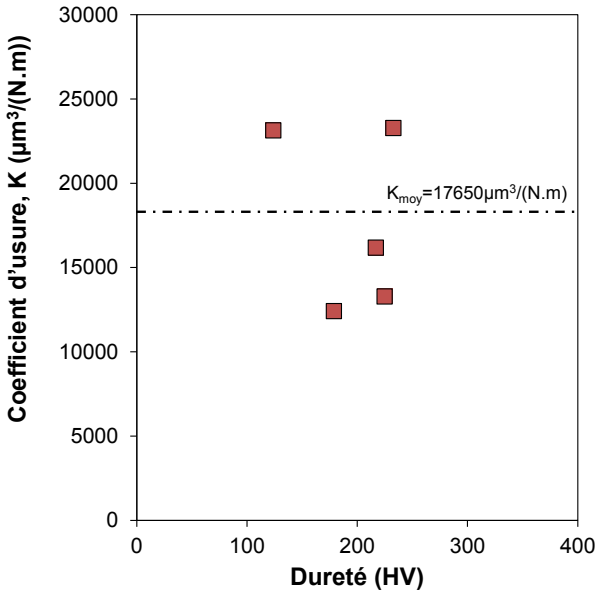


Figure 4.47 : Evolution des cinétiques d'usure (K) en fonction de la dureté des dépôts déterminée par nanoindentation avec une charge de 2mN.

La Figure 4.47 ne permet pas d'identifier de tendance particulière, ce qui suggère que, contrairement à ce qui est usuellement admis [222]–[224], la cinétique d'usure reste peu influencée par la dureté du dépôt. Il est à noter que l'épaisseur du dépôt étudié est très fine (2µm) et que son « effet dureté » est relativement peu marqué compte tenu de la dimension du contact. Il est aussi possible de déduire que la composition des différents dépôts argent étudiés influence peu la cinétique d'usure. En effet, toutes les cinétiques d'usure trouvées sont entre 12 400 et 23 200µm^3/(N.m), soit un facteur inférieur à 1,9. En revanche, la comparaison entre les durées de vie obtenues donne lieu à un facteur de 47 entre le Nc le plus élevé (AgSnIn) et le Nc le plus faible (AgSn). Ainsi, il est possible de déduire que l'écart des durées de vie ne peut être lié à la seule variation de la cinétique d'usure. La Figure 4.48 qui trace l'évolution du volume d'usure seuil V_{Nc} expertisé à la rupture électrique en fonction du nombre de cycles (Nc) confirme ce point. Tous ces couples ont été étudiés pour une même condition de chargement P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm et présentent une même épaisseur de dépôt (2µm) sauf pour le matériau AuNi (1,3µm). Il est alors possible d'observer une évolution linéaire telle que :

$$V_{Nc} = K_{Nc} \times Nc \tag{4-27}$$

avec K_{Nc}=1,82 µm^3/cycles.

Il est donc possible d'en déduire que pour ces différents couples (base argent et référence AuNi), l'endurance est proportionnelle au volume d'usure qu'il est nécessaire de générer pour totalement éliminer les matériaux conducteurs de l'interface et/ou former un lit de débris oxydés isolant $[O]_{th}$=45at%.

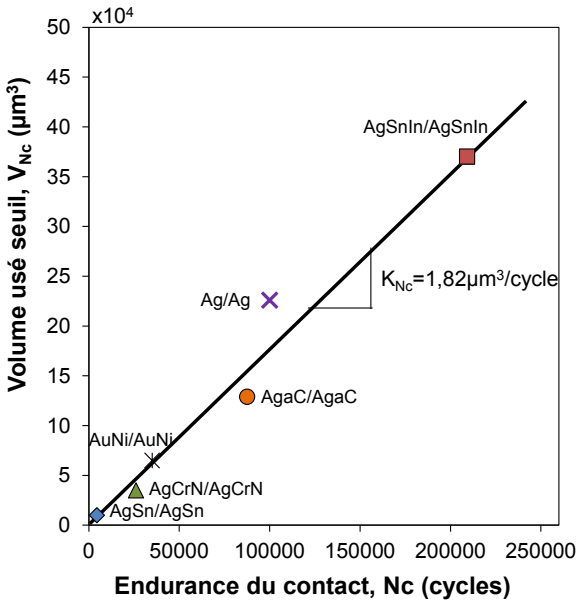


Figure 4.48 : Evolution du volume usé seuil (V_{Nc}) en fonction de l'endurance (Nc) des contacts (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgCrN}=e_{AgaC}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Ce résultat est surprenant car dans la mesure où la même épaisseur de dépôt est étudiée et une même condition de chargement est imposée, il serait logique d'obtenir un volume d'usure équivalent pour tous les dépôts. Cela suggère donc que si la composition du dépôt influence peu la cinétique d'usure, elle affecte en revanche fortement la conduction électrique de l'interface et plus particulièrement le 3ème corps qui résulte de la dégradation des surfaces. Une façon d'illustrer ce point consiste à tracer l'évolution du volume d'usure seuil V_{Nc} en fonction de la conductivité électrique et parallèlement de tracer l'évolution de Nc en fonction de la conductivité du dépôt (Figure 4.49).

Excepté pour le contact AgSnIn/AgSnIn, il est possible de remarquer que le volume d'usure seuil (V_{Nc}) peut être exprimé comme une fonction linéaire de la conductivité électrique du dépôt, soit :

$$V_{Nc} = C_{V_{Nc}} \times (\sigma - \sigma_{V_{Nc},0}) \tag{4-28}$$

avec $C_{V_{Nc}}$ =39,49.10^4 µm^3/(µS.cm^{-1}) et $\sigma_{V_{Nc},0}$ =0,083µS.cm^{-1}.

De la même façon, il est possible d'extraire une évolution linéaire de l'endurance en fonction de la conductivité électrique, soit :

$$Nc = C_{Nc} \times (\sigma - \sigma_{Nc,0}) \tag{4-29}$$

avec C_{Nc} =18,61.10^4 cycle/(µS.cm^{-1}) et $\sigma_{Nc,0}$ =0,043µS.cm^{-1}.

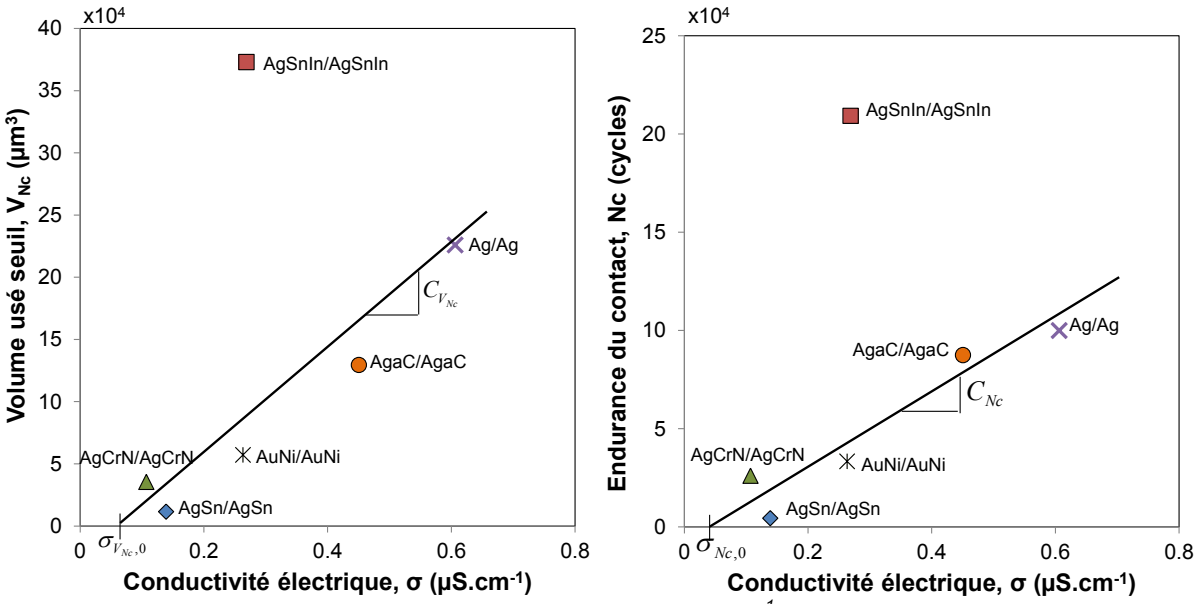


Figure 4.49 : Etude de l'influence de la conductivité électrique σ (µS.cm^{-1}) des matériaux constituant les contacts sur le volume usé seuil V_{Nc} (µm^3) et sur l'endurance du contact Nc (cycles) (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgCrN} =e_{AgaC} =2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Les offsets $\sigma_{V_{Nc},0}$ et $\sigma_{Nc,0}$ peuvent être associés aux conductivités limites telles que dès la mise en contact, c'est-à-dire avant tout endommagement de la couche, la résistivité du contact soit supérieure au seuil ΔRc=4mΩ associé à la rupture électrique du contact. Pour expliquer ce comportement, une hypothèse serait que plus les composants du dépôt dit noble sont conducteurs, plus il sera nécessaire de réduire leur concentration dans le 3ème corps pour satisfaire la condition de rupture électrique. Cela implique que plus la conductivité électrique de ces composants sera bonne, plus le volume d'usure requis pour atteindre la rupture électrique sera importante comme le suggère l'équation (4-28). Dans la mesure où les cinétiques d'usure des dépôts sont assez proches, il est possible de déduire un comportement équivalent de l'endurance (Nc) vis-à-vis de la conductivité électrique (σ) (Figure 4.49, équation (4-29)). Plus la conductivité du dépôt est élevée, plus le nombre de cycles requis pour atteindre le volume d'usure seuil (V_{Nc}) sera important.

Le comportement particulier du contact AgSnIn/AgSnIn peut s'expliquer par le comportement particulier des oxydes formés ITO qui étant conducteurs modifient la dépendance du volume d'usure requis et donc de l'endurance (Nc) vis-à-vis de la conductivité du dépôt noble. Le couple AgSnIn/AgSnIn génère donc à la fois des oxydes isolants et conducteurs (ITO). Le contact est alors constitué par de nombreux éléments conducteurs, d'où la nécessité d'user plus le contact pour former la couche d'oxydes isolante entrainant la rupture électrique malgré le fait que sa résistivité initiale est relativement faible (3,72µΩ.cm).

➢ **Synthèse**

Les conclusions de ces travaux sont très importantes car elles tendent à corréler l'endurance électrique aux propriétés conductrices des dépôts. Elles suggèrent que si l'endommagement du contact électrique est lié à l'usure du contact, les critères seuils de rupture électrique V_{Nc} et Nc dépendent fortement de la conductivité électrique du dépôt noble appliqué. Une question qui reste en suspens concerne le seuil de la concentration en élément argent qui a été mis en évidence pour les différents dépôts étudiés. Ce point semble contradictoire avec l'hypothèse expliquant l'effet de la conductivité électrique vis-à-vis de V_{Nc} et Nc. Cependant, il convient de noter que la concentration en élément argent au niveau de la rupture électrique est très faible, ce qui peut induire une dispersion sur l'identification du seuil $[Ag]_{th}$. Enfin, il convient de considérer aussi la présence des autres métaux Sn et Cr, pour les différents alliages et composites étudiés dans l'analyse et donc d'établir une approche

composite $[M]_{th}= \alpha.[Ag]_{th} + \beta[Sn]_{th} + \gamma[Ni]_{th} +\dots$ permettant de mieux corréler la rupture électrique à une composition chimique particulière de l'interface. L'identification d'une telle loi demanderait des recherches plus approfondies. Cet aspect pourra être étudié ultérieurement.

4.3.3.2. Lois d'usure pertinentes des dépôts étudiés

L'analyse précédente montre que pour une même condition de chargement, le volume d'usure associé à la rupture électrique (V_{Nc}) dépend de la résistivité électrique du dépôt sollicité. D'autre part, le chapitre 3 (§3.3) montre que pour un même dépôt, le volume d'usure associé au seuil électrique (V_{Nc}) dépendra aussi des conditions de chargement (P, δ). De fait, la durée de vie dépendra du volume de matériau mobilisé sous l'interface. En fait, comme il a été démontré (§3.3), il convient d'appliquer une approche locale cherchant à prédire la profondeur d'usure à partir d'un concept de densité d'énergie. Cependant, indépendamment du volet durée de vie électrique, il est intéressant de formaliser la cinétique d'usure des dépôts étudiés. Pour cela, l'évolution des volumes d'usure associés aux seuils électriques sera étudiée en fonction de différentes approches (Archard et approches énergétiques). Cette analyse intègrera aussi le volet tribologique et en particulier le phénomène de Cold-Welding. Pour formaliser ces approches, une étude a été réalisée en considérant tous les essais arrêtés à la rupture électrique, c'est-à-dire à Nc. Ces essais ont été réalisés pour un très large spectre d'amplitudes de glissement ($\pm 2\mu m < \delta^*_g < \pm 16\mu m$) et pour un très large spectre de forces normales ($1N \leq P \leq 6N$). Les autres conditions (HR=10%, f=30Hz et T=25°C) sont quant à elles maintenues constantes.

4.3.3.2.1. Approche d'Archard

Une première approche pour formaliser la cinétique d'usure consiste à corréler l'extension de l'usure en fonction du facteur d'Archard (ΣW). Pour cela, les volumes usés déterminés aux ruptures électriques (V_{Nc}) ont été tracés en fonction du travail d'Archard (ΣW) pour l'ensemble des conditions d'essais pour les quatre nouveaux dépôts.

L'analyse des contacts (Figure 4.50) montre qu'il est possible de quantifier l'usure par une loi linéaire, soit :

$$V_{Nc} = K \times \sum W \tag{4-30}$$

A partir des résultats obtenus, il a été possible de déterminer le coefficient de corrélation (R^2) ainsi que l'écart-type. Cette démarche a ensuite été appliquée sur les contacts homogènes de référence. Les coefficients obtenus sont récapitulés dans le Tableau 4.7.

	AuNi/ AuNi	**AgaC/ AgaC**	**AgCrN/ AgCrN**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**	**Ag/ Ag**
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
K ($\mu m^3/(N.m)$)	20 795	6456	15 234	30 084	20 510	10 945
R^2_K	0,33	0,34	0,68	0,72	0,34	0,32
σ_K (μm^3)	29 565 35,15%	24 685 19,07%	12 311 6,10%	7 495 14,76%	231 092 34,71%	79 793 20,37%

Tableau 4.7: Tableau synthèse des coefficients d'usure (K), des coefficients de corrélation (R^2_K) et des écarts-types obtenus (σ_K) pour les différents couples homogènes lors de l'étude de l'évolution du volume usé seuil (V_{Nc}) en fonction du travail d'Archard (ΣW).

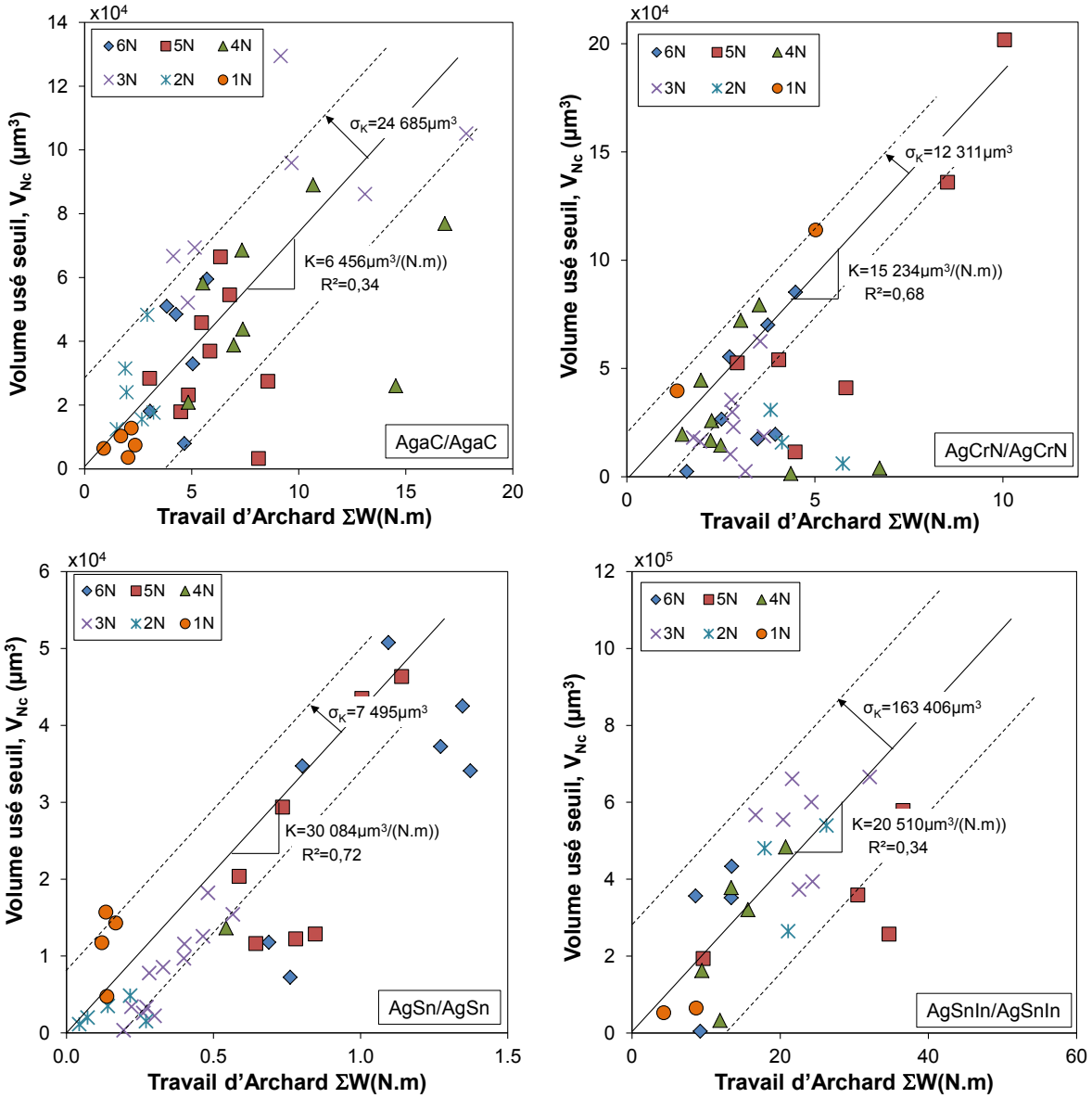


Figure 4.50 : Evolution du volume usé seuil (V_{Nc}) en fonction du travail d'Archard (ΣW) pour les couples homogènes de dépôts innovants soumis à des sollicitations de fretting ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}=2\mu m$, $\pm 2\mu m<\delta^*_g<\pm 16\mu m$, $1N\leq P\leq 6N$, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

Les résultats montrent donc que pour les contacts AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi, il y a une forte dispersion entre les points expérimentaux et la loi théorique. Cette dispersion est aussi importante pour les contacts AgaC/AgaC et Ag/Ag et faible pour les contacts AgSn/AgSn et AgCrN/AgCrN. En comparant l'ensemble des coefficients obtenus, il est possible de constater que les contacts présentant une forte adhésion sont ceux dont la dispersion est la plus élevée. En effet, l'utilisation du travail d'Archard pour caractériser l'usure d'un contact présente certaines limites. La première limite est que l'approche d'Archard ne tient pas compte du coefficient de frottement qui caractérise la réponse tribologique d'un contact. Une autre limite concerne les contacts adhérents qui tendent à générer une force normale adhésive. Ainsi, la force normale effective imposée dans l'interface est différente de la force normale théorique :

$$P_{eff} = P + P_{adh} \tag{4-31}$$

Cette influence de l'adhésion peut modifier le travail d'Archard effectivement activé dans l'interface.

4.3.3.2.2. Approche énergétique

De façon à tenir compte des coefficients de frottement, une approche alternative consiste à comparer l'évolution de l'usure en fonction de l'énergie de frottement dissipée dans l'interface (ΣE_d) (Figure 4.51).

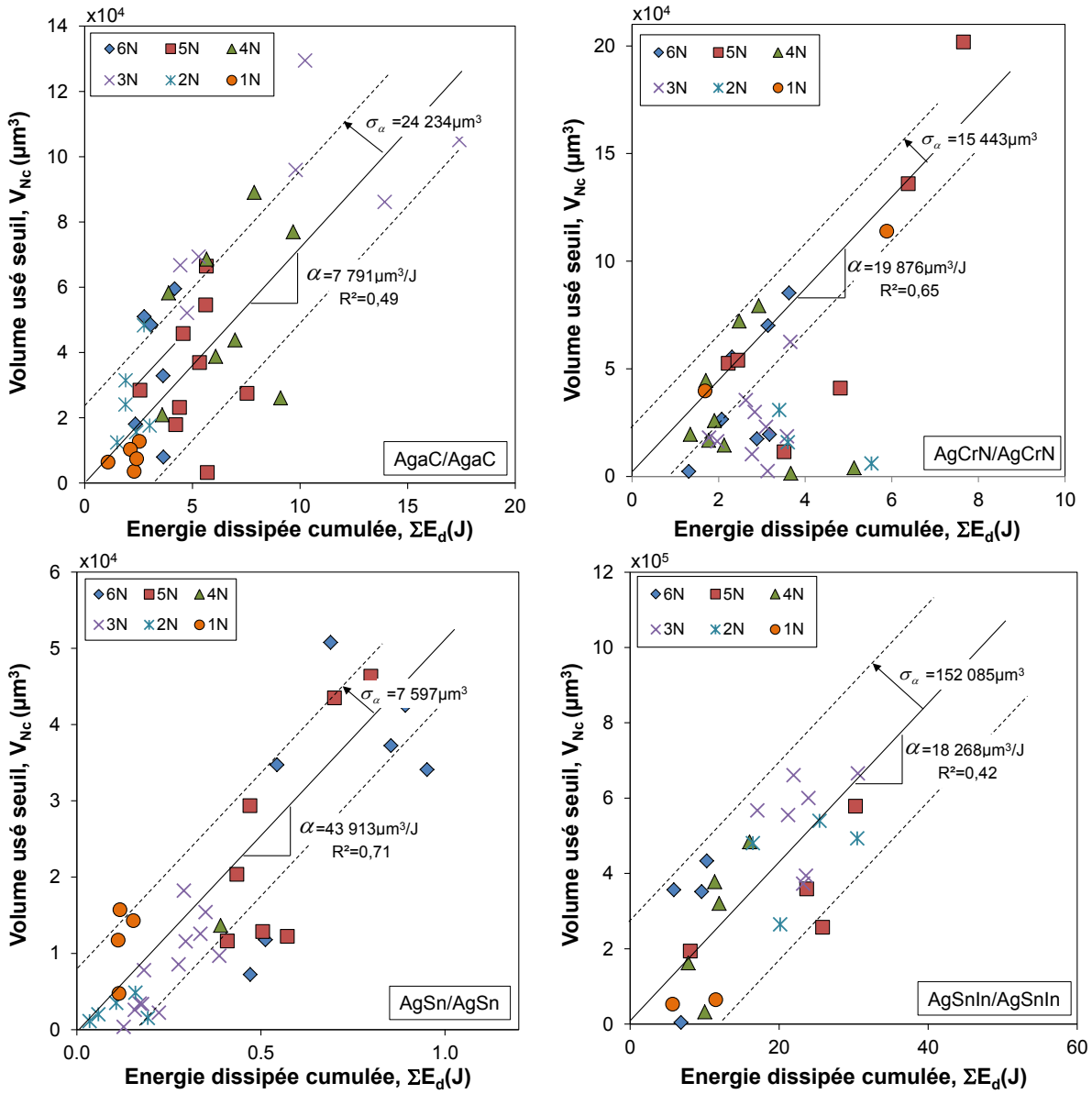


Figure 4.51 : Evolution du volume usé seuil obtenu à la rupture électrique (V_{Nc}) en fonction de l'énergie dissipée cumulée (ΣE_d) pour les couples homogènes de dépôts innovants soumis à des sollicitations de fretting ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}$=2µm, ±2µm<$\delta^*_g$<±16µm, 1N≤P≤6N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

Comme précédemment, cette approche a été appliquée pour les quatre nouveaux dépôts. De la même manière, une évolution linéaire est observable permettant également de déterminer le coefficient de corrélation (R^2) ainsi que l'écart-type pour ces contacts mais également pour les contacts homogènes de référence (Tableau 4.8), soit :

$$V_{Nc} = \alpha \times \sum E_d \qquad (4\text{-}32)$$

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
α (µm³/J)	21 072	7 791	19 876	43 913	18 268	9 055
$R^2\alpha$	0,26	0,49	0,65	0,71	0,42	0 ,35
σ_α (µm³)	33 277 39,56%	24 234 18,72%	15 443 7,66%	7 597 14,96%	215 081 32,20%	77 878 19,88%

Tableau 4.8: Tableau synthèse des coefficients d'usure (α), des coefficients de corrélation (R^2_α) et des écarts-types obtenus (σ_α) pour les différents couples homogènes lors de l'étude de l'évolution du volume usé seuil (V_{Nc}) en fonction de l'énergie dissipée cumulée (ΣE_d).

Les résultats montrent encore une fois une forte dispersion pour les contacts AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi et une dispersion moyenne pour les contacts AgaC/AgaC et Ag/Ag. En ce qui concerne les contacts AgSn/AgSn et AgCrN/AgCrN, la dispersion reste faible. Compte tenu que les différents contacts ont des coefficients de frottement du même ordre, l'utilisation de l'approche énergétique ne permet pas d'améliorer de façon notable la quantification de l'usure. Puisque l'introduction du coefficient de frottement ne permet pas de réduire les dispersions élevées, il est possible de conclure que les processus d'adhésion perturbent effectivement la quantification de l'usure de certaines interfaces.

4.3.3.2.3. Approche « sliding reduced »

Pour les contacts présentant une forte adhérence des travaux antérieurs montrent que le rendement énergétique de l'usure dépend de l'amplitude de glissement [53], [54]. L'extension de l'usure peut donc être exprimée en fonction d'une énergie dite « sliding reduced friction energy » :

$$\sum E_{d_s} = \sum_{i=1}^{N} \frac{\delta_g^*(i)}{\delta_{g_{ref}}^*} . E_d(i) \tag{4-33}$$

En tenant compte de cette nouvelle définition de l'énergie dissipée, les volumes usés seuils (V_{Nc}) ont été tracés. La Figure 4.52 trace l'évolution obtenue pour les contacts constitués des quatre nouveaux matériaux. Il est possible de constater que les points expérimentaux suivent encore une fois une évolution linéaire mais avec une dispersion moins importante :

$$V_{Nc} = \alpha_s \times \sum E_{d_s} \tag{4-34}$$

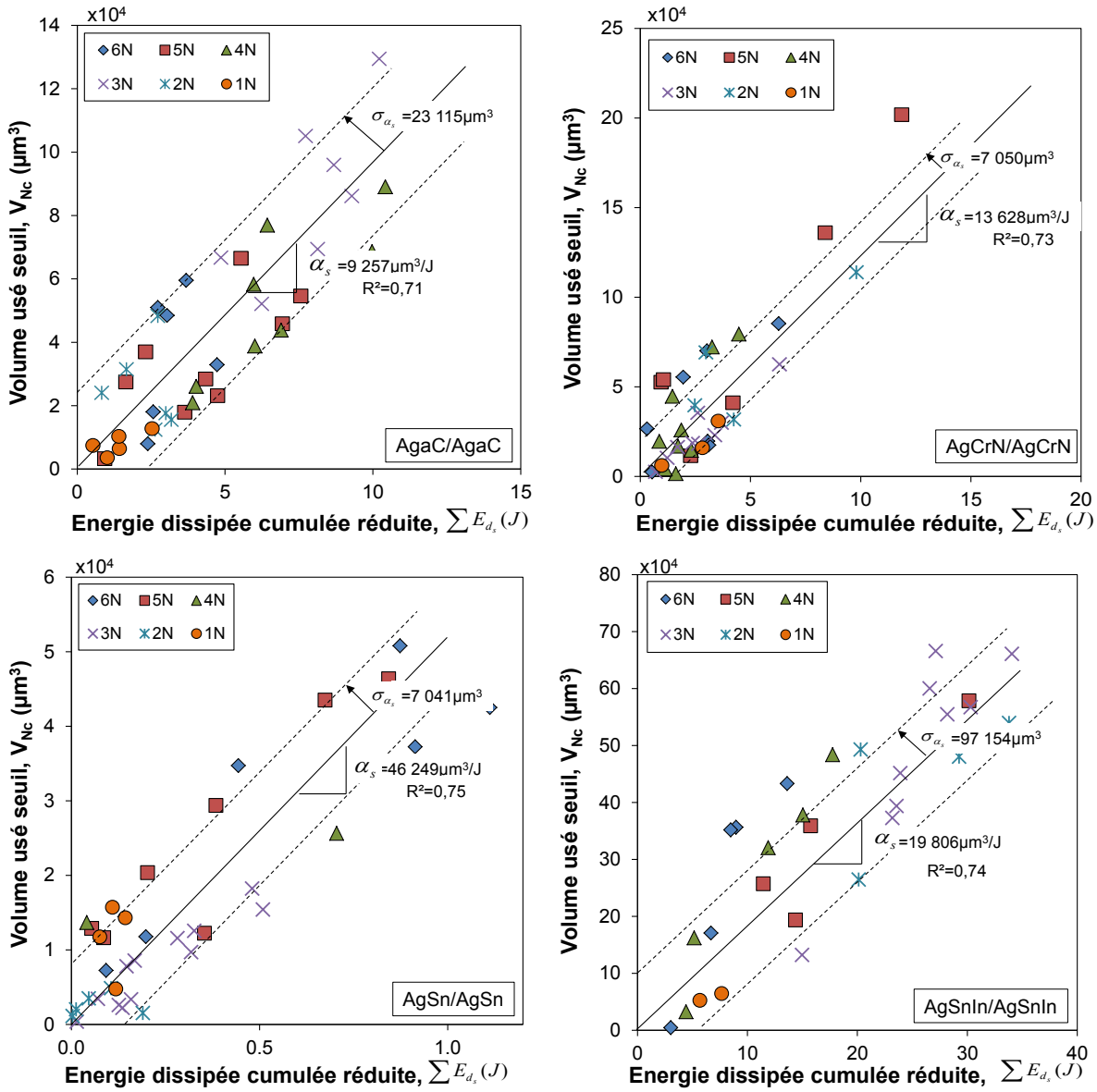


Figure 4.52 : Evolution du volume usé seuil obtenu à la rupture électrique (V_{Nc}) en fonction de l'énergie dissipée cumulée réduite (ΣE_{ds}) pour les couples homogènes de dépôts innovants soumis à des sollicitations de fretting ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}$=2µm, ±2µm<$\delta^*_g$<±16µm, 1N≤P≤6N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

La même démarche a alors été appliquée pour les contacts homogènes de référence permettant de déterminer le coefficient de corrélation (R^2) ainsi que l'écart-type. Les coefficients déterminés sont récapitulés dans le Tableau 4.9.

	AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn	Ag/ Ag
e (µm)	1,3	2	2	2	2	2
α_s (µm³/J)	15 490	9 257	13 628	46 249	19 806	11 374
$R^2\alpha_s$	0,70	0,71	0,73	0,75	0,74	0,78
$\sigma\alpha_s$ (µm³)	13 334 15,85%	23 115 17,86%	7 050 3,49%	7 041 13,86%	97 154 14,59%	45 470 11,61%

Tableau 4.9: Tableau synthèse des coefficients d'usure (α_s), des coefficients de corrélation ($R^2_{\alpha s}$) et des écarts-types obtenus ($\sigma_{\alpha s}$) pour les différents couples homogènes lors de l'étude de l'évolution du volume usé seuil (V_{Nc}) en fonction de l'énergie dissipée cumulée réduite (ΣE_{ds}).

L'analyse des données a montré une bonne corrélation entre les lois linéaires théoriques et les points expérimentaux (R^2>0.70). Elle montre également que la dispersion est beaucoup moins importante (en moyenne 13%) et du même ordre de grandeur pour l'ensemble des contacts. Cette analyse confirme donc la stabilité de cette approche pour le cas des contacts adhérents.

4.3.3.2.4. Synthèse

La précédente étude a permis de formaliser la cinétique d'usure des contacts homogènes en considérant trois approches différentes. Afin de réaliser une étude complète, la dégradation des contacts a été analysée selon un large spectre d'amplitudes (±2µm<δ^*_g<±16µm) et de forces normales (1N≤P≤6N). Il a donc été possible de déterminer des lois linéaires théoriques pour les différents contacts. A partir d'étude statistique (écart-type), il a été possible de déterminer la stabilité de ces approches.

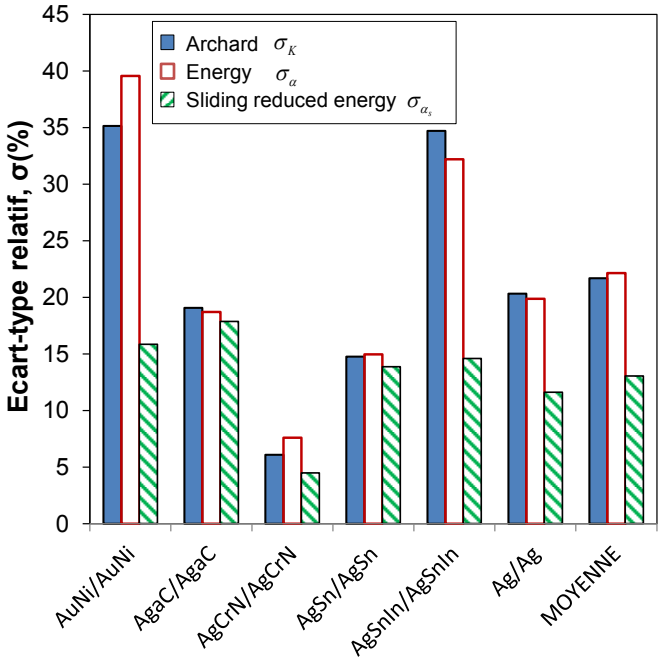


Figure 4.53 : Comparaison des écart-types relatifs (σ) obtenus à partir des trois approches réalisées sur les différents couples homogènes (AgaC/AgaC, AgCrN/AgCrN, AgSn/AgSn, AgSnIn/AgSnIn, AuNi/AuNi et Ag/Ag) soumis à des sollicitations de fretting (e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, ±2µm<δ^*_g<±16µm, 1N≤P≤6N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

La Figure 4.53 permet donc de comparer la stabilité de ces approches en fonction des contacts étudiés. Cette comparaison permet de conclure que l'approche « sliding reduced energy » (ΣE^*_{ds}) est celle présentant la meilleure stabilité car elle tient compte du comportement adhésif des matériaux étudiés.

En comparant les dispersions de ces trois approches avec le critère CW (Figure 4.54), il est possible de confirmer que les dispersions les plus importantes sont observées pour les contacts ayant un fort comportement adhésif. Il est donc logique que le bénéfice de l'approche énergétique relative (ΣE^*_{ds}) soit plus important pour les contacts adhérents tels que AgaC/AgaC, AgSnIn/AgSnIn, AuNi/AuNi et Ag/Ag. Pour les contacts peu adhérents tels que AgSn/AgSn et AgCrN/AgCrN, les approches d'Archard (ΣW) et énergétique (ΣE_{ds}) donnent une formalisation de l'usure très correcte.

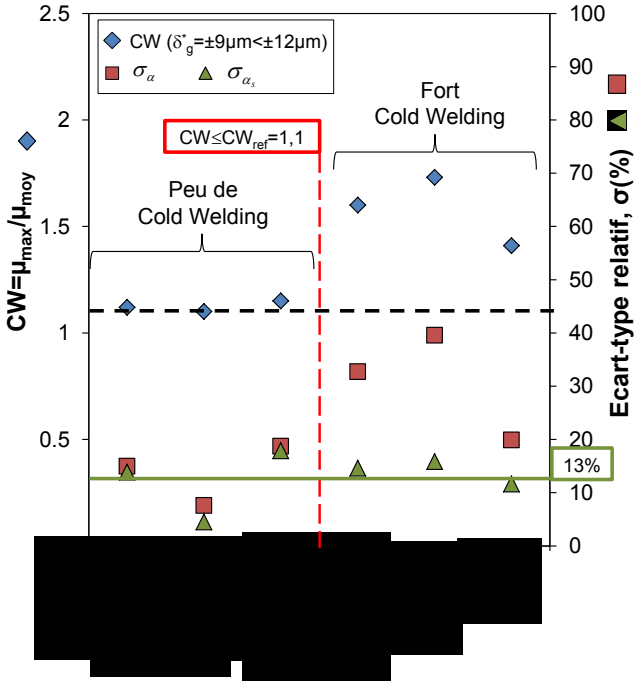


Figure 4.54 : Comparaison du critère CW=μ_{max}/μ_{moy} et des écart-types relatifs pour confirmer l'effet du Cold-Welding sur la dispersion des approches utilisées pour formaliser l'usure des nouveaux dépôts ($e_{Ag}=e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}$=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, ±2µm<δ^*_g<±16µm, 1N≤P≤6N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

4.3.3.3. Prédiction de la durée de vie en fonction de l'approche de densité d'énergie

L'étude précédente a permis de formaliser l'évolution du volume d'usure seuil (V_{Nc}) en fonction de la nature des matériaux, d'établir la loi d'usure la plus pertinente pour quantifier la dégradation physique de ce dépôt et de formaliser la durée de vie électrique. Comme indiqué dans le chapitre 3, une analyse basée sur le volume d'usure (V_{Nc}) n'est pas pertinente car cette grandeur dépend des conditions de chargement. Pour prédire la durée de vie, l'approche locale basée sur la densité d'énergie est alors appliquée (cf. Chapitre 3) :

$$Nc_{th} = Nc_0 . \left(\frac{4.\mu.\delta_g^*}{A_0} \right)^{\beta} . P^{\beta(1-m)} . \left(\frac{e}{e_{réf}} \right)^{p} \qquad (4\text{-}35)$$

Cette expression fait intervenir des variables caractéristiques du matériau testé qu'il est nécessaire d'identifier à partir d'un certain nombre d'essais et ceci pour chaque couple étudié. Ainsi, à partir des essais de fretting réalisés pour différentes charges et amplitudes de glissement (§4.3.3.2), des mesures optiques ont ensuite été réalisées permettant de définir les rayons de contact à la rupture électrique afin de déterminer les densités d'énergie dissipée ($\varphi_{f,Nc}$) correspondantes. En appliquant la même démarche que celle utilisée dans le chapitre 3, les variables Nc_0, β, A_0 et m ont pu être identifiées pour les contacts homogènes AgSn/AgSn, AgSnIn/AgSnIn, AgCrN/AgCrN et AgaC/AgaC. Ces variables sont récapitulées dans le Tableau 4.10.

	AgSn/AgSn	AgaC/AgaC	AgCrN/AgCrN	AgSnIn/AgSnIn	Ag/Ag
Nc_0 (cycles)	$11{,}7.10^8$	$21{,}6.10^7$	$22{,}8.10^8$	$36{,}5.10^9$	8.10^{12}
β	-1,69	-1,2	-1,5	-1,88	-2.58
A_0 (µm²)	19 907	40 580	48 110	69 728	72 0575
m	0.65	0.55	0.29	0.57	0.26
p	2,76	2,76	2,76	2,76	2,76
σ (%)	6,72	6,61	12,32	14,49	10,41

Tableau 4.10: Tableau récapitulatif des variables Nc_0, β, A_0 et m utilisées dans la loi de prédiction de l'endurance (équation (4-35)) pour les couples de matériaux étudiés.

Ces variables ont ensuite été utilisées dans l'équation (4-35) afin de déterminer les endurances de contact théoriques des différents couples étudiés. Les endurances théoriques ainsi obtenues sont ensuite confrontées aux valeurs expérimentales dans la Figure 4.55.

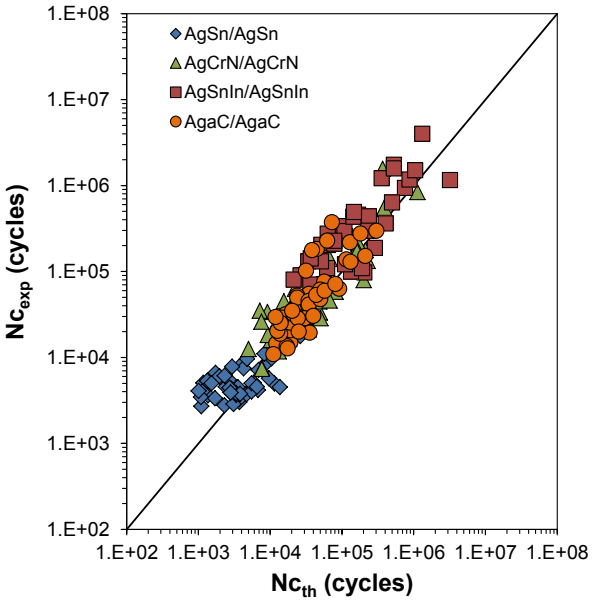


Figure 4.55 : Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{exp}) et théoriques (Nc_{th}) déterminées par l'équation (4-35) (±2µm<δ^*_g<±16µm, 1N≤P≤3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et 1,3µm<e<5.5µm).

Les données obtenues semblent bien se répartir autour de la droite de corrélation y=x et cela, quel que soit le couple de matériaux étudiés. En effet, les analyses statistiques montrent des dispersions relatives variant de 6,6% à 14,5%, ce qui confirme la stabilité de cette démarche. De plus, l'intérêt de cette approche est qu'avec un seul jeu de paramètres (Nc_0, β, A_0 et m), il est possible de prédire toutes les conditions de chargement (δ^*_g, P, e) alors que l'approche du volume usé seuil (V_{Nc}) dépend fortement de ces mêmes paramètres. Cette analyse confirme donc la pertinence de l'équation globale tenant compte des paramètres de chargement (µ, δ^*_g, P, e) pour prédire la rupture de la résistance électrique de contact. Cependant, le défaut de cette approche est le nombre important de variables et la nécessité d'estimer l'aire de contact.

4.4. Influence d'un environnement humide

Bien qu'étanche, les boitiers contenant les connecteurs électriques ne peuvent empêcher l'exposition des contacts à l'humidité relative présente dans l'environnement. Les connecteurs vont alors être plus ou moins influencés par cette humidité, ce qui peut dans certains cas, perturber leur fonctionnement. Il est donc nécessaire d'étudier la réponse des nouveaux matériaux face à une humidité relative plus ou moins importante. En effet, les précédentes études ont toutes été réalisées avec une humidité relative fixée à 10%.

4.4.1. Procédure expérimentale

Pour réaliser cette étude, les différents contacts homogènes ont été soumis à des sollicitations de fretting (P=3N, f=30Hz et T=25°C). Pour cela, des déplacements constants au cours des cycles de fretting (CDA, §2.4.1.2) ont été appliqués avec des amplitudes de glissement allant de ±4µm à ±16µm. L'analyse de l'impact de l'humidité dans les contacts a donc été réalisée avec trois humidités relatives différentes : 10%, 50% et 85%.

4.4.2. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts

4.4.2.1. Réponses tribologiques des contacts

Des travaux [116], [196], [197] ont montré que l'humidité relative peut influencer la durée de vie d'un contact électrique. Cet impact peut, selon les matériaux appliqués dans le contact, être bénéfique ou au contraire aggraver les performances des contacts électriques. Ainsi, l'objectif de cette étude est de déterminer la réponse électrique des nouveaux matériaux (AgaC, AgCrN, AgSn, AgSnIn et AuNi) soumis à une atmosphère humide. Pour chaque humidité testée, plusieurs amplitudes de glissement ont été imposées ($\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm). Pour comparer les performances des contacts, deux méthodes ont été considérées : l'endurance référence (Nc_{ref}) déterminée pour $\delta^*_{g,ref}=\pm$9µm ou l'endurance moyenne ($\overline{Nc}$) déterminée sur l'intervalle $\pm$6µm<δ^*_g<$\pm$14µm. Les deux méthodes ont ensuite été comparées entre elles (Figure 4.56). L'alignement des points autour de la droite x=y confirment encore une fois (§4.2.1.4.2) l'équivalence des deux méthodes utilisées. Néanmoins, l'analyse pour une amplitude référence $\delta^*_{g,ref}$ étant beaucoup plus rapide, la suite de ces travaux sera limitée à une analyse de la variable Nc_{ref}.

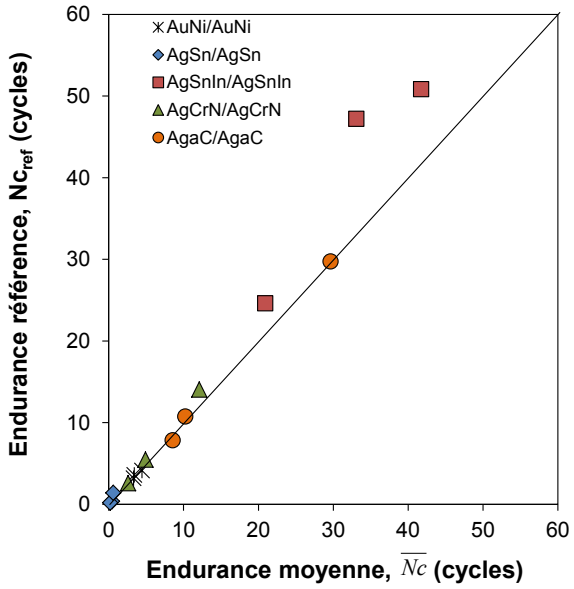


Figure 4.56 : Comparaison entre l'endurance référence (N_{ref}) déterminée à $\delta^*_{g,ref}=\pm$9µm et l'endurance moyenne ($\overline{Nc}$) déterminée sur l'intervalle $\pm$6µm<δ^*_g<$\pm$14µm des contacts homogènes soumis à un environnement humide ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgCrN}=e_{AgaC}$=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, HR=10%, 50% et 85%, P=3N, f=30Hz, T=25°C).

De plus, une analyse des coefficients de frottement (μ=Q*/P) a également été réalisée. Afin d'avoir une valeur représentative du contact, le coefficient de frottement est déterminé en moyennant les ratios obtenus pour les différentes amplitudes étudiées entre ±2μm et ±16μm (Figure 4.9 et équation (4-6)). L'ensemble des données sont alors répertoriées dans le Tableau 4.11.

		AuNi/ AuNi	AgaC/ AgaC	AgCrN/ AgCrN	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn
	HR (%)/e (μm)	1,3	2	2	2	2
Nc_{ref} (cycles)	**10**	33 380	85 700	26 070	4 434	209 300
	50	34 200	296 610	121 000	1 973	331 080
	85	44 580	102 500	49 200	6 188	471600
Coefficient de frottement moyen, $\overline{\mu}$	**10**	1,88	1,22	1,28	0,89	1,29
	50	1,22	1,18	0,97	0,93	1,28
	85	1,16	1,2	1,16	0,77	1,27

Tableau 4.11: Tableau récapitulatif des endurances références (N_{ref}) et des coefficients de frottement ($\overline{\mu}$) obtenus pour les différents couples étudiés soumis à trois humidités relatives différentes (10%, 50% et 85%).

Ces données sont ensuite reportées sur un graphique permettant pour chaque contact de comparer l'évolution de la durée de vie et du coefficient de frottement en fonction de l'humidité relative imposée. Pour compléter cette comparaison, les valeurs de volumes usés seuils (V_{Nc}) déterminés aux ruptures électriques ont aussi été reportées. Ces valeurs ont été déterminées pour les contacts soumis à une amplitude de glissement fixée à $\delta^*_{g,ref}$=±9μm.

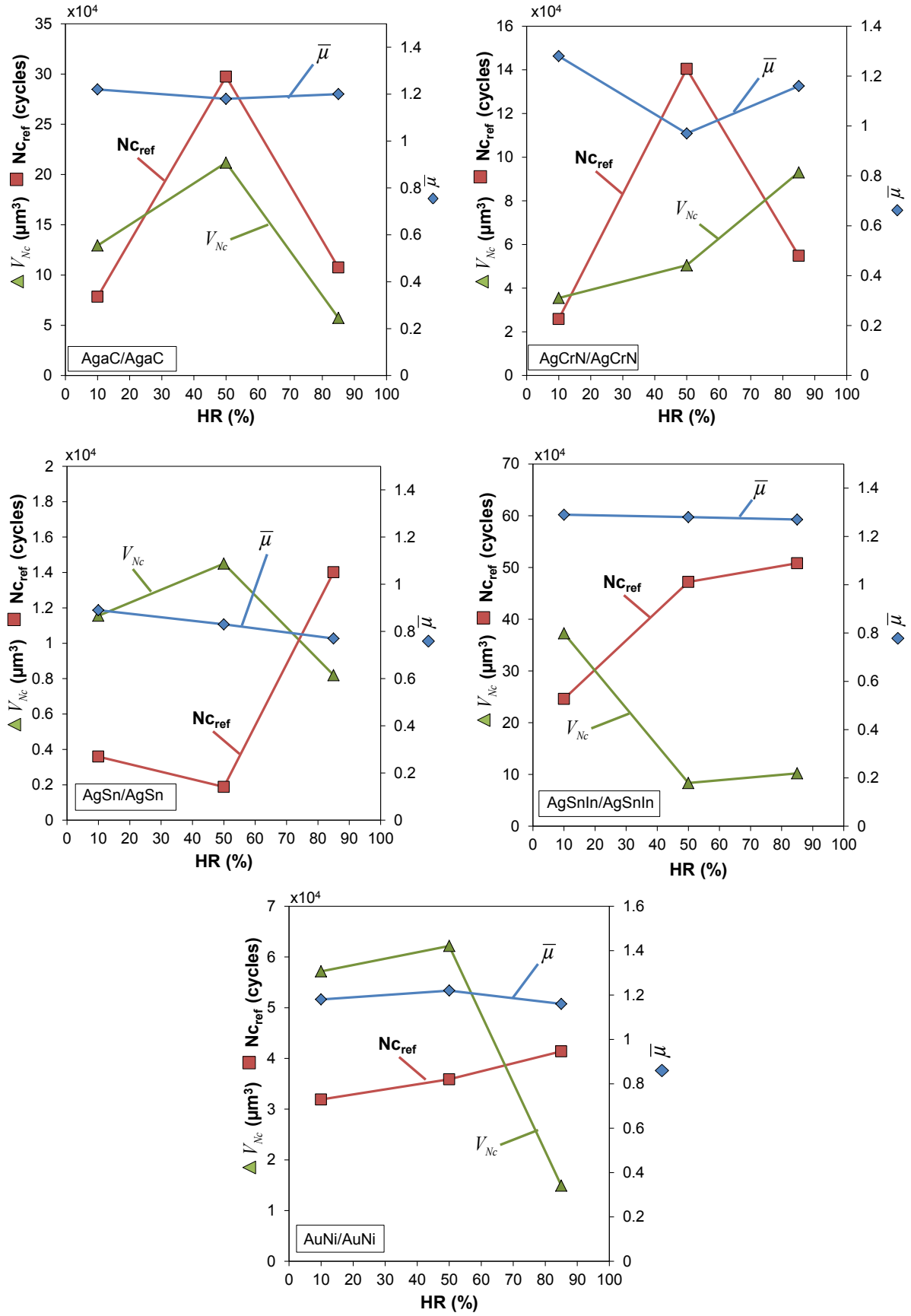


Figure 4.57 : Endurances références (N_{ref}), coefficients de frottement moyens ($\bar{\mu}$) et volumes usés seuils (V_{Nc} à $\delta^{*}_{g,ref}$=±9µm) des contacts (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}= e_{AgCrN}=e_{AgaC}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, T=25°C et f=30Hz) pour différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%).

A partir des graphiques de la Figure 4.57, il est possible d'observer que de manière générale, l'évolution de l'endurance des contacts est liée à celle du coefficient de frottement. En effet, les données montrent une évolution symétrique des valeurs. Ainsi, quand le coefficient de frottement diminue, l'endurance électrique augmente et inversement. En revanche, les évolutions ne sont pas de la même intensité selon le matériau constituant le contact. Cette première analyse permet donc de conclure que l'amélioration des durées de vie est liée à une lubrification des interfaces. Une première hypothèse est que cette lubrification est due à la formation d'un film d'eau à la surface, ce qui va permettre de ralentir la cinétique d'usure et l'éjection des débris [225]. Il sera donc nécessaire d'appliquer un plus grand nombre de cycles de fretting afin d'atteindre le volume usé critique responsable de la rupture électrique.

Pour confirmer cette hypothèse, les volumes usés seuils (V_{Nc} à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm) ont aussi été reportées sur les graphiques. Compte tenu de l'étude précédente (§4.3.3) concernant le comportement en usure des contacts, il est attendu que les volumes usés seuils d'un même couple pour différentes humidités soient voisins puisqu'il est supposé que la lubrification en réduisant la dissipation, va réduire la cinétique d'usure. Or, il est possible d'observer que ceux-ci varient fortement en fonction de l'humidité. De manière générale, les volumes usés seuils (V_{Nc}) semblent beaucoup moins importants aux très fortes humidités (HR=85%) et du même ordre (HR=50%) par rapport à ceux d'un contact sec. Cette hypothèse ne permet pas d'expliquer complètement l'amélioration des durées de vie induite par l'effet de l'humidité.

Une seconde hypothèse serait que le fait d'appliquer une forte humidité va permettre d'augmenter le processus d'oxydation. Cela va entrainer une formation plus rapide d'oxydes mais aussi la formation de nouveaux éléments, tels que des hydrates ou des hydroxydes, qui couplés au film d'eau présent dans l'interface, vont modifier la rhéologie du contact. Ainsi au lieu d'être pulvérulents, ces débris vont s'agglomérer et former un 3ème corps adhérent [207], [226]. Ce 3ème corps adhérent va alors ralentir l'usure du contact mais aussi contribuer à piéger les débris isolants. Etant donné que le volume usé total est déterminé par la différence entre le volume négatif ($V_{(-)}$) et le volume positif ($V_{(+)}$), la présence de ce 3ème corps va se traduire par un volume positif important, d'où un volume total usé plus faible.

Pour mieux décrire les mécanismes de dégradation intervenant dans les contacts humides, le scénario proposé est schématisé sur la Figure 4.58. Il permet de conclure que les deux hypothèses sont probablement activées et permettent d'expliquer les évolutions des endurances des différents contacts mais dépendent de l'humidité relative imposée dans l'interface.

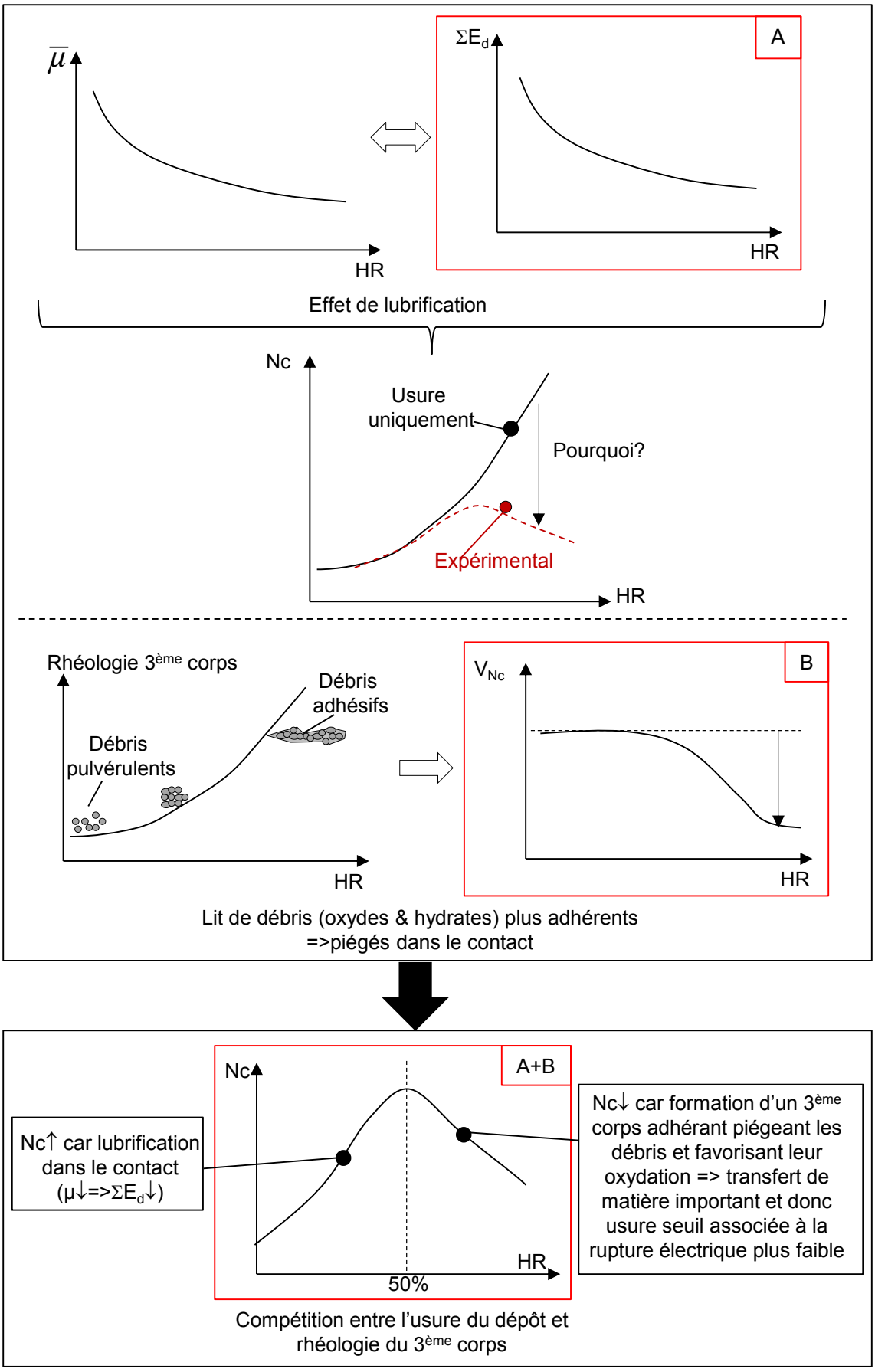


Figure 4.58 : Scénario possible des mécanismes de dégradation expliquant les évolutions des durées de vie des différents contacts en présence d'humidité.

4.4.2.2. Prédiction des durées de vie en humidité

A partir des analyses précédentes, il est tout de même possible de conclure que les contacts sont soumis à des processus d'usure plus ou moins importants selon les mécanismes de lubrification activée par l'humidité relative dans les contacts. Il serait donc intéressant de voir, si tenant compte de $\overline{\mu}$ et donc de ΣEd, il est possible de confirmer la prédiction de la durée de vie. Pour répondre à cette question, la démarche utilisée pour prédire l'endurance d'un contact à partir d'une approche énergétique a été appliquée pour le cas d'un contact AgaC/AgaC soumis à différentes humidités. Pour cela, l'équation (4-35) et les caractéristiques matériaux (A_0, m, β, …) du contact AgaC/AgaC ont été considérées. Les points théoriques ainsi obtenus sont alors comparés aux valeurs expérimentales (Figure 4.59).

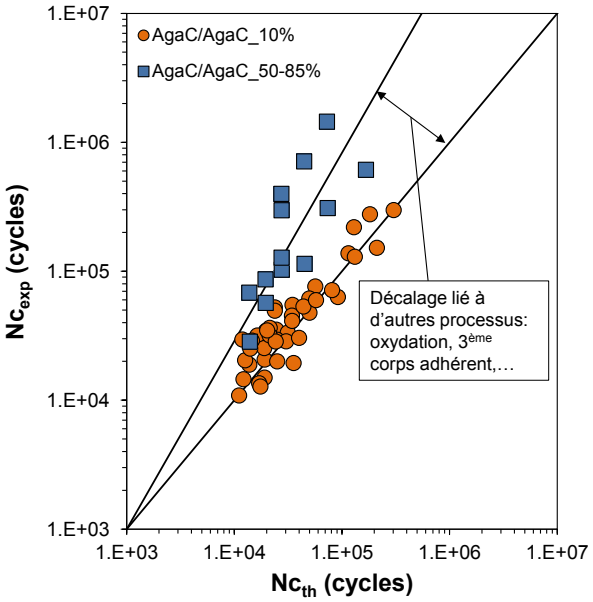


Figure 4.59: Comparaison entre les durées de vie expérimentales (Nc_{exp}) et théoriques (Nc_{th}) déterminées par l'équation (4-35) d'un contact AgaC/AgaC (e_{AgaC}=2µm, 1N≤P≤6N et ±2µm<δ^*_g<±16 µm, f=30Hz et T=25°C) : comparaison des différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%) imposées.

Cette étude permet donc de voir si l'approche énergétique déterminée pour le cas d'un contact sec est applicable pour les contacts humides. Les résultats reportés sur la Figure 4.59 montrent une déviation entre les durées de vie expérimentales et les durées de vie théoriques déterminées pour ce contact AgaC/AgaC soumis à de l'humidité. Ainsi, il semblerait donc que cette approche ait certaines limites dans le cas des contacts humides. En effet, les données théoriques obtenues semblent sous-estimer les durées de vie réelles du contact, c'est-à-dire qu'elles considèrent une usure plus rapide du contact. Or il a été vu qu'en présence d'humidité, un mécanisme de lubrification est activé. De plus, ce décalage confirme également l'existence de mécanismes différents selon l'humidité imposée dans le contact. Ainsi, pour les contacts secs (HR=10%), il a été vu que la dégradation est liée à l'usure continue et à l'oxydation des débris entrainant la formation d'un 3ème corps constitué de particules pulvérulentes facilement éjectables. Pour les contacts humides (HR=50% et HR=85%), il a été supposé que la dégradation du contact était due à une usure plus faible, couplée à une oxydation plus importante des débris et la formation d'hydrates qui vont modifier la rhéologie du contact et former un 3ème corps adhérent. La couche adhérente (hydratée) va donc jouer le rôle de lubrifiant solide. Néanmoins, les débris piégés vont continuer de s'oxyder au point de former une couche isolante et entrainer une rupture électrique plus rapide.

Puisque les mécanismes de dégradation du contact semble différents, il est donc aussi possible de supposer que les caractéristiques matériaux (A_0, m, β, …) déterminées dans le cas d'un contact sec ne sont pas adaptées pour les contacts humides. Il serait donc nécessaire de pousser plus loin les investigations et de coupler l'effet de l'humidité dans la formulation proposée pour des humidités faibles (10%).

4.4.3. Caractérisations des mécanismes de dégradation

Pour confirmer les précédentes hypothèses, des analyses ont été réalisées sur les faciès d'usure d'un contact AgaC/AgaC obtenus aux ruptures électriques des différentes humidités. Afin de réaliser une étude simple, seules les dégradations obtenues à δ^*_g=±9µm ont été caractérisées.

Les premières caractérisations menées sont des analyses MEB (Figure 4.60). L'observation des faciès d'usure montre des morphologies différentes selon l'humidité relative considérée. Ainsi à HR=10%, il est possible d'observer des traces d'adhésion alors qu'à HR=50%, l'abrasion semble plus importante. Enfin, à HR=85%, il semblerait que la surface soit moins endommagée avec la présence d'un apport de matière (3ème corps adhérent).

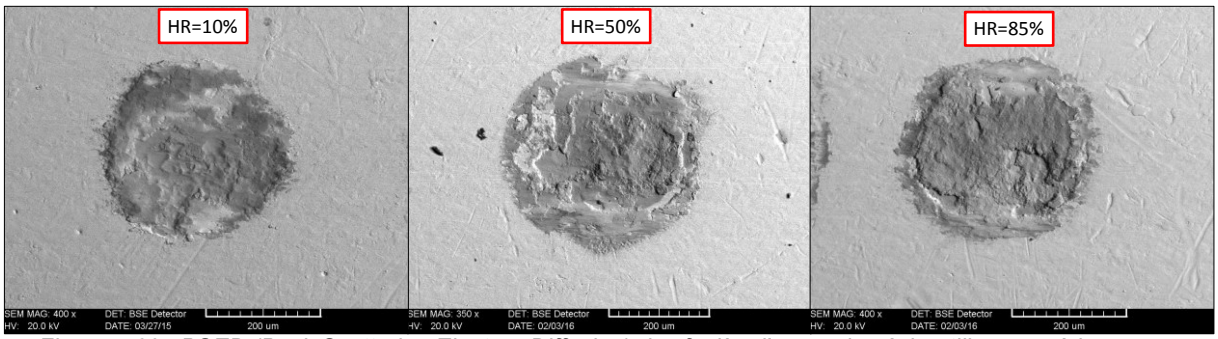


Figure 4.60 : BSED (Back Scattering Electron Diffusion) des faciès d'usure des échantillons supérieurs aux ruptures électriques (AgaC/AgaC, e_{AgaC}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) obtenus à différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%).

Pour compléter ces analyses optiques, des analyses EDX ont également été réalisées dans les trois contacts (Figure 4.61). L'analyse montre qu'aux fortes humidités, la concentration en cuivre est plus élevée (x2) par rapport à un contact sec. Ces tendances laissent supposer que les débris d'usure restent piégés dans l'interface. En ce qui concerne les concentrations en oxygène et en argent aux ruptures électriques, les valeurs obtenues sont les mêmes quelle que soit l'humidité imposée, avec respectivement 5at% et 45at%. Ces valeurs correspondent également aux critères de concentration [185] couramment utilisés pour caractériser la rupture électrique. Il est donc possible de supposer que quelle que soit l'humidité relative imposée, la rupture électrique des contacts est due à une usure de l'interface et à la formation d'un lit de débris oxydés.

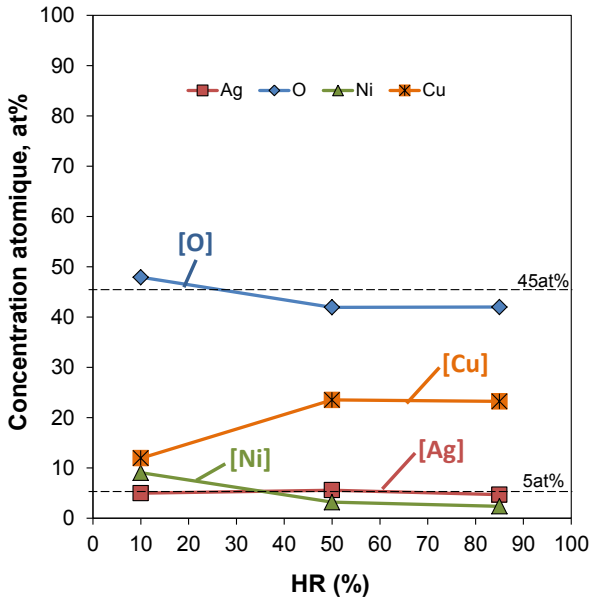


Figure 4.61 : Analyses EDX des faciès d'usure d'un contact AgaC/AgaC soumis à des sollicitations de fretting aux ruptures électriques (e_{AgaC}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) à différentes humidité relatives (10%, 50% et 85%).

Pour compléter ces analyses chimiques, des analyses Raman ont aussi été réalisées sur les faciès d'usure aux différentes ruptures électriques.

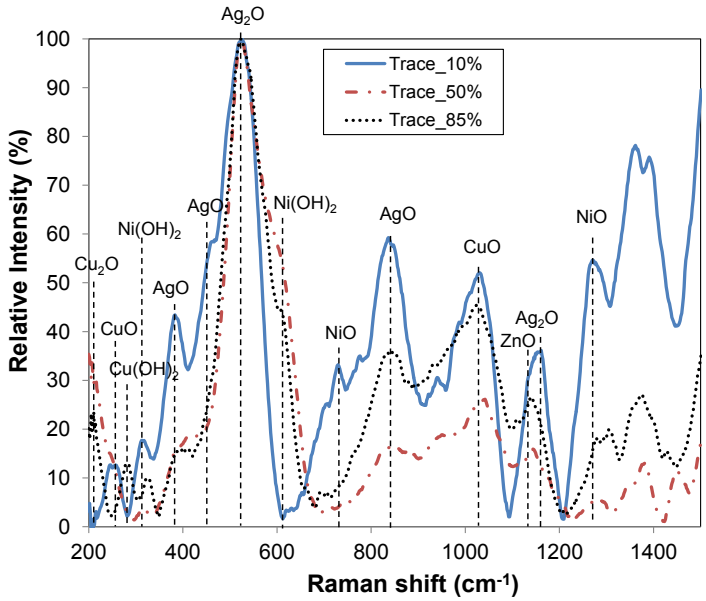


Figure 4.62 : Spectres Raman (λ=532nm) des faciès d'usure aux ruptures électriques (e_{AgaC}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C, δ^*_g=± 9 µm) d'un contact AgaC/AgaC exposé à différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%).

Les spectres Raman réalisés sur le dépôt montrent la présence de quelques oxydes d'argent. Cependant, il est possible de constater que ces oxydes ne sont pas plus importants aux fortes humidités. En ce qui concerne les spectres réalisés sur les faciès d'usure, il est possible d'observer la présence d'oxydes d'argent, de nickel, ainsi que des oxydes de cuivre et de zinc, quelle que soit l'humidité. La présence du nickel, du zinc et du cuivre sous forme d'oxydes confirme l'usure de l'interface. L'analyse Raman permet également de mettre en évidence la présence de quelques oxydes hydratés tels que $Cu(OH)_2$ et $Ni(OH)_2$. Ces hydrates sont surtout visibles pour le contact soumis à 85%.

A partir de ces analyses Raman, il est aussi possible de caractériser la dégradation dans le contact. Pour cela, il suffit de faire le ratio entre les oxydes de cuivre et d'argent. Pour cela, deux pics ont été considérés : le pic AgO vers 840cm^{-1} et le pic CuO vers 1015cm^{-1}. Ce ratio a ensuite été réalisé pour les trois humidités et comparé au volume usé seuil (V_{Nc}) correspondant. Les résultats montrent que le ratio est plus élevé pour les humidités élevées, ce qui peut se traduire par une très forte quantité d'oxydes de cuivre par rapport aux oxydes d'argent. Il est possible de supposer que les débris de cuivre oxydés sont restés piégés dans l'interface. Cette hypothèse est d'autant plus probable que le volume usé seuil à 85% est faible. Si effectivement un 3ème corps adhérent est présent, cela se traduit par un volume positif important qui tend à réduire le volume usé seuil (V_{Nc}) à la rupture électrique. Pour le contact soumis à une humidité de 50%, il est possible de supposer que la formation de cette couche de débris adhérents est moins rapide par rapport au processus d'usure. Puisque le nombre de cycles appliqué est beaucoup plus important, cela se traduit par une usure plus importante.

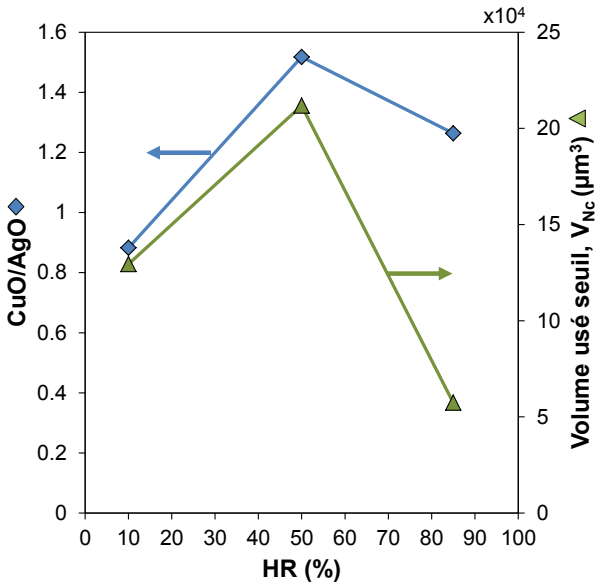


Figure 4.63 : Comparaison du ratio CuO/AgO et du volume usé seuil (V_{Nc}) d'un contact AgaC/AgaC (e_{AgaC}=2µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) pour différentes humidités (10%, 50% et 85%).

➢ **Synthèse**

Cette étude montre un comportement non monotone de l'effet de l'humidité vis-à-vis de la durée électrique en fretting. L'application d'une humidité relative supérieure à 10% va permettre la formation d'un film d'eau lubrifiant à la surface du contact, ce qui va réduire l'usure et donc augmenter la durée de vie électrique du contact. Néanmoins, une humidité relative trop élevée entraine la formation d'oxydes hydratés en plus des oxydes classiques. Ces hydrates, plus adhérents, vont alors rester piégés dans le contact pour former une sorte de 3ème corps isolant [226] du point de vue électrique. Ainsi, bien que le contact soit lubrifié et s'use moins vite, la nature cohésive du lit de débris va réduire la durée de vie électrique du contact. Ainsi, selon l'humidité appliquée, il y a une compétition entre l'usure du dépôt et un effet rhéologique du 3ème corps. L'analyse des différents couples montre que l'optimum de durée de vie est obtenu pour une humidité relative de 50%. Il est tout de même possible d'observer quelques variations selon les matériaux utilisés. Ainsi, pour les matériaux composés d'étain, une oxydation plus sévère est observée, ce qui peut accélérer l'usure et/ou alimenter le 3ème corps adhérent.

4.5. Conclusion

Dans ce chapitre, une étude complète a été réalisée sur de nouveaux alliages et composites, élaborés dans le but de remplacer les dépôts d'or dans les contacts électriques. Cette étude des couples homogènes a permis de mettre en évidence leur comportement en fretting, d'identifier les différents mécanismes de dégradation activés et enfin de réaliser un classement de leur performance.

Une des premières études a consisté à étudier le comportement tribologique de ces matériaux. Les résultats ont tout d'abord montré que selon le déplacement imposé dans le contact, les couples de matériaux étudiés avaient des réponses différentes. Ainsi, l'étude de l'amplitude de transition a permis de mettre en place des cartes de fretting pour chaque couple. Ces cartes ont permis de caractériser les frontières entre glissement partiel et glissement total à l'aide d'une loi puissance simple fonction de la charge, dont les coefficients sont propres au couple étudié :

$$\delta_t^* = D_0 \times P^{\alpha}$$

A partir de l'étude de l'influence du déplacement, il a aussi été possible d'étudier la réponse en frottement des différents matériaux. Les résultats ont montré que les couples homogènes constitués des matériaux AgaC, AgSnIn et AuNi étaient très sensibles à un mécanisme de collage initial (Cold-Welding) générant des liaisons métalliques fortes dès la mise en contact. Au contraire, les couples constitués des matériaux AgSn et AgCrN ont un coefficient de frottement qui augmente progressivement pour atteindre un état stabilisé. Pour ces couples, les mécanismes d'abrasion s'activent très rapidement.

Une autre conséquence d'une variation de déplacement est la réponse électrique des contacts. En effet, plus un déplacement sera grand, plus la détérioration de l'interface sera rapide et donc plus faible sera la durée de vie du contact. Pour chaque couple étudié, cela se caractérise par des courbes d'endurance formalisées à l'aide de lois puissances telles que :

$$Nc = Nc_1.\left(\delta_g^*\right)^{-\eta}$$

A partir de ces courbes d'endurance, il est aussi possible de comparer les performances électriques de ces différents couples de matériaux. Grâce à cela, un classement a été réalisé montrant notamment que seuls deux couples de matériaux ont des performances supérieures à celle d'un contact doré :

AgSnIn/AgSnIn>Ag/Ag>AgaC/AgaC>AuNi/AuNi>AgCrN/AgCrN>AgSn/AgSn

Un autre paramètre pouvant influencer la performance d'un contact est l'épaisseur de dépôt des matériaux étudiés. Au cours de cette étude, il a été montré que pour tous les couples, les endurances évoluaient de façon exponentielle avec les épaisseurs. De plus, en normalisant les résultats par une épaisseur de référence e_{ref}=2µm et une endurance de référence Nc_{ref}=Nc(e_{ref}=2µm), il a été mis en évidence une évolution commune des différents couples telle que :

$$\frac{Nc}{Nc_{ref}} = \left(\frac{e}{e_{ref}}\right)^p$$

En plus d'une étude quantitative de la performance des nouveaux matériaux, l'objectif de ce chapitre est aussi de comprendre les mécanismes activés responsables des dégradations dans les interfaces et donc de la rupture électrique des contacts. Pour cela, des essais interrompus ont été réalisés sur les différentes couples afin de suivre l'évolution de ces dégradations. A partir des analyses MEB et chimiques (EDX, Raman), il a été montré que l'ensemble des contacts étaient soumis à un processus d'usure, responsable de l'élimination progressive des éléments conducteurs et de l'approvisionnement en éléments non nobles (Ni, Cu et Zn) qui vont progressivement s'oxyder et isoler l'interface. Ainsi, de manière générale, la rupture électrique des différents contacts est liée à des concentrations critiques en oxygène et en argent (ou en or) comme cela a été démontré pour le cas d'un contact en argent :

Nc ($\Delta R>4m\Omega$) quand $[Ag]_{d=0.2\text{Ø}f} < [Ag]_{th} \approx 5at\%$
et $[O]_{d=0.2\text{Ø}f} > [O]_{th} \approx 45at\%$

Cependant, pour le contact AgCrN/AgCrN, il a été mis en évidence qu'en tenant compte de la résistivité électrique et de la stœchiométrie des éléments du matériau, il est possible de relier la concentration en argent mesurée à la rupture électrique au critère $[Ag]_{th}$ par un simple ratio.

La quantification de l'usure a, quant à elle, permis de mettre en évidence une évolution linéaire du volume usé à la rupture électrique en fonction des endurances. L'étude de l'usure des interfaces en fonction de la conductivité électrique a aussi montré une croissance linéaire pour les contacts ayant les mêmes processus physiques de dégradation (usure et oxydation). Cela a permis de conclure que la composition des matériaux constituant les contacts n'influence pas la cinétique d'usure mais plutôt le volume d'usure nécessaire à éliminer les éléments conducteurs et former un lit de débris oxydés entrainant la rupture électrique. Néanmoins, dans le chapitre 3, l'étude menée sur le contact

homogène Ag/Ag avait mis en évidence que l'étude de l'endommagement du contact n'était pas la méthode la plus appropriée pour prédire les performances d'un contact. Cette observation a également été démontrée dans le cas des nouveaux dépôts, puisqu'il a été montré que le volume usé aux ruptures électriques dépend fortement des conditions de chargement imposée. Néanmoins, en dehors du volet « durée de vie », cette étude a montré l'intérêt d'avoir une approche énergétique pour quantifier la dégradation des contacts. Elle a également confirmée l'impact du Cold-Welding sur la dégradation de certains matériaux. L'avantage de cette méthode est qu'elle ne dépend que d'un seul coefficient (α_s). Pour ces matériaux, seule une approche énergétique relative (sliding reduced) présente une bonne stabilité. Une approche locale basée sur la densité d'énergie a aussi été considérée. Cette méthode mise en place pour un contact Ag/Ag a montré qu'il était possible de prédire de manière fiable l'endurance d'un contact. Cette approche a alors été appliquée aux nouveaux matériaux. Les résultats obtenus ont alors confirmé la stabilité et la pertinence de la méthode puisque celle-ci repose seulement sur la détermination d'un jeu de variables (Nc_0, A_0, m, β) caractéristique du matériau étudié et valable pour n'importe quels paramètres de chargement (P, e, δ^*_g).

L'essentiel des études réalisées sur les contacts homogènes ont été menées en considérant une humidité relative de 10%. Une étude supplémentaire a donc été réalisée consistant à coupler des sollicitations de fretting et une humidité relative élevée. Cette étude a montré un effet bénéfique d'un milieu humide sur les performances des contacts par rapport à un contact sec grâce à une lubrification de l'interface. En revanche, cette lubrification peut être due à la formation d'un film d'eau à l'interface ou encore à la formation d'oxydes hydratés qui vont avoir tendance à modifier la rhéologie du contact.

La Figure 4.64 montre certains des principaux résultats obtenus en fonction des matériaux étudiés. L'histogramme permet alors de comparer entre eux les contacts homogènes selon 2 critères : la sensibilité des matériaux au Cold-Welding en considérant la variable $\chi=1/\mu_{max}$ et la durée de vie des contacts en milieu sec ($Nc_{ref\_10\%}$).

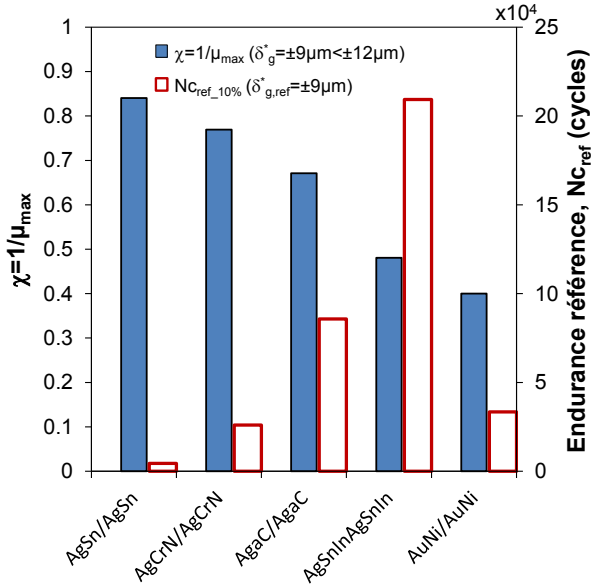


Figure 4.64 : Comparaison des critères $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ définis à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm des différents couples homogènes étudiés dans le but de remplacer le contact AuNi/AuNi ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=e_{AgaC}=e_{AgCrN}$=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

En considérant les différents critères proposés, il est possible de mieux comparer les différents contacts. En ce qui concerne le critère de Cold-Welding, plus le ratio χ sera élevée, moins le contact sera sensible au collage, plus petites seront les dégradations. Selon ce critère, les meilleurs couples

sont AgSn/AgSn et AgCrN/AgCrN. Au contraire, les contacts ayant beaucoup d'adhésion sont AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi. De la même manière plus l'endurance référence $Nc_{ref\_10\%}$ déterminée à HR=10% sera élevée, meilleur sera le contact étudié. Les meilleurs contacts sont donc AgaC/AgaC et AgSnIn/AgSnIn et le pire est AgSn/AgSn. Excepté pour le couple AuNi/AuNi, une évolution inverse entre χ et Nc_{ref} a été montré. En clair, plus le matériau est noble, plus sa durée de vie sera élevée mais en contrepartie plus il sera sensible au cCold-Welding. Considérant ces différentes conclusions, il serait intéressant de voir quelles seraient les performances de couples hétérogènes constitués par des dépôts au comportement différent.

- Chapitre 5 -

ETUDE DES MATERIAUX INNOVANTS EN CONTACT HETEROGENE

Sommaire

5.1. INTRODUCTION 187
5.2. INFLUENCE DU DEPLACEMENT 188
5.2.1. Régimes de glissement des contacts 188
5.2.1.1. Détermination des cartes de fretting 188
5.2.1.2. Comparaison des transitions GP/GT 189
5.2.2. Réponse en frottement des contacts hétérogènes 189
5.2.2.1. Evolution du frottement au cours des cycles (analyse du cold-welding) 189
5.2.2.2. Influence du déplacement sur le frottement 190
5.2.3. Réponse électrique des contacts hétérogènes 193
5.2.3.1. Détermination des courbes d'endurance 193
5.2.3.2. Comparaison des performances des couples de matériaux étudiés 195
5.3. IDENTIFICATION DES MECANISMES DE DEGRADATION 196
5.3.1. Etude de la dégradation de l'interface 196
5.3.2. Comportement en usure des contacts électriques 198
5.4. INFLUENCE D'UN ENVIRONNEMENT HUMIDE 200
5.4.1. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts 200
5.4.2. Caractérisations des contacts soumis à un environnement humide 202
5.5. CONCLUSION 204

5.1. Introduction

Dans le chapitre 4, une étude complète et poussée a été réalisée sur des contacts homogènes constitués des matériaux élaborés pour remplacer le dépôt AuNi couramment utilisé sur les connecteurs électriques. Les résultats ont tout d'abord permis d'étudier les performances de ces nouveaux matériaux. Ainsi, un classement a pu être réalisé montrant que seuls les dépôts AgSnIn, AgaC et Ag avaient des performances électriques supérieures au dépôt AuNi. Il a également été mis en évidence l'existence et l'impact du Cold-Welding sur la réponse tribologique des contacts. Ainsi, il est possible de voir que les matériaux AgSnIn et AuNi étaient fortement sensibles aux phénomènes de collage. Au contraire, les matériaux AgCrN et AgSn sont peu affectés par du Cold-Welding. Enfin, les dépôts Ag et AgaC sont sensibles au Cold-Welding mais de façon moins sévère. La Figure 4.64 du précédent chapitre compare les matériaux étudiés selon 2 critères : la sensibilité des matériaux au Cold-Welding en considérant la variable $\chi=1/\mu_{max}$, inverse du coefficient de frottement maximal, et la durée de vie des contacts en milieu sec ($Nc_{ref\_10\%}$). Plus grands seront χ et $Nc_{ref\_10\%}$, meilleur sera le comportement du contact.

Considérant ces différents critères, il serait intéressant de voir quel serait l'effet de coupler des matériaux avec des performances différentes ou similaires. Pour cela, des contacts hétérogènes seront considérés dans ce chapitre. Etant donné que le dépôt AuNi est le revêtement de référence dans les connecteurs électriques, celui-ci sera étudié en le couplant avec un dépôt AgSn, moins adhésif que le dépôt AuNi mais aussi moins endurant électriquement. Un couplage avec le dépôt AgSnIn sera également considéré puisque ce dépôt présente une forte adhésion comme le dépôt AuNi mais présente une durée de vie plus importante (Figure 4.64).

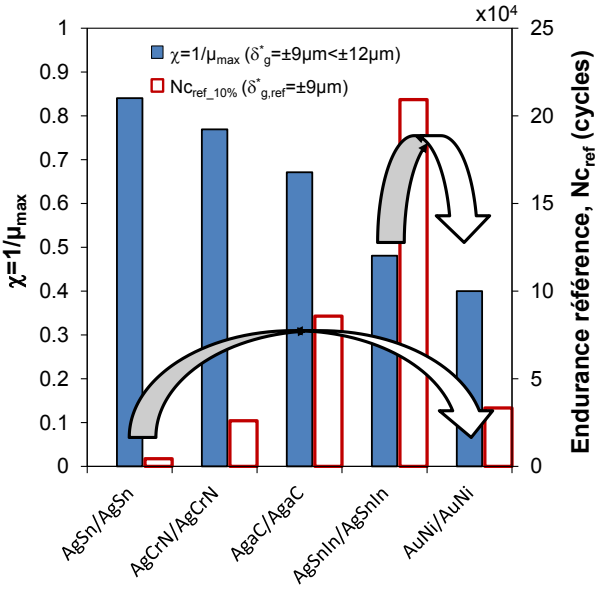


Figure 5.1 : Définition des couplages hétérogènes déterminés à partir des contacts homogènes selon les critères $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ définis à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm (P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Pour étudier le comportement de ces contacts hétérogènes (AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi), des études similaires à celles réalisées dans le chapitre 4 ont été réalisées.

La première partie de ce chapitre a donc permis d'étudier l'influence du déplacement sur les réponses tribologiques et électriques des contacts hétérogènes étudiés. Dans la deuxième partie, des caractérisations optiques et chimiques ont été réalisées afin d'identifier si les contacts hétérogènes présentaient des mécanismes de dégradation particuliers à cette configuration. La dernière partie a quant à elle permis d'étudier l'influence d'un milieu humide sur la réponse électrique des contacts hétérogènes et de comparer les performances à celles des contacts homogènes.

5.2. Influence du déplacement

Dans cette partie, une étude sera menée afin de déterminer comment une configuration hétérogène peut influencer sur les propriétés des matériaux étudiés dans le chapitre précédent. En effet, bien que similaire aux contacts homogènes, l'utilisation de contact hétérogène peut grandement changer le comportement des matériaux en fretting usure comme l'a démontré Perrinet [115].

5.2.1. Régimes de glissement des contacts

5.2.1.1. Détermination des cartes de fretting

Tout comme pour les couples homogènes, il est possible d'identifier la frontière entre glissement partiel (GP) et glissement total (GT) pour les couples hétérogènes sélectionnés. Ainsi, à partir d'essais de débattement variable (§4.2.1.1) des cartes de fretting ont été déterminées traçant l'amplitude de transition (δ^*_t) en fonction de la charge (P) appliquée (Figure 5.2).

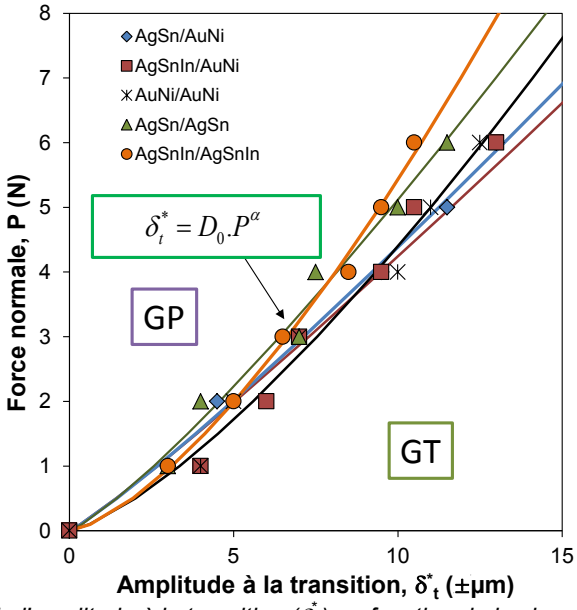


Figure 5.2 : Evolution de l'amplitude à la transition (δ^*_t) en fonction de la charge (P) pour des contacts hétérogènes et homogènes soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

Comme pour les couples homogènes, il est possible de modéliser l'évolution de l'amplitude à la transition (δ^*_t) en fonction de la force normale (P) par une loi puissance (équation 4.1). La Figure 5.2 trace également les cartes de fretting des contacts homogènes afin de comparer l'influence d'une configuration hétérogène. L'ensemble des coefficients (D_0 et α) permettant de modéliser les cartes de fretting de cette étude sont récapitulés dans le Tableau 5.1.

	AgSn/AuNi	AgSnIn/AuNi	AuNi/AuNi	AgSn/AgSn	AgSnIn/AgSnIn
e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
D_0	2,67	3,56	3,35	2,57	3,11
α	0,89	0,70	0,74	0,83	0,69

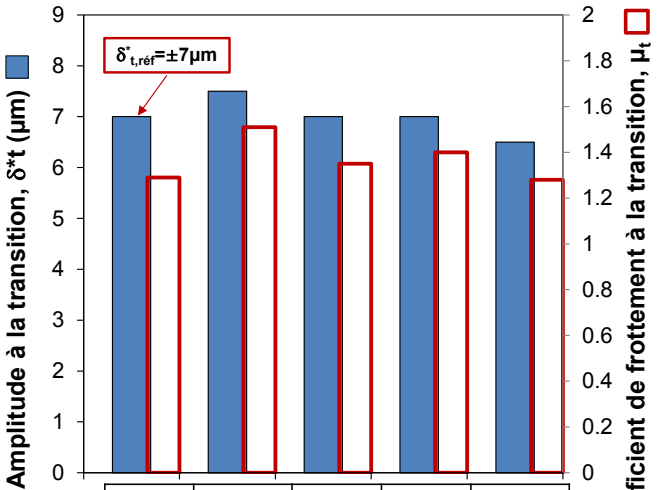
Tableau 5.1: Tableau récapitulatif des coefficients D_0 et α obtenus pour les différents couples étudiés (1N≤P≤6N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

En comparant, sur la Figure 5.2, les courbes de transition obtenues pour les contacts hétérogènes AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi, il est possible d'observer une évolution très similaire. En comparant par rapport aux courbes de transition des contacts homogènes, il semblerait que les contacts hétérogènes

suivent la même évolution que celle du contact homogène AuNi/AuNi. Il semble donc que le matériau AuNi ait un rôle limitant dans un contact hétérogène sur l'évolution de l'amplitude de transition (δ^*_t).

5.2.1.2. Comparaison des transitions GP/GT

A partir des cartes de fretting obtenues, une étude des couples a été réalisée en comparant les valeurs d'amplitude à la transition (δ^*_t) obtenues pour une charge P=3N.



	AgSn/ AuNi	AgSnIn/ AuNi	AuNi/ AuNi	AgSn/ AgSn	AgSnIn /AgSnIn
δ^*_t	7	7,5	7	7	6,5
μ_t	1,29	1,51	1,35	1,4	1,28

Figure 5.3: Amplitudes et coefficients de frottement à la transition (δ^*_t, μ_t) déterminés à P=3N des différents couples hétérogènes et homogènes étudiés (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

La Figure 5.3 compare donc les amplitudes marquant la transition GP/GT des deux couples hétérogènes sélectionnés par rapport aux contacts homogènes équivalents (AuNi/AuNi, AgSn/AgSn et AgSnIn/AgSnIn). Comme observé précédemment sur la Figure 5.2, les valeurs d'amplitudes à la transition (δ^*_t) obtenues à P=3N sont très proches. Seul le contact AgSnIn/AuNi présente une légère amélioration de l'amplitude à la transition par rapport aux contacts homogènes constitués des mêmes matériaux. Cependant, cette amélioration n'est pas assez marquée pour conclure à une quelconque influence d'un couplage hétérogène.

5.2.2. Réponse en frottement des contacts hétérogènes

5.2.2.1. Evolution du frottement au cours des cycles (analyse du cold-welding)

Une fois les domaines de transition identifiés, une étude du comportement tribologique en glissement total des contacts hétérogènes a été réalisée. Dans le précédent chapitre, une étude similaire a permis de mettre en évidence la sensibilité de certains matériaux au processus de Cold-Welding qui peut fortement influencer l'endommagement des interfaces. La Figure 5.4 trace donc l'évolution du coefficient de frottement (µ=Q*/P) en fonction des cycles de fretting appliqués pour les couples hétérogènes définis pour une amplitude de glissement fixée à δ^*_g=±9µm.

Les évolutions des coefficients de frottement des contacts homogènes équivalents ont également été reportées sur la Figure 5.4. Ainsi, en étudiant plus précisément le couple AgSnIn/AuNi, l'étude du coefficient de frottement montre une augmentation rapide de celui-ci, suivie d'une chute et d'une stabilisation à partir de 3 500 cycles (limite 2). Ce pic très élevé met en évidence une adhésion très importante dès les premiers cycles. Au fur et à mesure des cycles de fretting, cette soudure subit des déformations plastiques et des cisaillements qui vont entrainer sa rupture soudaine, d'où une chute

brutale du ratio μ. Les débris formés vont progressivement diminuer cette adhésion, ce qui va activer le processus d'abrasion dans le contact et permettre d'établir un régime de glissement total (Figure 4.7). Ce comportement tribologique est similaire au contact homogène AgSnIn/AgSnIn. Néanmoins, le collage initial semble moins marqué. Cette différence d'intensité peut être attribuée au dépôt AuNi servant de contre-corps. En effet, il est possible d'observer que l'évolution du coefficient de frottement du contact homogène AuNi/AuNi est certes élevée mais n'est pas aussi brutale que celui du contact AgSnIn/AgSnIn. De plus, les dépôts constituant le contact hétérogène ne sont pas formés des mêmes matériaux, ce qui peut entrainer une diminution des liaisons métalliques formées, d'où un collage moins intense.

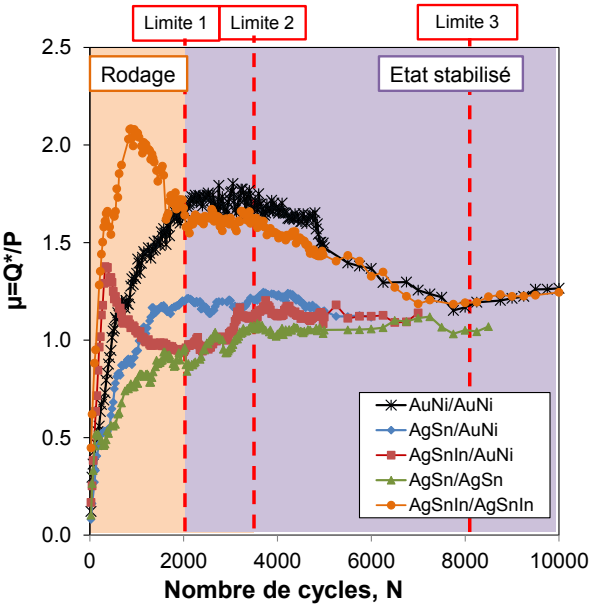


Figure 5.4 : Evolution de μ=Q/P en fonction des cycles de fretting des couples hétérogènes (AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi) et des couples homogènes (AgSn/AgSn, AuNi/AuNi et AgSnIn/AgSnIn) soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2μm et e_{AuNi}=1,3μm, δ^*_g =±9μm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).*

En ce qui concerne le couple hétérogène AgSn/AuNi, le coefficient de frottement augmente progressivement au cours des cycles jusqu'à atteindre une valeur stabilisée à partir de 1 500 cycles (limite 1). Le processus abrasif va alors se mettre en place dans l'interface, ce qui va permettre d'établir un régime de glissement total très rapidement (Figure 4.8). En comparant cette évolution avec celles des contacts homogènes, il est possible de voir que l'utilisation d'un matériau non adhérent dans un contact hétérogène permet de diminuer le processus de Cold-Welding observé pour le contact AuNi/AuNi.

De plus, comme cela a été observé pour les couples homogènes, et par Viafara, Hirst et Archard [213]–[215], la dureté des matériaux joue un rôle important sur le type d'usure activé dans un contact. Ainsi, pour le cas des contacts hétérogènes AgSnIn/AuNi, les matériaux constituants l'interface sont ceux ayant la dureté la plus faible, ce qui va entrainer un contact constitué de liaisons métalliques de grande taille et des déformations plastiques élevées. Au contraire, pour le cas du couple hétérogène AgSn/AuNi, celui-ci est aussi constitué d'un matériau AgSn avec une dureté un peu plus élevée que le matériau AgSnIn, ce qui tend à diminuer la surface de contact. Cependant, la limitation des processus adhésifs est surtout due à la présence d'une couche d'oxydes protectrice à la surface, jouant le rôle de barrière. Cette couche, très fine, se crée à partir de l'étain qui tend à migrer à la surface [153].

5.2.2.2. Influence du déplacement sur le frottement

Dans cette partie, une analyse du coefficient de frottement (μ=Q*/P) a été menée pour d'autres amplitudes de glissement (δ^*_g) allant de ±2μm à ±16μm. Comme pour les contacts homogènes, deux variables sont considérées pour cette étude : μ_{max} et μ_{moy} (Figure 5.5).

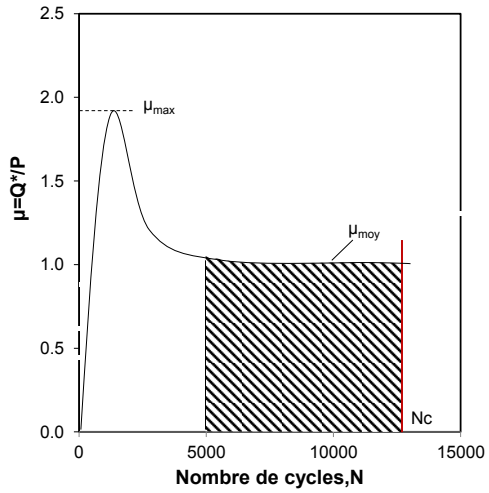


Figure 5.5 : Représentation schématique des valeurs μ_{max} et μ_{moy}.

➢ **Etude de μ_{max}/μ_{moy}**

En traçant le ratio μ_{max}/μ_{moy} en fonction des amplitudes de glissement (δ^*_g) (Figure 5.6), les résultats ont permis d'étudier la réponse en frottement des deux couples hétérogènes sélectionnés et de les comparer aux couples homogènes constitués des mêmes matériaux. Les résultats montrent tout d'abord que pour les couples hétérogènes, les valeurs du ratio μ_{max}/μ_{moy} varient peu en fonction de l'amplitude de glissement imposée.

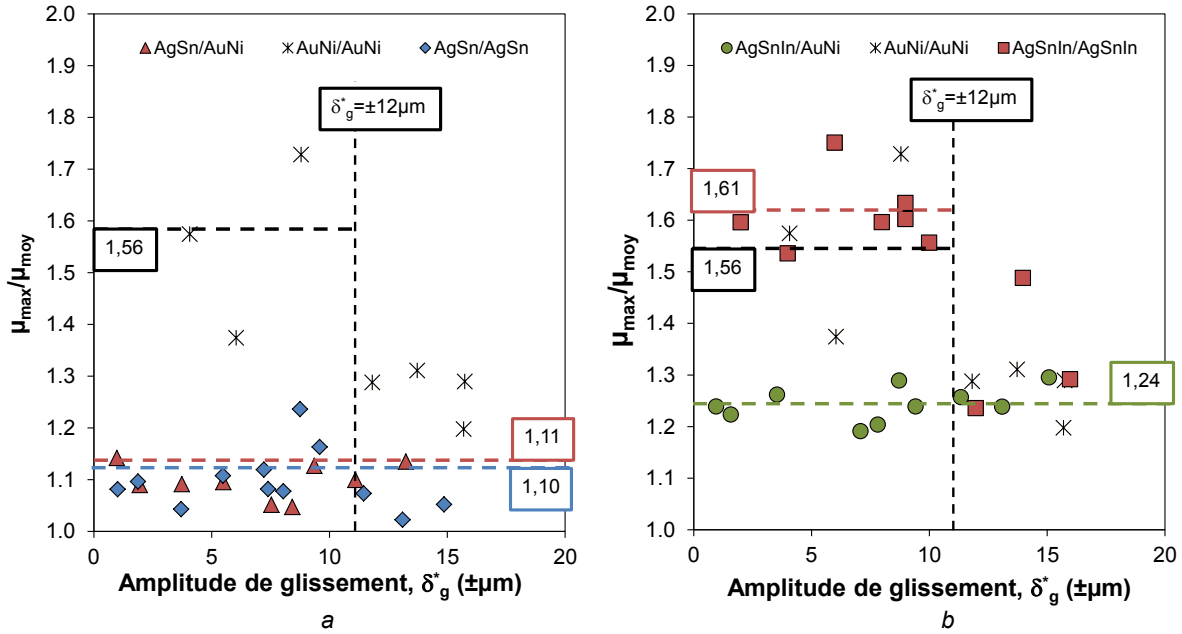


Figure 5.6 : Etude de l'influence du déplacement sur la réponse en frottement ($e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2\mu m$ et $e_{AuNi}=1,3\mu m$, $\pm 2\mu m<\delta^*_g<\pm 16\mu m$, P=3N, f=30Hz, HR=10% et T=25°C), ratio entre la réponse maximale et la réponse moyenne des contacts (μ_{max}/μ_{moy}) :a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

Plus précisément, en moyennant ces ratios sur tous les déplacements étudiés, il est possible d'obtenir une grandeur caractérisant la réponse en frottement des contacts. Pour les couples hétérogènes AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi, ces valeurs sont respectivement de 1,11 et 1,24.

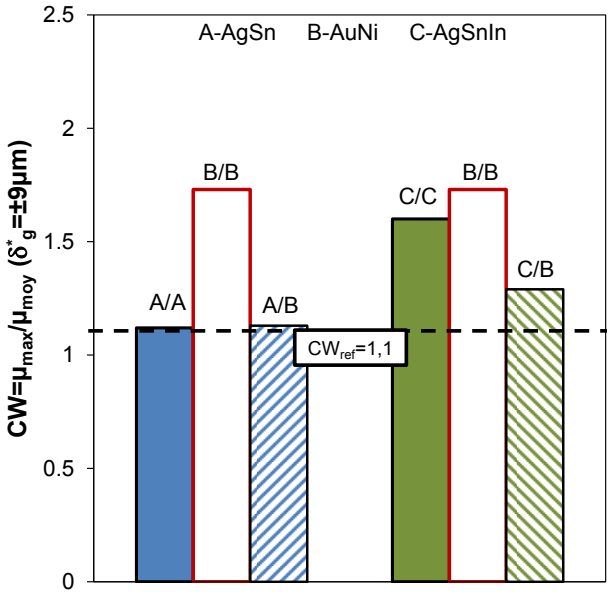


Figure 5.7 : Comparaison du critère CW établi à δ^*_g=±9µm des contacts étudiés (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

En comparant le ratio CW établi à δ^*_g=±9µm du contact AgSn/AuNi au critère CW_{ref}=1,1 (Figure 5.7) défini dans le chapitre 4, il est possible de confirmer que ce contact n'est pas sensible au collage. En effet, lors de l'étude de l'évolution du coefficient de frottement au cours des cycles de fretting (Figure 5.4), il a été montré que ce contact était peu soumis à des mécanismes d'adhésion et que le contact atteignait rapidement un régime de glissement total stabilisé. De plus, en comparant par rapport aux ratios des contacts homogènes, il est possible d'observer que l'adhésion dans le contact est aussi faible que pour le contact homogène AgSn/AgSn. Il semblerait donc que le couplage d'un matériau adhérent avec un matériau peu collant permet de réduire la sensibilité au Cold-Welding du contact.

En ce qui concerne le contact AgSnIn/AuNi, le contact présente un ratio supérieur au critère CW_{ref}=1,1 (Figure 5.7). Cette valeur élevée montre que le contact hétérogène est soumis à des contraintes tangentielles importantes avant de se stabiliser. Considérant l'étude du ratio µ au cours des cycles de fretting (Figure 5.4), cela confirme qu'il existe toujours des processus adhésifs dès les premiers cycles avant que les contraintes de cisaillement ne viennent rompre l'interface collée et ainsi activer un mécanisme d'abrasion et un régime de glissement total. Cependant, cette adhésion semble moins importante que celle des contacts homogènes des mêmes matériaux qui ont respectivement des ratios de 1,61 et 1,56. Ainsi il est possible de conclure que le couplage hétérogène de deux matériaux adhérents ne permet pas de supprimer la sensibilité au Cold-Welding. Néanmoins, les dépôts étant différents, leur affinité pour former des liaisons métalliques est plus faible.

➢ **<u>Définition du coefficient de frottement moyen</u>**

A partir des résultats précédents, il est possible de déterminer les coefficients de frottement des différents couples étudiés. Pour cela, les ratios μ_{moy} ont été considérés et moyennés afin d'obtenir une valeur représentative telle que :

$$\overline{\mu} = \frac{1}{X} \cdot \sum_{i=1}^{X} \mu_{moy}(i) \qquad (5\text{-}1)$$

avec X le nombre total de valeurs moyennées.

Ces valeurs ont été déterminées pour plusieurs essais de fretting avec des paramètres de chargement fixes (P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) mais pour différentes amplitudes de glissement ($\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm). La Figure 5.8 et le Tableau 5.2 comparent les coefficients de frottement moyens ($\overline{\mu}$) et les écarts-type des couples hétérogènes étudiés et des couples homogènes correspondants.

	AgSn/ AuNi	**AgSnIn/ AuNi**	**AuNi/ AuNi**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**
e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
Coefficient de frottement moyen, $\overline{\mu}$	1,12	1,10	1,18	0,89	1,29
Ecart-type, σ	0,08	0,06	0,18	0,13	0,1

Tableau 5.2: Tableau récapitulatif des coefficients de frottement moyens ($\overline{\mu}$) et des écart-types des différents couples étudiés ($\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

En comparant les différents coefficients de frottement, il est possible de constater que les valeurs obtenues pour les contacts hétérogènes sont voisines (1,12 et 1,10). Plus précisément, les coefficients de frottement des contacts hétérogènes sont du même ordre que celui du contact homogène AuNi/AuNi (1,18). En revanche, par rapport aux autres contacts homogènes (AgSn/AgSn et AgSnIn/AgSnIn), ces coefficients de frottement sont bien distincts. Cette tendance confirme l'effet limitant du contre-corps AuNi dans les contacts hétérogènes.

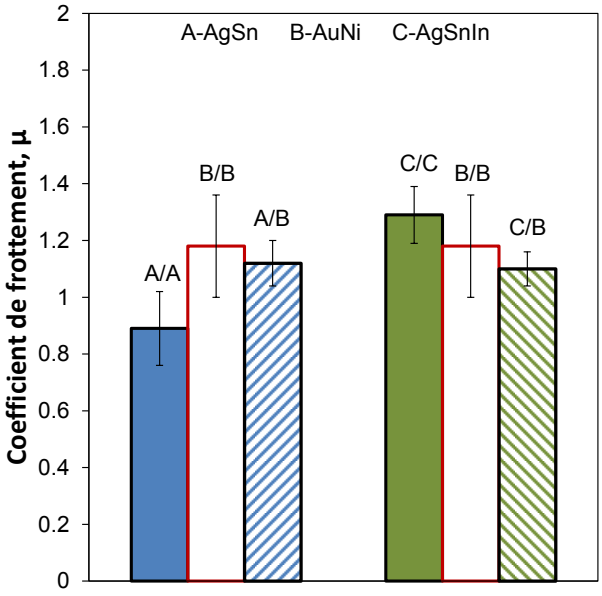


Figure 5.8 : Coefficient de frottement moyen ($\overline{\mu}$) des deux couples hétérogènes sélectionnés et des couples homogènes constitués des mêmes matériaux (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, $\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz).

5.2.3. Réponse électrique des contacts hétérogènes

5.2.3.1. Détermination des courbes d'endurance

L'étude précédente a permis de décrire qualitativement le comportement tribologique de certains contacts hétérogènes. Elle a également permis de mettre en évidence que le fait d'appairer des matériaux différents permettait d'améliorer, dans certains cas, les propriétés tribologiques. Il est donc maintenant intéressant de voir si l'utilisation de contacts hétérogènes peut également modifier l'endurance électrique et la cinétique d'usure du contact.

Pour réaliser cette étude, la même procédure de test a été appliquée ($\pm$2µm<δ^*_g<$\pm$16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) sur les couples hétérogènes étudiés. Les amplitudes de glissement ont été choisies de façon à être en régime de glissement total, donc avec des amplitudes de débattement supérieures à l'amplitude de transition ($\delta^*>\delta^*_t$). Les résultats obtenus (Figure 5.9) peuvent être formalisés à partir de lois puissances déterminées grâce à des analyses ln-ln (Figure 4.13).

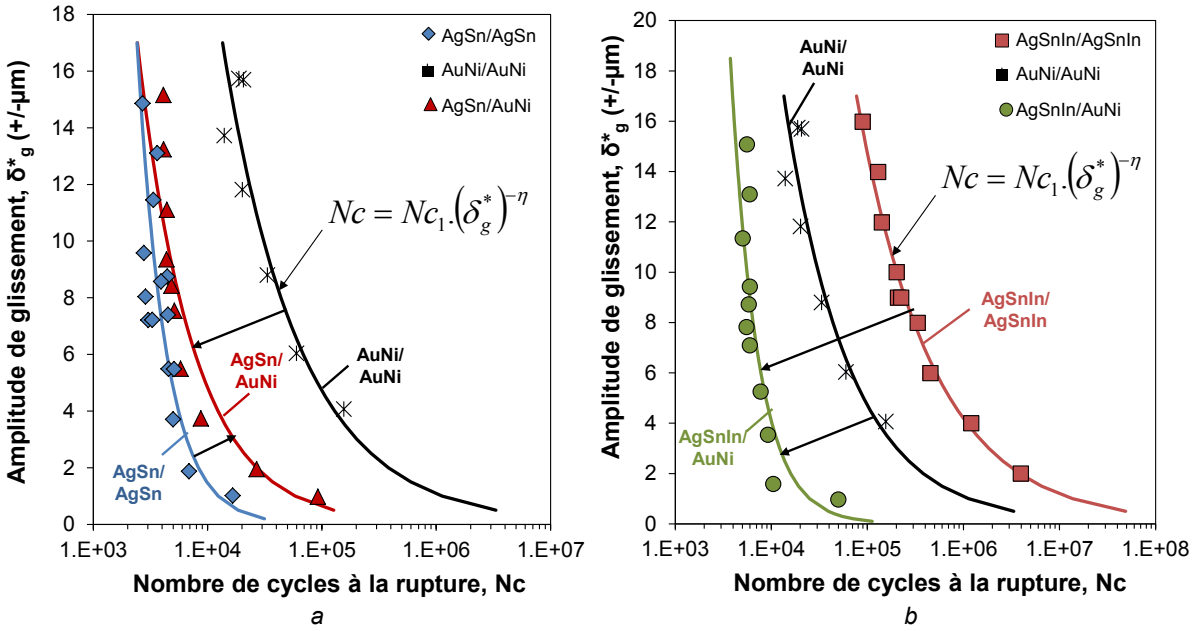


Figure 5.9 : Courbes d'endurance des couples étudiés soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, $\pm$2µm <δ^*_g <$\pm$16µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz), durée de vie du contact (Nc) en fonction de l'amplitude de glissement (δ^*_g) : a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

Les courbes tracées sur la Figure 5.9 confirment bien une augmentation de la durée de vie des contacts avec la diminution de l'amplitude de glissement appliquée. Cette évolution est la même quel que soit le type de contact étudié. Ainsi, pour chaque couple, la courbe d'endurance peut être modélisée à l'aide d'une loi puissance simple de la forme :

$$Nc = Nc_1 \times \left(\delta^*_g\right)^{-\eta} \qquad (5\text{-}2)$$

Pour les deux couples hétérogènes étudiés, les valeurs des coefficients Nc_1 et η ont été déterminées et comparées avec ceux déterminés pour les contacts homogènes dans le chapitre précédent (Tableau 5.3).

	AgSn/ AuNi	**AgSnIn/ AuNi**	**AuNi/ AuNi**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**
e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
Nc_1 (cycles)	$5{,}83.10^4$	$2{,}5.10^4$	$1{,}13.10^6$	$1{,}24.10^4$	$1{,}37.10^7$
η	1,12	0,65	1,56	0,58	1,83

Tableau 5.3: Tableau récapitulatif des coefficients Nc_1 et η obtenus pour les différents couples hétérogènes étudiés ($\pm$2µm <δ^*_g <$\pm$16µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz et T=25°C).

La Figure 5.9 permet aussi de comparer les courbes d'endurance entre les contacts homogènes et hétérogènes. Contrairement à ce qui était attendu, les courbes d'endurance des contacts hétérogènes ne correspondent pas à une moyenne des courbes d'endurance des contacts homogènes. En effet, pour les contacts constitués du matériau AgSn (Figure 5.9(a)), la courbe d'endurance du contact hétérogène AgSn/AuNi montre des performances supérieures à celles d'un contact homogène AgSn/AgSn mais restent bien inférieures à celles du contact homogène AuNi/AuNi. Cependant, le

gain obtenu reste faible, ce qui permet de supposer que le matériau AgSn limite la réponse électrique du contact hétérogène comme cela a déjà été observé par Perrinet dans le cas d'un contact Ag/Sn [115]. Pour les contacts constitués du matériau AgSnIn (Figure 5.9(b)), les courbes d'endurance montrent que les performances du contact hétérogène sont beaucoup plus faibles que les couples homogènes associés.

5.2.3.2. Comparaison des performances des couples de matériaux étudiés

Afin de mieux identifier l'influence d'un contact hétérogène sur la réponse électrique, une comparaison des différents contacts a été réalisée. Pour réaliser cette comparaison, les deux méthodes utilisées dans le chapitre 4 ont été considérées (Nc_{ref} et $\overline{Nc}$). Ces deux méthodes ont été appliquées sur les deux contacts hétérogènes sélectionnés (AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi) ainsi que sur les contacts homogènes correspondants (AgSn/AgSn, AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi). Les données obtenues ont ensuite été reportées dans le Tableau 5.4.

	AgSn/ AuNi	**AgSnIn/ AuNi**	**AuNi/ AuNi**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**
e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
Nc_{ref} (cycles)	4 827	5 835	33 380	4 434	209 300
$\overline{Nc}$ (cycles)	4 772	5 737	31 895	3 594	246 000

Tableau 5.4: Tableau récapitulatif des endurances $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} ($\delta^*_{g,ref}=\pm 9\mu m$) obtenues pour les différents couples étudiés (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et $\delta^*_g=\pm 9\mu m$).

La Figure 5.10 montre bien que les deux méthodes sont satisfaisantes pour comparer les endurances des contacts. Elle confirme également que les contacts hétérogènes n'ont pas de performances supérieures aux contacts homogènes. Ainsi, il semblerait que le couplage d'un dépôt performant (AuNi) avec un dépôt moins performant (AgSn) permet seulement une faible amélioration des performances du plus faible (AgSn/AgSn). Cette configuration est proche d'un contact hétérogène Ag/Sn étudié par Perrinet [115]. Dans ces travaux, celui-ci a montré que les performances d'un couplage hétérogène noble/non noble étaient contrôlées par la réponse électrique du dépôt non noble qui génère des particules d'oxydes abrasifs dans l'interface, ce qui va accélérer l'usure du dépôt noble et donc réduire l'endurance. Dans cette étude, le dépôt AgSn est constitué de 20wt% d'étain qui va donc générer une quantité non négligeable d'oxydes d'étain. Ainsi, l'analyse du contact couplant un dépôt noble (AuNi [bon]) et un dépôt semi-noble (AgSn [mauvais]) donne lieu à un comportement intermédiaire très proche du couple mauvais (Figure 5.10(a)).

Dans ces travaux, Perrinet [115] a également montré que le couplage hétérogène noble/noble était contrôlé par la réponse électrique du contact homogène équivalent le moins performant. Selon cette observation, il est logique de s'attendre à ce que les performances du contact AgSnIn/AuNi soient proches des performances du contact AuNi/AuNi. Or la durée de vie du couple mixte est inférieure à celle des deux couples homogènes. Pour expliquer cette tendance, il faut d'abord noter que le dépôt AgSnIn peut être assimilé à un dépôt qui peut être qualifié de « faux noble ». En effet, son bon comportement en configuration homogène peut être associé à la formation d'ITO conducteurs. Pour la configuration hétérogène, il est possible de supposer une sous-concentration en In, ce qui ne permet pas de générer assez d'ITO dans l'interface capable de maintenir le lit de débris conducteur. La présence de Sn dans le contact va alors favoriser la formation d'oxydes SnO qui vont accélérer très fortement l'usure du dépôt AuNi d'où une rupture électrique rapide. Ces résultats montrent donc que le couplage de deux matériaux « bons » (AgSnIn et AuNi) peut donner lieu à un contact hétérogène mauvais. En effet, le dépôt AgSnIn peut être considéré comme un « faux noble », ce qui entraine une rupture électrique très rapide (Figure 5.10(b)).

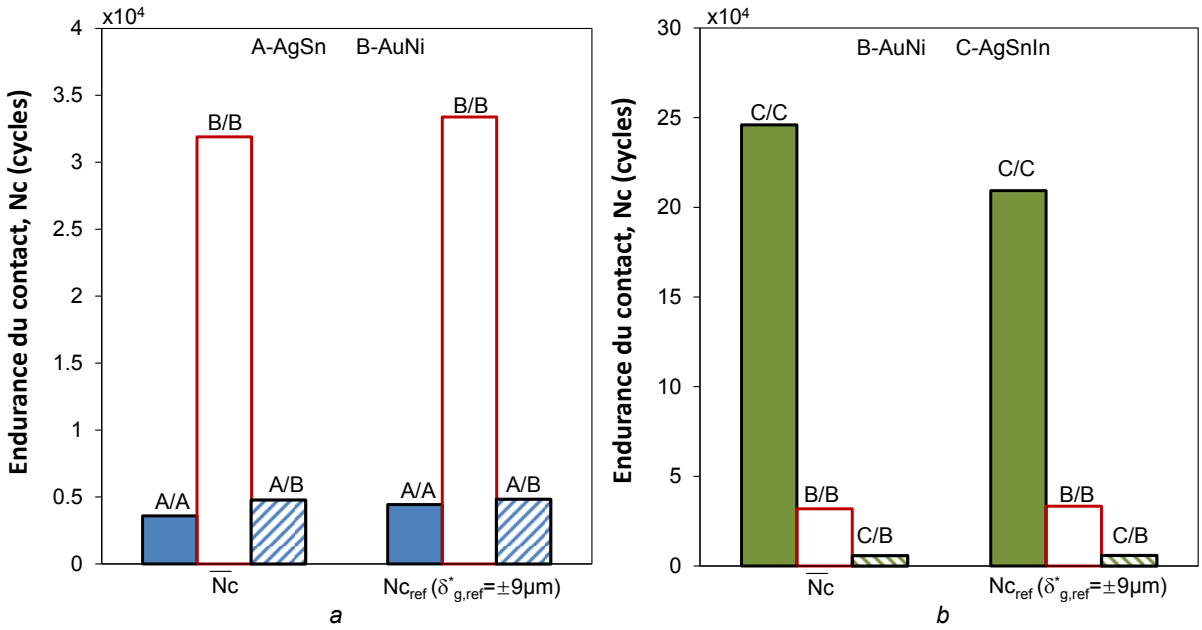


Figure 5.10 : Comparaison directe des endurances des cinq couples de matériaux étudiés soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=e_{AgSnIn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, T=25°C et f=30Hz) selon les critères $\overline{Nc}$ et Nc_{ref} ($\delta^*_{g,ref}$=±9µm) : a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

5.3. Identification des mécanismes de dégradation

Afin d'identifier les mécanismes responsables de la dégradation des contacts et donc de la résistance, une caractérisation physico-chimique a été réalisée sur les deux contacts hétérogènes. Pour réaliser cette étude, des essais interrompus ont été réalisés, comme pour les couples homogènes (Figure 4.20), qui consistent à fixer les paramètres de chargement P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm mais en faisant varier le nombre de cycles appliqués (N) jusqu'à atteindre le nombre de cycles à la rupture électrique (Nc).

5.3.1. Etude de la dégradation de l'interface

Pour chaque couple hétérogène, des analyses chimiques ont été réalisées sur les différents faciès d'usure obtenus afin de suivre la dégradation du contact au cours des cycles de fretting. A partir d'images MEB (Figure 5.11), de quantification EDX (Figure 5.12) et d'analyses Raman (Figure 5.13), des scénarios ont été établis pour comprendre les processus entrainant la dégradation de la résistance électrique de contact jusqu'à une valeur seuil de rupture.

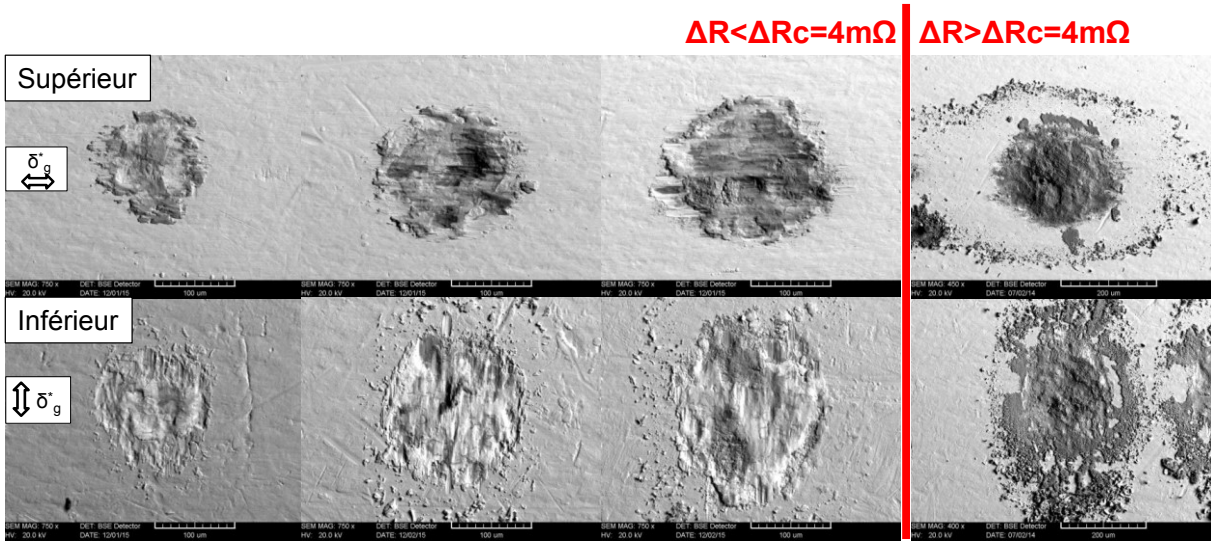


Figure 5.11 : Analyses MEB (BSED) des faciès d'usure des échantillons supérieurs et inférieurs obtenus à partir des essais interrompus (AgSn/AuNi, e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

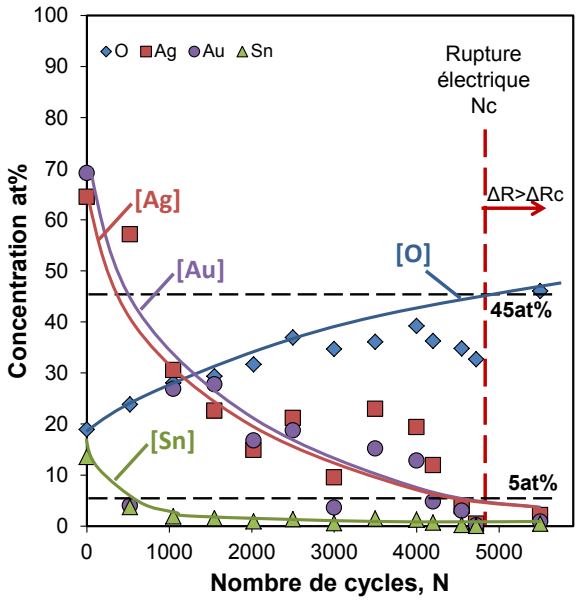


Figure 5.12 : Concentrations atomiques moyennes des éléments Ag, Au, O et Sn en fonction des cycles de fretting (AgSn/AuNi, e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, δ^*_g=±9 µm, HR=10%, P=3N, T=25 °C, f=30Hz).

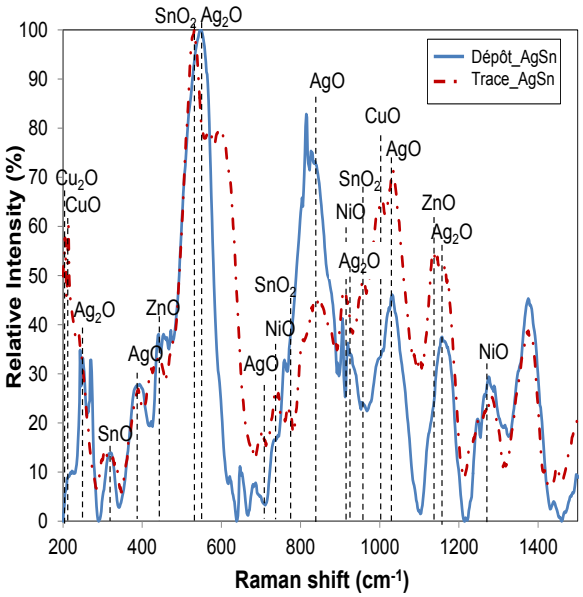


Figure 5.13 : Spectres Raman (λ=532nm) d'un contact AgSn/AuNi (e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C HR=10% et δ^*_g=±9 µm) : analyses sur l'échantillon inférieur AgSn.

De manière générale, les expertises menées sur les deux couples hétérogènes permettent de conclure que la dégradation de la résistance électrique de contact est due à un endommagement de l'interface. Cet endommagement est principalement une usure du contact qui va entrainer une dégradation des différentes couches dégradant ainsi les revêtements conducteurs à base d'argent et d'or et va permettre l'apparition dans le contact des éléments non nobles tels que le nickel, le cuivre ou le zinc. Ces éléments non nobles vont alors s'oxyder et former progressivement une couche isolante dans l'interface. Couplés à l'élimination des éléments conducteurs, les éléments piégés vont entrainer une perte de conduction qui va aboutir à une augmentation de la résistance électrique de contact au-delà de la valeur seuil ΔRc=4mΩ. Les analyses chimiques confirment quant à elle que la

rupture électrique de ces couples est liée aux mêmes critères de concentration que ceux déterminés pour les contacts homogènes [227]. Ainsi il est possible de caractériser cette rupture électrique par :

$$\text{Nc } (\Delta R>4m\Omega) \text{ quand } [Ag+Au]_{d=0.2\varnothing f} < [Ag+Au]_{th} \approx 5at\% \quad (5\text{-}3)$$

$$\text{et } [O]_{d=0.2\varnothing f} > [O]_{th} \approx 45at\% \quad (5\text{-}4)$$

Quelques nuances ont tout de même été mises en évidence selon le couple hétérogène étudié. Ainsi, pour le contact AgSn/AuNi, la forte concentration en étain dans le matériau AgSn entraine la présence d'oxydes d'étain dans le contact initial. Les oxydes d'étain, très abrasifs, vont alors entrainer une dégradation accélérée du contact.

Pour le contact AgSnIn/AuNi, les analyses chimiques ont montré une très faible concentration en indium et étain, ce qui laisse penser que la formation d'ITO n'est pas aussi importante que pour le cas d'un contact homogène AgSnIn/AgSnIn. De fortes concentrations en cuivre et en zinc (40at% et 18at%) sont aussi observées. Il est possible de supposer l'existence d'une usure importante dans le contact et d'une forte oxydation des éléments non nobles (mauvais conducteurs). Ces analyses permettent donc de confirmer la précédente hypothèse concernant la rupture électrique rapide du contact hétérogène AgSnIn/AuNi par rapport aux contacts homogènes AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi.

5.3.2. Comportement en usure des contacts électriques

Les analyses précédentes montrent bien que la dégradation de la résistance de contact est due à une usure des interfaces. L'objectif de cette partie est donc de quantifier cette usure afin de déterminer les cinétiques d'endommagement des contacts hétérogènes.

Comme pour l'étude des contacts homogènes, des profils 3D ont été réalisés sur les faciès d'usure afin de déterminer le volume usé total (V), tenant compte des volumes négatif et positif ($V_{(-)}$ et $V_{(+)}$), tels que:

$$V = V_s + V_i \quad (5\text{-}5)$$

$$\text{Aavec } V_s \text{ ou } V_i = V_{(-)} - V_{(+)}$$

Ces analyses de surface ont montré et confirmé que le volume usé total (V) d'un contact, même hétérogène, évoluait linéairement avec les cycles de fretting appliqués ou encore avec le travail d'Archard (Figure 5.14). Cette tendance a été observée pour les deux contacts hétérogènes (AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi) étudiés dans ce chapitre. Cette linéarité permet donc de définir, comme pour les contacts homogènes, des coefficients d'usure K_N (μm^3/cycle) et K (μm^3/(N.m)) caractérisant la cinétique d'usure de ces contacts, tel que :

$$V = K_N \times N \text{ et } V = K \times \sum W \quad (5\text{-}6)$$

$$\text{avec } \sum W = 4.\delta_g^*.N.P \quad (5\text{-}7)$$

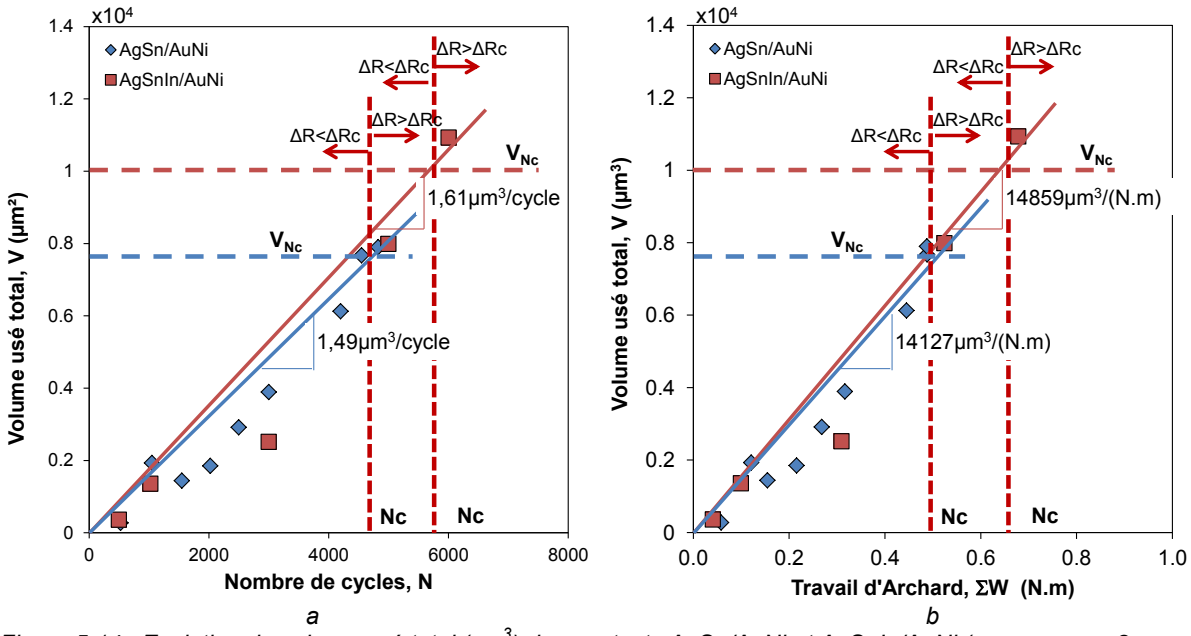


Figure 5.14 : Evolution du volume usé total (µm³) des contacts AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi (e_{AgSnIn}=e_{AgSn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, *P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et* δ^*_g=±9µm) : a) *en fonction des cycles de fretting ; b) en fonction du travail d'Archard (N.m).*

Cette linéarité de l'usure dans les contacts en fonction des cycles de fretting permet également de déterminer un volume usé seuil (V_{Nc}) caractérisant l'endommagement de l'interface à la rupture électrique (Nc) des différents couples hétérogènes. Les valeurs ainsi obtenues sont récapitulées dans le Tableau 5.5 et comparées à celles obtenues pour les contacts homogènes.

	AgSn/ AuNi	**AgSnIn/ AuNi**	**AuNi/ AuNi**	**AgSn/ AgSn**	**AgSnIn/ AgSnIn**
e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
Nc (cycles)	4 827	5 835	33 380	4 434	209 300
V_{Nc} (µm³)	7 899	10 929	57 200	11 550	273 000
K_N (µm³/cycle)	1,49	1,61	1,42	2,36	1,74
K (µm³/(N.m))	14 127	14 859	13 276	23 267	16 165

Tableau 5.5: Tableau récapitulatif de l'ensemble des variables obtenus lors de l'étude de la cinétique d'usure des contacts (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

A partir des valeurs déterminées précédemment, il est possible de comparer les différents contacts en fonction de leur endommagement. Pour réaliser cette comparaison, le volume usé seuil (V_{Nc}) a été tracé en fonction des durées de vie (Nc) des différents contacts sur la Figure 5.15. Encore une fois, il semblerait que la dégradation (V_{Nc}) de l'interface soit proportionnelle à l'endurance du contact (Nc) telle que :

$$V_{Nc} = K_{Nc} \times Nc \tag{5-8}$$

avec K_{Nc}=1,81 µm³/cycles

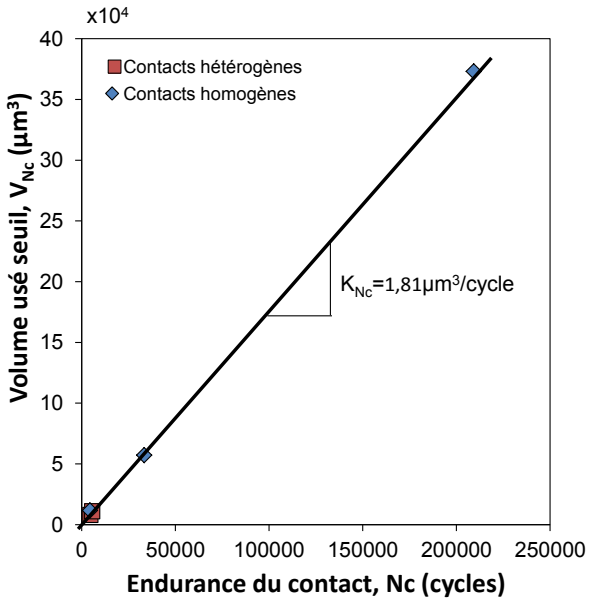


Figure 5.15 : Evolution du volume usé à la rupture électrique (V_{Nc}) en fonction de l'endurance (Nc) des contacts homogènes et hétérogènes (e_{AgSnIn}=e_{AgSn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm).

Cette évolution linéaire confirme les conclusions présentées dans le cas des contacts homogènes, à savoir, que la composition des revêtements constituant les contacts influence peu la cinétique d'usure mais les volumes usés à la rupture électrique (V_{Nc}) nécessaire pour éliminer les éléments conducteurs de l'interface et/ou pour former une couche d'oxydes isolante dans l'interface ($[O]_{th}$=45at%). Ainsi, plus un contact sera composé d'éléments conducteurs, plus il sera nécessaire d'user l'interface pour atteindre la rupture électrique et plus la durée de vie électrique sera conséquente.

5.4. Influence d'un environnement humide

Tout comme pour les contacts homogènes, les conditions environnementales sont aussi des facteurs importants dont il faut tenir compte lors de l'étude des performances électriques [116], [196], [197]. Or, les précédents travaux ont été menés en maintenant constante l'humidité relative à 10%. L'objectif de cette dernière partie est donc d'étudier la réponse des deux contacts hétérogènes soumis à des sollicitations de fretting couplées à une atmosphère humide. Pour réaliser cette étude, les contacts hétérogènes ont été soumis à des sollicitations de fretting (P=3N, f=30Hz et T=25°C) avec des amplitudes de glissement (δ^*_g) allant de ±2µm à ±16µm et trois humidités relatives différentes : 10%, 50% et 85%.

5.4.1. Influence de l'humidité sur les propriétés tribologiques des contacts

A partir des essais réalisés et des résultats obtenus, il a été possible de déterminer les performances des différents contacts hétérogènes étudiés à l'aide des endurances de références (Nc_{ref}) déterminées pour $\delta^*_{g,ref}$=±9µm. Cette analyse a également été couplée à une étude des coefficients de frottement (µ=Q*/P) des contacts. Afin d'avoir une valeur représentative du contact, le coefficient de frottement est déterminé en moyennant les ratios obtenus pour les différentes amplitudes étudiées entre ±2µm et ±16µm. Comme précédemment, ces résultats ont été comparés à ceux obtenus dans le cas des contacts homogènes (Tableau 5.6).

		AgSn/ AuNi	AgSnIn/ AuNi	AuNi/ AuNi	AgSn/ AgSn	AgSnIn/ AgSnIn
	HR (%)/e (µm)	2/1,3	2/1,3	1,3	2	2
Nc_{ref} (cycles)	**10**	4 772	5 737	26 070	4 434	209 300
	50	1 893	91 651	121 000	1 973	331 080
	85	30 997	66 365	49 200	6 188	471600
Coefficient de frottement moyen, $\overline{\mu}$	**10**	1,12	1,1	1,28	0,89	1,29
	50	0,83	0,97	0,97	0,93	1,28
	85	1,09	1,08	1,16	0,77	1,27

Tableau 5.6: Tableau récapitulatif des endurances références (Nc_{ref}) et des coefficients de frottement ($\overline{\mu}$) obtenus pour les différents couples hétérogènes (P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et $\delta^*_{g,ref}$=±9µm) soumis à trois humidités relatives différentes (10%, 50% et 85%).

Pour déterminer l'influence de l'humidité sur la réponse tribologique des contacts, les données de chaque contact ont été reportées sur un même graphique (Figure 5.16) permettant de comparer l'évolution des durées de vie en fonction de l'humidité relative imposée. Les résultats montrent qu'en milieu humide, les contacts hétérogènes ont des comportements différents par rapport à un contact sec. Cette différence est surtout visible pour le contact AgSnIn/AuNi où les performances du contact semblent supérieures aux performances du « maillon faible », à savoir AuNi/AuNi (Figure 5.16(b)). Comme pour le cas des contacts homogènes, une forte augmentation est observée dès HR=50%. En ce qui concerne le contact AgSn/AuNi, ces performances sont très similaires à celles du contact homogène le plus faible (AgSn/AgSn) sauf à HR=85% où une très nette amélioration est observée (Figure 5.16(a)).

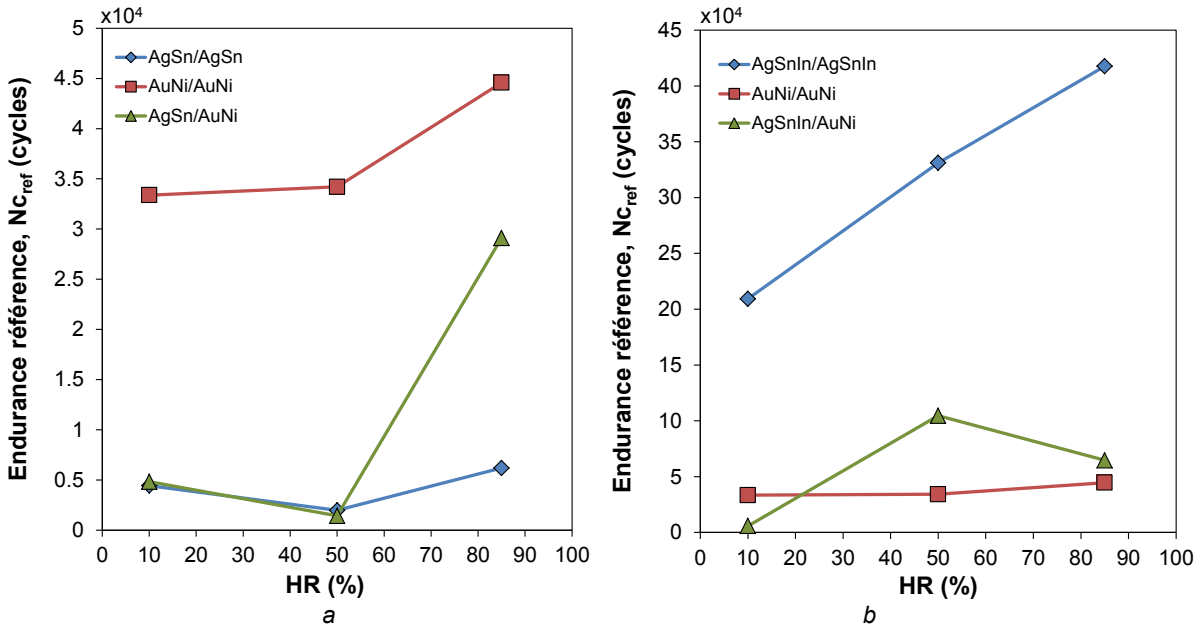


Figure 5.16 : Endurances références (Nc_{ref}) des contacts étudiés (e_{AgSnIn}=2µm, e_{AgSn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, T=25°C et f=30Hz) pour différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%) : a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

Pour compléter ces résultats, le coefficient de frottement et les volumes usés seuils (V_{Nc}) des contacts hétérogènes ont aussi été tracés en fonction de l'humidité relative (Figure 5.17). Les coefficients de frottement et les volumes ont été déterminés pour les contacts soumis à une amplitude de glissement fixée à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm.

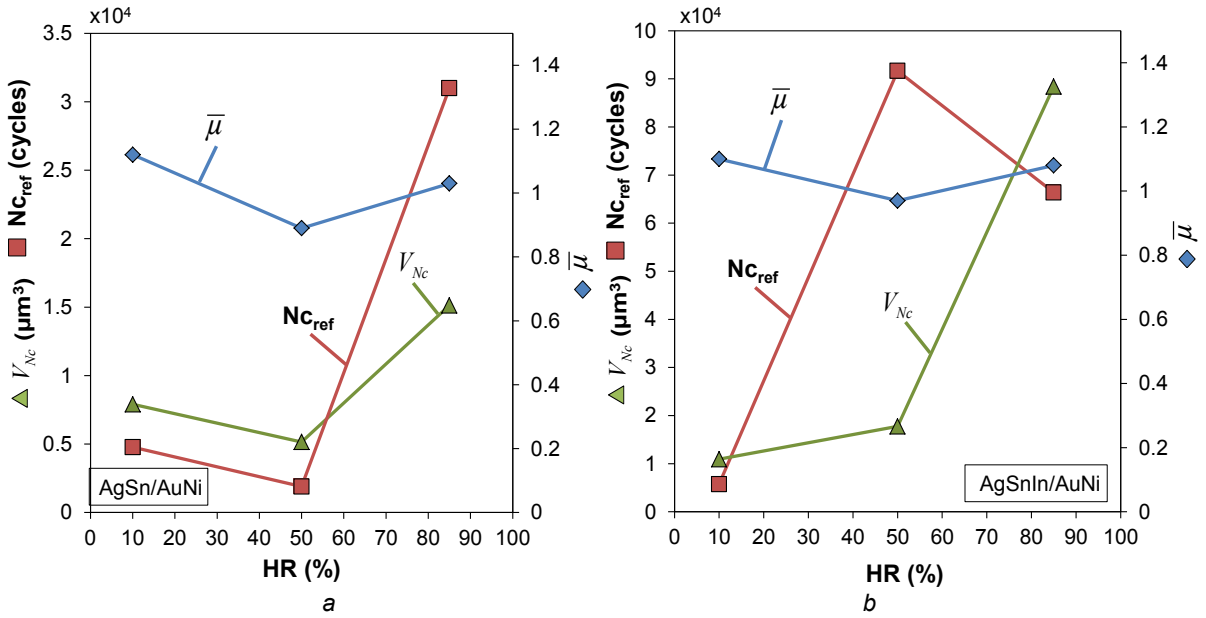


Figure 5.17 : Endurances références (Nc_{ref}), coefficients de frottement moyens ($\overline{\mu}$) et volumes usés seuil (V_{Nc} à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm) des contacts étudiés (e_{AgSnIn}=e_{AgSn}=2µm et e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, T=25°C et f=30Hz) pour différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%) : a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

Comme pour le cas des contacts homogènes, les graphiques de la Figure 5.17 montrent bien que l'évolution de l'endurance des contacts est liée à celle du coefficient de frottement. En effet, globalement il est possible de déduire qu'une chute du coefficient de frottement entraine une diminution de l'usure dans l'interface et donc une augmentation de l'endurance (Nc). Ces résultats confirment donc l'activation d'une lubrification dans le contact.

Afin de compléter cette analyse, les volumes usés seuils (V_{Nc}) mesurés aux ruptures électriques pour $\delta^*_{g,ref}$=±9µm ont également été reportés sur les graphiques de la Figure 5.17. Comme pour le cas des contacts homogènes, il est attendu que les volumes usés seuils (V_{Nc}) d'un contact soumis à différentes humidités soient voisins s'il est supposé que la lubrification joue seulement sur la cinétique d'usure. Or en observant les valeurs obtenues, il est possible de remarquer que les volumes d'usure associés à la rupture électrique varient en fonction de l'humidité appliquée. Au cours de l'étude réalisée sur les contacts homogènes, il a été supposé que l'humidité favorisait le maintien des débris dans le contact, entrainant la formation d'un 3ème corps lubrifiant et entrainant un volume positif plus élevé, ce qui tend à réduire le volume usé à la rupture électrique (V_{Nc}). En observant les volumes usés des couples hétérogènes, cette tendance n'est pas toujours visible. Dans certains cas, il est même possible de noter des volumes usés plus important pour les endurances améliorées. Il est donc possible de supposer que pour les contacts hétérogènes, la formation d'un 3ème corps adhérent est moins importante en présence d'humidité au profit d'une lubrification plus simple telle que la formation d'un film d'eau. Ce film va alors permettre de ralentir la cinétique d'usure. De plus, une étude [225] a montré que la présence d'eau dans l'interface contribue à l'éjection des débris, ce qui va ralentir la formation d'un 3ème corps adhérent. De ce fait, l'usure sera toujours présente et plus importante car le volume positif sera plus faible et le nombre de cycles appliqué plus grand.

5.4.2. Caractérisations des contacts soumis à un environnement humide

Afin d'identifier les processus de dégradation en fonction de l'humidité et de la composition des contacts, des analyses MEB et chimiques (EDX et Raman) ont été réalisées sur les traces de fretting obtenues pour un chargement donné (P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) aux ruptures électriques (Nc) des deux couples hétérogènes pour les trois humidités.

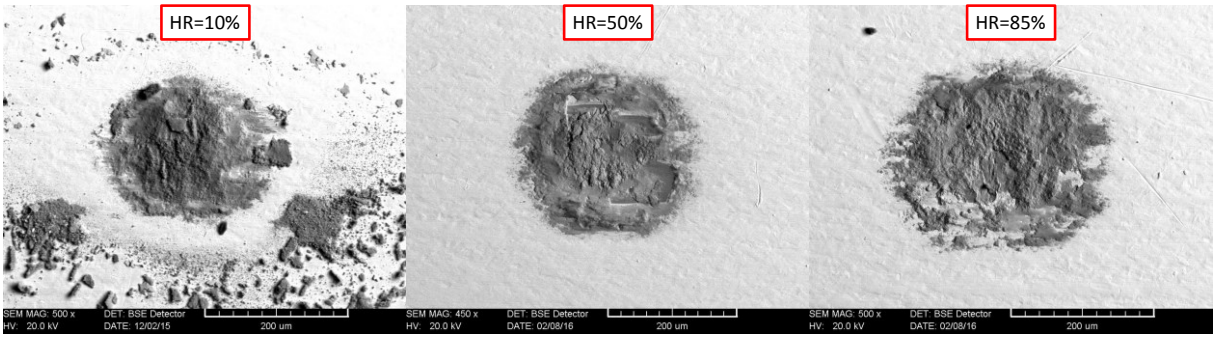
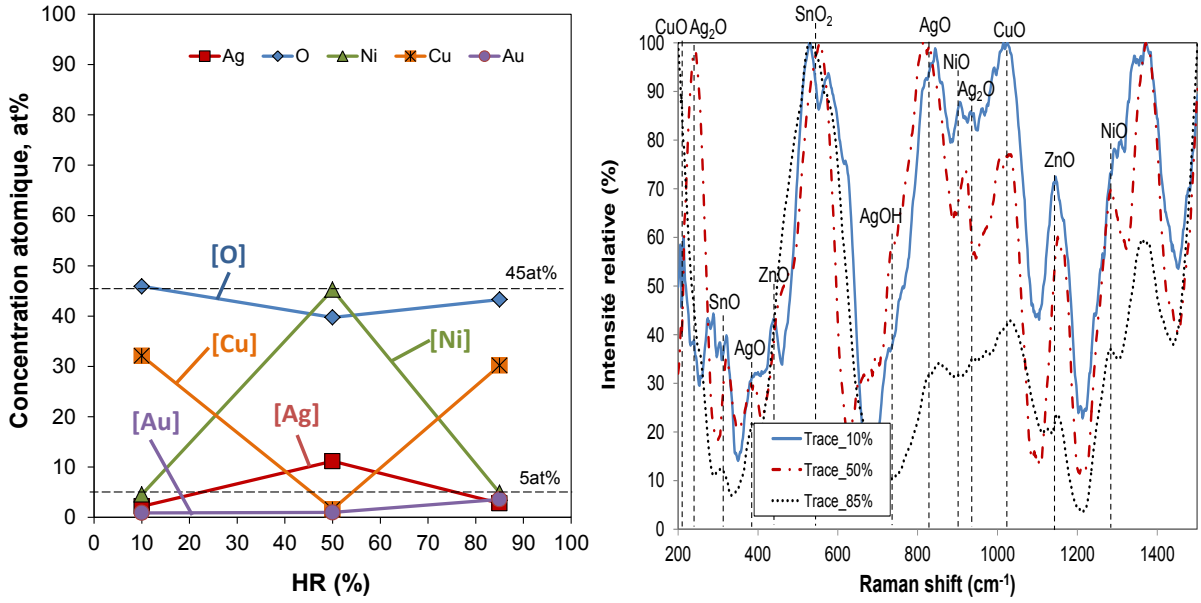


Figure 5.18 : Analyses MEB (BSED) des faciès d'usure des échantillons supérieurs (AgSn/ AuNi, e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) obtenus à différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%).



a *b*

Figure 5.19 : Analyses chimiques des faciès d'usure d'un contact AgSn/AuNi soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) à différentes humidités relatives (10%, 50% et 85%) aux ruptures électriques (Nc): a) concentrations atomiques moyennes de l'interface (EDX) et b) spectres Raman (λ=532nm) de l'échantillon inférieur AgSn.

Les résultats ont permis d'identifier sur les faciès d'usure un endommagement des contacts caractéristique d'un mécanisme d'abrasion (Figure 5.18). Il a également été possible d'identifier aux ruptures électriques de faibles concentrations en éléments nobles (Au et Ag) et de fortes concentrations en oxygène et cuivre comme pour le cas d'un contact AgSn/AuNi (Figure 5.19). Couplés aux analyses Raman, ces résultats confirment la présence d'une quantité importante d'oxydes. En étudiant le ratio entre les oxydes de cuivre et d'argent (CuO/AgO) déterminé à partir des analyses Raman du contact AgSn/AuNi (Figure 5.20), il est possible d'observer que les contacts hétérogènes soumis à de fortes humidités présentent une concentration élevée en oxydes de cuivre. Pour les contacts homogènes, le même résultat avait été observé et attribué au piégeage des débris dans un 3ème corps adhérent. Or les volumes usés seuils (V_{Nc}) ne diminuent pas avec l'humidité, ce qui permet de conclure que la grande quantité d'oxydes de cuivre est principalement due à une usure des contacts plus importante.

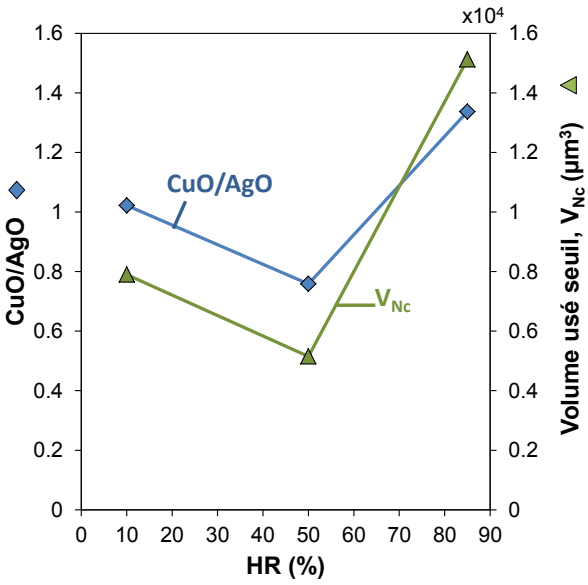


Figure 5.20 : Comparaison du ratio CuO/AgO et du volume usé seuil (V_{Nc}) d'un contact AgSn/AuNi (e_{AgSn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, *P=3N, f=30Hz, T=25°C et* δ^*_g=±9µm) *pour différentes humidités (10%, 50% et 85%).*

Considérant les concentrations aux ruptures électriques, il en est déduit que les interfaces sont soumises à une usure entrainant la formation de débris qui vont s'oxyder. La présence d'une forte humidité relative va permettre de former un film d'eau lubrifiant à l'interface. Ceci va permettre de ralentir l'usure mais aussi accélérer l'oxydation des débris. Néanmoins, ce film d'eau va également contribuer à éjecter les débris du contact. Il y a donc une compétition entre usure et oxydation.

5.5. Conclusion

Ce chapitre a étudié la réponse de couples hétérogènes (AgSn/AuNi et AgSnIn/AuNi) considérant le comportement des couples homogènes associés. En effet, dans le chapitre 4, les études ont montré que certains couples homogènes étaient sensibles au Cold-Welding pouvant entrainer une dégradation plus importante du contact. Il a également été montré que les performances étaient différentes selon les couples homogènes étudiés. L'objectif de ce chapitre est donc de coupler des matériaux ayant des comportements opposés (AgSn contre AuNi) ou similaires (AgSnIn contre AuNi) afin d'identifier les bénéfices possibles de telles associations.

Ainsi, la première partie de ces travaux a permis d'étudier l'influence du déplacement sur le comportement tribologique de ces contacts hétérogènes. Les résultats ont tout d'abord permis d'établir des cartes de fretting modélisées par une loi puissance comme pour les contacts homogènes. La comparaison des amplitudes de transition à P=3N des contacts hétérogènes a montré des valeurs très proches entre elles et similaires à celle du contact homogène AuNi/AuNi, ce qui laisse penser que le dépôt AuNi peut limiter les performances des contacts hétérogènes.

En ce qui concerne la réponse tribologique de ces contacts, l'analyse du coefficient de frottement a mis en évidence que l'assemblage d'un matériau adhérent (AuNi) avec un matériau non adhérent (AgSn) permettait de maintenir un contact non sensible au Cold-Welding. En revanche, le couplage de deux matériaux adhérents (AuNi et AgSnIn) reste sensible au Cold-Welding même si étant de nature différentes, le phénomène de collage est moins marqué que les couples homogènes associés.

Concernant la durée de vie des contacts électriques, l'endurance du couple AgSn/AuNi reste comprise entre celle du contact AgSn/AgSn et celle du couple AuNi/AuNi mais se trouve très proche du « maillon faible », c'est-à-dire du couple AgSn/AgSn. Les analyses chimiques et optiques confirment que la dégradation de la résistance électrique est liée à l'usure du matériau noble et à la

formation d'un lit d'oxydes isolants. L'usure abrasive est accélérée par les débris oxydés du dépôt non noble. Le contact AgSnIn/AuNi présente un comportement particulier. En effet, l'endurance de cette interface est plus faible que celles identifiées pour les couples homogènes respectifs AgSnIn/AgSnIn et AuNi/AuNi. L'hypothèse avancée serait que la concentration moyenne en In étant trop faible, l'effet positif des ITO n'est pas activé de sorte que la durée de vie du couple AgSnIn/AuNi devient équivalente à celle du couple AgSn/AuNi.

La dégradation électrique étant régie par l'usure du contact, une étude a été menée pour quantifier cet endommagement. Elle a permis de mettre en évidence, comme pour le cas des contacts homogènes, une évolution linéaire du volume usé à la rupture électrique en fonction des endurances. Ainsi, le fait que la même tendance ait été observée aussi bien en contact hétérogène qu'en contact homogène permet de conclure que la composition des matériaux constituant les contacts n'influence pas la cinétique d'usure mais plutôt le volume d'usure nécessaire pour éliminer les éléments conducteurs et former une couche d'oxydes isolante.

Enfin, une dernière étude a permis de confirmer l'influence positive de l'humidité sur les contacts électriques même hétérogènes. Ainsi, en milieu humide, les endurances sont supérieures à celles observées dans le cas d'un contact sec. Une lubrification des contacts a été observée probablement due à la formation d'un film d'eau à l'interface permettant ainsi de ralentir l'usure de l'interface. Il a également été observé dans le cas des contacts hétérogènes que la formation d'un $3^{ème}$ corps adhérent était moins marquée. Ainsi la réduction de l'endurance pour les fortes humidités (85%) semble moins marquée que pour les contacts homogènes. En particulier, il est possible de noter que pour le contact AgSn/AuNi, la durée de vie est plus importante pour HR=85%. Des résultats complémentaires doivent être réalisés pour expliquer ce comportement.

La Figure 5.21 compare les performances des deux couples hétérogènes aux couples homogènes équivalents. En considérant $\chi=1/\mu_{max}$ comme un critère de sensibilité au Cold-Welding, il est possible de constater que les couples hétérogènes ont des comportements différents. Ainsi pour le contact hétérogènes AgSn/AuNi, il est possible de résumer les performances soit :

- ✓ Sensibilité au Cold-Welding (χ) : BON + MAUVAIS = BON
- ✓ Endurance électrique à sec (Nc_{ref}_10%) : BON + MAUVAIS = MOYEN-MAUVAIS

Pour le contact AgSnIn/AuNi, les performances observées sont :

- ✓ Sensibilité au Cold-Welding (χ) : MAUVAIS + MAUVAIS = MOYEN-BON
- ✓ Endurance électrique à sec (Nc_{ref}_10%) : BON + TRES BON = MAUVAIS

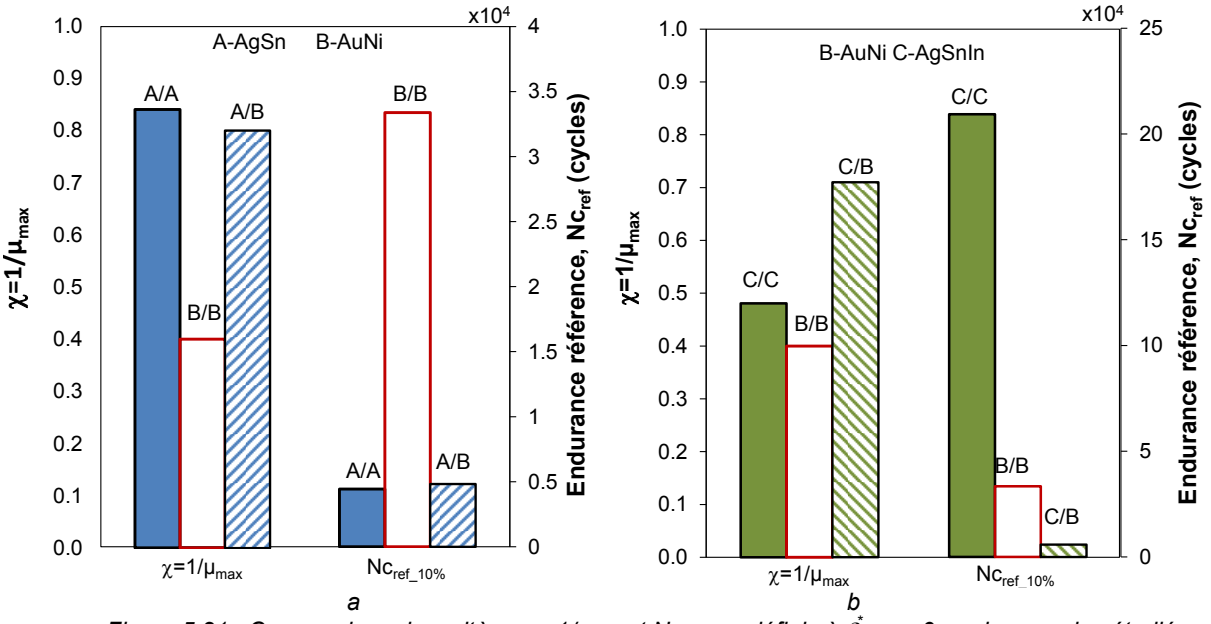


Figure 5.21 : Comparaison des critères $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ définis à $\delta^{*}_{g,ref}$=±9µm des couples étudiés (e_{AgSn}= e_{AgSnIn}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^{*}_{g}=±9µm) : a) étude du contact hétérogène AgSn/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgSnIn/AuNi.

Ces variables $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ ont aussi été déterminées et comparées pour l'ensemble des contacts (Tableau 5.7 et Figure 5.22). Ainsi comme pour les matériaux AgSn et AgSnIn, il est possible de constater que les couples hétérogènes AgCrN/AuNi et AgaC/AuNi ont des comportements différents des contacts homogènes constitués des mêmes matériaux.

	Contacts homogènes				
	AgSn/AgSn	**AgSnIn/AgSnIn**	**AgaC/AgaC**	**AgCrN/AgCrN**	**AuNi/AuNi**
e (µm)	2	2	2	2	1,3
$\chi=1/\mu_{max}$	0,84	0,48	0,67	0,77	0,4
$Nc_{ref\_10\%}$	4 434	209 300	87 500	26 070	33 380
	Contacts hétérogènes				
	AgSn/AuNi	**AgSnIn/AuNi**	**AgaC/AuNi**	**AgCrN/AuNi**	
e (µm)	2/1,3	2/1,3	2/1,3	2/1,3	
$\chi=1/\mu_{max}$	0,8	0,72	0,76	0,93	
$Nc_{ref\_10\%}$	4 827	5 835	8 500	24 250	

Tableau 5.7: Tableau synthèse des critères $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ de l'ensemble des contacts homogènes et hétérogènes soumis à des sollicitations de fretting (e_{AgSn}= e_{AgSnIn}=e_{AgaC}=e_{AgCrN}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^{*}_{g}=±9µm).

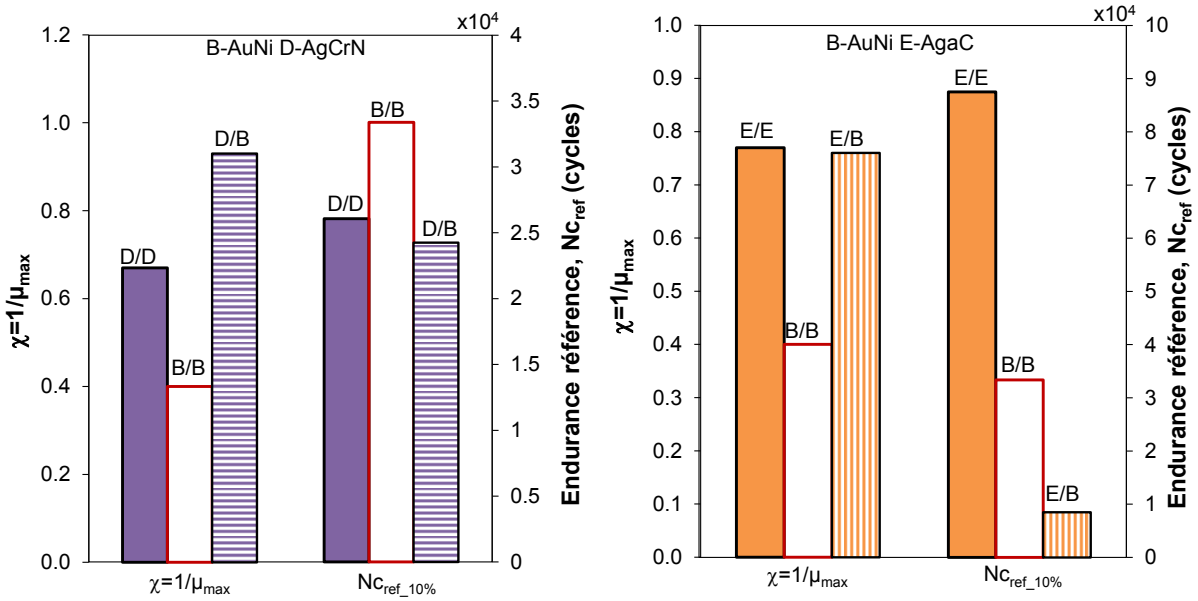


Figure 5.22 : Comparaison des critères $\chi=1/\mu_{max}$ et $Nc_{ref\_10\%}$ définis à $\delta^*_{g,ref}$=±9µm des couples étudiés (e_{AgCrN}= e_{AgaC}=2µm, e_{AuNi}=1,3µm, P=3N, HR=10%, f=30Hz, T=25°C et δ^*_g=±9µm) : a) étude du contact hétérogène AgCrN/AuNi; b) étude du contact hétérogène AgaC/AuNi.

Ainsi, comme pour les contacts étudiés dans ce chapitre, il est possible de résumer les performances de ces deux couples hétérogènes (AgCrN/AuNi et AgaC/AuNi). Ainsi pour le contact AgCrN/AuNi, les performances sont :

- ✓ Sensibilité au Cold-Welding (χ) : BON + MAUVAIS = BON
- ✓ Endurance électrique à sec (Nc_{ref}_10%) : BON + BON = MOYEN-MAUVAIS

Pour le contact hétérogène AgaC/AuNi, le comportement de ce couple peut être résumé par :

- ✓ Sensibilité au Cold-Welding (χ) : BON + MAUVAIS = BON
- ✓ Endurance électrique à sec (Nc_{ref}_10%) : BON + TRES BON = MAUVAIS

Conclusion générale et perspectives

Les connectiques automobiles et plus généralement les connecteurs des systèmes électroniques embarqués sont soumis à des sollicitations vibratoires. Celles-ci induisent des micro-déplacements alternés (fretting) au niveau des contacts électriques qui entrainent la dégradation du contact et perturbent le passage du courant. Afin de limiter ce processus de dégradation et garantir une stabilité des connexions, des revêtements sont appliqués au niveau des contacts. Ces traitements de surface vont réduire le phénomène de fretting-usure et garantir une certaine durée de vie en conduction électrique. Depuis plus de 40 ans, les dépôts les plus performants sont à base d'or, en particulier pour les applications les plus sensibles. Néanmoins, l'utilisation de l'or pose un problème de coût. En effet, le cours de l'or a plus que doublé en 5 ans pour atteindre des sommets en 2011. De plus, son application via les procédés d'électrodéposition implique l'utilisation de bains cyanurés extrêmement polluants et coûteux à traiter. Pour certaines applications il est aujourd'hui possible de remplacer les revêtements en or par des revêtements d'argent. Ce dernier présente de bonnes propriétés tribologiques et son cours est nettement inférieur à celui de l'or. Enfin, ses procédés d'électrodéposition sont moins polluants.

L'objectif de ces travaux de recherche porte donc sur l'étude de la dégradation des contacts argent soumis à des sollicitations en fretting en considérant comme paramètre d'endommagement la résistance électrique. Ainsi, la durée de vie du contact électrique est associée à un nombre seuil de cycles de fretting (Nc) tel que $\Delta R > \Delta Rc = 4m\Omega$.

Dans un premier chapitre, des études complexes ont été menées sur un contact homogène en argent pur. L'observation des traces de fretting à partir d'essais interrompus a permis de mettre en évidence l'enchaînement des phénomènes menant à la défaillance électrique des contacts. Différents critères tels que la concentration seuil en éléments chimiques (O, Ag,…) caractérisant l'interface à la rupture électrique ont été établis. L'analyse des interfaces usées a donc permis d'établir que la rupture électrique est liée à une élimination du métal noble et la formation d'un lit d'oxydes isolants dans le contact. Il a été montré que la rupture électrique d'un contact en argent pur a lieu quand la concentration en argent est inférieure à $[Ag]_{th} \approx 5at\%$ et la concentration en oxygène est supérieure à $[O]_{th} \approx 45at\%$. Cette étude a également mis en évidence que la résistance électrique de contact peut être exprimée à partir de lois puissances fonction des concentrations des différents éléments du contact (Ag, O, Cu, …).

Bien que pertinents, ces critères ne permettent qu'une caractérisation post-mortem des interfaces à la rupture électrique. Des outils analytiques, tenant compte des paramètres de chargement, ont alors été développés pour prédire la durée de vie des contacts électriques. Une approche locale de l'énergie dissipée a été considérée afin de caractériser l'endommagement du contact à la rupture électrique. Cette approche, considérant l'extension de l'aire de contact due à l'usure et la plasticité de l'interface, a permis d'établir une relation générale incluant le chargement normal et le déplacement dans le contact mais aussi l'épaisseur du dépôt. Cette équation permet donc de prédire la durée de vie d'un contact en argent pur soumis à du fretting quels que soient les paramètres de chargement imposés (δ^*_g, P, e) :

$$Nc_{th} = Nc_0 . \left(\frac{4.\mu.\delta^*_g}{A_0} \right)^{\beta} . P^{\beta(1-m)} . \left(\frac{e}{e_{réf}} \right)^{p}$$

Outre les sollicitations de fretting, les connexions électriques peuvent subir des dégradations lors des opérations de maintenance où les connecteurs peuvent être montés et démontés. Pour étudier ces sollicitations d'insertion et de désinsertion, une étude couplant fretting et glissements alternés a été réalisée sur un contact en argent pur. Les résultats obtenus ont mis en évidence que l'application intermittente de grand glissement permet une augmentation de la durée de vie en fretting. L'analyse des interfaces montre ainsi un processus de réalimentation périodique en argent de la zone de fretting

via un phénomène de transfert de l'argent en provenance de la trace de grand glissement. Ce phénomène a pour conséquence de prolonger la durée de vie du contact électrique. Cependant, cette amélioration est fortement dépendante de la fréquence d'application des grands glissements, de leur vitesse et de leur amplitude. Ainsi, à partir de différentes formalisations caractérisant l'évolution de la durée de vie en fretting en fonction des paramètres de grand glissement imposés, une expression générale a été établie :

$$Nc_{f,GC} = Nc_1 \cdot \left(\frac{E_d}{A_1 . N_{BF}^{\alpha}} \right)^{\beta} \cdot \left(\frac{D}{D_{ref}} \right) \cdot \left(\frac{v_{GC}}{v_{GC,ref}} \right)^{\gamma}$$

Enfin, l'ensemble des études ont été réalisées dans le cadre d'un contact argent soumis à une humidité relative faible (HR=10%). Or le matériau argent est moins inerte chimiquement que l'or. Etant le principal candidat pour remplacer les dépôts dorés, il est important d'étudier l'impact d'un environnement corrosif sur les performances d'un contact argenté. Dans cette dernière partie, des humidités relatives élevées et une atmosphère soufrée ont été appliquées au cours des sollicitations de fretting. Etonnamment, une amélioration des durées de vie a été observée. L'expertise des interfaces aux ruptures électriques a montré que ce bénéfice pouvait être attribué à la formation de composés sulfurés lubrifiants et à la présence d'un film d'eau dans le cas des fortes humidités relatives. Une modification dans la rhéologie du 3ème corps a également été observée permettant de réduire l'usure de l'interface et donc d'améliorer les performances électriques de ce contact en argent pur.

Puisque le matériau argent présente un bon comportement par rapport aux dépôts d'or, des nouveaux matériaux à base d'argent ont été élaborés et testés. Reprenant les concepts développés dans le cadre des dépôts en argent pur, une étude complète a été réalisée sur ces nouveaux matériaux composites (AgaC et AgCrN) et alliés (AgSn et AgSnIn) soumis à des sollicitations complexes en fretting. L'étude des couples homogènes a donc permis de comparer les performances de ces contacts électriques par rapport aux contacts électriques de référence (AuNi et Ag) mais également d'identifier les mécanismes responsables de leur défaillance électrique.

Pour cela une première étude portant sur l'influence du déplacement a permis de mettre en place des cartes de fretting des différents couples étudiés. Ces cartes de fretting établies à différentes charges permettent d'identifier les amplitudes de transition entre glissement partiel et glissement totale. L'évolution de ces frontières est exprimée à l'aide d'une loi puissance simple cohérente avec la théorie de Mindlin :

$$\delta_t^* = D_o \times P^{\alpha}$$

Par la suite, l'étude tribologique des contacts électriques a montré que les couples homogènes constitués des matériaux AgaC et AgSnIn étaient sensibles, tout comme pour les matériaux Ag et AuNi, à un mécanisme de collage lors de la mise en contact appelé « Cold-Welding ». Ce mécanisme se traduit par la formation de liaisons métalliques fortes à l'interface ce qui entraine une augmentation rapide du coefficient de frottement. Celui-ci va par la suite chuter et se stabiliser quand les liaisons seront rompues. Pour quantifier ce phénomène, un critère de Cold-Welding tel que $\chi=1/\mu_{max}$ a été introduit avec μ_{max} la valeur du coefficient de frottement maximum mesuré durant l'essai à δ^*_g=±9µm. Ces travaux montrent que l'effet de Cold-Welding est atténué lorsque l'alliage contient suffisamment d'étain. Un classement des contacts a alors été établi du moins sensible au plus sensible au Cold-Welding :

AgSn/AgSn>AgCrN/AgCrN>AgaC/AgaC>Ag/Ag>AgSnIn/AgSnIn>AuNi/AuNi

Parallèlement à l'étude du Cold-Welding, une étude de l'endurance du contact électrique soumis à des sollicitations de fretting-usure en glissement total a été réalisée. Différentes approches quantitatives ont été étudiées. L'approche la plus simple, introduite par Jedrzejczyk dans [114] qui

consiste à fixer une amplitude de glissement de référence $\delta^*_{g,ref}$=±9µm et à comparer les durées de vie électriques obtenues (Nc_{ref}), permet une comparaison fiable des différents revêtements de surface étudiés. Encore une fois, un classement des contacts a pu être réalisé :

AgSnIn/AgSnIn>Ag/Ag>AgaC/AgaC>AuNi/AuNi>AgCrN/AgCrN>AgSn/AgSn

Il faut retenir que l'ensemble des dépôts étudiés ont une épaisseur de 2µm à l'exception du dépôt AuNi qui présente une épaisseur de 1,3µm.

L'expertise des différents alliages d'argent étudiés confirme que, comme pour le couple Ag/Ag, la dégradation électrique du contact est liée à un processus d'usure de l'interface. Cette usure va entrainer l'élimination progressive du dépôt conducteur en surface puis se propager à la sous-couche (Ni) et au substrat (Cu, Zn). Les éléments non-nobles vont alors s'oxyder et former un lit d'oxydes isolants ce qui va réduire la conductivité dans le contact. Les analyses chimiques réalisées sur l'ensemble des contacts aux ruptures électriques ont confirmé l'existence et les valeurs des critères de concentrations déterminés pour le cas d'un contact homogène Ag/Ag, à savoir :

$$Nc\ (\Delta R>\Delta Rc=4m\Omega)\ \text{quand}\ [Ag]<[Ag]_{th}\approx 5at\%\ \text{et}\ [O]>[O]_{th}\approx 45at\%$$

Ces travaux ont aussi montré une évolution linéaire du volume usé à la rupture électrique (V_{Nc}) en fonction des durées de vie (Nc) pour un chargement donné (δ^*_g=±9µm, P=3N, f=30Hz, HR=10%, T=25°C). Cette linéarité a également été observée lors de l'étude des volumes seuils (V_{Nc}) en fonction des conductivités des matériaux constituants les contacts homogènes. Ces tendances ont permis de conclure que pour les contacts ayant les mêmes processus physiques de dégradation (usure et oxydation), la composition des matériaux n'influence pas la cinétique d'usure mais plutôt le volume d'usure nécessaire à éliminer les éléments conducteurs de l'interface. Pour prédire les durées de vie de ces contacts, une approche locale basée sur la densité d'énergie dissipée dans l'interface a été développée. Cette approche mise en place pour le contact Ag/Ag a été appliquée pour l'ensemble des contacts homogènes. Les résultats ont alors confirmé sa stabilité et son intérêt puisqu'elle repose sur un seul jeu de paramètres (Nc_0, A_0, m, β) pour modéliser un grand nombre de configurations (δ^*_g, P, e).

L'ensemble de ces recherches ont été menées pour des environnements secs (HR=10%). Or la réponse des contacts électriques peut être influencée par l'environnement. Ainsi, une dernière étude a permis d'étudier le comportement tribologique et électrique de ces nouveaux matériaux lorsqu'ils sont soumis à des environnements humides. Ces travaux ont montré un effet bénéfique d'une humidité relative médiane de l'ordre de 50%. Le contact est alors lubrifié par la présence d'un film d'eau et l'usure par fretting est ainsi diminuée. Cependant, pour les très fortes humidités (HR≈85%), des processus de corrosion tendraient à réduire la durée de vie électrique du contact.

Compte tenu des résultats obtenus pour les contacts homogènes, il était intéressant de voir quelles étaient les performances des contacts hétérogènes constitués de matériaux ayant des performances similaires (AgSnIn et AuNi) ou opposées (AgSn et AuNi). Dans ce dernier chapitre, une étude sur le comportement des contacts hétérogènes a été mise en œuvre. Ainsi, comme pour les contacts homogènes, des cartes de fretting ont été établis. Des courbes de transition très proches ont été observées. En réalité, tous les couples présentent un coefficient de frottement à la transition très similaire (μ_t=1.37) expliquant cette convergence. En ce qui concerne la réponse tribologique, l'étude du critère de Cold-Welding ($\chi=1/\mu_{max}$) montrent que le couplage de deux matériaux adhérents (AgSnIn et AuNi) reste sensible au collage. Néanmoins, la composition différente des matériaux dans le contact permet de réduire cette sensibilité. En revanche, lorsqu'un matériau adhérent (AuNi) est couplé avec un matériau non-adhérent (AgSn), le contact hétérogène tend alors vers un comportement non adhérent, ce qui représente un gain intéressant. En ce qui concerne la réponse électrique des contacts hétérogènes, la comparaison des endurances références (Nc_{ref}) montrent que les performances obtenues ne sont pas intermédiaires aux performances des deux contacts

homogènes équivalents. Plus précisément, pour le contact AgSn/AuNi, l'endurance du contact est proche de celle du « maillon-faible », à savoir le contact AgSn/AgSn. La présence d'une forte quantité d'étain dans l'interface va accentuer la formation initiale d'oxydes, ce qui va accélérer l'usure du matériau noble. Pour ce qui est du contact AgSnIn/AuNi, l'endurance du contact est inférieure à celle du plus faible. Cette tendance est probablement due au fait que le matériau AgSnIn peut être assimilé à un « faux-noble » et que la concentration en In dans une interface hétérogène devient alors trop faible pour bénéficier des effets positifs des ITO. Dans ce cas, le contact hétérogène AgSnIn/AuNi est équivalent au contact AgSn/AuNi caractérisé par une endurance en fretting faible.

En ce qui concerne les mécanismes de dégradation responsables des ruptures électriques, les expertises ont mis en évidence que les défaillances électriques des contacts hétérogènes étaient, comme pour les contacts homogènes, liées à des concentrations seuils en éléments conducteurs et en oxygène telle que [Au+Ag]<5at% et [O]>45at%. Ces expertises ont également montré, comme pour les contacts homogènes, une évolution linéaire des volumes usés seuils (V_{Nc}) en fonction des durées de vie (Nc) des contacts. Cette tendance confirme encore une fois que la composition des matériaux ne joue pas sur la cinétique d'usure mais sur le volume d'usure à atteindre pour éliminer tous les éléments conducteurs et former un lit de débris oxydés.

Enfin, comme pour les contacts homogènes, l'étude des performances des contacts hétérogènes en milieu humide a montré une amélioration des durées de vie. Ce bénéfice est dû à un processus de lubrification de l'interface qui va permettre de réduire l'usure et donc de ralentir les défaillances électriques.

L'ensemble de ces travaux de recherches ont permis de répondre à un certain nombre de questions sur l'application de dépôts argent pour la connectique. Cependant, il existe encore un grand nombre de points devant encore être étudiés. En effet, l'ensemble de ces travaux ont été menés pour caractériser la dégradation des connecteurs électriques en cours de fonctionnement. Or, les phases d'arrêt représentent la plus grande partie de la vie d'un connecteur électrique. Ainsi, l'effet de la température et de l'humidité sur l'activation des processus d'oxydation statique restent à explorer. En effet, la température peut changer la durée de vie des couples de matériaux testés en améliorant les propriétés mécaniques ou en accélérant la dégradation du revêtement par une adhésion accentuée voire une augmentation de la cinétique d'oxydation du revêtement. D'autre part, une augmentation de l'humidité peut favoriser la cinétique d'oxydation du revêtement mais aussi engendrer l'évacuation des débris oxydés et induire indirectement une lubrification de l'interface. De même, l'étude de l'effet d'une atmosphère corrosive a été menée pour des phases de fonctionnement du connecteur ; il serait donc intéressant d'étudier le comportement de ces contacts argent après des phases de repos puisque les éléments soufrés formés à la surface peuvent potentiellement entrainer une augmentation de la résistance de contact.

Enfin, l'étude des phases de maintenance alternées avec des phases de fonctionnement a montré qu'il est bénéfique, en terme de durée de vie électrique, d'appliquer séquentiellement des grands déplacements. En effet, les grands glissements alternés réintroduisent une certaine quantité du revêtement conducteur en provenance de la trace de grand glissement dans la trace de fretting. Le transfert de matière maintient alors une quantité suffisante d'éléments conducteurs dans la trace de fretting et prolonge ainsi la durée de vie du contact électrique. Or cette étude a été réalisée en considérant une amplitude en fretting fixée à δ^*_g=±9µm. Il serait donc intéressant de mener une étude similaire pour d'autres amplitudes de glissement. De même, l'étude de l'impact de la vitesse des grands cycles pourrait être étendue à d'autres paramètres de chargement.

Références

[1] “Le petit Larousse illustré.” p. 250, 2002.

[2] G. Rosazza Prin, T. Courtin, and L. Boyer, “A new method to investigate electrical conduction in crimp joints Influence of the compaction ratio and electrical model,” vol. 00, no. C, pp. 246–251, 2002.

[3] G. Villeneuve and F. M. Company, “DYNAMIC FINITE ELEMENT ANALYSIS SIMULATION OF THE TERMINAL CRIMPING PROCESS,” 1996.

[4] T. Morita, K. Ohuchi, M. Kaji, Y. Saitoh, J. Shioya, and K. Sawada, “Numerical model of crimping by finite element method,” pp. 151–155, 1996.

[5] J. Swingler and J. W. McBride, “The degradation of road tested automotive connectors,” in *Proc. of the 45th IEEE HOLM*, 1999, pp. 146–152.

[6] K. L. Johnson, “Contact Mechanics,” *Cambridge Univ. Press*, 1985.

[7] G. Rosazza Prin, “Fiabilisation des connecteurs électriques utilisés pour les fonctions de diagnostic embarqué des automobiles,” in *Thèse de doctorat*, 2003, p. Université de Paris XI.

[8] S. A. Velinsky, B. Chu, and T. A. Lasky, “Kinematics and efficiency analysis of the planetary roller screw mechanism,” *J. Mech. Des.*, vol. 131, 2009.

[9] M. H. Jones and Velinsky, “Contact kinematics in the roller screw mechanism,” *J. Mech. Des.*, vol. 135, 2013.

[10] M. H. Jones and S. A. Velinsky, “Kinematics of roller migration in the planetary roller screw mechanism,” *J. Mech. Des.*, vol. 134, 2012.

[11] S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, “Quantification of fretting damage,” *Wear*, vol. 200, no. 1–2, pp. 186–205, Dec. 1996.

[12] S. Fouvry, P. Jedrzejczyk, and P. Chalandon, “Introduction of an exponential formulation to quantify the electrical endurance of micro-contacts enduring fretting wear: Application to Sn, Ag and Au coatings,” *Wear*, vol. 271, no. 9–10, pp. 1524–1534, 2011.

[13] S. Fouvry, P. Jedrzejczyk, and O. Perrinet, “Introduction of a ‘ modified Archard wear law ’ to predict the electrical contact endurance of thin plated silver coatings subjected to fretting wear,” in *Proc. of the 58th IEEE Holm*, 2012, pp. 23–26.

[14] R. D. Mindlin, “Compliance of elastic bodies in contact,” *J. Appl. Mech.*, vol. 16, pp. 259–268, 1949.

[15] R. D. Mindlin and E. Deresiewicz, “Elastic spheres in contact under varying oblique forces,” *J. Appl. Mech.*, vol. 20, pp. 327–344, 1953.

[16] H. Hertz, “Uber die beruhrung fester elasticher korper,” *J. Reine und Angew. Math.*, vol. 92, pp. 156–171, 1882.

[17] S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, “Quantification of fretting damage,” *Wear*, vol. 200, pp. 186–205, 1996.

[18] P. K. Gupta and J. A. Walowit, “Contact stresses between an elastic cylinder and a layered elastic solid,” *J. Lubr. Technol.*, vol. 96, pp. 250–257, 1974.

[19] R. B. King and T. C. O’Sullivan, “Sliding contact stresses in a two-dimensional layered elastic half space,” *Int. J. Solids Struct.*, vol. 23, no. 5, pp. 581–597, 1987.

[20] S. Heredia and S. Fouvry, “Introduction of a new sliding regime criterion to quantify partial, mixed and gross slip fretting regimes: Correlation with wear and cracking processes,” *Wear*, vol. 269, no. 7–8, pp. 515–524, Aug. 2010.

[21] P. Blanchard, “Usure induite en petits débattements : Transformation tribologique superficielle d’alliages de titane,” École centrale de Lyon, 1991.

[22] M. F. Ashby and S. C. Lim, “Wear-mechanism maps,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 24, no. 5, pp. 805–810, 1990.

[23] O. Vingsbo and S. Söderberg, “On fretting maps,” *Wear*, vol. 126, no. 2, pp. 131–147, 1988.

[24] K. Kubiak, S. Fouvry, and a. M. Marechal, “A practical methodology to select fretting palliatives: Application to shot peening, hard chromium and WC-Co coatings,” *Wear*, vol. 259, no. 1–6, pp. 367–376, Jul. 2005.

[25] L. Vincent, Y. Berthier, M. C. Dubourg, and M. Godet, “Mechanics and materials in fretting,” *Wear*, vol. 153, no. 1, pp. 135–148, 1992.

[26] P. Kapsa and M. Cartier, “Usure des contacts mécaniques-Maîtrise de l’usure et du frottement,” *Technique de l’Ingénieur*, vol. bm5067. 2001.

[27] R. I. Trezona, D. N. Allsopp, and I. M. Hutchings, “Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test,” *Wear*, vol. 225–229, pp. 205–214, 1999.

[28] R. I. Trezona and I. M. Hutchings, “Three-body abrasive wear testing of soft materials,” *Wear*, vol. 233–235, no. 0, pp. 209–221, 1999.

[29] K. Adachi and I. M. Hutchings, “Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test,” *Wear*, vol. 255, no. 1–6, pp. 23–29, 2003.

[30] F. P. Bowden and D. Tabor, “Mechanical wear,” no. Chap. VII, Burwell, American Society Metals, 1950, pp. 117–120.

[31] F. P. Bowden and D. Tabor, “The friction and lubrication of solids,” Oxford Clarendon Press, 1954, pp. 28–31.

[32] E. Rabinowicz, “Friction and wear of materials.” Wiley and sons, 1965.

[33] S. P. Sharma, “Adhesion of electrical contacts,” *22nd Natl. 3rd Int. Relay Conf.*, vol. 237, pp. 11–14, 1974.

[34] D. Keller, “Effect of contamination on the adhesion on metallic couples in ultra high vacuum, Journal of applied physics,” *J. Appl. Phys.*, vol. 38, 1967.

[35] R. B. Waterhouse, “Fretting corrosion.” Pergamon Press, 1964.

[36] D. Tabor, “Friction the present state of our understanding,” *J. Lubrif. Technol.*, vol. 103, no. 2, pp. 169–179, 1981.

[37] H. Uhlig, “Mechanism of fretting corrosion,” *J. Appl. Mech.*, vol. 21, pp. 401–407, 1954.

[38] J. R. Fleming and N. P. Suh, “Mechanics of crack propagation in delamination wear,” *Wear*, vol. 44, no. 1, pp. 39–56, 1977.

[39] P. N. Suh, “The delamination theory of wear,” *Wear*, vol. 25, no. 1, pp. 111–124, 1973.

[40] J. F. Archard, “Wear, in Interdisciplinary approach to friction and wear,” vol. 486, NASA, Ed. Washington DC, 1968, pp. 267–333.

[41] W. Preston, “The theory and design of plate glass polishing machines,” *J. Soc. Glas.*, vol. 11, pp. 214–256, 1927.

[42] E. Felder and P. Montmitonnet, “Théorie de l’usure-Mesure, caractérisation des contacts et vitesse d'usure,” *Techniques de l’Ingénieur*. p. tri500, 2015.

[43] H. Mohrbacher, B. Blanpain, J. P. Celis, J. R. Roos, L. Stals, and M. Van Stappen, “Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting,” *Wear*, vol. 188, no. 1–2, pp. 130–137, 1995.

[44] B. Prakash, C. Ftikos, and J. P. Celis, “Fretting wear behavior of PVD TiB2 coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 154, no. 2–3, pp. 182–188, 2002.

[45] S. Fouvry, T. Liskiewicz, P. Kapsa, S. Hannel, and E. Sauger, “An energy description of wear mechanisms and its applications to oscillating sliding contacts,” *Wear*, vol. 255, no. 1–6, pp. 287–298, Aug. 2003.

[46] A. Ramalho and J. C. Miranda, “Friction and wear of electroless NiP and NiP + PTFE coatings,” *Wear*, vol. 259, pp. 828–834, 2005.

[47] A. Ramalho and J. C. Miranda, “The relationship between wear and dissipated energy in sliding systems,” *Wear*, vol. 260, no. 4–5, pp. 361–367, 2006.

[48] E. Sauger, S. Fouvry, L. Ponsonnet, P. Kapsa, J. . Martin, and L. Vincent, “Tribologically transformed structure in fretting,” *Wear*, vol. 245, no. 1–2, pp. 39–52, Oct. 2000.

[49] E. Sauger, “Contribution à l’étude de la transformation tribologique superficielle en fretting,” Ecole centrale de Lyon, 1997.

[50] E. Sauger, L. Ponsonnet, J. M. Martin, and L. Vincent, “Study of the tribologically transformed structure created during fretting tests,” *Tribol. Int.*, vol. 33, no. 11, pp. 743–750, 2000.

[51] V. Fridrici, “Fretting d’un alliage de titane revêtu et lubrifié: application au contact aube/disque,” Ecole Centrale de Lyon, 2002.

[52] M. Mkanique, D. Mkanique, D. Lyon, E. Cedex, D. Tribologie, and E. C. De Lyon, “Theoretical analysis of fatigue cracking under dry friction for fretting loading conditions,” vol. 195, pp. 21–34, 1996.

[53] S. Fouvry, P. Duó, and P. Perruchaut, “A quantitative approach of Ti–6Al–4V fretting damage: friction, wear and crack nucleation,” *Wear*, vol. 257, no. 9–10, pp. 916–929, Nov. 2004.

[54] C. Paulin, S. Fouvry, and S. Deyber, “Wear kinetics of Ti–6Al–4V under constant and variable fretting sliding conditions,” *Wear*, vol. 259, no. 1–6, pp. 292–299, Jul. 2005.

[55] S. Fouvry and C. Paulin, “An effective friction energy density approach to predict solid lubricant friction endurance: Application to fretting wear,” *Wear*, vol. 319, no. 1–2, pp. 211–226, 2014.

[56] S. Fouvry, C. Paulin, and T. Liskiewicz, “Application of an energy wear approach to quantify fretting contact durability: Introduction of a wear energy capacity concept,” *Tribol. Int.*, vol. 40, no. 10–12, pp. 1428–1440, Oct. 2007.

[57] K. C. Ludema, “Third bodies perspectives on modeling in lubricated contacts, in close fitting contacts, ETC following on the concepts of dr. Maurice Godet,” *Tribol. Ser.*, vol. 31, pp. 3–19, 1996.

[58] M. Godet, “The third-body approach: A mechanical view of wear,” *Wear*, vol. 100, no. 1–3, pp. 437–452, 1984.

[59] K. C. Ludema, “Mechanism-based modeling of friction and wear,” *Wear*, vol. 200, no. 1–2, pp. 1–7, 1996.

[60] A. Jullien, M. H. Meurisse, and Y. Berthier, “Determination of tribological history and wear through visualisation in lubricated contacts using a carbon-based composite,” *Wear*, vol. 194, pp. 116–125, 1996.

[61] I. L. Singer, “How third body processes affect friction and wear,” *MRS Bull.*, vol. 23, no. 6, pp. 37–40, 1998.

[62] Y. Berthier, L. Vincent, and M. Godet, “Fretting fatigue and fretting wear,” *Tribol. Int.*, vol. 22, no. 4, pp. 235–242, 1989.

[63] Y. Berthier, “Experimental evidence for friction and wear modelling,” *Wear*, vol. 139, no. 1, pp. 77–92, 1990.

[64] Y. Berthier, L. Vincent, and M. Godet, “Velocity accommodation in fretting,” *Wear*, vol. 125, no. 1–2, pp. 25–38, 1988.

[65] N. Fillot, I. Iordanoff, and Y. Berthier, “Wear modeling and the third body concept,” *Wear*, vol. 262, no. 7–8, pp. 949–957, 2007.

[66] F. Souchon, P. Renaux, and Y. Berthier, “Helical scan head and tape contact behavior : optimization of tribological and magnetic aspects,” *Tribol. Int.*, vol. 31, no. 8, pp. 479–484, 1999.

[67] R. Holm, *Electric Contacts, Theory and Application*, Fourth Edi. Springer, 2000.

[68] M. F. Ashby and D. R. H. Jones, *Matériaux: 1. Propriétés et applications*, 4e Edition. Dunop, 1991.

[69] L. Féchant, *Le contact électrique-phénoménes physiques et matériaux*, Collection. Paris: Editions Hermés, 1996.

[70] F. Ossart, S. Noel, D. Alamarguy, S. Correia, and P. Gendre, “Electro-mechanical modelling of multilayer contacts in electrical connectors,” in *Proc. of the 53rd IEEE Holm*, 2007, pp. 1–8.

[71] R. Holm, “Über metallische kontaktwiderstände,” *Wiss. Verröf Siemens Werken*, vol. 7, 1929.

[72] J. A. Greenwood, “Constriction resistance and the real area of contact,” *J. Appl. Phys.*, vol. 17, pp. 1621–1632, 1966.

[73] L. Boyer, “Contact Resistance Calculations : Generalizations of Greenwood ’ s Formula Including Interface Films,” vol. 24, no. 1, pp. 50–58, 2001.

[74] L. Tristani, “Fiabilisation des connecteurs électriques soumis à des vibrations,” Thèse de l’ Ecole Supérieure d' Electricité, 2000.

[75] T. J. Schöpf and W. F. Rieder, “The reliability of bearings in the current path of switches,” in *Proce. of the 17th ICEC Conference*, 1994, pp. 725–733.

[76] M. Bordignon, “Limites d’utilisation des revêtements d'étain en connectique automobile,” Mines ParisTech, 2009.

[77] M. Antler, “Survey of Contact Fretting in Electrical Connectors,” *IEEE Trans. Components, Hybrids, Manuf. Technol.*, vol. 8, no. 1, pp. 87–104, 1985.

[78] A. Vassa, E. Carvou, S. Rivoirard, L. Doublet, C. Bourda, and D. Jeannot, “Magnetic blowing of break arcs up to 360 V DC,” in *Proc. of the 56th IEEE Holm*, 2010, pp. 96–100.

[79] D. Sallais, N. Ben Jemaa, and E. Carvou, “Minimization of arc extinction gap in the opening speed range 1 cm/s - 1 m/s,” in *Proc. of the 53rd IEEE Holm*, 2007, pp. 239–243.

[80] E. Carvou, J. B. A. Mitchell, and N. BenJemaa, “AC Electrical Arcs With Graphite Electrodes,” in *Proc. of the 57th IEEE Holm*, 2011, vol. 33, pp. 232–237.

[81] S. Kubo and K. Kato, “Effect of arc discharge on wear rate of Cu-impregnated carbon strip in unlubricated sliding against Cu trolley under electric current,” *Wear*, vol. 216, no. 2, pp. 172–178, 1998.

[82] H. Tsuchiya, S. Kubo, and H. Nagasawa, “Development of Carbon Contact Strip of Pantograph for High Electrical Current Collection,” *Railw. Tech. Res. Inst.*, pp. 1–9, 2001.

[83] D. H. He, “Test Method of Arcing Behaviour for Railway Current Collection System,” in *Proc. of the Wold Congress on Railway Research*, 2001.

[84] T. Ding, G. X. Chen, Y. M. Li, H. J. Yang, and Q. D. He, “Arc erosive characteristics of a carbon strip sliding against a copper contact wire in a high-speed electrified railway,” *Tribol. Int.*, vol. 79, pp. 8–15, 2014.

[85] W. H. Abbott, “Materials, environnment, motion and electrical contact failure mechanisms,” in *Proc. of the 35th IEEE Holm*, 1989, pp. 3–11.

[86] A. Fairweather, F. Lazenby, and D. Marr, “Development of resistance at a disturbed contact : with special reference to silver , copper and nickel-silver,” in *Proc. of the Institution of Electrical Engineers*, 1976, vol. 123, no. 5, pp. 465–471.

[87] Y. W. Park, T. S. N. Sankara Narayanan, and K. Y. Lee, “Fretting corrosion of tin-plated contacts: Evaluation of surface characteristics,” *Tribol. Int.*, vol. 40, no. 3, pp. 548–559, 2007.

[88] P. Van Dijk, Å. Kassman Rudolphi, and D. Klaffke, “Investigations on Electrical Contacts Subjected to Fretting Motion,” in *Proc. of the 21st ICEC conference*, 2002, pp. 189–195.

[89] J. H. Thomas and S. P. Sharma, “Adsorption and desorption of water on Au by quartz cristal oscillator method,” *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 13, no. 1, pp. 549–551, 1975.

[90] P. B. . Phipps, “The role of water in atmospheric corrosion,” *ACS Symp. Ser.*, vol. 89, pp. 235–261, 1979.

[91] S. P. Sharma, “Adsorption of water on copper and cuprous oxide,” *J. Vac. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 5, 1979.

[92] C. Kleber, U. Hilfrich, and M. Schreiner, “In situ QCM and TM-AFM investigations of the early stages of degradation of silver and copper surfaces,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 7, pp. 3712–3721, 2007.

[93] J. F. Bruel and A. Carballeira, “Durabilité des contacts électriques en aluminium surfaces et fretting corrosion,” in *Journées d’études SEE*, 1986, pp. 139–147.

[94] R. Howard, “Electrochemical Model for Corrosion of Conductors on Ceramic Substrates,” *IEEE Trans. Components, Hybrids, Manuf. Technol.*, vol. 4, no. 4, pp. 520–525, 1981.

[95] T. E. Graedel, “Corrosion mechanisms for silver exposed to the atmosphere,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 139, no. 7, pp. 1963–1970, 1992.

[96] L. Volpe and P. J. Peterson, “The Atmospheric sulfidation of silver in a tubular corrosion reactor,” *Corros. Sci.*, vol. 29, no. 10, pp. 1179–1196, 1989.

[97] J. P. Franey, G. W. Kammlott, and T. E. Graedel, “The corrosion of silver by atmospheric sulfurous gases,” *Corros. Sci.*, vol. 25, no. 2, pp. 133–143, 1985.

[98] S. P. Sharma, “Atmospheric corrosion of silver, copper, and nickel-environmental test,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 125, no. 12, pp. 2005–2011, 1978.

[99] Å. Kassman Rudolphi and S. Jacobson, “Stationary loading, fretting and sliding of silver coated copper contacts — influence of corrosion films and corrosive atmosphere,” *Tribol. Int.*, vol. 30, no. 3, pp. 165–175, 1997.

[100] Safavi-Tehrani, “Effet de polluants atmosphériques de la tenue à la corrosion de composants électriques et électromécaniques,” Paris VI, 1980.

[101] U. Cosack, “Survey of corrosion tests with pullutant gases and their relevants for contact matérials,” in *Proc. of the 13th ICEC Conference*, 1986, pp. 316–325.

[102] J. Song, L. Wang, A. Zibart, and C. Koch, “Corrosion Protection of Electrically Conductive Surfaces,” *Metals (Basel).*, vol. 2, pp. 450–477, 2012.

[103] A. Lee and M. S. Manrick, “Fretting corrosion of tin plated electrical contacts,” *Miner. Met. Mater. Soc.*, pp. 71–87, 1991.

[104] A. G. Tangena, P. J. Wijnhoven, and E. A. Muijderman, “The role of plastic deformation in wear of thin films,” *Trans. ASME*, vol. 110, pp. 602–608, 1988.

[105] M. D. Bryant, “Resistance Buildup in Electrical Connectors Due To Fretting Corrosion Of Rough Surfaces,” *IEEE Trans. Components Packag. Manuf. Technol. Part A*, vol. 17, no. 1, pp. 86–95, 1994.

[106] R. D. Malucci, “Accelerated Testing of Tin Plated Copper Alloy Contact,” in *Proc. of the 43rd IEEE Holm*, 1997, pp. 138–151.

[107] M. Braunovic, “Effect of Contact Load on the Contact Resistance Behaviour of Different Conductor and Contact Materials under Fretting Conditions,” in *Proc. of the 20th ICEC Conference*, 1998, pp. 283–287.

[108] Y. Woo Park, T. S. N. Sankara Narayanan, and K. Yong Lee, “Effect of fretting amplitude and frequency on the fretting corrosion behaviour of tin plated contacts,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 6, pp. 2181–2192, 2006.

[109] M. Antler, “Electrical effects of fretting materials: a review*,” *Wear*, vol. 106, pp. 5–33, 1985.

[110] M. Antler and M. H. Drozdowicz, “Fretting corrosion of gold-plated connector contacts,” *Wear*, vol. 74, pp. 27–50, 1981.

[111] S. Hannel, S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, “The fretting sliding transition as a criterion for electrical contact performance,” *Wear*, vol. 249, no. 9, pp. 761–770, 2001.

[112] S. Noël, C. Lécaudé, C. Bodin, and L. Boyer, “Electrical and tribological properties of hot-dipped tin separable contacts with fluorinated lubricant layers .,” in *Proc. of the 45th IEEE HOLM*, 1999, pp. 225–235.

[113] S. Noël, D. Alamarguy, L. Baraton, and P. Laurat, “Influence of Contact Interface Composition on the Electrical and Tribological Properties of Nickel Electrodeposits during Fretting Tests,” *Proc. 26th ICEC Conf.*, 2012.

[114] P. Jedrzejczyk, S. Fouvry, and O. Alquier, “Quantification of the electrical contact endurance of thin platted silver coatings subjected to fretting wear: influence of coating thickness,” in *Proc. of the 26th ICEC Conference*, 2012, pp. 205–212.

[115] O. Perrinet, J. Laporte, and S. Fouvry, “The electrical contact resistance endurance of heterogeneous Ag / Sn interfaces subjected to fretting wear,” in *Proc. of the 27th ICEC*

Conference, 2014, pp. 114–119.

[116] Y. W. Park, H. G. Joo, and K. Y. Lee, “Effect of intermittent fretting on corrosion behavior in electrical contact,” *Wear*, vol. 268, no. 3–4, pp. 353–360, 2010.

[117] G. Béranger and H. Mazille, “Revêtements et traitements de surface. Approche technologique,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. M1426. 2005.

[118] F. Dabosi, G. Béranger, and J. C. Colson, “Corrosion des matériaux à haute température,” in *Ecole d’hiver du CNRS*, Les Editio., Piau-Engaly, 1985.

[119] R. F. Bunshah, *Handbook of deposition technologies for films and coating*, Science, T. Noyes Publications, 1994.

[120] J. Deruelle, “Préparation des surfaces,” *Technique de l’Ingénieur*, vol. M1435. 2015.

[121] L. Lacourcelle, *Protection à la corrosion*. Presses Universitaires de France, 1976.

[122] A. Billard and F. Perry, “Pulvérisation cathodique magnétron,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. M1654. 2005.

[123] A. Morilhat, “Synthese de couches minces résistives par pulverisation cathodique magnetron pour l’élaboration de résistances étalons calculables en courant alternatif,” Université de technologie de Belfort-Montbeliard, 2011.

[124] D. Horwat, “Synthèse par pulvérisation cathodique magnétron et caractérisation de films minces dédiés au développement d’un dispositif électrochrome ‘tout céramique’ à électrolyte NASICON,” Ecole des Mines de Nancy, 2006.

[125] R. Nouar, “Etude et réalisatioon de couches minces à caractère magnétique par pulvérisation cathidique magnétron. Application pour des capteurs de type GMI.,” Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2009.

[126] Z. J. Gronostajski, “Correlation between stress-strain relation and phase transformation in copper alloys,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 119, no. 1–3, pp. 244–250, 2001.

[127] D. Arnaud, J. Barbery, R. Biais, B. Fargette, and P. Naudot, “Propriétés du cuivre et de ses alliages,” *Techniques de l’ingénieur*, vol. M4640. 2008.

[128] “Lectro-nic ™ 10-03, Technical data sheet,” *Document interne Enthone*. 2003.

[129] “Pur-a-gold ™ 202 B, Technical data sheet,” *Document interne Enthone*. 1985.

[130] D. W. Rice, “Atmospheric corrosion of copper and silver,” *J. Electrochem. Soc.*, vol. 128, no. 2, pp. 275–284, 1981.

[131] J. P. Franey and M. Hill, “The corrosion of silver by a atmospheric sulfurous gases,” *Corros. Sci.*, vol. 25, no. 2, pp. 133–143, 1985.

[132] H. E. Bennett, R. L. Peck, D. K. Burge, and J. M. Bennett, “Formation and growth of tarnish on evaporated silver films,” *J. Appl. Phys.*, vol. 40, no. 8, pp. 3351–3360, 1969.

[133] S. Lilienfield and C. E. White, “A study of the reaction between hydrogen sulphide and silver,” *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 52, no. 3, pp. 885–892, 1930.

[134] F. L. Hahn, “Über den Verlauf der Reaktion zwischen Silber und Sulfid,” *Zeitschrift für Anorg. und Allg. Chemie*, vol. 99, no. 1, pp. 118–122, 1917.

[135] D. Pope, H. Gibbens, and R. Moss, “The tarnishing of Ag at naturally-occurring H2S and SO2 levels,” *Corros. Sci.*, vol. 8, no. 12, pp. 883–887, 1968.

[136] D. R. Lide, *Handbook of Chemistry and Physics*, 75th Editi. CRC Press, 1994.

[137] A. Kassmann Rudolphi, T. Imrell, S. Hogmark, and S. Jacobson, “Deteriorating mechanisms of silver and tin plated copper connectors subjected to an oscillating movement,” in *Proc. of the 36th IEEE ICEC Conference*, 1990.

[138] “Silvrex ™ r 107, Technical sheet,” *Document interne Enthone*. 2006.

[139] I. Gillet, “Contribution à l’étude des raccordements électrique utilisés dans l’industrie automobile: Influence de l’étamage des brins conducteurs,” Université Paris XI, 1991.

[140] J. Haimovich, “Cu-Sn Intermetallic Compound Growth in Hot-Air-Leveled Tin at and below 100

° C," *AMP J. Technol.*, vol. 3, pp. 46–54, 2004.

[141] T. Hammam, "The impact of sliding motion and current load on the deterioration of tin-coated contact terminals," *IEEE Trans. Components Packag. Technol.*, vol. 23, no. 2, pp. 278–285, 2000.

[142] S. Hannel, S. Fouvry, and P. Kapsa, "Finite element modelling of the fretting transition criterion for electrical performance," in *Proc. of the 20th ICEC Conference*, 2000, pp. 451–465.

[143] U. Lindborg, B. Asthner, L. Lind, and L. Revay, "Intermetallic Growth and Contact Resistance of Tin Contacts After Aging," *IEEE Trans. Parts, Hybrids, Packag.*, vol. 12, no. 1, pp. 33–39, 1976.

[144] T. S. N. S. Narayanan, Y. W. Park, and K. Y. Lee, "Fretting-corrosion mapping of tin-plated copper alloy contacts," *Wear*, vol. 262, pp. 228–233, Jan. 2007.

[145] S. Cho, J. Yu, S. K. Kang, and D. Y. Shih, "Oxidation study of pure tin and its alloys via electrochemical reduction analysis," vol. 34, no. 5, pp. 635–642, 2005.

[146] "Jostan, US 2633450, United States Steel Corp."

[147] "Stannostar™ GSM, Technical sheet," *Document interne Enthone*. 2001.

[148] C. P. Mulligan, T. A. Blanchet, and D. Gall, "CrN-Ag nanocomposite coatings: High-temperature tribological response," *Wear*, vol. 269, no. 1–2, pp. 125–131, 2010.

[149] C. P. Mulligan, T. A. Blanchet, and D. Gall, "CrN-Ag nanocomposite coatings: Effect of growth temperature on the microstructure," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 5–7, pp. 584–587, 2008.

[150] C. P. Mulligan and D. Gall, "CrN-Ag self-lubricating hard coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, no. 5–6, pp. 1495–1500, 2005.

[151] C. P. Mulligan, T. A. Blanchet, and D. Gall, "Control of lubricant transport by a CrN diffusion barrier layer during high-temperature sliding of a CrN-Ag composite coating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 5, pp. 1350–1355, 2010.

[152] C. P. Mulligan, T. A. Blanchet, and D. Gall, "CrN-Ag nanocomposite coatings: Tribology at room temperature and during a temperature ramp," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 204, no. 9–10, pp. 1388–1394, 2010.

[153] A. A. Wronkowska and A. Wronkowski, "The corrosion behaviour of Ag-Sn alloys investigated by ellipsometry," *Corros. Sci.*, vol. 34, no. 2, pp. 249–259, 1993.

[154] C.-S. Oh, J.-H. Shim, B.-J. Lee, and Dong Nyung Lee, "A thermodynamic study on the Ag□Sb□Sn system," *J. Alloys Compd.*, vol. 238, no. 1–2, pp. 155–166, 1996.

[155] G. P. Vassilev, E. S. Dobrev, and J. C. Tedenac, "Experimental study of the Ag-Sn-In phase diagram," *J. Alloys Compd.*, vol. 399, no. 1–2, pp. 118–125, 2005.

[156] Y. S. Shen and A. M. Lima, "Pure silver surface layer on the oxidized Ag-Sn-In material," in *Proc. of the 34th IEEE Holm*, 1988, pp. 13–15.

[157] A. Verma and T. R. Anantharaman, "Internal oxidation of rapidly solidified silver-tin-indium alloy powders," *J. Mater. Sci.*, vol. 27, no. 20, pp. 5623–5628, 1992.

[158] a Subrahmanyam and U. Barik, "Electrical and optical properties of silver doped indium oxide thin films prepared by reactive DC magnetron sputtering," *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 67, no. 7, pp. 1518–1523, 2006.

[159] T. Omata, M. Kita, H. Okada, S. Otsuka-Yao-Matsuo, N. Ono, and H. Ikawa, "Characterization of indium-tin oxide sputtering targets showing various densities of nodule formation," *Thin Solid Films*, vol. 503, no. 1–2, pp. 22–28, 2006.

[160] M. J. Alam and D. C. Cameron, "Investigation of annealing effects on sol – gel deposited indium tin oxide thin films in different atmospheres," *Thin Solid Films*, vol. 420–421, pp. 76–82, 2002.

[161] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 01, pp. 3–20, 2004.

[162] A. Bolshakov and G. M. Pharr, “Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques,” *J. Mater. Res.*, vol. 13, no. 4, pp. 1049–1058, 1998.

[163] Y. T. Cheng and C. M. Cheng, “Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening,” *J. Appl. Phys.*, vol. 84, no. 3, pp. 1284–1291, 1998.

[164] H. Bückle, *The Science of Hardness Testing and Its Research Applications*. American Society for Metals, 1973.

[165] S. Z. Y. Sun, T. Bell, “Finit element analysyis of the critical ratio of coatings thicKness to indentation depth for coating propertiy measurements by nanoindetation,” *Thin Solid Films*, vol. 258, no. 1–2, p. 198, 1995.

[166] T. Chudoba, N. Schwarzer, and F. Richter, “Steps towards a mechanical modeling of layered systems,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 154, no. 2–3, pp. 140–151, 2002.

[167] F. Cleymand, O. Ferry, R. Kouitat, A. Billard, and J. von Stebut, “Influence of indentation depth on the determination of the apparent Young’s modulus of bi-layer material: Experiments and numerical simulation,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, pp. 890–893, 2005.

[168] D. S. Rickerby, “A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 36, no. 1–2, pp. 541–557, 1988.

[169] S. J. Bull and E. G.-Berasetegui E., “Chapter 7 An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing,” *Tribol. Interface Eng. Ser.*, vol. 51, pp. 136–165, 2006.

[170] P. J. Burnett and D. S. Rickerby, “The relationship between hardness and scratch adhession,” *Thin Solid Films*, vol. 154, no. 1–2, pp. 403–416, 1987.

[171] S. J. Bull, “Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test,” *Tribol. Int.*, vol. 30, no. 7, pp. 491–498, 1997.

[172] P. A. Steinmann, Y. Tardy, and H. E. Hintermann, “Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load,” *Thin Solid Films*, vol. 154, no. 1–2, pp. 333–349, 1987.

[173] L. W. Ma, J. M. Cairney, M. J. Hoffman, and P. R. Munroe, “Effect of coating thickness on the deformation mechanisms in PVD TiN-coated steel,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 204, no. 11, pp. 1764–1773, 2010.

[174] J. Lin, W. D. Sproul, and J. J. Moore, “Tribological behavior of thick CrN coatings deposited by modulated pulsed power magnetron sputtering,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 206, no. 8–9, pp. 2474–2483, 2012.

[175] C. Subramanian, K. N. Strafford, T. P. Wilks, L. P. Ward, and W. McMillan, “Influence of substrate roughness on the scratch adhesion of titanium nitride coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 62, no. 1–3, pp. 529–535, 1993.

[176] J. A. Greenwood and J. B. P. Williamson, “Contact of Nominally Flat,” *Proc. R. Soc. London Ser. A*, vol. 295, pp. 300–319, 1966.

[177] J. A. Greenwood and J. H. Tripp, “The elastic contact of rough spheres,” *J. Appl. Mech.*, vol. 34, no. 1, pp. 153–159, 1967.

[178] P. Bouchareine, “Métrologie des surfaces,” *Techniques de l’Ingénieur*, vol. r1390. 1999.

[179] S. Hannel, J. C. Abry, and S. Fouvry, “Experimental relationship between the electrical performance and the fretting - regime,” in *Proc. of the 20th ICEC Conference*, 2000, pp. 451–456.

[180] J. M. Voisin, A. B. Vannes, L. Vincent, J. Daviot, and B. Giraud, “Analysis of a tube-grid oscillatory contact: methodology for the selection of superficial treatments,” *Wear*, vol. 181–183, pp. 826–832, 1995.

[181] S. Fouvry, “Etude quantitative des dégradations en fretting,” Ecole Centrale de Lyon, 1997.

[182] P. Jedrzejczyk, S. Fouvry, and P. Chalandon, “A fast methodology to quantify electrical-contact behaviour under fretting loading conditions,” *Wear*, vol. 267, no. 9–10, pp. 1731–1740, 2009.

[183] J. Laporte, S. Fouvry, O. Perrinet, and G. Blondy, “Influence of large periodic sliding sequences on the electronical endurance of contacts subjected to fretting wear,” in *Proc. of the 59th IEEE Holm*, 2013, pp. 40–48.

[184] PSA Peugeot-Citroën, “Connecteurs: prescriptions générales,” *Norme B217050*, no. Chap. 8.

[185] J. Laporte, O. Perrinet, and S. Fouvry, “Prediction of the electrical contact resistance endurance of silver-plated coatings subject to fretting wear, using a friction energy density approach,” *Wear*, vol. 330–331, pp. 170–181, 2015.

[186] O. Perrinet, “Analyse de l’endurance de contacts électriques Sn, Au et Ag soumis à des sollicitations de fretting,” Ecole Centrale de Lyon, 2014.

[187] P. Jedrzejczyk, S. Chad, S. Fouvry, and P. Chalandon, “Impact of the nickel interlayer on the electrical resistance of tin–tin interface submitted to fretting loading,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 203, no. 12, pp. 1624–1628, Mar. 2009.

[188] O. Perrinet, S. Fouvry, and O. Alquier, “Application of the Friction Energy Density Approach to Predict Electrical Contact Endurance in a Silver-Plated Coating Subjected to Fretting Wear,” in *Proc. of the 59th IEEE Holm*, 2013, pp. 1–10.

[189] J. F. Archard, “Contact and rubbing of flat surfaces,” *J. Appl. Phys.*, vol. 24, pp. 981–988, 1953.

[190] C. Mary and S. Fouvry, “Numerical prediction of fretting contact durability using energy wear approach: Optimisation of finite-element model,” *Wear*, vol. 263, no. 1–6, pp. 444–450, Sep. 2007.

[191] M. A. Chowdhury, M. K. Khalil, D. M. Nuruzzaman, and M. L. Rahaman, “The effect of sliding speed and normal load on friction and wear property of aluminum,” *Int. J. Mech. Mech. Eng.*, vol. 11, no. 1, pp. 53–57, 2011.

[192] M. A. Chowdhury, D. M. Nuruzzaman, B. K. Roy, S. Samad, R. Sarker, and A. H. M. Rezwan, “Experimental investigation of friction coefficient and wear rate of composite materials sliding against smooth and rough mild steel counterfaces,” *Tribol. Ind.*, vol. 35, no. 4, pp. 286–296, 2013.

[193] V. R. Rajeev, D. K. Dwivedi, and S. C. Jain, “Effect of load and reciprocating velocity on the transition from mild to severe wear behavior of Al-Si-SiCp composites in reciprocating conditions,” *Mater. Des.*, vol. 31, no. 10, pp. 4951–4959, 2010.

[194] D. Rai and J. P. Pathak, “Influence of sliding velocity on wear behaviour of different microstructures of Ni-Cr-Mo-V steel,” *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 11, no. 2, pp. 113–120, 2004.

[195] G. Colas, A. Saulot, C. Godeau, Y. Michel, and Y. Berthier, “Decrypting third body flows to solver dry lubrication issue-MoS2 cas study under ultrahigj vacuum,” *Wear*, vol. 305, no. 1–2, pp. 192–204, 2013.

[196] Y. W. Park, T. S. N. Sankara Narayanan, and K. Y. Lee, “Fretting corrosion of tin-plated contacts,” *Tribol. Int.*, vol. 41, no. 7, pp. 616–628, 2008.

[197] Y. W. Park, G. N. K. Ramesh Bapu, and K. Y. Lee, “Fretting corrosion characteristics of electrodeposited and hot dipped tin coating contacts,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 14, pp. 3164–3174, Apr. 2008.

[198] R. Wiesinger, I. Martina, C. Kleber, and M. Schreiner, “Influence of relative humidity and ozone on atmospheric silver corrosion,” *Corros. Sci.*, vol. 77, pp. 69–76, Dec. 2013.

[199] L. Yu, S. Bahadur, and Q. Xue, “An investigation of the friction and wear behaviors of ceramic particle filled polyphenylene sulfide composites,” *Wear*, vol. 214, no. 1, pp. 54–63, 1998.

[200] Q. Zhao and S. Bahadur, “A study of the modification of the friction and wear behavior of polyphenylene sulfide by particulate Ag2S and PbTe fillers,” *Wear*, vol. 217, no. 1, pp. 62–72, 1998.

[201] Q. Zhao and S. Bahadur, “The mechanism of filler action and the criterion of filler selection for reducing wear,” *Wear*, vol. 225–229, pp. 660–668, 1999.

[202] C. . Schwartz and S. Bahadur, “The role of filler deformability, filler–polymer bonding, and counterface material on the tribological behavior of polyphenylene sulfide (PPS),” *Wear*, vol.

251, no. 1–12, pp. 1532–1540, 2001.

[203] I. Martina, R. Wiesinger, and M. Schreiner, “Micro-Raman Characterisation of Silver Corrosion Products : Instrumental Set Up and Reference,” *e-Preservation Sci.*, vol. 9, pp. 1–8, 2012.

[204] RRUFF Project Website, “CuS.pdf.” [Online]. Available: http://rruff.info/chem=Cu,S/display=default/R060143.

[205] RRUFF Project Website, “NiS.pdf.” [Online]. Available: http://rruff.info/chem=Ni, S/display=default/R080122.

[206] RRUFF Project Website, “NiS2.pdf.” [Online]. Available: http://rruff.info/chem=Ni, S/display=default/R070763.

[207] Z. Cai, M. Zhu, H. Shen, Z. Zhou, and X. Jin, “Torsional fretting wear behaviour of 7075 aluminium alloy in various relative humidity environments,” *Wear*, vol. 267, no. 1–4, pp. 330–339, 2009.

[208] J. Laporte and S. Fouvry, “Electrical Fretting Wear Performance of New Silver Composite Coatings,” in *Proc. of the 61st IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 2015, pp. 287–297.

[209] P. Jedrzejczyk, S. Fouvry, and P. Chalandon, “Quantitative description of the electrical contact endurance under fretting condition : comparison between tin and silver coatings,” in *Proc. of the 24th ICEC Conference*, 2008, pp. 272–277.

[210] Å. K. Rudolphi and S. Jacobson, “Gross plastic fretting mechanical deterioration of silver coated electrical contacts,” *Wear*, vol. 201, no. 1–2, pp. 244–254, Dec. 1996.

[211] S. Noël and A. Brézard-oudot, “Electrical behavior of golden automotive connectors under vibration tests,” in *Proc. of the 27th ICEC Conference*, 2014, pp. 85–90.

[212] M. Ödfalk and O. Vingsbo, “An elastic-plastic,” *Wear*, vol. 157, no. 157, pp. 435–444, 1992.

[213] C. C. Viafara and A. Sinatora, “Influence of hardness of the harder body on wear regime transition in a sliding pair of steels,” *Wear*, vol. 267, no. 1–4, pp. 425–432, 2009.

[214] W. Hirst and J. K. Lancaster, “Surface film formation and metallic wear,” *J. Appl. Phys.*, vol. 27, no. 9, pp. 1057–1065, 1956.

[215] J. F. Archard and W. Hirst, “The Wear of Metals under Unlubricated Conditions,” *Proc. R. Soc.*, vol. 236, pp. 397–410, 1956.

[216] P. Jedrzejczyk, “Analysis and quantification of electrical contacts endurance under fretting loadings,” Ecole Centrale de Lyon, 2010.

[217] Y. Miyakawa, “Friction and wear performance of gold and gold alloy films,” *Gold Bull.*, vol. 13, no. 1, pp. 21–30, 1980.

[218] J. Song, C. Koch, and L. Wang, “Correlation between wear resistance and lifetime of electrical contacts,” *Adv. Tribol.*, vol. 2012, 2012.

[219] D. Gagnon, M. Braunovic, and J. Masounave, “Effect of fretting slip amplitude on the friction behaviour of electrical contact materials,” in *Proc. of the 51st IEEE Holm*, 2005, pp. 186–195.

[220] W. Ren, Y. Du, L. Cui, P. Wang, and J. Song, “Research on fretting Regimes of gold-plated copper alloy electrical contact material under different vibration amplitude and frequency combinations,” *Wear*, vol. 321, pp. 70–78, Dec. 2014.

[221] S. Wada, “Degradation Phenomenon of Electrical Contacts using a Micro-Sliding Mechanism,” in *Proc. of the 58th IEEE Holm*, 2012, pp. 147–154.

[222] J. D. Bressan, D. P. Daros, A. Sokolowski, R. A. Mesquita, and C. A. Barbosa, “Influence of hardness on the wear resistance of 17-4 PH stainless steel evaluated by the pin-on-disc testing,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 205, no. 1–3, pp. 353–359, 2008.

[223] S. Jose, “Influence of hardness of the counterbody in three-body abrasive wear-an overlooked hardness effect,” *Tribol. Int.*, vol. 27, no. 4, pp. 233–241, 1994.

[224] G. J. Gore and J. D. Gates, “Effect of hardness on three very different forms of wear,” *Wear*, vol. 203–204, no. 96, pp. 544–563, 1997.

[225] I. H. Sung, J. W. Kim, H. J. Noh, and H. Jang, “Effect of displacement and humidity on contact resistance of copper electrical contacts,” *Tribol. Int.*, vol. 95, pp. 256–261, 2016.

[226] R. Rybiak, S. Fouvry, T. Liskiewicz, and B. Wendler, “Fretting wear of a TiN PVD coating under variable relative humidity conditions—development of a ‘composite’ wear law,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 9, pp. 1753–1763, Feb. 2008.

[227] J. Laporte, O. Perrinet, and S. Fouvry, “Prediction of the electrical contact resistance endurance of silver-plated coatings subject to fretting wear, using a friction energy density approach,” *Wear*, pp. 1–12, Dec. 2014.

[228] S. Fouvry, P. Kapsa, and L. Vincent, “Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria,” *Wear*, vol. 185, no. 1–2, pp. 35–46, Jun. 1995.

Annexe I : Complaisance du montage

Le déplacement relatif mesuré par le capteur laser est la somme des déplacements par déformation des systèmes de part et d'autre du contact et du déplacement absorbé au contact. Comme le montre Fouvry et al. [228], le déplacement mesuré implique l'accommodation du contact (δc) et la contribution du dispositif (δs).

$$\delta = \delta_c + \delta_s \quad \text{(I-1)}$$

En pratique, la complaisance élastique globale correspond sur le cycle de fretting à l'inverse de la pente des cycles de fretting (Figure I.1). Elle se mesure dans l'un des trois régimes, sachant que la mesure est plus aisée et précise en régime quasiment linéaire, c'est-à-dire à très faible amplitude de déplacement relatif ou à force normale élevée.

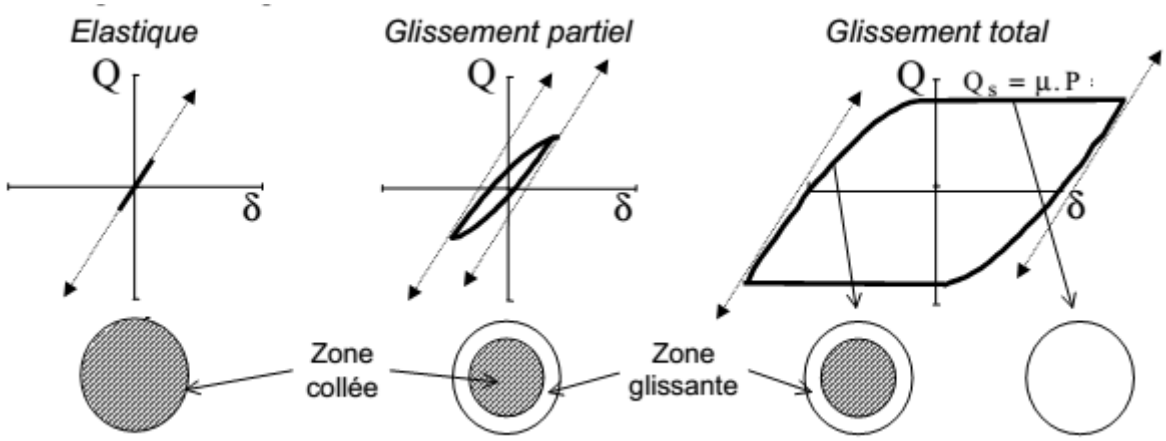


Figure I.1 : Mesure de la complaisance élastique globale à partir de la phase élastique linéaire du cycle.

$$\delta = Q.C = Q.C_c + Q.C_s \quad \text{(I-2)}$$

$$\text{ce qui induit: } C = C_c + C_s \quad \text{(I-3)}$$

L'inverse C de la pente mesurée est la somme de la complaisance de contact C_c et de la complaisance C_s du système. Or, une expression analytique de la compliance $C_c = \frac{1}{k_e}$ est fournie par la théorie de Mindlin dans le cas d'un contact sphère/plan ou de cylindres croisés:

$$C_c = \frac{2.K_1}{3.a} \quad \text{(I-4)}$$

$$\text{avec } K_1 = \frac{3}{8}\left(\frac{2-\upsilon}{G}\right) \quad \text{(I-5)}$$

$$\text{et } a = \left(\frac{3.P.R}{4.E}\right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{(I-6)}$$

P : force normale appliquée, R : rayon de la sphère ou du cylindre, E : module de Young, υ : coefficient de Poisson, $G = \frac{E}{2.(1+\upsilon)}$ (G : module élastique de cisaillement).

La complaisance du montage s'en déduit alors par : $C_s = C - C_c$

L'amplitude de déplacement relatif δ* est un aspect essentiel de l'analyse du contact électrique soumis au fretting. Malheureusement, il n'est guère possible d'évaluer la valeur réelle de l'amplitude de déplacement appliquée au contact. En effet, le déplacement étant mesuré à l'extérieur de l'interface de contact, le déplacement réel dans le contact est influencé par l'accommodation du montage. L'alternative consiste à analyser la réponse du contact en fonction de l'ouverture de cycle (δ_0) au lieu de l'amplitude de déplacement δ*. L'ouverture de cycle (δ_0) est mesurée lorsque Q est égal à zéro et n'est donc pas affectée par la complaisance du montage [228]. En effet, lorsque Q=0, l'accommodation tangentielle du contact est de fait nulle.

Annexe II : Loi des mélanges pour le calcul de la résistivité

L'obtention de la résistivité d'un matériau composite peut être obtenue à partir d'une loi des mélanges. Pour cela, il faut considérer une dispersion d'un matériau Y de résistivité ρ_y de dimension caractéristique y dans une matrice composée d'un matériau X de résistivité ρ_x. Un cube de matrice X de dimension caractéristique x englobe un cube de matériau Y de dimension caractéristique y. Il faut également faire l'hypothèse que le matériau XY se comporte d'un point de vue électrique comme un ensemble de résistances en parallèle ou en série.

II.1. Cas d'une loi linéaire

Afin de déterminer la résistivité équivalent d'un matériau composite, la première approche est de considérer une loi linéaire telle que :

$$\rho = \rho_x.(1-y) + \rho_y.y \qquad \text{(II-1)}$$

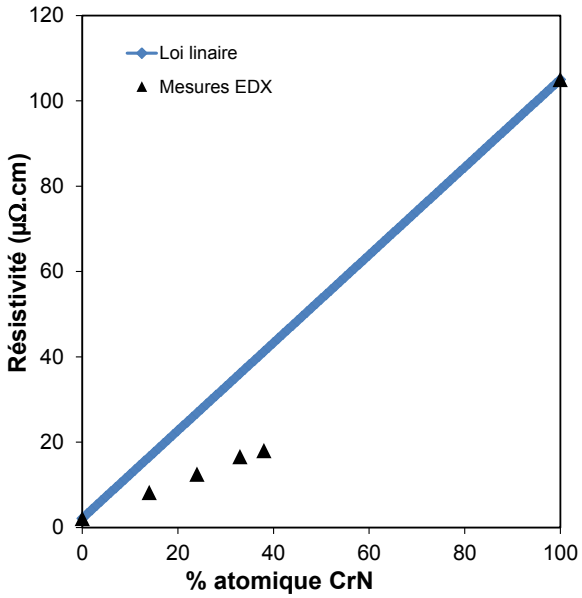


Figure II.1 : Evolution de la résistivité électrique du composite AgCrN déterminée par une loi linéaire en fonction de la concentration atomique en CrN.

En comparant les valeurs théoriques aux mesures de résistivité du composite en fonction de la concentration en CrN, il est possible de constater que la loi linéaire n'est pas appropriée pour décrire l'évolution de la résistivité en fonction des concentrations des matériaux.

II.2. Cas d'une simple percolation

En considérant que la résistance du cube de dimension x correspond à deux résistances en série, la résistance R du matériau XY peut être exprimée par :

$$R = R_1 + R_2 \qquad \text{(II-2)}$$

$$\text{avec } R_1 = \frac{\rho_x.(x-y)}{x^2} \qquad \text{(II-3)}$$

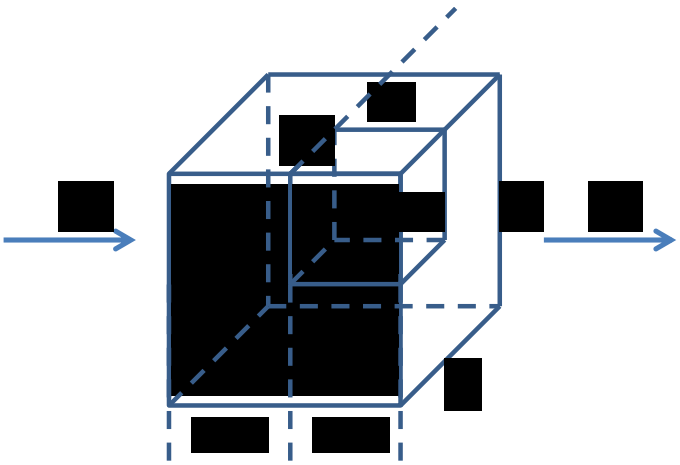


Figure II.2 : Schéma de la répartition des matériaux en considérant une simple percolation.

La résistance R_2 correspond quant à elle à deux résistances en parallèles telle que :

$$\frac{1}{R_2} = \frac{x^2 - y^2}{\rho_x . y} + \frac{y^2}{\rho_y . y} \qquad \text{(II-4)}$$

$$\text{Soit } \frac{1}{R_2} = \frac{(x^2 - y^2).\rho_y + y^2.\rho_x}{\rho_x . \rho_y . y} \qquad \text{(II-5)}$$

En combinant les précédentes équations, la résistance globale est exprimée par :

$$R = \frac{\rho_x.(x-y)}{x^2} + \frac{\rho_x.\rho_y.y}{(x^2 - y^2).\rho_y + y^2.\rho_x} \qquad \text{(II-6)}$$

La résistivité apparente du matériau composite est donnée par :

$$\rho = R.x \qquad \text{(II-7)}$$

$$\rho = \rho_x.(1 - \frac{y}{x}) + \frac{\rho_x.\rho_y.\frac{y}{x}}{\left(1 - \left(\frac{y}{x}\right)^2\right).\rho_y + \left(\frac{y}{x}\right)^2.\rho_x} \qquad \text{(II-8)}$$

On considère le pourcentage volumique du matériau y dans le mélange :

$$\% = \left(\frac{y}{x}\right)^3 \qquad \text{(II-9)}$$

$$\rho = \rho_x.(1 - \%^{1/3}) + \frac{\rho_x.\rho_y.\%^{1/3}}{\left(1 - \%^{2/3}\right).\rho_y + \%^{2/3}.\rho_x} \qquad \text{(II-10)}$$

Prenons l'exemple d'une dispersion de CrN dans Ag. Dans ce cas, il faut considérer que pour le matériau Ag, ρ_x = 1,65µΩ.cm et que pour le matériau CrN, ρ_y = 105µΩ.cm. De la même manière, il est

possible d'imaginer une dispersion d'Ag dans CrN telle que pour Ag, ρ_y = 1,65µΩ.cm et pour CrN, ρ_x = 105µΩ.cm. En considérant la précédente équation, la Figure II.3 trace les deux courbes en fonction du pourcentage volumique de CrN dans le mélange. Les résultats montrent que les mesures réalisés sur les échantillons AgCrN correspondent beaucoup plus à une dispersion d'Ag dans du CrN qu'à une dispersion de CrN dans de l'Ag.

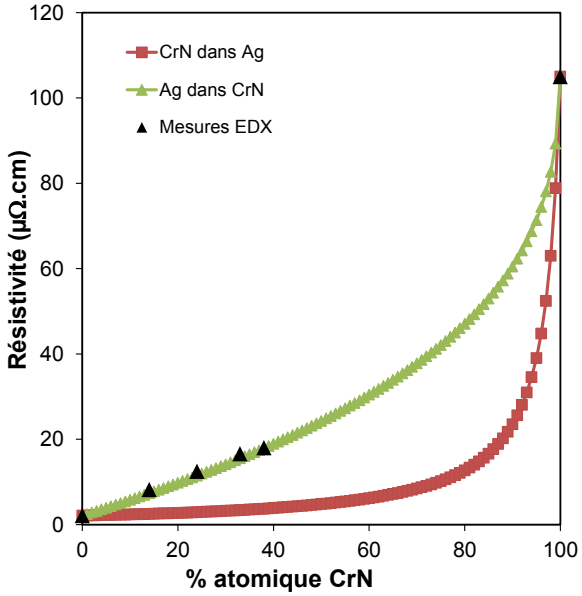


Figure II.3 : Evolution de la résistivité électrique du composite AgCrN en fonction de la concentration atomique en CrN en considérant une simple percolation.

II.3. Cas d'une double percolation

De la même manière, il est possible de considérer une double percolation. La résistance équivalente correspond alors à deux résistances en série l'une d'une longueur y et l'autre d'une longueur (x-y). Chacune de ces résistances correspond à deux résistances en parallèle.

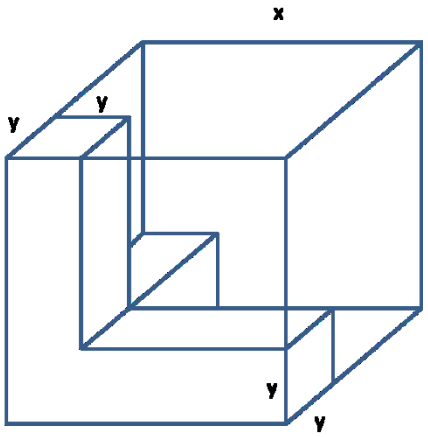


Figure II.4 : Schéma de la répartition des matériaux en considérant une double percolation.

En reprenant, les calculs précédents mais appliqués à une double percolation, il est possible de déterminer les résistances R_1 et R_2 telles que :

$$\begin{cases} \dfrac{1}{R_1} = \dfrac{(x-y)^2}{\rho_x.y} + \dfrac{y^2 + 2.y.(x-y)}{\rho_y y} \\ \dfrac{1}{R_2} = \dfrac{x^2 - y^2}{\rho_x.(x-y)} + \dfrac{y^2}{\rho_y.(x-y)} \end{cases} \quad \text{(II-11)}$$

Soit encore :

$$\begin{cases} R_1 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.y}{\rho_y.(x-y)^2 + \rho_x.(y^2 + 2.y.(x-y))} \\ R_2 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.(x-y)}{\rho_y.(x-y)^2 + \rho_x.y^2} \end{cases} \quad \text{(II-12)}$$

Ainsi, en considérant :

$$\rho_e = R.x \text{ et } \varepsilon = \frac{y}{x} \quad \text{(II-13)}$$

les résistivités électriques peuvent être définies par :

$$\begin{cases} \rho_1 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.\varepsilon}{\rho_y.(1-\varepsilon)^2 + \rho_x.(\varepsilon^2 + 2.\varepsilon.(1-\varepsilon))} \\ \rho_2 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.(1-\varepsilon)}{\rho_y.(1-\varepsilon)^2 + \rho_x.\varepsilon^2} \end{cases} \quad \text{(II-14)}$$

Par ailleurs en notant % le pourcentage de la phase y dans le mélange tel que :

$$\begin{aligned} \% &= \frac{y^3 + 3.y^2.(x-y)}{x^3} \\ \% &= \varepsilon^3 + 3.\varepsilon^2.(1-\varepsilon) \end{aligned} \quad \text{(II-15)}$$

l'équation à résoudre est donc :

$$2.\varepsilon^3 - 3.\varepsilon^2 + \% = 0 \quad \text{(II-16)}$$

En appliquant la formule de Cardan, soit :

$$\begin{cases} p = -\dfrac{3}{4} \\ q = \dfrac{2.\% - 1}{4} \end{cases} \quad \text{(II-17)}$$

$$\Delta = -\left(4.p^3 + 27.q^2\right) \quad \text{(II-18)}$$

Soit encore :

$$\Delta = \frac{27}{16}.(1-(2.\%-1)^2) \qquad \text{(II-19)}$$

Δ est toujours positif, il existe donc 3 solutions réelles à cette équation. Ces 3 solutions sont du type :

$$\varepsilon_k = \frac{1}{2} + \cos\left(\frac{1}{3}.ar\cos(1-2\%) + \frac{2.k.\pi}{3}\right) \qquad \text{(II-20)}$$

avec k = 0, 1 ou 2

Seule la solution avec k = 2 donne un résultat où 0 ≤ ε ≤ 1. En résumé pour calculer la résistivité équivalente ρ_e à partir du % d'un des matériaux, la formule est :

$$\varepsilon = \frac{1}{2} + \cos\left(\frac{1}{3}.ar\cos(1-2\%) + \frac{4.\pi}{3}\right) \qquad \text{(II-21)}$$

$$\rho_e = \rho_1 + \rho_2 \qquad \text{(II-22)}$$

$$\text{Avec} \begin{cases} \rho_1 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.\varepsilon}{\rho_y.(1-\varepsilon)^2 + \rho_x.(\varepsilon^2 + 2.\varepsilon.(1-\varepsilon))} \\ \rho_2 = \dfrac{\rho_x.\rho_y.(1-\varepsilon)}{\rho_y.(1-\varepsilon^2) + \rho_x.\varepsilon^2} \end{cases} \qquad \text{(II-23)}$$

En appliquant le calcul au cas du mélange Ag/CrN, il est possible d'obtenir les courbes présentées sur la Figure II.5. Le modèle qui correspond le mieux est donc celui d'une dispersion d'Ag dans CrN.

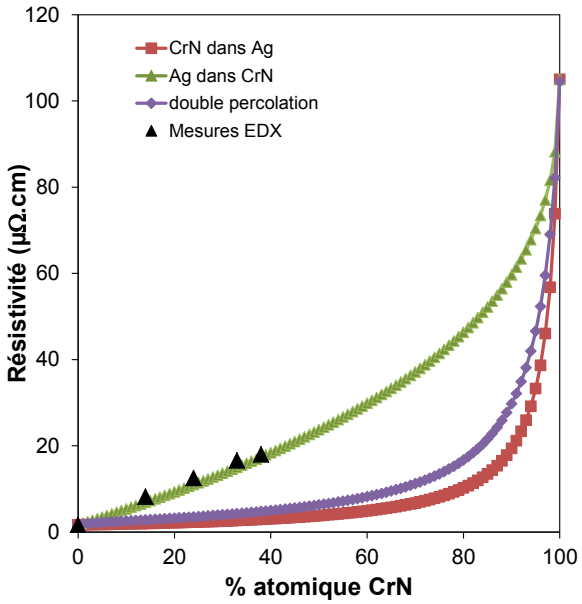


Figure II.5 : Evolution de la résistivité électrique du composite AgCrN en fonction de la concentration atomique en CrN en considérant une double percolation.

Résumé

L'instrumentation de plus en plus poussée des systèmes mécaniques (aéronautique, automobile,…) impose une utilisation croissante des connecteurs électriques. Cependant, leur environnement de fonctionnement (sollicitations chimiques et vibratoires) peut entrainer une dégradation plus ou moins sévère des contacts électriques limitant ainsi le passage du courant. Pour limiter cette dégradation et assurer la stabilité des connexions, des revêtements d'or sont couramment appliqués au niveau des contacts. Cependant, la conjecture économique et le coût très élevé de l'or nécessite de trouver une alternative moins chère. Parmi les métaux conducteurs, l'argent est aujourd'hui le meilleur candidat. L'objectif de cette thèse est donc d'étudier la réponse électrique et l'endommagement de dépôts argent soumis à des sollicitations de fretting. Pour cela, ces travaux de recherche ont été abordés selon trois axes. Le premier axe a permis une étude complète d'un contact homogène argent/argent afin d'identifier les mécanismes de dégradation responsables de la rupture électrique aussi bien en fretting qu'en glissement alterné. Il a aussi été possible, par une approche énergétique, de mettre en place un modèle prédictif permettant d'extrapoler les durées de vie du contact selon différents paramètres de chargement. Une étude complémentaire a également montré l'impact d'une atmosphère corrosive à base de soufre sur les contacts électriques en argent. Le second axe a permis, quant à lui, d'étudier le comportement tribologique et électrique de nouveaux matériaux à base d'argent développés dans le but de remplacer les dépôts dorés. L'analyse de ces contacts homogènes a permis de mettre en évidence les mécanismes de dégradation et les comportements mécaniques des contacts soumis à des environnements humides. Dans le dernier axe, une étude a été menée sur ces mêmes matériaux à base d'argent mais en configuration hétérogène contre un dépôt d'or afin d'identifier le comportement tribologique et électrique de ces contacts quand ils sont composés par des matériaux avec des propriétés similaires ou opposées.

Mots clés : connecteurs électriques, fretting, résistance électrique de contact, coefficient de frottement, usure, oxydation, or, argent, humidité relative, approche énergétique, prédiction des durées de vie.

Abstract

Advanced instrumentation in mechanical systems (aeronautical, automobile etc…) goes hand in hand with an ever increased use of electrical connectors. However, the unfavorable operating environment (chemical attack and vibrational loads) causes more or less severe degradation of electrical contacts, which in turn perturbs their electrical conductivity. Gold plating is usually applied in electrical contacts in order to limit damage and to ensure connector stability. However, economic constraints and the high cost of gold require cheaper alternatives. Amongst conductive metals, silver is the best candidate. Hence, the purpose of this PhD project is to investigate the electrical response and the degradation of silver coatings when subjected to fretting loadings. The study is divided into three main research axes. The first axis consists in realizing a complete study of a homogeneous silver/silver contact in order to identify the degradation mechanisms that are responsible for the electrical failure, both in fretting loadings and reciprocating sliding. It was possible to formalize a predictive model, using an energy density approach, allowing to extrapolate the lifetime of the contact as a function of various loading parameters. A complementary study also showed the impact of a corrosive sulfur atmosphere on these electric contacts. As part of the second research axis, an investigation of the tribological and electrical behavior of novel silver-based materials, solely synthesized as a gold replacement, was performed. The analysis of these homogeneous contacts allowed to explain the degradation mechanism and the mechanical behavior of these contacts when subjected to a wet environment. In the last research axis a study was led on the same silver-based materials but in a heterogenous configuration against a gold coating in order to identify the tribological and electrical behavior of these contacts when composed by materials with similar or opposite properties.

Keywords: electrical connectors, fretting, electrical contact resistance, friction coefficient, wear, oxidation, gold, silver, relative humidity, energetic approach, lifetime prediction.